



**HAL**  
open science

# Étude physico-chimique des méthodes de cuisson pré et protohistorique

Alexandre Lucquin

► **To cite this version:**

Alexandre Lucquin. Étude physico-chimique des méthodes de cuisson pré et protohistorique. Archéologie et Préhistoire. Université de Rennes 1, 2007. Français. NNT : 2007REN1S101 . tel-04626250

**HAL Id: tel-04626250**

**<https://theses.hal.science/tel-04626250>**

Submitted on 26 Jun 2024

**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.

N° ORDRE : 3427  
De la thèse



**THÈSE**

présentée

**DEVANT L'UNIVERSITÉ DE RENNES 1**

pour obtenir le grade de :

***DOCTEUR DE L'UNIVERSITÉ DE RENNES 1***

Mention : « **Archéologie et Archéosciences** »

présentée et soutenue publiquement par

**Alexandre Lucquin**

Équipe d'accueil : UMR 6566 « Civilisations Atlantiques et Archéosciences »

Campus Beaulieu

École Doctorale : Sciences de la Matière

Composante universitaire : Structure et Propriétés de la Matière

# ÉTUDE PHYSICO-CHIMIQUE DES MÉTHODES DE CUISSON PRÉ ET PROTOHISTORIQUES

**Volume I & II**

Soutenue le 12/10/2007 devant la commission d'Examen

## COMPOSITION DU JURY

Jean-Pierre PAUTREAU  
Hervé THIS  
Ramiro Javier MARCH  
Michèle JULIEN  
Jean GASCÓ  
Michel VAULTIER

Directeur de Thèse  
Codirecteur de Thèse  
Membre  
Membre  
Membre  
Membre

*À Elliot et Delphine*

## Remerciements

Jean-Pierre Pautreau, Directeur de Recherche au C.N.R.S. (UMR 6566), a accepté de diriger cette thèse et a tout fait pour faciliter son bon déroulement. Je l'en remercie

Le soutien d'Hervé This, Physico-chimiste I.N.R.A., attaché à la Direction scientifique Nutrition humaine et Sécurité des Aliments, groupe de gastronomie moléculaire, qui a accepté de codiriger cette thèse a été important. Je l'en remercie également.

Ce travail n'aurait jamais vu le jour sans Ramiro Javier March, Chargé de Recherche au C.N.R.S. (UMR 6566). Il m'a ouvert les portes de son laboratoire lors de ma maîtrise en 1999, m'a formé à l'étude des structures de combustion et aux analyses organiques des matériaux archéologiques. Depuis, il a encadré mon travail de recherche et m'a apporté tout son soutien. Son aide dans la construction de ce sujet a été inestimable. Je tiens donc à le remercier chaleureusement.

Je remercie vivement Michèle Julien, D.R. au C.N.R.S. (UMR 7041), Jean Gascó, C.R. au C.N.R.S. (CRPPM) et Michel Vaultier, D.R. au C.N.R.S. (UMR 6510), d'avoir accepté de juger ce travail.

Cette thèse s'est déroulée au sein de l'UMR 6566 « Civilisation Atlantiques et Archéosciences » et je tiens à remercier ses directeurs successifs, Jean-Laurent Monnier, D.R. au C.N.R.S., et Guirec Querré, Ingénieur de recherche au Ministère de la Culture, ainsi que tout son personnel.

Je voudrais remercier l'IEHCA qui m'a attribué son prix à la recherche en 2002 pour développer cette thèse.

Cette thèse n'aurait pu être réalisée sans l'utilisation de la GC-MS. Michel Vaultier, D.R. au C.N.R.S. (UMR 6510), m'a donné accès sous la supervision de Barbara Le Grel, Maître de Conférence à l'Université de Rennes I (UMR 6510), et Daniel Carrier, Ingénieur d'étude au C.N.R.S. (UMR 6510), qui ont su m'apporter de nombreux conseils sur l'utilisation de cet appareillage. Je les en remercie.

Bien avant cette thèse, c'est en étant progressivement intégré à l'étude du site de Pincevent que j'ai pu m'initier à la recherche. C'est également dans cette ambiance où l'ethnologie préhistorique règne qu'a pu naître une approche technologique des pratiques culinaires préhistoriques. Je remercie toute l'équipe de Pincevent de ces précieux conseils, de m'avoir confié l'étude des résidus organiques du niveau IV<sub>0</sub> et de m'avoir permis de réaliser des expérimentations sur le terrain.

Luc Laporte, C.R. au C.N.R.S. (UMR 6566), m'a confié l'étude du contenu des céramiques provenant du site de Lillemer. Cette étude s'est étendue aux structures de combustion lors de la découverte d'un foyer dans la tourbière. Jean-Noël Guyodo, M.C. à l'université de Nantes (UMR 6566), m'a également confié l'analyse du matériel des fouilles de sauvetage qu'il a dirigé sur le même site. Je les remercie tous les deux pour leur confiance et pour l'intérêt porté.

L'étude des résidus organiques provenant des fouilles de sauvetages des sites de Champ Vallet et des Hauts de Feuilly dirigées par Pierre Jacquet m'a été proposée par l'intermédiaire de Ramiro Javier March. Je le remercie ainsi que Thomas Bouquin pour l'aide apportée à l'étude de ces sites.

Je tiens à remercier également Jean-Christophe Le Bannier et surtout Feng-Ping Yang pour l'aide apportée au laboratoire de chimie organique. Il en est de même pour Kristell Lemoine qui m'a aidé dans l'étude des roches chauffées d'un des foyers de Lillemer. Je tiens tout particulièrement à remercier Gaëlle Dumarçay pour son aide et ses encouragements.

Je n'ai pas de mots pour ma famille qui m'a soutenu tout au long de ces années d'études, m'apportant soutiens et encouragements. Delphine tu as vécu cette thèse avec moi, cette thèse est un peu à toi aussi. Et Elliot, tes nombreux sourires m'ont encouragé à finir cette thèse.

## Résumé

Cette thèse s'articule autour de la mise en place d'outils méthodologiques permettant l'étude technologique des pratiques culinaires pré et protohistoriques. A travers une démarche expérimentale des techniques de cuisson employant des roches chauffées, nous avons développé deux aspects complémentaires, d'une part la mise en évidence des processus thermiques de la cuisson et d'autre part la mise en évidence d'altérations physiques ou chimiques spécifiques à une technique de cuisson. Ainsi, nous avons montré pour la technique de bouilli avec des pierres chauffantes qu'il y avait une altération spécifique du ciment intergranulaire proportionnel au nombre de réutilisations et qui entraîne la mise en place d'un réseau de fissurations caractéristiques provoquant la fragilisation de la roche. Nous avons également mis en évidence des altérations chimiques et l'apparition de molécules secondaires dans les lipides alimentaires pénétrant dans la roche au cours de la cuisson. Ces résultats ont été ensuite appliqués à l'étude de matériels provenant de trois contextes archéologiques : un habitat magdalénien, une occupation du néolithique moyen et des fosses de combustion isolées de la fin de l'Âge du Bronze.

**Mots-clés :** Alimentation préhistorique, Cuisine – Technique, Archéologie expérimentale, Biogéochimie, Magdalénien, Néolithique, Âge du Bronze

## **Abstract**

This thesis is articulated on the methodological tool setting allowing technological study of pre and protohistoric culinary practices. From an experimental approach of stone cooking techniques, we develop two complementary aspects, on the one hand to put forward thermal process of cooking and on the other to put forward physical or chemical alteration specific to a technique. So, we demonstrate, for stone boiling, the presence of a specific alteration of intergranular cement proportional to the number of reuse and which lead to setting a characteristic network of cracks causing a weakening of the rock. We also bring to the fore chemical alteration and apparition of secondary molecules in the alimentary lipids penetrated in the rock during the cooking. These results are applied to the study of material coming from three archaeological contexts: a magdalenian housing, a middle neolithic occupation and isolated combustion pit of the end of Bronze Age.

**Key-words:** Prehistoric alimentation, Cooking – Technique, Experimental archaeology, Biogeochemistry, Magdalenian, Neolithic, Bronze Age

# Table des matières

Remerciements .....	3
Résumé .....	5
Abstract .....	6
Table des matières .....	7
Liste des tableaux .....	14
Liste des figures .....	16
Introduction .....	29
Chapitre I : La cuisine en archéologie, quelles perspectives ?.....	34
I.1.    De la recherche sur l'alimentation passée .....	35
I.1.1.    L'acquisition.....	36
I.1.2.    Le partage.....	37
I.1.3.    La préparation .....	38
I.1.4.    La consommation .....	40
I.2.    La cuisine traditionnelle : le cas de la cuisson .....	41
I.2.1.    L'archéologie et la question de la cuisson des aliments, bref historique des recherches.....	41
I.2.2.    Pourquoi cuire ? .....	44
I.3.    Contexte théorique .....	48
I.3.1.    Structuralisme et le triangle culinaire.....	48
I.3.2.    Technologie culturelle et techniques de cuisson .....	51
I.3.2.1.    Objet.....	52
I.3.2.2.    Processus .....	53
I.3.2.3.    Le mode de cuisson .....	55
I.3.2.4.    Source de chaleur et position de l'aliment .....	58
I.3.2.5.    Interaction du système culinaire et contraintes influençant la technique.....	61
I.4.    Conclusion.....	63
Chapitre II : Etude expérimentale des techniques de cuisson à roches chauffantes .....	65
II.1.    Introduction .....	66
II.1.1.    Roches chauffées en contexte archéologique.....	67

II.1.2.	Utilisation des roches comme éléments chauffants dans les sociétés actuelles et sub-actuelles .....	69
II.1.2.1.	Griller avec des pierres chauffantes .....	69
II.1.2.2.	Bouillir avec des pierres chauffantes .....	73
II.1.2.3.	Autres techniques de cuisson employant des roches chauffées .....	82
II.2.	Analyse expérimentale des processus thermiques des techniques de cuisson, bouillir et griller avec des roches chauffantes.....	89
II.2.1.	Griller avec des roches chauffantes.....	89
II.2.2.	Bouillir avec des roches chauffantes.....	90
II.2.2.1.	Expérimentations antérieures .....	91
II.2.2.2.	Protocole expérimental.....	94
II.2.2.3.	Approche expérimentale du processus thermique, données générales ....	95
II.2.2.4.	Durée de chauffage de la roche .....	98
II.2.2.5.	Température de chauffe.....	100
II.2.2.6.	Volume d'eau.....	104
II.2.2.7.	Volume de la roche .....	105
II.2.2.8.	Température initiale de l'eau .....	107
II.2.2.9.	Matières premières .....	109
II.2.2.10.	Discussion .....	111
II.3.	Altération physique des roches chauffées en fonction des techniques culinaires : bouillir et griller .....	115
II.3.1.	Expérimentations antérieures .....	115
II.3.2.	Expérimentation, approche macroscopique .....	117
II.3.2.1.	Protocole expérimental.....	117
II.3.2.2.	Matériels et méthodes.....	117
II.3.2.3.	Résultats et discussion.....	117
II.3.3.	Expérimentation, approche par microscopie électronique .....	119
II.3.3.1.	Protocole expérimental.....	119
II.3.3.2.	Matériels et méthodes.....	121
II.3.3.3.	Résultats et discussion.....	121
II.4.	Analyse chimiques des résidus alimentaires de cuisson avec des roches chauffées	
	124	
II.4.1.	Préambule.....	124

II.4.2.	Matériels et méthodes.....	128
II.4.2.1.	Préparation des échantillons :.....	128
II.4.2.2.	Extraction, séparation.....	129
II.4.2.3.	Chromatographie en phase gazeuse .....	130
II.4.2.4.	Chromatographie en phase gazeuse couplée à la spectrométrie de masse 131	
II.4.2.5.	Analyses mathématiques et statistiques .....	131
II.4.3.	Référentiel expérimental .....	131
II.4.3.1.	Produits crus .....	131
II.4.3.2.	Expérimentation culinaire : griller avec des pierres chauffantes .....	133
II.4.3.2.1.	Cuisson de bœuf .....	133
II.4.3.2.1.1.	Expérimentation bœuf 1 .....	133
II.4.3.2.1.2.	Expérimentation bœuf 2 .....	134
II.4.3.2.1.3.	Expérimentation bœuf 3 .....	135
II.4.3.2.2.	Cuisson de sanglier .....	136
II.4.3.2.3.	Cuisson d'agneau et de saumon.....	136
II.4.3.3.	Expérimentation culinaire : bouillir par des pierres chauffantes.....	138
II.4.3.3.1.	La cuisson d'épinards .....	138
II.4.3.3.2.	La cuisson de carotte .....	138
II.4.3.3.2.1.	Expérimentation carotte 1.....	138
II.4.3.3.2.2.	Expérimentation carotte 2.....	139
II.4.3.3.3.	La cuisson du boeuf.....	140
II.4.3.3.3.1.	Expérimentation boeuf 4 .....	140
II.4.3.3.3.2.	Expérimentation boeuf 5 .....	141
II.4.3.4.	Expérimentation culinaire : fours enterrés .....	141
II.4.3.4.1.	Cuisson de carotte 3.....	141
II.4.3.4.2.	Cuisson du porc .....	142
II.4.3.5.	Liste de synthèse des échantillons expérimentaux analysés .....	143
II.4.4.	Les résidus lipidiques soumis à l'action culinaire.....	143
II.4.4.1.	Les acides gras .....	143
II.4.4.1.1.	Acides gras insaturés .....	148
II.4.4.1.1.1.	Données bibliographiques .....	148
II.4.4.1.1.2.	Données expérimentales .....	151

II.4.4.1.1.3. Discussion.....	152
II.4.4.1.2. Acides gras saturés .....	154
II.4.4.1.2.1. A propos de la modification des distributions d'acides gras saturés lors des processus taphonomiques.....	174
II.4.4.1.3. Acides dicarboxyliques.....	177
II.4.4.1.4. Hydroxy- et oxo-acides .....	179
II.4.4.2. Hydrocarbures .....	180
II.4.4.2.1. Les n-alcanes .....	180
II.4.4.2.2. Les hydrocarbures aromatiques polycycliques.....	196
II.4.4.3. Les stérols et les terpènes .....	197
II.4.4.4. Les cétones .....	201
II.4.4.5. Les lactones .....	203
II.5. Conclusion.....	205
Chapitre III : La cuisine en archéologie, les résidus organiques archéologiques .....	206
III.1. Etude d'une unité habitation de chasseurs cueilleurs de la fin du Pléniglaciaire, le IV0 de Pincevent .....	207
III.1.1. Préambule.....	207
III.1.2. Présentation du site et du niveau IV <sub>0</sub> .....	207
III.1.3. Altérations macroscopiques des roches chauffées liées aux activités culinaires 211	
III.1.4. Analyses des résidus organiques .....	215
III.1.4.1. Echantillonnage.....	215
III.1.4.2. Le foyer T125.....	217
III.1.4.2.1. Acides gras .....	217
III.1.4.2.2. Hydrocarbures .....	221
III.1.4.2.3. Stérols et autres terpènes .....	223
III.1.4.2.4. Autres molécules .....	225
III.1.4.3. L'amas nord YA 123-125 .....	228
III.1.4.3.1. Acides gras .....	228
III.1.4.3.2. Hydrocarbures .....	230
III.1.4.3.3. Stérols et autres terpènes .....	232
III.1.4.3.4. Autres molécules .....	233
III.1.4.4. Les roches chauffées .....	235

III.1.4.4.1.	Acides gras .....	235
III.1.4.4.2.	Hydrocarbures .....	237
III.1.4.4.3.	Stérols et terpènes.....	239
III.1.4.4.4.	Autres molécules .....	240
III.1.4.5.	Exploration statistique globale des échantillons de Pincevent.....	242
III.1.4.5.1.	Acides gras saturés .....	242
III.1.4.5.2.	n-Alcanes.....	244
III.1.4.5.3.	Stérols.....	246
III.1.4.5.4.	Distribution des familles chimiques acides gras saturés, n-alcanes, stérols	247
III.1.4.6.	Masse des familles chimiques acides gras saturés, n-alcanes, stérols....	248
III.1.5.	Discussion .....	251
III.1.6.	Conclusion.....	256
III.2.	Pratiques alimentaires dans le Néolithique : étude des résidus organiques du gisement de Lillemer.....	258
III.2.1.	Présentation du site.....	258
III.2.2.	Les structures de combustion .....	259
III.2.2.1.	Le foyer du sondage 2 .....	259
III.2.2.1.1.	Présentation, description et analyse du fonctionnement .....	259
III.2.2.1.2.	Echantillonnage .....	264
III.2.2.1.3.	Résultats .....	264
III.2.2.1.3.1.	Acides gras .....	264
III.2.2.1.3.2.	Hydrocarbures .....	266
III.2.2.1.3.3.	Stéroïdes et terpénoïdes.....	267
III.2.2.1.3.4.	Autres molécules .....	268
III.2.2.1.4.	Discussion .....	269
III.2.2.2.	Le foyer des Hauts.....	270
III.2.2.2.1.	Présentation, description et analyse du fonctionnement .....	270
III.2.2.2.2.	Echantillonnage .....	273
III.2.2.2.3.	Résultats .....	273
III.2.2.2.4.	Discussion .....	280
III.2.2.3.	Le foyer du Haut-Charles .....	281
III.2.2.3.1.	Présentation, description et analyse du fonctionnement .....	281

III.2.2.3.2.	Echantillonnage .....	290
III.2.2.3.3.	Résultats .....	291
III.2.2.3.3.1.	Acides gras .....	291
III.2.2.3.3.2.	Hydrocarbures .....	294
III.2.2.3.3.3.	Stéroïdes et terpénoïdes.....	296
III.2.2.3.3.4.	Autres molécules .....	297
III.2.2.3.4.	Discussion .....	298
III.2.3.	Céramiques.....	299
III.2.3.1.	Echantillonnage.....	299
III.2.3.2.	Résultat et discussion .....	301
III.2.3.2.1.	Acides gras .....	301
III.2.3.2.2.	Hydrocarbures .....	306
III.2.3.2.3.	Terpénoïdes et stéroïdes .....	314
III.2.3.2.4.	Autres molécules .....	317
III.2.3.3.	Discussion .....	320
III.2.4.	Conclusion.....	325
III.3.	Les fosses foyers de l'Âge du Bronze.....	328
III.3.1.	La structure F9 de Champ Vallet .....	328
III.3.1.1.	Présentation .....	328
III.3.1.2.	Echantillonnage.....	330
III.3.1.3.	Résultats .....	331
III.3.1.3.1.	Extraits obtenus .....	331
III.3.1.3.2.	Acides gras .....	332
III.3.1.3.3.	Hydrocarbures .....	336
III.3.1.3.4.	Stéroïdes et terpénoïdes.....	338
III.3.1.3.5.	Autres molécules .....	339
III.3.1.4.	Discussion .....	340
III.3.1.5.	Conclusion.....	342
III.3.2.	Les Hauts de Feuilly.....	344
III.3.2.1.	Présentation .....	344
III.3.2.2.	Echantillonnage.....	346
III.3.2.3.	Résultats .....	348
III.3.2.3.1.	Extraits .....	348

III.3.2.3.2. Acides gras .....	349
III.3.2.3.3. Hydrocarbures .....	354
III.3.2.3.4. Stéroïdes et terpénoïdes.....	359
III.3.2.3.5. Autres molécules .....	364
III.3.2.3.6. Analyses statistiques complémentaires .....	367
III.3.2.4. Discussion .....	372
III.3.2.5. Conclusion.....	375
III.3.3. Conclusion sur les fosses foyers.....	375
Conclusion générale .....	378
Bibliographie.....	385
Annexe 1 Etalonnage de la Chromatographie en phase gazeuse pour la quantification.....	417

## Liste des tableaux

Tableau I – Tableau récapitulatif du corpus d'aliments crus .....	132
Tableau II – Table des échantillons expérimentaux de cuisson analysés .....	143
Tableau III – Dénominations et structures des principaux acides gras.....	144
Tableau IV – Critères d'interprétations pour l'identification de l'origine de la nourriture d'après quatre rapports d'acides gras (traduits de Eerkens 2005).....	146
Tableau V – Critères d'interprétations pour l'identification de l'origine de la nourriture d'après l'analyse factorielle d'échantillons de références et expérimentaux (traduit de Malainey et al. 1999a).....	147
Tableau VI – CPI des acides longs et courts des échantillons référentiels .....	166
Tableau VII – CPI <sub>(alcane)</sub> des échantillons expérimentaux .....	182
Tableau VIII – Concentration des stérols dans les expérimentations de cuisson.....	199
Tableau IX – Synthèse des altérations macroscopiques dans les roches chauffées de Pincevent (en gras roches analysées chimiquement) .....	214
Tableau X – Table des échantillons du niveau IV <sub>0</sub> de Pincevent.....	215
Tableau XI – CPI des échantillons du foyer .....	219
Tableau XII – CPI des échantillons de l'amas nord.....	230
Tableau XIII – CPI des échantillons de roches chauffées.....	237
Tableau XIV – Table de corrélation (test de Pearson) des masses des échantillons de Pincevent .....	248
Tableau XV – Récapitulatif de l'interprétation des roches chauffées di niveau IV <sub>0</sub> .....	256
Tableau XVI – Fracture principale des roches du foyer .....	263
Tableau XVII – Stérols et terpènes présents dans les échantillons de tourbe et du foyer du sondage 2 de Lillemer .....	268
Tableau XVIII – Morphologie des roches du foyer .....	283
Tableau XIX – Type de fragments des roches du foyer.....	285
Tableau XX – Fracture principale des roches du foyer.....	286
Tableau XXI – Type de thermoaltération et emplacement de l'oxydation des roches .....	287
Tableau XXII – Position des oxydations.....	288
Tableau XXIII – Tableau de synthèse des prélèvements céramiques .....	300

Tableau XXIV – CPI des céramiques de Lillemer.....	303
Tableau XXV – Hydrocarbures aromatiques polycycliques des échantillons de céramiques de Lillemer .....	313
Tableau XXVI – Tableau récapitulatif des stéroïdes et des terpénoïdes présents dans les céramiques de Lillemer (à l’exception de [38C], voir <i>supra</i> ) .....	316
Tableau XXVII – Cétones des échantillons de céramiques de Lillemer.....	319
Tableau XXVIII – CPI des acides gras et des n-alcanes des échantillons .....	334
Tableau XXIX – Pourcentage des différents triterpènes et stéroïdes dans les échantillons de sédiments.....	338
Tableau XXX – Tableau récapitulatif des échantillons .....	347
Tableau XXXI – Quantité de matières extraites .....	348
Tableau XXXII – CPI des échantillons des Hauts de Feuilly .....	351
Tableau XXXIII – Dérivés stéroïdaux et terpénoïdaux des échantillons des Hauts de Feuilly .....	364
Tableau XXXIV – Table de corrélation (test de Pearson) des concentrations des échantillons de Hauts de Feuilly (sauf [RSN] et [CF55]) .....	370
Tableau XXXV – Table de corrélation (test de Pearson) des concentrations des échantillons de Hauts de Feuilly (sauf [RSN], [CF55], [F55-*], [ISN]).....	371
Tableau XXXVI – Courbe de corrélation .....	418
Tableau XXXVII – Courbe de corrélation.....	420
Tableau XXXVIII – Courbe de corrélation.....	421

## Liste des figures

Figure 1 – Courbe de survie de cinq sérotypes de <i>Escherichia coli</i> chauffé à 60°C (Juneja & Marks 2005) .....	47
Figure 2 – triangle vocalique et triangle consonantique .....	48
Figure 3 – le triangle culinaire (Lévi-Strauss 1965) .....	49
Figure 4 – le triangle des recettes (Lévi-Strauss 1965).....	49
Figure 5 – tétraèdre des recettes (Dournes 1969).....	51
Figure 6 – Triangle technique des modes cuisson.....	57
Figure 7 – éléments externes conditionnant la technique de cuisson (d’après Wandsnider 1997).....	62
Figure 8 – Vie utile des roches chauffées .....	68
Figure 9 – Cuisson de pain de glands sur des roches chauffées par Essie Parrish ( <i>Kashaya Pomo</i> ), 1960 (Mullen 2003).....	70
Figure 10 – a, “A Human Sacrifice At Otaheiti” (John Webber. Oct.1777, © The British Library Board). Peinture d’un sacrifice humain observé par Cook et ses officiers. En bas à droite, on peut observer l’offrande au dieu Oro (b, agrandissement).....	71
Figure 11 – Four à pierre des indiens de la côte nord-ouest de l’Amérique du Nord (d’après Stewart 1977) .....	72
Figure 12 – Carte de répartition des techniques de cuisson par ébullition (Driver & Massey 1957; redessiné par Thoms 2005, <i>sous-presse-a</i> ) .....	74
Figure 13 – Lessivage de la farine de glands par Essie Parish ( <i>Kashaya Pomo</i> ), 1961 (Mullen 2003).....	75
Figure 14 – Cuisson par bouilli par pierres chauffantes, <i>stone boiling</i> , de la farine de glands réalisée par Essie Parish ( <i>Kashaya Pomo</i> ), 1960 (Mullen 2003).....	75
Figure 15 – Instruments de cuisson <i>Pomo</i> pour bouillir avec des pierres chauffantes (Mullen 2003).....	76
Figure 16 – Cuisson bouillie du poisson par des pierres chauffées (d’après Stewart 1977) ....	77
Figure 17 – Extraction de l’huile d’eulakane par des indiens de la côte nord ouest (d’après Stewart 1977) .....	78

Figure 18 – Chauffage d’un bain par des pierres chauffantes (image provenant de <i>Tigre et dragon (Crouching Tiger, Hidden Dragon)</i> d’Ang Lee, 2000). .....	80
Figure 19 – Préparation du <i>boodog</i> mongol (images Globe Trekker Video : Mongolia, © Pilot Guides) .....	82
Figure 20 – Carte de répartition de l’utilisation des fours enterrés (Driver & Massey 1957; redessiné par Thoms 2005, <i>sous-presse-a</i> ) .....	87
Figure 21 – Plan d’une <i>cooking place</i> à Ballyvourney (Irlande) (d’après O’Kelly 1954).....	91
Figure 22 – Expérimentation à Ballyvourney I de O’Kelly (traduit d’O’Kelly 1954) .....	92
Figure 23 – Évolution de la température de l’eau dans les panses (d’après Ryder 1969) .....	93
Figure 24 – Les différents types d’ébullitions, photo de la manipulation n°10 (A : frémissement ; B : ébullition locale ; C : ébullition de masse). .....	96
Figure 25 – Évolution des températures de la roche et de l’eau à travers l’exemple de la manipulation n°16 (* grossissement de la partie encadrée). .....	97
Figure 26 – Transfert de chaleur dans le système expérimental. ....	98
Figure 27 – Variation des courbes de températures de l’eau à différentes températures pour 1 h et 3 h de chauffe (volume d’eau et de roche constant).....	98
Figure 28 – Montée en température de la roche lors de son chauffage de 1 h ou 3 h, à différentes températures (volume d’eau et de roche constant).....	99
Figure 29 – Évolution de la température de la roche pendant la première heure de chauffe à 600°C (le volume d’eau est trois fois supérieur).....	100
Figure 30 – Variation de la température de chauffe, la roche est chauffée pendant 1h .....	101
Figure 31 – Corrélation entre la température de chauffe de la roche et la température maximale de l’eau .....	103
Figure 32 – Relation entre la température de chauffe de la roche et la durée d’activité, de frémissement de pré ébullition, et d’ébullition de l’eau pour des rapports entre les volumes d’eau et de roche de 2 ; 3 ; 4,5 .....	104
Figure 33 – Variation de la température de l’eau selon différents volumes d’eau, 80 ml, 110ml, 150ml pour des températures de chauffage de la roche de 200°C à 600°C.....	104
Figure 34 – Courbes de température de l’eau et de la roche selon la variation du volume de la roche .....	105
Figure 35 – Durée de l’activité en fonction du volume de la roche (le rapport entre le volume de la roche et le volume de l’eau est de 3, la roche est chauffée à 600°C pendant 3 h). 106	106

Figure 36 – Durée où la température de l'eau est supérieure à 50°C pour différents volumes de roche (le rapport avec le volume d'eau est de 3, la roche a été chauffée pendant 3 h à 600°C) .....	107
Figure 37 – Variation de la température initiale. Les roches ont été chauffées à 400°C pendant 1 h, puis plongées dans 110 ml d'eau.....	108
Figure 38 – Variation de la matière première : courbes de températures de l'eau. Roches chauffées pendant 3 h à 600°C puis plongée dans 80 ml d'eau .....	109
Figure 39 – Variation de la température maximale de l'eau en fonction de la matière première utilisée .....	110
Figure 40 – Variation de la durée d'activité de l'eau en fonction de la matière première utilisée .....	110
Figure 41 – Surface scannée des roches expérimentales.....	118
Figure 42 – Porosité des roches de grès en fonction de la réutilisation (images traitées avec Adobe Photoshop®).....	119
Figure 43 – Courbe de température de l'eau de l'expérimentation de cuisson d'épinard. Le zéro correspond à l'immersion de la roche .....	120
Figure 44 – Température de l'eau de l'expérimentation avec roche réutilisée .....	121
Figure 45 – Photographie M.E.B. des roches expérimentales .....	122
Figure 46 – Modèle interprétatif évolutif (March & Lucquin 2006, sous-presse).....	127
Figure 47 – Courbe de température de surface de l'expérimentation de grillade de bœuf 1 .	133
Figure 48 – Noircissement de la surface de cuisson et en profondeur de la roche de l'expérimentation de grillade de bœuf 1 .....	133
Figure 49 – Expérimentation de grillade de bœuf 2.....	134
Figure 50 – Courbe de température de surface de l'expérimentation de grillade de bœuf 2 .	134
Figure 51 – Courbe de température de l'expérimentation de grillade de bœuf 3.....	135
Figure 52 – Extraction de la moelle de bœuf (expérience 10) (photo R. J. March).....	136
Figure 53 – Courbe de température de l'expérimentation de grillade de sanglier .....	136
Figure 54 – courbe de température de l'expérimentation 106, foyer en fosse pour grillade par pierre chauffante (archéodrome de Beaune) .....	137
Figure 55 – Planche photographique du déroulement de l'expérimentation 106, foyer en fosse pour grillade par pierres chauffantes .....	138
Figure 56 – Température de l'eau de l'expérimentation de cuisson de carotte 1, le zéro correspond à l'immersion de la roche .....	139

Figure 57 – Courbe de température de l'expérimentation de cuisson de carotte 2 .....	140
Figure 58 – Courbe de température de l'expérimentation de cuisson de bœuf 4.....	141
Figure 59 – Formule de calculs de l'indice de saturation (Loy 1994; Marchbanks 1989) ...	146
Figure 60 – Indice de saturation de plantes et d'animaux (d'après Marchbanks 1989) .....	146
Figure 61 – Equation pour le calcul du CPI acide, $n+1$ =nombre maximal de carbones observé (Cooper & Bray 1963).....	147
Figure 62 – Période d'induction et vitesse relative d'oxydation d'acides gras à 25°C (d'après Belitz & Grosch 1999) .....	149
Figure 63 – Décomposition de certains acides gras dans le temps (d'après Nakano 1989a) .	149
Figure 64 – Décomposition de deux acides gras par oxydation à l'air en fonction du temps (d'après Rottländer 1983) .....	149
Figure 65 – Altération dans le temps des acides gras contenu dans des blocs céramiques soumis à la cuisson de farine de maïs (d'après Marchbanks 1989, expérimentation I)..	150
Figure 66 – Distribution des acides gras de feuilles de faux sceau-de-Salomon (a), de poisson- chat (b) et de viande de bison (c) comparé en fonction de l'état d'altération : frais (blanc), après quatre jours (gris) et après une simulation de décomposition à long terme (noir) (Malainey et al. 1999a) .....	150
Figure 67 – Gaz-chromatogramme partiel (10-15 min) de la fraction acide des échantillons d'épinard crus et des cuissons correspondantes .....	152
Figure 68 – Gaz-chromatogramme partiel (10-15 min) de la fraction acide des échantillons de carottes crues et des cuissons correspondantes .....	152
Figure 69 – Analyse en composante principale des acides gras saturés du corpus référentiel, axe 1 et 2 .....	155
Figure 70 – Analyse en composante principale des acides gras saturés du corpus référentiel, axe 1 et 3 .....	156
Figure 71 – Distribution des acides gras saturés provenant des graines .....	157
Figure 72 – Diagramme ternaire ( $C_{22:0}$ , $C_{24:0}$ , $C_{26:0}$ ) des extraits de graines .....	158
Figure 73 – Distribution des acides gras saturés provenant des feuilles.....	158
Figure 74 – Distribution des acides gras saturés provenant des racines .....	159
Figure 75 – Diagramme ternaire ( $C_{22:0}$ , $C_{24:0}$ , $C_{26:0}$ ) des extraits de racines .....	160
Figure 76 – Diagramme ternaire ( $C_{22:0}$ , $C_{24:0}$ , $C_{26:0}$ ) des extraits végétaux et regroupement par type d'aliments (les ellipses dessinées ne sont pas statistiques) .....	161
Figure 77 – Distribution des acides gras saturés provenant des viandes .....	161

Figure 78 – Diagramme ternaire (C <sub>14:0</sub> , C <sub>16:0</sub> , C <sub>18:0</sub> ) de l'extrait de viande de renne et données bibliographiques (Appavoo et al. 1991; Gunstone et al. 1995; Hilditch & Williams 1964; Rottländer 1991; Sampels et al. 2004; Soppela & Nieminen 2002; Wiklund et al. 2001) .....	162
Figure 79 – Diagramme ternaire (C <sub>14:0</sub> , C <sub>16:0</sub> , C <sub>18:0</sub> ) de données bibliographiques d'autres cervidés, le cercle exclu l'élan (Appavoo et al. 1991; Gunstone et al. 1995; Hilditch & Williams 1964; Malainey et al. 1999b; Marchbanks 1989; Paleari et al. 2003; Petkov 1986; Rottländer 1991; Rule et al. 2002; Rule & McCormick 1998; Volpelli et al. 2003; Wiklund et al. 2003; Zomborszky & Husvéth 2000) .....	163
Figure 80 – Diagramme ternaire (C <sub>14:0</sub> , C <sub>16:0</sub> , C <sub>18:0</sub> ) de l'extrait de viande de cheval et données bibliographiques (Gunstone et al. 1995; Hilditch & Williams 1964; Kuksis 1972; Paleari et al. 2003; Rottländer 1991) .....	163
Figure 81 – Diagramme ternaire (C <sub>14:0</sub> , C <sub>16:0</sub> , C <sub>18:0</sub> ) de l'extrait de viande de boeuf, des expérimentations de cuisson de boeuf et données bibliographiques (Badiani et al. 2002; Banskalieva et al. 2000; Baublits et al. 2006; Belitz & Grosch 1999; Cifuni et al. 2004; Crawford et al. 1970; Dalle Zotte 2002; Elias Calles et al. 2000; Enser et al. 1996; Enser et al. 1998; Gunstone et al. 1995; Haenlein 2004; Hilditch & Williams 1964; Hubbard & Pocklington 1968; Jandal 1996; Kagawa et al. 1996; Malainey et al. 1999b; Morgan et al. 1973; Paleari et al. 2003; Rottländer 1991; Rule et al. 2002; Yang et al. 2002) .....	164
Figure 82 – Diagramme ternaire (C <sub>14:0</sub> , C <sub>16:0</sub> , C <sub>18:0</sub> ) de l'extrait de viande d'agneau, des expérimentations de cuisson d'agneau et données bibliographiques (Banskalieva et al. 2000; Bas & Morand-Fehr 2000; Belitz & Grosch 1999; Enser et al. 1996; Goulas et al. 2003; Hilditch & Williams 1964; Hubbard & Pocklington 1968; Jandal 1996; Morgan et al. 1973; Rhee et al. 2003; Rottländer 1991; Rowe et al. 1999; Ünsal & Aktaş 2003) .	164
Figure 83 – Diagramme ternaire (C <sub>14:0</sub> , C <sub>16:0</sub> , C <sub>18:0</sub> ) de l'extrait de viande de porc, des expérimentations de cuisson de porc et sanglier et données bibliographiques des suidés (Banskalieva et al. 2000; Belitz & Grosch 1999; Dalle Zotte 2002; Enser et al. 1996; Enser et al. 2000; García-Olmo et al. 2002; Gunstone et al. 1995; Hilditch & Williams 1964; Hubbard & Pocklington 1968; Kagawa et al. 1996; Maw et al. 2003; Paleari et al. 2003; Pathak et al. 1959) .....	165
Figure 84 – Réaction de dégradation des acides gras (Cooper & Bray 1963) .....	165
Figure 85 – Réaction de dégradation des acides gras par $\alpha$ -oxydation (d'après Lalman 2000) .....	165

Figure 86 – Equation pour le calcul du $CPI_{(acides\ courts)}$ .....	167
Figure 87 – Concentration d'acides gras saturés dans les échantillons expérimentaux.....	168
Figure 88 – Distributions des acides gras des expérimentations de grillade.....	169
Figure 89 – Distributions des acides gras des expérimentations de bouilli .....	172
Figure 90 – Diagramme ternaire ( $C_{22:0}$ , $C_{24:0}$ , $C_{26:0}$ ) des extraits de cuisson de végétaux .....	172
Figure 91 – Distributions des acides gras des expérimentations de fours enterrés .....	173
Figure 92 – Dégradation bactérienne anaérobie des acides gras de type C18 (Lalman & Bagley 2001) .....	175
Figure 93 – Dégradation de l'acide linoléique (concentration initiale de $100\text{ mg.l}^{-1}$ ) et des produits dérivés formés (Lalman & Bagley 2000).....	176
Figure 94 – Chromatogramme (TIC) partiel (20-60 min) de la fraction acide de l'échantillon [GBF1] .....	179
Figure 95 – Formules pour le calcul du $CPI_{(alcanes)}$ ( $n+1$ =nombre maximal de carbones observé) (d'après Cooper & Bray 1963).....	181
Figure 96 – Analyse en composante principale des alcanes des échantillons expérimentaux, axe 1 et 2 .....	183
Figure 97 – Analyse en composante principale des alcanes des échantillons expérimentaux, axe 1 et 3 .....	184
Figure 98 – Analyse en composante principale des extraits de produits crus, axe 1 et 2 .....	186
Figure 99 – Distribution des n-alcanes des extraits de feuilles .....	187
Figure 100 – Distribution des n-alcanes des extraits des céréales .....	187
Figure 101 – Distribution des n-alcanes dans les feuilles de blé (a: d'après Maffei 1996a) et dans l'herbe d'orge (b: d'après Ali et al. 2005).....	188
Figure 102 – Distribution des n-alcanes des extraits des autres graines .....	189
Figure 103 – Distribution des n-alcanes des extraits de racines .....	189
Figure 104 – Distribution des n-alcanes des extraits des viandes .....	190
Figure 105 – Masse totale des n-alcanes des échantillons de cuisson expérimentale.....	191
Figure 106 – Distribution des n-alcanes des extraits des viandes de bœuf et de grillades correspondantes .....	192
Figure 107 – Distribution des n-alcanes des extraits des viandes de agneau et de la grillade correspondante .....	192
Figure 108 – Distribution des n-alcanes des extraits des autres expérimentations de grillades .....	193

Figure 109 – Distribution des n-alcanes des extraits de bœuf et des expérimentations par bouillie correspondantes.....	193
Figure 110 – Distribution des n-alcanes des extraits d'épinard et des expérimentations par bouillie correspondantes.....	194
Figure 111 – Distribution des n-alcanes des extraits de carottes et des expérimentations par bouillie correspondantes.....	194
Figure 112 – Distribution des n-alcanes des expérimentations par four enterré et des extraits correspondant .....	195
Figure 113 – Quelques hydrocarbures polyaromatiques. (1)Phenanthrène, (2)anthracène, (3)pyrène, (4)benz[a]anthracène, (5)chrysène, (6)naphthacene, (7)benzo[c]phenanthrène, (8)benzo[ghi]fluoranthène, (9)dibenzo[c,g]phenanthrène, (10)benzo[ghi]perylène, (11)triphenylène, (12)o-tphenyl, (13)benzo[a]pyrène, (14)p-tphenyl, (15)benzo[a]pyrène, (16)tetrabenzonaphthalène, (17)phenanthro[3,4-c]phenanthrène, (18)coronène.....	196
Figure 114 – Concentration des extraits de viandes et de végétaux.....	198
Figure 115 – Distribution des phytostérols des extraits de végétaux crus .....	199
Figure 116 – Distribution des phytostérols dans les échantillons [CARD, FECR, FECS]....	200
Figure 117 – Chromatogramme partiel (12-32 min) de la fraction neutre 2 de l'échantillon [GBF1] .....	202
Figure 118 – Processus proposé pour la formation des principaux produits de la pyrolyse des acides gras (traduit de Raven et al. 1997) .....	202
Figure 119 – Chromatogramme partiel (7-20 min) de la fraction neutre 3 de l'échantillon [GRMO] .....	204
Figure 120 – Plan de la fouille du niveau IV <sub>0</sub> , unité T125, Y127 et sondages intermédiaires (état de la fouille en 2005). En rouge les roches brûlées, en bleu le silex et en vert les restes osseux (DAO, C.A.P.).....	208
Figure 121 – Altérations macroscopiques de la roche U129-148, image de la surface et en coupe (b) avant et après traitement numérique pour l'analyse de la porosité .....	213
Figure 122 – Répartition des échantillons de sédiment dans le foyer T125 .....	216
Figure 123 – Répartition des échantillons de sédiments dans l'amas nord.....	216
Figure 124 – Concentration des acides gras des échantillons du foyer T125 et des sédiments naturels .....	218

Figure 125 – Distribution des acides gras des échantillons du foyer T125 et des sédiments naturels .....	218
Figure 126 – Distribution des acides dicarboxyliques de l'échantillon [SBR] (Pourcentage d'aire du TIC).....	220
Figure 127 – Concentration des alcanes des échantillons du foyer T125 et des sédiments naturels .....	221
Figure 128 – Distribution des n-alcanes des échantillons du foyer T125 et des sédiments naturels correspondants .....	221
Figure 129 – Concentration des stérols des échantillons du foyer T125 et des sédiments naturels .....	223
Figure 130 – Distribution des stérols des échantillons du foyer T125 et des sédiments naturels correspondants.....	224
Figure 131 – Chromatogramme partiel (30-75min) d'ion sélectif (ion 59) des échantillons du foyer T125 et des sédiments naturels du niveau IV <sub>0</sub> .....	226
Figure 132 – Distribution des alcools .....	227
Figure 133 – Concentration des acides gras des échantillons de l'amas nord .....	228
Figure 134 – Distribution des acides gras des échantillons de l'amas nord.....	229
Figure 135 – Concentration des alcanes des échantillons de l'amas nord .....	230
Figure 136 – Distribution des n-alcanes des échantillons de l'amas nord .....	231
Figure 137 – Concentration des stérols des échantillons de l'amas nord.....	232
Figure 138 – Distribution des stérols des échantillons de l'amas nord .....	232
Figure 139 – Chromatogramme partiel (30-75min) d'ion sélectif (ion 59) des échantillons de sédiments de l'amas nord du niveau IV <sub>0</sub> .....	234
Figure 140 – Distributions des 1-alcanols des échantillons [SGBNS,SGBWE] du niveau IV <sub>0</sub> de Pincevent .....	235
Figure 141 – Concentration des acides gras saturés des échantillons de roches.....	235
Figure 142 – Distribution des acides gras des échantillons de roches chauffées.....	236
Figure 143 – CPI <sub>(acides courts)</sub> des échantillons de roches.....	236
Figure 144 – Concentration des n-alcanes des échantillons de roches .....	237
Figure 145 – Distribution des n-alcanes des échantillons de roches chauffées .....	239
Figure 146 – Concentration des stérols des échantillons de roches .....	239
Figure 147 – Distribution des stérols des échantillons de roches .....	240

Figure 148 – Exemple de la distribution des cétones dans les roches de Pincevent. Chromatogramme partiel (25-85min) d'ion sélectif (ion 59) de l'échantillon [U129-142] .....	241
Figure 149 – Chromatogramme partiel (25-80min) d'ion sélectif (ion 59) de l'échantillon [T128-321] .....	241
Figure 150 – ACP des acides gras des échantillons de Pincevent (axe 1 et 2) .....	242
Figure 151 – ACP des n-alcane des échantillons de Pincevent .....	244
Figure 152 – ACP des stérols des échantillons de Pincevent (axe 1 et 2).....	246
Figure 153 – ACP des acides gras, n-alcane (Hn) et stérols des échantillons de Pincevent (axe 1 et 2).....	247
Figure 154 – ACP des concentrations des échantillons de Pincevent (axe 1 et 2).....	249
Figure 155 – ACP des concentrations des échantillons de Pincevent avec exclusion de U129- 142, T126-622, RAC (axe 1 et 2).....	250
Figure 156 – Diagrammes ternaires des principaux acides gras courts, C <sub>14:0</sub> , C <sub>16:0</sub> et C <sub>18:0</sub> (cercles non statistiques). .....	253
Figure 157 – Photographies et plans du foyer du sondage 2 (Laporte et al. 2003b).....	260
Figure 158 – Histogramme des masses des roches du foyer.....	261
Figure 159 – Dimension des blocs de schistes (histogramme des longueurs, diagramme ternaire des dimensions, nuages de points et courbe de corrélation longueur largeur et longueur épaisseur) .....	262
Figure 160 – Distribution des acides gras saturés des échantillons de tourbes et du foyer du sondage 2 de Lillemer .....	265
Figure 161 – Distribution des alcanes des échantillons de tourbe et du foyer du sondage 2 de Lillemer .....	267
Figure 162 – Chromatogramme partiel (10-26min et 30-80min) d'ion sélectif (ion 59) des échantillons de tourbe et du foyer du sondage 2 de Lillemer.....	268
Figure 163 – Structure de combustion (Fait 5) .....	270
Figure 164 – Plan de la structure Fait 5 .....	271
Figure 165 – F5-87.....	273
Figure 166 – Distribution des acides gras saturés et des n-alcane de l'échantillon du sédiment non altéré.....	274
Figure 167 – Chromatogramme partiel (12-30 min) de la fraction neutre 3 de l'échantillon [LHSN]. OH <sub>n</sub> , 1-alcanol ; 1, stigmastanol ; 2, fragmentation proche du androst-4-en-3-ol,	

4-methoxy-17-(tetrahydropyran-2-yl)oxy- ; 3, Stigmasta-3,5-dien-7-one ; 4, stigmast-4-en-3-one ; 5, D:A-Friedooleanan-3-ol, (3.alpha.)- .....	275
Figure 168 – Distribution des méthyles cétones. Chromatogramme d’ion sélectif (ion 59) de l’échantillon [LHSN].....	275
Figure 169 – Distribution des acides gras saturés et des n-alcanes de l’échantillon de remplissage du foyer F5 .....	276
Figure 170 – Chromatogramme partiel (12-30 min) de la fraction neutre 3 de l’échantillon [LHF5]. OH <sub>n</sub> , 1-alcanol ; 1, cholestanol ; 2, coélution du stigmastanol et du taraxerol ; 3, taraxasterol ; 4, stigmast-4-en-3-one ; 5, D:A-Friedooleanan-3-ol, (3.alpha.)- .....	277
Figure 171 – Distribution des méthyles cétones. Chromatogramme d’ion sélectif (ion 59) de l’échantillon [LHF5] .....	278
Figure 172 – Distribution des acides gras saturés et des n-alcanes de la roche [F5-87] .....	278
Figure 173 – Chromatogramme de la fraction neutre 2 de l’échantillon [F5-87] .....	279
Figure 174 – Plan de la structure de combustion, positionnement des échantillons de chimie organique et emplacement des oxydations des roches étudiées .....	281
Figure 175 – Blocs de schiste présentant sur sa face inférieure des traces de branches carbonisées .....	282
Figure 176 - Morphologie des roches du foyer .....	283
Figure 177 – Histogramme des masses des roches du foyer (à gauche totale, à droite <100g) .....	284
Figure 178 – Dimension des blocs de schiste (histogramme des longueurs, diagramme ternaire des dimensions, nuages de points et courbe de corrélation longueur largeur et longueur épaisseur).....	284
Figure 179 – Type de fragments des roches du foyer .....	285
Figure 180 – Fracture principale des roches du foyer .....	286
Figure 181 – Position des oxydations .....	287
Figure 182 – Plan de distribution des oxydations à la surface des roches (supérieure, latérale, et inférieure) .....	289
Figure 183 – Roche n°106 du foyer avec localisation du prélèvement des adhérences.....	290
Figure 184 – Concentration en acides gras saturés des échantillons du foyer et du talus.....	291
Figure 185 – Distribution des acides gras saturés des échantillons en relation avec le foyer	292
Figure 186 – Concentration des n-alcanes des échantillons relatifs au foyer et du talus.....	294
Figure 187 – Distribution des n-alcanes des échantillons en relation avec le foyer .....	295

Figure 188 – Chromatogramme partiel de la fraction neutre 2 (24-31 min) et neutre 3 (15-30 min) de l'échantillon [FP6]. OH <sub>n</sub> , 1-alcanol ; 1, D-Friedoolean-14-en-3-one ; 2, A'-Neogammacer-22(29)-ene ; 4, coélution du lupan-3-one et du stigmasta-3,5-dien-7-one ; 5, stigma-4-en-3-one ; 6, friedelan-3-one ; 7, cholestérol ; 8, cholestanol ; 9, sitostérol ; 10, coélution du stigmastanol et du taraxérol ; 11, amyryn ; 12, taraxasterol ; 13, 3β-D:B-Friedo-B':A'-neogammacer-5-en-3-ol ; 14, 3α-D:A-Friedooleanan-3-ol.....	296
Figure 189 – Distribution des méthyles cétones des échantillons du foyer et du talus. Chromatogramme partiel (10-35 min) d'ion sélectif (ion 59).....	297
Figure 190 – Adhérences organiques des céramiques B32-40 et A9-627 .....	300
Figure 191 – Concentration en acides gras saturés des céramiques de Lillemer .....	301
Figure 192 – distribution des acides gras saturés des céramiques de Lillemer.....	302
Figure 193 – Valeurs du rapport C <sub>16:0</sub> /C <sub>18:0</sub> des céramiques de Lillemer .....	303
Figure 194 – ACP des acides gras saturés des échantillons de céramiques.....	305
Figure 195 – Distribution des acides dicarboxyliques dans l'échantillon 38C (TIC chromatogramme, Pourcentage d'aire du contenu total des acides dicarboxyliques)....	306
Figure 196 – Concentration en n-alcanes des échantillons de céramique de Lillemer .....	307
Figure 197 – Distribution des n-alcanes des échantillons céramiques de Lillemer .....	308
Figure 198 – ACP des distributions des n-alcanes des céramiques de Lillemer.....	311
Figure 199 – TIC partiel de l'échantillon 38C. Sous fraction neutre 1 (20 à 24 min) : C <sub>29</sub> , nonacosane ; PA, polyaromatique ; 1, Charles pentacyclique (C <sub>29</sub> H <sub>46</sub> ) ; 2, Charles pentacyclique (C <sub>29</sub> H <sub>48</sub> ) ; 3, lupan-2,20(29)-diène (C <sub>30</sub> H <sub>48</sub> ) ; 4, Charles pentacyclique (C <sub>30</sub> H <sub>46</sub> ) ; 5, triterpène pentacyclique (C <sub>30</sub> H <sub>46</sub> ). Sous-fraction neutre 2 (22 à 31 min) : 6, cholesta-3,5-dien-7-one (C <sub>27</sub> H <sub>42</sub> O) ; 7, allobetul-2-ene (C <sub>30</sub> H <sub>48</sub> O) ; 8, allobétulane (C <sub>30</sub> H <sub>50</sub> O) ; 9, lup-20(29)-en-3-one (C <sub>30</sub> H <sub>48</sub> O) ; 10, proche de hop-22(29)-en-3-one (C <sub>30</sub> H <sub>48</sub> O) ; 11, triterpène pentacyclique (C <sub>30</sub> H <sub>46</sub> O <sub>2</sub> ) ; 12, allobetulone (C <sub>30</sub> H <sub>48</sub> O <sub>2</sub> ). Sous-fraction neutre 3 (22 à 34 min) : 13, cholesterol (C <sub>27</sub> H <sub>46</sub> O) ; 14, cholestenone (C <sub>27</sub> H <sub>44</sub> O) ; 15, cholesta-3,5-dien-7-one (C <sub>27</sub> H <sub>42</sub> O) ; 16, au lupen-20(29)-en-3-ol (C <sub>30</sub> H <sub>50</sub> O) ; 17, lupan-2,20(29)-diène-28-ol (C <sub>30</sub> H <sub>48</sub> O) ; 18, oxoallobetulane (C <sub>30</sub> H <sub>48</sub> O) ; 19, allobetuline (C <sub>30</sub> H <sub>50</sub> O <sub>2</sub> ) ; 20, aldéhyde bétulinique (C <sub>30</sub> H <sub>48</sub> O <sub>2</sub> ).....	315
Figure 200 – Diagramme ternaire des teneur en acides gras C <sub>14:0</sub> , C <sub>16:0</sub> et C <sub>18:0</sub> des échantillons céramiques (●) et espèces référentielles (cercles non statistiques).....	320
Figure 201 – Diagramme ternaire des teneur en acides gras C <sub>22:0</sub> , C <sub>24:0</sub> et C <sub>26:0</sub> des échantillons céramiques (●) et référentiel expérimental (cercles non statistiques).....	321

Figure 202 – Diagramme ternaire des alcanes C <sub>27</sub> , C <sub>29</sub> et C <sub>31</sub> des échantillons céramiques, du référentiel expérimental et bibliographique (cire d'abeilles d'après Evershed et al. 2003; lin d'après Gutiérrez & Del Río 2003; buplère d'après Maffei 1996b) .....	322
Figure 203 – Distribution des différentes fractions de lipides dans les deux extraits (la fraction F3-5 est le pourcentage cumulé des trois dernières fractions neutres).....	332
Figure 204 – Gaz chromatogramme partiel de la fraction acides gras des échantillons de la structure F9 de Champ Vallet.....	333
Figure 205 – Distribution des acides gras saturés des échantillons de Champ Vallet .....	333
Figure 206 – Distribution des diacides de la couche F9.1 (pourcentage d'aire, impacte d'ions). tr, entre DCA <sub>13</sub> et DCA <sub>20</sub> certain diacides sont présent mais en trop faible quantité pour être intégrable ; *, le diacide est mélangé à une autre molécule .....	335
Figure 207 – Chromatogramme partiel de la fraction neutre 1 (hydrocarbures) des échantillons de la structure F9 de Champ Vallet.....	336
Figure 208 – Distribution des n-alcanes des échantillons de Champ Vallet.....	337
Figure 209 – Chromatogramme partiel (44-68min) d'ion sélectif (ion 59) des échantillons de sédiments de la structure F9 .....	339
Figure 210 - Chromatogramme partiel (ion 85) de la fraction neutre 3 de F9-212.....	340
Figure 211 – Diagramme ternaire des acides gras, C <sub>14:0</sub> , C <sub>16:0</sub> , C <sub>18:0</sub> de [F9-212] .....	341
Figure 212 – Plan de la zone J des Hauts de Feuilly (Bouquin et al. 2001).....	345
Figure 213 – Plan des passes 7 et 8 de la structure F55 (en rouge les roches brûlées et en vert les tessons céramiques) .....	346
Figure 214 – Concentration des acides gras des échantillons des Hauts de Feuilly .....	349
Figure 215 – Distribution des acides gras des échantillons des Hauts de Feuilly.....	350
Figure 216 – ACP des distributions des acides gras des Hauts de Feuilly (sauf [CF55]).....	352
Figure 217 – Représentation en nuage de point 3D des trois premiers axes factoriels de l'ACP des distributions des acides gras des Hauts de Feuilly (sauf [CF55]) .....	353
Figure 218 – Concentration des n-alcanes des échantillons des Hauts de Feuilly.....	354
Figure 219 – Distribution des n-alcanes des échantillons des Hauts de Feuilly .....	355
Figure 220 – ACP des distributions des alcanes des échantillons des Hauts de Feuilly.....	358
Figure 221 – Représentation en nuage de point 3D des trois premiers axes factoriels de l'ACP des distributions des alcanes des échantillons des Hauts de Feuilly .....	359
Figure 222 – Chromatogramme partiel (50-70 min) et spectres de masse des molécules non identifiées de l'échantillon [RSN].....	360

Figure 223 – Concentration en stérols des échantillons des Hauts de Feuilly (sauf [CF55] et [RSN]).....	360
Figure 224 - Distribution en stérols des échantillons des Hauts de Feuilly (sauf [CF55] et [RSN]).....	361
Figure 225 – ACP des distributions des stérols provenant des sédiments et de [ISN] des Hauts de Feuilly (sauf [RSN] et [CF55]).....	362
Figure 226 – Représentation en nuage de point 3D des trois premiers axes factoriels de l'ACP des distributions des stérols provenant des sédiments et de [ISN] des Hauts de Feuilly (sauf [RSN] et [CF55]).....	363
Figure 227 – Spectre de masse de la molécule de structure inconnue et spectre de masse du germanicol.....	364
Figure 228 – Distribution des alcools de longues chaînes dans les échantillons [NOAB] et [SNAD], chromatogramme partiel (48-66min) de la fraction neutre 3.....	365
Figure 229 – Distribution des cétones dans les échantillons des Hauts de Feuilly, Chromatogramme partiel (35-75min) d'ion sélectif (ion 59).....	365
Figure 230 – ACP des distributions des acides gras, n-alcanes (Hn) et stérols des échantillons des Hauts de Feuilly (axe 1-2, axe 2-3) (sauf [RSN] et [CF55]) .....	368
Figure 231 – Représentation en nuage de point 3D des trois premiers axes factoriels de l'ACP des distributions des acides gras, n-alcanes et stérols des Hauts de Feuilly (sauf [RSN] et [CF55]).....	369
Figure 232 – ACP des concentrations des acides gras, n-alcanes et stérols des échantillons de sédiments des Hauts de Feuilly (axe 1-2).....	372
Figure 233 – Diagramme ternaire des acides gras, C <sub>14:0</sub> , C <sub>16:0</sub> , C <sub>18:0</sub> des échantillons de roches des Hauts de Feuilly .....	374
Figure 234 – Exemple de courbe d'étalonnage pour C <sub>18</sub> et C <sub>29</sub> .....	417
Figure 235 – Facteur de correction des alcanes .....	418
Figure 236 – Facteur de correction des alcanes après translation des alcanes courts .....	419
Figure 237 – Exemple de courbe d'étalonnage pour C <sub>16:0</sub> .....	419
Figure 238 – Facteur de correction des acides gras .....	420
Figure 239 – Facteur de correction avec valeurs interpolées .....	421
Figure 240 – Facteur de correction des acides gras .....	422

# **Introduction**

A effectuer une brève revue de la bibliographie concernant l'étude des techniques de cuisson pré- et protohistorique, on constate aisément que ce sujet a déjà fortement intéressé les archéologues et les paléanthropologues. Cet intérêt est centré sur trois aspects, les techniques de cuisson et de préparation, l'alimentation dans le passé, et l'influence de cette alimentation dans le processus évolutif humain. Ainsi, les techniques de cuisson et de préparation sont des éléments essentiels des sociétés humaines qui reflètent l'organisation, la culture, les mythes et une partie de l'identité locale. Mais lorsqu'il s'agit de parler de l'influence de cette alimentation dans le processus évolutif humain, les changements introduits par la cuisson des aliments occupent une bonne partie de cette littérature. Au-delà de ces disciplines, certains nutritionnistes s'inspirent de ces données pour reconstruire un régime alimentaire plus adapté pour l'Homme ou encore pour mettre en évidence son évolution. Deux courants s'opposent quant au regard jeté sur ce processus, l'un romantique fait de l'alimentation dans le passé une alimentation saine et mieux adaptée, l'autre positiviste met l'accent sur les bénéfices que la transformation des aliments introduit dans le régime alimentaire humain et sa capacité d'adaptation.

Paradoxalement la connaissance de ces pratiques anciennes reste très infime et la plupart des affirmations appartiennent au domaine du sens commun. Il est ainsi fréquent de voir dans des revues de vulgarisation des caricatures du régime alimentaire de l'homme préhistorique, pauvre en graisses saturées, riche en protéines, en opposition avec le nôtre, riche en graisses et cholestérol, favorisant l'obésité et les maladies cardiovasculaires, surtout quand on connaît la dépendance des graisses dans la plupart des régimes de chasseurs cueilleurs subactuels. Scientifiquement, l'analogie ethnographique simple reste le recours le plus employé pour fournir une reconstruction de notre alimentation dans le passé.

Il est vrai que nous pourrions avoir une assez bonne image du type d'aliments consommés par les populations dans le passé à partir des études isotopiques récentes réalisées sur les restes osseux humains. Mais il est évident que ce genre d'études est dépendant de la conservation de ce type de vestiges dont la rareté est particulièrement marquée notamment pour les périodes paléolithiques.

L'apport animal à ce régime est bien connu, mais la cuisson de la viande et les transformations qui en découlent sont supposées mais rarement prouvées. La connaissance du régime alimentaire végétal est encore plus mauvaise. Si nous connaissons les espèces de graminées cultivées depuis le Néolithique, nous ne connaissons que très rarement leur forme

de consommation (bouillie, soupe, galette, pain...) ainsi que les autres types d'aliments (végétaux, bulbes, feuilles, racines, tubercules...), excepté quelques graines et fruits retrouvés par hasard sur certains gisements archéologiques. Cette méconnaissance est plus importante pour les périodes paléolithiques où l'image prépondérante aujourd'hui est celle du charognard ou celle du chasseur d'animaux.

Nous nous trouvons alors devant un problème, d'un côté une volonté de reconstruire l'histoire des pratiques culinaires humaines et de l'autre côté une connaissance très limitée, pour les périodes où l'écriture n'existe pas, qui doit être palliée par l'analogie ethnographique et toutes les limites que l'on peut lui reprocher.

C'est en partant de ce constat que nous avons commencé à réfléchir sur le moyen de résoudre ce paradoxe. Le moyen le plus direct pour atteindre cette alimentation est de passer par l'étude de l'évolution de la technologie culinaire et les vestiges archéologiques qui lui sont liés (structures de combustion, roches chauffées, récipients en céramique) et de développer ce que nous pourrions appeler une archéologie culinaire.

Nous avons donc développé une problématique méthodologique en l'articulant autour de deux axes complémentaires :

- La mise en évidence des phénomènes physico-chimiques se déroulant au cours de la cuisson.

- La mise au point d'outils méthodologiques permettant de retrouver quelles furent les techniques de cuisson utilisées et les espèces consommées à partir de l'étude des vestiges archéologiques.

L'approche choisie pour résoudre cette problématique est interdisciplinaire et repose essentiellement sur l'expérimentation et sur l'analyse des résidus lipidiques par la chimie organique comme outils analytique.

Néanmoins, les techniques de cuisson traditionnelles sont nombreuses et il est impossible d'en avoir une approche exhaustive. Nous avons donc concentré nos efforts dans cette thèse sur les techniques de cuisson employant des roches chauffantes et plus particulièrement sur les techniques de bouilli et de grillé.

Notre première partie sera consacrée à la question de la cuisine en archéologie. Après l'avoir située au sein des études sur l'alimentation, nous présenterons un bref historique de la recherche et nous répondrons à la question de « pourquoi cuire ? ». Enfin, nous tenterons de définir un contexte théorique d'une archéologie culinaire en nous inspirant du structuralisme et de la technologie culturelle.

Les roches chauffées seront le thème central de notre deuxième partie. Ainsi, nous évoquerons la signification de ces roches en tant que vestiges archéologiques et leur utilisation comme source de chaleur indirecte pour la cuisson dans les groupes humains actuels et subactuels. Mais cette partie sera surtout vouée à l'analyse expérimentale des techniques de cuisson avec des roches chauffantes. Nous présenterons les différents processus thermiques se déroulant lors de la cuisson ainsi que les processus d'altérations macroscopiques de ces roches en fonction des techniques. Finalement, les résultats des analyses chimiques des résidus organiques référentiels (crus et cuits) nous serviront à mettre en évidence les différentes signatures chimiques caractéristiques nous permettant la mise en place d'un modèle interprétatif des résidus alimentaires.

Enfin, notre dernière partie sera consacrée à l'étude des pratiques alimentaires à partir des analyses de résidus organiques archéologiques. Dans une démarche exploratoire, nous appliquerons nos résultats expérimentaux à trois contextes différents. En effet, la reconstruction historique des pratiques culinaires ne peut se réaliser sans l'étude d'un vaste corpus de sites. Cette thèse présentera donc uniquement trois instants, fragments de cette histoire et répondant chacun à leurs propres problématiques. Néanmoins, ils ont en commun la présence, sur les sites archéologiques associés, de roches thermoaltérées, pouvant être en relation à des structures, dont la fonction semble culinaire.

Notre premier instant correspond à des sociétés de chasseurs-cueilleurs. Nous avons choisi d'étudier le niveau IV0 de Pincevent (Seine-et-Marne) qui a été interprété comme un habitat magdalénien d'hiver. Les activités réalisées ont entraîné l'accumulation de nombreuses roches chauffées en quantités bien supérieures à celles observées dans d'autres niveaux bien qu'associées à une seule unité domestique. Ces roches ont structuré l'espace à travers différents foyers et amas, formés principalement par les pratiques culinaires. Cet aspect rend particulier cette occupation et il nous a paru intéressant d'y développer et appliquer nos recherches méthodologiques.

Notre exploration se poursuivra avec l'occupation néolithique de Lillemer (Ille-et-Vilaine). Nous passons d'une unité familiale, ou groupe réduit, de chasseurs cueilleurs à l'échelle d'un village, ou équivalent, d'une société basée sur l'agriculture et l'élevage. Il s'agit d'étudier les techniques culinaires développées dans des structures de combustion localisées en différentes zones de l'occupation. Cependant, les méthodes de cuisson ont évolué et la néolithisation apporte l'utilisation de récipients en céramiques. Ils vont devenir un élément de cuisson primordial dans ces sociétés. Ainsi, il nous a paru évident de compléter notre étude des roches chauffées et des structures de combustion par celle de tessons céramiques et des adhérences qui leur sont associées. Nous avons ainsi observé la variabilité des techniques culinaires réalisées dans ces trois zones qui sont la tourbière, l'enceinte et ses environs et l'intérieur de l'enceinte. Cette étude pourrait être complétée par l'analyse d'autres zones.

Nous terminerons par l'analyse de larges foyers en fosse remplis de roches chauffées datant de l'Age du Bronze à travers l'analyse des sites de Champ Vallet (Colombier-Saugnieu, Rhône) et des Hauts de Feuilly (Saint-Priest, Rhône). Ici, notre choix a été orienté par le débat croissant au sein de la profession concernant les réelles fonctions de ces structures. En effet, elles sont souvent isolées de contextes d'occupation bien définis et relativement éloignées des maisons caractéristiques de cette période. Souvent considérées comme domestiques, elles présentent des dimensions importantes et des remplissages rocheux de taille variable et dont la masse ne cesse d'impressionner. Cette parcelle d'histoire clôt notre travail exploratoire en traitant un contexte, qui bien que culinaire, ne sera pas domestique et au contraire révélera un caractère particulier au sein de ces sociétés.

Ainsi, cette reconstitution historique parcellaire ne prétend pas refléter un processus évolutif. Au contraire, il s'agit de regarder des moments grâce aux possibilités ouvertes par la lecture de la technologie culinaire, en suivant la récurrence d'une modalité technique, l'utilisation des pierres chauffantes. Cette thèse est aussi le fruit des circonstances auxquelles nous avons été confrontés, nous espérons en avoir tiré profit.

**Chapitre I :**  
**La cuisine en archéologie, quelles perspectives ?**

## I.1. De la recherche sur l'alimentation passée

---

Il n'est plus nécessaire de dire aujourd'hui que l'alimentation est un élément déterminant dans les Sciences Humaines, tant du point de vue de la société que de celui de l'individu et de son rapport à la nourriture. C'est un indispensable quotidien à la survie de l'être humain, apportant la nourriture permettant à l'organisme de fonctionner.

Cependant en archéologie, plus que l'alimentation, c'est la notion de subsistance et de son économie qui est régulièrement employée. Néanmoins, ces deux concepts n'ont pas exactement la même définition. Ainsi, la subsistance est « ce qui permet l'existence matérielle d'un individu, d'une collectivité » et plus particulièrement « l'ensemble des biens qui permettent la satisfaction des besoins alimentaires d'un individu ou d'une collectivité » (définition Trésor de la Langue Française informatisé<sup>1</sup>). Ainsi, la subsistance, bien que son sujet principal soit la nourriture doit également évoquer tous éléments indispensables à la vie du groupe comme l'acquisition du bois de feu ou de divers matières premières (Denell 1979). De plus, elle est fortement liée aux activités de prélèvement de ressources et non à leur transformation. La subsistance porte également une signification fortement connotée à la survie ou au nécessaire vitale de l'individu ou du groupe traduisant dans une certaine mesure une idée de difficulté alimentaire (Otte 1998). Cependant, pour beaucoup d'archéologues la notion de comportement de subsistance relève d'un « ensemble d'adaptations touchant des critères, d'ordre physiologique, écologique et éthologique, technique et culturel, dont le maillage fournit une image équilibrée de notre représentation des groupes humains du Passé » (Brugal et al. 1998, p. 462). Nous préférons donc ici le terme d'alimentation, « action de fournir à un être vivant ou de se procurer à soi-même les éléments nécessaires à la croissance, à la conservation » (définition *op. cit.*) qui est donc lié à la nourriture mais qui place celle-ci au niveau de son objectif de consommation. De ce fait, c'est un point de convergence des relations existantes au sein des sociétés humaines et le siège de nombreuses activités techniques.

Ainsi dans *milieu et technique*, Leroi-Gourhan (1973a), qui a une approche classificatoire des techniques, décrit l'alimentation comme un des éléments des techniques de consommation les plus élémentaires, au même titre que le vêtement et l'habitat. Mais, c'est en

la plaçant au sein d'une chaîne opératoire qu'elle se définit le mieux. On peut ainsi distinguer trois phases allant de l'aliment acquis à l'aliment absorbé, dont l'intermédiaire serait la préparation qui permet au produit alimentaire acquis de devenir consommable. Pour Leroi-Gourhan, la phase de conservation des aliments est distincte de celle de la préparation parce qu'elle a comme finalité d'augmenter la durée de vie des aliments. Cependant, ces phases sont synchrones, chacune pouvant précéder l'autre ou s'intercaler dans la préparation. De plus, on constate que les méthodes utilisées pour la conservation sont également communes à celles de la préparation (Cousin & Monzon 1992). C'est pour cela qu'il est difficile de les distinguer totalement et de les traiter de manière indépendante. Dans son étude des LoDagaa et des Gonja (Nord du Ghana), Goody (1984), quant à lui, divise l'alimentation en quatre phases : la production, la distribution, la préparation et la consommation, correspondant aux quatre grandes opérations, cultiver, répartir, cuisiner et manger. Il ajoute une autre phase souvent oubliée, l'évacuation des détritiques. Au terme de production, nous préférons celui plus large d'acquisition, cependant la mise en avant de la distribution est un élément qui nous semble important au sein d'un groupe humain.

### **I.1.1. L'acquisition**

L'acquisition est la phase initiale de l'alimentation. C'est l'action qui permet l'extraction de l'aliment de son espace naturel. Elle correspond donc aux pratiques de prélèvements de produits sauvages, charognage, chasse, pêche, cueillette et de production anthropique d'aliments, élevage, horticulture et agriculture. Cette phase est généralement bien documentée dans l'étude des vestiges archéologiques. Ainsi, l'archéozoologie nous apporte des informations sur l'acquisition des animaux chassés ou élevés (espèce, sexe, âge...). Ces études peuvent être complétées par une approche biomoléculaire, sur les isotopes stables du carbone du collagène des restes osseux. De cette manière, nous pouvons avoir des informations complémentaires concernant l'alimentation de ces animaux et savoir, par exemple, si l'individu était sauvage ou domestiqué. Les études carpologiques et palynologiques apportent quant à elles des données sur l'acquisition des végétaux et notamment sur les espèces cultivées. Mais, il est vrai que nos connaissances sur la cueillette et sur la consommation de produits végétaux de type feuilles ou racines restent bien faibles en raison de l'absence de conservation de ces types d'aliments.

---

<sup>1</sup> <http://www.cnrtl.fr/>

De même, les études portant sur l'outillage d'acquisition sont nombreuses. Ainsi, même si les découvertes d'outils d'acquisition (arc, propulseur, faucille, bâton à four, bolas...) restent occasionnelles, une approche fonctionnelle des armatures permet donc d'éclaircir ces pratiques. Les études tracéologiques des armatures sont aujourd'hui nombreuses, portant aussi bien sur les éléments de faucilles que sur les pointes de flèches pour déterminer leur fonction et leur mode d'emmanchement. On notera également l'étude de Geneste et Plisson (1986; 1989) sur les pointes de projectiles solutréennes cherchant à distinguer les fracturations spécifiques au tir à l'arc et au propulseur. L'analyse des phytolithes présent également sur ces témoins apporte des informations sur la récolte et les espèces ramassées. On peut également citer les études immunologiques quelques peu controversées portant sur des résidus protéiniques (sang) présent sur des armatures (Fiedel 1996; Newman et al. 1997) qui permettent de déterminer de quelles espèces proviennent le « sang ». Pour finir, l'analyse des résidus organiques (lipides) permet de déterminer la nature des colles et mastics utilisés.

### **I.1.2. Le partage**

La distribution est le partage des aliments au sein de l'espace social d'un groupe humain. Goody (1984), contrairement à Leroi-Gourhan (1973a), distingue cette phase de l'acquisition ou de la préparation. Cependant en archéologie, le terme de partage est plus communément employé (Binford 1984). Pour Goody, c'est la phase la plus « explicitement politique », où interviennent des aspects économiques, « paiement des fermages, redevances en nature et taxes ou impôts » ainsi que « les dissensions dans le groupe domestique ».

De manière plus générale, les individus acquérant la nourriture ne sont pas toujours les même que ceux qui vont la préparer. Il s'agit donc la phase d'échange entre plusieurs catégories sociales d'individus. Elle se situe au niveau de l'individu, c'est pour cela qu'il est aussi difficile de l'appréhender en archéologie. La personne au sein d'un groupe pour l'œil de l'archéologue est invisible et il est déjà difficile de savoir de combien de personnes le groupe se compose. Ainsi, l'individu et son statut en archéologie sont limités au contexte funéraire et à certaines études en technologie lithique, où l'on réussit à associer à certain débitage le « style personnel » et le niveau de compétence d'un tailleur (Ploux & Karlin 1993; Ploux et al. 1991). C'est pour cela que, dans le cadre de l'alimentation, nous devons nous limiter à certaines grandes tendances dans les sociétés humaines, comme par exemple, l'activité cynégétique qui est plutôt une activité masculine, alors que la cuisine dans l'espace

domestique est une activité strictement féminine dans tous les groupes de l'aire préindustrielle (Goody 1984; Wrangham & Conklin-Brittain 2003; Wrangham et al. 1999). Mais, nous pouvons également prendre conscience de la distribution, en étudiant le partage d'une proie au sein d'un groupe d'habitat. Ainsi voit-on que cet animal « x » a été réparti dans « n » habitations, montrant à la fois les interactions entre ces habitats et les procédures de partage de ce groupe. A une autre échelle, la distribution correspond à un échange d'aliments entre différents groupes. Ceci est également difficile à appréhender car les aliments sont périssables et surtout consommables. Ainsi, leurs traces nous proviennent difficilement. Tout au plus, pouvons nous parler de certains aliments particuliers, considérés comme de la « *luxury food* », nourriture dont le coup d'acquisition est bien plus important que son apport alimentaire. Par leur nature « prestigieuse », ces aliments peuvent être déplacés sur de longues distances, témoignage de la nature des échanges entre certains groupes.

Il nous faut terminer, en ajoutant que le partage, dans le sens où nous l'entendons, se déroule principalement avant la préparation, mais il se peut qu'elle se déroule également avec des aliments préparés (directement consommable ou seulement conservés). Nous pourrions citer par exemple, l'alcool, qui après avoir été fermenté ou distillé est distribué au sein du groupe.

### **I.1.3. La préparation**

La phase de préparation est la phase regroupant toutes les techniques de transformation de l'aliment brut en aliment consommable, c'est-à-dire que c'est la transformation d'un aliment naturel en un aliment culturel. La préparation est donc en partie synonyme de la cuisine, c'est-à-dire de la manière d'apprêter les aliments. Pour cela, on fait appel à diverses techniques dont le déroulement et l'enchaînement sont définis par une recette (d'après la définition de Balfet & Pelras 1983), c'est à dire « l'explication détaillée de la manière de préparer un mets » (Cousin & Monzon 1992). Cette phase peut être inexistante dans le cas de consommation d'aliments crus directement après leur acquisition. On peut distinguer deux familles de procédés de préparation (Balfet & Pelras 1983; Cousin & Monzon 1992).

Tout d'abord, il y a les procédés mécaniques qui correspondent aux techniques soumettant l'aliment à une action physique par préhension et percussion. L'aliment au final voit son aspect et ses caractéristiques physiques modifiés. Cependant, aucune modification

interne de ses caractéristiques chimiques n'a eu lieu. Ces pratiques sont diverses, il y a celle de la séparation, d'une partie de l'aliment (extraction) ou de la nourriture (tri), il y a aussi celle de fractionnement généralement par découpe ou broyage, ou encore celles du mélange et finalement celle de mise en forme et de présentation (Cousin & Monzon 1992; Leroi-Gourhan 1971, 1973a). Le mobilier relatif à cette phase est varié, avec notamment des mortiers et pilons pour la mouture et des outils tranchants pour la découpe. Pour leurs études, les apports de la tracéologie et de l'étude des phytolithes sont considérables. Il faut aussi noter quelques tentatives d'analyses de résidus lipidiques sur les mortiers afin de déterminer quelles espèces ont été moulues (Buonasera 2007; Procopiou & Formenti 1998; Procopiou & Treuil 2002). Il faut ajouter l'étude des traces de coupes sur les os qui apporte des informations sur les techniques de boucheries.

Ensuite, il y a les procédés biochimiques, appellation quelque peu abusive, que l'on peut reformuler en procédés physico-chimiques (non mécaniques). Comme le nom l'indique, ils vont changer les propriétés chimiques de l'aliment et par conséquent ses qualités physiques. Il existe plusieurs modes d'action sur l'aliment, et ils se confondent en partie avec les procédés de conservation. Leroi-Gourhan séparait les procédés de préparation de ceux de conservation qui se distinguaient par le fait que ces derniers visaient principalement à augmenter la durée de vie de l'aliment (Leroi-Gourhan 1973a). Cependant, cette distinction n'est pas toujours évidente, certains procédés sont employés à des fins culinaires, la plupart sont généralement intégrés à la chaîne opératoire de la préparation, certaines pratiques sont communes aux deux... Cette difficulté à les séparer provient du fait que la conservation est une des conséquences liées à l'utilisation de tels procédés. En réalité les conséquences des procédés biochimiques sont de trois types : Ces processus sont pour certains assez semblables à ceux de la digestion ce qui facilite l'assimilation de aliments. Ils permettent la destruction ou la modification de nombreux agents morbides tels des micro-organismes ou des toxines. Et finalement, en stoppant ou en ralentissant les processus de décomposition, la durée de vie de la nourriture est augmentée (Wandsnider 1997). Mais, leur utilisation et leur contrôle sont une des caractéristiques des hominidés, ils ne sont pas utilisés par d'autres espèces si ce n'est de manière accidentelle. Ces procédés se composent des techniques de fermentation, de macération, d'attaque acide, de séchage, de fumage et bien sûr de cuisson (Cousin & Monzon 1992; Wandsnider 1997).

#### **I.1.4. La consommation**

Et finalement le dernier acte de l'alimentation est celui de la consommation. Nous y regroupons à la fois l'apprêt de la nourriture que nous pouvons dorénavant appeler « mets » mais aussi le déroulement du repas, et finalement, l'action biologique de consommation de l'aliment par absorption, jusqu'à son rejet par l'organisme.

Pour l'archéologue, l'apprêt des mets pose immédiatement la question du mobilier. Si le mobilier en matière périssable est rare, celui en céramique est abondant à partir du Néolithique. Ainsi, au-delà de la typologie classique des récipients utilisés, une approche fonctionnelle offre de nouveaux champs de questionnements. Un exemple serait la relation mets, récipient que l'on pourrait illustrer dans la société française contemporaine avec le plat à gigot, la soupière et l'assiette creuse pour la soupe. De même, des récipients de stockage ou de préparation peuvent également servir à la présentation des aliments.

Le déroulement du repas est aussi un aspect fondamental de la consommation. En effet, le commensalisme, manger ensemble, lié à l'utilisation du feu reste un facteur typiquement humain. Chaque repas est, à un certain degré, l'expression des relations internes à la société. Il est important de savoir quel est le contexte du repas, s'il s'agit du repas quotidien ou s'il est lié à certaines pratiques cérémonielles. Dans ce sens, ce repas peut être lié à un contexte de festin ou inversement de jeûne. La composition de l'assemblée lors du repas, l'endroit où il se déroule et la distribution des mets le sont également. Cependant, cet aspect reste lui aussi difficilement appréhendable pour l'archéologue, tout au plus pouvons-nous distinguer par l'agencement spatial des vestiges dans le site, une aire de consommation et parfois la réalisation de festins.

Finalement, le point qui est peut être le plus accessible à l'archéologue, lorsqu'il dispose de restes humains, est celui de la nutrition. Ainsi, ces restes osseux peuvent être marqués par certaines pathologies nutritives (notamment carences, malnutrition, caries...). Des analyses d'isotopes stables sur le collagène de ces os permettront de connaître ce qui a été consommé par un individu. Mais, les excréments humains sont également porteurs d'informations, soit par l'étude directe des coprolithes (étude optique et chimique), mais aussi par l'étude de latrines ou de fosses de rejet, par l'archéozoologie, la carpologie et des méthodes physico-chimiques diverses (Fry 1985). De plus, les données archéologiques peuvent être confrontées à de nombreux modèles ethnographiques de nutrition (Denell 1979; Keene 1985; Leone & Palkovich 1985).

## I.2. La cuisine traditionnelle : le cas de la cuisson

---

### I.2.1. L'archéologie et la question de la cuisson des aliments, bref historique des recherches.

Il faut tout d'abord signaler que la recherche sur la cuisson et sur les techniques associées reste très marginale dans le domaine de l'archéologie. En France, les mentions concernant les technologies culinaires restent extrêmement rares pour la période paléolithique. Tout au plus sont-elles là pour illustrer quelques fonctions possibles des structures. Il faut attendre le développement de l'ethnologie préhistorique dans les années soixante pour que la question soit abordée dans une perspective technologique. Cependant, celle-ci n'est pas considérée comme un sujet à part entière, mais il est une des facettes fonctionnelles des structures de combustion. En effet, l'étude des structures de combustion est, à cette époque et encore aujourd'hui, basée sur leur fonctionnement et leur dynamique au sein de l'habitat. Descriptions précises des structures, remontages et analyses des roches brûlées sont de plus en plus fréquents et l'idée qu'un foyer archéologique est le résultat spatial d'une structure qui a évolué lors de sa vie utile et après son abandon est largement répandue. On met en place un vocabulaire commun pour la description de ces structures (Leroi-Gourhan 1973b). C'est également à partir du début des années quatre-vingt que se développent les premières approches archéométriques des structures de combustion. Le point culminant de cette dynamique est illustré par la parution du colloque *Natures et Fonctions des foyers préhistoriques* (Olive & Taborin 1989).

Cependant, la fonction de ces structures se heurte à un véritable manque d'outils méthodologiques. Autant peut-on commencer à comprendre comment les structures de combustion fonctionnent, autant leurs fonctions nous échappent. Leroi-Gourhan mit très tôt en avant le rôle de la cuisine dans l'habitat préhistorique et chercha des témoignages de ces pratiques dans les vestiges préhistoriques, comme ces zones circulaires vides de vestiges dans l'habitation n°1 de Pincevent (Leroi-Gourhan & Brézillon 1966), « témoins négatifs » de l'emplacement de récipients pour la cuisson par bouilli avec des pierres chauffantes. Mais, les témoins évidents de la cuisine ou plus précisément d'une technique culinaire restent rares. La fonction des structures de cuisson reste donc principalement sur un plan théorique, éclairage, chauffage, cuisine, autres activités techniques nécessitant la chaleur... Ainsi, pour la cuisson des aliments, à partir des disponibilités matérielles des chasseurs cueilleurs préhistoriques, on

énumère les différents modes de cuisson réalisables ainsi que les techniques employables (Julien 1987; Julien & Valentin 1988-89; Leroi-Gourhan 1973b). Ces données sont inspirées des témoignages ethnographiques et proviennent des études ethnologiques en technologie comparée réalisées par Leroi-Gourhan (Leroi-Gourhan 1973a). On continue néanmoins à chercher dans les vestiges archéologiques le témoignage de ces techniques. Dans *la préhistoire du feu*, Catherine Perlès (1977) réalise une synthèse et une réinterprétation de nombreux vestiges archéologiques dans une optique culinaire. Cependant, les hypothèses émises reposent principalement sur le sens commun et sur des analogies/déductions morphofonctionnelles de structures de combustion. Mais, c'est principalement en reconstruisant le fonctionnement de chaque structure que l'on considère pouvoir déterminer leurs fonctions. Ainsi, la morphologie initiale de certains blocs pourrait correspondre à des indices fonctionnels, conséquence de choix liés à une technique de cuisson (Julien 1972, 1973, 1984; Julien & Valentin 1988-89; Valentin 1987, 1989; Valentin & Bodu 1991). Mais encore, pour d'autres ce sont les assemblages de vestiges autour et dans la structure qui sont les meilleurs témoignages fonctionnels (Leesch 1997).

C'est en Allemagne, dans le site de Gonnisdorf que ces aspects vont être le plus développé (Bosinski 1979). La présence de certaines structures (plus) évidentes permet d'émettre des hypothèses sur les techniques culinaires employées. En effet, on retrouve des fosses remplies de roches chauffées, récipients inamovibles ayant servi pour la cuisson bouillie avec des pierres chauffées, après les avoir imperméabilisées avec des peaux de rennes. On retrouve également dans le foyer central de l'habitation un os de mammouth. Il est alors considéré comme un support de broche. Batchelor (1979) réalise également une étude expérimentale qui sert à distinguer la fonction des roches chauffées (*cf.* II.3.1 p.115). Une étude similaire est également réalisée sur le site voisin d'Andernach (Bolus 1990).

En préhistoire récente et en protohistoire, cette question est encore plus ignorée. L'introduction du récipient céramique, symbole de la révolution néolithique, mais véritable révolution dans le domaine culinaire (Barrau 1983), tend à faire oublier la richesse et la variété des comportements culinaires dans les sociétés humaines. Cependant, face à la fréquence des découvertes de foyers et de structures à roches chauffées, certains se retrouvent dans la dynamique développée en préhistoire ancienne (Audouze 1989; Gascó 1985; Lenoble et al. 1986; Pétrequin & Pétrequin 1992). Cependant, on peut constater par la suite une dérive prise par de nombreux archéologues dans les interprétations fonctionnelles des structures à

roches chauffées qui sont quasi systématiquement dénommées comme « four polynésien » (Gascó 2003a).

Comme en France, dans le courant anglo-saxon de la « new archaeology », ou archéologie processuelle, la question culinaire n'est pas porteuse d'un grand intérêt. Si les travaux de son fondateur, Lewis Binford, ne porte pas directement sur la question, la cuisine n'en est pas moins présente. Dans *Nunamiut ethnoarchaeology* (Binford 1978), un chapitre est dédié à la préparation des aliments. Ici, on parle du traitement culinaire, principalement bouilli mais aussi rôti, de chaque partie du renne, viande des pattes, os, moelle, tête, *etc.* et de son impact sur les assemblages de vestiges matériels osseux. Il détaille également les processus de préparation de la graisse de l'os et présente une description ethnoarchéologique de la technique de bouilli par pierres chauffantes (*cf.* II.1.2.2 p.73). Dans *In pursuit of the past* (Binford 1983), le problème de la cuisson apparaît lorsqu'il considère la question du travail autour du foyer. Il est ici question de la distribution spatiale des déchets résultant des diverses activités ainsi que de la position de l'individu par rapport au foyer pour les réaliser. Ainsi, une personne travaillant seule s'assoit à la perpendiculaire du foyer et manipule celui-ci grâce à la longueur de ces bras. Cette position, lors de la cuisine, permet de dégager l'espace devant l'individu pour lui laisser une zone de travail lui permettant de réaliser son activité. La cuisine a également une influence sur l'agencement spatial des vestiges, pour les activités réalisées autour du foyer ou dans les zones d'activités extensives (*roasting pit* des aborigènes alyawara d'Australie, *cf.* II.1.2.3 p.82). Donc, les activités de cuisson bien que présentes dans les travaux de Binford ne sont pas son centre d'intérêt.

A l'inverse, les travaux de Skibbo (1992) se focalisent sur la fonction des céramiques et principalement sur la cuisson. Il montre la complémentarité des approches ethnoarchéologiques et expérimentales dans l'étude des pratiques culinaires. Pour les foyers, on constate également un intérêt renforcé pour les *cookstones technologies* et l'étude des *FRC* (*fired cracked rocks*). Assez semblables à la dynamique développée en France, les témoignages ethnographiques des pratiques culinaires amérindiennes ont une importance bien plus grande. En plus d'apporter une description détaillée du déroulement des techniques, ils permettent de mettre en place des modèles évolutifs ou comportementaux et également de mettre en évidence le rôle et la relation existant entre un aliment et une technique de cuisson (Lowell 1999; Thoms 2003, 2005, *sous-presse-a*, 2005, *sous-presse-b*; Wandsnider 1997).

Mais, c'est avec l'analyse des résidus organiques que l'approche fonctionnelle des processus culinaires obtient un regain d'intérêt. Dans les structures de combustion, les graisses présentes sont le témoignage direct des activités de cuisson réalisées (March 1995a, 1995b, 1996; March 1999; March et al. 1989; March et al. 2006a; March et al. 2003a; March & Lucquin 2006, sous-presse; March & Soler Mayor 1999; Rottländer 1991). Il en est de même avec les récipients céramiques et le développement de l'analyse de leur contenu (Eerkens 2005; Evershed 1993; Evershed et al. 1999; Evershed et al. 1997b; Evershed et al. 1995; Heron & Evershed 1993; Kimpe et al. 2004; Malainey et al. 1999c; Rottländer 1983; Rottländer & Schlichtherle 1979; Spangenberg et al. 2006). Cependant, il est vrai que les résidus organiques témoignent plus de leur origine que les technologies culinaires mise en place.

### **I.2.2. Pourquoi cuire ?**

Il est simple de commencer par dire qu'au même titre que le langage ou la pensée symbolique, cuire ses aliments est un trait typiquement humain. En effet, il n'existe aucune société qui ne cuit pas au moins une partie de ses aliments (Goody 1984; Lévi-Strauss 1968; Poulain 2002). Il est donc évident que l'action de cuire revêt une forte notion symbolique, pour cet acte qui transforme un aliment naturel en aliment culturel.

Ainsi d'après Frazer, l'humanité décrite par les mythes sur l'origine du feu pris dans leur ensemble aurait traversée trois phases : « pendant la première, les hommes ignorèrent l'usage ou même l'existence du feu ; pendant la seconde, ils en vinrent à connaître le feu et à s'en servir pour se chauffer et pour cuire leur nourriture, mais ils ignoraient encore tout des façons de l'allumer ; pendant la troisième, ils découvrirent ou employèrent régulièrement, comme procédé d'allumage, l'une ou plusieurs des méthodes qui sont encore, ou étaient encore récemment, en vogue chez les races d'hommes les plus arriérées [sic] » (Frazer 1967). Ici, c'est cette première phase ou « âge sans feu » qui nous intéresse. Cet âge est décrit comme un âge rude, où l'humanité souffrait du froid mais surtout du manque de moyens pour cuire leur nourriture. Tout au plus, pour pallier à la nourriture totalement crue, pouvaient-ils utiliser la chaleur du soleil pour transformer leurs aliments. La faim et une humanité proche de l'animal sont la vision mythique consécutive à ce style de vie. Ainsi, cette « âge sans feu » permet d'illustrer, par leur absence, le gain que sont le feu et en conséquence la cuisine, pour une société.

Il semble donc nécessaire d'expliquer ce qu'apporte la cuisson aux aliments. En effet, beaucoup de produits, notamment végétaux, peuvent se consommer simplement crus. Cette notion se retrouve dans la mode alimentaire actuelle du « crudivore », qui exclut tout aliment cuit de l'alimentation. Cependant, lors de l'évolution humaine, nos ancêtres, principalement herbivores, ont commencé à cuire leurs aliments. Cette innovation technique a été suffisamment importante pour être conservée et s'étendre à l'ensemble de l'humanité. La cuisine doit donc apporter des avantages substantiels par rapport à l'alimentation crue.

Tout d'abord, la cuisson permet de rendre de nombreux aliments plus facilement assimilables et permet donc la consommation d'un spectre de nourriture plus large. Elle a donc permis aux hominidés de passer d'une alimentation principalement frugivore à une alimentation omnivore très variée. Les réactions chimiques se déroulant lors de la cuisson permettent d'expliquer cette diversification d'aliments. Ainsi, les glucides apportent l'énergie nécessaire au fonctionnement de l'organisme (les lipides peuvent aussi en fournir quand les glucides viennent à manquer). Ces glucides sont des sucres qui ont différentes formes. Les plus simples sont des oses dont les plus courants sont les hexoses, ils possèdent six atomes de carbone et ont pour formule  $C_6H_{12}O_6$ . Dans les végétaux, on trouve principalement des glucoses et des fructoses. Il y a aussi des disaccharides, formés par deux oses, de formule  $C_{12}H_{22}O_{11}$ . On trouve aussi du saccharose, autrement appelé sucre commun, présent dans la plupart des végétaux. Et enfin il y a des polysaccharides, des polymères des oses, c'est à dire qu'ils sont composés de plusieurs oses. Parmi ceux-ci, l'amidon et la cellulose qui forment les fibres dans les végétaux représentent une part importante de leur composition, ils sont formés à partir de D-glucose, ainsi que l'inuline formée à partir de fructose (Delluc et al. 1995). Les monosaccharides (oses) et les disaccharides sont facilement assimilables par l'organisme, ce sont des sucres rapides. Les polysaccharides eux le sont difficilement et la cuisson va faciliter leur absorption, en changeant la structure de l'amidon, en réduisant la structure des fibres à la cellulose seulement (l'hémicellulose et les pectines qui constituent la paroi fibreuse des cellules végétales sont dégradées lors de la cuisson, la cellulose ne l'est pas) (This 1993). La cuisson augmentera l'apport calorique utile de ces aliments et les rendra plus digestibles. Ainsi de nombreuses plantes comme les racines et les tubercules qui n'ont qu'un faible intérêt alimentaire, lorsqu'ils sont crus, permettent d'enrichir la gamme des aliments consommés au point d'être dans de nombreuses sociétés la nourriture de bases de leur régime alimentaire. Des réactions similaires ont lieu avec les protéines. Il existe dans la nature vingt-deux acides aminés différents dont, pour certains, l'apport alimentaire est indispensable car l'organisme ne

peut pas les synthétiser. Ces acides aminés s'organisent dans des chaînes polypeptidiques complexes. Les interactions existantes entre les acides aminés de la chaîne polypeptidiques vont provoquer des repliements de la chaîne dans l'espace, en se repliant sur elles-mêmes en hélice  $\alpha$  ou feuillet  $\beta$  (structure secondaire), en organisant dans l'espaces les hélices, feuillets et parties amorphes (structure tertiaire), en agrégeant les différentes protéines (structures quaternaire). La cuisson va dénaturer ces protéines, c'est à dire détruire des liaisons qui maintiennent en place les niveaux de structure quaternaires (s'il y a lieu), tertiaires et secondaires permettant ainsi l'obtention d'entités plus facilement assimilables par l'organisme. Ainsi, par exemple, à l'intérieur de la viande, les molécules de collagène rigidifient la viande (dans les muscles, le collagène forme des gaines autour des cellules, autour des groupes de cellules, et autour des muscles entiers). Lors de la cuisson, ce collagène parce qu'il est chauffé à une température supérieure à 60°C est dégradé en gélatine assimilable par l'organisme. Finalement, il en est de même avec les lipides. Lors de la cuisson, les liaisons esters existant notamment dans les triglycérides vont être détruites libérant ainsi du glycérol et des acides gras libres plus facilement assimilables. La cuisson permet donc d'augmenter le rendement nutritionnel d'un aliment.

La cuisson permet également de rendre la nourriture moins dangereuse pour la santé humaine. Les microorganismes pathogènes présents dans les aliments (notamment des bactéries) vont être détruits par la cuisson. Cette destruction est à la fois fonction de la température et de la durée d'exposition pour une espèce donnée (cf. Figure 1). Par exemple, les quantités de *Staphylococcus aureus* et de *Salmonella sp.* dans la viande, ou de *Clostridium botulinum* dans les produits végétaux, diminuent fortement à une température de 50°C (Wandsnider 1997). Les cuissons à sec, notamment dans les techniques de conservation (séchage, fumage), permettent de réduire l'eau présente dans les aliments, stoppant également le développement de nombreux microorganismes. De plus, de nombreuses plantes contiennent des toxines (notamment des composants alcaloïdes, phénoliques ou glycoliques) pour éloigner leurs prédateurs et dont l'ingestion peut provoquer des problèmes de santé. De nombreuses pratiques techniques ont été développées dans différentes sociétés humaines pour détoxifier ses plantes. La chaleur est une des voies possibles, en dénaturant les protéines toxiques, en oxydant des acides cyanogènes... Cependant, la cuisson ne peut dégrader toutes les toxines, et dans certains cas elle peut même les concentrer (Wandsnider 1997).

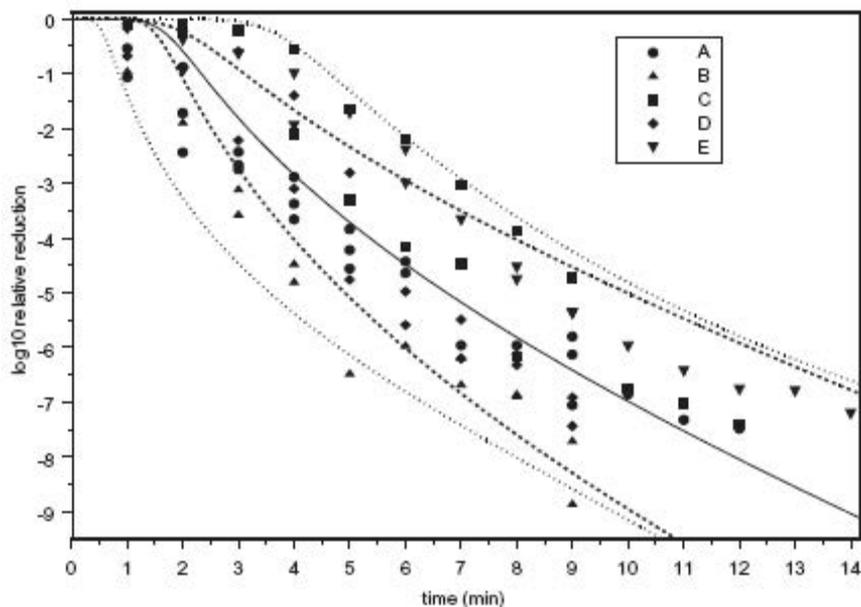


Figure 1 – Courbe de survie de cinq sérotypes de *Escherichia coli* chauffé à 60°C (Juneja & Marks 2005)

La cuisson apporte du goût ou exhausse la saveur de nombreux aliments. Les réactions se déroulant lors de la cuisson sont nombreuses et apportent de nombreux composés aromatiques sources du goût des aliments cuits. La réaction la plus connue et la représentative est la « réaction de Maillard ». C'est de cette réaction que résultent le goût et l'odeur de la croûte du pain, de la croûte brune de la viande, des noisettes grillées ou encore du café une fois torréfié. C'est une réaction complexe, de principe simple mais encore mal connue, où des acides aminés soumis à une chaleur importante réagissent avec des sucres. La réaction conduira à la formation de molécules cycliques aromatiques qui sont encore aujourd'hui peu connues. Mais, la cuisson permet également de faire fondre la graisse où de nombreux composés aromatiques peuvent être solubilisés. La cuisson peut apporter certains désavantages comme par exemple libéré les composés soufrés des crucifères (chou, moutarde...) provoquant l'apparition de leur odeur caractéristique. Cependant, ces désavantages peuvent être limités par le choix d'une technique de cuisson appropriée, par exemple dans le cas des composés soufrés, il faudra opter pour une technique au temps de cuisson court (This 1993).

## I.3. Contexte théorique

---

Ainsi, même si nous venons de voir les modifications qu'apporte la cuisson (mais aussi de manière plus générale la préparation) aux aliments, reconnaître les technologies culinaires peut sembler quelque peu trivial. Quel est donc l'intérêt de savoir si une viande était bouillie ou rôtie ?

Dans de nombreux mythes, le feu est l'élément qui permet à l'homme de sortir du règne naturel. Le feu en question, n'est pas n'importe quel feu, permettant de chauffer ou d'éclairer, c'est le feu qui permet la cuisson des aliments (Barrau 1983). La cuisson, en plus d'un intérêt alimentaire, a donc une portée mythique mais également culturelle et sociale. Elle se traduit dans les différents technique de cuisson mise en œuvre.

### I.3.1. Structuralisme et le triangle culinaire

Les travaux que Lévi-Strauss a menés sur la cuisine sont aujourd'hui une référence dans la sociologie de l'alimentation (Lévi-Strauss 1965, 1968). Fortement inspiré par la linguistique, il applique aux modes de cuisson des oppositions binaires qu'il résume tout d'abord dans le triangle culinaire, inspiré du triangle des voyelles et du triangle des consonnes (Figure 2).



Figure 2 – triangle vocalique et triangle consonantique

Basés sur des éléments sémantiques et non phonétiques, les sommets correspondent au cru, au cuit et au pourri. Ce triangle traduit alors une double opposition, d'une part entre ce qui est élaboré et ce qui n'est pas élaboré et d'autre part entre nature et culture. Le cuit est la transformation culturelle du cru alors que le pourri est sa transformation naturelle (Figure 3). Mais dans ce triangle « abstrait », il inscrit alors un triangle plus « concret » basé sur les techniques. Ce triangle est construit en partant de l'opposition entre les modes de cuisson rôtie et bouillie. Ainsi rôti est placé du côté de la nature et bouilli de la culture. Le rôti est souvent considéré comme un mode de cuisson archaïque et cela dans de nombreuses cultures.

Brillat-Savarin affirmait que l'« on devient cuisinier mais on naît rôisseur » (in Barrau 1983, p. 63). A l'inverse, la cuisson par bouilli nécessite un médiateur culturel, le récipient. Encore à travers l'opposition élaborée non élaborée, alors que bouilli est associé au pourri dans de nombreuses cultures européennes ou amérindiennes, rôti lui est proche du cru en raison de sa cuisson inégale. Ce triangle est complété par le fumage qui est le mode de cuisson qui correspond le plus au « cuit » (Figure 4). Cependant, ce triangle se veut adaptable pouvant incorporer d'autres modes de cuisson. Ainsi notamment avec l'introduction du frit, le triangle nécessitera « une transformation plus complexe » en tétraèdre où l'huile sera un élément intermédiaire au même titre que l'eau et l'air. Le but de ce schéma ainsi constitué est de pouvoir y inclure un système culinaire afin de « le rendre superposable à d'autres contrastes, de nature sociologique, économiques, esthétique ou religieuse : hommes et femmes, famille et société, village et brousse, économie et prodigalité, noblesse et roture, sacré et profane, etc. Ainsi peut-on espérer découvrir, pour chaque cas particulier, en quoi la cuisine d'une société est un langage dans lequel elle traduit inconsciemment sa structure, à moins qu'elle ne se résigne, toujours inconsciemment, à y dévoiler ses contradictions » (Lévi-Strauss 1965, p. 29).

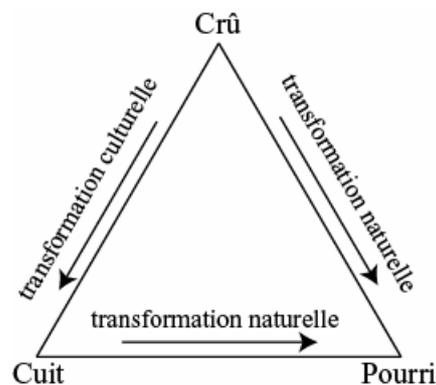


Figure 3 – le triangle culinaire (Lévi-Strauss 1965)

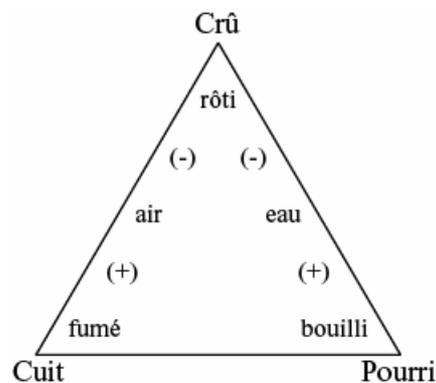


Figure 4 – le triangle des recettes (Lévi-Strauss 1965)

L'élaboration de ce modèle tend à être universelle, cependant il est soumis à la langue de l'auteur et est construit à partir d'un nombre restreint de sociétés. Des études postérieures dans le domaine de l'analyse sémiologique des termes culinaires ont montré les limites de ce schéma. Les associations de type cru/rôti sont loin d'être systématiques. Ou encore le fumage est rarement au même niveau que le rôti ou le bouilli, pour beaucoup, c'est avant tout une technique de conservation, au même titre que le salage ou le séchage, plutôt que de cuisson (Goody 1984). On peut également lui opposer des critiques plus générales au structuralisme. Ainsi le sens d'un mythe ou d'un rite peut varier selon les acteurs, le contexte, le groupe social et à travers le temps alors que le structuralisme tend à rendre ce sens unique et homogène. « Autrement dit, le mythe et les autres productions ne sont jamais totalement dégagées de leurs conditions de production, ils n'existent pas sans les acteurs qui les racontent et ceux qui les entendent » (Deliège 2004, p. 153).

Mais, ce modèle garde toute sa valeur au niveau des opérations où les oppositions sont d'ordre matériel et non plus sémiologique et permettent ainsi d'énoncer « des généralités sur la cuisine à travers les sociétés humaines » (Goody 1984). Le système formé grâce aux techniques est alors externe, à partir d'un langage descriptif commun aux observateurs et ne dépend plus du système de représentation culinaire de la société. Ce fait est d'autant plus réel dans le domaine archéologique où la parole sémiologique de l'acteur est absente et qu'il n'y a que le regard sémiologique de l'observateur.

Ainsi, un triangle des recettes purement opératoire ou une représentation plus aboutie comme celle proposée par Dournes (1969) (Figure 5) permettra d'y inscrire le système des techniques culinaires d'une société, même si ce n'est qu'à partir des reconstructions archéologiques. Alors, bien que la signification des oppositions et leurs réalités nous échappent, il donne à la cuisine et à sa technologie toute son importance en tant que processus culturel.

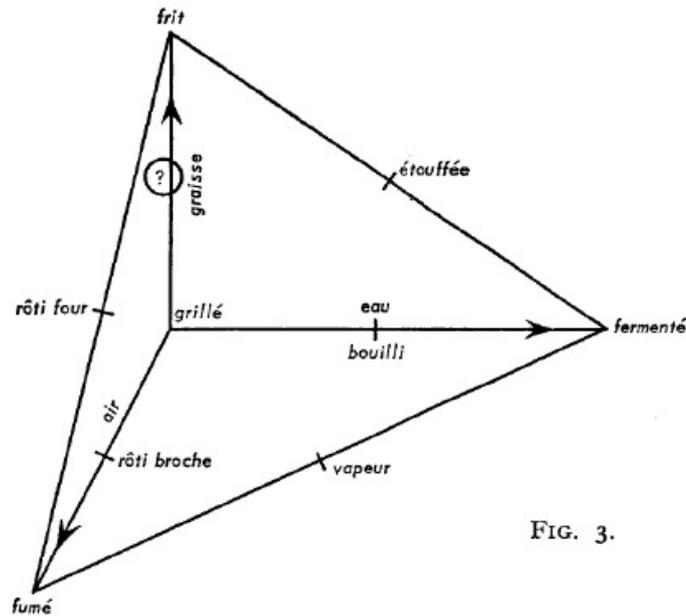


FIG. 3.

Figure 5 – tétraèdre des recettes (Dournes 1969)

### I.3.2. Technologie culturelle et techniques de cuisson

Aborder la cuisson, et de manière plus générale la cuisine, par la technologie semble donc être une voie méthodologique adéquate. La technologie culturelle, notamment par son intérêt de la culture matérielle et la mise en évidence que tout fait technique est un fait social ou culturel, est le courant ethnologique le plus proche, du moins en France, de la préhistoire et de l'archéologie. Ce lien est d'autant plus fort en ethnologie préhistorique.

Le fait technique se décompose en trois ordres de phénomènes pour l'analyse : « des objets [...] qui sont les moyens d'action sur la matière, et ce sans préjuger de leur dimension ou de leur origine naturelle ou artificielle ; des processus, eux-mêmes décomposables en chaînes opératoires regroupant des séquences gestuelles ; des connaissances [...] exprimables ou non par les acteurs » (Lemonnier 1983, p. 12).

Nous serons brefs sur les connaissances et les savoir-faire liés aux techniques de cuisson utilisées dans le contexte archéologique. En effet, le faible état de la recherche rend

toute discussion difficile, malgré l'existence de certains modèles évolutionniste<sup>2</sup> (Dittmann 1990; Thoms 2003).

### **I.3.2.1. Objet**

L'objet semble évident pour l'archéologue. Pour l'ethnologue, il correspond à des « *outils* pour intervenir sur la matière » alors que pour l'archéologue, il correspond à la fois aux artefacts dont la fonction a pu être défini mais également aux déchets produits par l'activité technique qui témoignent également de différentes séquences de la chaîne opératoire (Karlin et al. 1991). De plus, tout objet archéologique, parce qu'il est dans un contexte d'abandon et non d'utilisation peut être considéré comme un déchet (March et al. 2006b).

Dans le contexte de la cuisson, ces objets sont de trois types : les structures de combustion, le mobilier de cuisson et les déchets alimentaires. Les premières correspondent principalement aux foyers et aux fours dont la vocation est généralement domestique. Cependant ils nous parviennent dans leur état d'abandon et soumis à des processus taphonomiques divers. Le mobilier de cuisson est ce qui se rapproche le plus de « l'objet » de l'ethnologue. On peut distinguer différents types de vestiges. Il y a tout d'abord les récipients, ou leurs restes, dont les plus évidents sont en céramiques. On peut également évoquer certaines fosses, imperméabilisées par des peaux ou par une structure en bois, qui ont pu être utilisée comme récipients amovibles (Bosinski 1979, 1981; O'Kelly 1954). Leroi-Gourhan voyait à Pincevent dans certains espaces circulaires vides de vestiges, des témoins négatifs de « récipients qui auraient été placés constamment au même endroit » (Leroi-Gourhan & Brézillon 1966). De plus, il est envisageable que certains vestiges portant une concavité naturelle comme certaines roches ou le crâne de certains mammifères aient eu une fonction de récipients (Julien 1987). Nous pouvons également retrouver des éléments chauffants utilisés pour la cuisson indirecte qui sont principalement des roches brûlées, ou leur équivalent en céramiques (plaques chauffantes, balles en céramiques...). Un certain nombre de vestiges semble correspondre à des supports de mobilier de cuisson tels des broches, des grilles, des récipients. Ils serviraient à les maintenir au-dessus du feu. Les supports de broches ou de grilles sont parfois identifiés dans des os de mammoths retrouvés en bordure du foyer (ceux-ci redressés supporteraient sur leurs épiphyses une broche) (Bosinski 1979, 1981) ainsi que certaines plaques en pierre dressées sur leur bordure (Perlès 1977). De plus, à l'Abri Romani

---

<sup>2</sup> Ces modèles sont généralement issus des données archéologiques et ethnographiques.

en Espagne, les conditions exceptionnelles de conservation ont permis la mise au jour d'objets en bois. Certains sont carbonisés et d'autres ont été fossilisés dans les travertins de la grotte. Parmi ces objets (qui sont difficilement identifiables) trois perches de bois ont été retrouvées à proximité d'un foyer semblant suggérer la présence d'un trépied en bois ayant servi à maintenir un récipient au-dessus du feu (Allue et al. 1998; Carbonell & Castro-Curel 1992; Carbonell et al. 1998; Carbonell et al. 1994). Le dernier type de vestige en relation avec la cuisson est les déchets des aliments consommés. Ils peuvent être d'origine animale comme des os brûlés, certains os particulier (os hyoïde) où des associations d'os ou d'esquilles osseuses avec certains vestiges ainsi que des restes de coquilles de certains mollusques retrouvées thermoaltérés ou en relation avec des roches chauffées (Julien 1987; Julien & Valentin 1988-89; Perlès 1977). Les éléments d'origine végétale sont plus rares et correspondent principalement à des résidus carpologiques brûlés. Cependant, cette carbonisation peut être accidentelle et non volontaire. Il faut ajouter la présence des résidus organiques amorphes visibles sous forme d'adhérences ou contenus dans la matrice minérale de certains supports pouvant provenir des animaux ou des végétaux.

De plus, on constate que les traces matérielles de la cuisine sont souvent éphémères et abondent dans l'emploi de matériaux périssables (bois, écorce, peau...) qui en dehors de certaines conditions exceptionnelles ne seront pas conservés. Les processus taphonomiques diminueront encore plus le nombre et la qualité des vestiges de la cuisson.

### **I.3.2.2. Processus**

La technique est donc aussi un processus. La chaîne opératoire est l'outil qui a été développé pour étudier cet aspect (Balfet 1991a; Desrosiers 1991; Leroi-Gourhan 1964). Elle est définie par Leroi-Gourhan de la manière suivante : « la technique est à la fois geste et outil, organisés en chaîne par une véritable syntaxe qui donne aux séries opératoires à la fois leur fixité et leur souplesse » (Leroi-Gourhan 1964, p. 164). La notion de chaîne opératoire révèle deux aspects complémentaires, la transformation de la matière première en produit et le but de cette transformation ou projet (Balfet 1991a). De plus, la chaîne opératoire est associée à quatre descripteurs : un nom scientifique (vocabulaire commun pour la description), un nom indigène (qui ne recouvre pas obligatoirement le même sens ou la même action que le nom scientifique), un lieu et un temps. La chaîne opératoire ne décrit donc pas seulement la fabrication ou la mise en œuvre, elle inclue également des étapes de choix et de contrôle. Le concept de chaîne opératoire a été largement adopté en archéologie, notamment en ce qui

concerne la technologie lithique. En effet, les matériaux lithiques comme le silex vont enregistrer des stigmates des différentes séquences de la chaîne opératoire. De plus, les différents produits ou déchets vont pouvoir être remontés ensembles. Il est ainsi possible de reconstruire l'ordonnement des différentes séquences de la chaîne et ainsi restituer la chaîne opératoire. de taille (Inizan et al. 1995; Karlin et al. 1991).

Ainsi, dans le domaine culinaire, une technique de cuisson est la chaîne opératoire des gestes et actions de l'homme, visant à la transformation de l'aliment par une chaleur suffisante en vue de sa consommation et mettant en jeu des connaissances et des savoir-faire particuliers.

Les différentes séquences de cette chaîne opératoire vont s'enchaîner de manière dynamique en combinant certains paramètres récurrents. Tout d'abord, Balfet et Pelras (1983), puis de manière plus aboutie Cousin et Monzon dans *Cuisines du monde* (1992), fruit du travail collectif de nombreux ethnologues du musée de l'Homme pour mettre au point un outil méthodologique et terminologique dans le domaine de la technologie comparée des cuisines, décomposent la chaîne opératoire culinaire, ou recette, en séquences, opérations élémentaires sur la matière. Les séquences sont identifiées d'un point de vue étique par leur nom « scientifique » issu d'une détermination technique et d'un point de vue émique par leur nom indigène. Ces deux points de vue sont confrontés afin de mettre en évidence des discordances produites par des critères non techniques. Les séquences sont également identifiées par rapport au lieu, à l'état de la matière avant et après la séquence, aux outils utilisés et aux gestes accomplis, à leur répétition, à la durée impliquant ou non la présence et l'attention, continues de l'acteur. Elles s'inscrivent dans à un ensemble de quatre « modes d'action » sur la matière (procédés mécaniques, assaisonnements, procédés biochimiques, procédés de cuisson) eux-mêmes subdivisés en différentes variables. En ce qui concerne la cuisson, les auteurs proposent d'étudier ces techniques selon les variables suivantes : la source de chaleur, la diffusion de la chaleur, le contrôle de la chaleur, les supports et les suspensions, les récipients, le milieu de cuisson et les modes de cuisson.

Cependant, s'il est possible pour l'ethnologue des techniques d'observer les différentes séquences qui composent la cuisson, il en va tout autrement pour l'archéologue. Contrairement à l'outillage et aux déchets de matériaux lithiques, les traces matérielles de la cuisson sont beaucoup plus fugaces même si les objets peuvent être nombreux. Ceci s'explique parce qu'une grande partie des « objets » sont périssables ou consommés et ne nous parviendront jamais. De plus, même si une vision dynamique du fonctionnement d'une

structure de combustion peut être mise en évidence, l'échelle ne correspond généralement pas à celle de la cuisine, mais est plutôt celle de la vie utile de la structure et de son abandon. Ainsi, les traces matérielles lorsque identifiables marquent généralement un état final de la cuisson et non les différentes séquences de la chaîne opératoire. Cette notion dynamique de la technique ne semble pas pouvoir être appliquée au contexte archéologique si ce n'est qu'effleurée de manière très succincte et partielle.

Cependant, ne pas pouvoir utiliser le concept de chaîne opératoire, concept clef en technologie culturelle, n'implique pas d'abandonner totalement l'approche technologique. En effet, même si les séquences ne peuvent pas être identifiées, certaines variables liées à ce mode d'action sur la matière peuvent nous permettre de décrire différentes techniques de cuisson. Ces différentes variables peuvent être définies d'après ces deux critères : le mode de cuisson et la relation entre la source de chaleur et l'aliment.

### **I.3.2.3. Le mode de cuisson**

Comme nous l'avons vu chez Lévi-Strauss, l'aspect primordial d'une technique de cuisson est le mode cuisson. Classer les modes de cuisson est très difficile. Ils sont très nombreux et possèdent de nombreuses variations dans l'intensité et la durée de cuisson. Un mode de cuisson est défini à la fois par la forme des échanges thermiques, les effets chimiques sur l'aliment, son milieu, l'intensité de la chaleur, sa durée... Il peut être unique ou être combiné à d'autres modes (Cousin & Monzon 1992). Leroi-Gourhan dénombre seulement cinq modes de cuisson différents : bouilli, grillé, rôti, cuit à la vapeur/étouffée, frit (Leroi-Gourhan 1973a). Ces cinq modes de cuisson ont souvent été repris en archéologie afin de décrire les modes et techniques utilisables par les chasseurs-cueilleurs paléolithiques (Julien 1987; Julien & Valentin 1988-89; Perlès 1977). Cependant, dans la terminologie proposée par Cousin et Monzon (1992), on constate que l'éventail des modes de cuisson est bien plus large. Ces dernières dénombrent dix-sept modes de cuisson. Néanmoins, on peut constater que la plupart des autres modes de cuisson proposés par ces auteurs sont en réalité des mélanges plus ou moins complexes des cinq modes proposés par Leroi-Gourhan.

Nous l'avons vu, afin d'organiser ces différents modes de cuisson pour élaborer un système culinaire, le triangle ou plutôt le tétraèdre des recettes, proposé par Lévi-Strauss, semble être le meilleur chemin. Cependant, il nous semble nécessaire de l'adapter. On peut constater que sa construction repose sur plusieurs aspects matériels liés aux modes de cuisson.

L'appellation de tétraèdre, bien que simple, ne correspond pas à la réalité de cette organisation. On constate que tous les axes n'ont pas la même valeur et que seuls trois axes sont directeurs. L'aspect principal de son organisation est fonction de l'élément du milieu de cuisson qui correspond aux trois axes principaux, air, eau et graisse. Ces trois axes se recoupent en un mode de cuisson origine (au sens mathématique du terme) qui est le mode de cuisson grillé. En effet, la cuisson grillée est une cuisson où l'aliment repose directement sur la source de chaleur, sans milieu intermédiaire. L'autre aspect correspond au positionnement des modes de cuisson sur ces axes. Cet aspect pourrait être nommé « intensité » et chaque axe est fini par un mode de cuisson qui est considéré comme le mode type de ce milieu (frit, bouilli, fumé). Il est sous-entendu que ces modes types sont également les modes les plus « culturels ». D'après Lévi-Strauss, cette intensité semble régie par deux points, la durée de fonctionnement de la cuisson et surtout l'utilisation de médiateurs culturels comme des récipients... De plus, il semble impossible de savoir lequel prévaut sur l'autre. L'attribution de l'intensité à un mode de cuisson reste donc très subjective. Néanmoins, il nous faut apporter quelques modifications. Lévi-Strauss regroupe dans son triangle culinaire des modes de cuisson (bouilli, rôti, frit) mais également ce qui est généralement considéré comme un mode de conservation, le fumage (Cousin & Monzon 1992; Leroi-Gourhan 1973a). Dournes (1969) ajoute sur l'axe de l'eau la fermentation qui n'est pas à proprement parlé un mode de cuisson, même dans le cas de la fermentation alcoolique, mais un mode de conservation. De même, on pourrait ajouter sur l'axe de la graisse, la préparation de type confit, également mode de conservation. Ainsi, il est possible de transformer le modèle de Lévi-Strauss pour faire coexister deux aspects de la préparation : la cuisson et la conservation (Figure 6).

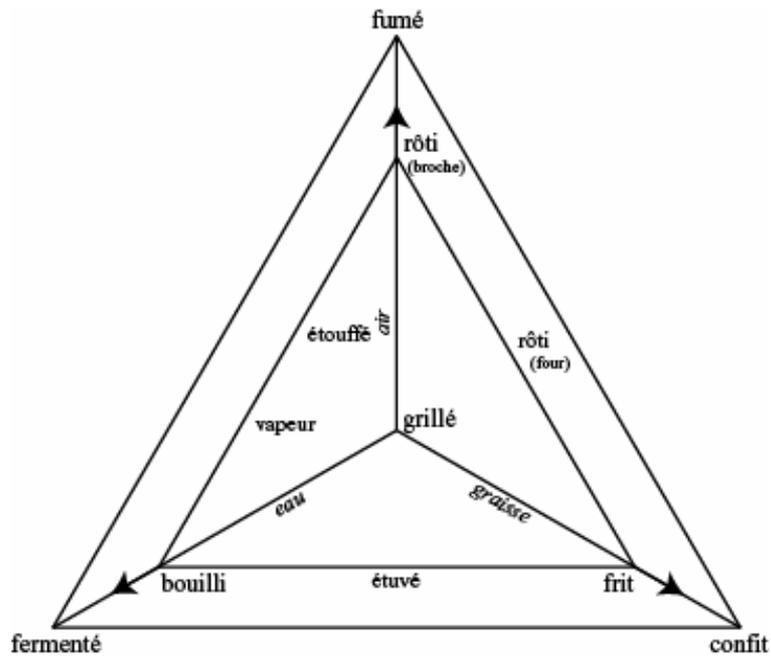


Figure 6 – Triangle technique des modes cuisson

Cependant, même si ce graphique peut contenir la majorité des modes de cuisson, il ne reflète pas totalement leur diversité. Il existe des cuissons mixtes, combinant plusieurs modes de cuisson existant, généralement une cuisson rapide et intense afin de concentrer et exhausser le goût des aliments comme par exemple, saisir, blanchir puis une cuisson douce et lente afin de terminer la cuisson. Néanmoins, même si elle n'est pas parfaite, cette représentation reflète les oppositions technologiques existant entre les différents modes de cuisson. De même, les cinq grands modes de cuisson décrits par Leroi-Gourhan sont pour la plupart des points majeurs de cette représentation. Nous retrouvons l'origine avec le mode griller, et les modes types de chaque axes, bouillir, rôtir et frire. De même, la cuisson par la vapeur est le mode extrême intermédiaire entre les axes de l'eau et de l'air.

Il est également important dans l'analyse d'une technique de pouvoir préciser la nature de ce milieu. En effet, même si l'eau, l'air ou la matière grasse sont la composante principale de ces trois milieux, certains éléments peuvent être ajoutés notamment pour leur apport au niveau gustatif. Ainsi, la nature de la matière grasse de la friture peut changer (huile végétale, graisse animale, beurre...). Ou encore si l'on bout régulièrement avec de l'eau, l'utilisation du lait est fréquente...

On constate donc combien le milieu est important. Dans un mode de cuisson, c'est l'élément qui permet de les classer le plus facilement selon des oppositions technologiques mais portant une forte valeur symbolique. Cependant il nous faut également préciser certains

points. Ce milieu est l'intermédiaire entre la source de chaleur et l'aliment. De ce fait, il va conditionner les réactions chimiques qui vont se produire sur la nourriture lors de la cuisson. Un milieu de type air aura tendance à éliminer l'eau de l'aliment et sera donc le siège de réactions différentes de celles d'un milieu où de l'eau sera ajoutée. Les oppositions technologiques sont donc grandement basées sur ces différences réactionnelles, conditionnant l'aspect et le goût du met final.

#### **I.3.2.4. Source de chaleur et position de l'aliment**

Un autre élément définissant la technique de cuisson est la nature de la source de chaleur et sa position vis-à-vis de l'aliment. Une des premières divisions est celle de la nature directe ou indirecte de la source de chaleur. Leroi-Gourhan regroupait dans les cuissons directes toutes cuissons où l'aliment est soumis directement à l'action de la flamme et dans les cuissons indirectes celles où un corps s'intercale pour contrôler, réduire, répartir les effets de la chaleur (Leroi-Gourhan 1973a). Mais de manière plus générale, la cuisson directe placerait directement les produits de la combustion en contact avec l'aliment. Cependant dans *la préhistoire du feu*, la distinction ne se fait plus par rapport à la flamme ou par tout produit de la combustion (braise, flamme, cendre et fumée) mais par rapport à la source de chaleur qui peut avoir différentes natures (flamme, braise, cendres ou pierres chauffées) (Perlès 1977). Nous avons également vu que chez Lévi-Strauss, ces éléments intermédiaires à la cuisson servent à la distinction nature culture (Lévi-Strauss 1965, 1968).

Dans les modes préhistoriques de cuisson, seule la structure de combustion est une source de chaleur, au sens propre du terme, et pour être plus précis seul le bois, ou autre combustible, en ignition. Ensuite, il existe différents intermédiaires jusqu'à l'aliment. Cependant, il est évident que certains éléments du foyer ont été utilisés préférentiellement pour la cuisson, comme par exemple les pierres chauffées.

La **source de chaleur** peut donc se définir de la manière suivante :

- *Mixte* : on a recours à plusieurs éléments du foyer ou même au foyer en entier, il n'y aura donc pas de distinction précise de la source de chaleur directe ou indirecte.
- *Simple* : c'est l'un des éléments du foyer qui est utilisé de manière préférentielle pour la cuisson. Cet élément peut produire lui-même sa propre chaleur ou restituer la chaleur qu'il a emmagasiné.

- Directe : ce sont des produits, issus de la combustion, qui sont en ignition. Ces sources produisent leur propre énergie sous forme de chaleur, et peuvent l'entretenir tant que le combustible est en quantité suffisante. Ces sources sont :
  - *Flamme* : c'est le dégagement gazeux en ignition produit par le combustible.
  - *Braise* : c'est la partie solide du combustible en ignition, c'est la phase intermédiaire entre le carbonisat, le charbon de bois (ou d'autres combustibles), et la cendre.
  
- Indirecte / diffuse : ces sources sont des sources secondaires de chaleur, elles n'en produisent pas. Pour s'entretenir, elles doivent être en contact avec une source de chaleur directe. Elles ont accumulé de la chaleur pendant le fonctionnement de la structure et elles la restituent après le fonctionnement ou en dehors de cette structure. La chaleur restituée si elle n'est pas entretenue sera en diminution.
  - *Cendre* : c'est le résidu non combustible laissé par la combustion. Elle ne produit donc plus de chaleur. Dans la cuisson, on utilise la chaleur restante.
  - *Pierres chauffées* : c'est un accumulateur de chaleur qui la restitue par réflexion et réflexion.
  - *Sol chauffé* : le sol peut être chauffé et servir alors de source de chaleur.

Une cuisson directe est donc une cuisson qui utilise une source qui produit sa propre chaleur, et une cuisson indirecte utilise un élément du foyer qui a accumulé la chaleur pendant son fonctionnement.

La source de chaleur va transmettre de l'énergie à l'aliment pour le cuire. En physique, la chaleur se diffuse de trois façons (Isachenko et al. 1973) :

- Par conduction : l'énergie est diffusée dans la matière et lorsque deux matières sont en contact. C'est le résultat de mécanisme microscopique au sein de la matière.

- Par convection : dans un fluide (liquide ou gaz), l'énergie se déplace en mouvement rotatif portée par le fluide. Celui-ci n'est pas homogène et le fluide chaud tendra à monter et inversement le fluide froid à descendre. C'est donc un mouvement macroscopique.
- Par radiation : la combustion émet de nombreux rayonnements dont des rayonnements infrarouges qui transportent beaucoup d'énergie.

Les transferts de chaleur entre la source de chaleur et l'aliment sont un mélange de ces trois types. On pourrait essayer de classer les modes de cuisson en fonction du mode de transfert dominant. Mais, cela reste difficile d'une part pour connaître le mode dominant, mais, d'autre part, surtout parce que ces trois modes sont en interactions permanentes. On pourrait s'attendre à ce qu'une cuisson directe soit théoriquement une cuisson où la conduction joue un rôle important, mais si l'on regarde la cuisson directe par rôti, c'est principalement par rayonnement de la source de chaleur, et par convection de l'air que les échanges se réalisent. De plus, plus il y aura d'intermédiaires entre la source de chaleur et l'aliment, plus les modes de transfert seront nombreux. Cette classification d'après les transferts de chaleurs est donc difficilement applicable aux modes et techniques de cuisson, parce que ces trois modes de transfert sont complémentaires.

Finalement, la position de l'aliment peut varier par rapport à la structure de combustion (Julien 1987; Julien & Valentin 1988-89) :

- à l'intérieur du foyer
- au-dessus du foyer
- au-dessous du foyer
- sur les côtés du foyer
- hors du foyer

Tous ces critères définissent donc la relation existante entre la source de chaleur et l'aliment. Ils sont donc une source de grande variété dans les techniques de cuisson. Une autre conséquence est l'emploi de mobilier de cuisson. Ce mobilier, construit par l'homme est donc un facteur fortement culturel (Lévi-Strauss 1965, 1968). Ces éléments sont de deux types, les

supports et les récipients de cuisson. Les premiers sont les dispositifs permettant de maintenir les aliments par rapport à la source de chaleur, tels des broches, grilles ou trépieds. Les seconds sont les contenants en matière périssable (bois, feuille, écorce...) ou non (céramique, métal), pouvant avoir parfois des durées de vie très brèves (par exemple des feuilles enrobant un aliment). De plus, le support et le récipient sont généralement liés au mode de cuisson en raison des contraintes techniques et ne sont pas interchangeables.

Ainsi le mode de cuisson et la relation qui existe entre l'aliment et sa source de chaleur définissent au mieux la nature d'une technique de cuisson. C'est à travers ces deux premiers critères et leurs identifications dans les contextes archéologiques que nous pouvons mettre en place les bases d'une technologie culinaire en archéologie.

### **I.3.2.5. Interaction du système culinaire et contraintes influençant la technique**

Tout comme on ne peut limiter les techniques de cuisson au concept de chaîne opératoire, on peut les élargir à celui du système technique. Pour Mauss « l'ensemble des techniques forme des industries et des métiers. L'ensemble : techniques, industries et métiers, forme le système technique d'une société, essentiel à cette société » (Mauss 1967). Il permet de mettre l'accent sur l'interdépendance et l'interaction des éléments qui le constituent et peut être mis en parallèle avec d'autres systèmes, économiques, social, politique, symbolique (Lemonnier 1983).

Chaque technique de cuisson s'inscrit donc dans le système technique de la société étudié et plus précisément dans un système technique culinaire complexe qui inclut les différentes chaînes opératoires de préparations des aliments pour un groupe donné et leurs interactions.

Cependant, les interactions ne se déroulent pas uniquement au niveau des techniques ou dans le système en lui-même. Les techniques sont également assujetties au contexte environnemental et au contexte socioculturel. Ainsi le choix et la réalisation d'une technique de cuisson sont contraints par différents éléments extérieurs à la technique en elle-même (Figure 7).

On peut citer par exemple la nature du ou des aliments. Sa composition chimique nécessite souvent un traitement thermique particulier qui influencera le choix du mode de

cuisson. Cet aliment porte également une valeur symbolique qui va déterminer la nature de la cuisson. Ainsi les Ona cuisent la viande de guanaco sur un bâton incliné au-dessus du feu alors qu'ils cuisent les poissons et les rongeurs dans la cendre chaude (Lowie 1936).

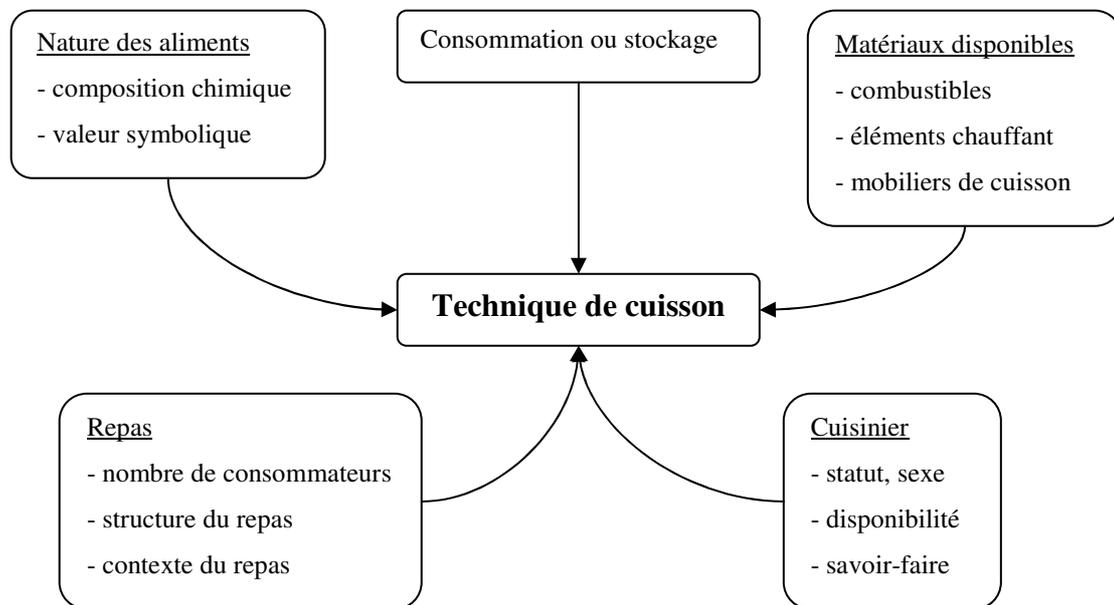


Figure 7 – éléments externes conditionnant la technique de cuisson (d'après Wandsnider 1997)

Le sexe et le statut de l'individu cuisinier vont également être un facteur important. Ainsi, dans de nombreuses sociétés, il y a une nette distinction entre la cuisson faite par la femme qui est une cuisson domestique souvent bouillie et la cuisson faite par l'homme qui est occasionnelle, en contexte cérémoniel ou de festivité avec une prédilection pour les modes rôti, grillé ou à l'étouffée. Nous avons déjà évoqué que l'individu possède des connaissances et des savoir-faire. De plus, lors de la conception de son projet, il doit trouver un équilibre entre trois variables : la rentabilité (nutritionnelle, énergétique) de la cuisson, le goût (le sien et celui des convives) et les normes culturelles (interdits alimentaires...).

La technique dépendra énormément des matériaux dont le groupe dispose, dans son environnement (combustibles, éléments chauffants...) et dans ses productions (meuble de cuisson). Il nous faut encore y ajouter la nature du repas (domestique ou non, nombre d'individus...), son déroulement et les circonstances (saisonnalité, festivité...).

## I.4. Conclusion

---

Contrairement à l'observation ethnographique, l'archéologue, lui n'a accès qu'aux déchets des activités culinaires. La vision qui nous est offerte est donc très éloignée d'une observation directe des pratiques alimentaires des groupes étudiés. La description des pratiques culinaires d'une société/groupe passée semble être une tâche très difficile et de plus, il est impossible de connaître la valeur symbolique qui y était attachée. Cependant, reconstruire au mieux les pratiques culinaires, les replacer dans le système dont elles proviennent et comparer ces données pour différents groupes nous permet de nous approcher de leur signification cognitive et sociale.

Ainsi même si l'archéologue ne peut prétendre à une vision globalisante du rôle de la cuisine dans une société donnée, son regard peut et doit se focaliser sur certains points qui mettent en relation la cuisine et la société qui la réalise. La cuisine peut définir sous trois points de vues : une technique, un lieu et un individu. A l'échelle de l'habitat, le premier point au delà de l'identification des techniques réalisées est de mettre en évidence la relation qui existe entre une technique et le ou les aliments cuisinés. De ces associations techniques aliments, nous pouvons mettre en évidence les oppositions structurales liées aux modalités de cuisson même si leur nature est inconnue. Même s'il est impossible de connaître la main qui a cuisiné et par extension son statut social, la spatialisation des données de technologie culinaire peut nous donner certaines informations. Où se déroule cette activité, dans l'habitat ou en dehors, comme les nombreux foyers trouvés en contexte funéraires pour les périodes pré et protohistoriques, et par la relation avec les autres vestiges retrouvés qui a accès à cette zone. Certaines techniques se déroulent elles dans une zone précise ou au contraire sont elles réparties de manière homogène ? A l'échelle régionale, ces pratiques correspondent elle à une réalité géographique mettant en avant les pratiques de certains groupes humains. Et bien sûr comment ces pratiques évoluent dans le temps.

Ces différents aspects que nous venons de présenter montrent bien l'intérêt mais également la difficulté à développer une archéologie des pratiques culinaires. De plus, il est évident qu'elle ne doit pas se limiter à la seule cuisson mais également à toute la phase de préparation, tant les processus techniques mis en jeu dans la chaîne opératoire sont interdépendant les uns des autres. Ainsi, il faut chercher à mettre en évidence le système

culinaire des sociétés passées. L'analyse des vestiges archéologiques est donc indispensable. Mais, sans les outils méthodologiques qui nous aideront à les interpréter, notre lecture continuera à être très limitée et nos connaissances resteront encore théoriques. Pour développer de tels outils, il nous semble que l'approche expérimentale soit la plus appropriée.

**Chapitre II :**  
**Etude expérimentale des techniques de**  
**cuisson à roches chauffantes**

## II.1. Introduction

---

Dans l'état actuel de la recherche sur les technologies de cuisson, une étude exhaustive n'est pas envisageable. Il semble évident que réaliser une étude sur un ensemble restreint de techniques, permet un développement méthodologique plus efficace pour l'analyse et l'identification des procédés culinaires. Notre travail s'est donc focalisé sur les techniques de cuisson employant des roches comme source de chaleur indirecte et principalement sur les modes de cuisson bouilli et grillé.

Notre postulat de départ était que les roches chauffées sont porteuses d'informations concernant leur propre utilisation dans les techniques de cuisson. Nos connaissances reposent principalement sur de simples analogies ethnographiques et sur le sens commun en raison de la quasi inexistence de critères permettant une lecture systématique de ces vestiges. Notre équipe développant une approche d'archéologie expérimentale des activités liées au feu depuis nombres d'années, suivre cette démarche nous a semblé un moyen efficace pour résoudre des les questions relatives à ce sujet.

Cette démarche expérimentale a été construite selon une double optique complémentaire :

- Une mise en évidence des processus thermiques et plus globalement physico-chimique se déroulant lors de la cuisson.
- Une mise en évidence de critères permettant d'identifier l'utilisation d'une technique de cuisson à partir de l'analyse des vestiges archéologique.

Notre démarche servira à l'établissement des outils méthodologiques pour l'analyse des techniques de cuisson en contexte archéologique suivant un schéma hypothético-déductif (March & Wunsch 2003).

Cependant, il semblerait abusif de considérer que la démarche expérimentale n'est utilisée que pour pallier notre méconnaissance de techniques de cuisson avec des pierres chauffantes. En effet, elle est indispensable à notre démarche analytique en fournissant des référentiels de comparaison aux matériaux archéologiques.

De plus, la démarche expérimentale a ses limites, si elle n'est pas nourrie d'un minimum de connaissances préalables des techniques étudiées. Il est donc important de dresser un état des connaissances actuelles concernant à la fois les roches chauffées en contexte archéologique et l'utilisation de ces roches comme éléments de cuisson dans les groupes actuels et sub-actuels.

### **II.1.1. Roches chauffées en contexte archéologique**

Les roches chauffées sont des vestiges des plus fréquents dans les sites archéologiques. Cependant, l'intérêt qui leur est porté est généralement assez faible et se focalise plutôt sur le foyer. Cependant, aujourd'hui nous savons, que la nature et la morphologie de ces roches témoignent du choix et de la sélection initiale, que leurs thermoaltérations apportent des informations sur le fonctionnement des structures de combustion en place ou non, que leurs remontages apportent une vision dynamique de l'utilisation des structures et met en évidence des relations spatiales intrasites, et finalement, que leur analyse spatiale reflète des stratégies d'organisation (Batchelor 1979; Julien 1972, 1973, 1984; Leesch 1997; March 1995a, 1996; March et al. 2006a; March et al. 2006b; March & Soler Mayor 1999; March et al. 2003b; Olive & Taborin 1989; Valentin 1989).

La nature des dépôts de roches chauffées va être conditionnée par trois phases clefs (Figure 8). Tout d'abord, la phase de sélection qui correspond donc à l'instant du choix, fonction des différents projets techniques. Plusieurs facteurs vont influencer ce choix. Le contexte environnemental (couverture végétale, proximité d'affleurements ou de cours d'eau...) est très important parce qu'il conditionne la disponibilité de roches et donc la difficulté de l'approvisionnement. La nature des matières premières et notamment leurs caractéristiques thermomécaniques peuvent également influencer les choix réalisés tout comme la morphologie des blocs. Bien sûr, ces choix seront contraints par l'utilisateur selon des normes socioculturelles indépendantes des contraintes techniques propres.

En dehors de la modification des propriétés mécaniques de certains types de roches ou de leur apparence pour la réalisation de productions techniques diverses (chauffage du silex pour la taille...), il existe deux types d'utilisation de ces pierres. La première est en tant qu'élément structurant d'un foyer. Elles peuvent faire partie d'un pavement ou de bordures, mais également servir de support de cuisson. On peut nommer, dans ce dernier cas, certaines roches de champs, support de grilles, broches ou de récipients (Bosinski 1981; Pautreau et al.

2003; Perlès 1977) ou des ensembles de trois roches au fond de la structure servant au maintien de marmites (Ramseyer 2003).

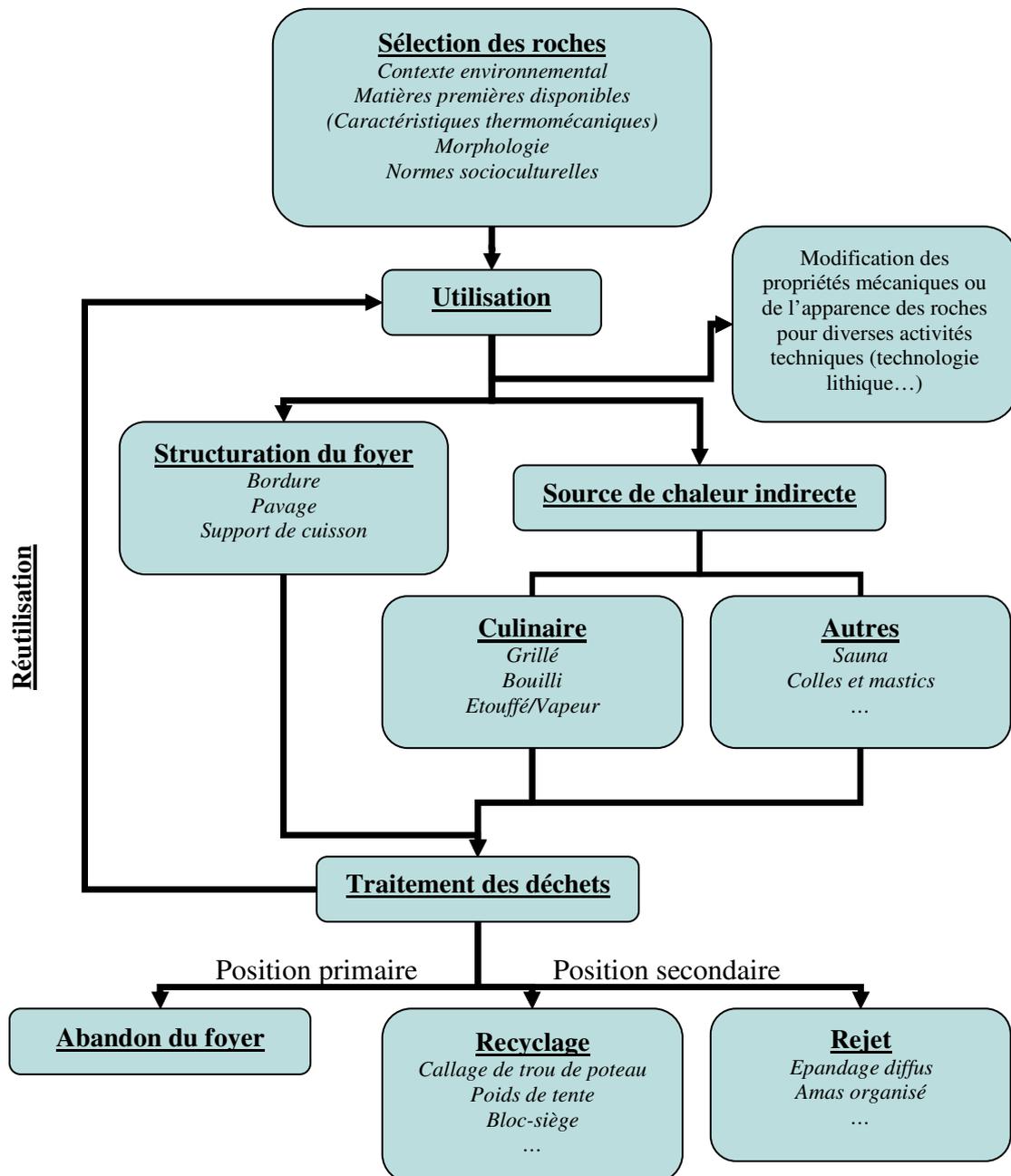


Figure 8 – Vie utile des roches chauffées

L'autre utilisation de ces roches chauffées est celle d'éléments chauffants en tant que source de chaleur indirecte. Elles peuvent ainsi servir lors de cuisson bouillie, grillée, à l'étouffée et à la vapeur (voir *infra*). Elles peuvent également servir à d'autres applications techniques comme lors de sauna, à ramollir des colles et des mastics...

La dernière phase correspond au traitement des déchets formés lors de le chauffage et de l'utilisation des roches. Une partie des roches chauffées peut de nouveau intervenir dans un cycle d'utilisation parce que leurs thermoaltérations ne sont suffisantes pour être écartées. Les roches peuvent être abandonnées en place avec le foyer, réutilisées dans d'autres type de structure ou d'autres fonctions qui ne nécessite pas leur chauffe (calage de trou de poteau...), ou bien elles sont rejetées dans un espace organisé ou non.

Chaque roche chauffée présente donc une histoire propre répondant à différents impératifs techniques, sociaux ou culturels. La fonction n'est donc qu'une facette de la vie utile de ces roches. Néanmoins, elle représente un aspect primordial parce qu'elle est la raison de l'acquisition et de l'utilisation des roches et conditionne en partie le traitement de ses déchets.

Analyser la fonction culinaire des roches chauffées, c'est prendre également en compte cette histoire complexe que les vestiges archéologiques offrent. L'identification de ces fonctions également une connaissance des différentes techniques de cuisson pouvant employer des roches chauffantes. L'observation des sociétés actuelles et subactuelles est la plus grande source d'informations sur cette diversité d'utilisation.

### **II.1.2.Utilisation des roches comme éléments chauffants dans les sociétés actuelles et sub-actuelles**

Il nous faut en préambule préciser que l'utilisation de ces roches chauffantes est de plus en plus rare ou a totalement disparu dans la majorité des sociétés. Nos connaissances sont donc établies pour beaucoup sur des récits ethnographiques anciens sous la forme de simples allusions à l'utilisation de ces techniques.

#### **II.1.2.1. Griller avec des pierres chauffantes**

Alors que le repas ou l'alimentation en général sont souvent abordés dans les récits ethnographiques, la question de la cuisson et son déroulement l'est beaucoup moins. Ainsi, alors que la technique de cuisson « griller avec des pierres chauffantes » est largement connue et répandue à travers le monde, les descriptions sont beaucoup plus rares. Généralement, une pierre plate d'un foyer est utilisée pour ce type de cuisson. Cette technique est largement utilisée en Amérique du Nord pour la cuisson de la viande, notamment dans les groupes n'utilisant pas de récipients en céramique (Driver & Massey 1957). Ainsi, le nom des

« Assiniboines », groupe amérindien dérivé des Sioux vivant au Canada, signifie « cuiseurs de pierres » (Lieberherr 2006). Les Iroquois utilisent cette technique en cuisant sur une large pierre plate (Waugh 1916). Chez les Nunamiuts, elle est employée lors de la cuisson des côtes du renne dans les habitations de courte durée, types haltes de chasses (Binford 1978). En Californie, ces pierres servent à la cuisson de pains fabriqués à partir de farine de gland (Figure 9) (Driver & Massey 1957; Mullen 2003).



Figure 9 – Cuisson de pain de glands sur des roches chauffées par Essie Parrish (*Kashaya Pomo*), 1960 (Mullen 2003)

Au Mexique et au Guatemala, les tortillas de maïs étaient cuites en étendant la pâte de farine sur des pierres chauffées (Boccaro 1995; Burgos 1983; Lieberherr 2006). Cette technique est également connue en Polynésie, comme l'atteste ce récit de James Cook de 1777 à Tahiti :

*« Nourriture préparée pour le dieu Oro. Le chien fut apporté et tué, ses poils enlevés en le tenant au dessus du feu, ses entrailles sorties furent jetées dans le feu où elles se consumèrent ; le cœur, le foie, les reins etc furent posés sur des pierres chaudes pendant quelques minutes ; le sang, recueilli dans une noix de coco, fut badigeonné sur le chien, tenu au-dessus du feu pendant quelques minutes »* (Cook 1967, I, 201-202 cité in Orliac 2003).

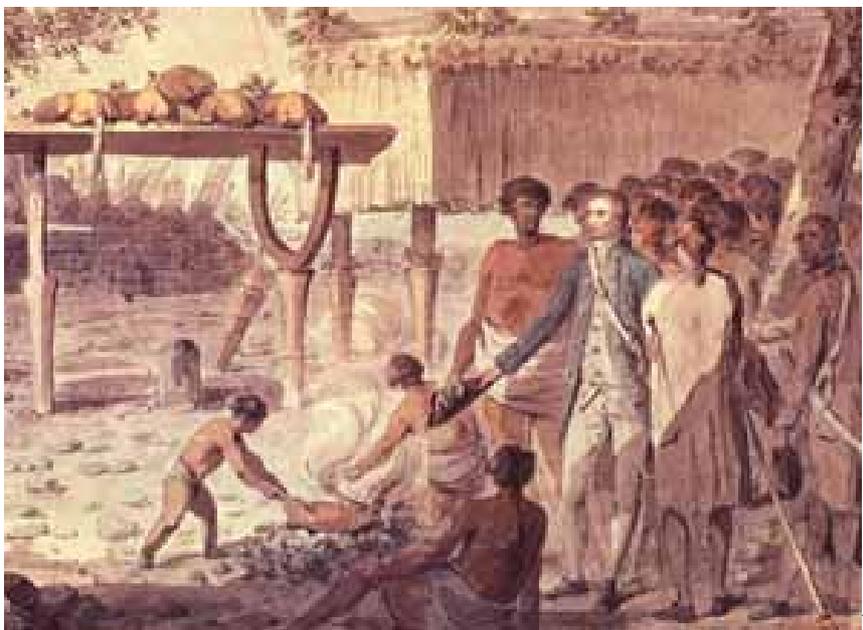
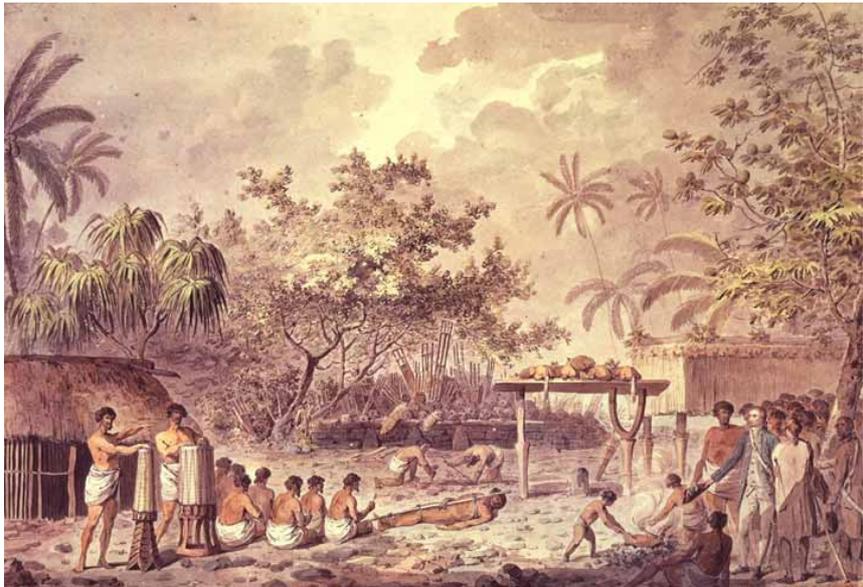


Figure 10 – a, “A Human Sacrifice At Otaheiti” (John Webber, Oct.1777, © The British Library Board). Peinture d’un sacrifice humain observé par Cook et ses officiers. En bas à droite, on peut observer l’offrande au dieu Oro (b, agrandissement).

Il est néanmoins évident que tous ces témoignages ne comportent pas d’informations proprement dites sur le déroulement de la cuisson et sur la manière dont ces roches étaient chauffées. Il est donc impossible de tirer des informations sur la nature des assemblages archéologiques résultant de cette technique de cuisson. Cette technique est également utilisée de manière plus exclusive dans certaines conditions. Les indiens Kalispel, vivant au nord des Montagnes Rocheuses, utilisent cette technique afin de réaliser un pré-séchage de la viande. Cette structure d’environ un mètre de diamètre, est généralement réalisée à l’extérieur de l’habitat. Cependant, une version réduite peut être faite à l’intérieur lors de temps pluvieux ou

pendant l'hiver. Ainsi, une roche de surface importante est chauffée sur place et lorsque le feu s'éteint, elle est couverte de branchages encore verts. On y dépose alors la viande que l'on recouvre de branches vertes maintenues par quelques pierres froides. La cuisson dure une trentaine de minutes (Thoms 2005, *sous-presse-a*). Les indiens de la côte nord-ouest du Pacifique cuisent des filets de poissons en les grillant sur des roches chauffées dans de larges structures rectangulaires (Figure 11). Ce type de structure est creusé dans le sol de la maison et rempli de petit bois et de bûches fendues. Des pierres lisses et plates sont déposées au dessus et le feu est allumé [a]. Lorsque le feu s'éteint, les brandons restants sont déplacés avec des pinces en bois. Les roches sont nivelées et les cendres restantes sont brossées [b]. Les filets de poissons sont ensuite placés sur les roches chauffées et laissés à cuire [c] (Stewart 1977). Avec la description de l'utilisation de ces structures, il est assez facile de concevoir les assemblages archéologiques résultants. Nous serions donc en présence de structures creusées rectangulaires dont les parois et le fond seraient oxydés. Elles seraient remplies de roches reposant sur un lit de charbons et/ou cendres. Ces roches présenteraient des thermoaltérations globales ou partielles de la face inférieure. A l'inverse, des taches noires seraient présentes sur la surface supérieure de nombreuses roches.

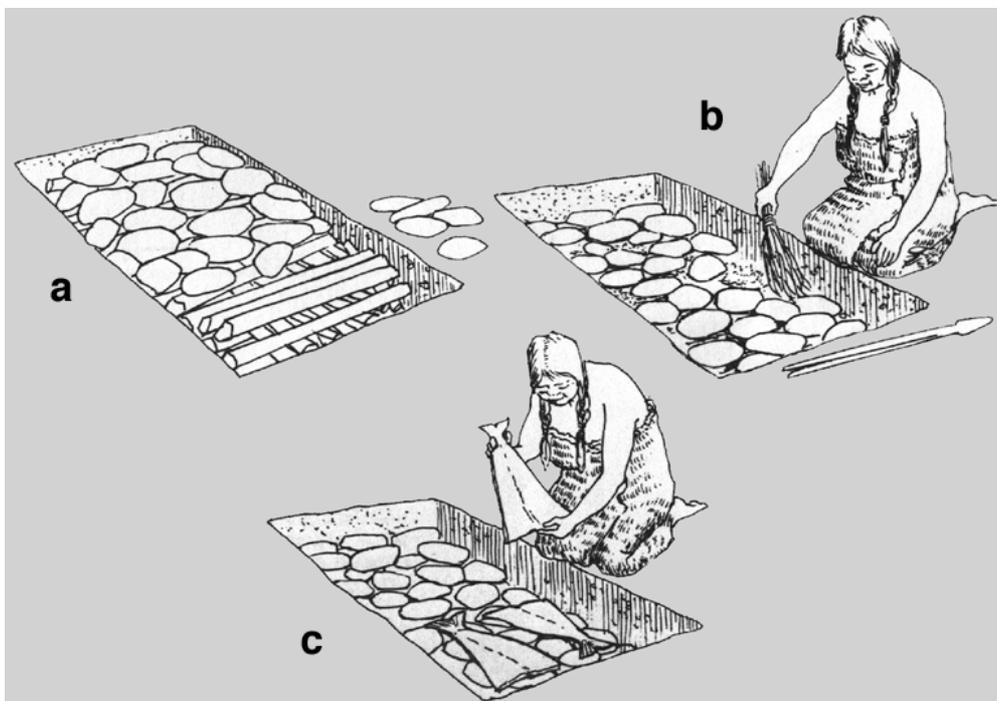


Figure 11 – Four à pierre des indiens de la côte nord-ouest de l'Amérique du Nord (d'après Stewart 1977)

### II.1.2.2. Bouillir avec des pierres chauffantes

Les témoignages de l'utilisation de la technique de cuisson de bouilli par pierre chauffante sont bien plus fréquents. Le principe de cette technique est relativement simple. On chauffe des pierres sur un foyer jusqu'à la température voulue. Ces pierres, ensuite, sont plongées dans un récipient généralement en bois, vannerie ou écorce. On renouvelle régulièrement les pierres pour atteindre l'ébullition et la prolonger le temps nécessaire à la cuisson. En général, on utilise des pinces à feu, faites de deux battons de bois pour sortir ces pierres du feu. C'est également chez les indiens du nord de l'Amérique que l'on y fait le plus référence. En réalité, les différents groupes natifs utilisent deux types de techniques pour l'ébullition des aliments : la cuisson par chauffage du récipient au dessus du feu et la cuisson par l'ajout de roches chauffées, appelé dans la littérature anglo-saxonne *stone boiling* ou *box cooking*. La première méthode est réalisée principalement dans des récipients en céramique ou en pierre mais également dans différents matériaux périssables (vanneries, peau, panse...). Elle est principalement utilisée dans la zone arctique, dans l'est et au sud dans la zone mésoaméricaines et circum-caribéenne. Cette technique est liée aux populations plutôt sédentaires en raison de la fragilité des récipients céramiques qui peuvent se briser lors du déplacement du groupe. La seconde est attestée principalement dans le nord-ouest, de la façade pacifique du Canada à la Colombie-Britannique mais elle est présente jusqu'en Californie. Les territoires intermédiaires (plaines et Grand Bassin) utilisent conjointement les deux techniques (Figure 12) (Driver & Massey 1957; Wissler 1914). La technique de bouilli par pierres chauffantes présente de nombreuses variations. Les récipients utilisés présentent une véritable diversité dans leur nature et leur forme. Les récipients les plus fréquents sont faits en vannerie ou en écorce, cependant la peau, le thorax ou la panse de l'animal chassé peuvent être utilisés. Des différences peuvent exister concernant l'utilisation de couvercles ou encore l'utilisation conjointe de deux récipients, le premier avec une immersion très rapide pour nettoyer la roche et le deuxième pour la cuisson.

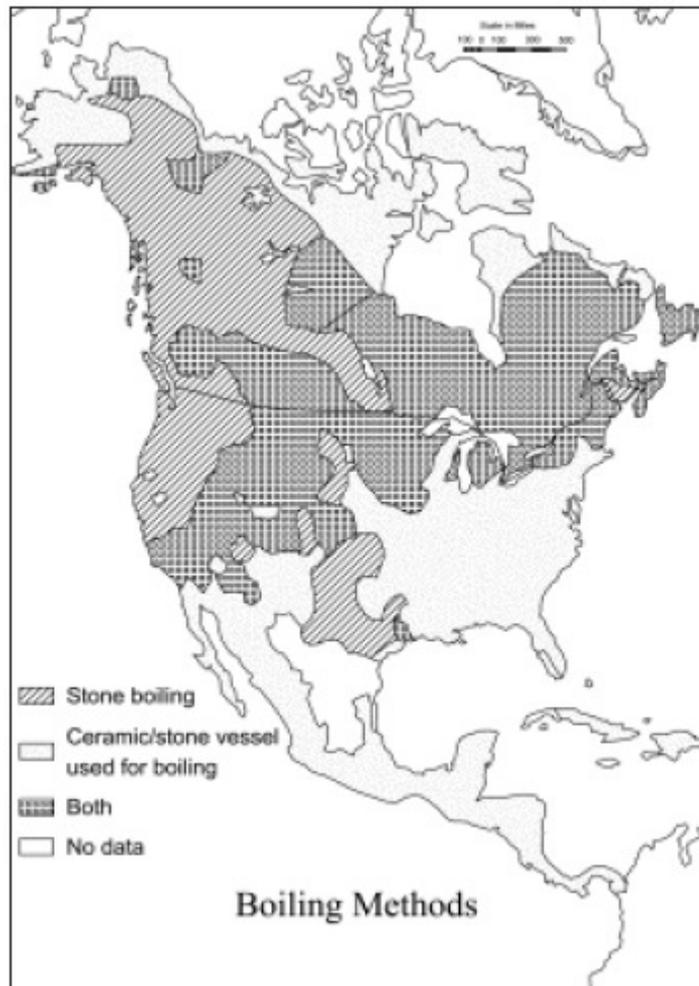


Figure 12 – Carte de répartition des techniques de cuisson par ébullition (Driver & Massey 1957; redessiné par Thoms 2005, *sous-presse-a*)

Ainsi, les indiens de Californie utilisaient notamment cette technique pour la consommation de glands. Ces derniers, une fois réduits en farine, sont soumis à un premier lessivage à l'eau chaude afin de réduire les quantités d'acides tannique qui rend impropre leur consommation. On dépose la farine dans une fosse creusée dans un sédiment sableux au bord rehaussé sur une épaisseur de cinq centimètres (parfois un récipient en vannerie est utilisé). L'ensemble est recouvert par des branches de cèdre. On verse ensuite l'eau bouillante, chauffé à l'aide de roches, qui filtre à travers la farine et dissout l'acide tannique qu'elle contenait (Figure 13). La farine une fois préparée est prête pour la cuisson. La farine est placée dans une corbeille imperméable. De l'eau est versée à l'intérieur et est portée à ébullition par l'ajout de roches chauffées pour l'obtention d'une soupe claire ou d'une bouillie épaisse (Figure 14 et Figure 15) (Driver & Massey 1957; Maurizio 1932; Mullen 2003). Il faut également signaler la présence fréquente dans des gisements archéologiques californiens de boules en argiles

cuites, *clay balls*, qui semblent avoir eu la même fonction que les roches dans des zones où aucunes roches appropriées n'étaient disponibles (Dittmann 1990; Nordenskiöld 1929).



Figure 13 – Lessivage de la farine de glands par Essie Parish (*Kashaya Pomo*), 1961 (Mullen 2003)



Figure 14 – Cuisson par bouilli par pierres chauffantes, *stone boiling*, de la farine de glands réalisée par Essie Parish (*Kashaya Pomo*), 1960 (Mullen 2003)



Figure 15 – Instruments de cuisson *Pomo* pour bouillir avec des pierres chauffantes (Mullen 2003)

Cette technique est également employée chez les indiens Kalispel. Elle est utilisée pour la cuisson d'une gamme variée de nourriture (mammifères, oiseaux, reptiles, poissons, œufs, racines, baies et tisanes). Deux types de récipients peuvent être utilisés, des récipients en vannerie ou en bois et des fosses. Ces dernières sont en forme de seau avec des parois presque verticales. Les dimensions de ces fosses sont d'environ 0,3m de diamètres et 0,1-0,3m de profondeur. Cette fosse est tapissée par de l'écorce d'un arbre à feuilles persistantes, parfois par une panse de cerf et rarement par de la peau non tannée. Cette fosse est remplie d'eau à moitié, puis la nourriture coupée en petits morceaux est ajoutée. Quatre à cinq roches de n'importe quelle nature sont chauffées dans un foyer à plat ou en cuvette et sont placées dans l'eau avec des pinces en bois. Lorsque les roches ont refroidi, elles sont remplacées par des chaudes. Le temps de cuisson de la plupart des aliments est compris entre quinze et trente minutes (Thoms 2005, *sous-presse-a*).

Cette technique est également employée par les Iroquois. Des Jésuites témoignent de leur utilisation notamment avant qu'ils n'obtiennent de la vaisselle en provenance de France. Ainsi, comme pour les indiens Kalispel, les cuissons sont réalisées dans des récipients faits d'écorce ou dans des fosses. Des galets de silex sont chauffés à rouge, puis un par un, sont plongés dans l'eau froide contenant déjà la nourriture. Cette technique apparaît aux Jésuites comme une technique rapide et simple bien que la nourriture ne soit que partiellement cuite (Thwaites 1898a, 1898b; Waugh 1916).

Pour les indiens de la côte nord-ouest, la cuisson est une activité exclusivement féminine. Le bouilli par pierres chauffantes est principalement réalisé dans des boîtes en bois, *box cooking*, mais des paniers étanches peuvent être également utilisés (Figure 16). Ces récipients sont placés à côté du foyer. Les roches sont saisies par des pinces en bois et sont plongées dans un premier petit récipient pour rincer les cendres, ensuite elles sont placées dans le récipient de cuisson. Lorsque l'eau bout la nourriture y est déposée et la boîte est

couverte avec une natte. La cuisson est prolongée par le remplacement des roches refroidies par de nouvelles chaudes. La nourriture est servie à la louche ou prélevée à la passoire. Cette technique est utilisée pour cuisiner des poissons, mais on peut y ajouter d'autres aliments afin de réaliser un ragoût (Stewart 1977). Le foyer utilisé n'est pas un foyer monofonctionnel. C'est un petit foyer à plat non structuré par des roches servant à la fois à chauffer les roches du *box cooking* et à rôtir des morceaux de poissons installés sur le côté de la structure. Les roches employées sont de petits modules facilement maniables avec des pinces en bois et ne sont pas en nombre important.

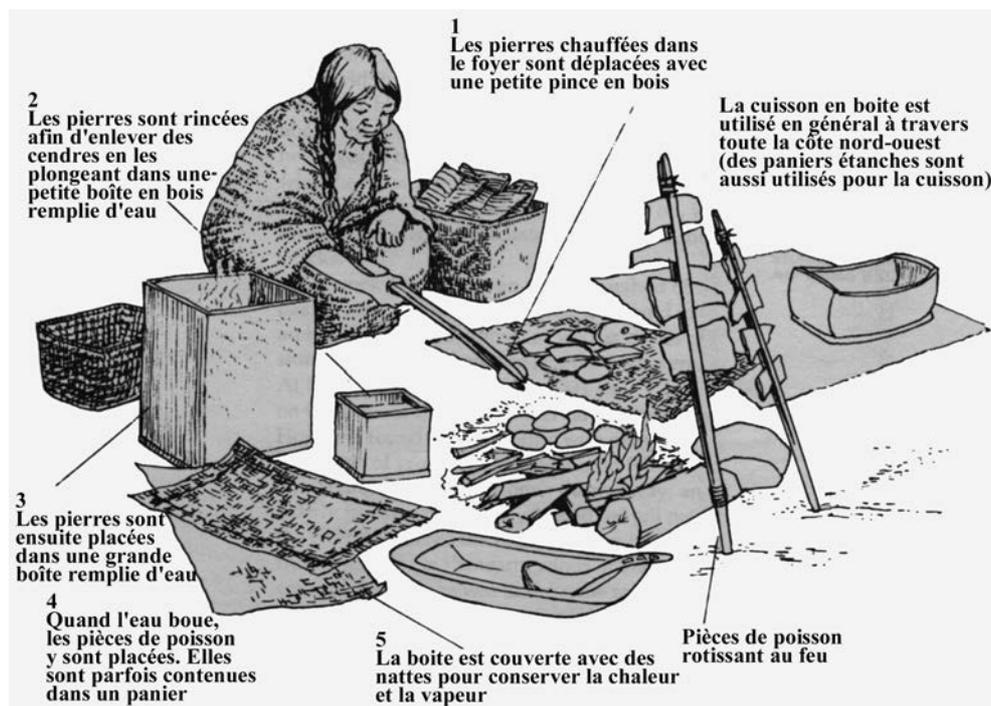


Figure 16 – Cuisson bouillie du poisson par des pierres chauffées (d'après Stewart 1977)

Dans cette région, cette technique a également servi à plus large échelle lors des rassemblements familiaux. Elle est utilisée lors de l'extraction d'huile d'eulakane, *Thaleichthys pacificus*. Ces poissons sont pêchés en grande quantité au printemps pour leur huile. Ils sont d'abord laissés dans une fosse de 10 jours à trois semaines pour être décomposés. Ensuite on utilise un grand récipient en bois ou un petit canoë, pour extraire cette huile. Il est rempli d'eau que l'on fait bouillir avec des pierres chauffées, ensuite on ajoute le poisson pourri et on continue de chauffer l'eau pendant plusieurs heures. Les pierres refroidies sont enlevées, et avant de les remettre au feu, elles sont rincées afin de pouvoir récupérer l'huile qui se serait déposée dessus. Après plusieurs heures de cuisson le mélange est laissé à décanter. L'huile purifiée flottant à la surface de l'eau est stockée à l'aide d'une louche dans des petites boîtes à couvercle (Figure 17). Les restes de poissons en bouillie sont pressés dans des paniers pliables

en épicea pour en récupérer l'huile. Finalement une dernière chauffe permet de récupérer les dernières traces de graisse (Stewart 1977).

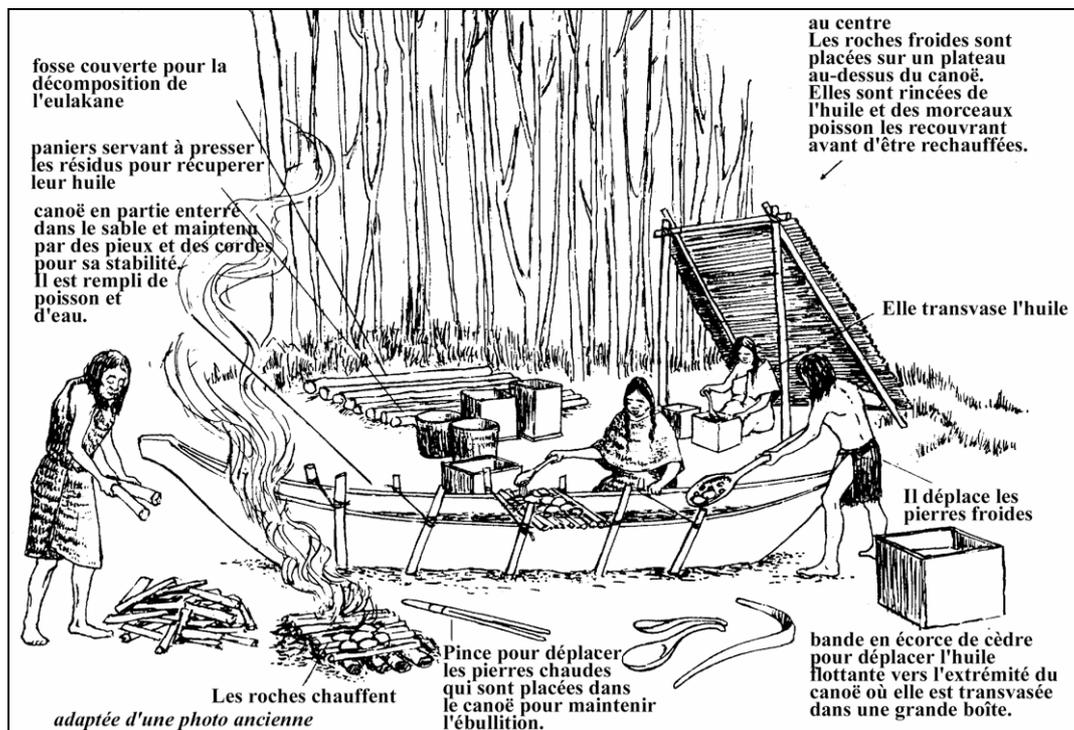


Figure 17 – Extraction de l'huile d'eulakane par des indiens de la côte nord ouest (d'après Stewart 1977)

Les Nunamiuts n'utilisent plus la technique du bouilli par pierres chauffantes, lui préférant l'utilisation de chaudrons métalliques. Cependant, Binford a pu observer l'utilisation de cette technique lors du processus de préparation de la moelle osseuse et en présente une description ethnoarchéologique (Binford 1978). Il n'a pu observé cette technique qu'une fois et a pu constater le niveau d'activité nécessaire afin de traiter de grandes quantités d'os en comparaison à l'utilisation actuelle des chaudrons métalliques. Ainsi, cette technique nécessite le ramassage de nombreuses roches, la collecte plus importante de combustible pour réchauffer les roches, une attention permanente sur le récipient et met en jeu la chaîne opératoire supplémentaire de l'utilisation des roches (les placer dans le récipient, les enlever, les placer sur une pile à côté du feu pour qu'elles sèchent, examiner leurs fracturations, les replacer dans le foyer et les replonger dans l'eau) tout en ajoutant de la neige dans le récipient, observant et récoltant la graisse formée. Pour le traitement de cinq gallons (environ 19 L) d'os concassés, 32 roches d'environ 1,81livres (environ 0,8 kg) ont été utilisées pour un total de 60,9 livres (environ 27,6 kg) provenant du lit d'un cours d'eau proche. Trois chargements de bois d'un bosquet de saules ont été nécessaires. La cuisson a duré 1h51 minutes avec deux femmes engagées presque continuellement dans son déroulement. Le

résultat de la cuisson fût un petit pain de moelle de 7oz (environ 200g). De plus, après la cuisson, les déchets ont un agencement spatial particulier. Il y a une pile importante d'os pulvérisés dont l'apparence est presque semblable à de la farine d'os. Cette zone de déchets est placée d'un côté du foyer qui contient une grande quantité de cendres. Les nombreuses roches chauffées sont disposées au moins en deux tas. Le premier est composé des roches fracturées ou fissurées qui ont été séparées lors de la cuisson. Le second contient les roches non fracturées et est placé à proximité du foyer pour pouvoir les sécher. Une observation a été réalisée sur une ancienne zone de traitement de moelle osseuse. Il a été dénombré un total de 983 roches ou fragments de roches placées autour du foyer et dont la masse totale est de 1533,5 livres (environ 695kg). Cet agencement spatial des vestiges se retrouve dans le plan de la maison *Palangana* (Binford 1983). Cependant, des différences existent, deux foyers coexistent et la division en deux tas des roches chauffées est moins claire.

Cette technique est largement attestée de par le monde. En Amérique du Sud, elle est utilisée par différentes populations natives du Brésil pour la cuisson de certains fruits dans des fosses tapissées de feuilles (Leroi-Gourhan 1973a; Lowie 1941). C'est également le cas en Australie, la cuisson est réalisée dans des fosses pour cuire des poissons, des tortues ou de petits alligators (Mathews 1896). On la retrouve également dans tout le vieux monde. Elle a été récemment illustré au cinéma dans le film d'Ang Lee, *Tigre et Dragon*, où un des héros utilise des roches chauffées pour chauffer l'eau d'un bain (Figure 18). Dans l'Ahaggar algérien, cette technique s'appelle *Aref* et les roches utilisées *Adar* ou *rdaf*. Procédé encore couramment employé en 1968 par les touaregs Kel Ahaggar pour réchauffer le lait dans les campements qui ne possèdent pas de récipients pour réchauffer les liquides, à l'exception de la bouilloire. Le lait est réchauffé individuellement. On place dans le foyer quelques pierres lisses qu'on récupère une fois chaudes à l'aide de deux baguettes en bois. Une fois que les cendres et les charbons transportés par les roches ont décanté, le lait est consommé. Elle était également employée pour chauffer de l'eau, de la bouillie de farine ou de mil, du beurre fondu ainsi que des aliments cuits dans l'eau (viandes, dattes, riz) en prolongeant la cuisson en remplaçant les roches une fois froides (Gast 1968). En Afrique, cette technique est utilisée pour la fabrication de bières (Maurizio 1932). Elle était encore récemment utilisée en Europe. Ainsi, les bergers de montagne, qui souvent n'avaient que des instruments en bois, faisaient cuire le lait avec des pierres chauffées hors de leur cabane. Les bergers irlandais notamment utilisaient des concavités naturelles dans certaines roches pour servir de récipients (Lieberherr 2006; O'Kelly 1954). On a également recommandé ce type de cuisson pour la soupe de lait en

Allemagne. En effet, ce procédé évite au lait de brûler (Maurizio 1932). Cette technique était encore utilisée au début du siècle précédent dans les *steinbierbrauen* ou brasseries à pierres en Allemagne et en Autriche. En effet, dans ce cas cette technique était employée à large échelle dans un optique productive pour la fabrication de la bière. Dans ces brasseries des roches chauffées étaient utilisées pour la cuisson par ébullition du moût (Dittmann 1990; Maurizio 1932). Cette technique a également des survivances dans d'autres procédés techniques nécessitant l'ébullition de l'eau. Dans la tradition juive en Pologne, lors de la semaine de Pâques on doit utiliser une vaisselle rituellement pure. Pour des raisons économiques, on était parfois amené à utiliser des ustensiles que l'on utilise quotidiennement. Ainsi une des étapes de leur purification consiste à faire bouillir ces ustensiles avec des roches chauffées. Cette technique était également utilisée pour le lavage du linge à la lessive aux cendres en Pologne et en Russie. Dans le bac, on dépose le linge puis on le recouvre d'une pièce de tissu assez résistante. On y dépose une certaine quantité de cendre de bois. On remplit le bac d'eau tiède. On plonge ensuite des roches chauffées qui portent l'eau à ébullition et permettent de dissoudre la lessive. Après quelques heures, on enlève la pièce de tissu contenant les roches, les restes de cendre et les résidus insolubles. Le linge propre est ensuite récupéré et le bac est vidé (Maurizio 1932).



Figure 18 – Chauffage d'un bain par des pierres chauffantes (image provenant de *Tigre et dragon (Crouching Tiger, Hidden Dragon)* d'Ang Lee, 2000).

Ces différents exemples illustrent au combien cette technique de cuisson est largement répandue de par le monde et qu'elle était encore récemment usitée de manière sporadique dans nos contrées. Il faut distinguer deux types d'utilisation culinaire de cette technique. La première est l'utilisation domestique quotidienne. Le foyer utilisé est généralement un foyer

assez simple à plat ou en cuvette et peut être utilisé pour d'autres processus culinaires. Un nombre réduit de roches est chauffé (au plus quelques dizaines) mais, selon les groupes, leur nature peut justifier une sélection. De même ces roches peuvent être remplacées par des boules d'argiles cuites. À côté de ce foyer est placé le récipient de cuisson qui peut être de nature très diverse. Cela peut être un contenant inamovible, fosse imperméabilisée par de l'écorce, des feuilles, de la peau... Ou encore une large gamme de récipients en matériaux périssables peut être utilisée, écorce, vaisselle en bois, vannerie, peau, panse... En général, dans les zones où les groupes utilisent des récipients en céramique, pierre ou métal, on n'utilise pas cette technique. Cependant, elle est employée en technique de secours si ces récipients sont absents des campements (notamment lors de haltes). De plus, on considère que lorsque certaines céramiques étaient trop fragiles pour être chauffées directement au dessus du feu on pouvait utiliser des roches chauffées. Lors de cette utilisation domestique, on réalise la cuisson de soupes, de ragoûts ou encore on y chauffe du lait. Cette technique présente l'avantage de ne pas brûler l'aliment qui est cuit, au contraire d'une cuisson au dessus du feu. Cette relation, foyer récipient auquel il faut ajouter une zone de travail pour la préparation des aliments doit répondre au schéma spatial évoqué par Binford (1983) où l'acteur se place de manière perpendiculaire au foyer. Cependant, dans les illustrations de cette technique, il est très difficile de savoir si l'organisation spatiale répond à ce schéma. Finalement, la gestion des roches brûlées n'a pas été évoquée dans ce cadre par les différentes sources. Ainsi, même si le foyer ne chauffe que peu de roches à la fois, l'entretien de la cuisson ainsi que l'accumulation des différents épisodes culinaires doit entraîner un certain nombre de déchets de roches chauffées. De plus, cette technique est, dans de nombreux groupes, le mode de cuisson principal. Ainsi l'utilisation domestique de cette technique contiendrait au minimum quatre éléments spatiaux : le foyer, le récipient (témoin négatif ou fosse), la zone de préparation (déchets d'aliments, mobiliers spécifiques), une aire de rejet contenant les restes de roches chauffées.

Le second type d'utilisation est plus productif, notamment lié à l'extraction de graisses ou à la préparation de bière. Cette technique de cuisson révèle son avantage car elle permet de chauffer en grande quantité dans de larges récipients difficilement amovibles (comme un canoë). Dans ce cadre, le volume de roches utilisé est beaucoup plus important en raison du volume d'aliments à chauffer et de la durée de cuisson. Il y a donc un tri réalisé dans les roches lors de leur réutilisation. Ce tri provoque la mise en place de zones de déchets différentielles en fonction de l'état d'altération des roches.

Néanmoins, cette technique est rapide pour chauffer des petites quantités de liquide, mais elle devient fastidieuse, coûteuse en temps et en attention, et grande consommatrice en combustible pour une utilisation plus importante.

### II.1.2.3. Autres techniques de cuisson employant des roches chauffées

D'autres procédés de cuisson emploient des roches chauffées comme source de chaleur. Le premier est une cuisson à l'étouffée. Il est assez simple, on insère des roches chauffées dans le corps d'une proie (généralement de petite taille) puis les ouvertures sont cousues pour rendre l'ensemble hermétique. Les roches chauffées vont cuire l'animal de l'intérieur avec la vapeur formée à partir des liquides de l'animal. On retrouve cette technique en Mongolie pour la cuisson de marmottes ou de chèvres, c'est le *boodog* (Figure 19).

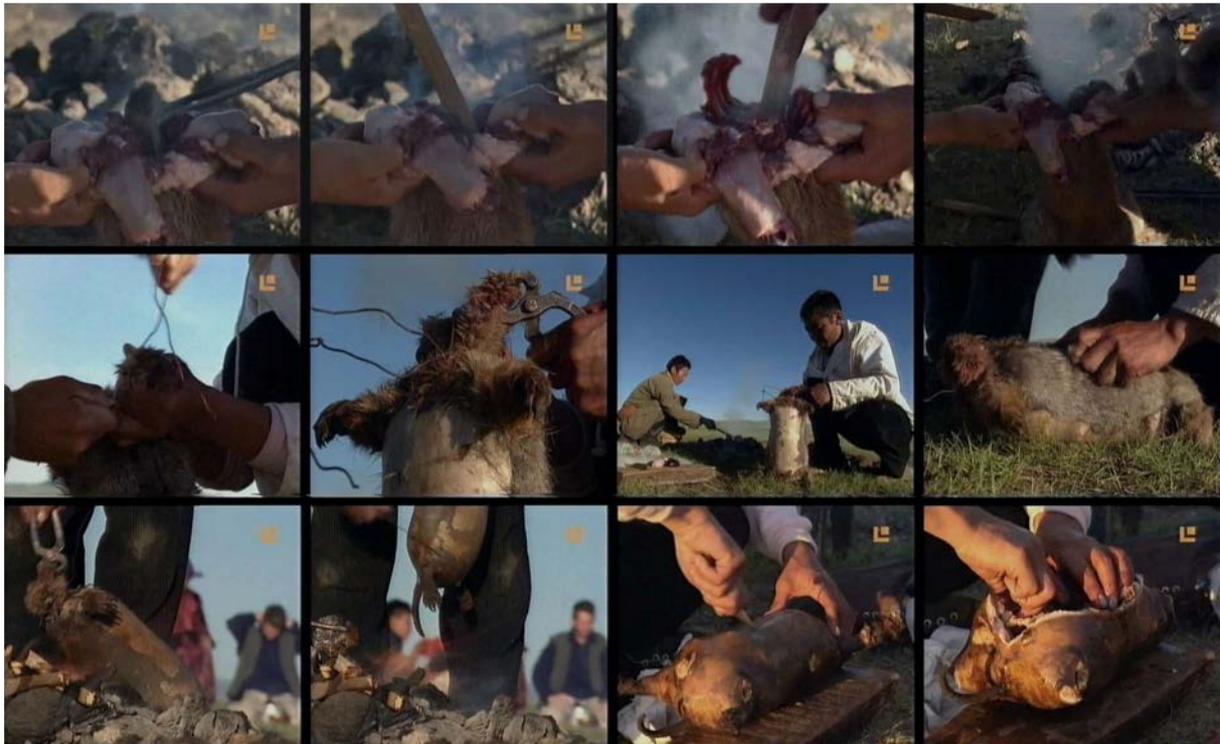


Figure 19 – Préparation du *boodog* mongol (images Globe Trekker Video : Mongolia, © Pilot Guides)

Après avoir décapité et vidé la marmotte, quelques roches chauffées sont déposées par l'ouverture laissée par la tête. On y place également la viande, les abats et côtes qui ont été enlevés lorsque l'animal a été vidé. L'ensemble est tassé à l'aide d'un bâton en bois et l'ouverture de la tête est refermée à l'aide d'un lien. Les poils de l'animal sont enlevés grossièrement à la main puis brûlés à la flamme. La peau est raclée au couteau. Finalement, on réalise une incision sur le ventre de l'animal pour enlever les roches. Celles-ci, pleines de graisse sont distribuées aux convives qui les roulent dans leurs mains jusqu'à ce qu'elles

refroidissent afin d'apporter détente et relaxation. On consomme le jus formé lors de la cuisson dans le corps de l'animal puis l'on distribue la viande entre les convives (Legrand 1995).

Le dernier procédé technique culinaire à mettre en œuvre des roches chauffées est appelé de manière traditionnelle en France « four polynésien » (Gascó 2003a; Orliac 2003), auquel on peut préférer celui de « four enterré » (Perlès 1977). Cependant, ce terme regroupe une grande variabilité de structures et de modes de fonctionnement. Il est difficile de décrire un schéma global du fonctionnement de ce type de structures. Au mieux, peut-on le résumer comme un procédé de cuisson indirecte où la source de chaleur est généralement des roches chauffées mais dont l'originalité repose sur l'utilisation d'une couverture de terre rendant l'ensemble étanche. Ainsi, le mode de cuisson de ces structures oscille entre le rôtissage (en four), l'étouffée et la cuisson à la vapeur. Cette grande variété dans les modes de fonctionnement provient de la large répartition de ce type de structure en Océanie et en Amérique, liée à une grande diversité de produits cuisinés et à des marquages identitaires assez forts.

De même, en Australie, les aborigènes utilisaient cette technique pour cuire la viande. Ils réalisaient une fosse circulaire dont la profondeur et le diamètre dépend de la taille de l'animal. Cette fosse était pavée au fond et sur les parois par des roches. Le feu était allumé. D'autres roches et de la terre provenant du creusement de la fosse étaient ajoutées afin d'être chauffées. Lorsque le feu était éteint, les braises et les roches chauffées étaient retirées de la structure. Des herbes humides étaient placées à la surface des roches du pavage (des branchages peuvent remplacer les herbes). On déposait ensuite l'animal à cuire puis on ajoutait encore d'autres herbes. Au dessus on plaçait les roches chauffées préalablement enlevées puis la terre qui était tassée. La cuisson qui se réalise est donc une cuisson à l'étouffée. Afin d'obtenir plus de vapeur, des trous pouvaient être réalisés dans la couche de terre supérieure afin de verser de l'eau. Une autre variante consiste à utiliser de l'argile au lieu des roches du pavage lorsque celles-ci manquent (Mathews 1896). A cette technique, il faut rapprocher la fosse à rôtir (*roasting pit*) des aborigènes alyawara d'Australie décrite par Binford (1983) bien qu'aucune roche chauffée ne soit utilisée. Cette technique de cuisson est considérée par ce dernier comme une illustration de la zone d'activité extensive. C'est-à-dire que cette zone est le résultat d'activités réalisées en position debout provoquant une dispersion importante et extensive de déchets. Une femelle kangourou a été tuée lors du

déplacement d'un groupe d'hommes vers une carrière. Loin du camp et pour éviter la détérioration de la proie, elle est cuite en chemin. Après avoir dépecé l'animal, une fosse est creusée (1,5x 0,5 x 0,5m). La terre excavée est placée en un tas le long du foyer. On dispose le bois dans la fosse et également sur la plateforme en terre ainsi formée. Le feu est allumé dans la fosse et sur la plateforme. Lorsque suffisamment de charbons sont formés, les derniers brandons actifs sont retirés de la structure et le kangourou entier et éviscéré, dont seul la fourrure a été enlevée en la brûlant lorsque le feu était actif, est placé dans la fosse. On y dépose également plusieurs oiseaux enveloppés dans des feuilles. La fosse est ensuite recouverte par le sable chaud et les charbons provenant de la plateforme. C'est à ce moment que la cuisson commence. Cette cuisson est donc plus proche d'une cuisson par rôtissage, bien que l'humidité de l'animal va en partie le cuire à l'étouffé.

Dans le reste de l'Océanie, il existe une grande variété de structures qui sont encore utilisées aujourd'hui. Les foyers dits polynésiens sont les plus connus. Ils sont variés dans la nature des aliments consommés (viandes, poissons, végétaux) bien qu'ils semblent fortement liés à la cuisson de certains végétaux qui dont la consommation crue serait dangereuse pour la santé. Ces aliments sont souvent emballés dans des feuilles. Certaines structures ont une utilisation domestique alors que d'autres sont réalisées lors de festivités. La dimension des structures, généralement en fosse est variable, les plus grandes atteignent 10m de diamètre (pour la cuisson de plusieurs tonnes de *ti*, *Cordyline australis*, en Nouvelle-Zélande). Le positionnement entre les roches et les aliments l'est aussi. Cependant, la couverture est généralement constituée de feuilles ou de branchages, puis de terre qui scelle hermétiquement la structure (élément le plus important de ce type de four). Parfois, lorsque l'on considère que la vapeur d'eau produite par la structure n'est pas suffisamment importante, on ajoute des feuilles ou des troncs de bananiers gorgés de sève ou même de l'eau (Orliac 2003). Parfois les roches sont chauffées hors de la fosse (four *mumu* de Nouvelle-Guinée et four océanien) (Carlier 1992). Aux *Tuamotu* (Polynésie française), les fosses sont réutilisées et l'habitat comporte plusieurs fosses de natures différentes, pour les fours de longue durée, pour ceux de courte durée, pour les fours à bonite, pour la cuisson des produits de la terre, pour la cuisson des aliments des femmes pendant leurs périodes de menstruations. Toutes ces structures varient en forme et en taille en fonction des aliments destinés à être cuisinés. De plus, des structures sont construites pour abriter certaines fosses, notamment celles de longue durée (Conte 1986).

En Amérique du Sud, dans la zone andine du Pérou, on trouve la *pachamanca*. En Quechua, *pacha* signifie terre et *manca* marmite, le terme *pachamanca* désignant à la fois la structure et la nourriture. Le terme de *watya* est également employé. Cette technique est exclusivement employée dans un contexte de festivités. Cette structure peut être réservée à la cuisson des pommes de terre, mais généralement elle mélange viandes et végétaux. Le combustible utilisé pour cette structure est du bois, à l'exception des régions de haute altitude de la *Puna*, où, à cause de sa rareté, on utilise de la paille issue de graminées sauvages (Carlier 1992; Julien 1985).

Dans un premier exemple de structure réalisée à 4400m d'altitude dans la *Puna*, on creuse une cuvette de 20 cm de profondeur sur environ 60 à 70 cm de diamètre. La terre excavée sert à rehausser les bords de la structure. Les parois sont tapissées de blocs calcaires dont les dimensions sont comprises entre 10 et 20cm. On ménage une ouverture latérale qui est surmontée d'un bloc plus allongé. Cette ouverture servira à l'alimentation en combustible de la structure. La couronne de roches ainsi formée sert à la mise en place d'une voûte en pierre. Paille et bouses séchées colmatent les interstices entre les roches. L'ensemble de la structure présente une envergure entre 60 à 70m de hauteur. Le chauffage de la structure dure entre 1h et 1h30min. Pendant ce temps, on tue et dépèce l'animale (mouton ou lama) arrivé vivant sur le site. Il est découpé et la viande est enduite d'une mixture d'ail pilé, cumin et herbes aromatiques. Les blocs de calcaire chauffés à blanc, on dégage les résidus de combustible et on écroule la structure. On dépose les pommes de terre et autres légumes au fond de la structure que l'on recouvre de quelques pierres, puis la viande intercalée avec des pierres et enfin une couche de graminées, un sac de toile puis de la terre jusqu'à ce que la structure soit suffisamment étanche. La cuisson dure une ou deux heures. La structure est ensuite ouverte, et la consommation se fait autour d'elle. L'état d'abandon de la structure est une cuvette remplie de blocs noircis débordant de la cuvette (Julien 1985).

Dans un deuxième exemple, la structure est réalisée dans une fosse de 50cm de profondeur sur 70cm de diamètre. Les roches utilisées sont locales (gneiss, métaquartzites et granites). La voûte est construite de manière similaire, mais est recouverte de paille humide ; le combustible utilisé est du bois. La viande (ovin ou caprin) est préparée et assaisonnée la veille. Après environ deux heures de cuisson lorsque les roches sont chauffées à blanc, la structure est démembrée en déposant les roches autour de la structure. Les aliments et les roches chauffées sont déposés de manières similaires au cas précédant, mais en plusieurs

strates de tubercules, roches et viandes et au sommet les *shatu* (feuilles de chou vert fourrées d'une pâte sucrée de pommes de terre râpées) dont la cuisson est plus rapide. La structure est scellée de la même manière que précédemment (Carlier 1992). Dans les deux cas présentés, la manipulation des roches chaudes se fait avec d'autres roches froides. La distribution de la viande est fait par la maîtresse de maison qui réserve les meilleurs morceaux aux invités. Contrairement à l'activité culinaire quotidienne qui est féminine, les hommes, en plus de découper l'animal, s'occupent de la réalisation et du fonctionnement de la *pachamanca*. Par son caractère de fête, la *pachamanca* est un moment pour resserrer les liens familiaux ou les alliances.

On retrouve également des fours enterrés au Brésil, où des pierres préalablement chauffées sont placées dans une petite fosse. Ensuite, on dépose les aliments entre deux couches de feuilles vertes ou empaquetées dans des feuilles très larges (bananier). L'ensemble est rendu étanche par une couche de terre (Leroi-Gourhan 1973a).

Cette technique, nommé *earth oven*, se retrouve également en Amérique du Nord où elle sert à la cuisson des animaux et, préférentiellement, des végétaux (surtout de l'agave et des bulbes de *camas*) (Figure 20). Largement répartis dans les différentes sociétés vivant en Amérique du Nord, ces structures présentent une variabilité importante de taille et de mode de fonctionnement. Ainsi, chez les indiens Kalispel, la structure réalisée pour la cuisson des *camas* ainsi que pour des oignons et d'autres racines consiste en une large fosse circulaire (2,4-3,1m de diamètre) ou elliptique (2,1m x 1,5m) d'une quinzaine de centimètres de profondeur. Cette fosse peut être ceinte d'une bordure en pierres. Elle est remplie d'une grande quantité de bois, puis d'une couche de roches, et enfin le feu est mis à l'ensemble. Lorsqu'il s'éteint, les roches sont réparties au fond de la structure puis on dépose des branchages encore verts, de l'herbe ou autres feuilles vertes. On ajoute ensuite les bulbes de *camas* et les autres végétaux contenus dans des paniers tressés, puis une autre couche de végétaux verts. L'ensemble est couvert de terre et on réalise même parfois un foyer par dessus. Là, les bulbes sont laissés à cuire pendant quarante-huit heures. Ces même indiens réalisent des fours enterrés où le mode de cuisson est la vapeur, *steaming pit*. Ces structures sont plus petites (75cm de diamètre par 30cm de profondeur). Les roches sont chauffées dans un foyer à proximité de la fosse. On les dépose à l'intérieur de la structure puis on les couvre avec une première couche de végétaux verts. La nourriture est ensuite placée ainsi qu'une deuxième couche de végétaux. On place un bâton à la verticale de la structure puis on la

recouvre de terre. Le bâton est enlevé, le trou formé sert à ajouter de l'eau puis est refermé consciencieusement pour permettre la cuisson à la vapeur. On trouve des foyers similaires chez les indiens de la côte pacifique (Stewart 1977).

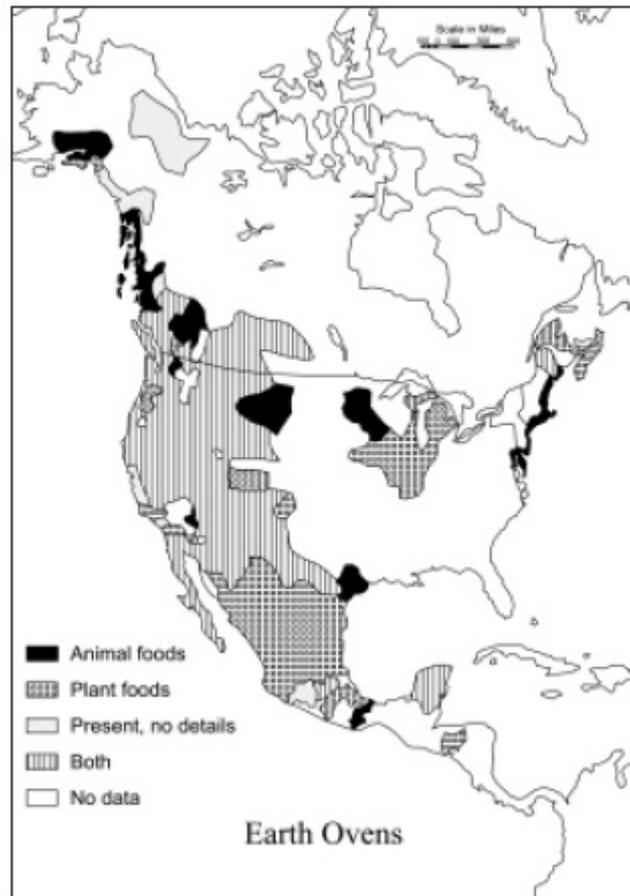


Figure 20 – Carte de répartition de l'utilisation des fours enterrés (Driver & Massey 1957; redessiné par Thoms 2005, sous-*presse-a*)

Ainsi, le point commun entre toutes ces structures est l'usage d'une couche de terre scellant le four et assurant l'étanchéité de l'ensemble pour mener à bien une cuisson oscillant entre rôtissage, étouffée et vapeur. Tous les autres éléments de la cuisson sont variables, dont principalement :

- Existence, taille et nature de la fosse.
- Utilisation de roches, avec chauffage interne dans la structure ou dans un foyer externe.
- Chauffage de la couverture de terre préalable ou par la réalisation d'un foyer placé au dessus.

- Utilisation, nature et positionnement de végétaux verts pour éviter la carbonisation des aliments et apporter de l'humidité à la cuisson.
- Apport externe d'eau.

L'utilisation de ces structures est souvent liée à un contexte particulier. Il est parfois domestique mais c'est plus souvent leur capacité à cuire de grandes quantités d'aliments qui est requise. Elles peuvent ainsi traiter une importante quantité de produits alimentaires notamment lors de la récolte, mais également, elles sont souvent liées à un contexte de festivités permettant ainsi de souder les relations au sein d'un groupe ou d'établir des liens de réciprocité. Finalement, on a vu que ces structures servaient à la cuisson de tous types d'aliments. Cependant, c'est principalement pour les végétaux qu'elles sont utilisées. La possibilité d'avoir une combustion douce et lente rend cette technique très adaptée à la cuisson de racines et de bulbes, importantes ressources alimentaires dans les régions considérées.

Donc, nous avons donc pu dénombrer quatre familles de procédés utilisant des roches chauffées comme source de chaleur. Ces procédés recouvrent à la fois une utilisation domestique et une utilisation à la production massive. Cependant, il n'existe pas de fonctionnement type et donc d'assemblage spatiale caractéristique de ces différents procédés. De plus, la plupart des différents témoignages restent vagues vis-à-vis de la réalité matérielle de la structure (dimensions, volume de roches utilisées...) et de la nature des altérations subies pour le sédiment et les roches. L'approche expérimentale est donc complémentaire afin de développer des outils méthodologiques pour l'étude des technologies culinaires traditionnelles. Nous nous sommes principalement intéressés aux deux procédés les plus opposés symboliquement, bouillir et griller, avec des roches chauffées dans une double optique complémentaire, chercher à modéliser le fonctionnement et à mettre en évidence les altérations spécifiques de la technique.

## II.2. Analyse expérimentale des processus thermiques des techniques de cuisson, bouillir et griller avec des roches chauffantes

---

### II.2.1. Griller avec des roches chauffantes

Il est étonnant de constater que le mode de cuisson par griller sur des pierres chauffantes n'a que très peu intéressé les archéologues d'un point de vue expérimental (March 1995a, 1996; March et al. 1993; March & Lucquin 2006, sous-presse; Valentin & Bodu 1991). Cependant, les travaux antérieurs réalisés par March (March 1996, en préparation; March & Ferreri 1989; March & Lucquin 2006, sous-presse) et qui ont donné naissance à notre équipe de travail ont permis de mettre en évidence les processus thermiques de cette technique de cuisson. Ces travaux bien qu'orientés vers une modélisation du fonctionnement thermique des différentes structures de combustion (foyer à plat, en cuvette, à bordure de pierre, à dalles chauffantes...) nous ont permis de développer un modèle thermique théorique de la cuisson par grillade par roches chauffantes qui est assez simple. La roche soumise à la chaleur va augmenter de température puis va restituer la chaleur dans l'aliment principalement par conduction. La cuisson dépend donc des qualités thermiques intrinsèques de la roche utilisée, sa capacité à emmagasiner la chaleur et sa capacité à la restituer (capacité thermique). La chaleur emmagasinée est donc également fonction de la masse de la roche. De plus, la vitesse de refroidissement augmente avec la surface de la roche en raison de l'augmentation de la surface de réaction à l'interface air et roche. La cuisson dépend également de la façon dont la roche est chauffée. Si la roche est chauffée puis est sortie du foyer, la température diminuera pour entrer en équilibre avec l'air en fonction de sa capacité thermique. Si la roche est laissée dans le foyer éteint, la température diminuera plus lentement en raison de l'apport de chaleur des braises contenues dans le foyer et du foyer lui-même. Il faut ajouter les interactions de température entre la roche et l'aliment. Ainsi la température interne et de surface de la roche sont différentes. En fonction de la composition de l'aliment et notamment de son humidité, la température de surface de la roche diminuera. Ainsi, nous pouvons illustrer ce modèle par nos expérimentations de cuisson par grillades. On constate lors de la grillade du bœuf (*cf.* II.4.3.2.1.1), la température de surface de la roche est d'environ 200°C. Mais lorsque l'on dépose la viande, la température chute immédiatement à environ 100°C pendant plus de 5min, durée nécessaire à l'évaporation des liquides (eau et sang)

provenant de la viande. Ensuite la température de la roche remonte à environ 175°C puis diminue régulièrement (Figure 47).

Lors de l'expérimentation 106, grillade avec des pierres chauffées d'agneau et de saumon dans une fosse foyer (*cf.* II.4.3.2.3 p.136), on constate que la température des roches est bien plus stable que celle à la surface du sol, elles sont moins soumises à de brusques variations de températures. Pour les différentes roches mesurées, les températures ont été comprises à leur maximum entre 300°C et 600°C, température correspondant à celle atteinte sur le sol de la structure. Après les trois heures d'entretien de la structure, lorsque la cuisson commence, on constate que la température des roches diminue plus vite que celle du sol (sur lequel est présent la couche de braises et de roches. Cependant, la température finit par s'équilibrer plus ou moins avec celle de la couche de braises inférieure et à suivre la même vitesse de refroidissement (Figure 54). On peut donc constater, lorsque les roches sont laissées dans un foyer où le feu est éteint, la température des roches est fortement soumise à la chaleur rémanente du foyer et des braises qu'il contient.

L'approche expérimentale nous permet d'observer les différents avantages de cette technique de cuisson. Il n'y a pas contact avec une source de chaleur combustible, limitant ainsi les risques d'embrassement des aliments. Cependant, la diffusion de la chaleur est suffisamment importante pour réaliser une cuisson avec une température relativement importante. De plus, la température de ces roches est bien moins soumise aux micro-variations qui sont observées lors du fonctionnement d'un foyer, permettant donc un meilleur contrôle de la cuisson.

## **II.2.2. Bouillir avec des roches chauffantes**

Les expérimentations réalisées sur le bouilli à pierres chauffantes sont bien plus nombreuses. Elles sont de nature variée allant de l'observation lors d'expérience imitative à l'analyse des altérations thermiques de roches en passant par l'étude du comportement thermique de la cuisson. L'engouement pour l'étude de cette technique de cuisson est dû au fait qu'elle n'est plus utilisée actuellement dans nos régions. Malgré un nombre important d'exemples ethnographiques de l'utilisation de cette technique (*cf.* II.1.2.2 p.73), son fonctionnement reste mal connu. C'est pour cela que très tôt des expériences ont été réalisées afin d'étudier son fonctionnement.

### II.2.2.1. Expérimentations antérieures

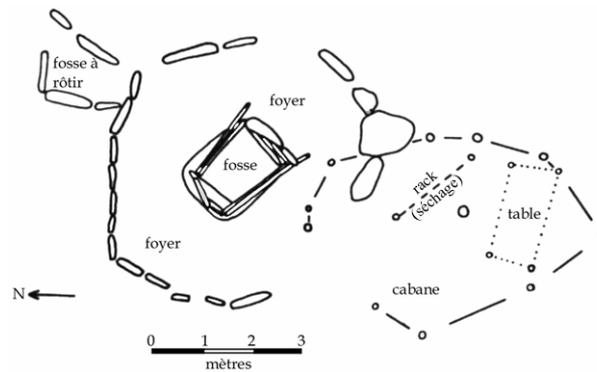


Figure 21 – Plan d'une *cooking place* à Ballyvourney (Irlande) (d'après O'Kelly 1954)

Dès 1954, O'Kelly (1954) chercha à valider, par l'expérimentation, l'interprétation fonctionnelle des sites de Ballyvourney I et II, Killeens I, II et III, sites en tourbière de l'Age du Bronze. La présence de nombreuses roches chauffées, de structures de combustion et des fosses associées (Figure 21) ont permis d'assigner à ces sites une vocation culinaire, les désignant comme des « *cooking place* » que l'on pourrait traduire comme des « places culinaires ». Et c'est au niveau de l'utilisation de fosses qu'une étude a été menée. Le postulat était qu'elles servaient à faire bouillir de la viande grâce à l'utilisation des roches chauffées. Pour cela, O'Kelly réalisa d'abord une série d'expérimentations pour mettre en évidence la possibilité de faire bouillir l'eau dans une fosse de 454 litres avec le module et le type de roches provenant du site lui-même. Ensuite, une fois que ceci fût démontré, il réalisa une expérimentation de cuisson en suivant la même procédure (Figure 22). Une fois l'eau en ébullition, une demi-heure après l'introduction des premières pierres, il déposa dans la fosse un gigot de mouton enrobé de paille servant à le maintenir isolé de la boue formée dans le fond de la structure. À la fin de cette expérimentation, le gigot, effectivement cuit, a été mangé par les archéologues. Cette expérience a servi sans doute à prouver que ce type d'activité culinaire était possible dans ces conditions et sur ces sites. Elle a servi aussi à O'Kelly à la réalisation d'une estimation du nombre de cuissons réalisées sur le site à partir de l'analyse du volume de roches chauffées retrouvées et celui des roches employées pour son expérimentation. L'extrapolation de ces résultats sur la durée d'occupation du site lui a même permis d'estimer le temps d'utilisation du site, qui serait dans le cas de Ballyvourney I de 45 jours.



Figure 22 – Expérimentation à Ballyvourney I de O’Kelly (traduit d’O’Kelly 1954)

Cependant, tout ce raisonnement repose sur l’existence parmi les vestiges archéologiques de roches chauffées et de fosses rectangulaires sans altération thermique. L’analyse, se limitant à démontrer que la cuisson était possible, ne peut pas prouver que d’autres activités ne purent former des assemblages archéologiques similaires. Ainsi actuellement, l’interprétation de ces sites dans une optique culinaire a été remplacée par celle du sauna (Hodder & Barfield 2003).

Mais généralement, la plupart des expérimentations réalisées restent le plus souvent « imitatives » (sensu Asher in March 1996), validant la réalité des observations ethnographiques ou des données historiques (Leroi-Gourhan & Brézillon 1972; O’Kelly 1954; Ryder 1966, 1969). Par exemple, Ryder s’est intéressé dans les années 60 à un problème apparenté : la question de la cuisson dans des récipients en peau ou en panse d’animal (Ryder 1966, 1969). Son but était de prouver que cuire dans une peau était possible comme le suggéraient le sens commun et certaines sources historiques. Ainsi, il réalisa en 1968, une expérimentation dans laquelle la cuisson fut réalisée dans une panse de mouton, et pour la faciliter, il eut recours à l’utilisation de graines de céréales et de pierres chauffées. La poche principale de l’estomac de l’animal, le rumen, est utilisée comme récipient, les deux dernières sont enlevées. Un lien isole la liaison entre l’œsophage et le réticulum (le deuxième estomac). L’autre extrémité est aussi attachée par une ficelle. Elles permettent de positionner à l’horizontale le rumen qui est incisé en partie supérieure (pour l’incorporation des différents éléments entrant dans la cuisson). Deux panses sont utilisées pour la cuisson, elles pendent du sommet d’un trépied métallique à une hauteur comprise de 20 à 40 cm du sol. Elles sont toutes les deux remplies de 1,4 L d’eau et sont chauffées par un feu allumé à leurs bases. La première panse (Panse A) est à 74°C au bout de 80 min, l’auteur ajoute alors cinq cuillères à soupe de

céréales d'avoine, et recommence l'opération 10 min après. Cet ajout ne change pas vraiment la température de l'eau (elles avaient été ajoutées pour faciliter l'ébullition), cependant l'eau finit par atteindre une température de 90°C et entre en ébullition au bout de 170 min (la température ne devait pas être homogène dans l'eau). La température de la panse B atteint 60°C à 80 min, l'auteur ajoute alors successivement 4 roches toutes les cinq minutes environ, l'eau monte alors à 80°C à 105 min, puis recommence à chuter. À 150 min, quatre nouvelles roches sont ajoutées, ce qui permet de faire monter la température à 95°C et de faire bouillir l'eau à 170 min. Au bout de 210 min, les températures ont respectivement chuté à 62°C et 58°C.

La comparaison entre l'utilisation de graines de céréales et celle de pierres chaudes, montre que l'utilisation de ces pierres a permis de monter à de plus fortes températures. Ceci est normal et est presque une banalité, l'auteur a ajouté une source de chaleur indirecte dans l'eau. Mais, au moins, disposons-nous des courbes de températures pour pouvoir l'affirmer (Figure 23). La source de chaleur est plus importante alors pour la panse B (le foyer et huit roches) que pour la A, ce qui explique tout à fait les écarts de températures. L'auteur explique aussi que c'est grâce aux graines que la température diminue moins vite dans le récipient A. Il faut expliquer ici que les deux panses n'étaient pas situées à la même hauteur, la panse B étant plus haute. Nous ne pouvons le certifier, mais il est bien possible que la différence de température observée à la fin de l'expérience provienne plus du positionnement de la panse que de l'ajout de graines.

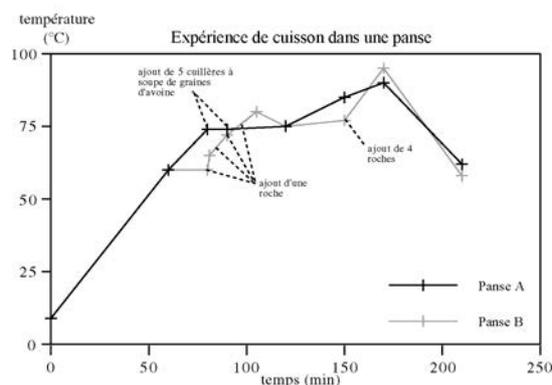


Figure 23 – Évolution de la température de l'eau dans les panses (d'après Ryder 1969)

Un autre problème lié à l'utilisation des pierres est que leur immersion provoque une perte d'eau par débordement, et qu'elles occupent beaucoup de place dans la panse. Ryder ne semble pas avoir enlevé une pierre avant d'en introduire une autre. Cette pratique lui aurait

permis de gagner de la place dans l'eau. Au final, il y avait donc huit pierres entre 2,5 cm et 5 cm de côté, soit un volume d'environ 221 ml (calcul effectué d'après des sphères de 3,75 cm de diamètre) sur un volume d'eau initiale de 1400 ml et final de 200 ml. Ces roches représentent le septième du volume initial, mais il est plus important que le volume final de l'eau, ce qui laisse peu de place pour l'aliment. La perte d'eau est très importante, entre débordement et évaporation, le volume initial a diminué de 85 %. L'évaporation en est la principale source; dans la panse A, le volume final est de 300 ml, soit une perte de 79 %, qui est uniquement représentée par l'évaporation et l'absorption d'eau par les graines. Pour être encore plus précis, 28 ml d'eau ont été absorbés par les graines, soit 2 % du volume d'eau initial, ce qui attribue à l'évaporation 77 % de la perte. On ne peut comparer totalement ces deux manipulations parce qu'elles n'ont pas subi exactement les mêmes températures, néanmoins l'évaporation semble avoir joué un rôle important dans la perte d'eau de la panse B. Bien que le bouilli par pierres chauffées ne fût pas la question centrale de cette manipulation, deux commentaires en ressortent. Le premier est que les pierres occupent un certain volume dans le récipient, volume qui ne peut être utilisé pour l'eau ou pour la nourriture. Le second est que cette technique implique une perte importante d'eau qui va jouer sur le fonctionnement de la cuisson (il y aura au fur et à mesure moins d'eau à chauffer), mais aussi sur sa pratique (la nourriture cuira dans moins d'eau, et le risque qu'elle brûle au contact des pierres sera plus important). Cependant, au-delà des problèmes présentés dans les inférences de l'auteur, tout ce travail montre que la logique thermique de cette activité était méconnue.

#### **II.2.2.2. Protocole expérimental**

Ainsi, suite à une absence de modélisation du problème du point de vue physique, nous avons exploré en laboratoire le processus de fonctionnement de ce type de cuisson en variant les paramètres intervenants (Lucquin 2000; Lucquin & March 2003).

L'étude fut restreinte aux variables suivantes : la durée de chauffage de la roche, sa température de chauffe, le volume de l'eau, le volume de la roche, la température initiale de l'eau, la nature de la matière première. Nous avons également utilisé un protocole expérimental commun à toutes nos manipulations :

- Une roche de forme cubique, possédant un volume connu, est chauffée dans un four électrique à température contrôlée (variation de la température de 200°C à 1000°C, par palier

de 100°C) pendant un temps donné (1h ou 3h). La roche est alors retirée du four et plongée le plus rapidement possible dans un bécher en pyrex rempli d'un volume d'eau connu. La roche est laissée dans l'eau jusqu'à ce qu'elle atteigne l'équilibre avec la température ambiante.

- Nous effectuons tout au long de cette manipulation une mesure régulière de la température de la roche et de la température de l'eau. La température de la roche est mesurée à l'aide d'un thermocouple fiché dans le centre du cube, ce thermocouple est relié à un lecteur analogique de températures. La température de l'eau est mesurée à l'aide d'un thermomètre à mercure. Pour les manipulations les plus récentes, toutes les températures sont mesurées à l'aide de thermocouples de type K, nickel - cadmium, reliés par des modules d'acquisition à un ordinateur doté d'un logiciel de lecture et d'enregistrement des températures.

– Chaque manipulation est filmée pendant la phase de l'immersion de la roche, ce qui permet une deuxième lecture de l'expérience. Elle permet aussi de mesurer précisément la durée de l'ébullition et la durée totale d'activité visible dans l'eau (qui correspond en grande partie à une ébullition partielle de l'eau).

### **II.2.2.3. Approche expérimentale du processus thermique, données générales**

Les réactions obtenues entre l'eau et la roche ne sont pas identiques d'une manipulation à l'autre. Nous pouvons distinguer différents types de réactions macroscopiques dans l'eau. Tout d'abord, le frémissement, qui est commun à toutes les manipulations, quoique très limité pour certaines, est une ébullition partielle où les bulles de vapeur d'eau, formées à la surface de la roche, n'ont pas assez de chaleur pour continuer à grossir, elles diminuent de taille jusqu'à leur seuil critique, où elles se condensent avant d'atteindre la surface supérieure de l'eau (Isachenko et al. 1973). Ce frémissement est caractérisé par la formation de nombreuses petites bulles, proche de la paroi de la pierre. Si le nombre de bulles est suffisant, elles se propagent par convection dans tout le liquide, ce qui donne au liquide un aspect blanchâtre (Figure 24A). À ce stade, soit la réaction s'arrête, soit la taille des bulles va progressivement augmenter, (ceci est dû à l'augmentation globale de la température de l'eau, cette dernière plus chaude évite la condensation des bulles) et elles vont crever la surface de l'eau, c'est l'ébullition proprement dite. L'ébullition correspond au passage entre l'état liquide et l'état gazeux d'un corps, qui s'accompagne, à l'échelle macroscopique, d'une formation de bulles dans le liquide. Il existe deux types d'ébullition, locale et de masse. Pendant le début et la fin de l'ébullition, nous sommes généralement en présence d'une ébullition locale (Figure 24B),

les bulles de vapeur d'eau se produisent à la surface de la roche chauffée (c'est également le cas lors du frémississement). Mais lorsque l'ébullition est à son maximum, nous sommes plutôt en présence d'une ébullition de masse (Figure 24C). L'ébullition se produit directement à l'intérieur du liquide lors d'une importante surchauffe de celui-ci (en fonction de sa température critique, ou de vaporisation, en fonction d'une pression donnée), elle se produit quand l'ensemble de l'eau est entièrement à 100°C (Isachenko et al. 1973). Nous avons donc distingué dans notre analyse le frémississement et l'ébullition proprement dite, nous avons aussi utilisé un temps d'activité macroscopique qui correspond à la durée totale des réactions visibles dans l'eau (frémississement, ébullition partielle et de masse).

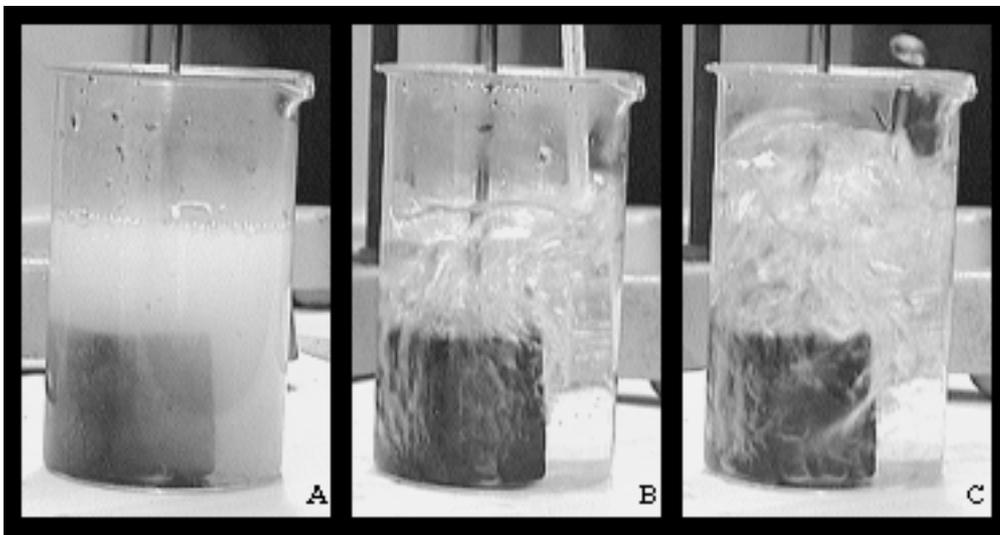


Figure 24 – Les différents types d'ébullitions, photo de la manipulation n°10 (A : frémississement ; B : ébullition locale ; C : ébullition de masse).

Néanmoins, si on observe l'évolution des températures lors des différentes expérimentations, nous pouvons constater qu'elles suivent un même modèle (Figure 25). Ces modifications de température sont basées sur les échanges thermiques qui se déroulent dans notre système composé par la roche, l'eau, l'air et le bécher en pyrex (Figure 26). Les courbes de températures, lors de l'immersion, peuvent être découpées en trois phases. Une première phase correspond à une chute très rapide, en quelques secondes, de la température de la roche synchronisée à l'augmentation de la température de l'eau. La chaleur emmagasinée dans la roche est transférée à l'eau et permet l'élévation de sa température. La deuxième phase est une phase d'équilibre, l'eau atteint sa température maximale qui est maintenue pendant quelques instants. La vitesse de refroidissement de la roche diminue et sa température marque un seuil

aux environs de 100°C. Ce seuil correspond au moment où la roche fournit de l'énergie à l'eau qui est en contact avec la roche pour provoquer une ébullition locale. La troisième phase est une phase de décroissance où progressivement les températures de l'eau et de la roche vont s'équilibrer puis décroître au même rythme jusqu'à l'instant où elles atteignent l'équilibre thermique final de notre système, qui correspond à la température de l'air. C'est pendant les deux premières phases que les réactions macroscopiques vont se dérouler dans l'eau.

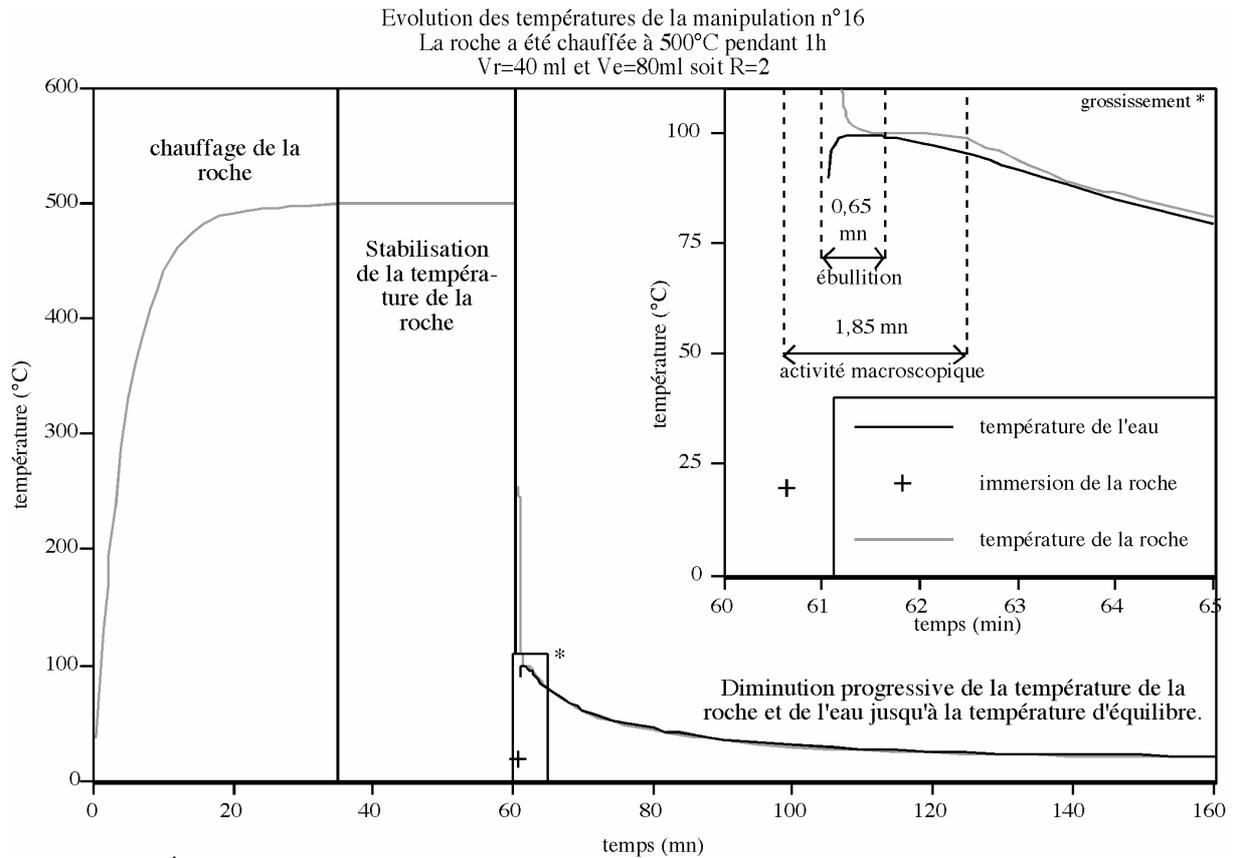


Figure 25 – Évolution des températures de la roche et de l'eau à travers l'exemple de la manipulation n°16 (\* grossissement de la partie encadrée).

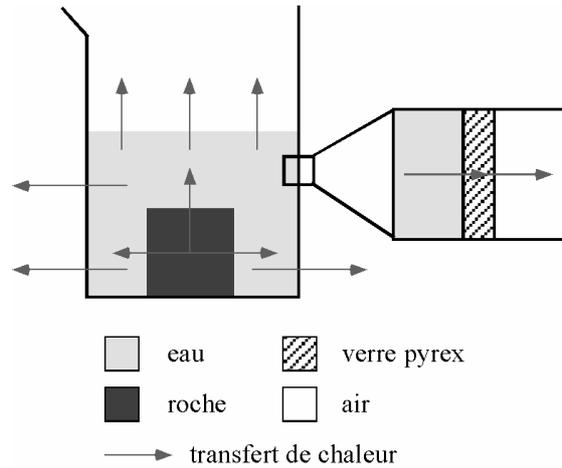


Figure 26 – Transfert de chaleur dans le système expérimental.

#### II.2.2.4. Durée de chauffage de la roche

Nous avons soumis nos roches expérimentales à une durée de chauffage de 1 h ou 3 h. Comme nous pouvons le voir sur les courbes de la Figure 27, où les courbes à 1 et 3 h sont presque superposées, cette variation de durée n'a pas eu de répercussion significative sur les réactions qui se produisent lors de la cuisson. L'écart des températures observé lors de la dixième minute après immersion de la roche entre une durée de chauffage de une et trois heures est identique pour l'eau ou pour la roche. Ils sont de 1,7°C à 600°C de chauffe, 3°C 400°C, et 2,2°C 200°C. En moyenne, le gain de température pour deux heures supplémentaires de chauffe est d'un peu plus de deux degrés.

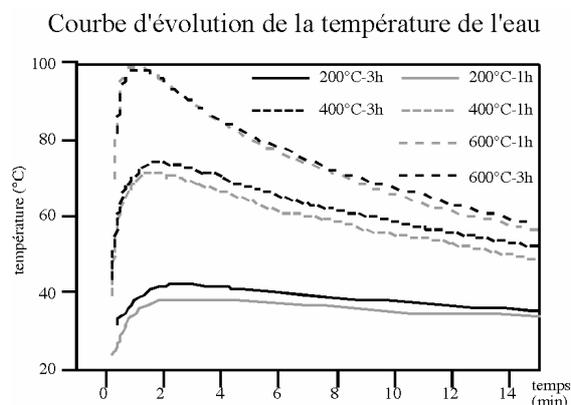


Figure 27 – Variation des courbes de températures de l'eau à différentes températures pour 1 h et 3 h de chauffe (volume d'eau et de roche constant).

La variation de la durée de l'activité macroscopique dans l'eau (cette durée est négligeable à 200°C) est également très faible. À 400°C la durée est de 1,03 min à 1h et 0,97 min à 3h, soit 0,06 min (3,6 s) de diminution de l'activité. À 600°C la durée est de 1,92 min à 1h et 1,90 min à 3 h, soit 0,02 min (1,2 s) de diminution entre 1 h et 3 h, ce qui est encore moins important. Ces différences peuvent être considérées comme négligeables lorsqu'on voit qu'elles correspondent seulement à quelques centièmes de la durée totale de l'activité. Le gain de quelques degrés et la différence minimale de la durée d'activité, pour deux heures de chauffe supplémentaires, nous laisse entrevoir le peu d'intérêt que peut représenter la chauffe de la roche pendant une durée trop importante.

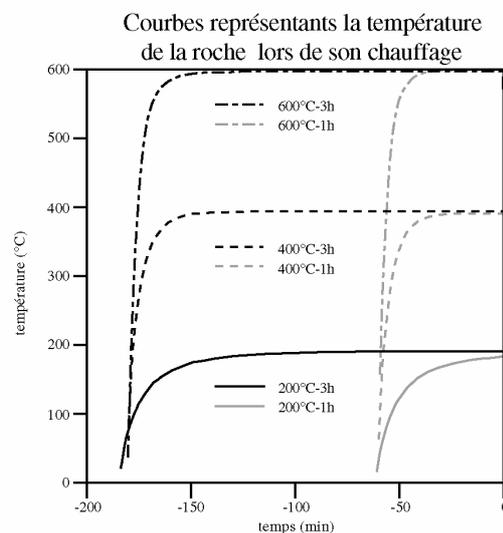


Figure 28 – Montée en température de la roche lors de son chauffage de 1 h ou 3 h, à différentes températures (volume d'eau et de roche constant).

Lorsque nous observons les courbes de montée en température de la roche (Figure 28), nous constatons que la roche va rapidement emmagasiner la chaleur et atteindre un fort pourcentage de la température désirée. Elle est à 90 % de la température de chauffe vers 10 min pour 600°C, vers 15 min pour 400°C et vers 45 min à 200°C. Lors de nos expérimentations, les roches ont atteint la température de chauffe, qui est leur température maximale (ceci se vérifie par une coloration à cœur des roches lorsqu'une coupe est réalisée). On peut également constater que la vitesse de chauffage diminue avec le volume de la roche. Plus le volume sera important plus il faudra de temps pour chauffer la roche (Figure 29). En réalité la vitesse de chauffage de la roche est dictée par sa conductivité thermique qui évolue en fonction de la température (Houpert & Homand-Etienne 1988). La durée de chauffe va

augmenter avec le volume de la roche et va diminuer en fonction de la température de chauffe. Il existe donc une durée de chauffe plus efficace qui est fonction du volume des roches chauffées, de leur température de chauffe et de leur conductivité thermique (définie par la composition chimique et minéralogique de la matière première employée).

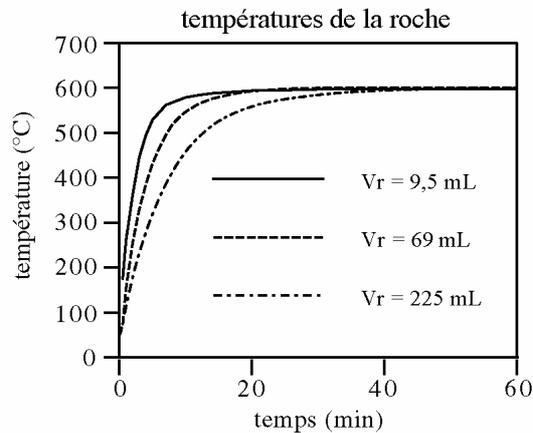


Figure 29 – Évolution de la température de la roche pendant la première heure de chauffe à 600°C (le volume d'eau est trois fois supérieur)

C'est la durée minimum de chauffe pour atteindre la température maximale de la roche en fonction de la température de la source de chaleur. Lorsque cette température sera atteinte, il ne sera pas nécessaire de prolonger la chauffe plus longtemps, les réactions de l'eau ne se modifiant pas. C'est aussi pendant les premiers instants de la cuisson que l'augmentation de la température est la plus forte. Il se peut que l'utilisateur de cette technique n'ait pas cherché à chauffer la roche entièrement dans sa masse aux seuils choisis par nous expérimentalement, mais qu'il ait préféré une température légèrement plus basse mais qui lui était accessible plus rapidement et permettait toujours de faire bouillir. De plus, il nous faut ajouter que contrairement à la chauffe en four, les températures atteintes dans un foyer ne sont pas constantes et que la chaleur n'est pas répartie de façon homogène mais rayonne autour d'un centre de chaleur qui est souvent mobile.

#### II.2.2.5. Température de chauffe

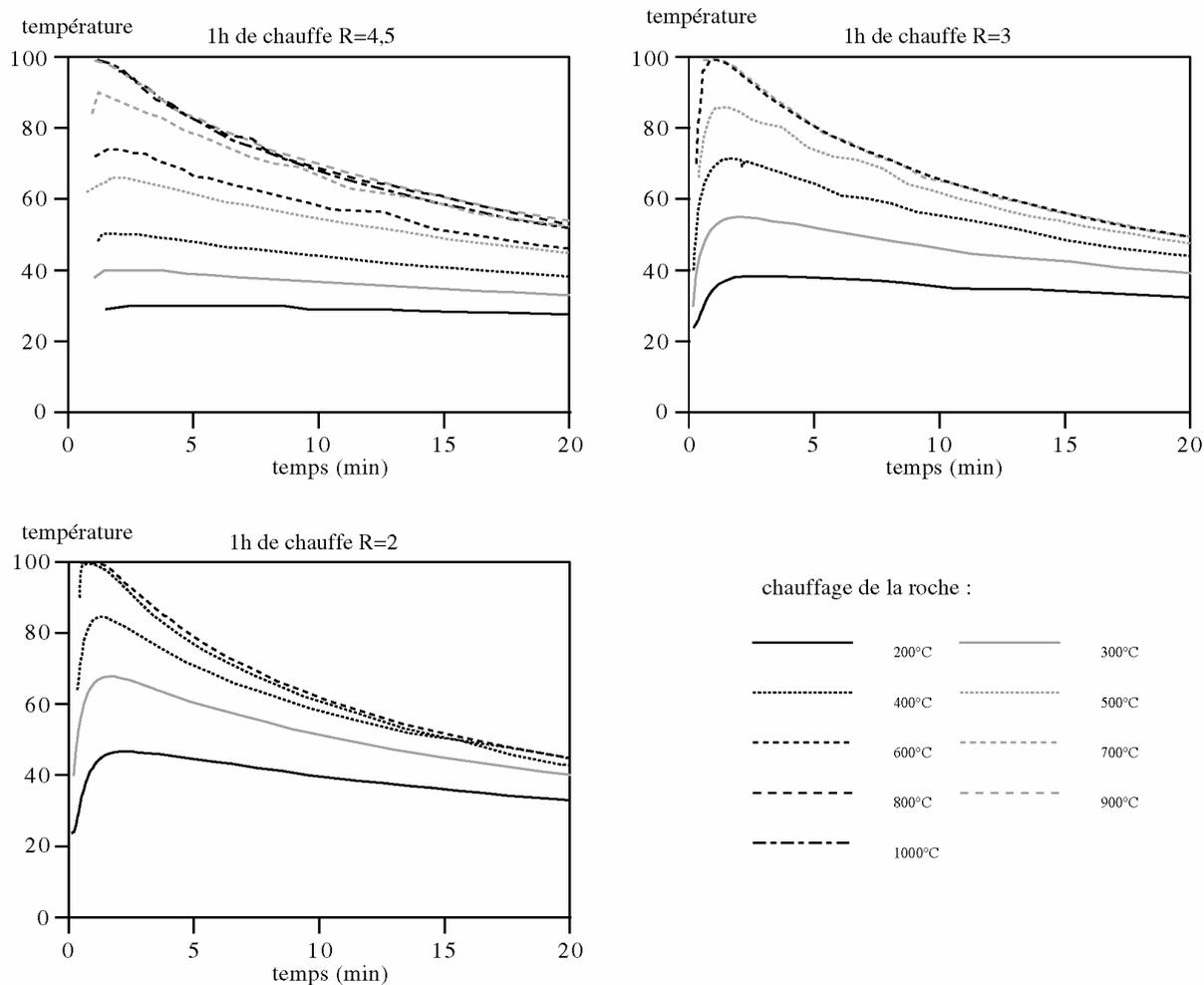


Figure 30 – Variation de la température de chauffe, la roche est chauffée pendant 1h

Pour aborder le rôle de la température de chauffe de la roche dans les phénomènes d'échanges thermiques et d'ébullitions, nous l'avons fait varier, par palier de 100°C, de 200°C à 1000°C (le volume d'eau étant égal à 150 ml et celui des roches d'environ 33 ml, soit un rapport de 4,5 entre ces deux volumes). Nous avons effectué d'autres séries avec des volumes d'eau différents pour des volumes de roches équivalents (soit des rapports de 3 et 2), mais n'allant respectivement que jusqu'à 700°C et 600°C. Les différentes courbes de températures sont réunies dans les trois graphiques de la Figure 30. On remarque alors facilement que plus la température de la roche est élevée plus la température de l'eau l'est aussi. La température maximale atteinte dans l'eau augmente donc, avec l'augmentation de la température du chauffage de la roche jusqu'au palier de 100°C qui est le seuil d'ébullition de l'eau. Nous pouvons corrélérer fortement ces points sur une courbe d'une fonction polynomiale du second ordre de type  $F(x)=ax^2+bx+c$ , pour chacun des rapports volumiques étudiés (Figure 31). La température maximale de l'eau est donc fonction de la température de chauffe de la roche

jusqu'au seuil de l'ébullition. Nous pouvons calculer grâce aux équations de ces fonctions, à quelle température la pierre doit être chauffée pour faire bouillir l'eau (selon l'équation du rapport étudié, à volume d'eau et de roche identique) :

Avec :

$\Theta_e$  : température de l'eau

$\Theta_c$  : température de chauffe de la roche

Pour R=4,5

$$\Theta_e = 71,67 \cdot 10^{-6} \Theta_c^2 + 52,88 \cdot 10^{-3} \Theta_c + 18,10$$

si  $\Theta_c = 100^\circ\text{C}$  alors  $\Theta_e = 762^\circ\text{C}$

Pour R=3

$$\Theta_e = 82,10 \cdot 10^{-6} \Theta_c^2 + 97,84 \cdot 10^{-3} \Theta_c + 17,42$$

si  $\Theta_c = 100^\circ\text{C}$  alors  $\Theta_e = 571^\circ\text{C}$

Pour R=2

$$\Theta_e = 72,02 \cdot 10^{-6} \Theta_c^2 + 142,55 \cdot 10^{-3} \Theta_c + 16,82$$

si  $\Theta_c = 100^\circ\text{C}$  alors  $\Theta_e = 471^\circ\text{C}$

Ces données correspondent à nos données expérimentales où, à R=4,5 c'est entre  $700^\circ\text{C}$  et  $800^\circ\text{C}$  que nous commençons à atteindre l'ébullition ; à R=3, entre  $500^\circ\text{C}$  et  $600^\circ\text{C}$ , et à R=2, entre  $400^\circ\text{C}$  et  $500^\circ\text{C}$ . Nous avons donc vu que la température de chauffe de la roche avait une influence sur la température de l'eau, mais seulement quand l'eau n'entre pas en ébullition. En effet, dans le cas contraire, nous pouvons remarquer que les courbes de température se superposent les unes aux autres (Figure 30), même pendant la phase de refroidissement, ce qui semble indiquer qu'il n'y a pas d'effet sur la vitesse des échanges thermiques. Sur la Figure 32, nous pouvons constater que la durée d'activité de l'eau, en fonction de la température de chauffe, a une croissance quasi linéaire jusqu'aux manipulations où l'ébullition a été atteinte, ceci pour les trois rapports étudiés.

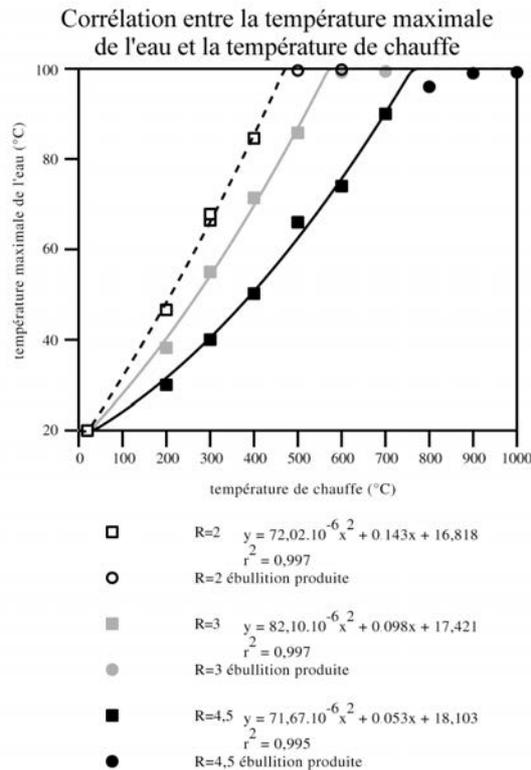


Figure 31 – Corrélation entre la température de chauffe de la roche et la température maximale de l'eau

Ce temps d'activité augmente de façon minime ensuite. L'activité de l'eau semble donc ne plus être influencée par la température de la pierre. Mais ces températures vont influencer les phénomènes d'ébullition (Figure 32), la durée de l'ébullition augmente avec la température, pendant que la durée de frémissement diminue. L'augmentation de la température de la pierre bien qu'elle n'ait d'influence sur le temps d'activité total de l'eau, va permettre à l'eau d'atteindre plus rapidement l'ébullition (ce qui semble logique puisque l'amplitude thermique entre l'eau et la roche est plus importante) et va la maintenir plus de temps. Si le but de la cuisson est d'atteindre une température élevée proche de l'ébullition, il n'y aura pas vraiment d'intérêt à chauffer plus que la température seuil (température de chauffe à laquelle l'eau va produire une ébullition). Alors que si le but est l'ébullition en elle-même, chauffer la roche au-delà du seuil présentera un intérêt non négligeable. Pourtant trop chauffer la pierre peut présenter certains désavantages, la réaction d'ébullition est de plus en plus violente et provoque d'importantes éclaboussures. En conséquence surchauffer la pierre augmente le temps d'ébullition, mais augmente aussi les risques de pertes d'eau. Ceci a aussi une influence sur l'évaporation de l'eau qui sera de plus en plus importante en fonction de la température

atteinte par la roche, ce qui peut ajouter un travail supplémentaire, surveiller le niveau de l'eau.

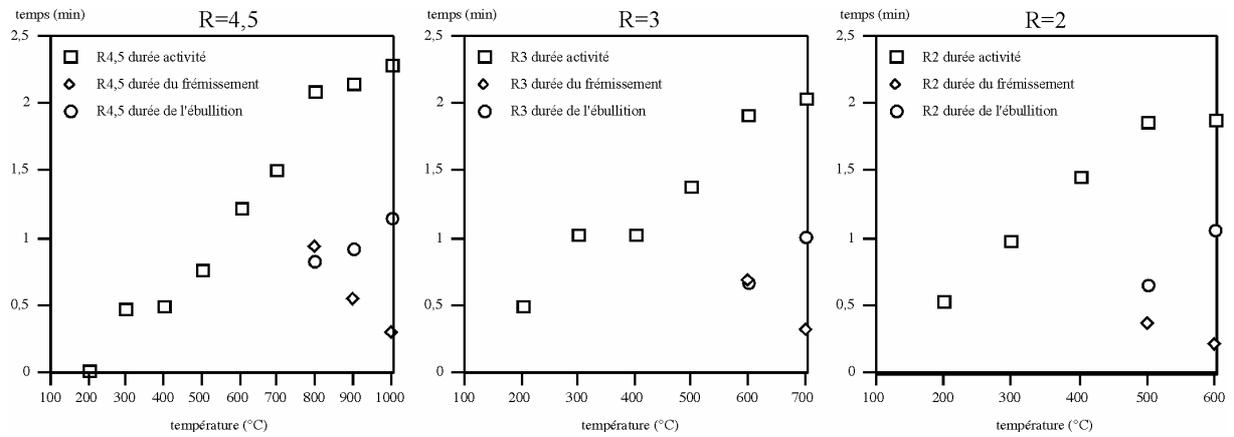


Figure 32 – Relation entre la température de chauffe de la roche et la durée d'activité, de frémissement de pré ébullition, et d'ébullition de l'eau pour des rapports entre les volumes d'eau et de roche de 2 ; 3 ; 4,5

## II.2.2.6. Volume d'eau

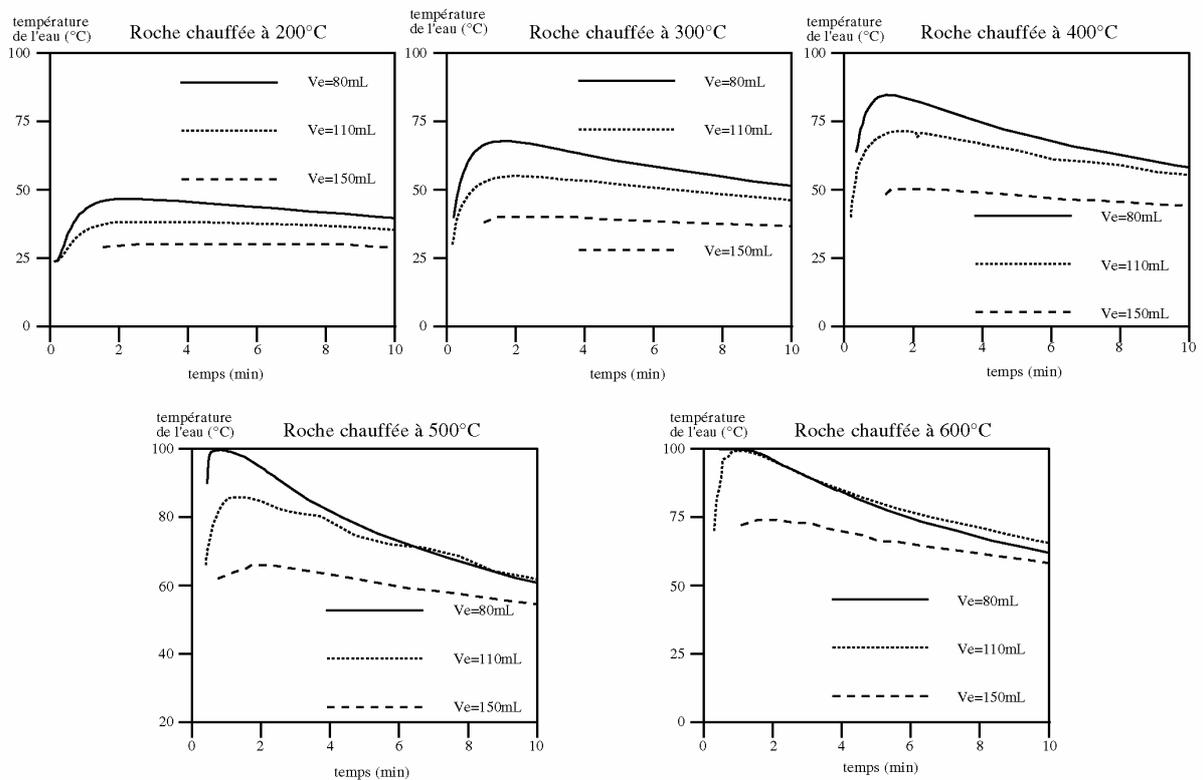


Figure 33 – Variation de la température de l'eau selon différents volumes d'eau, 80 ml, 110ml, 150ml pour des températures de chauffe de la roche de 200°C à 600°C

Comme nous venons de le voir précédemment, nous avons étudié trois volumes d'eau différents, 150 ml, 110 ml et 80 ml qui correspondent à 4,5 fois, 3 fois et 2 fois le volume des roches étudiées. Nous avons déjà décrit en parti l'influence de ce rapport dans le rôle de la température de chauffe de la roche. Nous résumerons donc en disant que plus le volume d'eau diminue, plus les températures atteintes par l'eau sont élevées, étant donné qu'il y a moins d'eau à chauffer (Figure 33). Ceci se traduit également avec la température de chauffe de la roche nécessaire pour provoquer l'ébullition qui expérimentalement est à un rapport de 4,5 à 800°C, à un rapport de 3 à 600°C et à un rapport de 2 à 500°C ou par la fonction de corrélation respectivement de 762°C, 571°C et 471°C.

La variation du volume d'eau implique aussi une réduction du volume dans lequel les aliments seront cuits. Donc, ici également, il s'agirait d'atteindre un juste équilibre.

### II.2.2.7. Volume de la roche

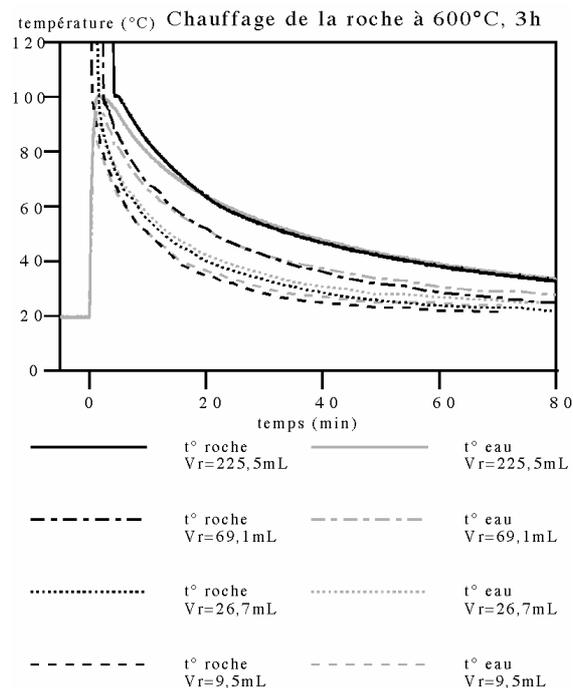


Figure 34 – Courbes de température de l'eau et de la roche selon la variation du volume de la roche

Pour comparer l'influence du volume de la roche sur les processus de cuisson, nous ne pouvions conserver le même volume d'eau. En effet certaines pierres n'auraient pas été totalement recouvertes d'eau ou inversement leur taille aurait été très petite face au volume

d'eau. Pour cela nous avons donc choisi de conserver un même rapport entre le volume d'eau et celui de la roche. Le corpus de manipulation n'est malheureusement pas très important, seulement quatre blocs de grès ont été chauffés pendant 3 h à 600°C. Ces roches ont été plongées dans un volume d'eau trois fois supérieur à leurs propres volumes. Les volumes de ces roches étaient de 9,5 cm<sup>3</sup>, 26,7 cm<sup>3</sup>, 69,1 cm<sup>3</sup> et 225,5 cm<sup>3</sup> soit des roches d'environ 2 cm, 3 cm, 4 cm et 6.5 cm de côté. Malgré le faible volume de manipulations, nous pouvons déjà en tirer un certain nombre d'informations.

La première constatation est que la température de l'eau augmente lorsque le volume de la roche augmente (Figure 34). La roche va pouvoir emmagasiner plus de chaleur, et donc en restituer plus. Cette montée de température s'illustre très bien, en effet, pour les deux premières manipulations, le volume de la roche ne permettant pas de faire bouillir l'eau, contrairement à la troisième.

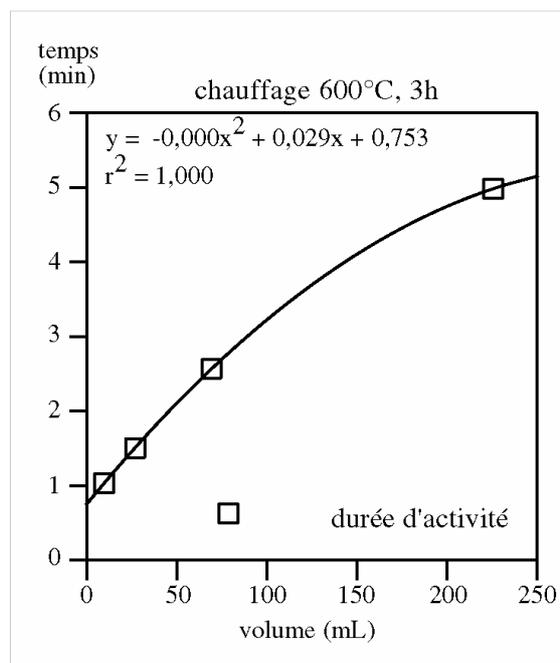


Figure 35 – Durée de l'activité en fonction du volume de la roche (le rapport entre le volume de la roche et le volume de l'eau est de 3, la roche est chauffée à 600°C pendant 3 h)

La durée d'activité de l'eau augmente en fonction du volume de la roche. (Figure 35). L'utilisation de pierres de grand volume semble donc intéressante parce qu'elle permet de prolonger l'activité dans l'eau, l'eau restant chaude plus longtemps (Figure 36). La limite de ce volume est donnée par celui du récipient et de la quantité d'eau qui doit être chauffée. Cependant, comme nous avons pu le voir plus haut, il faut davantage de temps pour chauffer à

température égale une roche de volume plus grand, ce qui provoquerait une dépense plus importante pour le fonctionnement du foyer.

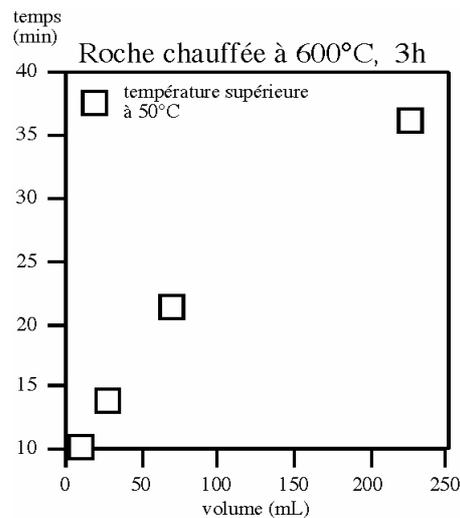


Figure 36 – Durée où la température de l'eau est supérieure à 50°C pour différents volumes de roche (le rapport avec le volume d'eau est de 3, la roche a été chauffée pendant 3 h à 600°C)

Nous pouvons aussi étudier le rôle de la dimension de la surface de la roche. Pour cela nous avons découpé une roche en 4 morceaux. La somme de ces quatre morceaux est équivalente au volume de la roche qui a été chauffée dans les mêmes conditions, 600°C pendant 1 h. Nous constatons que les durées d'ébullition et d'activité obtenues sont inférieures à celles du bloc non découpé. Elles sont égales à 0,67 min et 1,92 min pour le bloc non découpé et 0,38 min et 0,98 min, pour celui qui est découpé, c'est-à-dire environ 1,8 fois moins. Mais la fragmentation des pierres permet d'atteindre une ébullition plus rapidement, il y a seulement 0,18 min de frémissement se déroulant avant l'ébullition contre 0,70 min soit 3,9 fois moins. Utiliser plusieurs pierres au lieu d'une seule n'améliore pas le temps de réaction et au contraire le diminue, cependant il permet d'atteindre plus rapidement l'ébullition. Cependant on ne peut savoir si cela provient uniquement de l'augmentation des surfaces, puisque la diminution des volumes des roches pourrait aussi rentrer en compte.

### II.2.2.8. Température initiale de l'eau

La température initiale de l'eau va beaucoup jouer dans la cuisson. Il est vrai que celle-ci dépend dans un premier temps de la température ambiante, mais les pratiques culinaires ne se contentent généralement pas des temps de cuissons que nous avons obtenus et il est évident

qu'il faut envisager l'utilisation de plusieurs blocs. Lorsque l'on enlève un bloc de l'eau et que l'on y plonge un autre, la température initiale de l'eau est alors différente pour ce second bloc.

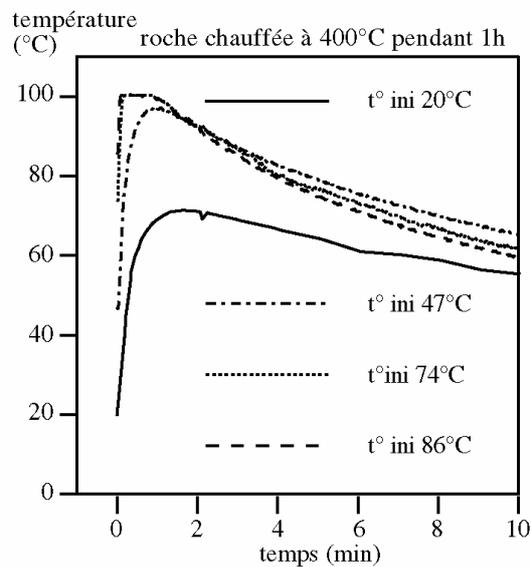


Figure 37 – Variation de la température initiale. Les roches ont été chauffées à 400°C pendant 1 h, puis plongées dans 110 ml d'eau

Lorsque la température initiale de l'eau est augmentée, la température maximale après immersion du bloc l'est aussi. Ainsi, pour une roche d'environ 37,5 ml chauffée à 400°C pendant 1 h, puis plongée dans 110 ml, lorsque la température initiale de l'eau était de 20°C l'eau est montée jusqu'à 71°C. Quand la température de l'eau était de 47°C, elle a atteint 97°C et quand elle était à 74°C ou à 86°C on obtient l'ébullition. Ainsi, il y a une augmentation plus importante de la température de l'eau quand la température initiale est plus importante (Figure 37). Cependant, on peut remarquer que lorsque l'ébullition a été atteinte, la température de l'eau chute plus vite (Figure 37, les courbes à 74°C et à 86°C refroidissent plus rapidement que les deux autres). On peut émettre l'hypothèse que cette chute plus rapide est causée par la diminution du volume d'eau provoqué par les phénomènes d'évaporation, mais on ne peut écarter la présence d'un artefact expérimental. La durée d'activité dans l'eau augmente également jusqu'à ce qu'elle atteigne l'ébullition. Cette durée est donc équivalente dans les manipulations où l'eau est entrée en ébullition, elle est de 1,6 min. Cependant les phénomènes d'ébullition sont différents. Il y a réduction du temps de frémissement antérieur à l'ébullition. Lorsque l'eau était à une température initiale de 74°C, ce frémissement durait 7 s. En revanche à 86°C ce frémissement avait disparu et l'eau entraînait immédiatement en

ébullition. De même la durée d'ébullition de l'eau augmente également de 32 s à 42 s. L'ébullition arrive donc plus rapidement et dure plus longtemps si bien que la somme totale de ces deux temps est presque égale, 39 s et 42 s.

Si nous voulions réaliser une cuisson, d'après nos conditions expérimentales (faire chauffer un volume d'eau de 110 ml avec des blocs de grès d'environ 37,5 ml chauffé à 400°C), et en considérant qu'il n'y a pas de perte d'eau, la cuisson se déroulerait de la manière suivante : le premier bloc permettrait à l'eau d'atteindre une température légèrement supérieure à 70°C, le deuxième ferait bouillir l'eau après un petit temps de frémissement pendant une demi minute, ensuite les autres blocs la feraient bouillir pendant environ trois quarts de minute. Si nous recherchons une ébullition de 20 min pour notre volume d'eau, il faudra donc un total d'environ 28 blocs de ce calibre.

### II.2.2.9. Matières premières

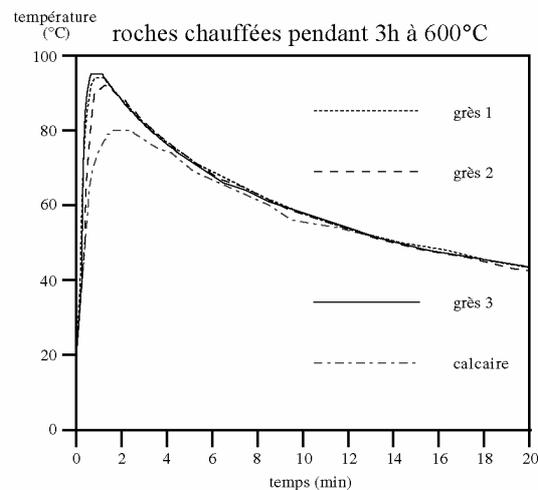


Figure 38 – Variation de la matière première : courbes de températures de l'eau. Roches chauffées pendant 3 h à 600°C puis plongée dans 80 ml d'eau

Nous avons comparé trois blocs de grès différents et un bloc de calcaire. Le grès 1 est le grès qui a servi dans la majorité des expérimentations et le grès 2 est le grès qui a servi lors de la variation du volume de la roche. Nous avons ainsi l'exemple de deux matières premières différentes, le grès et le calcaire, ainsi que la variation au sein d'une même matière, le grès. Des roches de même volume (des cubes de 3 cm de cotés) ont été chauffées pendant 3 h à 600°C puis plongées dans 80 ml d'eau.

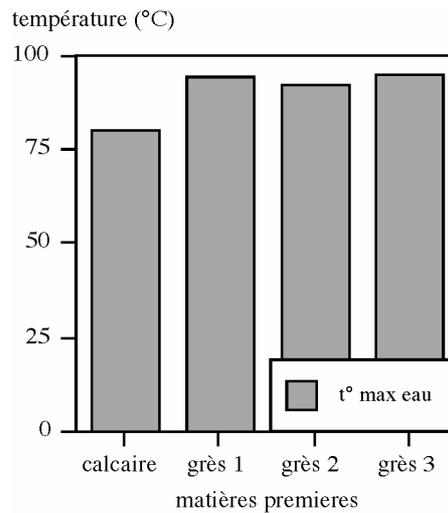


Figure 39 – Variation de la température maximale de l’eau en fonction de la matière première utilisée

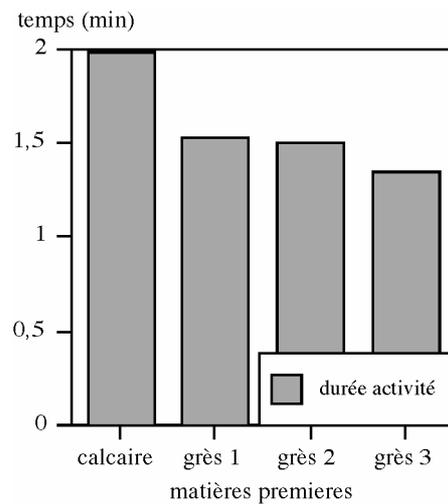


Figure 40 – Variation de la durée d’activité de l’eau en fonction de la matière première utilisée

Ces différentes roches n’ont pas provoqué les mêmes changements de température dans l’eau (Figure 38). Les grès 1 et 3 ont permis de porter l’eau à ébullition, leurs courbes se recouvrent en partie. Le grès 2 a chauffé l’eau à 92°C, il emmagasine donc moins de chaleur que les autres grès, il existe donc des variations de comportements thermiques au sein des roches d’une même matière première. Il en est de même avec le calcaire qui a atteint une température maximale de 80°C. Le calcaire possède donc des qualités thermiques inférieures au grès, pour l’utilisation qui en est faite. Il sera donc préférable de chauffer un grès plutôt qu’un calcaire (Figure 39). Mais, au contraire, la durée d’activité la plus longue a été produite

par le calcaire (1,98 min). Les grès ont une durée d'activité semblable (1,5 min) bien que le grès 3 produise une activité moins longue (1,35 min) (Figure 40).

Nous avons donc un calcaire qui produit une température moins forte mais une activité plus longue que le grès. Au sein des grès, il existe une certaine diversité, le grès 1 permet de porter l'eau à ébullition et la maintient active pendant un temps équivalent au grès 2 qui, lui, ne déclenche pas d'ébullition, le grès 3 déclenche une ébullition, mais laisse l'eau en activité pendant moins de temps. Les choix réalisés dans un habitat parmi les différentes matières premières disponibles dans le milieu environnant peuvent traduire un choix technique basé sur leurs propriétés thermiques (conductivité thermique et capacité calorifique).

#### **II.2.2.10. Discussion**

Nous venons de voir que la température maximale atteinte dans l'eau, la durée d'activité et d'ébullition de l'eau, ainsi que le rythme de refroidissement de l'eau sont influencés par les différentes variables étudiées. Ainsi, les réactions lors la cuisson seront modifiées si l'on change les paramètres étudiés. Définir l'influence de ces paramètres permet de comprendre les choix réalisés dans une société, surtout sur la sélection des roches, d'entrevoir les activités en termes de travail, de volume de roche déplacé, de temps dédié aux activités culinaires.

Tout d'abord pour la chauffe des roches, nous avons démontré que pour les volumes étudiés, des temps de chauffage très courts seraient suffisants pour que les matières premières analysées soient chauffées à cœur. Ainsi, en moins d'une heure, n'importe quel volume étudié est chauffé complètement. Aussi, plus ce temps sera réduit, plus hautes seront les températures de chauffe atteintes par le foyer.

Ensuite, on a pu comprendre qu'il faut une température de chauffage de roche donnée pour faire bouillir un volume d'eau « x ». Pour nos faibles volumes d'eau, nous pouvons faire bouillir à partir de 500°C quand le rapport entre l'eau et la roche est égal à 2. À 600°C quand le rapport est égal à 3 et à 800°C quand celui-ci sera égal à 4,5. Donc, pour un même volume de roche, si nous voulons augmenter le volume d'eau à bouillir il faudrait le chauffer à plus hautes températures pour atteindre l'ébullition.

Une autre option serait d'arriver à l'ébullition par une succession de chauffeuses avec des pierres de volume égal, lesquelles seront introduites dans l'eau une après l'autre en retirant la précédente. Ceci permettrait d'atteindre l'ébullition sans encombrer en roches le réceptacle ou le récipient. Cette deuxième option signifie une augmentation du nombre de roches à chauffer, de préférence en même temps, ce qui permettrait d'économiser le combustible. Cette méthode permettrait d'ailleurs de faire bouillir avec le calcaire ce qui n'a pas pu être fait de façon directe.

Limiter le volume des roches implique aussi un plus grand nombre d'immersions à réaliser puisque la durée de l'ébullition sera conditionnée aussi par le volume de la roche introduite. (Dans nos expériences, la durée d'ébullition pour chaque immersion est limitée entre 0,45 min et 1,21 min). Cette fragmentation d'un volume donné, implique aussi que l'ébullition est atteinte plus vite mais ne dure moins longtemps qu'avec le même volume dans un seul bloc.

Nous avons pu constater aussi que selon la matière première employée, nous obtiendrions des résultats différents. Pour les calcaires, une contrainte particulière s'impose, celle de sa désagrégation à hautes températures. Ainsi, faire bouillir avec des calcaires signifie de le faire à une température inférieure à 700° C ce qui augmenterait nécessairement le nombre de roches à employer. Par ailleurs, nous constatons qu'au sein d'une famille apparemment homogène et au sein d'un même gîte géologique, on perçoit des différences. C'est le cas pour le grès, même si celles-ci sont moins importantes qu'entre le grès et le calcaire.

Ainsi, pour réaliser une cuisson par bouilli provoquée par des pierres chauffées, une sélection devra être opérée sur les matières premières. Elle pourra être établie sur des critères morphologiques et minéralogiques. Si un choix s'effectue sur la matière première, il pourrait être dicté par ses caractéristiques thermiques (celle qui fera bouillir l'eau le plus facilement ou maintiendra l'eau chaude pendant le plus de temps). Certaines roches pourront être choisies préférentiellement pour leur taille. Il semble que ce choix ne sera pas uniquement lié aux caractéristiques thermiques mais aussi à des limitations techniques. En effet, les volumes maximums seront conditionnés par la taille du récipient, une fosse pourra contenir plus de volume rocheux qu'un petit récipient en vannerie. Ces deux volumes, celui de l'eau à chauffer et celui des roches choisies seront conditionnés par le volume du récipient destiné au bouilli et par le type d'aliments à cuire. Ainsi, si l'on suppose que cette technique a été employée, nous

pourrons déduire, à partir du volume maximal qui peut être contenu dans un réceptacle ou récipient, le volume de roches à employer pour réaliser la cuisson. Ceci devrait permettre aussi, selon la technique envisagée, d'inférer un volume hypothétique des déchets rocheux que l'on pourrait retrouver sur le site. Ce calcul peut être réalisé aussi en fonction des différentes matières premières et de leurs propriétés thermiques respectives.

D'autres contraintes apparaîtront selon le type de récipient ou les outils employés. Dans le cas de récipients suspendus, la masse des roches ne devra pas être trop importante, afin d'éviter qu'ils ne se déchirent ou ne s'effondrent. La maniabilité de ces roches pourra être aussi un critère limitatif (au niveau de la masse, du volume ou de la forme).

L'utilisation de cette technique va aussi générer une importante accumulation de roches dans les gisements. En effet, dans nos différentes manipulations nous n'avons pu maintenir une ébullition ou même de fortes températures que pendant peu de temps. Son utilisation à des fins culinaires nécessite donc une quantité de roches importante pour pouvoir cuire pendant un temps raisonnable (comme nous avons pu le voir précédemment). Il semble raisonnable d'associer cette technique à une grande quantité de roches de petit ou de moyen module. L'approvisionnement en roches devient donc un critère important dans l'établissement d'un habitat ou d'une zone technique. En ce qui concerne les groupes nomades, il est évident qu'ils ne vont pas se déplacer avec de grandes quantités de roches. S'installer à proximité d'une source de roches devient alors aussi nécessaire que la proximité d'une source d'eau, de combustible ou de matière première pour la fabrication d'outils. Les bords de rivière conviennent très bien parce qu'ils sont généralement riches en galets. De plus, le transport de ces roches représente un travail important, qui est fonction de la masse et du volume global de ces roches. Le volume total représentera un encombrement important dans le gisement qui nécessitera un traitement spécifique, comme l'utilisation de zones de rejet, la réutilisation des blocs...

Il faut aussi aborder le problème du temps dédié à l'utilisation de cette cuisson. En effet il faut d'une part chauffer les roches, ce qui prend un certain temps. Ensuite, il faut maintenir et contrôler l'ébullition, ce qui nécessite une grande attention qui ne pourra être partagée que difficilement avec d'autres tâches. Ces opérations nécessitent un certain degré de prévision dans le temps accordé à la cuisson mais aussi dans les quantités de roches et de bois nécessaires.

À travers les résultats obtenus, nous pouvons estimer le temps nécessaire pour la chauffe d'une roche à une température donnée en fonction de son volume. Ces données permettraient, ainsi d'estimer le temps d'activité nécessaire du foyer pour chauffer les roches à une température qui puisse faire bouillir l'eau. Comme nous connaissons aussi la quantité de bois nécessaire pour faire fonctionner un foyer selon sa forme pendant un temps donné pour atteindre une température moyenne, on peut déduire quelle quantité de combustible sera nécessaire pour réaliser cette opération (March 1992, 1996). Enfin la quantité d'opérations pourrait être inféré de façon approximative en divisant les rapports théoriques par le nombre de roches retrouvées. Nous obtiendrons ainsi un certain nombre de renseignements, temps de travail nécessaire, quantité de bois, quantité de roches, quantité d'eau et nombre de fois ou l'opération de cuisson aurait pu être effectué. Tout cela donne un nouvel aperçu de l'effort nécessaire pour la réalisation de cette technique. Mais, ce temps global de cuisson peut varier en fonction du type d'aliment à faire bouillir ce qui, en absence des données sur le type d'aliment cuit peut poser des difficultés à notre tâche que, comme nous le savons, n'est pas si simple.

Cette modélisation est nécessaire pour pouvoir en changeant les paramètres observer leurs influences. Par exemple, nous avons utilisé des récipients en verre, des récipients en bois ou en cuir présenteront des propriétés thermiques différentes. Il est donc fort probable qu'ils retiennent la chaleur plus que le verre. En diminuant cette perte ils favoriseraient le phénomène de bouilli. Par ailleurs, ces matières perméables retiennent du liquide ce qui pourrait changer aussi la conductivité thermique et les propriétés naturelles de ces matériaux une fois humides et aussi modifier les volumes d'eau requis pour ce type de cuisson. Une modélisation devrait nous permettre d'estimer, une fois vérifiée expérimentalement, l'influence de ces changements de paramètres. Enfin, une modélisation devrait permettre d'avoir une approche quantitative à partir des vestiges archéologiques (temps de cuisson, quantité de roches utilisées, volume des récipients, nombre de cuisson), en nous permettant ainsi de discriminer les gestes de l'homme et de quantifier le travail et l'énergie nécessaire (Ferreri & March 1996; March 1992, 1996; March & Wunsch 2003).

## II.3. Altération physique des roches chauffées en fonction des techniques culinaires : bouillir et griller

---

L'autre aspect important dans l'étude expérimentale des techniques de cuisson est de mettre en place des outils permettant l'identification de leur utilisation lors de l'analyse des vestiges archéologiques. Dans ce cas, il faut donc pouvoir déterminer la fonction d'une roche chauffée, notamment par l'analyse des altérations spécifiques. Même si la technique de cuisson du bouilli par pierres chauffantes est l'une des techniques qui a été la plus étudiée expérimentalement, peu se sont intéressés aux phénomènes de transformation de ces roches. En effet, comme nous l'avons déjà observé dans de précédente expérimentation (Lucquin 2000; Lucquin & March 2003), les altérations d'un grès refroidi à l'eau ne sont pas différenciables de celles d'un grès refroidi à l'air libre. Seules les expérimentations réalisées à Pincevent (Leroi-Gourhan & Brézillon 1972) évoquent une « rubéfaction accusée » de ces roches lors d'une expérience imitative ponctuelle. Cependant, nos expériences (Lucquin 2000) ont montré que si la coloration des roches était plus intense quand elles sont plongées dans l'eau, cette différence disparaît une fois les roches sèches. Néanmoins, nous avons pu observer la formation systématique d'une poussière de roche au fond des récipients utilisés ainsi qu'une très légère modification, non quantifiable, de la texture.

### II.3.1. Expérimentations antérieures

Des auteurs, comme Batchelor (1979) ou Pagoulatos (1992) ont montré que les altérations thermiques produites lors du bouilli avec des pierres chauffantes sont de plus en plus marquées avec la réutilisation de la roche. Dans le cadre de l'étude du site magdalénien de Gönnersdorf en Allemagne (Bosinski 1979), D. Batchelor a réalisé une série d'expérimentations pour déterminer l'utilisation des galets de quartz et quartzite en tant que roches culinaires. Ces expérimentations correspondaient à la réalisation de foyers où des blocs d'une des deux matières premières étaient chauffés. Une partie des blocs restaient dans le foyer comme témoins alors que d'autres étaient plongés dans de l'eau pour la faire bouillir. Ces blocs étaient utilisés à plusieurs reprises. Pour le quartz, des différences ont donc pu être mises en évidence entre les blocs témoins et les blocs plongés dans l'eau. Elles concernent leurs fissurations et fracturations. Les blocs témoins ont développé de fines fissures tandis que sur les autres, elles sont larges ou se présentent comme des négatifs de fractures. Lorsque les

roches témoins sont brisées, les fractures sont nettes, correspondant au départ d'un demi-bloc ou plus généralement d'un grand éclat. Mais quand la fracturation se produit dans l'eau, la roche se brise de manière irrégulière en nombreux fragments de tailles variées. Une telle distinction n'a pas pu être réalisée sur les galets de quartzite qui se sont révélés être très fragiles à la chauffe, et ne pouvant pas être au final distinguer des blocs témoins. Ainsi l'auteur a pu mettre en évidence des choix dans les matières premières utilisées dans le site, les galets de quartzite étant principalement utilisés pour l'aménagement du foyer et l'utilisation d'un certain nombre de blocs de quartz comme roches chauffantes pour la cuisson par bouilli.

Pagoulatos (1992) réalise, quant à lui, une expérimentation dont la problématique porte sur l'influence de la réutilisation sur les thermoaltérations des roches utilisée pour faire bouillir. Les altérations prises en compte dans cette étude sont la modification de la couleur, les fissurations et les fracturations. Vingt-cinq galets de granite ont donc été chauffés dans un foyer une première fois pendant quatre heures puis cinq fois pendant deux heures et, à la fin de chaque chauffe, ils ont été plongés dans l'eau. Ainsi la première utilisation se caractérise surtout par une modification de la couleur de toutes les roches (rougissement et noircissement) et la présence de fissurations sur 76% d'entre elles. Mais surtout on peut constater que ces altérations augmentent avec les réutilisations. La coloration évolue surtout avec les dernières utilisations où les couleurs deviennent plus brillantes. Les fissurations augmentent aussi assez régulièrement, à partir de la quatrième utilisation tous les blocs sont fissurés une ou plusieurs fois. Les fracturations se produisent surtout lors des dernières utilisations à l'exception d'une roche. Cette étude montre donc clairement l'augmentation de l'intensité des thermoaltérations consécutive à la réutilisation des roches chauffées. Cependant, aucune comparaison n'est faite avec des blocs similaires chauffés dans les mêmes conditions mais refroidis simplement à l'air. En effet, ces altérations ne sont pas caractéristiques de cette utilisation culinaire, elles se retrouvent de manière plus ou moins intense dans tout chauffage de roche dans un foyer. De même, la fragmentation des roches est considérée comme un indicateur de la fréquence d'utilisation d'une structure (Julien 1972, 1973, 1984; March 1996; March et al. 2006b; March & Soler Mayor 1999; March et al. 2003b).

### **II.3.2. Expérimentation, approche macroscopique**

Nous avons donc réalisé une expérimentation en laboratoire pour caractériser les différences d'altérations entre une roche refroidie à air et une à l'eau en fonction de leurs réutilisations (Figure 41).

#### **II.3.2.1. Protocole expérimental**

Dans la même roche (grès jaune), nous coupons deux fragments possédant ainsi une face plane. Les fragments sont chauffés dans un four à électrique à 600°C pendant une heure. La première est plongée dans l'eau (150mL d'eau distillée) à température ambiante (environ 18°C) et la seconde est laissée pour un refroidissement par l'air ambiant (température de la pièce). Lorsque les roches sont refroidies et sèches, nous renouvelons l'utilisation jusqu'à ce que l'une d'entre elles se brise (la première s'est cassée lors de la huitième utilisation). Avant chaque utilisation, ces roches sont scannées sur leur surface de découpe.

#### **II.3.2.2. Matériels et méthodes**

La numérisation des roches est réalisée avec un scanner du commerce sous une définition de 2400dpi. Le pourcentage de la porosité estimée est établi sous Adobe Photoshop® par un comptage des pixels noirs en fonction du nombre total de pixel de l'image lors d'une analyse binaire (blanc/noir) après traitement d'image (noircissement des creux et fissures).

#### **II.3.2.3. Résultats et discussion**

Après la première utilisation, nous ne pouvons pas noter de réelles différences entre ces deux roches. En effet, la principale thermoaltération visible est la modification de la coloration de ce type de roche. Néanmoins la roche qui a été refroidie à l'eau semble avoir une très légère augmentation de la porosité, mais restant difficilement perceptible. Quand les roches sont réutilisées, on ne constate pas, pour la roche refroidie à l'air, de nouvelles altérations ou l'augmentation de celle existante. Au contraire, l'autre roche présente une augmentation des altérations qui sont de plus en plus marquée. Ainsi on peut constater tout d'abord une augmentation de nombre de creux sur la surface de la roche et l'élargissement de ceux existant, puis la mise en place de fissures qui recouvrent au finale la totalité de sa surface. Lors de la huitième utilisation la roche était tellement altérée qu'elle s'est brisée en suivant les lignes de fissures.

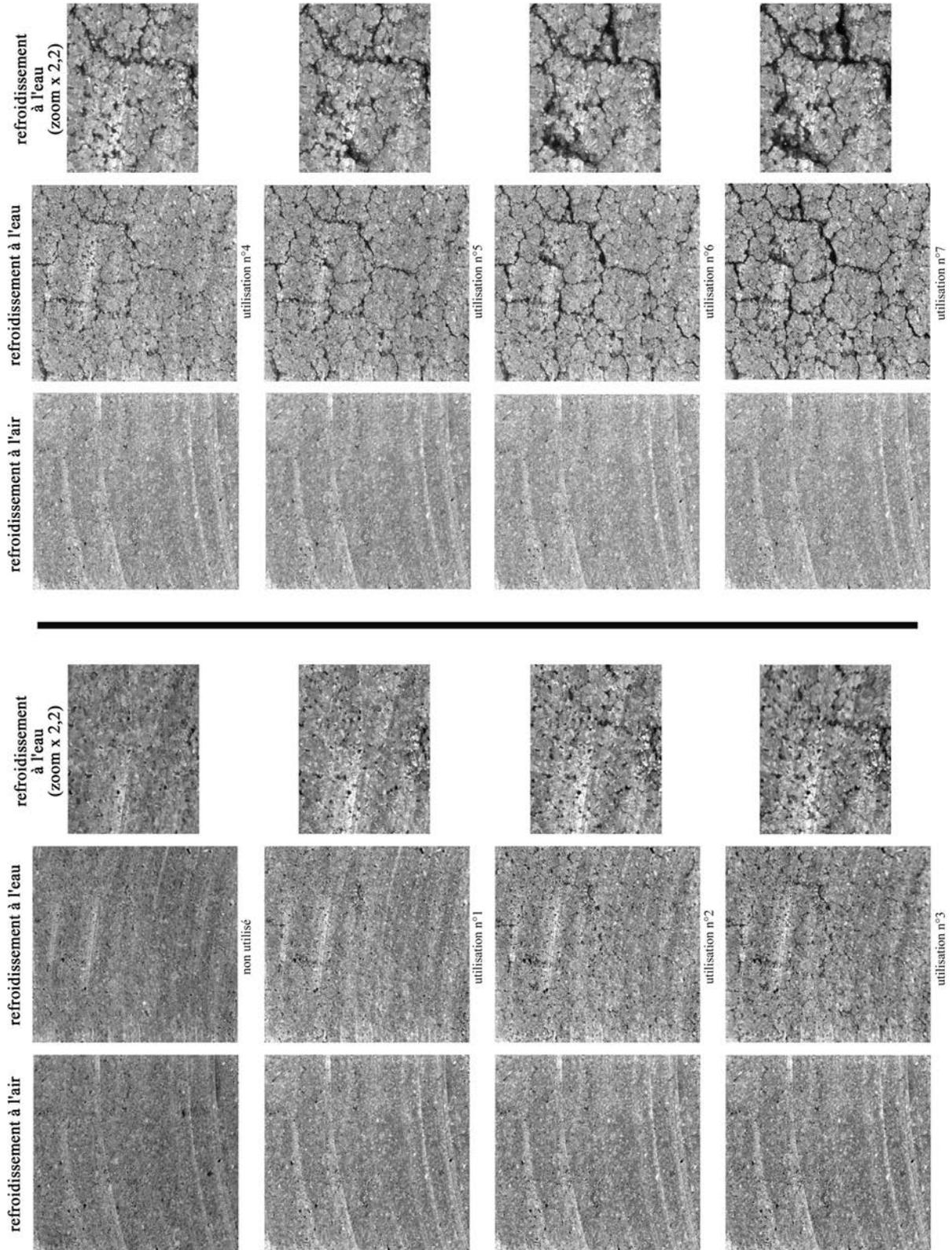


Figure 41 – Surface scannée des roches expérimentales

Ainsi la porosité estimée (Figure 42) semble être plus ou moins constante pour la roche refroidie à l'air, tandis que pour l'autre, nous pouvons noter une augmentation importante, proportionnelle au nombre de réutilisation. Nous pouvons expliquer cela par une augmentation de l'espace entre les grains de quartz et leur disparition, créant ces creux dans la surface ou élargissant ceux préexistants.

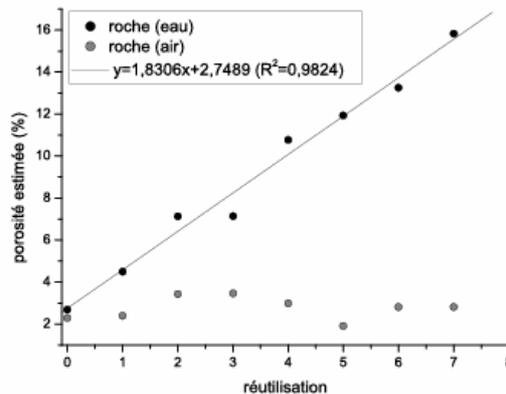


Figure 42 – Porosité des roches de grès en fonction de la réutilisation (images traitées avec Adobe Photoshop®)

En conséquence, la surface de la roche se retrouve couverte par un réseau de fissures qui suivent les pores présents à la surface de la roche, ce qui la fragilise. De plus, ce type de fissurations et de fracturations est sensiblement différent de celles qui se forment durant le chauffage d'un grès dans un foyer en conditions réelles et qui sont provoquées par des variations brusques de températures. Ces altérations sont plus conchoïdales, en pelures d'orange, par rapport à celles observées dans cette expérimentation qui sont plus irrégulières.

### II.3.3. Expérimentation, approche par microscopie électronique

Pour définir de manière plus précise les processus d'altération observés macroscopiquement, nous avons entrepris une étude par microscopie électronique focalisée principalement sur la transformation du ciment.

#### II.3.3.1. Protocole expérimental

Quatre roches, provenant d'un même bloc initial (grès de Fontainebleau), ont été analysées par microscopie électronique. La première n'est pas chauffée et correspond donc au bloc à son état naturel. La deuxième est une roche qui a été chauffée au four pendant deux heures à 600°C dans un four électrique et refroidie à l'air. La troisième roche est issue d'une expérimentation culinaire de laboratoire. Nous avons utilisé ce bloc de grès pour cuire des

végétaux (*Spinacea oleracea*) par bouilli. La roche a été chauffée dans les mêmes conditions que précédemment mais a été plongée dans de l'eau chaude (92°C) pour simuler une pré-cuisson d'une durée effective de 60 min (Figure 43). L'ébullition a été immédiate et a commencé à décroître après 43s, l'activité macroscopique (ébullition et frémissement) a totalement été terminée après deux minutes. La roche a été maintenue dans l'eau pendant cinq minutes supplémentaire puis est séchée à l'air ambiant.

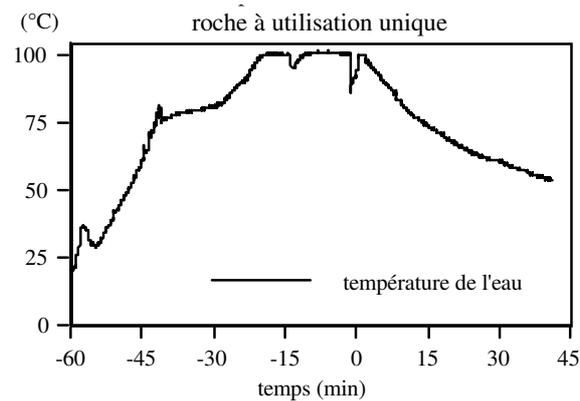


Figure 43 – Courbe de température de l'eau de l'expérimentation de cuisson d'épinard. Le zéro correspond à l'immersion de la roche

La quatrième roche correspond à une roche réutilisée. Les conditions de l'expérimentation sont identiques à la précédente à l'exception de l'eau qui n'est pas préchauffée. La roche est utilisée comme la première mais lorsque la température de l'eau commence à refroidir, la roche est chauffée à nouveau, d'abord pendant 25min puis huit fois pendant 10min (Figure 44). Lors de cette expérimentation, l'eau n'a pas bouillie, la température maximale a été de 84°C, mais nous avons pu noter une ébullition locale (autour de la surface de la roche). Le temps de cuisson total de l'expérimentation a été de 139min mais la roche a été dans l'eau uniquement 28,5min (temps d'immersion cumulé) Lors de l'immersion finale, la roche a été maintenue dans l'eau pendant cinq minutes supplémentaires puis a été séchée à l'air ambiant.

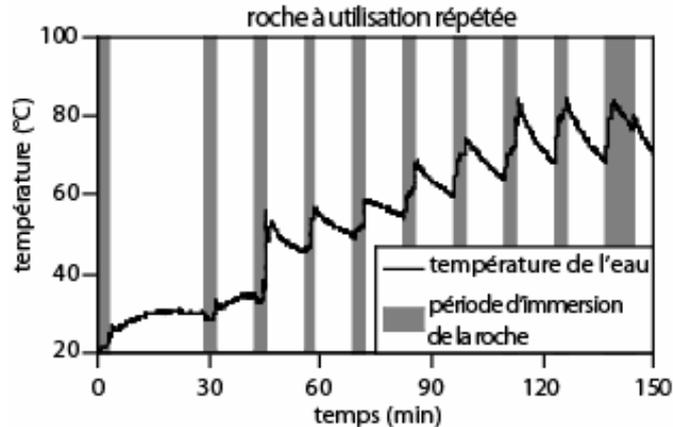


Figure 44 – Température de l’eau de l’expérimentation avec roche réutilisée

### II.3.3.2. Matériels et méthodes

Les échantillons ont été analysés au M.E.B. par un microscope JEOL-JSM-6400 couplé à une sonde X pour l’analyse EDS (Energy Dispersive Spectrometry) d’Oxford Isis. La surface est scannée avec un faisceau d’électrons secondaires et rétrodiffusés.

### II.3.3.3. Résultats et discussion

Pour la roche non chauffée (Figure 45), nous pouvons caractériser ce ciment comme une pâte fine et homogène riche en fer. Ce ciment remplit les espaces intergranulaires, sous une forme de plaquage, recouvrant et masquant la surface des grains de quartz.

L’étude de la roche chauffée et refroidie à l’air met en relief les altérations provoquées par le processus de chauffage. Nous pouvons noter une altération légère du ciment, traduite par une diminution quantitative dans les espaces intergranulaires. Dans certaines zones, ce ciment devient pulvérulent. Le recouvrement de la surface des grains continue d’exister, mais l’aspect est craquelé.

Pour la roche refroidie dans l’eau, les altérations sont beaucoup plus importantes. Nous pouvons observer la disparition du ciment des espaces intergranulaires et de la surface des grains. Quand le ciment persiste, nous ne pouvons plus le décrire comme une pâte homogène mais plutôt comme un agrégat de grain de quartz microgrenu. Par conséquent, nous pouvons observer que l’utilisation de cette technique détériore réellement le ciment de la roche.

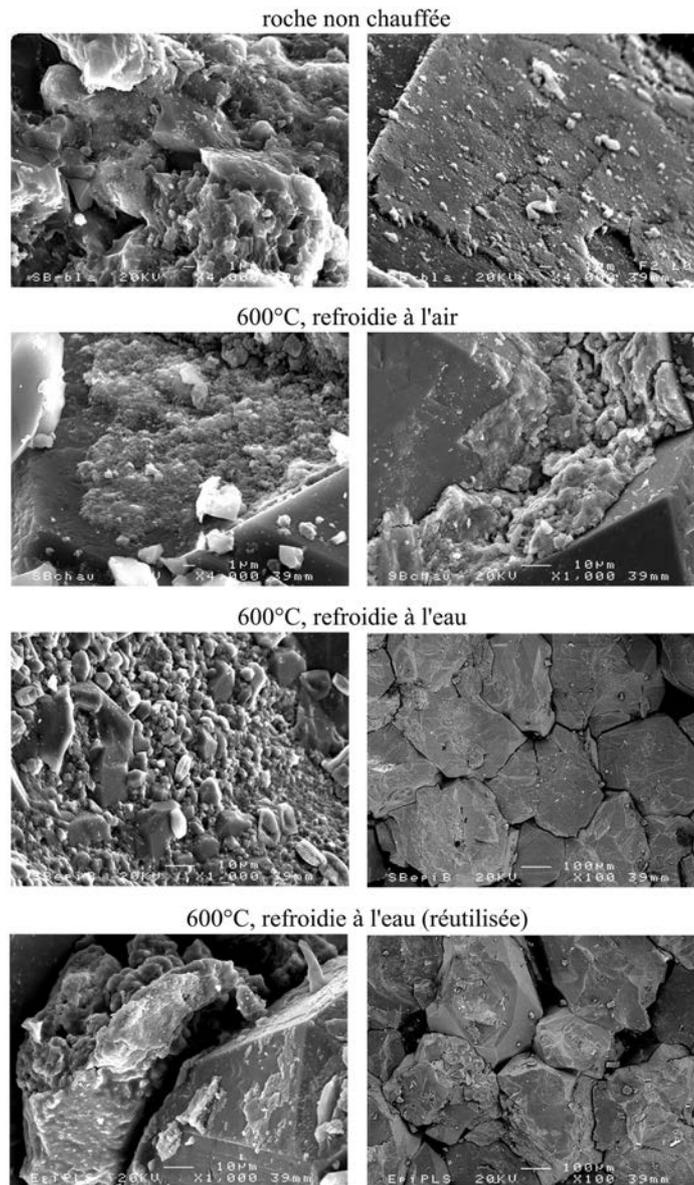


Figure 45 – Photographie M.E.B. des roches expérimentales

Ces altérations deviennent de plus en plus marquées lorsque la roche est réutilisée. Le ciment est désorganisé et dissocié, même si certains lambeaux de plaquages recouvrant la surface des grains persistent. Plus généralement, les grains semblent être désolidarisés avec des espaces intergranulaires important souvent vides de ciment. Les grains de quartz sont également altérés, ils semblent écaillés et présentent d'importantes fissures. Cette forte altération du ciment explique les altérations que nous avons observées à l'échelle macroscopique (augmentation de la porosité, fissures...).

Ces différences d'altération entre les roches refroidies à l'air et à l'eau semblent être dues à un lessivage de la roche lors du processus d'ébullition qui enlève la partie désolidarisée du ciment qui peut être récupéré sous la forme d'une poussière de roche au fond du récipient

après l'expérimentation. Ainsi, il existe une altération spécifique à cette technique de cuisson (augmentation de la porosité, fissurations et fracturations liées à la dégradation par lessivage du ciment) et qui augmente avec la réutilisation de la roche.

Donc, la réutilisation provoque sur le grès des altérations spécifiques à la technique de cuisson de bouilli par pierres chauffantes. L'identification de ces altérations sur le matériel archéologique peut permettre la mise en évidence de l'utilisation de cette technique.

## II.4. Analyse chimiques des résidus alimentaires de cuisson avec des roches chauffées

---

### II.4.1. Préambule

La culture matérielle est l'objet d'étude de l'archéologie. Cependant, ce terme ne se limite pas seulement aux productions mais également aux déchets issus des différentes activités humaines. Les produits organiques sont donc un des aspects de la culture matérielle. Ainsi même si l'on considère que les vestiges archéologiques sont inorganiques, la matière organique foisonne. On la retrouve sous trois formes. Des objets divers (récipients, outils...) d'une forme plus ou moins reconnaissable peuvent être découverts, souvent dans des conditions de conservation particulières (le plus souvent liées à des milieux secs ou humides). Ils peuvent être également découverts sous une forme amorphe, matériaux organiques dont la nature n'est plus reconnaissable (Regert 1996) qui correspond généralement aux restes de bitumes, résines et colles ou aux caramels de cuisson. Finalement, cette matière organique est présente, généralement invisible, associée à la matrice inorganique de différents vestiges (résidus osseux, sédiments, roches, céramiques...). Ainsi, comme tous matériaux, la matière organique peut et est analysée en archéologie. Si la première catégorie fait appel aux techniques descriptives classiques ainsi qu'à des identifications biologiques pour caractériser ces matériaux, de manière plus globale, les résidus organiques sont analysés suivant l'une de ces approches :

- Caractérisation des anticorps pour identifier la nature animale des résidus
- ADN
- Isotopes stables
- Caractérisation chimique des assemblages moléculaires, principalement lipidiques, constituant cette matière organique

Depuis maintenant les années soixantes, les résidus lipidiques archéologiques sont analysés de plus en plus fréquemment. Les techniques employées sont issues des techniques de biogéochimie et notamment des avancées réalisées dans les analyses réalisées dans le domaine pétrolier. Les premières caractérisations de produits organiques provenant de

contextes archéologiques ont été entreprises sur des résidus amorphes, adipocires découvertes dans des cimetières médiévaux (Den Dooren De Jong 1961), graisses contenues dans un vase provenant d'un cimetière romain (Jacky et al. 1964), *bog butter*<sup>3</sup> (Morgan et al. 1973; Thornton et al. 1970). Ce type d'analyse a également été rapidement appliquée à l'étude de la matière organique contenu dans les tessons céramiques (Condamin et al. 1976; Passi et al. 1981; Patrick et al. 1985; Rottländer 1983; Rottländer 1985; Rottländer & Schlichtherle 1979, 1983). Aujourd'hui, on analyse les résidus organiques provenant principalement de céramiques mais également de restes amorphes (caramels, brais, bitumes...), d'os ou de corps décomposés (de la momie à l'adipocire), de roches (mortiers ou roches brûlées), de sédiments (provenant de couches ou associés à des structures comme des fosses ou des foyers)...

De même, les techniques ont beaucoup évolué. Les premières analyses réalisées par chromatographie sur couche mince (TLC) ont rapidement laissé leur place à la chromatographie en phase gazeuse (GC-FID) et beaucoup plus rarement à chromatographie en phase liquide à haute pression (HPLC) ou à la spectrométrie infrarouge. Mais c'est la chromatographie en phase gazeuse couplée à la spectrométrie de masse (GC-MS) qui a permis le plus de développement et qui est devenu la technique d'analyse standard.

Toutes ces techniques ont pour objectif de définir la composition moléculaire d'un échantillon, puis d'interpréter cette composition en relation avec une problématique archéologique. L'optique adoptée est généralement fonctionnelle et cherche à identifier l'origine taxonomique de la matière organique.

L'exemple donné par le récent article de Barnard et de ses collègues (Barnard et al. 2007) montre le besoin évident de définir clairement les principes d'interprétation des résidus organiques d'origine archéologique. En effet, dans cet article, plusieurs tessons d'un même vase céramique expérimental où a été chauffé du lait de camélidé ont été analysés à l'aveugle dans différents laboratoires. Aucun de ces laboratoires n'a pu identifier le contenu exact de ces tessons et les différentes interprétations données montrent qu'elles sont dépendantes des modèles interprétatifs utilisés.

---

<sup>3</sup> Que l'on pourrait traduire par « beurre de tourbière ». On retrouve fréquemment enterré (pour la conservation semble-t-il) dans les tourbières d'Ecosse et d'Irlande des récipients en bois remplis d'un contenu cireux blanc identifié chimiquement comme du beurre ou de la graisse animale (Berstan et al. 2004).

Il nous faut donc préciser certains points concernant les principes d'interprétation des résidus organiques. La distribution des acides gras est souvent utilisée. Cependant, certains auteurs reprochent une certaine méconnaissance des processus d'altération ainsi que des modifications de cette distribution lors de processus de dégradation (Evershed 1993; Heron & Evershed 1993; Regert 1996; Regert et al. 1998). Cependant, l'emploi récent du couplage des analyses isotopiques aux techniques de chromatographie permet d'obtenir les valeurs isotopiques sur des molécules ciblées dans un mélange. Cette technique est notamment utilisée dans les problématiques liées à l'identification de produits laitiers (Copley et al. 2003; Copley et al. 2005a; Copley et al. 2005b; Copley et al. 2005c; Copley et al. 2004; Craig 2002; Craig et al. 2004; Craig et al. 2005; Evershed et al. 2002b; Spangenberg et al. 2006). L'autre principe est de chercher des biomarqueurs témoignant de l'origine des produits contenus (Heron & Evershed 1993). Il semble que ces deux aspects soient fondamentaux et complémentaires dans l'interprétation de ce contenu organique. L'étude des distributions et l'utilisation de différents indices sur certaines familles de molécules (acides gras, stérols, alcanes...) permettent de mettre en évidence les informations portées par l'assemblage moléculaire d'un échantillon, informations complétées par la présence de certains biomarqueurs ou même de technomarqueurs.

Les assemblages moléculaires archéologiques sont généralement le résultat d'un mélange de produits animaux et végétaux d'origines diverses qui sont soumis à des processus d'altérations d'origines anthropiques, fruits de différents procédés techniques auxquels ils sont soumis et d'origines naturels lors des processus post-dépositionnels. Ces différents assemblages permettent à notre avis de tirer des tendances technologiques et taxonomiques concernant l'origine des différents éléments qui les composent.

Notre équipe a déjà défini en partie les principes interprétatifs utilisés (March & Lucquin 2006, sous-presse). Ces principes s'inscrivent dans un modèle interprétatif évolutif (Figure 46) dont les données proviennent essentiellement de trois types de contextes : le contexte archéologique, le contexte expérimental de laboratoire et le contexte expérimental en condition réaliste. Le contexte archéologique inclut tous types de données archéologiques et ethnographiques liées aux échantillons dont la reconstruction historique des structures de combustion. Le contexte d'expérimental réaliste est complexe en raison de nombre de variables intervenant dans ce type d'expérimentation (fonctionnement de foyer, cuisson, dégradation...). Cependant, il permet de comprendre les interactions entre de nombreux

processus qui peuvent être étudié de manière isolée en contexte de laboratoire. Par exemple, lors d'une cuisson alimentaire dans un foyer, la graisse provenant des aliments se trouve mélangée aux charbons, cendres et sédiments et est soumise à différents processus thermiques. En laboratoire, les expérimentations sont conçues pour étudier un nombre de variables restreint et de manière isolée.

#### **Contexte archéologique**

*Données paléoenvironnementales :*

- Analyse du sol
- Etude micromorphologique
- Données archéozoologiques
- Données anthracologiques

*Culture matérielle :*

- Données ethnographiques
- Economie
- Technologie
- Plus spécifiquement données sur la reconstitution historique des structures de combustion

#### **Contexte expérimental réaliste**

*Analyse chimique de :*

- Expérimentations en foyer
- Expérimentations de cuisine
- Expérimentations de dégradation

#### **Contexte expérimental de laboratoire**

*Analyse chimique de :*

- Expérimentations de chauffe de témoins isolés (os, charbon, pierre) ou de molécules (acides gras, alcanes stérols)
- Expérimentation de cuisine
- Expérimentation de dégradation

Figure 46 – Modèle interprétatif évolutif (March & Lucquin 2006, sous-presse)

Ainsi, un certain nombre de postulats ont pu être établis afin de former le cadre général d'interprétations des acides gras et alcanes dans le contexte des foyers archéologiques (March et al. 2003a) :

- les acides gras sont plus abondants que les alcanes dans les organismes vivants
- les acides gras d'origine biologique sont majoritairement pairs et les alcanes impairs
- les acides gras et les alcanes des végétaux se différencient des composés animaux par la présence de chaînes longues
- la dégradation thermique doit conduire à un décalage des longueurs de chaînes vers les acides et alcanes courts et aussi à une disparition ou une diminution de la prédominance (paire ou impaire)
- les dégradations non thermiques (après l'arrêt de l'utilisation du foyer) doivent entraîner aussi une diminution ou une disparition de la prédominance paire ou impaire,

le décalage vers les courts est moins évident puisque les longues chaînes sont plus résistantes aux attaques bactériennes

Ce cadre interprétatif, basé à la fois sur l'étude des distributions des acides gras et des alcanes ainsi que sur l'identification des différents biomarqueurs, a été développé dans le contexte de l'étude des structures de combustion. Il a permis également, à partir d'expérimentations, de définir les signatures chimiques de charbons, de cendres ou encore de graisses animales cuites (March 1995b; March 1999; March et al. 1989; March & Lucquin 2006, sous-presse).

L'analyse expérimentale que nous avons réalisée s'inscrit dans la continuité de la réalisation de ce cadre interprétatif. Cependant, notre objectif est de mettre en évidence de nouvelles clefs d'interprétations de ces assemblages moléculaires du point de vue des techniques de cuisson et non de celui des structures de combustion. Cette recherche de « technomarqueurs » est en soi assez originale, là où jusqu'à présent, c'est principalement la définition de l'origine de ces matières dont il est question. Cette approche est néanmoins complétée plus classiquement par cette mise en évidence de signatures chimiques pouvant indiquer l'origine des aliments cuisinés.

Afin de construire notre nouveau cadre interprétatif, nous avons réalisé l'analyse de produits crus et de résidus lipidiques contenus dans des supports rocheux après la réalisation d'expérimentations culinaires. Les résultats obtenues sur les différentes familles de lipides considérés (acides gras, hydrocarbures, stérols, cétones et lactones) sont alors confrontés aux données bibliographiques existantes.

## **II.4.2. Matériels et méthodes**

Nous décrivons ici les modes de préparations et d'analyses des échantillons expérimentaux et archéologiques.

### **II.4.2.1. Préparation des échantillons :**

- Les prélèvements de sédiments sont réalisés directement lors de la fouille. Ils sont conservés dans du papier aluminium afin d'éviter toute contamination des matières organiques. Ils ont ensuite été séchés à froid par lyophilisation au laboratoire, puis ont été broyés finement.

- Les roches brûlées sont échantillonnées après lavage classique. Si elle ne présentent pas d'adhérences de surfaces, elles sont nettoyées par ultrasons pendant quelques minutes dans un bain d'acide chlorhydrique dilué pour les roches présentant de la calcite à leurs surfaces (Pincevent) puis / ou rincées plusieurs fois à l'eau distillée, puis à l'acétone et au dichlorométhane. Les roches expérimentales sont uniquement rincées à l'eau distillée, puis à l'acétone et au dichlorométhane. Elles sont ensuite concassée et broyées finement.

- Les adhérences de la roche brûlée sont prélevées avec une micro-foreuse après lavage classique et rinçage à l'eau distillée, acétone et dichlorométhane de sa surface.

- Les tessons de céramique ont été échantillonnés après lavage classique. Lorsque des adhérences sont présentes à la surface des céramiques, nous les prélevons à l'aide d'un scalpel ou d'une micro-foreuse (Dremel). La surface interne de la céramique est nettoyée par abrasion avec une micro-foreuse du premier demi millimètre (à l'exception des céramiques présentant des adhérences). Nous prélevons ensuite l'intérieur de la céramique à l'aide d'une micro-foreuse puis nous le broyons finement.

- Toutes traces de marquage sur des objets archéologiques est enlevées lorsqu'il existe par abrasion par une micro-foreuse (Dremel) de la zone marquée.

- Les aliments crus (feuilles, racines et viandes) sont d'abord séchés à froid par lyophilisation au laboratoire. Ces derniers ainsi que les graines sont ensuite mixés directement dans un mélange de chloroforme / méthanol (voir *infra*).

- Pour estimer la contamination de nos échantillons archéologiques, nous réalisons des témoins de sédiments environnants théoriquement non anthropisé. De plus, nous réalisons régulièrement des témoins blancs de laboratoire.

#### **II.4.2.2. Extraction, séparation**

- Les échantillons sont extraits par un mélange de chloroforme méthanol (1:2) proportionnel à la masse d'échantillon à deux reprises par ultrasonication pendant 90 min à 40°C.

- L'extrait obtenu est alors séparé selon la méthode McCarthy et Duthie (1962) dans une colonne de silice imprégnée par un mélange d'isopropanol-potassium. Nous obtenons

deux fractions : l'une contenant les acides organiques qui seront par la suite dérivés en esters méthyliques et l'autre contenant les molécules neutres.

- La fraction neutre est séparée par chromatographie liquide en quatre sous-fractions neutres par élution avec un mélange heptane/éther de polarité croissante (1/0, 3/1, 1/1, 0/1). La première fraction contient les hydrocarbures, la deuxième les aldéhydes et cétones, la troisième les alcools et les lactones, et la dernière ne contient généralement pas de molécules

- Les cinq fractions obtenues sont ensuite analysées en chromatographie en phase gazeuse (GC-FID) et en chromatographie en phase gazeuse couplée à la spectrométrie de masse (GC-MS). L'identification des différentes molécules se fait par rapport à leur temps de rétention, en comparaison avec des étalons standards de molécules organiques (acides gras, alcanes, stérols), à leur fragmentation à la spectrométrie de masse et en comparaison avec des bibliothèques de spectre de masse (Nist, NBS75K et Wiley). Nous n'avons pas utilisé de standards internes pour éviter toute contamination, notre laboratoire considérant les extraits organiques comme des artefacts archéologiques (de ce fait non répliquable). La quantification est réalisée à partir de dilution des différentes fractions à un volume connu (l'erreur est estimée à 2,43% pour la fraction acide et 1,88% pour la fraction neutre<sup>4</sup>, valeurs que nous considérons comme acceptables). Les aires de chromatographie (GC-FID) sont transformées en concentration massique ( $\mu\text{g}\cdot\text{g}^{-1}$  d'échantillon) selon une courbe de correction établie à l'aide des différents standards des acides gras et les n-alcanes ou selon le standard de masse molaire le plus proche pour les stérols (voir annexe).

### **II.4.2.3. Chromatographie en phase gazeuse**

L'analyse est réalisée par un appareil Hewlett Packard (HP 6890 série) équipé d'un détecteur FID à une température de 250°C et d'une colonne capillaire HP-5 (5%-Phenyl)methylpolysiloxane, 0,25mm de diamètre interne, 30m de longueur et 0,25 $\mu\text{m}$  d'épaisseur de phase). L'hélium est utilisé comme gaz vecteur (1mL/min). L'injection est faite splitless à une température de 250°C.

Différents programmes de températures ont été utilisés pour l'analyse des échantillons. Le premier, utilisé pour toutes les fractions, la température du four passe de 40°C à 300°C à un

---

<sup>4</sup> L'erreur est calculée à partir de 20 dilutions standards à 1mL pour la fraction acide et 0,15mL pour les fractions neutres.

rythme de 4°C/min puis est maintenue isotherme pendant 30min. Pour la fraction acide et la première sous-fraction neutre, la température du four passe de 100°C à 300°C à un rythme de 10°C/min puis est maintenue à 300°C pendant 10min. Pour les trois autres fractions neutres, la température du four passe de 100°C à 380°C à un rythme de 10°C/min puis de 280°C à 300°C à 4°C/min puis est maintenue à 300°C pendant 10min.

#### **II.4.2.4. Chromatographie en phase gazeuse couplée à la spectrométrie de masse**

L'analyse est réalisée par un appareillage Hewlett Packard (HP 6890 couplé à un HP 5973 quadrupole mass selective detector) équipé d'une colonne capillaire DB5-ms apolaire ((5%-Phenyl)methylpolysiloxane, 0,25mm de diamètre interne, 30m de longueur et 0,25µm d'épaisseur de phase). La chromatographie est réalisée dans les mêmes conditions que l'analyse en GC. La MS fonctionne en mode d'impact d'électron à 70eV, la température de la source est de 250°C, e courant d'émission à 1mA et une détection multiple d'ions avec une gamme de 40 à 800 amu.

#### **II.4.2.5. Analyses mathématiques et statistiques**

Les analyses mathématiques et statistiques des données chimiques sont réalisées à l'aide des programmes Excel, Origin et Past.

### **II.4.3. Référentiel expérimental**

La mise en place de notre modèle d'interprétation repose sur la réalisation d'un référentiel expérimental complété par des données issues de la littérature. Ce corpus se compose à la fois d'aliments crus et du produit d'expérimentations à vocation culinaire que ce soit en conditions de laboratoire ou sur le terrain, en conditions « réalistes » (March & Lucquin 2006, sous-presse).

#### **II.4.3.1. Produits crus**

Les produits crus analysés sont d'origine eurasienne. Pour les végétaux, la sélection de ces aliments n'est pas basée sur leur disponibilité aux périodes étudiées et sur les témoignages archéologiques de leur consommation. En effet beaucoup de ces produits sont difficilement disponibles et il n'est pas impossible que des changements minimes soient observés, conséquence des systèmes de production actuels. Nous avons préféré choisir un certain

nombre de produits représentatifs des différents types d'aliments, variant dans les parties consommables pour mettre en évidence certaines différences. Ainsi, nous avons considéré trois types de produits, les racines, les graines et les feuilles. Il est néanmoins possible de réaliser d'autres distinctions au sein de ce corpus, certaines plantes sont oléagineuses (noisette), d'autres sauvages (carotte sauvage, ortie)...

Pour les produits d'origine animale, seules des pièces de viande ont été analysées. Les espèces choisies sont des espèces très courantes, sous une forme sauvage, pour le Paléolithique (renne<sup>5</sup> et cheval) ou sont les espèces domestiquées les plus fréquentes pour les périodes postérieures (bœuf, mouton et porc).

<i>Nom vernaculaire</i>	<i>Nom latin</i>	<i>Famille</i>	<i>Partie</i>	<i>code</i>
Blé	<i>Triticum sp.</i>	Poacées	Graine	[BLE]
Engrain	<i>Triticum monococcum</i>	Poacées	Graine	[ENG]
Orge	<i>Hordeum vulgare</i>	Poacées	Graine	[ORGE]
Avoine	<i>Avena sativa</i>	Poacées	Graine	[AVO]
Fève	<i>Vicia faba</i>	Fabacées	Graine	[FEVE]
Noisette	<i>Corylus avellana</i>	Betulacées	Graine	[NST]
Epinard	<i>Spinacia oleracea</i>	Chénopodiacées	Feuille	[EPI]
Chou cabus blanc	<i>Brassica oleracea capitata</i>	Brassicacées	Feuille	[CHOU]
Ortie	<i>Urtica dioica</i>	Urticacées	Feuille	[ORT]
Carotte	<i>Daucus carotta</i>	Apiacées	Racine	[CARD]
Carotte sauvage	<i>Daucus carotta</i>	Apiacées	Racine	[CARS]
Panais	<i>Pastinaca sativa</i>	Apiacées	Racine	[PAN]
Chou-rave	<i>Brassica oleracea gongylodes</i>	Brassicacées	Racine	[CHRV]
Betterave	<i>Beta vulgaris</i>	Chénopodiacées	Racine	[BTRV]
Cheval	<i>Equus caballus</i>	Equidés	Viande	[CHVL]
Renne	<i>Rangifer tarandus</i>	Cervidés	Viande	[RENNE]
Bœuf	<i>Bos bovis</i>	Bovidés	Viande	[BF]
Agneau	<i>Ovis aries</i>	Bovidés	Viande	[AGN]
Porc	<i>Sus scrofa</i>	Suidés	Viande	[PORC]

Tableau I – Tableau récapitulatif du corpus d'aliments crus

<sup>5</sup> Il nous faut préciser que nous n'avons pu disposer de viande de renne cru. Nous avons donc porté notre choix sur une rôtie de renne fumé d'origine commerciale.

## II.4.3.2. Expérimentation culinaire : griller avec des pierres chauffantes

### II.4.3.2.1. Cuisson de bœuf

#### II.4.3.2.1.1. Expérimentation bœuf 1

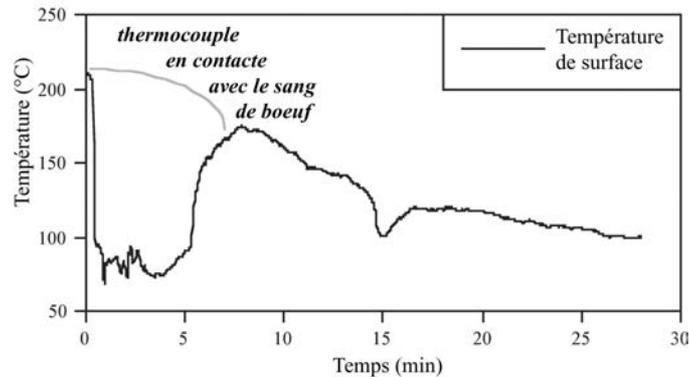


Figure 47 – Courbe de température de surface de l'expérimentation de grillade de bœuf 1

L'expérimentation réalisée est la cuisson en laboratoire de viande de bœuf (basse côte) par grillade sur roches chauffantes. Un bloc de grès a préalablement été chauffé au four électrique à une température de 600°C pendant une heure. Ce bloc est sorti du four et un thermocouple de type K est placé sur sa surface. Une première pièce de viande est placée sur la roche et est laissée cuire sur la roche pendant une dizaine de minute. La roche étant encore suffisamment chaude, on renouvelle l'expérience avec une nouvelle pièce de viande. Lors de la cuisson, on peut constater que la température de la surface de cuisson a été comprise entre environ 210°C et 120°C, en dehors de la phase où le thermocouple a été en contact avec le bœuf. La roche est ensuite laissée à refroidir à température ambiante. On peut constater par la mise en place d'un noircissement, que la matière organique a pénétré sur plus de 2cm de profondeur dans la roche. L'échantillon analysé, [GBF1] correspond à cette zone noircie.



Figure 48 – Noircissement de la surface de cuisson et en profondeur de la roche de l'expérimentation de grillade de bœuf 1

#### II.4.3.2.1.2. Expérimentation bœuf 2

Cette expérimentation est très similaire à l'expérimentation précédente, si ce n'est que la pièce de bœuf est ici de la viande pour bourguignon correspondant à l'analyse du bœuf cru. La roche utilisée est un fragment de bloc de grès de 767g de forme aplatie. Cette roche a été chauffée pendant deux heures à 600°C dans un four électrique. Ce bloc est sorti du four et un thermocouple de type K est placé sur sa surface. Nous réalisons la cuisson sur la face corticale de trois pièces de viande pendant un total de 17min (Figure 49).



Figure 49 – Expérimentation de grillade de bœuf 2

Lors de la cuisson on peut constater que la température de la surface de cuisson a été comprise entre 225°C et 123°C. La roche est ensuite laissée à refroidir à température ambiante (Figure 50). Nous pouvons observer un noircissement sur la surface de la roche néanmoins rien n'est visible en coupe. L'échantillon analysé est nommé [GBF2].

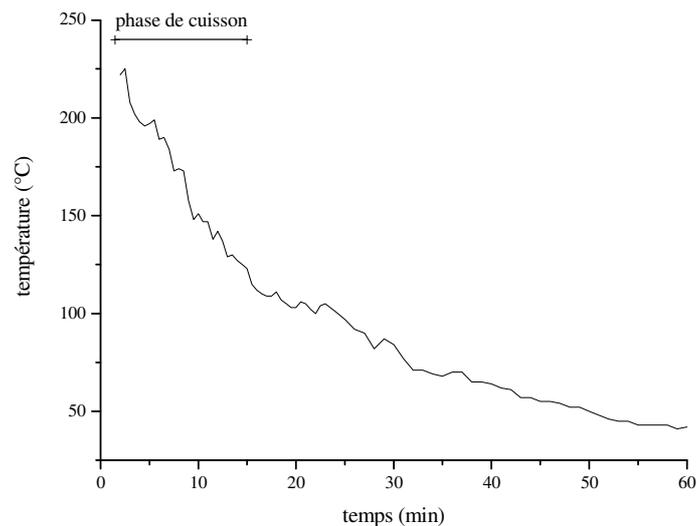
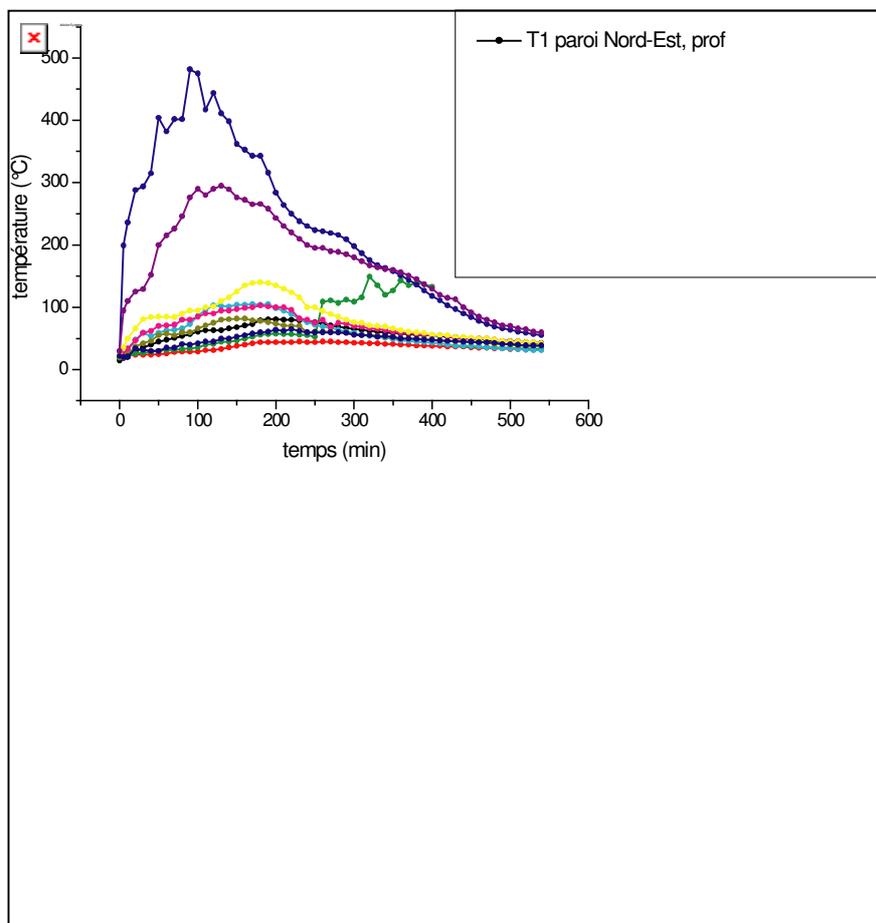


Figure 50 – Courbe de température de surface de l'expérimentation de grillade de bœuf 2

#### II.4.3.2.1.3. Expérimentation bœuf 3

Cette expérimentation est réalisée en contexte réaliste par R. J. March et date de 1990. La structure réalisée est un foyer en cuvette à bordure de roches inspiré du foyer L115 du niveau IV<sub>20</sub> de Pincevent (Leroi-Gourhan & Brézillon 1972; March 1995b). Les températures de la structure sont contrôlées et enregistrées par des thermocouples de type K placés dans le sol de la structure ou sur la face interne des roches de la bordure. Le feu est allumé dans la structure et atteint, après une centaine de minutes, des températures proches de 500°C au fond de la structure et sur la paroi interne de certaines roches (Figure 51). Après plus de trois heures d'allumage, le foyer cesse d'être alimenté en bois.



On y dépose alors un os de bœuf pour faire fondre sa moelle en la faisant chauffer sur une roche par grillade (Figure 52). La température de cette roche est alors de 195°C et diminue assez rapidement comme les autres roches du foyer. La moelle de l'os s'est répandue dans le foyer et sur la roche chauffée qui a servi de support de cuisson. Cette roche correspond à l'échantillon [GRMO].



Figure 52 – Extraction de la moelle de bœuf (expérience 10) (photo R. J. March)

#### II.4.3.2.2. Cuisson de sanglier

Comme l'expérimentation précédente, elle est réalisée en contexte réaliste par R. J. March et date de 1991. La structure réalisée est un foyer à plat sur dallage de meulière. Le foyer est allumé et est alimenté en combustible pendant trois heures. Pendant cette phase, la température de surface de la dalle centrale atteint 600°C. Ensuite, cette structure sert, pendant une phase d'une heure, à la cuisson de 7kg de viande de sanglier découpés en tranches fines. Lors de cette phase, la température de la dalle centrale diminue à environ 100°C. L'analyse porte sur une des roches du dallage ayant servie de surface de cuisson, [GSAN].

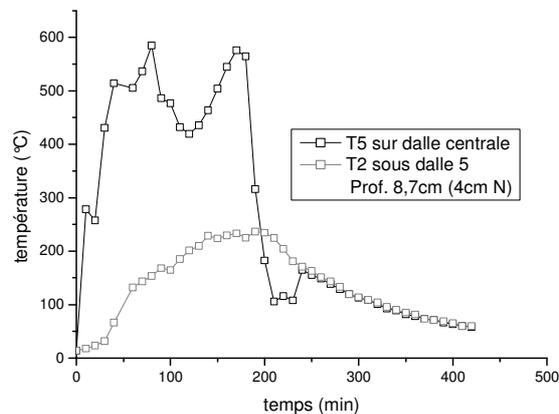


Figure 53 – Courbe de température de l'expérimentation de grillade de sanglier

#### II.4.3.2.3. Cuisson d'agneau et de saumon

L'ensemble des échantillons suivant provient de la même expérimentation. Cette dernière réalisée en contexte réaliste à l'archéodrome de Bourgogne à Beaune, est inspirée du modèle de structure réalisée pour cuire des saumons par des amérindiens de la côte nord ouest

des Etats Unis (Stewart 1977). La structure réalisée est une structure en fosse (1,60m x 1,10 x 0,45m). Au fond, nous déposons du petits bois qui est recouvert de bûches. Des galets de quartzite sont disposés sur ces bûches après que la combustion ait commencé. Les températures de la structure sont contrôlées et enregistrées par des thermocouples de type K. Ces thermocouples sont placés sur le sol de la fosse, d'autres sont enterrés au-dessous et finalement, quelques uns sont placés à l'intérieure des roches. Les températures maximales mesurées pour ces roches sont comprises entre 300°C et 600°C (Figure 54).

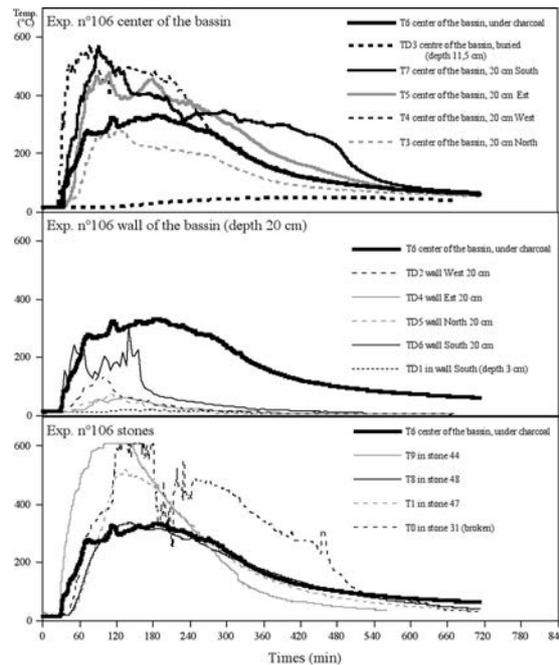


Figure 54 – courbe de température de l'expérimentation 106, foyer en fosse pour grillade par pierre chauffante (archéodrome de Beaune)

Après 180 min de chauffe, le feu est stoppé. Une moitié de la structure est utilisée pour la cuisson de deux saumons qui sont placés sur les roches chauffées. L'autre est dédiée à la cuisson d'un gigot d'agneau (Figure 55). L'expérimentation est stoppée lorsque le foyer est en équilibre avec la température ambiante. Ensuite la structure est fouillée comme un foyer archéologique et des échantillons, de sédiments et de roches, sont prélevés.



Figure 55 – Planche photographique du déroulement de l'expérimentation 106, foyer en fosse pour grillade par pierres chauffantes

Quatre échantillons prélevés dans la structure ont été analysés, un échantillon de sol [GSS] et une roche [GSR] correspondant à la zone de cuisson du saumon ainsi qu'un échantillon de sol [GAS] et une roche [GAR] correspondant à la cuisson de l'agneau.

### **II.4.3.3. Expérimentation culinaire : bouillir par des pierres chauffantes**

#### **II.4.3.3.1. La cuisson d'épinards**

Ces expérimentations correspondent aux expérimentations de cuisson pour l'analyse par microscopie électronique des altérations du ciment (II.3.3.1 p.119). La roche provenant de la première expérience avec une utilisation simple correspond à l'échantillon [SBEPS]. Celle de la deuxième expérimentation avec réutilisation correspond à l'échantillon [SBEPR].

#### **II.4.3.3.2. La cuisson de carotte**

##### *II.4.3.3.2.1. Expérimentation carotte 1*

Le protocole de cette expérimentation est similaire à celui de l'expérimentation de cuisson des épinards sans réutilisation de la roche (Figure 56). Cette roche correspond à l'échantillon [SBCL].

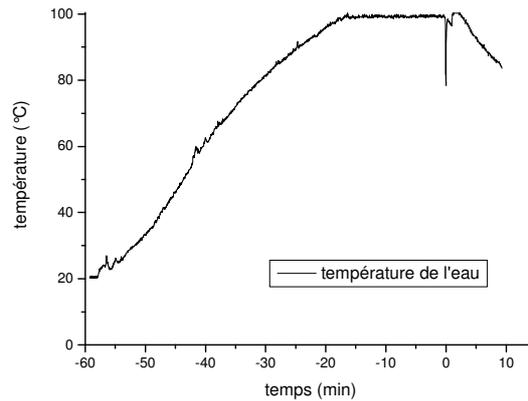


Figure 56 – Température de l'eau de l'expérimentation de cuisson de carotte 1, le zéro correspond à l'immersion de la roche

#### II.4.3.3.2.2. Expérimentation carotte 2

Cette expérimentation est une expérimentation en condition réaliste réalisée sur le site de Pincevent. La structure réalisée est un foyer à plat avec pavage de roche. La température du foyer est contrôlée par des thermocouples au niveau du sol et dans les pierres. Cette structure est utilisée pour le chauffage de quatre blocs de grès dont le volume moyen est de  $665 \pm 187$  mL. Ces ont été ajoutées entre 50 et 60 min après le démarrage. Le foyer atteignait déjà  $350^{\circ}\text{C}$ . Nous les disposons au-dessus de la structure, le plus proche possible du centre de chaleur. Les roches augmentent rapidement de température (Figure 57), après vingt minutes de chauffe, les températures sont entre 78 % et 100 % de la température maximum atteinte pour chacune d'elle. Elles sont laissées à chauffer pendant un peu plus d'une heure, puis sont plongées tour à tour dans un récipient en bois, fabriqué dans un tronc de bouleau. La température de ces roches à l'immersion est comprise entre  $248^{\circ}\text{C}$  et  $447^{\circ}\text{C}$ . Ces roches permettent de cuire 0,56 Kg de carotte dans 3,5 L d'eau. Nous avons réalisé une cuisson totale assez courte, environ 12 min au-dessus de  $90^{\circ}\text{C}$  et seulement quelques minutes d'ébullition. La dernière roche est laissée 20 min dans l'eau après ébullition. Cette roche correspond à l'échantillon [SBCT].

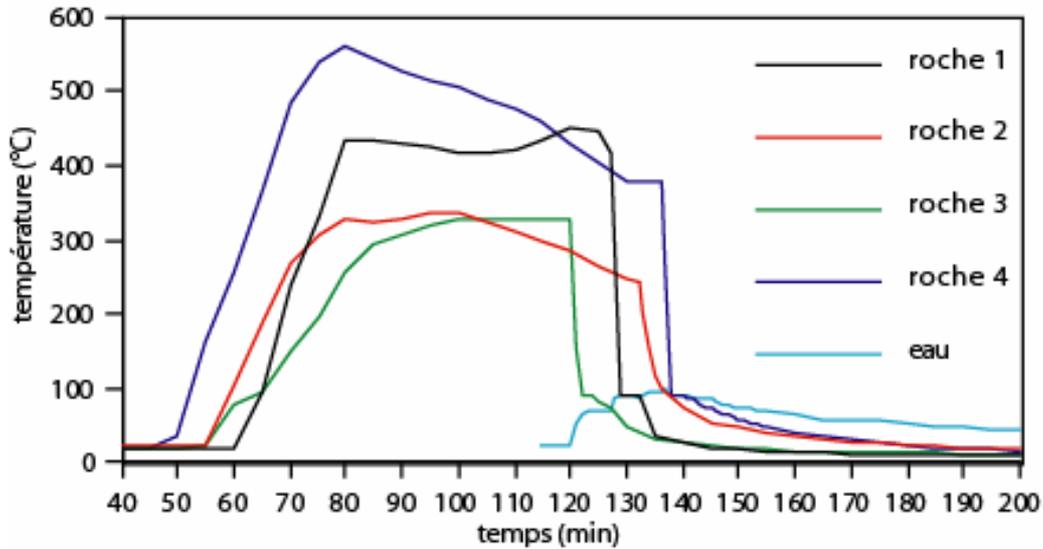


Figure 57 – Courbe de température de l'expérimentation de cuisson de carotte 2

### II.4.3.3.3. La cuisson du boeuf

#### II.4.3.3.3.1. Expérimentation boeuf 4

Cette expérimentation de laboratoire a consisté à faire cuire 275g de viande de bœuf (viande à bourguignon, identique à l'extrait de viande crue) dans 1L d'eau. Pour cela, sept fragments d'un même grès de masses comprises entre 71,5g et 392,5g sont chauffés pendant deux heures à 600°C dans un four électrique. Pendant l'expérimentation, nous mesurons la température de l'eau (Figure 58). Les roches sont plongées successivement dans l'eau pour maintenir les températures puis rechauffées dans le four électriques en attente d'une nouvelle utilisation. La première roche a permis d'atteindre la température de 72°C dans l'eau. La deuxième roche permet de réaliser une ébullition partielle de l'eau et c'est seulement avec la troisième roche que l'ébullition est atteinte au bout de 5 min. Il faut treize autres immersions de roches pour maintenir la cuisson pendant une trentaine de minutes (à 25min de cuisson, nous devons ajouter ébullition est interrompue à 25min ). Nous analysons une roche qui a été utilisée deux fois, [SBBF].

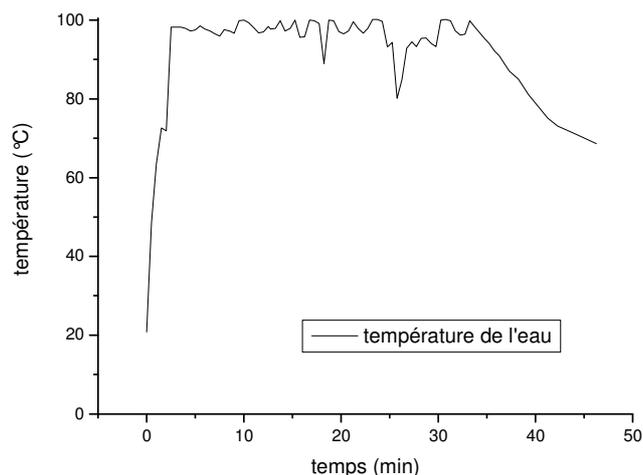


Figure 58 – Courbe de température de l'expérimentation de cuisson de bœuf 4

#### II.4.3.3.3.2. Expérimentation boeuf 5

Dans cette expérimentation, nous avons tenté de réaliser une extraction de graisse d'os à l'aide de cette technique de cuisson. Ainsi, nous avons utilisé 100g d'os débarrassés de la viande et de la moelle et concassé en esquille d'environ 1 à 2cm de long. Pour la cuisson, huit roches d'une masse comprise entre 127,6g et 296,2g et provenant du même bloc ont été chauffées à 600°C pendant une heure. Comme pour la précédente expérimentation, les roches sont utilisées de manière successive et ensuite rechauffées dans le four électrique en attente d'une nouvelle utilisation. L'ébullition totale apparaît avec l'immersion de la troisième roche au bout de six minutes. Il faut vingt-six autres immersions de roches pour maintenir une température proche de 100°C pendant un peu plus d'une heure (nous devons ajouter 250mL d'eau au bout de 35min pour compenser l'évaporation). A la fin de l'expérimentation, seule une fine pellicule huileuse est formée à la surface de l'eau. L'échantillon analysé, [SBOS] correspond à une roche réutilisée.

### II.4.3.4. Expérimentation culinaire : fours enterrés

#### II.4.3.4.1. Cuisson de carotte 3

Pour cette expérimentation, nous avons réalisé un four enterré de laboratoire. Nous remplissons le fond d'un récipient en verre d'une couche de coton imbibé d'eau pour simuler l'humidité du sol. Sur ce coton, on dépose du sable de Fontainebleau que l'on humidifie légèrement aussi. On chauffe au four électrique quatorze fragments provenant d'un même bloc de grès à 600°C pendant trois heures. A l'issue de cette chauffe, les blocs sont répartis

sur le sable et on y dépose des carottes. On referme de manière hermétique le récipient avec du papier aluminium. L'ensemble est laissé à cuire pendant une heure. On constate après cuisson que les roches présentent sur leur surface supérieure des taches noires provenant d'une carbonisation superficielle des carottes ainsi qu'un léger changement de teinte globale d'origine organique. Nous analysons une de ces roches [FECR] et le sable inférieur [FECS].

#### **II.4.3.4.2. Cuisson du porc**

L'analyse de cet échantillon est de type opportuniste. Il ne correspond pas vraiment à une expérimentation mais à un prélèvement suite à un repas organisé sur le site de Pincevent lors de son quarantième anniversaire. Nous nous rapprochons donc ici d'une expérimentation de type imitative sans contrôle des variables. La structure réalisée est donc une imitation de foyer polynésien adapté aux ressources locales du bassin parisien. La fosse réalisée est une fosse carrée d'environ 1,50 m de profondeur sur 3m de large. Elle a tout d'abord été remplie par du bois installé en pyramide sur laquelle ont été appuyé de nombreux blocs chauffés. Les matières premières utilisées ont été diverses, principalement du grès, mais aussi de la chaille, du granite, de la meulière... Le four a été allumé en début de matinée et a fonctionné jusqu'à mi-journée. Les roches ont été réparties au fond de la structure. Deux cochons coupés en deux sur leur longueur et enduits d'une marinade sont placés sur une grille métallique qui est déposée au dessus des roches. On y dépose également des tubercules (igname, patate douce, manioc...). L'ensemble est recouvert d'un tissu humide. On dépose ensuite des branchages encore vert et humidifié. L'ensemble est recouvert d'une bâche puis de sable afin de rendre la structure étanche. En début de soirée le four est ouvert et les aliments sortis et bien sur consommé. Nous prélevons le lendemain matin lorsque le four est refroidis plusieurs roches qui sont conservées dans du papier aluminium. Nous avons donc analysé une de ces roches correspondant à l'échantillon [FEPC].

### II.4.3.5. Liste de synthèse des échantillons expérimentaux analysés

Code échantillon	Technique de cuisson	Aliment	Localisation	Support analysé	Contexte expérimental
<b>GBF1</b>	Grillé	Boeuf	Viande	Roche	Laboratoire
<b>GBF2</b>	Grillé	Boeuf	Viande	Roche	Laboratoire
<b>GRMO</b>	Grillé	Boeuf	Moelle	Roche	Réaliste
<b>GSAN</b>	Grillé	Sanglier	Viande	Roche	Réaliste
<b>GAR</b>	Grillé	Agneau	Viande	Roche	Réaliste
<b>GAS</b>	Grillé	Agneau	Viande	Sédiment	Réaliste
<b>GSR</b>	Grillé	Saumon	Viande	Roche	Réaliste
<b>GSS</b>	Grillé	Saumon	Viande	Sédiment	Réaliste
<b>SBEPS</b>	Bouilli	Epinard	Feuille	Roche	Laboratoire
<b>SBEPR</b>	Bouilli	Epinard	Feuille	Roche	Laboratoire
<b>SBCL</b>	Bouilli	Carotte	Racine	Roche	Laboratoire
<b>SBCT</b>	Bouilli	Carotte	Racine	Roche	Réaliste
<b>SBBF</b>	Bouilli	Boeuf	Viande	Roche	Laboratoire
<b>SBOS</b>	Bouilli	Boeuf	Os	Roche	Laboratoire
<b>FECR</b>	Four enterré	Carotte	Racine	Roche	Laboratoire
<b>FECS</b>	Four enterré	Carotte	Racine	Sédiment	Laboratoire
<b>FEPC</b>	Four enterré	Porc	Entier	Roche	Réaliste

Tableau II – Table des échantillons expérimentaux de cuisson analysés

## II.4.4. Les résidus lipidiques soumis à l'action culinaire

### II.4.4.1. Les acides gras

Les acides gras sont un important groupe de composés organique lipidiques. Ils se présentent naturellement sous une forme libre où estérifiés en molécules plus complexes (liés avec une molécule de glycérol, ils forment des lipides acyles ou triglycérides). Leur structure est simple, elle se compose d'une chaîne carbonée de taille variable associée à une fonction acide carboxylique, parfois à deux fonctions (acide dicarboxylique). La chaîne carbonée est généralement linéaire avec un nombre de carbone pair. Sa taille est variable (de 2 à 80 carbones). Dans cette thèse, la longueur des chaînes considérés est comprise dans l'intervalle C<sub>13:0</sub>-C<sub>34:0</sub><sup>6</sup>. Bien que ces acides soient considérés comme des acides de longues chaînes, voir pour certains de très longues chaînes (supérieur à C<sub>20:0</sub>), nous utiliserons la dénomination déjà

<sup>6</sup> Pour plus de facilité, on utilisera généralement pour nommer les acides gras la dénomination suivante C<sub>n:x</sub>, où n est le nombre de carbone de la chaîne et x le nombre d'insaturations.

utilisé dans les précédents travaux de notre équipe (voir March, Lucquin et al sous presse...), les acides gras compris entre C<sub>13:0</sub> et C<sub>20:0</sub> seront nommés acides gras de courtes chaînes et ceux strictement supérieur à C<sub>20:0</sub> acides gras de longues chaînes. Cette chaîne peut comporter des doubles liaisons, si elle n'en possède aucune, les acides gras seront saturés (*SFA*, *saturated fatty acids*), avec une double liaison, ils seront monoinsaturés (*MUFA*, *monounsaturated fatty acids*), avec plusieurs doubles liaisons séparés par un seul groupe méthylène, ils seront polyinsaturés (*PUFA*, *polyunsaturated fatty acids*). La position de ces insaturations a un rôle très important dans les mécanismes biologiques auxquels ils sont associés. Ces acides gras saturés et insaturés sont les composés les plus fréquents (Tableau III). Cependant, il existe de nombreux acides gras plus complexes dont la chaîne carbonée est ramifiée ou est liée à des fonctions époxy-, hydroxy- ou keto et même à des structures cycliques. Nous traiterons plus loin de certains de ces autres acides gras et de leur signification.

Dénomination abrégée	Nom systématique	Nom vernaculaire	Formule brute	Structure
C <sub>14:0</sub>	Acide tétradécanoïque	Acide myristique	C <sub>18</sub> H <sub>32</sub> O <sub>2</sub>	CH <sub>3</sub> (CH <sub>2</sub> ) <sub>12</sub> COOH
C <sub>16:0</sub>	Acide hexadécanoïque	Acide palmitique	C <sub>16</sub> H <sub>34</sub> O <sub>2</sub>	CH <sub>3</sub> (CH <sub>2</sub> ) <sub>14</sub> COOH
C <sub>18:0</sub>	Acide octadécanoïque	Acide stéarique	C <sub>18</sub> H <sub>36</sub> O <sub>2</sub>	CH <sub>3</sub> (CH <sub>2</sub> ) <sub>16</sub> COOH
C <sub>18:1(9)</sub>	Acide cis-9-octadécénoïque	Acide oléique	C <sub>18</sub> H <sub>34</sub> O <sub>2</sub>	CH <sub>3</sub> -(CH <sub>2</sub> ) <sub>7</sub> -CH=CH-CH <sub>2</sub> -(CH <sub>2</sub> ) <sub>6</sub> -COOH
C <sub>18:2(9,12)</sub>	Acide cis- $\Delta^{9,12}$ -octadécadiénoïque	Acide linoléique	C <sub>18</sub> H <sub>32</sub> O <sub>2</sub>	CH <sub>3</sub> -(CH <sub>2</sub> ) <sub>4</sub> -(CH=CH-CH <sub>2</sub> ) <sub>2</sub> -(CH <sub>2</sub> ) <sub>6</sub> -COOH
C <sub>18:3(9,12,15)</sub>	Acide cis- $\Delta^{9,12,15}$ -octadécatriénoïque	Acide linoléique	C <sub>18</sub> H <sub>30</sub> O <sub>2</sub>	CH <sub>3</sub> -CH <sub>2</sub> -(CH=CH-CH <sub>2</sub> ) <sup>3</sup> -(CH <sub>2</sub> ) <sub>6</sub> -COOH

Tableau III – Dénominations et structures des principaux acides gras.

Ainsi les acides gras linéaires sont les molécules lipidiques les plus régulièrement retrouvées dans les extraits organiques d'origine archéologique. Le contenu en acides gras saturés et insaturés a donc servi à la détermination de la nature de cette matière organique, en suivant différentes démarches interprétatives.

La première est par une comparaison directe avec des distributions d'acides gras de produits de références (March 1995b; March 1999; March et al. 1989; March & Lucquin 2006, sous-presse; Nakano 1989a, 1989b; Rottländer 1985; Rottländer 1991; Rottländer & Schlichtherle 1983). Ce type de comparaison est réalisé échantillon par échantillon et nécessite de nombreux référentiels et une bonne connaissance du contexte environnemental et archéologique afin de guider les choix réalisés. De plus, certains acides gras particuliers sont considérés comme de bon biomarqueurs. C'est notamment le cas des acides gadoléique (C<sub>20:1</sub>) et érucique (C<sub>22:1</sub>) qui sont considérés comme provenant des graisses d'animaux marins (March 1999; Morgan et al. 1984).

L'emploi de différents rapports et indices permet d'obtenir une vision plus synthétique des échantillons et des référentiels. Le rapport le plus régulièrement utilisé est le rapport  $C_{16:0}/C_{18:0}$  que nous utilisons également (voir *infra*) (Barnard et al. 2007; Bourgeois & Marquet 1992; Kimpe et al. 2004; Kimpe et al. 2002; Lucquin et al. 2007; March 1999; Marchbanks 1989; Patrick et al. 1985; Skibo 1992; Spangenberg et al. 2006). Il est le rapport des deux acides gras saturés les plus fréquents dans les échantillons archéologiques et dans bon nombre de produits naturels. Cependant, la forte variabilité naturelle de ce rapport au sein du règne animal et végétal conduit à une superposition des valeurs et nécessite donc de le croiser avec d'autres informations. De plus, ce rapport est parfois considéré comme inadéquat parce que ces deux molécules peuvent être le produit résultant de la dégradation d'autres molécules (Heron & Evershed 1993; Reber & Evershed 2004a, 2004b; Regert et al. 1998). Afin de démontrer la présence de graisse de baleine dans des céramiques du Cap, Patrick utilise avec succès, en plus du précédent rapport, celui de deux isomères de  $C_{18:1}$ , les acides oléique et vaccénique ( $C_{18:1\omega9}/C_{18:1\omega7}$ ) (Patrick et al. 1985). Marchbanks (1989), quant à lui, complète ce rapport avec un indice de saturation (%S) qui est repris et modifié par Loy (1994) (Figure 59). Cet indice permet de distinguer facilement l'origine de certains produits crus (Figure 60), mais est limité en raison des acides gras de courtes chaînes qui ne sont pas forcément présents dans les échantillons (Loy 1994; Skibo 1992) et est très sensible à l'effet de l'oxydation. Skibo (1992) utilise un autre rapport,  $C_{18:1}/C_{16:0}$ , en complément du rapport  $C_{18:0}/C_{16:0}$ . Ces rapports lui permettent de relier des aliments crus avec le contenu de céramiques expérimentales et ethnoarchéologiques, lorsqu'un seul aliment est cuisiné. Cependant l'utilisation de ces rapports se révèle inapplicable aux céramiques archéologiques. Eerkens (2005) utilise une combinaison de quatre rapports lui permettant de distinguer l'origine de la matière entre les mammifères terrestres, les poissons, les racines, les végétaux verts, les graines et les noix, et les baies (Tableau IV). Chaque rapport choisi utilise des acides censés se dégrader à des rythmes similaires. Cependant, en raison de modification de leurs valeurs lors de la décomposition, les rapports  $C_{16:0}/C_{18:0}$  et surtout  $C_{16:1}/C_{18:1}$  nécessite une correction. De plus, ces interprétations de rapports sur les acides gras sont complétées par la présence d'autres biomarqueurs. Un autre indice est utilisé sur les acides gras, c'est le *carbon preference index* (CPI). Contrairement aux indices et rapports précédents, il permet d'évaluer la maturation de la matière organique en étudiant la proportion entre les acides gras saturés de longues chaînes qui ont un nombre de carbones pairs et impairs (Figure 61). Utilisé tout d'abord dans la chimie des pétroles et en biogéochimie (Bray & Evans 1961; Cooper & Bray

1963), en archéologie, on le retrouve associé à l'étude des sédiments où aux activités liées à l'utilisation du feu (Lucquin et al. 2007; March 1999; Pepe & Dizabo 1990). Plus un CPI est proche de 1, plus il démontre une forte dégradation de l'échantillon. Au contraire, celui d'une terre cultivée est compris entre 3 et 6 et celui des cires des végétaux supérieurs entre 6 et 30 (Pepe & Dizabo 1990).

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

Figure 59 – Formule de calculs de l'indice de saturation (Loy 1994; Marchbanks 1989)

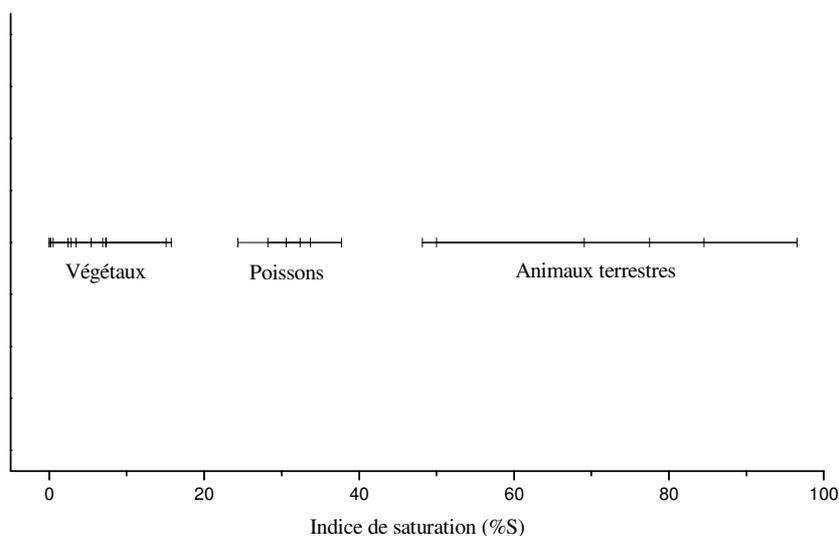


Figure 60 – Indice de saturation de plantes et d'animaux (d'après Marchbanks 1989)

Rapport	Etat	Mammifères terrestres	Poissons	Racines	Végétaux verts	Graines et noix	Baies
$(C_{15:0} + C_{17:0})$	Frais	<0,2	0,2-0,5	>0,2	0,1-1,0	<0,6	<0,2
$C_{18:0}$	Dégradé	<0,2	0,2-0,5	>0,2	0,1-1,0	<0,6	<0,2
$C_{16:1}$	Frais	0,02-0,2	0,2-0,5	0,05-0,7	>0,7	<0,3	>0,08
$C_{18:1}$	Dégradé	0,08-0,8	0,8-2,0	0,2-2,8	>2,8	<1,2	>0,32
$C_{16:0}$	Frais	<3,5	4-6	3-12	5-12	0-9	2-6
$C_{18:0}$	Dégradé	<7	8-12	6-24	10-24	0-18	4-12
$C_{12:0}$	Frais	<0,15	<0,15	>0,15	>0,05	>0,15	>0,15
$C_{14:0}$	Dégradé	<0,15	<0,15	>0,15	>0,05	>0,15	>0,15

Tableau IV – Critères d'interprétations pour l'identification de l'origine de la nourriture d'après quatre rapports d'acides gras (traduits de Eerkens 2005)

$$\text{CPI (acides)} = \frac{1}{2} \left[ \frac{\sum_{22}^n \text{pairs}}{\sum_{21}^{n-1} \text{impairs}} + \frac{\sum_{22}^n \text{pairs}}{\sum_{23}^{n-1} \text{impairs}} \right]$$

Figure 61 – Equation pour le calcul du CPI acide, n+1=nombre maximal de carbones observé (Cooper & Bray 1963)

Des méthodes d'analyses statistiques et surtout des analyses factorielles ont également été employées. Ces dernières sont utilisées pour comparer les échantillons entre eux et parfois avec les échantillons expérimentaux (Malainey et al. 1999c; March 1999; Nakano 1989a, 1989b). Elle sert également à mettre en place des critères d'interprétation à partir de l'analyse de référentiels et d'échantillons expérimentaux (Tableau V) (Buonasera 2005; Malainey et al. 1999a, 1999b, 1999c, 2001; Quigg et al. 2001).

Identification	C <sub>12:0</sub> + C <sub>14:0</sub> + C <sub>15:0</sub>	C <sub>18:0</sub>	Isomère de C <sub>18:1</sub>
Grand herbivore	≤ 15%	≥ 27,5%	≤ 15%
Grand herbivore avec plante moelle osseuse	Faible	≥ 25%	15% ≤ X ≤ 25%
Plante avec grand herbivore	≥ 15%	≥ 25%	Pas de donnée
Castor	Faible	Faible	≥ 25%
Poisson ou maïs	Faible	≤ 25%	15% ≤ X ≤ 27,5%
Poisson ou maïs avec plante	≥ 15%	≤ 25%	15% ≤ X ≤ 27,5%
Plante (sauf maïs)	≥ 10%	≤ 27,5%	≤ 15%

Tableau V – Critères d'interprétations pour l'identification de l'origine de la nourriture d'après l'analyse factorielle d'échantillons de références et expérimentaux (traduit de Malainey et al. 1999a)

Finalement, le croisement entre les techniques de chromatographie gazeuse et des analyses isotopiques (GC-C-IRMS) a permis de porter un nouveau regard sur les acides gras. En effet, dans ce cas, ce n'est plus les proportions entre les quantités des différents acides gras qui sont analysées mais celles de leur valeur en isotope stable du carbone ( $\delta^{13}\text{C}$ ). Cet isotope n'est pas soumis à la dégradation, sa valeur reste donc stable dans le temps. Ainsi en comparant les valeurs des acides palmitiques ( $\delta^{13}\text{C}_{16:0}$ ), stéariques ( $\delta^{13}\text{C}_{18:0}$ ) et dans une moindre mesure oléiques ( $\delta^{13}\text{C}_{18:1}$ ), ce dernier nécessitant une correction de valeur, on peut distinguer quel animal a été consommé mais surtout différencier les produits laitiers de la viande (Berstan et al. 2004; Copley et al. 2003; Copley et al. 2005a; Copley et al. 2005b; Copley et al. 2005c; Copley et al. 2004; Craig 2002; Craig et al. 2004; Craig et al. 2005; Evershed et al. 2002a; Evershed et al. 2002b; Mottram et al. 1999; Reber et al. 2004; Reber & Evershed 2004a, 2004b; Spangenberg et al. 2006). Cependant, des études récentes montrent que, dans les foyers, l'action de la chaleur même à faible température (200°C-400°C) entraîne

une modification du  $\delta^{13}\text{C}$  globale (Werts & Jarhen 2007) pouvant peut être influencer sur les valeurs isotopiques des différents acides gras considérés.

Ces différentes démarches interprétatives ne sont pas opposées mais plutôt complémentaires. Cependant, nous devons avoir une certaine réserve vis-à-vis de l'utilisation de la distribution des acides gras insaturés au même plan que les acides saturés. Cette réserve pourra en partie expliquer une réticence de certains auteurs dans l'utilisation des acides gras comme biomarqueurs.

#### **II.4.4.1.1. Acides gras insaturés**

##### *II.4.4.1.1.1. Données bibliographiques*

En effet, les acides gras insaturés sont beaucoup moins stables chimiquement que leurs homologues saturés, en raison de la présence de doubles liaisons sur la chaîne carbonée. Ils peuvent être soumis à plusieurs types de processus d'altération dont la plus fréquente est l'oxydation, que se soit l'autooxydation ou une oxydation d'origine bactérienne. On peut constater que plus le nombre d'insaturations est important, plus la vitesse d'altération est grande (Figure 62). Cependant, d'après Nakano (1989a), c'est au cours des douze premiers mois que les principaux processus d'altérations se réalisent. Ensuite les quantités d'acides se stabilisent au cours des mois suivant (Figure 63). Ces durées sont similaires bien que plus longues à celles publiées par Rottländer (Rottländer 1983), où la dégradation se stabilise après environ 70 jours (Figure 64). On constate également que la dégradation est plus importante pour  $\text{C}_{18:3}$  que pour  $\text{C}_{18:2}$ . Ainsi, ces altérations vont avoir comme conséquence la modification des profils d'acides gras et notamment au niveau des acides gras insaturés. Ainsi dans l'expérimentation I réalisée par Marchbanks (1989), on peut constater une augmentation de la quantité d'acides gras saturés lié à une diminution de  $\text{C}_{18:2}$  et d'une légère modification du pourcentage de  $\text{C}_{18:1}$  (Figure 65). Les expérimentations menées par Malainey (Malainey et al. 1999a) présentent également des données similaires. On peut observer qu'il y a, au cours de la dégradation, une diminution importante des quantités d'acides gras insaturés (notamment des acides gras polyinsaturés) vis-à-vis à une augmentation des acides gras saturés. De plus, le milieu d'enfouissement ainsi que les conditions environnementales conditionnent l'activité et la nature réactionnelle des processus de dégradations provoquant de réelles différences dans les distributions d'acides gras insaturés. Par exemple, dans les milieux

de conservation humide, la dégradation bactérienne anaérobie va favoriser la dégradation des acides gras insaturés conduisant à la formation d'acides gras saturés (voir *infra*).

Acides gras	Nombre de groupes d'allyles	Période d'induction (h)	Vitesse d'oxydation relative
C <sub>18:0</sub>	0		1
C <sub>18:1 (9)</sub>	1	82	1000
C <sub>18:2 (9,12)</sub>	2	19	1200
C <sub>18:3 (9,12,15)</sub>	3	1,34	2500

Figure 62 – Période d'induction et vitesse relative d'oxydation d'acides gras à 25°C (d'après Belitz & Grosch 1999)

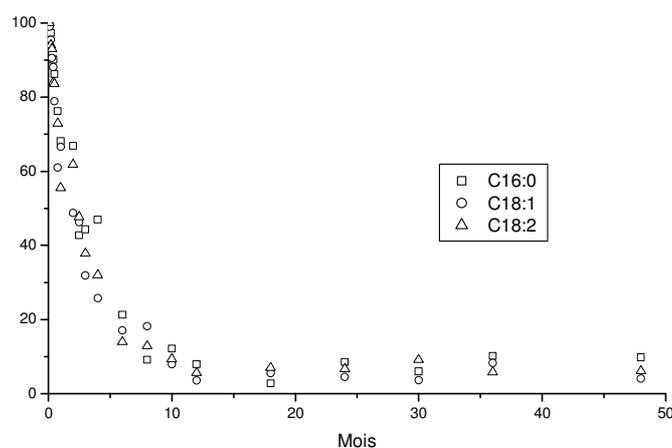


Figure 63 – Décomposition de certains acides gras dans le temps (d'après Nakano 1989a)

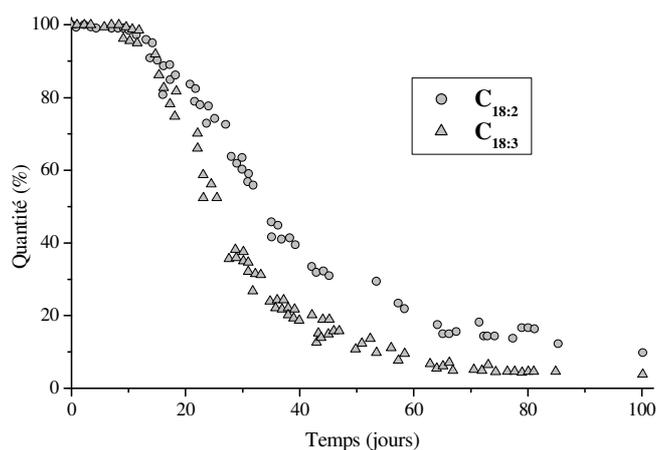


Figure 64 – Décomposition de deux acides gras par oxydation à l'air en fonction du temps (d'après Rottländer 1983)

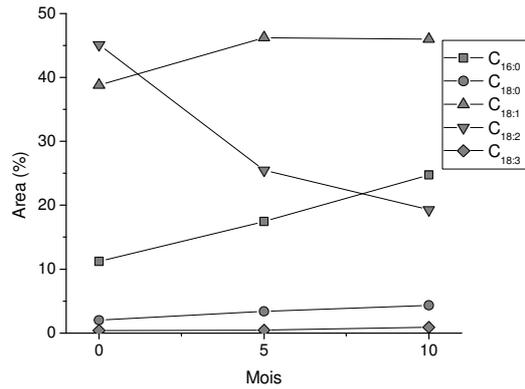


Figure 65 – Altération dans le temps des acides gras contenu dans des blocs céramiques soumis à la cuisson de farine de maïs (d'après Marchbanks 1989, expérimentation I)

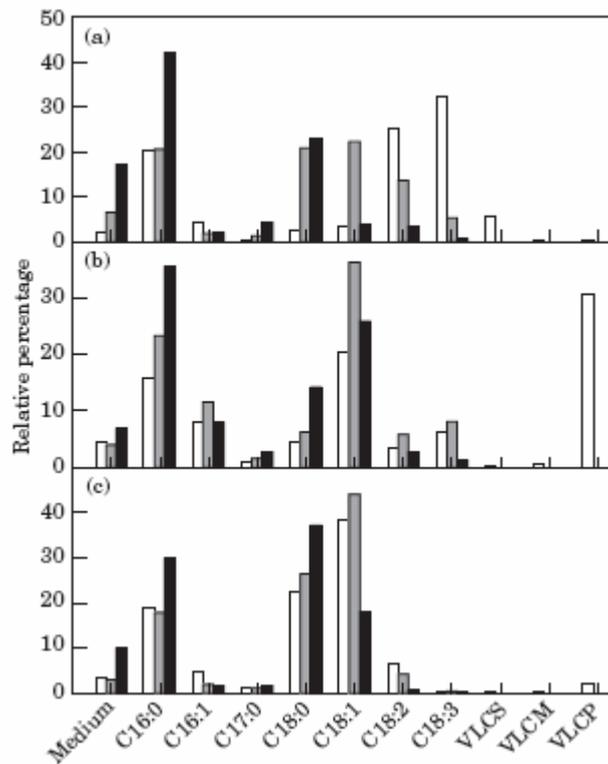


Figure 66 – Distribution des acides gras de feuilles de faux sceau-de-Salomon (a), de poisson-chat (b) et de viande de bison (c) comparé en fonction de l'état d'altération : frais (blanc), après quatre jours (gris) et après une simulation de décomposition à long terme (noir) (Malainey et al. 1999a)

#### II.4.4.1.1.2. *Données expérimentales*<sup>7</sup>

Mais les altérations provoquées sur les acides gras saturés ne sont pas uniquement le fruit de la biodégradation naturelle de la matière organique. Ils vont également être modifiés par les réactions chimiques se déroulant lors de la cuisson. Dans nos différentes expérimentations, on peut constater des changements radicaux de la distribution en acides gras insaturés. Dans le cas de la cuisson des épinards (Figure 67), on peut constater que, lorsque la roche est utilisée une unique fois, les acides gras polyinsaturés ( $C_{16:3}$ ,  $C_{18:2}$  et  $C_{18:3}$ ) ont disparu et qu'il ne reste que faible quantité d'un isomère de  $C_{16:1}$  et de  $C_{18:1}$ . Lorsque la roche est réutilisée, les acides gras insaturés ne sont plus du tout détectables. Pour la cuisson de carottes par bouilli (Figure 68), les roches présentent des profils d'insaturations similaires que se soit pour les expérimentations en laboratoire ou en conditions réalistes. L'acide gras polyinsaturé dominant ( $C_{18:2}$ ) a complètement disparu et il ne reste seulement que quelques traces d'isomères de  $C_{18:1}$  ainsi que de  $C_{16:1}$ . Lors de la cuisson à l'étouffée en four enterré, les modifications des acides gras insaturés sont différentes de celles observées précédemment. Ainsi, à la fois pour le sédiment et pour la roche, on constate qu'il y a une diminution quantitative de  $C_{18:2}$ , cependant les quantités de  $C_{18:1}$  semblent rester stables. On constate également une disparition de  $C_{16:1}$  qui était présent en faible quantité dans la carottes crue. La cuisson du bœuf présente des transformations sensiblement différentes. Ainsi, lors de la cuisson par bouilli de la viande, on constate que le profil d'acides insaturés n'a subi que de légères modifications alors que les quantités ont fortement diminué pour celles de l'os. Lors de la grillade, on constate une diminution moyenne de ces acides gras monoinsaturés. Dans le cas de la grillade de viande d'agneau, on peut constater que l'altération des acides gras insaturés est beaucoup plus importante que pour le bœuf. Ainsi dans la roche, seuls deux isomères de  $C_{18:1}$  ainsi que des traces de  $C_{16:1}$  sont encore présents. Dans le sol, ces acides sont seulement présents sous forme de trace. Ces données sont assez comparables à celle observées pour le saumon. Ainsi dans la roche, on constate une disparition des différents acides polyinsaturés typiques des poissons, alors que les acides gras monoinsaturés ( $C_{16:1}$ ,  $C_{18:1}$ ,  $C_{20:1}$ ,  $C_{22:1}$  et  $C_{24:1}$ ) sont encore présents en grande quantité. Cependant, dans le sol les altérations observées sont beaucoup plus importantes avec une forte diminution des acides gras monoinsaturés. De même, on constate que dans la grillade de sanglier, les acides gras monoinsaturés sont encore présents en grande quantité. Finalement, la cuisson de porc en four

---

<sup>7</sup> Les codes de nos échantillons sont synthétisés dans les tableaux suivants : Tableau I p.132 et Tableau II p.143.

enterré présente une diminution moyenne des quantités d'acides gras insaturés en comparaison à ceux du porc cru.

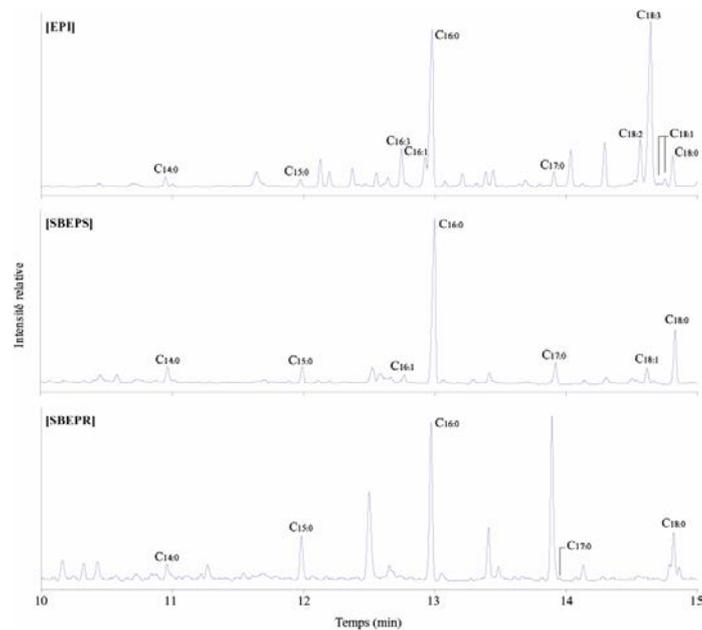


Figure 67 – Gaz-chromatogramme partiel (10-15 min) de la fraction acide des échantillons d'épinard crus et des cuissons correspondantes

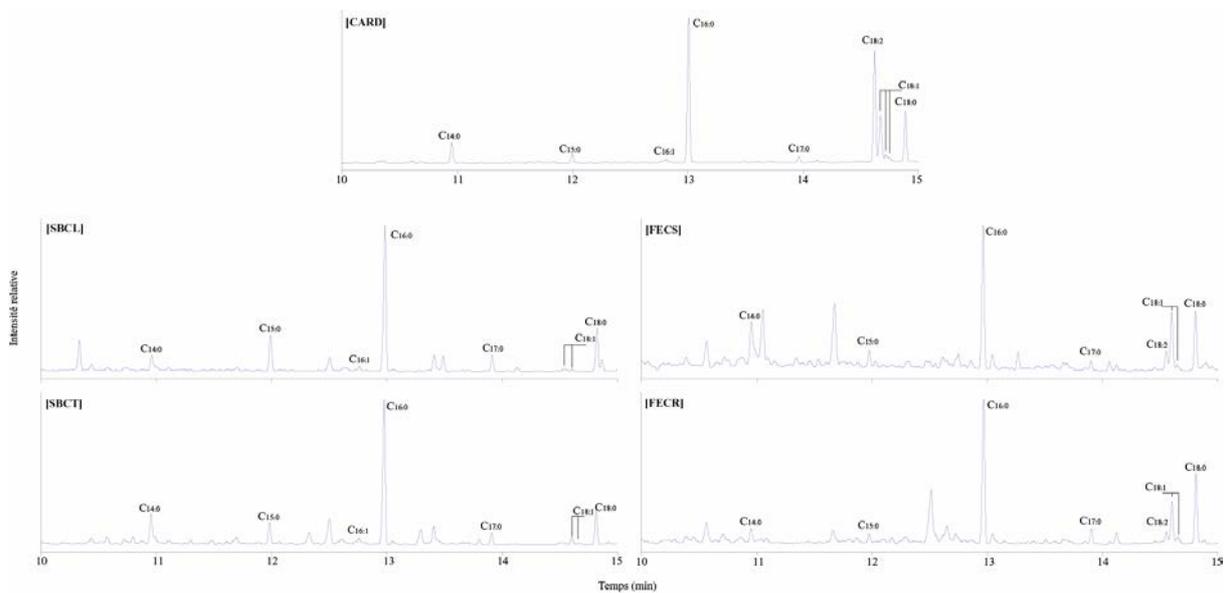


Figure 68 – Gaz-chromatogramme partiel (10-15 min) de la fraction acide des échantillons de carottes crues et des cuissons correspondantes

#### II.4.4.1.1.3. Discussion

Ainsi, il est intéressant de constater que, alors que la viande soumise à différents types de cuisson ne subit que des changements mineurs dans les profils d'acides gras insaturés (Badiani et al. 2002), ceux de la graisse contenue dans le support sont soumis à de

nombreuses transformations. De manière générale, la cuisson tend à faire disparaître les acides gras polyinsaturés et à faire diminuer les quantités d'acides gras monoinsaturés. Cependant, on constate que les quantités conservées de ces acides gras insaturés sont très variables d'une expérimentation à l'autre. En effet, ces altérations sont dépendantes des conditions de cuisson. Or, les techniques de cuisson traditionnelles restent des cuissons peu stables avec de nombreuses variations de températures expliquant ainsi les différences observées entre des expérimentations apparemment similaires.

De même, ces données rejoignent celles réalisées lors de la cuisson en récipient céramique où globalement on peut observer les mêmes types de modifications dans les profils d'acides gras insaturés (disparition des acides gras polyinsaturés, diminutions plus ou moins importante des acides gras monoinsaturés...) (Malainey et al. 1999a; Skibo 1992). De même, nous constatons dans les données publiées par Skibo (1992) que, dans les récipients dédiés à la cuisson du riz, le rapport  $C_{18:1}/C_{16:0}$  varie de manière importante (entre 0,36 et 0,98). Il est difficile de cerner ce problème dans les expérimentations de Malainey (Malainey et al. 1999a). En effet les différentes expérimentations correspondent toutes à différents aliments ou mélanges d'aliments cuisinés. Ainsi, nous estimons qu'il faut prendre garde aux différents critères interprétatifs prenant en compte les quantités d'acides gras insaturés (notamment  $C_{18:1}$ ). Ainsi, même si la cuisson en céramique peut sembler plus stable que directement dans un foyer, cette dernière est soumise également aux différents aléas de la cuisson (variation de la température, de la vitesse de chauffe du temps de cuisson...). De plus, il semble évident que, en fonction de la position du prélèvement dans la céramique, les altérations vont différer. En effet, dans les différents niveaux de la paroi du récipient, il va y avoir à la fois, une différence de matière organique pénétrant dans la céramique (Charters et al. 1997) et une différence de température à laquelle cette matière est soumise.

Pour finir, au sein d'un même individu, la distribution des acides gras est naturellement variable en fonction de la provenance des corps gras (tissus adipeux, muscles, cœur, foie, intestins ou encore feuilles, fruits, racines...). Au sein d'une même espèce, cette distribution peut être influencée par de nombreux facteurs biotiques (génétique, sexe, âge...), abiotiques (environnement, saison, domestication...) et surtout nutritionnels (Alfaia et al. 2006; Smet et al. 2004; Wood et al. 1999; Wood et al. 2003).

Ainsi avoir une approche quantitative et statistique des acides gras comprenant à la fois les acides insaturés et saturés semble donc inadéquat dans le domaine archéologique et

doit nécessiter de nombreuses précautions préalables lorsqu'elle est réalisée. En effet, les processus d'altérations rendent impossible une comparaison directe avec un produit cru. De plus, le nombre élevé de facteurs pouvant affecter ces compositions en acides gras insaturés, que ce soit naturellement dans l'aliment cru, lors de la cuisson, ou encore lors de la conservation de l'échantillon, ne permet pas une prédiction exacte des modifications de ces distributions qui aurait pu rendre la comparaison possible. Néanmoins, ces acides insaturés peuvent apporter un certain nombre d'informations (conservation des échantillons, processus de dégradation, indications taxonomiques...) par leur seule présence dans les échantillons archéologiques (alors que leur absence n'est pas significative). Par exemple, les acides gras polyinsaturés dans les échantillons archéologiques sont très rares parce qu'ils sont facilement dégradés comme nous avons pu le voir. Dans le cas du site de Tunel I (Terre du Feu, Argentine), amas coquillier de chasseurs-cueilleurs, des acides gras polyinsaturés ont été retrouvés dans plusieurs échantillons provenant des foyers (March 1999). La température ambiante qui est très froide, le contexte des foyers et des cendres qui ne sont pas favorables au développement bactérien ainsi que la forte concentration en graisse liée à l'amas coquillier sont des facteurs pouvant expliquer la relativement bonne conservation de ces acides polyinsaturés. Ainsi leur présence, en relation au contexte environnemental et social, permet d'associer ces échantillons à de la graisse de mammifères marins.

#### **II.4.4.1.2. Acides gras saturés**

Au contraire, les acides saturés de chaîne importante (supérieure à C<sub>10:0</sub>) ne semblent pas vraiment sensibles à la dégradation. Dans la continuité des travaux déjà réalisés au sein de notre laboratoire, nous nous sommes donc concentré sur ces acides saturés dans l'étude de la matière organique référentielle.

Une première analyse factorielle en composant principal permet d'avoir une vision globale des échantillons analysés. Les trois premiers axes factoriels représentent 93,9% de notre échantillon dont 88,7% pour les deux premiers axes. Cette analyse est donc très représentative. Tout d'abord, on peut constater qu'il n'y a pas de séparations nettes entre les échantillons crus et les résidus cuisinés ce qui est corrélée à une relative proximité entre l'échantillon cuisiné et l'aliment cru. La cuisson semble avoir une influence réduite sur la modification du profil des acides gras saturés. On peut constater que nos échantillons forment différents groupes sur les axes 1 et 2 (Figure 69).

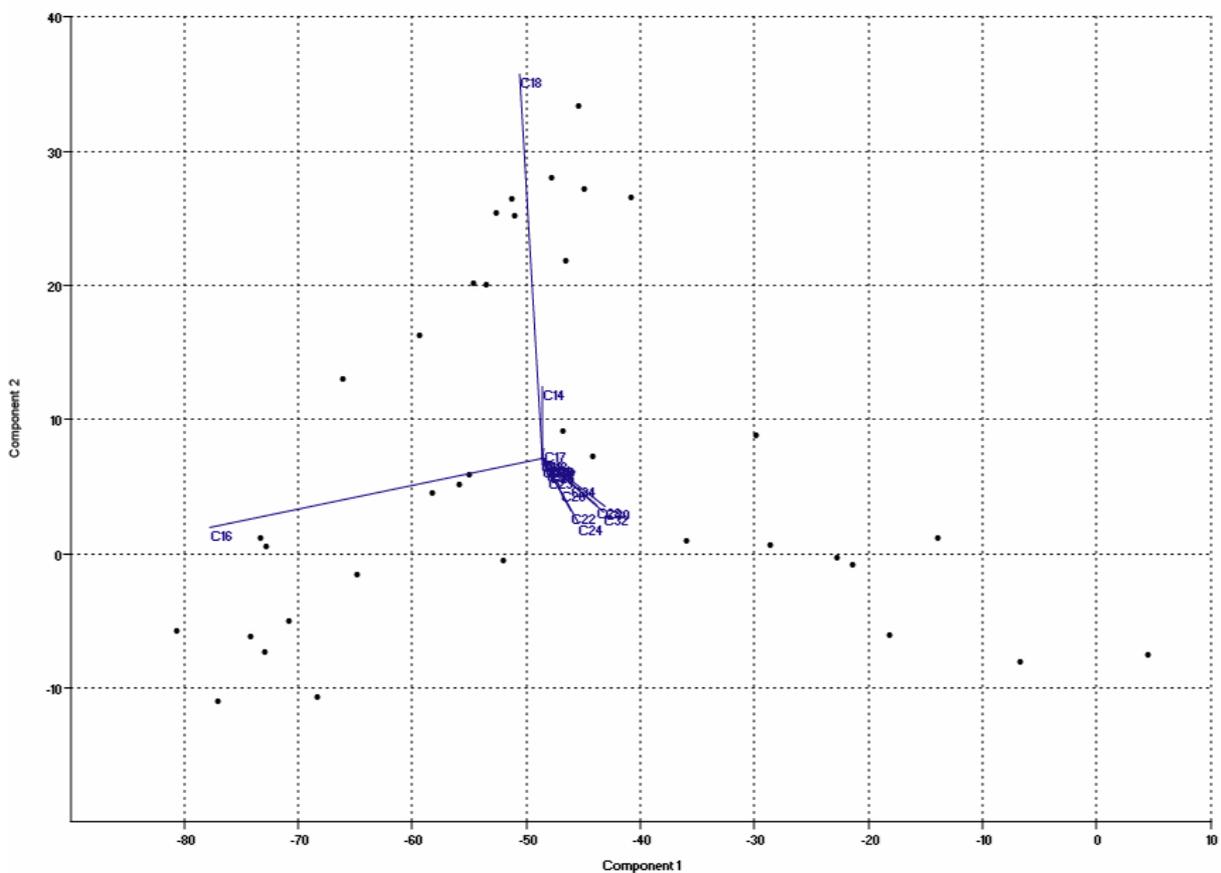
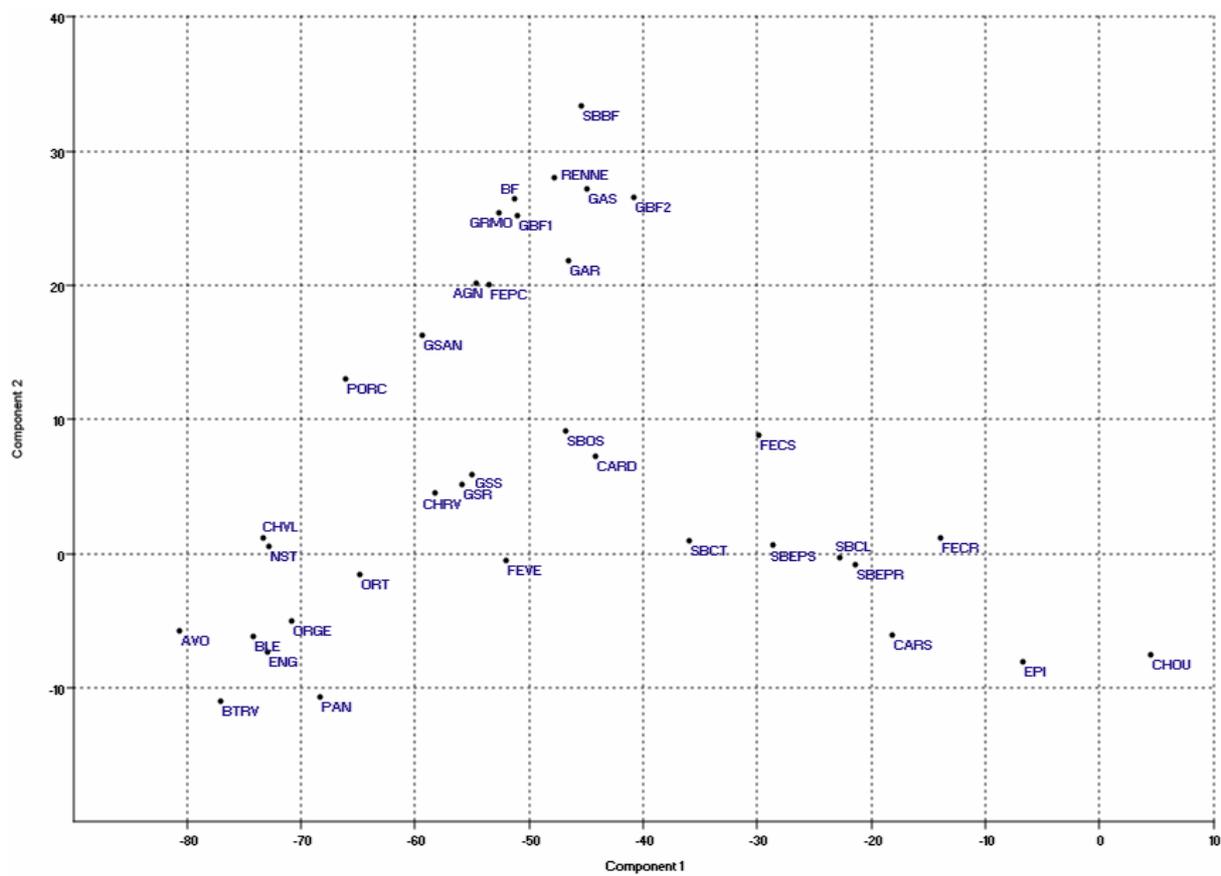


Figure 69 – Analyse en composante principale des acides gras saturés du corpus référentiel, axe 1 et 2

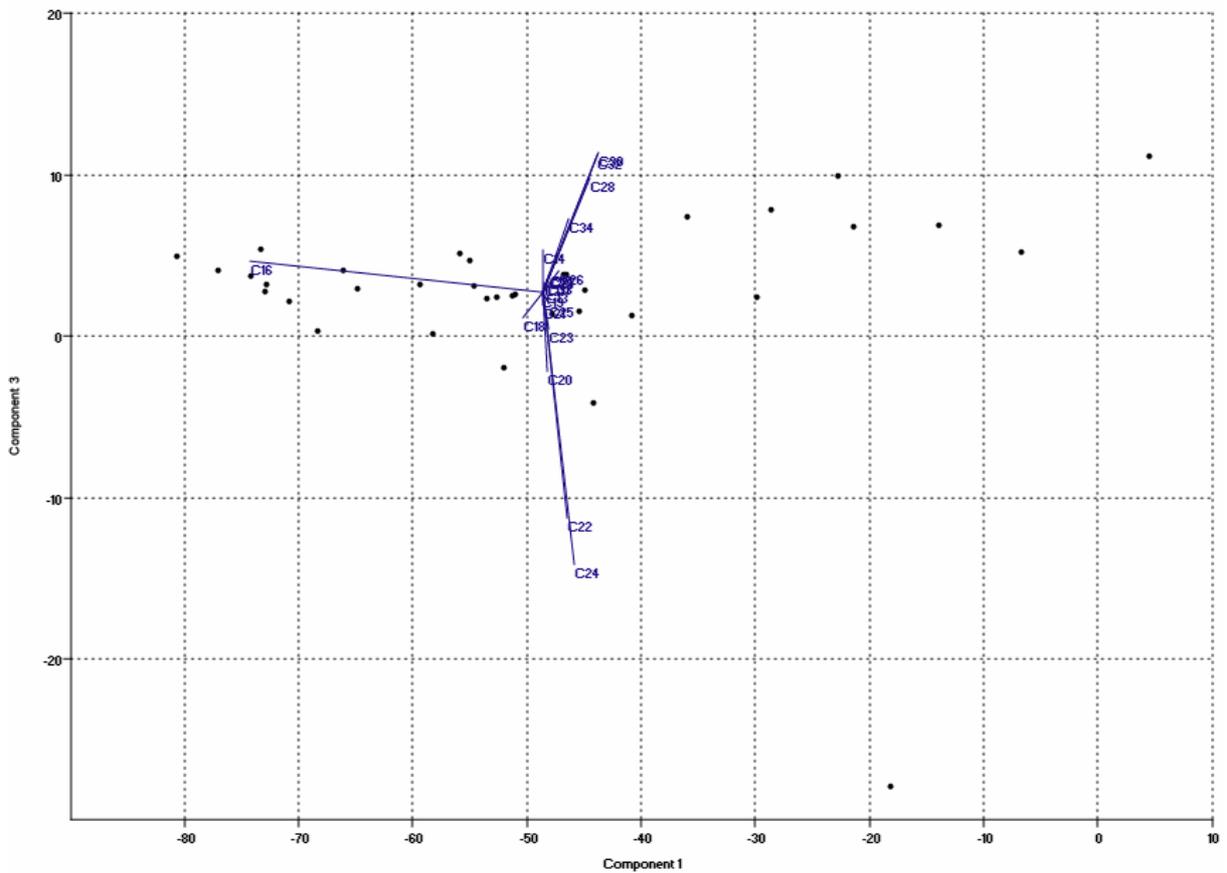
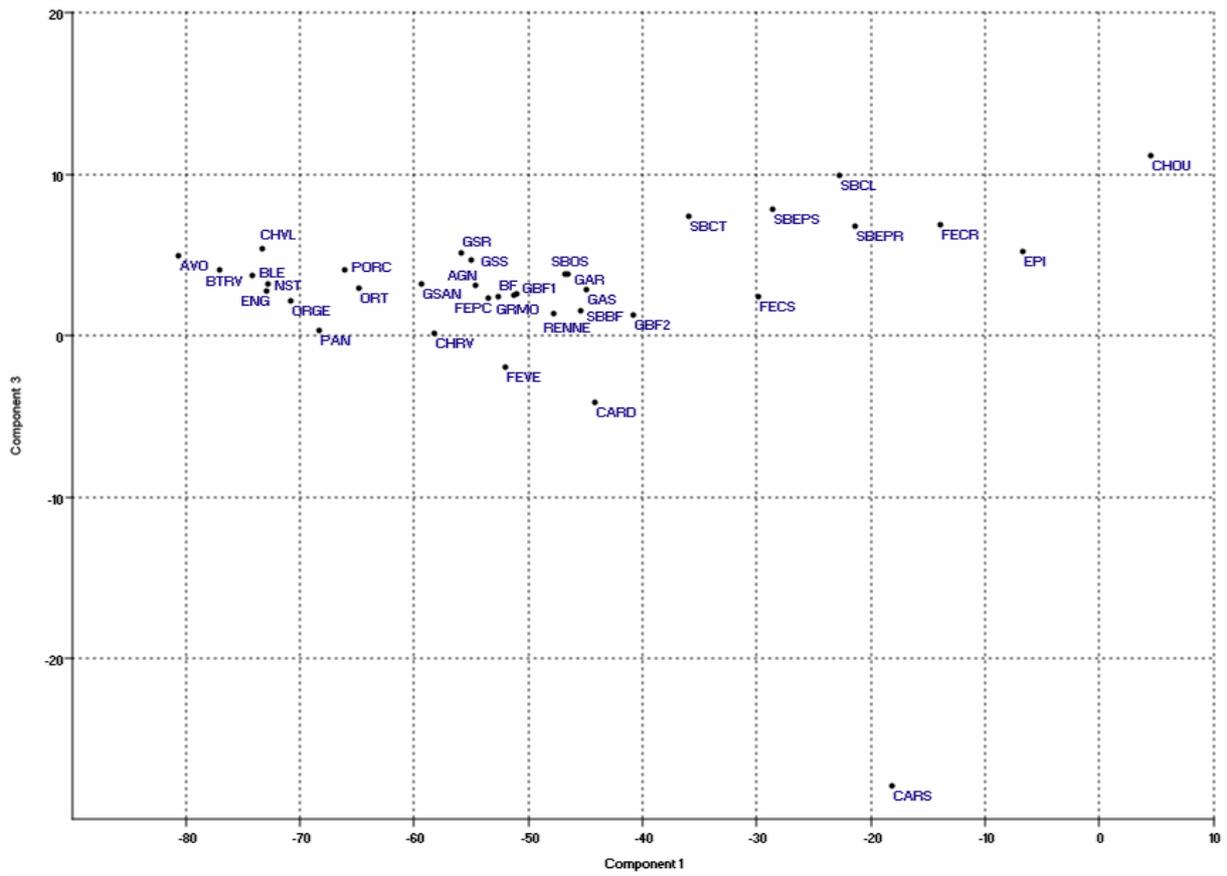


Figure 70 – Analyse en composante principale des acides gras saturés du corpus référentiel, axe 1 et 3

Le premier est influencé par C<sub>18:0</sub> et contient les différents échantillons de viande crue et cuisinée à l'exception du cheval. Le deuxième est influencé par C<sub>16:0</sub> contenant les graines et certaines racines. Le dernier influencé par les acides gras de longues chaînes et contient certaines racines et des feuilles.

En étudiant l'axe trois, on peut constater une sous division dans ce dernier groupe (Figure 70). D'une part, l'échantillon de carotte sauvage influencé par C<sub>22:0</sub> et C<sub>24:0</sub> et d'autre part un groupe influencé par C<sub>28:0</sub>, C<sub>30:0</sub> et C<sub>32:0</sub>. Il semble donc exister des différences notables dans les échantillons en fonction de la nature des aliments.

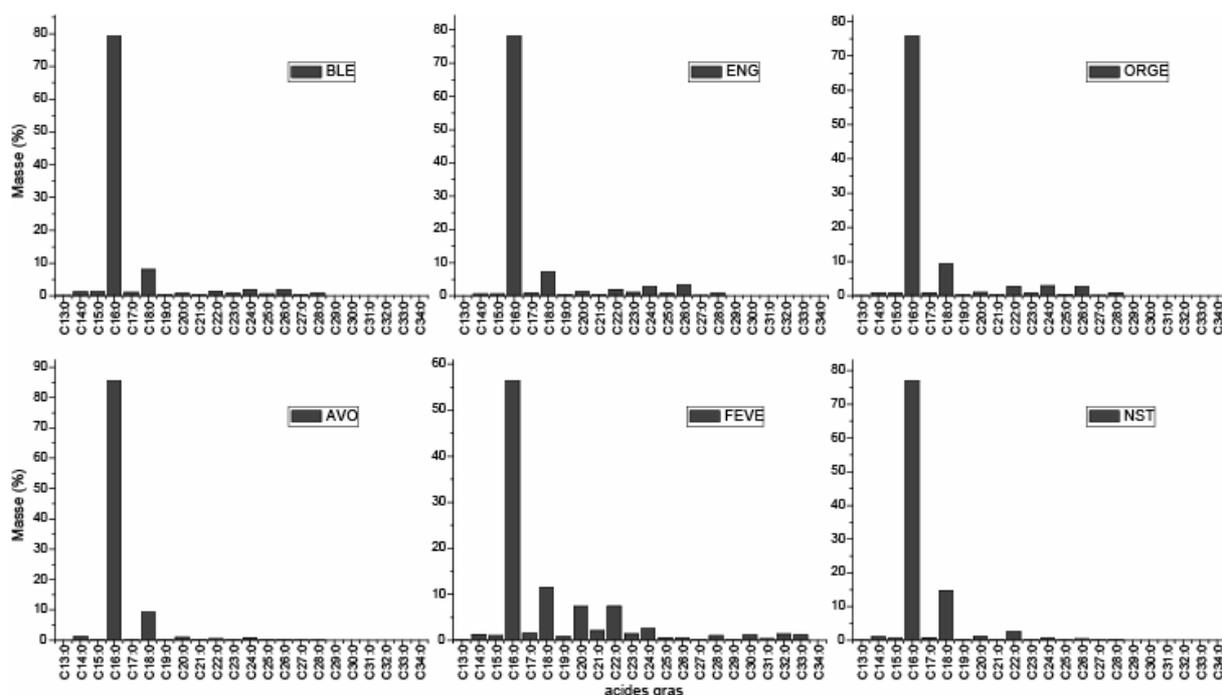


Figure 71 – Distribution des acides gras saturés provenant des graines

Les six échantillons de graines crues semblent avoir des distributions assez semblables, expliquant leur proximité statistique dans l'ACP. Ils se caractérisent principalement par un taux C<sub>16:0</sub>/C<sub>18:0</sub> assez élevé, compris entre 4,9 et 10,8. De plus, on peut constater que ce taux est très proche pour les échantillons de céréales, en moyenne 9,5 ( $\pm 1,1$ ). Les autres acides gras de courtes chaînes sont en quantité négligeable, à l'exception de C<sub>20:0</sub> pour l'échantillon de fève. Les acides gras de longues chaînes sont en quantité faible (<11%) à l'exception de l'échantillon de fève (19,8%). Les acides pairs dominant sont relativement courts, de C<sub>22:0</sub> à C<sub>26:0</sub>, mais présentent des différences de distributions notables. Cependant on constate que les céréales ont des distributions encore très proches, notamment pour les échantillons de blé, engrain et orge (Figure 72). Les quantités de ces acides gras sont en

proportions très proches les uns des autres alors que pour la noisette et la fève,  $C_{22:0}$  domine nettement ces distributions.

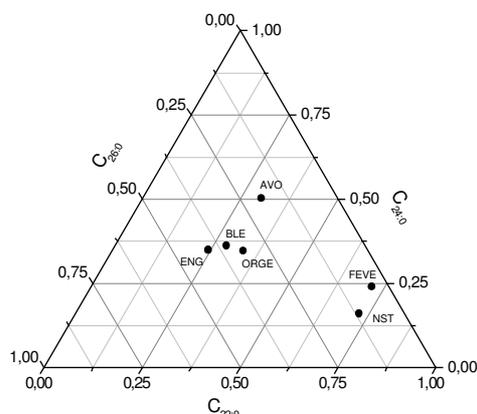


Figure 72 – Diagramme ternaire ( $C_{22:0}$ ,  $C_{24:0}$ ,  $C_{26:0}$ ) des extraits de graines

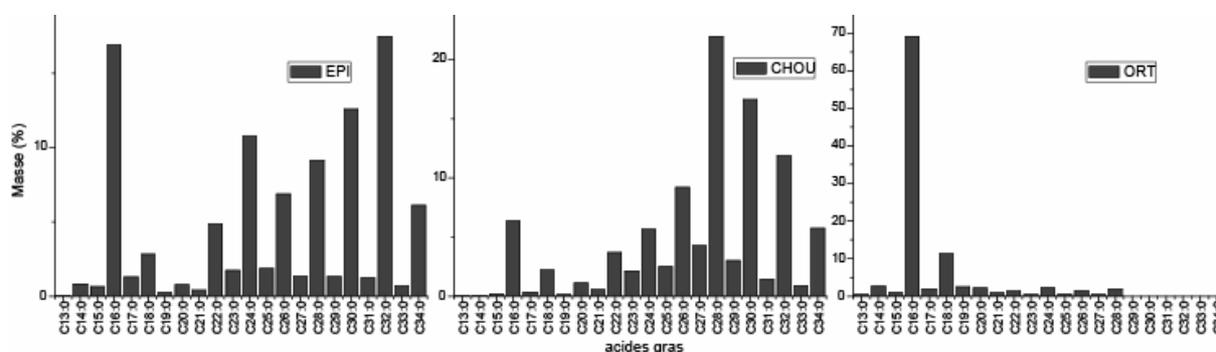


Figure 73 – Distribution des acides gras saturés provenant des feuilles

Les extraits de feuilles ont des distributions sensiblement différentes. Bien que les rapports  $C_{16:0}/C_{18:0}$  soient également élevés, plus importants pour l'épinard (6,0) et l'ortie (6,1) que pour le chou (2,9), ils diffèrent dans la composition des longues chaînes. Ces dernières représentent 89,6% des acides gras saturés pour le chou, 76,4% pour l'épinard mais seulement 9,1% pour les orties. On constate également que les longues chaînes dominantes sont de taille importante,  $C_{32:0}$  pour l'épinard,  $C_{28:0}$  pour le chou,  $C_{24:0}$  pour l'ortie mais il y a également d'importantes quantités de  $C_{28:0}$ . Ainsi toutes les longues chaînes sont présentes avec une distribution unimodale pour le chou ou bimodale pour l'épinard et l'ortie. Ainsi les trois échantillons de feuilles présentent de grandes différences dans les distributions. Cependant, il ressort certains points communs : un fort  $C_{16:0}$  pour les courtes chaînes, des longues chaînes pouvant être en très grandes quantités et dont un mode est dominé par des acides gras de très grande taille ( $>C_{28:0}$ ).

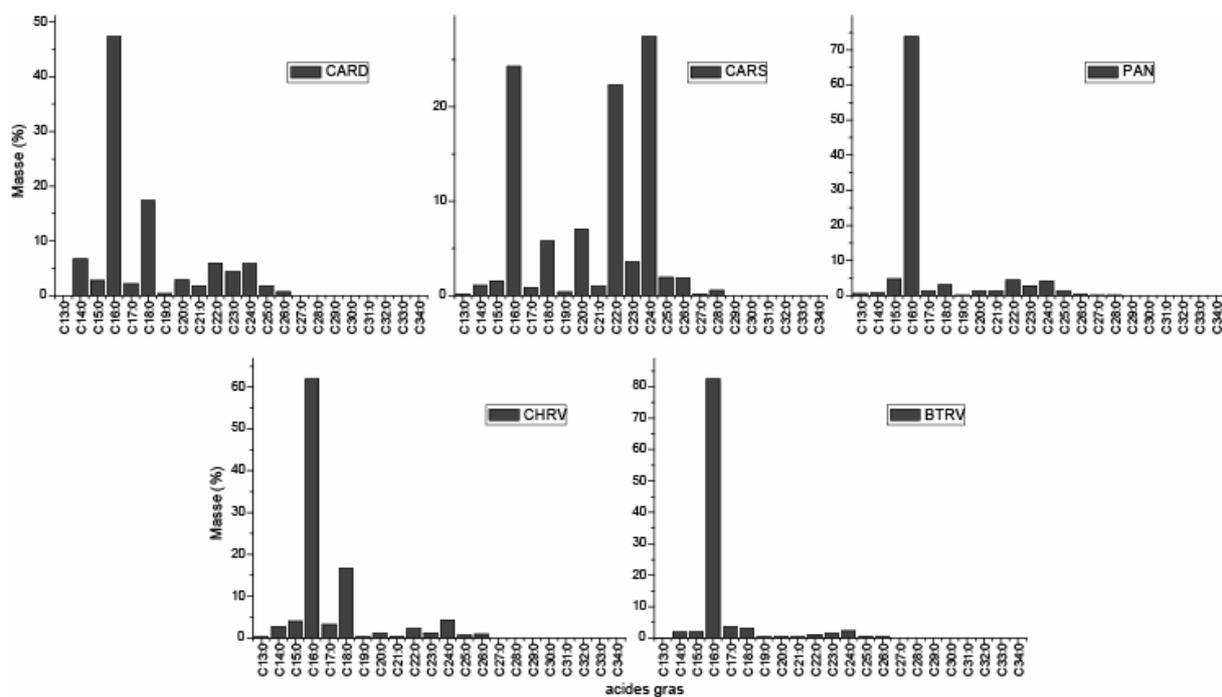


Figure 74 – Distribution des acides gras saturés provenant des racines

Les extraits de racines présentent un rapport  $C_{16:0}/C_{18:0}$  compris entre 2,7 et 26,5. Ce rapport présente des valeurs très différentes, cependant on peut constater qu'il existe deux groupes de valeurs. Le premier présente des valeurs de rapport moyennes et comprend la carotte domestique (2,7), la carotte sauvage (4,2) et le chou-rave (3,7), le second présente des valeurs très élevées avec le panais (24,2) et la betterave (26,5). Il n'y a donc pas de corrélation avec la famille de ces plantes, des ombellifères étant présentes dans ces deux groupes. Les acides gras de longues chaînes sont présents en quantité variable entre 6,1 et 58,9. Il n'y a pas vraiment de constance dans la proportion d'acides longs. Cependant, on peut constater une certaine récurrence dans leur distribution. On constate que les acides dominants sont pour tous les échantillons de racines  $C_{22:0}$  et  $C_{24:0}$ . Ainsi même si leurs proportions diffèrent, on constate qu'ils sont dans des quantités relativement proches, surtout pour les différents échantillons de racines d'ombellifères où le rapport  $C_{22:0}/C_{24:0}$  est égale à  $1,0 \pm 0,1$  (Figure 75).

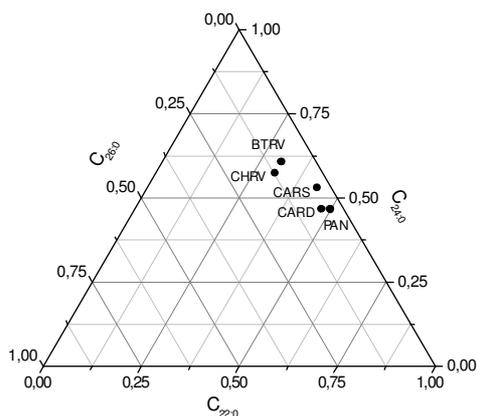


Figure 75 – Diagramme ternaire ( $C_{22:0}$ ,  $C_{24:0}$ ,  $C_{26:0}$ ) des extraits de racines

Ainsi, notre échantillonnage de plantes crues permet de mettre en évidence quelques tendances pouvant servir à l'interprétation des distributions d'acides gras. Il est déjà établi que les plantes peuvent être définies par une dominance au niveau des acides gras de courtes chaînes de l'acide palmitique ( $C_{16:0}$ ) et par la présence d'acide gras de longues chaînes. Dans notre échantillonnage, le rapport  $C_{16:0}/C_{18:0}$  est compris entre 2,7 et 26,5, gamme très large de valeurs mais correspondant à ce qui peut être trouvé dans la bibliographie (Eerkens 2001; Grela & Günter 1995; Gunstone et al. 1995; Kaijser et al. 2000; Malainey et al. 1999b; Marchbanks 1989; Prinyawiwatkul et al. 1996; Wiklund et al. 2001). Nous avons également constaté une grande variation dans la teneur en acides gras de longues chaînes qui est comprise entre 2,4% et 58,9%. Cependant, même s'ils sont présents en faibles quantités, la distribution de ces acides gras semble être un très bon indicateur de l'origine des produits (taxonomique et/ou partie de la plante). Les acides gras de très longues chaînes (supérieur à  $C_{27:0}$ ) semble être typique des aliments de type végétaux verts. Au contraire, les acides longs plus courts sont communs à toutes les plantes. La distribution des trois acides paires correspondant ( $C_{22:0}$ ,  $C_{24:0}$ ,  $C_{26:0}$ ) permettent des regroupements évidents par types d'aliments. Nous pouvons ainsi distinguer quatre groupes : les racines, les feuilles, les céréales et les autres graines. Céréales et feuilles forment deux groupes se recoupant. Comme nous l'avons déjà dit, les feuilles présentent un autre mode, dominant ou non, constitué d'acides gras de longueur de chaînes plus importante rendant alors la discrimination possible. Cependant, il est difficile de comparer ou d'enrichir ces données avec les distributions d'acides gras déjà publiées. En effet, les conditions d'analyse chromatographique utilisées sur les plantes modernes ne permettent pas en général de détecter des acides au-delà de  $C_{24:0}$ . Ces critères interprétatifs nécessiteront un enrichissement de ces données et restent donc à un état

exploratoire, mais permettant de tirer des premières tendances concernant l'origine végétale des échantillons.

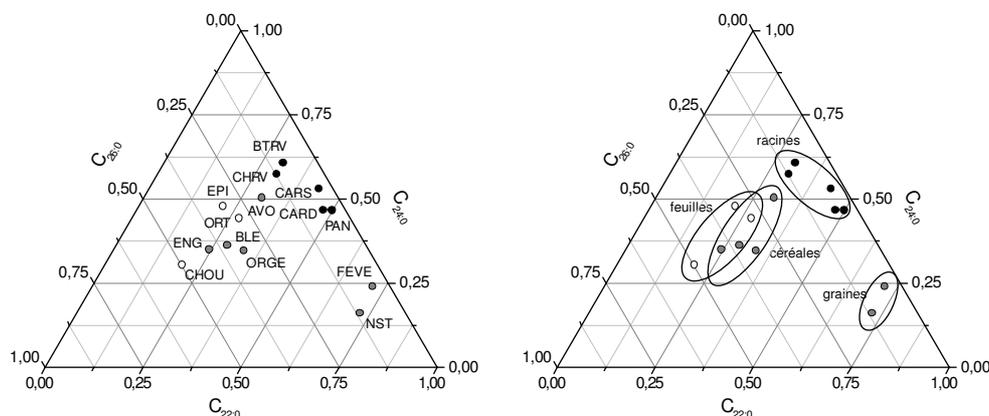


Figure 76 – Diagramme ternaire ( $C_{22:0}$ ,  $C_{24:0}$ ,  $C_{26:0}$ ) des extraits végétaux et regroupement par type d'aliments (les ellipses dessinées ne sont pas statistiques)

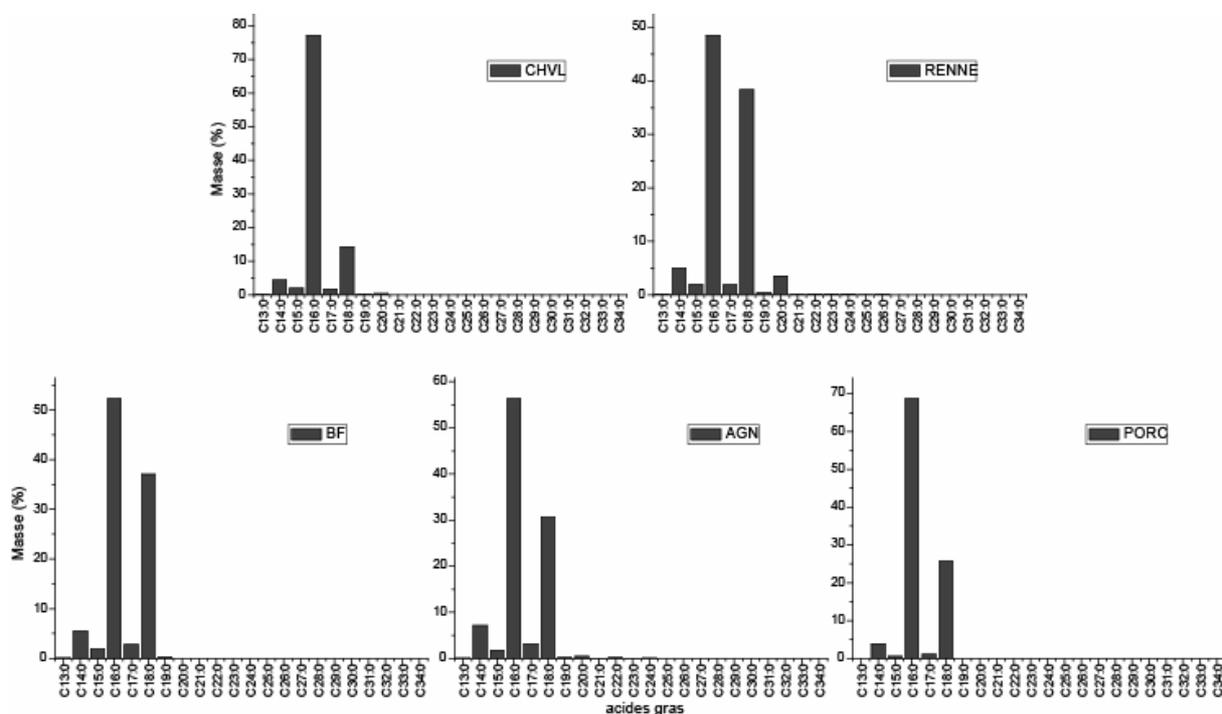


Figure 77 – Distribution des acides gras saturés provenant des viandes

Les extraits de viande présentent des distributions dominées par les acides de courtes chaînes à plus de 99,5% de la masse totale d'acides saturés (Figure 77). Elles sont toutes dominées par l'acide palmitique ( $C_{16:0}$ ), puis par l'acide stéarique ( $C_{18:0}$ ) et dans une moindre mesure par l'acide myristique ( $C_{14:0}$ ). Ces trois acides saturés sont donc les trois acides les plus représentatifs pour les animaux. Nous avons vu que le rapport  $C_{16:0}/C_{18:0}$  est utilisé pour déterminer l'origine des espèces consommées. Dans nos cinq échantillons, ce rapport varie entre 1,3 et 5,4 avec les valeurs les plus faibles pour les ruminants. La variabilité des rapports

au sein et entre les espèces implique l'existence de nombreux recouvrements. Cependant, d'après le contexte archéologique, il est facile de réduire le nombre d'espèces consommables et ainsi de réduire les recouvrements pour préciser l'origine des espèces. De plus, il est possible d'ajouter la valeur de  $C_{14:0}$  afin d'affiner ces différenciations.

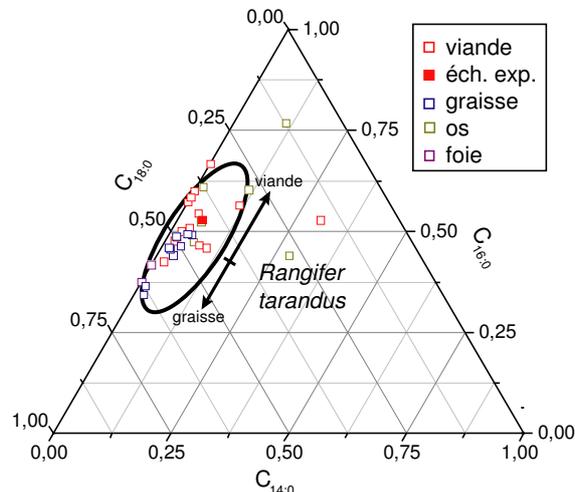


Figure 78 – Diagramme ternaire ( $C_{14:0}$ ,  $C_{16:0}$ ,  $C_{18:0}$ ) de l'extrait de viande de renne et données bibliographiques (Appavoo et al. 1991; Gunstone et al. 1995; Hilditch & Williams 1964; Rottländer 1991; Sampels et al. 2004; Soppela & Nieminen 2002; Wiklund et al. 2001)

Ainsi, nous pouvons constater que les extraits provenant du renne (Figure 78) sont assez regroupés avec un faible  $C_{14:0}$  et des quantités très proches de  $C_{16:0}$  et  $C_{18:0}$ . De plus, on constate une différenciation entre les échantillons de graisse et de viande, la graisse tendant à avoir une quantité plus importante de  $C_{18:0}$  que la viande. Nous pouvons également constater que les extraits de foie présentent une teneur en  $C_{18:0}$  très importante. Les extraits d'os quant à eux sont très dispersés mais nous pouvons remarquer que le  $C_{16:0}$  tend à être important. De manière générale, nous pouvons constater que les cervidés présentent une proportion importante de  $C_{18:0}$ , notamment pour les espèces dont le biotope est la forêt (Figure 80). De plus, la distinction entre la viande d'une part et d'autre part la graisse et le foie est également visible pour ces espèces.

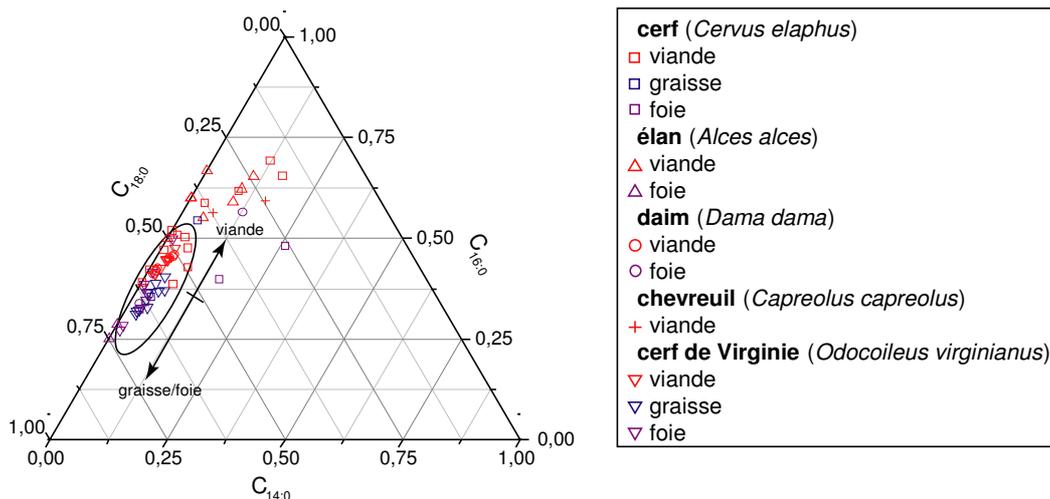


Figure 79 – Diagramme ternaire ( $C_{14:0}$ ,  $C_{16:0}$ ,  $C_{18:0}$ ) de données bibliographiques d'autres cervidés, le cercle exclu l'élan (Appavoo et al. 1991; Gunstone et al. 1995; Hilditch & Williams 1964; Malainey et al. 1999b; Marchbanks 1989; Paleari et al. 2003; Petkov 1986; Rottländer 1991; Rule et al. 2002; Rule & McCormick 1998; Volpelli et al. 2003; Wiklund et al. 2003; Zomborszky & Husvéth 2000)

Nous pouvons constater que les extraits provenant du cheval sont également regroupés et se caractérisent par un  $C_{16:0}$  élevé (Figure 80). Cependant, nous pouvons observer, au contraire des cervidés, qu'il n'y a pas de véritable différenciation en fonction de la localisation du prélèvement sur le cheval.

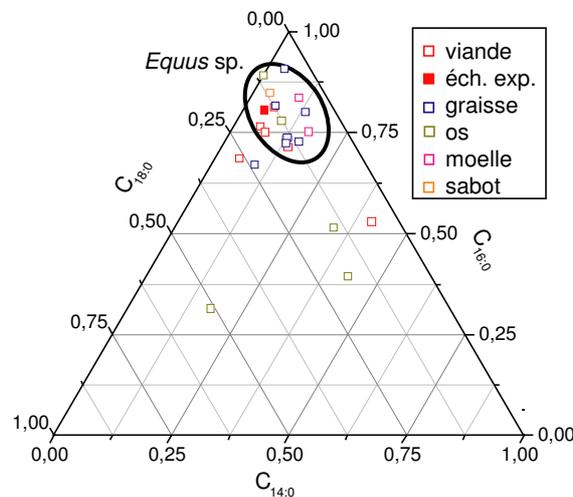


Figure 80 – Diagramme ternaire ( $C_{14:0}$ ,  $C_{16:0}$ ,  $C_{18:0}$ ) de l'extrait de viande de cheval et données bibliographiques (Gunstone et al. 1995; Hilditch & Williams 1964; Kuksis 1972; Paleari et al. 2003; Rottländer 1991)

Il n'y a pas non plus de distinction entre la graisse et la viande provenant du bœuf (Figure 81). Les acides gras contenus dans les reins présentent un taux de  $C_{18:0}$  important. Au contraire, ceux contenus dans les os présentent comme pour les cervidés un  $C_{16:0}$  plus important. De plus, nous pouvons constater que le lait et les produits laitiers présentent des proportions d'acide myristique ( $C_{14:0}$ ) plus importante que pour les autres provenances.

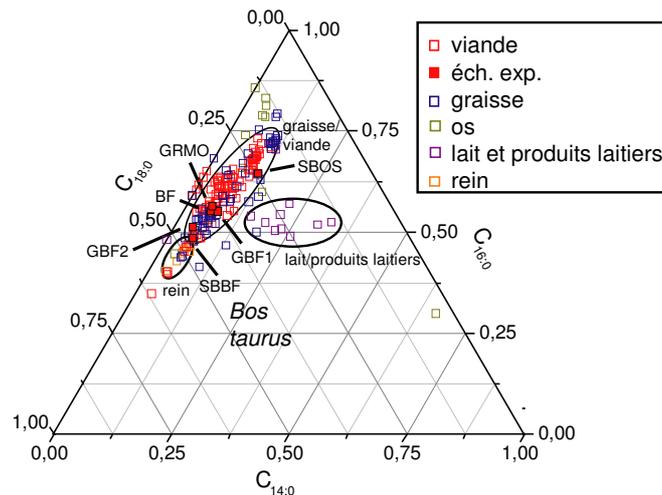


Figure 81 – Diagramme ternaire ( $C_{14:0}$ ,  $C_{16:0}$ ,  $C_{18:0}$ ) de l'extrait de viande de boeuf, des expérimentations de cuisson de boeuf et données bibliographiques (Badiani et al. 2002; Banskalieva et al. 2000; Baublits et al. 2006; Belitz & Grosch 1999; Cifuni et al. 2004; Crawford et al. 1970; Dalle Zotte 2002; Elias Calles et al. 2000; Enser et al. 1996; Enser et al. 1998; Gunstone et al. 1995; Haenlein 2004; Hilditch & Williams 1964; Hubbard & Pocklington 1968; Jandal 1996; Kagawa et al. 1996; Malainey et al. 1999b; Morgan et al. 1973; Paleari et al. 2003; Rottländer 1991; Rule et al. 2002; Yang et al. 2002)

Nous pouvons réaliser les mêmes commentaires sur l'agneau (Figure 82). Cependant la différenciation entre les différentes provenances des échantillons est moins visible.

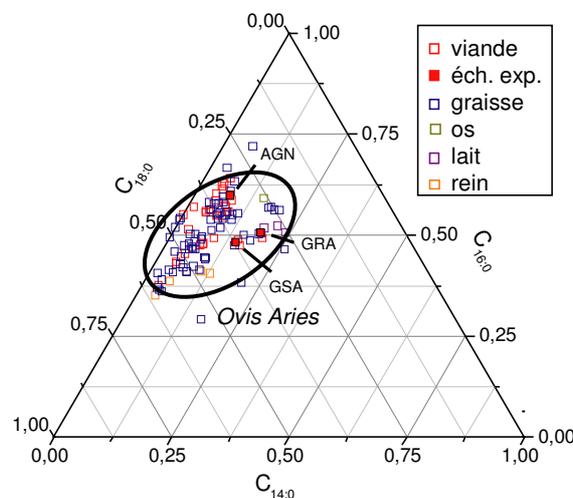


Figure 82 – Diagramme ternaire ( $C_{14:0}$ ,  $C_{16:0}$ ,  $C_{18:0}$ ) de l'extrait de viande d'agneau, des expérimentations de cuisson d'agneau et données bibliographiques (Banskalieva et al. 2000; Bas & Morand-Fehr 2000; Belitz & Grosch 1999; Enser et al. 1996; Goulas et al. 2003; Hilditch & Williams 1964; Hubbard & Pocklington 1968; Jandal 1996; Morgan et al. 1973; Rhee et al. 2003; Rottländer 1991; Rowe et al. 1999; Ünsal & Aktaş 2003)

Finalement, le porc présente également un regroupement important (Figure 83). Il n'y a pas de distinction visible entre la viande et la graisse mais les échantillons provenant des reins présentent un taux de  $C_{18:0}$  également important. Nous pouvons également constater que

notre échantillon de grillade de sanglier est inclus avec les échantillons de porc, ce qui correspond aux données bibliographiques montrant qu'il n'y a pas de différence dans les proportions des différents acides gras saturés entre l'espèce domestique et l'espèce sauvage (Paleari et al. 2003; Pathak et al. 1959).

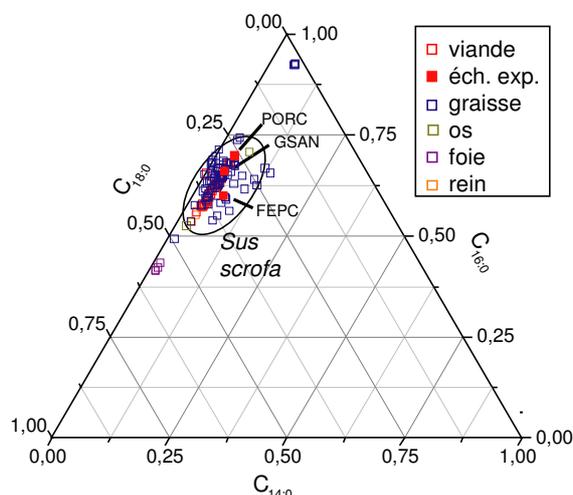


Figure 83 – Diagramme ternaire ( $C_{14:0}$ ,  $C_{16:0}$ ,  $C_{18:0}$ ) de l'extrait de viande de porc, des expérimentations de cuisson de porc et sanglier et données bibliographiques des suidés (Banskalieva et al. 2000; Belitz & Grosch 1999; Dalle Zotte 2002; Enser et al. 1996; Enser et al. 2000; García-Olmo et al. 2002; Gunstone et al. 1995; Hilditch & Williams 1964; Hubbard & Pocklington 1968; Kagawa et al. 1996; Maw et al. 2003; Paleari et al. 2003; Pathak et al. 1959)

Nous avons déjà évoqué l'utilisation du *carbon preference index* (CPI) qui permet d'évaluer la maturation de la matière organique en étudiant la proportion entre les acides gras saturés de longues chaînes paires et impaires. Différents indices modifiés ont été proposés afin de mieux refléter les distributions observées (voir Marzi et al. 1993), cependant nous utiliserons la formule originale (Figure 61) qui est utilisée dans le contexte archéologique.

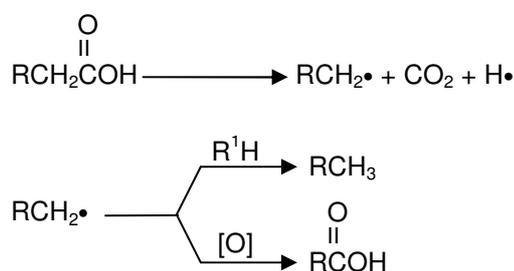


Figure 84 – Réaction de dégradation des acides gras (Cooper & Bray 1963)

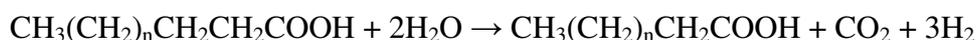


Figure 85 – Réaction de dégradation des acides gras par  $\alpha$ -oxydation (d'après Lalman 2000)

Les principaux mécanismes de dégradation de ces acides gras saturés dont le produit de dérivation est également un acide gras saturés sont le raccourcissement de la chaîne carbonée par oxydation ( $\alpha$  et  $\beta$ ), ainsi que son craquage thermique lors de la pyrolyse. Cooper et Bray (1963) proposent un mécanisme de dégradation de ces acides à faible température lié à la formation d'une molécule de CO<sub>2</sub> et dont les produits résultants sont un n-alcane et un acide gras dont la chaîne carbonée est plus courte d'un carbone (Figure 84). Ce type de dégradation conduirait donc d'après les auteurs, aux distributions d'acides et d'alcane observés dans les pétroles. Une simple  $\alpha$ -oxydation d'origine bactérienne ayant pour conséquence une perte d'un atome de carbone dans la chaîne carbonée peut également expliquer ce type de distribution (Figure 85) (Lalman 2000; Soltani 2004).

	CPI acides longs	CPI acides courts		CPI acides longs	CPI acides courts
<i>graines</i>			<i>expérimentation grillé</i>		
BLE	3,35	34,70	GBF1	0,99	21,82
ENG	4,24	52,18	GBF2	3,84	20,07
ORGE	5,93	44,57	GRMO	1,87	28,79
AVO	4,30	188,91	GSAN	3,81	38,15
FEVE	2,98	23,31	GAR	-	18,44
NST	10,46	59,82	GAS	-	20,93
<i>moyenne</i>	<i>5,21 ±2,77</i>	<i>67,25 ±60,97</i>	GSR	1,44	25,71
<i>feuilles</i>			GSS	0,81	26,38
EPI	8,11	9,93	<i>moyenne</i>	<i>2,13 ±1,37</i>	<i>25,04 ±6,37</i>
CHOU	5,15	13,48	<i>expérimentation bouilli</i>		
ORT	4,49	20,69	SBES	6,76	6,23
<i>moyenne</i>	<i>5,92 ±1,93</i>	<i>14,70 ±5,48</i>	SBER	4,49	4,65
<i>racines</i>			SBCL	7,57	3,96
CARD	1,81	13,91	SBCT	8,56	5,82
CARS	8,47	11,52	SBBF	-	18,03
PAN	1,90	12,21	SBOS	5,28	16,27
CHRV	3,55	10,84	<i>moyenne</i>	<i>6,53 ±1,66</i>	<i>9,16 ±6,27</i>
BTRV	1,76	14,86	<i>expérimentation four enterré</i>		
<i>moyenne</i>	<i>3,50 ±2,88</i>	<i>12,67 ±1,67</i>	FECR	6,24	8,67
<i>viandes</i>			FECS	4,57	7,72
CHVL	-	23,02	FEPC	1,11	33,55
RENNE	1,62	25,76	<i>moyenne</i>	<i>3,97 ±2,62</i>	<i>16,65 ±14,65</i>
BF	-	19,21			
AGN	2,91	18,74			
PORC	-	59,88			
<i>moyenne</i>	<i>2,27 ±0,91</i>	<i>29,32 ±17,32</i>			

Tableau VI – CPI des acides longs et courts des échantillons référentiels

Dans les produits crus (Tableau VI), les CPI<sub>(acides longs)</sub> des graines et des feuilles sont assez similaires (5,21 ±2,77 et 5,92 ±1,93 respectivement) bien que les graines présentent une gamme de valeurs plus importante (2,98-10,46). Les valeurs observées pour les racines sont

quant à elle plus faibles ( $3,50 \pm 2,88$ ). Celles de la viande le sont encore plus, mais nous ne pouvons pas les prendre en compte en raison de la faible proportion de ces acides longs.

Les courtes chaînes sont quant à elles communes à tous les échantillons et souvent contribuent à la majorité des acides gras saturés. Il est donc aussi intéressant de juger de leur maturation. Cooper et Bray (1963) utilise l'indice suivant :  $(C_{16:0}+C_{18:0})/2C_{17:0}$ . Cependant, cet indice ne prend en compte qu'une partie des courtes chaînes. Nous préférons donc l'indice suivant (Figure 86), inspiré du  $CPI_{(acides\ longs)}$  :

$$CPI_{(acides\ courts)} = \frac{1}{2} \left[ \frac{C_{14:0}+C_{16:0}+C_{18:0}}{C_{13:0}+C_{15:0}+C_{17:0}} + \frac{C_{14:0}+C_{16:0}+C_{18:0}}{C_{15:0}+C_{17:0}+C_{19:0}} \right]$$

Figure 86 – Equation pour le calcul du  $CPI_{(acides\ courts)}$

Les valeurs observées sont bien plus élevées que celles des acides longs. Les graines présentent les valeurs les plus importantes ( $67,25 \pm 60,97$ ) alors que les feuilles ( $14,70 \pm 5,48$ ) et les racines ( $12,67 \pm 1,67$ ) présentent des valeurs semblables. Les viandes présentent des valeurs plus élevées ( $29,32 \pm 17,32$ ) que ces dernières notamment pour la viande de porc ( $59,88$ ).

Les acides gras saturés présentent donc un intérêt important pour la détermination de la provenance des échantillons. Cependant, il est important de connaître l'évolution de la distribution de ces lipides après avoir été exposés à la cuisson. Ainsi, la viande soumise à différents procédés culinaires ne semble pas subir de modifications importantes (Badiani et al. 2002). Cependant, les échantillons archéologiques analysés ne sont pas ceux de la viande consommée mais les graisses ayant pénétrées dans la matrice minérale de l'élément de cuisson étudié, dans notre cas les roches chauffées.

Tout d'abord, on peut constater que le taux d'acides gras saturés présent dans les roches est différent d'une expérimentation à l'autre (Figure 87). C'est dans les expérimentations de grillade que ce taux est le plus important. Il est compris pour ces expérimentations entre  $0,74 \mu\text{g}\cdot\text{g}^{-1}$  [GBF2] et  $1908 \mu\text{g}\cdot\text{g}^{-1}$  [GSS]. Il existe donc une variabilité quant à la pénétration de la matière organique en fonction des conditions de la cuisson (la teneur en graisse de l'aliment et sa position par rapport à l'élément de cuisson étudié, températures et durée de la cuisson...). Cependant, à l'exception de GBF2 et GRA, tous les autres échantillons présentent des quantités de SFA nettement supérieures aux autres types de

cuisson. On constate également que la quantité de SFA présents dans le sol est toujours supérieure à celle de la roche correspondante en raison de la porosité qui est plus importante. Dans les expérimentations de bouilli et de four enterré, on constate que les différences de quantité sont du même ordre de grandeur. Cependant, on peut remarquer que les échantillons provenant d'expérimentations de cuisson de produits animaux sont plus riches en acides gras saturés. Ainsi les produits animaux, parce qu'ils sont plus gras et que cette graisse peut plus facilement se trouver en contact avec l'élément de cuisson, seront mieux représentés que les produits végétaux.

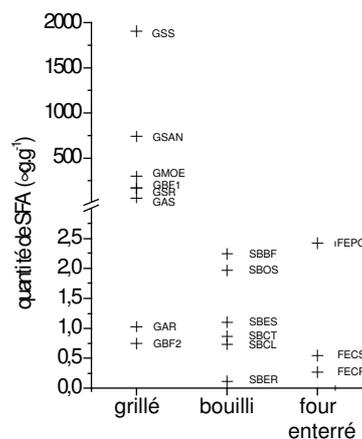


Figure 87 – Concentration d'acides gras saturés dans les échantillons expérimentaux

Dans les expérimentations de grillade, les distributions sont proches de celles observées dans les échantillons de viande (Figure 88). Cependant, nous pouvons observer quelques différences. Ainsi pour le bœuf, alors que les échantillons [GBF1] et [GMOE] sont très proches de l'échantillon de bœuf cru, [GBF2] présente un taux d'acides gras de longues chaînes plus important (11,9%). Il présente également un rapport  $C_{16:0}/C_{18:0}$  plus faible que pour le bœuf cru (1,15 pour [GBF2] alors qu'il est de 1,41 pour [BF]). Il faut mettre ceci en relation avec le fait que cette roche est également la roche de grillade qui contient le moins d'acides gras saturés et que la contribution des acides gras de la roche pourrait donc être plus visible. La distribution des acides gras de la cuisson du sanglier est similaire à celle du porc analysé bien que le rapport  $C_{16:0}/C_{18:0}$  soit légèrement plus faible (2,67 pour [GSAN] alors qu'il est de 2,19 pour [PORC]). Néanmoins cette valeur est proche de celle de la viande de sanglier (2,06 d'après Paleari et al. 2003). La cuisson de l'agneau présente des variations importantes entre les graisses contenues dans le sol et celle contenues dans la roche et également entre l'échantillon d'agneau cru. La modification la plus notable est l'enrichissement de  $C_{14:0}$  des deux échantillons expérimentaux suidés. Finalement, les deux

échantillons provenant de la cuisson du saumon présentent des distributions similaires. Cependant, on constate la présence d'acides gras de longues chaînes (3,7% pour [GSR] et 3,0 pour [GSS]) qui présentent une distribution assez dégradée (leur CPI est respectivement de 1,44 et 0,81). On constate que ces longues chaînes paires sont dominées par les acides C<sub>20:0</sub> et C<sub>22:2</sub> correspondant aux homologues saturés des acides insaturés. Ces échantillons contiennent globalement plus d'acides gras de longues chaînes qu'observés dans la viande crue. Cette présence peut s'expliquer par des traces résiduelles provenant des roches chauffées (bien que l'on pourrait s'attendre à une dégradation complète en raison des températures atteintes) ou du combustible pour les expérimentations en contexte réaliste. Cependant, à l'exception de [GBF2] et dans une moindre mesure [GSS] et [GSR], la proportion reste faible (inférieure à 1,03).

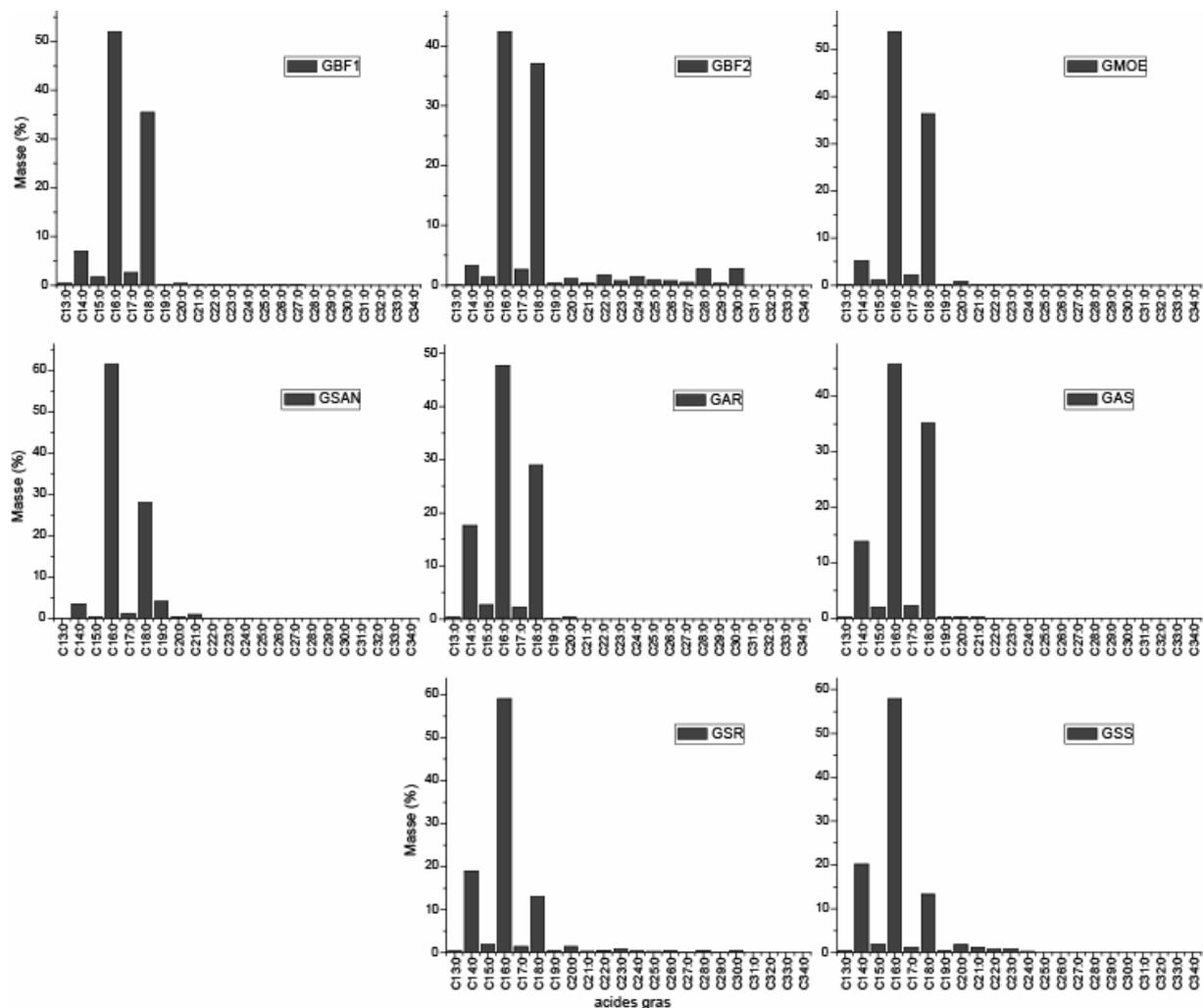


Figure 88 – Distributions des acides gras des expérimentations de grillade

Ainsi l'utilisation du  $CPI_{(acides\ longs)}$  semble inadéquat pour juger de la maturation de ces acides. Le  $CPI_{(acides\ courts)}$  (Tableau VI) présente des valeurs similaires à celles observées

pour la viande voir légèrement supérieures (en moyenne il est de  $25,03 \pm 6,17$  contre  $29,32 \pm 17,32$ ). Ainsi les grillades de viande et de moelle de bœuf ( $20,07-28,79$ ) présentent des valeurs légèrement supérieures à celle observée pour la viande crue ( $19,21$ ). Il en est de même pour l'agneau où ces différentes valeurs sont très proches ( $18,44$  et  $20,93$  pour la grillade,  $19,21$  pour la viande crue).

La cuisson par grillade ne semble donc pas modifier de manière sensible les proportions entre les acides courts pairs et impairs, indiquant que la maturation de ces graisses lors de ce type de cuisson semble inexistante. Ainsi, les distributions d'acides gras subissent quelques changements lors de la grillade. Cependant, ces changements restent modérés, ne rendant pas impossible des identifications par la distribution des acides gras saturés.

Les distributions des expérimentations de bouilli par pierres chauffantes présentent également des différences par rapport aux aliments crus (Figure 89). Nous avons pu voir que les quatre expérimentations de cuisson des végétaux présentent une proximité statistique importante (Figure 69). Nous pouvons constater que la quantité d'acides de longues chaînes est relativement importante (supérieur à 28%). Ils s'organisent en une distribution bimodale comme nous avons pu le voir uniquement pour les feuilles et plus précisément pour les épinards crus. Ainsi pour la cuisson des épinards, nous constatons que la proportion d'acides longs ( $40,7\%-49,4\%$ ) a diminué par rapport à celle de l'épinard cru ( $76,4\%$ ). La distribution du second mode est dominé par  $C_{32:0}$  pour [SBES] et  $C_{30:0}$  pour [SBER]. La cuisson avec une utilisation semble donc présenter la distribution qui est la plus proche de l'épinard cru pour ce mode mais c'est également celle dont les quantités d'acides longs ont le plus diminué. Pour la cuisson des carottes, nous pouvons observer le phénomène inverse. En effet, les quantités d'acides longs ( $28,1\%-45,0\%$ ) augmentent par rapport à celle de la carotte crue ( $20,5\%$ ). Mais il faut surtout noter une modification complète de la distribution de ces acides gras de longues chaînes. Ainsi, alors que dans la racine crue, seule un mode dominé par  $C_{22:0}$  était présent, dans les échantillon de cuisson, deux modes sont présents. Cette distribution présente un deuxième mode plus important que le premier et dominé par  $C_{32:0}$ . De plus, les rapports entre les trois acides dominant la première distribution ont également changé (Figure 90). On constate ainsi que ces échantillons expérimentaux sortent respectivement des groupes de feuilles et de racines. Pour la cuisson des épinards, alors que le  $CPI_{(acides\ longs)}$  des feuilles crues ( $8,11$ ) est élevé, celui de [SBES] ( $6,76$ ) révèle une augmentation de la maturation de ces acides encore plus marquée pour [SBER] ( $4,49$ ). Pour la cuisson des carottes, ce phénomène

est plus difficile à saisir. En effet, l'apparition du deuxième mode provoque ainsi une augmentation de la valeur du CPI (8,56-7,57) par rapport à celui de la carotte crue (1,81). Les acides courts présentent de légères modifications de leur distribution. Ainsi, les rapports  $C_{16:0}/C_{18:0}$  sont relativement homogènes (en moyenne  $3,46 \pm 0,47$ ) mais diffèrent légèrement de ceux des végétaux crus. Mais on constate surtout une augmentation de la proportion d'acides gras impairs qui se traduit dans la valeur de leurs  $CPI_{(\text{acides courts})}$  ( $5,16 \pm 1,05$ ). Ainsi, on constate également une diminution plus importante de cette valeur pour [SBER] (6,23) que pour [SBES] (4,65).

Les expérimentations de cuisson de produits animaux présentent des quantités de SFA plus importantes que celles observées pour les produits végétaux (Figure 87). [SBBF] présentent une distribution typique de la viande avec une absence d'acides de longues chaînes. Cependant, la distribution des principaux acides gras est modifiée avec une nette augmentation de la proportions d'acide stéarique (le rapport  $C_{16:0}/C_{18:0}$  est égale à 1,05). Le  $CPI_{(\text{acides courts})}$  (18,03) indique également une légère maturation des acides gras saturés consécutive à la cuisson, bien moins visible que pour les végétaux (Tableau VI). [SBOS] présentent des quantités d'acides gras de longues chaînes plus importantes (14,07%). Ils présentent une distribution bimodale. L'expérimentation se déroulant en laboratoire, ces acides doivent être un résidu des acides présents dans la roche. La distribution des acides courts est assez typique du bœuf avec un rapport  $C_{16:0}/C_{18:0}$  de 2,65. Le  $CPI_{(\text{acides courts})}$  est légèrement plus faible (16,27) que celui de [SBBF], indiquant une maturation supérieure.

Ainsi, on constate que cette technique de cuisson provoque sur les acides gras saturés de nombreuses modifications. Globalement on constate une diminution des proportions entre acides gras pairs et impairs surtout marquée pour les acides courts chez les végétaux, indiquant que l'ébullition favorise la maturation de la matière organique. Cette technique provoque également des modifications dans la distribution des acides gras. Ces modifications affectent à la fois les courtes chaînes, mais surtout systématiquement le profil des acides longs des échantillons de cuisson des végétaux. Ces dernières sont difficiles à expliquer. L'hypothèse la plus simple serait que ces acides sont estérifiés avec d'autres molécules et que la cuisson provoque leur libération, modifiant ainsi les distributions obtenues.

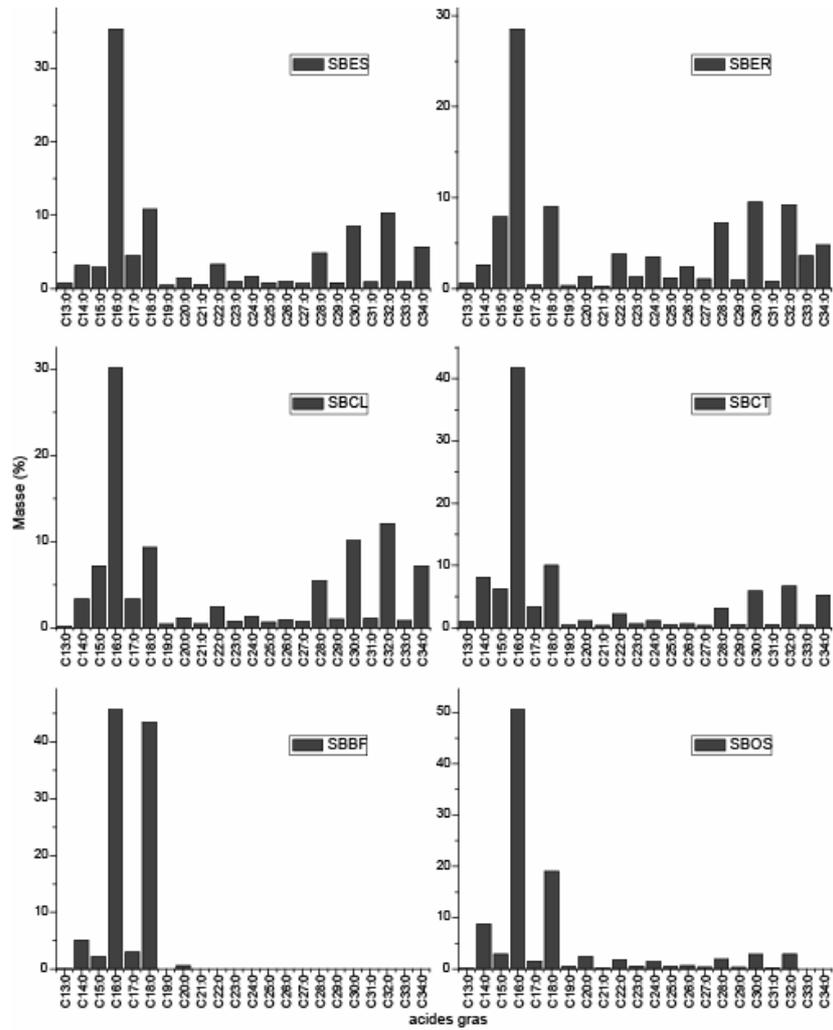


Figure 89 – Distributions des acides gras des expérimentations de bouilli

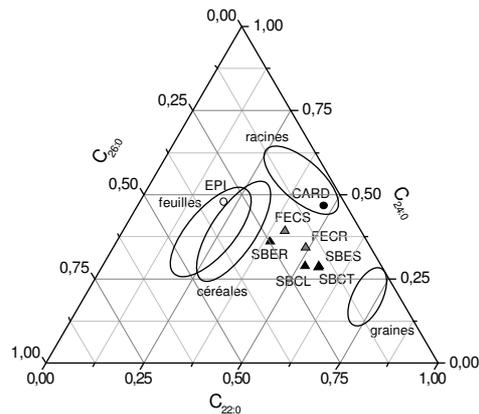


Figure 90 – Diagramme ternaire ( $C_{22:0}$ ,  $C_{24:0}$ ,  $C_{26:0}$ ) des extraits de cuisson de végétaux

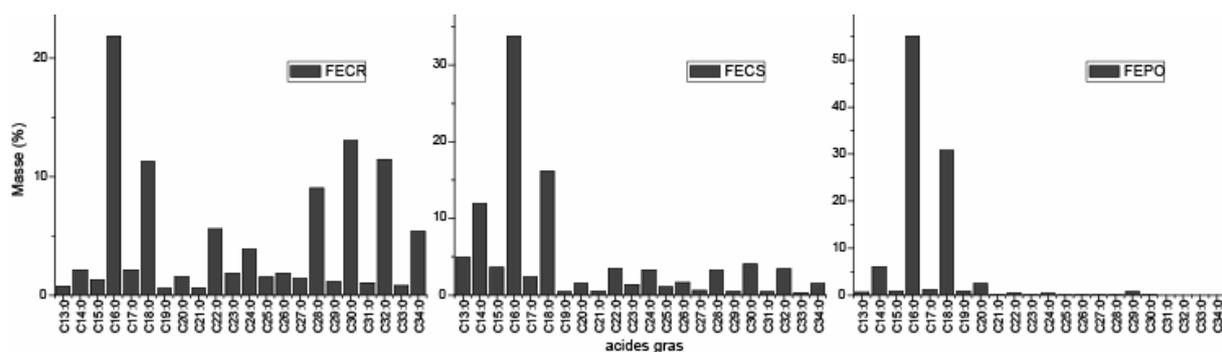


Figure 91 – Distributions des acides gras des expérimentations de fours enterrés

Dans les expérimentations de fours enterrés (Figure 91), les quantités de SFA sont assez similaires à celles de la cuisson de bouilli avec des pierres chauffantes avec des quantités plus importantes pour la cuisson de la viande (Figure 87). Nous pouvons constater que les altérations subies lors de la cuisson des carottes sont également assez similaires que lors de leur ébullition. On constate donc pour les longues chaînes, une modification importante de leur quantité et de leur distribution. Ainsi ces longues chaînes sont en quantités plus importantes dans la roche (58,48%) que dans le sol (25,29%). Cependant, les distributions observées pour les deux modes semblent assez proches avec, pour le premier (Figure 90), une dominance en C<sub>22:0</sub> et, pour le second, en C<sub>30:0</sub>. La maturation des acides longs avec des CPI de 6,24 [FECR] et 4,57 [FECS] est plus marquée que lors de l'ébullition (Tableau VI). Au contraire le CPI<sub>(acides courts)</sub> est situé entre celui la cuisson par ébullition et la carotte crue (8,67 [FECR] et 7,72 [FECS]). Pour [FEPO] la distribution est typiquement animale avec 97,8% de longues chaînes. Cette distribution est assez semblable à celle du porc, même si on constate une augmentation de C<sub>18:0</sub> (le rapport C<sub>16:0</sub>/C<sub>18:0</sub> est de 2,67 dans le porc cru alors qu'il est de 1,79 dans cet échantillon) et une maturation plus importante de ces acides (le CPI<sub>(acides courts)</sub> est de 33,55 contre 59,88 dans bœuf crus).

Ainsi la cuisson par des pierres chauffantes apporte de substantielles modifications dans le profil des acides gras saturés. Ces modifications sont à la fois le fruit d'une technique de cuisson mais également des conditions même de la cuisson. Il est encore difficile de savoir quels sont les processus de ces réactions chimiques. Ainsi, si des ruptures de liaisons esters peuvent expliquer l'apparition d'acides gras de longues chaînes lors de la cuisson et qu'une  $\alpha$ -oxydation explique la maturation des acides saturés, la plupart des modifications dans les proportions d'acides pairs sont difficile à expliquer. Ainsi, la diminution de valeurs du rapport C<sub>16:0</sub>/C<sub>18:0</sub> observé dans certaines expérimentations peut à la fois être due à un apport d'acide stéarique provenant d'un acide gras estérifié ou d'une hydrogénation d'acide insaturé mais

également une dégradation préférentielle d'acide palmitique. Néanmoins, nous pouvons considérer que la cuisson n'entraîne pas de modifications substantielles de ce rapport (voir Figure 81, Figure 82 et Figure 83).

Cependant, des expérimentations récentes réalisées dans notre équipe montre que des sédiment soumis à un chauffage présentent une diminution du rapport  $C_{16:0}/C_{18:0}$  proportionnelle à la température (R. J. March, communication personnelle). L'apport important de graisse provenant de l'aliment lors de la cuisson masque ce phénomène. Mais, il semble raisonnable de penser, lorsqu'une roche est réchauffée sans être réutilisée culinairement, que ses acides gras sont soumis à des processus similaires.

#### *II.4.4.1.2.1. A propos de la modification des distributions d'acides gras saturés lors des processus taphonomiques*

La distribution de ces acides gras va également subir des transformations lors du processus taphonomique. Ainsi la maturation de ces acides gras est tout d'abord un processus réactif se déroulant dans le temps conduisant à la formation du pétrole à partir de la biomasse (Cooper & Bray 1963). Cependant, cette maturation est très lente et à l'échelle des temps archéologiques, nous pouvons considérés que ce phénomène est limité.

La plus grande source de modification du profil des acides gras saturés est un apport d'acides gras libres produits de la dégradation d'autres molécules. L'apport principal provient de la dégradation des lipides acyles (mono-, di et triglycérides). Elle est le fruit de la lipolyse de ces molécules, provoquée notamment par certaines enzymes (Hita et al. 1996). Néanmoins cette augmentation en acides gras libres ne signifie pas une modification des distributions observées dans les acides gras saturés. En effet, la composition globale en acides gras estérifiés dans les triglycérides est similaire à celles retrouvées pour les acides gras libres (Gunstone et al. 1995; Hilditch & Williams 1964; Hubbard & Pocklington 1968). Cependant, les expérimentations de dégradations bactériennes en milieu oxydant réalisée par Dudd *et alii* (Dudd et al. 1998) tendent à montrer qu'il y a des modifications de ces distributions au cours de la dégradation des triglycérides de l'huile d'olive et du lait (même si la dégradation de produit pur produit l'acide correspondant). Au contraire, les expérimentations de cuisson et de dégradations simulées à long terme réalisée par Malainey (1999a) semble indiquer que la distribution des acides gras saturés dominants se modifie peu.

Un des processus d'altération des acides gras insaturés conduit néanmoins à des modifications dans le profil des acides gras saturés. Dans un milieu anaérobie, généralement humide ou inondé, les microorganismes du sol vont transformer la composition en acides gras pour former de l'adipocire. Les premiers travaux expérimentaux, liés à l'archéologie, ont été menés par Den Dooren de Jong (1961), qui transforma de l'huile d'olive et de la graisse humaine en adipocire. Il propose alors un mécanisme réactionnel transformant l'acide oléique en acide palmitique par une déshydrogénation concomitante à un raccourcissement de la chaîne aliphatique. Des expérimentations similaires furent réalisées par Morgan sur des graisses provenant de beurre et de mouton (Morgan et al. 1973). Les produits résultant de la formation de l'adipocire se caractérisent par une disparition d'acides gras insaturés au profit de l'acide palmitique associée à l'apparition d'hydroxy-acides (stéarique et/ou palmitique) et/ou d'oxo-acides (idem) produit de la dégradation de l'acide oléique. Ces acides sont saponifiés avec différents sels minéraux ( $\text{Ca}^{2+}$  ou  $\text{Mg}^{2+}$ ) rendant l'adipocire solide à température ambiante et pouvant donc conduire à une conservation morphologique des corps décomposés (Cabirol et al. 1998; Fiedler & Graw 2003; Takatori 1996). La formation de l'adipocire, sa vitesse ainsi que la nature des produits formés sont dépendant de nombreux facteurs. On peut évoquer la nature minérale du sol, son pH, son humidité, sa température, son aération ainsi que les méthodes d'inhumations ou encore les caractéristiques intrinsèques du corps enfoui tel la taille, l'âge, le sexe (Fiedler & Graw 2003; Forbes et al. 2005a; Forbes et al. 2002; Forbes et al. 2005b, 2005c; Vane & Trick 2005)...

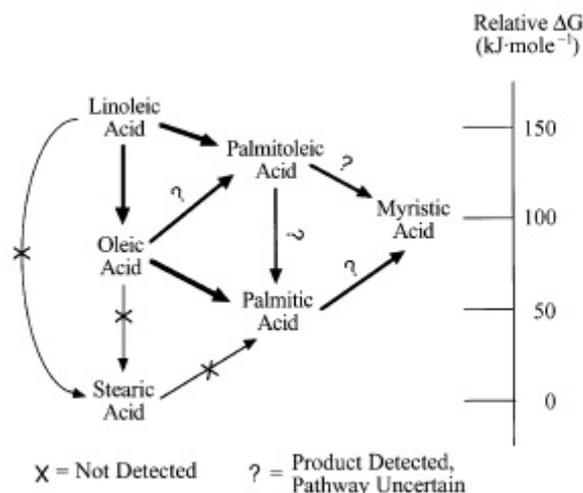


Figure 92 – Dégradation bactérienne anaérobie des acides gras de type C18 (Lalman & Bagley 2001)

Ainsi, alors qu'en milieu aérobie, la dégradation par oxydation des acides insaturés conduit à la formation de peroxydes et d'autres dérivés secondaires, en milieu anaérobie la

dégradation bactérienne conduit à des modifications des profils d'acide gras saturés. Le processus de dégradation est complexe, mais il peut se résumer à des réactions de  $\beta$ -oxydation et de deshydrogénations. Cependant certaines réactions vont être préférentielles à d'autres (Figure 92). En effet, certaines sont plus favorables énergétiquement aux microorganismes. La production d'acide palmitique à partir de l'acide linoléique et oléique est énergétiquement favorable alors que pour l'acide stéarique cela ne l'est pas (cependant elle peut le devenir sous des changements de conditions de pression ou de pH). De même l'acide stéarique ne paraît pas être un produit de dégradation intermédiaire (formé par deshydrogénation) formé lors de la dégradation des acides linoléique et oléique. De plus, lors de sa dégradation, il n'y a pas de formation d'autres acides saturés en tant que produits dérivés<sup>8</sup>. De même, l'acide palmitique est le produit dérivé préférentiel alors que la concentration de l'acide myristique semble ne pas pouvoir dépasser une certaine concentration maximale même lorsque celle de l'acide palmitique diminue (Figure 93) (Lalman 2000; Lalman & Bagley 2000, 2001). De plus, la réactivité de certaines familles de microorganismes diminue avec l'augmentation de la taille de la chaîne carbonée (Den Dooren De Jong 1961). Ainsi dans ce type de contexte, les proportions entre les différents acides gras saturés seront modifiées en faveur des acides les plus courts et notamment en faveur de l'acide palmitique.

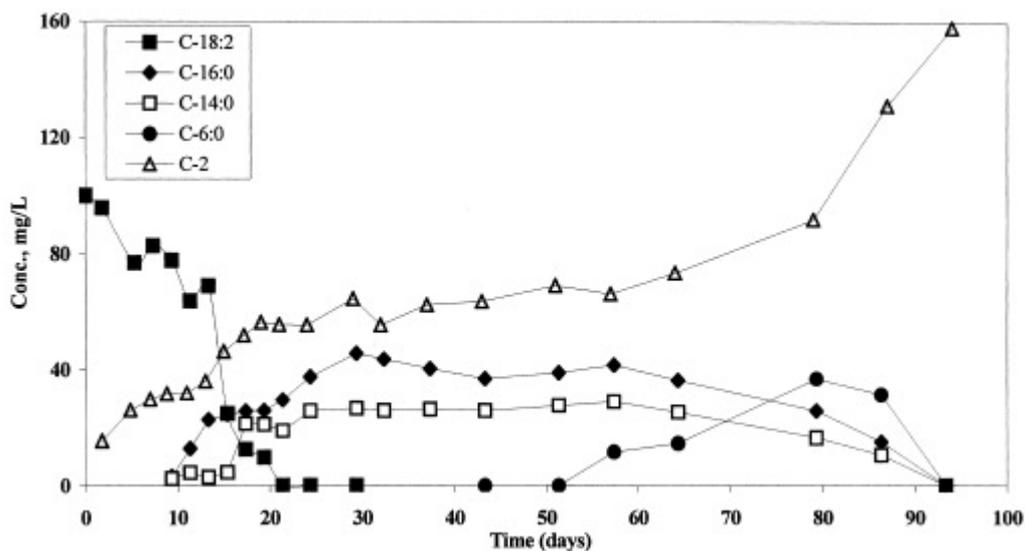


Figure 93 – Dégradation de l'acide linoléique (concentration initiale de  $100 \text{ mg.l}^{-1}$ ) et des produits dérivés formés (Lalman & Bagley 2000)

<sup>8</sup> Où du moins pas en quantité suffisamment importante pour être détectés (Bagley communication personnelle)

Néanmoins, ce type de réaction est dépendant de la présence d'acides gras insaturés. Nous avons vu que ces derniers étaient généralement altérés lors des processus culinaires. Ainsi, il est concevable que ces réactions soient fortement limitées dans ce contexte.

#### II.4.4.1.3. Acides dicarboxyliques

Les acides dicarboxyliques, comme leur nom l'indique, sont des acides gras possédant deux fonctions acides carboxyliques. Ces acides se présentent naturellement sous deux formes. Une première forme simple présente une chaîne linéaire simple ou ramifiée. La seconde forme plus complexe lie l'acide dicarboxylique à une chaîne alkyl latérale, ce sont les alkytaconates. Nous ne traiterons ici que des diacides de la première forme qui sont les seuls trouvés en contexte archéologique. La formule générale de ces diacides saturés est de type  $\text{HOOC}-(\text{CH}_2)_n-\text{COOH}$ <sup>9</sup>, mais ils peuvent également présenter des insaturations ainsi que des ramifications.

Ces diacides sont un des produits de la dégradation des acides gras par oxydation et n'ont qu'une faible occurrence dans les produits naturels. La formation de ces diacides est complexe. Les diacides pairs sont formés à partir d'une  $\omega$ - et d'une  $\beta$ -oxydation des acides gras saturés pairs. En raison de la faible occurrence des acides impairs, ces derniers sont le produit d'un autre processus d'altération. Ils proviennent de la dégradation par peroxydation des acides gras insaturés (mono ou poly) libres ou estérifiés. La longueur du diacide produit est fonction de la position de l'insaturation dans la chaîne de carbone. Chaque acide gras insaturés produit ainsi un premier diacide principal dont la taille correspond à la position de la première insaturation (en partant de la position de l'acide carboxilique) et un second diacide, en quantité moins importante, dont la chaîne est plus courte de deux carbones. Par exemple, à partir de l'acide linoléique ( $\text{C}_{18:2\omega6}$ ), nous obtenons en tant que diacide principal l'acide azélaïque ( $\text{DCA}_9$ ) et comme second diacide l'acide pimélique ( $\text{DCA}_7$ ) (Passi et al. 1993).

Les analyses d'une momie de la nécropole nubienne de Kerma (Soudan) a révélé la présence d'acides dicarboxyliques ( $\text{DCA}_7$ - $\text{DCA}_{22}$ ) dominé par l'acide azélaïque ( $\text{DCA}_9$ ), ainsi qu'une autre série d'acides n-alkylsuccinique ( $\text{C}_{11}$ - $\text{C}_{16}$ ) dans un échantillon crânien (Gülaçar et al. 1989; Gülaçar et al. 1990). Ils sont également présents ( $\text{DCA}_7$ - $\text{DCA}_{12}$  avec une dominance de  $\text{DCA}_9$ ) dans des céramiques d'Égypte nubienne mais également dans la

---

<sup>9</sup> Dans cette thèse, nous utiliserons la dénomination suivante pour les diacides saturés :  $\text{DCA}_n$  où n est le nombre de carbone de la chaîne carbonée.

fraction insoluble, correspondant aux acides liés à la matrice minérale de la céramique, du site lacustre de Chalain (France) (Regert et al. 1998). Ainsi, Regert et *alii* (1998) émettent l'hypothèse que ces acides ont une conservation préférentielle dans les gisements de milieux arides où ils sont préservés d'un lessivage qui causerait leur disparition. Cette hypothèse est renforcée par leur présence également dans des céramiques retrouvées dans le milieu aride du *Western Great Basin* (U.S.A.) (Eerkens 2001, 2002, 2005). Nous avons également retrouvé ces diacides (DCA<sub>9</sub>-DCA<sub>24</sub>) dans les échantillons d'adhérences déposées sur des coupes-à-socles du site funéraire de la Hougue Bie (Jersey), où ils sont associés à la présence de brai de bouleau. Ces diacides sont dominés par ceux de longues chaînes (avec un maximum pour DCA<sub>22</sub>). Cependant, cette distribution est bimodale et un autre mode de diacides de courtes chaînes est dominé par DCA<sub>9</sub> (Lucquin et al. 2007).

Ainsi, il nous semble important de distinguer deux groupes ces acides dicarboxyliques. Un premier groupe composé par ceux de courtes chaînes (<DCA<sub>14</sub>) et dominé par l'acide azélaïque qui témoigne de la dégradation des acides gras insaturés. Il faut également noter que les acides inférieurs à DCA<sub>7</sub> ne semblent pas se conserver aux échelles de temps archéologiques. Le second comprend les acides dicarboxyliques de longues chaînes. Ces derniers sont présents dans les extraits de produits naturels provenant de végétaux supérieurs. On les retrouve notamment dans l'écorce de certains bois (Loveland & Laver 1972; Santos Bento et al. 2001), dans certaines noix (Dembitsky et al. 2002) ou encore dans les résidus organiques provenant de la fumée de différentes espèces de bois (Fine et al. 2001; Fine et al. 2002; Simoneit 2002).

Ces acides dicarboxyliques sont présents dans différents échantillons expérimentaux. L'acide azélaïque apparaît en très faible quantité ou à l'état de traces dans la plupart des échantillons crus ainsi que dans des échantillons de cuisson par bouilli et en four enterré. Cependant, dans les échantillons de cuisson par grillé, à l'exception de [GBF2], des diacides courts (DCA<sub>8</sub>-DCA<sub>12</sub>) dominés par l'acide azélaïque (DCA<sub>9</sub>) ont été retrouvés en quantités significatives (Figure 94). Ces diacides sont clairement des produits de l'oxydation des acides insaturés mais il semble que la cuisson grillée favorise leur formation. Ainsi, la présence seule de ces diacides ne peut être considérée comme un marqueur de la technique de cuisson grillée avec des pierres chauffantes parce qu'ils se forment également lors de la dégradation naturelle des graisses. Cependant, croisés avec d'autres critères, ils pourraient être un indice de cette technique.

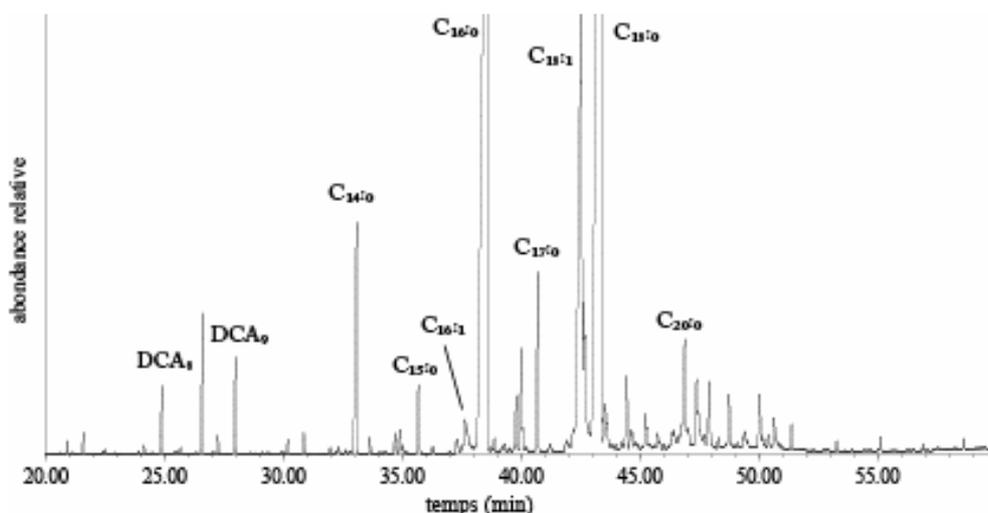


Figure 94 – Chromatogramme (TIC) partiel (20-60 min) de la fraction acide de l'échantillon [GBF1]

#### II.4.4.1.4. Hydroxy- et oxo-acides

Hydroxy- et oxo-acides sont également le produit de la dégradation des acides gras insaturés respectivement par  $\omega$ -oxydation et par déshydratation successive lors d'une dégradation bactérienne (Lalman 2000; Soltani 2004), par dérivation des peroxydes lors d'auto-oxydation (Evershed et al. 1992), ou par hydratation de la double liaison (Regert et al. 1998). La longueur de chaîne ainsi que la position de ces fonctions est assez variée mais sont liées à l'acide gras dégradé. Ainsi, l'acide 10-hydroxyoctadécanoïque provient de la dégradation de l'acide oléique. Cependant, un certain nombre d'hydroxy-acides est naturellement présent dans des produits crus. Par exemple, l'acide ricinoléique (acide 12-hydroxy-9-octadécenoïque) est le principal acide de l'huile de ricin. Ou encore la famille des 2-hydroxy-acides gras de chaîne relativement longue (de 16 à 25 atomes de carbones) est naturellement contenue dans les feuilles vertes de nombreux végétaux (Belitz & Grosch 1999).

En contexte archéologique, l'occurrence de ces acides est assez similaires à ceux des acides dicarboxyliques bien que plus fréquents et ils sont en général interprétés comme des produits de dégradation (Eerkens 2001, 2005; Gülaçar et al. 1989; Gülaçar et al. 1990; March 1999; Passi et al. 1981; Regert et al. 1998). De plus, ces acides sont un des produits typiques de l'adipocire (Den Dooren De Jong 1961; Evershed 1991, 1992; Morgan et al. 1973).

Aucun de ces acides n'a été retrouvé dans le référentiel de produits crus ou expérimental. Ils sont donc uniquement un indicateur des processus de décomposition de la

matière organique et dans certains cas particuliers, ils apportent des informations d'ordre taxonomique.

Expérimentalement, nous pouvons constater l'absence de formation de ces acides. Ils sont donc de véritables marqueurs d'altérations naturelles de la matière organique (à l'exception des 2-hydroxy, acides de longues chaînes)

## **II.4.4.2. Hydrocarbures**

### **II.4.4.2.1. Les n-alcanes**

Les n-alcanes sont des chaînes aliphatiques simples d'hydrocarbures saturés ( $C_nH_{2n+2}$ , abrégé en  $C_n$ ). De nature hydrophobique, ils sont largement répandus dans le domaine végétal où ils jouent un rôle dans l'hydratation des plantes. Ce sont également les principaux produits constitutifs du pétrole ainsi que de ses dérivés. Cependant, on les trouve en trace également dans les produits d'origine animale.

Deux types de distributions ont été décrites dans la littérature (Carriere et al. 1990; Cunha & Fernandes-Ferreira 2001). La première est de type lissé ou similaire à une distribution gaussienne. Elle correspond aux tissus du parenchyme (constitutif de la paroi cellulaire). La seconde présente une distribution d'alcanes de longue chaîne avec une dominance de carbones impairs qui se retrouve principalement dans les cires épicuticulaire. C'est donc dans les feuilles que l'on va retrouver ce type de distribution. Elles contiennent des séries d'alcanes comprises entre  $C_{17}$  à  $C_{35}$  avec une prédominance de  $C_{29}$  et/ou de  $C_{31}$  (Maffei 1996a, 1996b). Ainsi la distribution des alcanes dans les feuilles est considérée comme étant un indicateur taxonomique en raison de la spécificité de la distribution pour une espèce donnée. Cependant certains facteurs peuvent influencer cette distribution, comme l'âge de la feuille, la saison ainsi que de nombreux facteurs environnementaux.

La présence des alcanes contrairement aux acides gras n'a que très peu été rapportée dans le domaine archéologique. Ils sont fréquemment retrouvés dans les bitumes (Ali et al. 2006; Connan et al. 1999; Connan et al. 2004), mais restent rares dans le domaine alimentaire. Dans les céramiques, leur présence est souvent interprétée comme provenant de la cire d'abeille qui peut être utilisée comme imperméabilisant (Evershed et al. 2003; Kimpe et al. 2002; Regert et al. 2001). La présence de nonacosane a également été interprétée en relation à d'autres molécules comme un biomarqueur du chou (Charters et al. 1997; Evershed et al.

1992; Evershed et al. 1991). Mais c'est dans les foyers et dans les échantillons de sédiment qu'ils sont le plus fréquemment retrouvés (March 1995b; March 1999; March et al. 1989; March et al. 2006a; March et al. 2003a; March & Lucquin 2006, sous-presse; March & Soler Mayor 1999; Pepe & Dizabo 1989, 1990) sous une forme plus ou moins dégradée. Ainsi le profil obtenu diffère notamment selon le degré d'altération des produits, provoquant de nettes différences entre les échantillons de sol non altéré, de charbon ou de cendre. Cette faible représentation est en général, liée au fait que les extraits organiques sont analysés de manière globale, mettant en avant les molécules quantitativement plus importantes. Si la fraction acide est séparée de la fraction neutre et encore plus lorsque la fraction neutre est elle-même séparée, les alcanes, même s'il sont présent en faible quantité, se révèlent systématiquement présents. Leur nombre ainsi que la diversité des profils existants permet d'apporter un complément d'information par rapport aux acides gras.

$$\text{CPI (alcanes)} = \frac{1}{2} \left[ \frac{\sum_{21}^n \text{impairs}}{\sum_{20}^{n-1} \text{pairs}} + \frac{\sum_{21}^n \text{impairs}}{\sum_{22}^{n-1} \text{pairs}} \right]$$

Figure 95 – Formules pour le calcul du  $\text{CPI}_{(\text{alcanes})}$  ( $n+1$ =nombre maximal de carbones observé) (d'après Cooper & Bray 1963)

De même, comme les acides gras, les alcanes sont soumis à des réactions de maturations conduisant à la perte d'un  $\text{CH}_2$  sur la chaîne alkyle. L'emploi d'un *Carbon Preference Index* pour les alcanes (Figure 95 et Tableau VII) permet de juger de son intensité (Bray & Evans 1961; Cooper & Bray 1963).

Tous les échantillons expérimentaux présentent en quantité plus ou moins grande une distribution de n-alcanes ( $\text{C}_{16}$ - $\text{C}_{38}$ ). Ainsi les distributions d'alcanes obtenues sont très diverses. Nous réalisons une analyse factorielle par composante principale de nos échantillons expérimentaux (Figure 96 et Figure 97), pour obtenir une vision globale de ces derniers. Les trois premiers axes factoriels représentent 72% des données analysées. On constate qu'il existe des groupements au sein de notre échantillonnage.

<b>CPI<sub>(alcane)</sub></b>		<b>CPI<sub>(alcane)</sub></b>	
<b>graines</b>		<b>expérimentation grillé</b>	
BLE	5,22	GBF1	1,09
ENG	3,38	GBF2	1,33
ORGE	4,87	GRMO	1,40
AVO	3,55	GSAN	1,57
FEVE	1,17	GAR	1,04
NST	0,85	GAS	1,10
<i>moyenne</i>	<i>3,17 ±1,83</i>	GSR	1,00
<b>feuilles</b>		GSS	1,10
EPI	7,34	<i>moyenne</i>	<i>1,20 ±0,20</i>
CHOU	1,84	<b>expérimentation bouilli</b>	
ORT	3,13	SBES	2,41
<i>moyenne</i>	<i>4,11 ±2,88</i>	SBER	1,98
<b>racines</b>		SBCL	1,15
CARD	1,10	SBCT	1,02
CARS	0,98	SBBF	1,15
PAN	0,99	SBOS	1,01
CHRV	0,96	<i>moyenne</i>	<i>1,45 ±0,59</i>
BTRV	1,01	<b>expérimentation four enterré</b>	
<i>moyenne</i>	<i>1,01 ±0,06</i>	FECR	1,31
<b>viandes</b>		FECS	1,29
CHVL	1,24	FEPC	3,09
RENNE	1,04	<i>moyenne</i>	<i>1,90 ±1,04</i>
BF	1,12		
AGN	1,00		
PORC	1,17		
<i>moyenne</i>	<i>1,11 ±0,10</i>		

Tableau VII – CPI<sub>(alcane)</sub> des échantillons expérimentaux

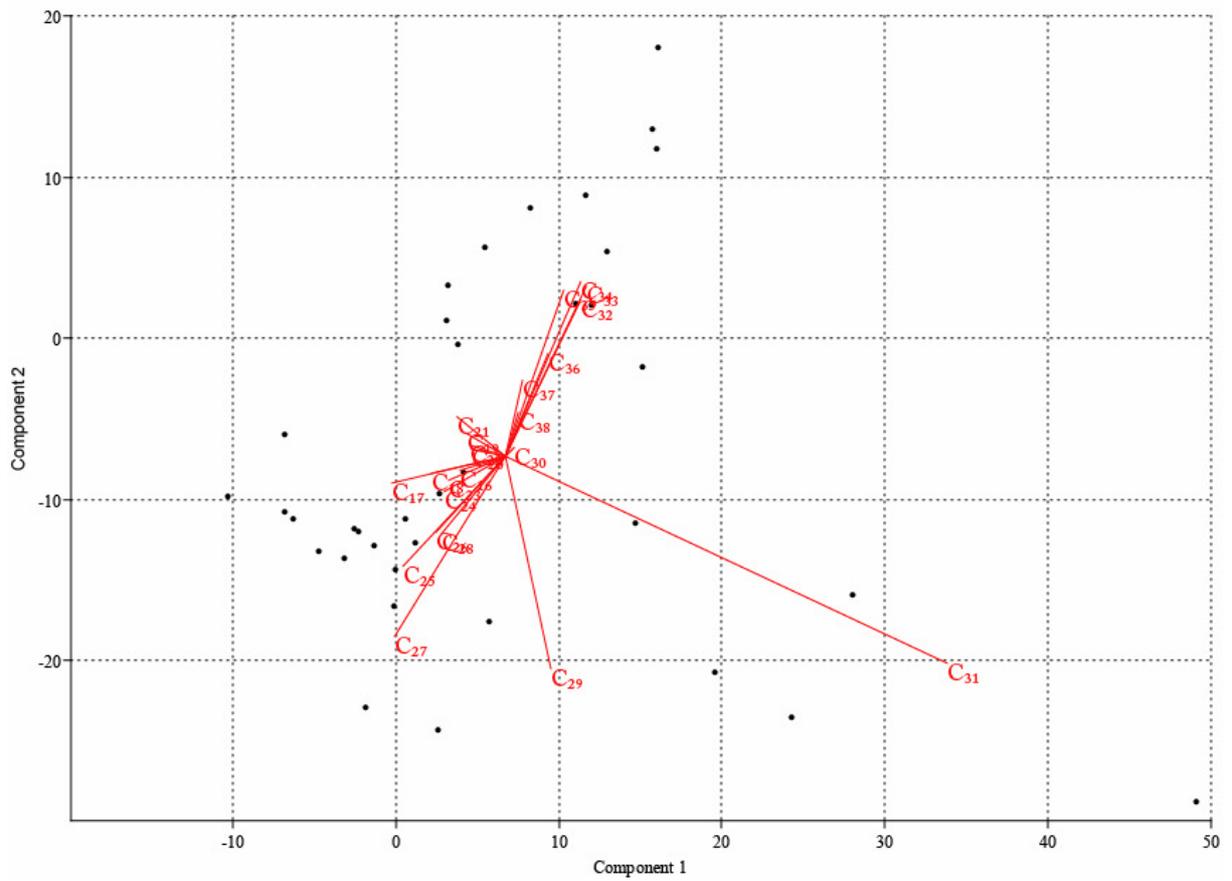
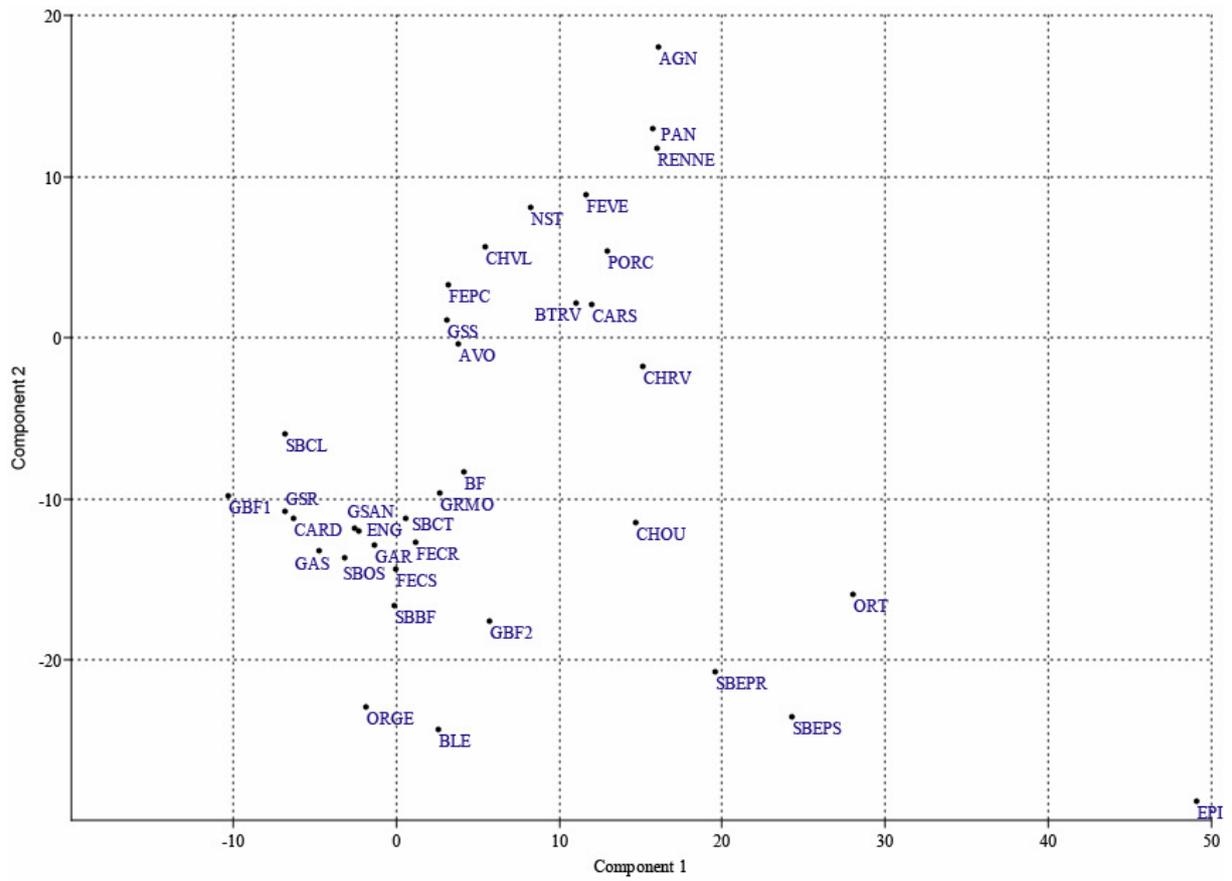


Figure 96 – Analyse en composante principale des alcanes des échantillons expérimentaux, axe 1 et 2

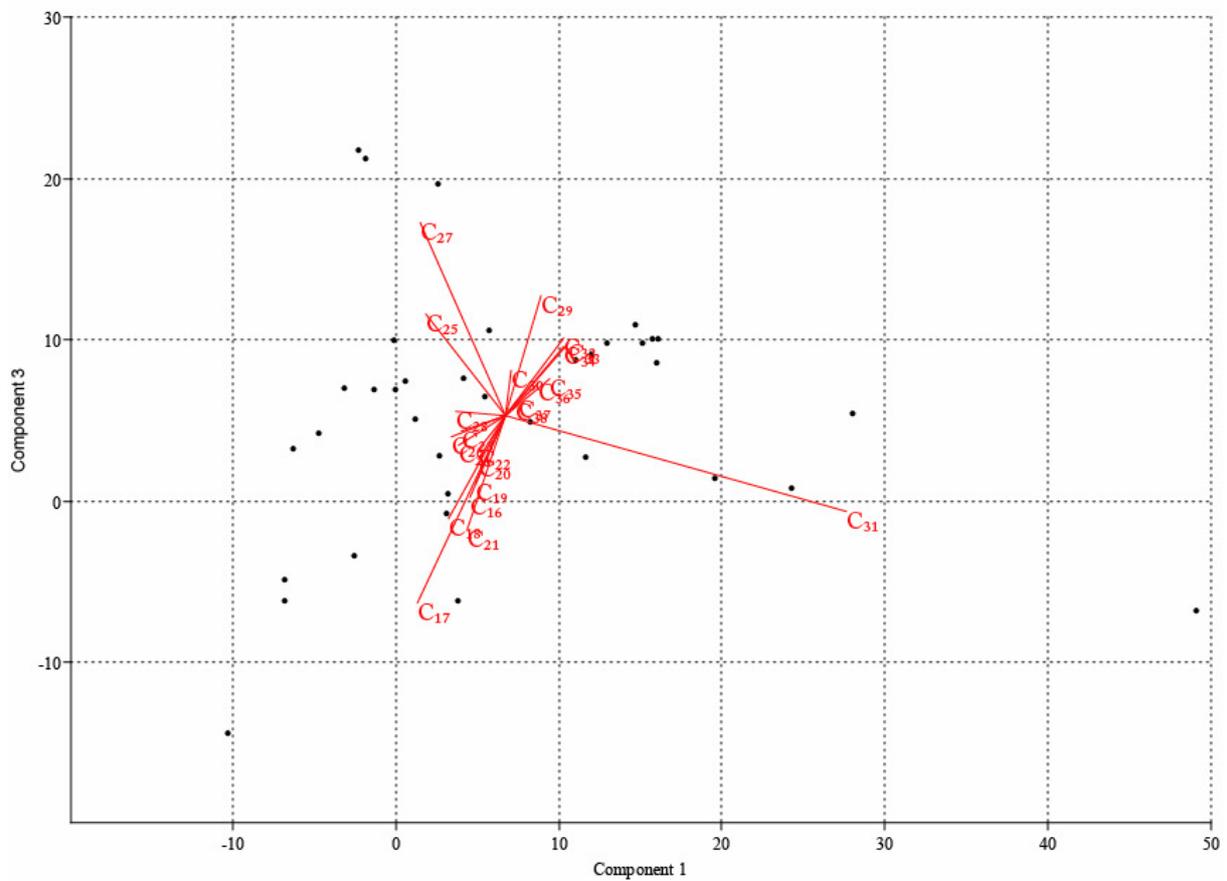
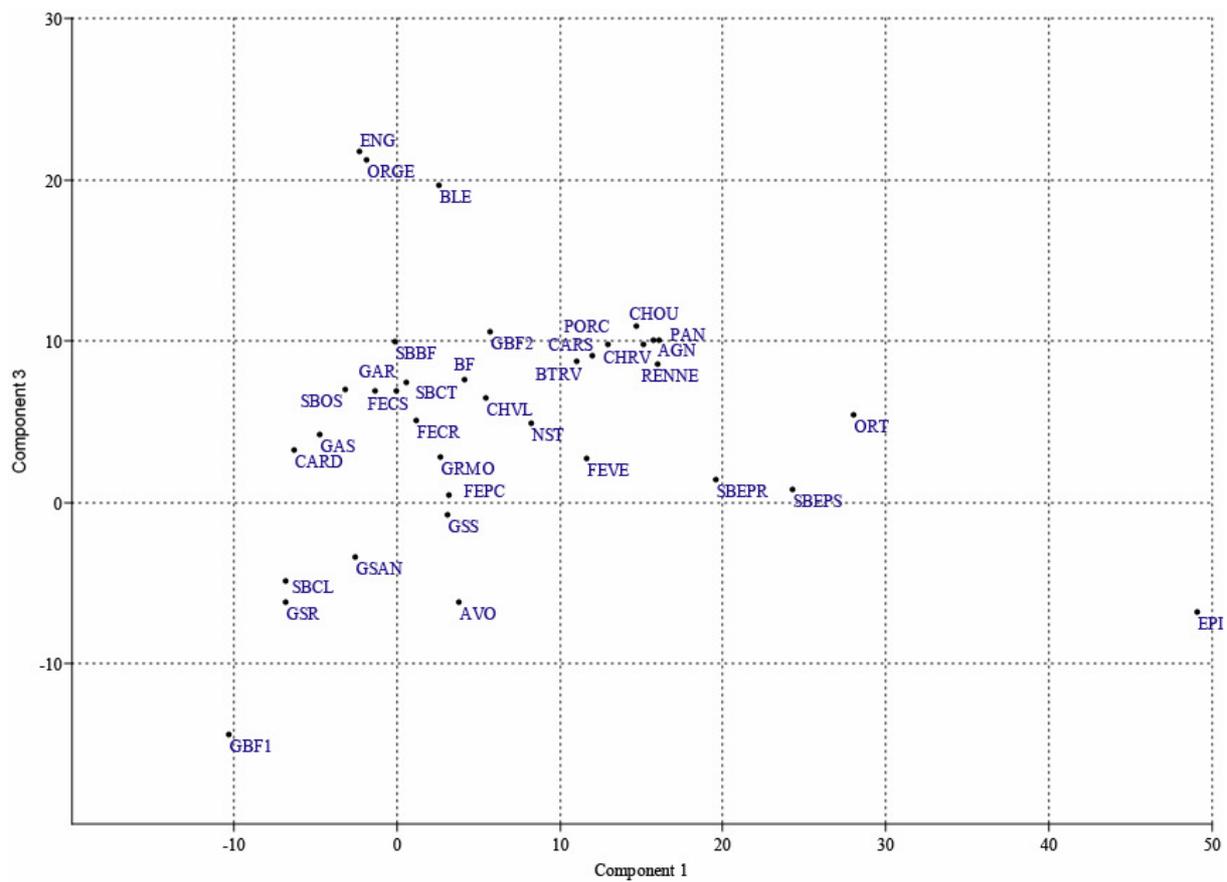


Figure 97 – Analyse en composante principale des alcanes des échantillons expérimentaux, axe 1 et 3

En mettant en relation les axes 1 et 2, nous pouvons constater que quatre groupes peuvent être distingués. Le premier groupe occupe un espace assez important, contenant les extraits d'épinard, d'ortie, de chou ainsi que les extraits issus de la cuisson de l'épinard [SBES, SBER]. On voit que ce groupement contient tous les échantillons de feuilles. Ces échantillons sont attirés par l'alcane  $C_{31}$  et dans une moindre mesure par  $C_{29}$ . Un deuxième groupe assez isolé est formé de l'orge et du blé. Ils sont quant à eux attirés par la variable  $C_{27}$  et également  $C_{29}$ . Les deux autres groupes sont moins distincts et contiennent également plus d'échantillons. Un groupe notamment attiré par les alcanes de longues chaînes paires et impaires se compose de nombreux extraits de produits naturels (agneau, porc, renne, cheval, carotte sauvage, fève, noisette, avoine) ainsi que quelques échantillons de cuisson [FEPC, GSS]. Le dernier groupe est attiré par des alcanes de plus courtes chaînes (notamment  $C_{17}$  et  $C_{18}$ ) et contient principalement des échantillons issus de la cuisson. Lorsque les données de l'axe 3 sont ajoutées, on constate une meilleure séparation de l'orge et du blé, auxquels il faut ajouter l'engrain. Ces trois échantillons sont attirés par  $C_{27}$ ,  $C_{29}$  et  $C_{25}$  qui semblent être les alcanes discriminant des céréales. On observe également une meilleure séparation dans le dernier groupe observé distinguant deux sous-groupes, l'un attiré par les alcanes de très courtes chaînes (principalement  $C_{17}$ ) et l'autre par les alcanes de moyennes chaînes ( $C_{23}$ - $C_{26}$ ,  $C_{28}$ ). Cette analyse n'est qu'une première approche globale de notre échantillonnage expérimental. Cependant, on peut observer que les alcanes apportent des informations à la fois taxonomiques et également technologiques.

En nous intéressant plus précisément au caractère taxonomique de ces alcanes, nous pouvons constater un certain nombre de ressemblances dans leur distribution correspondant en partie à leur origine. En réalisant une ACP des extraits de produits crus (Figure 98), nous pouvons constater, à partir de l'analyse des deux premiers axes (représentant 67,5% de nos échantillons) que trois groupes se distinguent nettement : celui des feuilles (orge, chou et épinard) attiré par  $C_{31}$ , celui des céréales (blé, orge et engrain) auquel il faut ajouter la carotte attiré par  $C_{27}$  et  $C_{25}$  et le reste des échantillons (autres graines, racines et viande). Ces différences reflètent les modes de distribution observés dans nos produits crus.

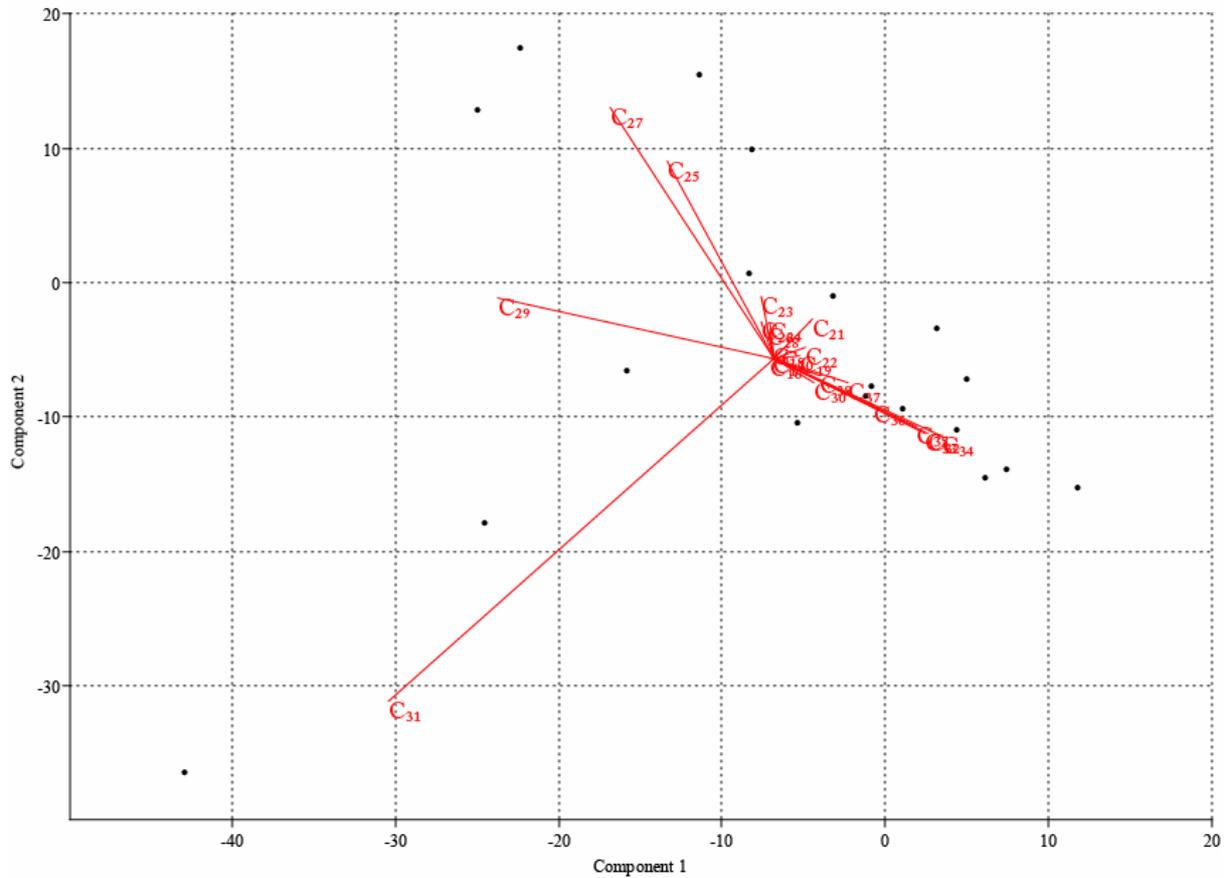
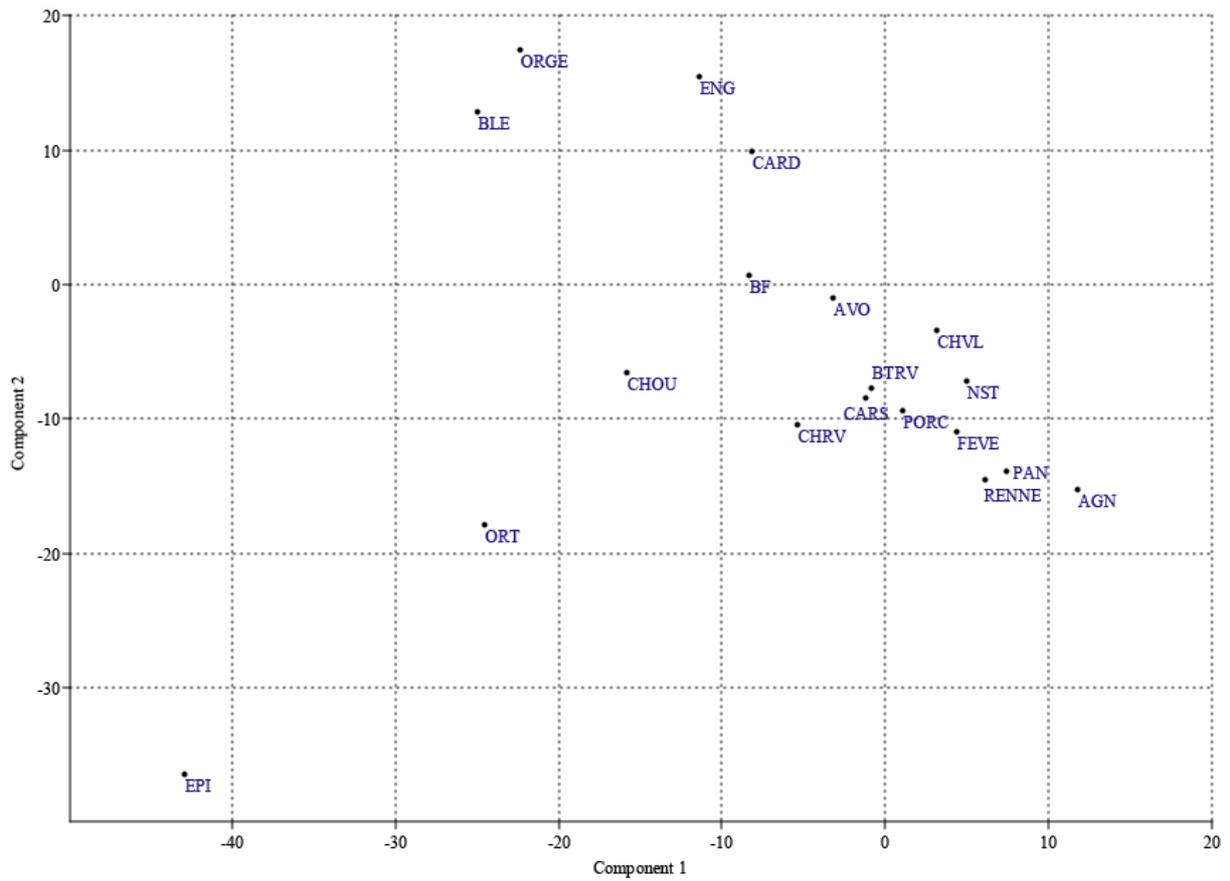


Figure 98 – Analyse en composante principale des extraits de produits crus, axe 1 et 2

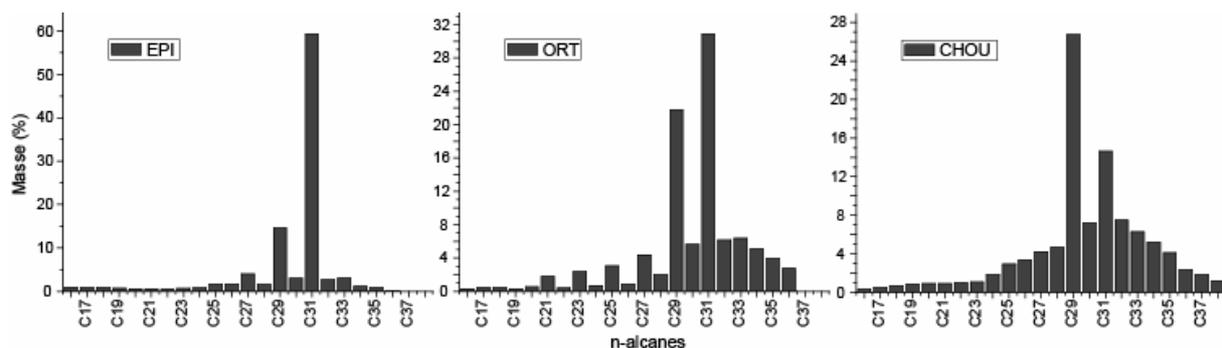


Figure 99 – Distribution des n-alcanes des extraits de feuilles

Les alcanes provenant des feuilles présentent des distributions assez proches. Les deux alcanes dominants sont C<sub>29</sub> et C<sub>31</sub> représentant à eux seuls 41,3%, 52,7% et 74,0% (respectivement pour le chou, l'ortie et l'épinard) de la totalité des n-alcanes présents dans les échantillons. En conséquence, les dominances des alcanes impairs sont très nettes et leurs CPI présentent des valeurs importantes (épinards 7,34 ; orties 3,13) à l'exception du chou (1,84) qui présente une distribution assez lissée du reste des alcanes (Tableau VII). Finalement la contribution des alcanes de courtes chaînes est négligeable (inférieure à 3,5% pour les épinards, extrait où ils sont présents en plus grande quantité). Ainsi ce type de distribution d'alcanes est typique des cires cuticulaires et par conséquent est un très bon marqueur de leur présence.

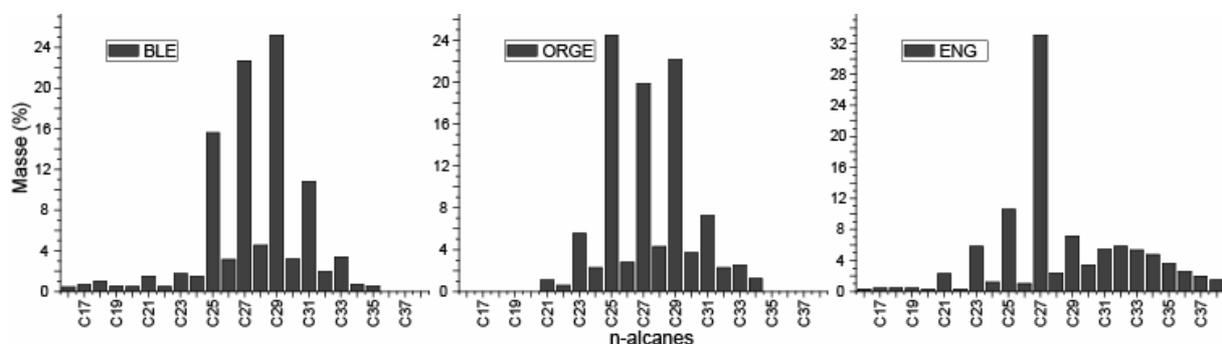


Figure 100 – Distribution des n-alcanes des extraits des céréales

Un deuxième groupe est formé par certaines céréales (blé, engrain et orge). Dans ces distributions, les alcanes impairs sont également dominants et leur CPI est relativement important (5,22, 3,38 et 4,87 respectivement) (Tableau VII). Nous pouvons néanmoins constater que les alcanes les plus importants sont plus courts que pour les feuilles. Nous avons vu que statistiquement, les quantités importantes de C<sub>27</sub> caractérisent ce groupe. Cependant, il est dominant seulement pour l'engrain. Le blé est dominé par C<sub>29</sub> et présente des quantités importantes de C<sub>25</sub>. L'orge lui est dominé par C<sub>25</sub> puis par C<sub>29</sub> dans des proportions assez similaires au blé. Ainsi, les alcanes C<sub>25</sub>, C<sub>27</sub> et C<sub>29</sub> sont caractéristiques de ce groupe de

céréales bien que les proportions changent avec l'espèce. De même il faut signaler que ces distributions sont celle des graines. En effet, on peut constater que la distribution des alcanes dans les feuilles est relativement différente avec une nette dominance de C<sub>29</sub> et C<sub>31</sub> (Figure 101).

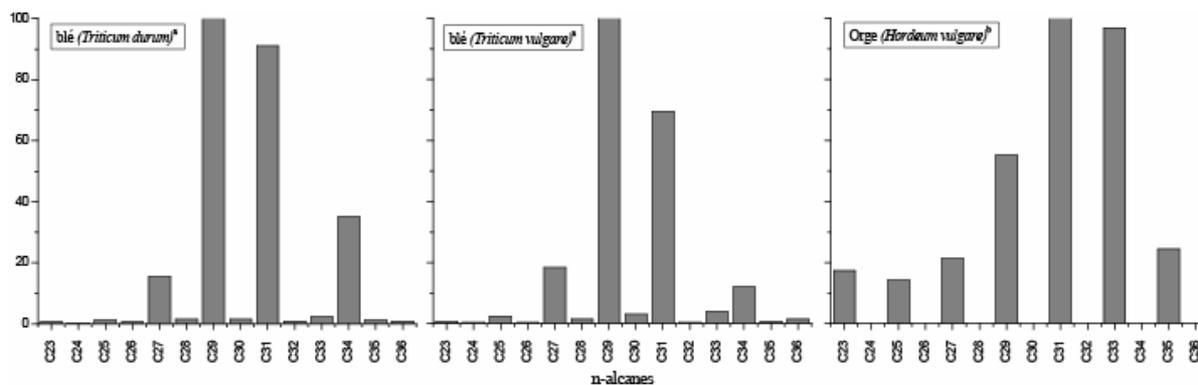


Figure 101 – Distribution des n-alcanes dans les feuilles de blé (a: d'après Maffei 1996a) et dans l'herbe d'orge (b: d'après Ali et al. 2005).

La distribution des autres graines que nous avons analysées diffère assez radicalement (Figure 102). Ainsi les alcanes majoritaires présents dans l'avoine sont C<sub>21</sub> et C<sub>23</sub>. Les alcanes impairs sont largement dominants (son CPI est égale à 3,55) et on peut observer une distribution bimodale dont le deuxième sommet est dominé par C<sub>31</sub> puis C<sub>29</sub> en quantité légèrement plus faible. Les alcanes de la fève présentent également une distribution bimodale avec un premier groupe dominé par C<sub>19</sub> et C<sub>21</sub> puis un second groupe très lissé et centré autour de C<sub>32</sub>. Ainsi la différence entre alcanes impairs et pairs est faible pour cet échantillon (son CPI est égale à 1,17). Finalement, l'échantillon de noisette présente également une distribution bimodale. Elle est dominée d'une part par C<sub>22</sub> et C<sub>21</sub> qui est en plus faible quantité. Et d'autre part elle présente une distribution lissée pour les alcanes de chaînes plus importantes centrée autour de C<sub>33</sub>. En raison de la forte quantité de C<sub>22</sub> et d'une distribution lissée, son CPI est très faible (0,85). Ainsi, ces distributions diffèrent nettement de celles observées précédemment et tendant à avoir une distribution bimodale avec d'une part pour les plus courtes chaînes une dominance d'un ou deux alcanes bien marquée et pour les chaînes plus importantes, une distribution plus lissée voire qui l'est totalement.

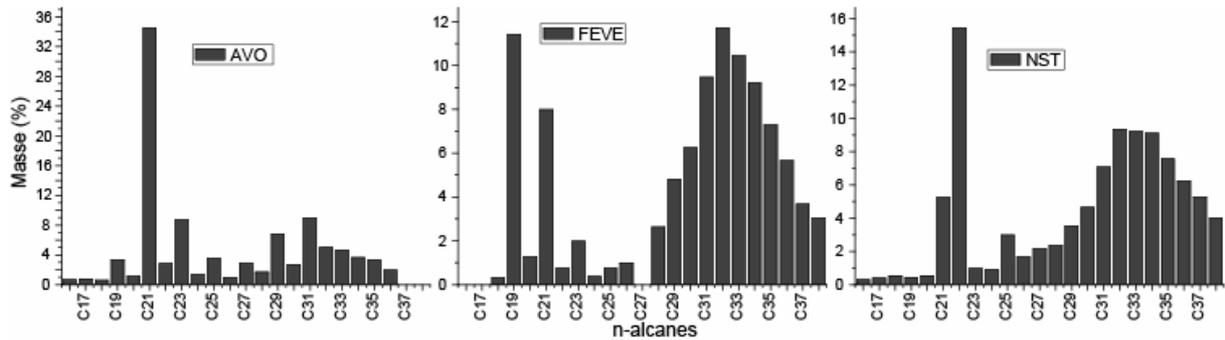


Figure 102 – Distribution des n-alcanes des extraits des autres graines

Le dernier groupe de plantes correspond aux racines et présentent un ensemble assez homogène dans leur distribution (Figure 103). Elles se présentent toutes sous la forme d'une distribution unimodale lissée dominée par des alcanes de taille importante ( $C_{31}$ - $C_{34}$ ). Ainsi le  $CPI_{(alcanes)}$  de ces échantillons est très faible (compris entre 0,96 et 1,10). Il faut cependant noter que l'extrait de carotte présente une distribution décalée vers les courtes chaînes, centré autour de  $C_{25}$  et laisse entrevoir un deuxième mode situé dans les courtes chaînes (autour de  $C_{18}$ ), expliquant son regroupement statistique avec certaines céréales.

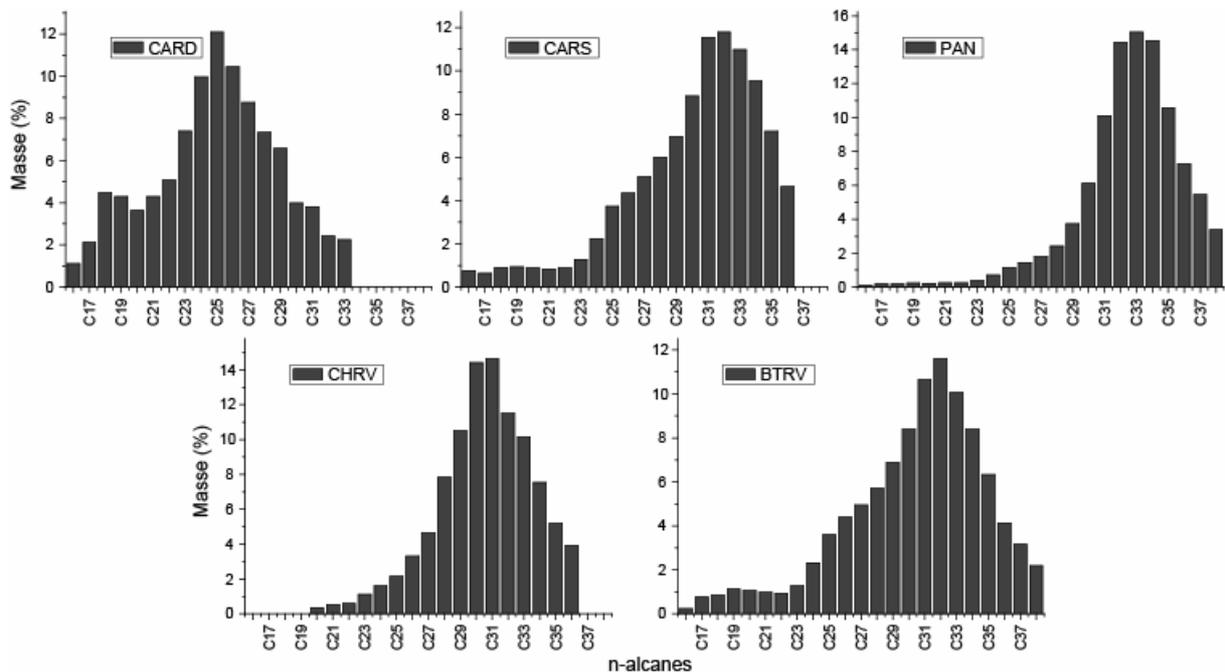


Figure 103 – Distribution des n-alcanes des extraits de racines

Les alcanes provenant de la viande sont assez semblables à ceux des racines. Leur distribution est unimodale (agneau et porc) ou bimodale (renne, cheval et bœuf) avec un premier mode moins important centré sur les alcanes de courtes chaînes. Ces distributions sont lissées (la moyenne des  $CPI_{(alcanes)}$   $1,11 \pm 0,10$ ), même si une certaine différenciation peut être faite entre les alcanes pairs et impairs notamment pour le bœuf. Néanmoins, on peut

constater que certains extraits présentent une légère différenciation entre les courtes chaînes et les longues chaînes. C'est notamment le cas du bœuf. Ces alcanes dans les produits d'origine animale, semblent provenir de leur alimentation (Takatori 1996).

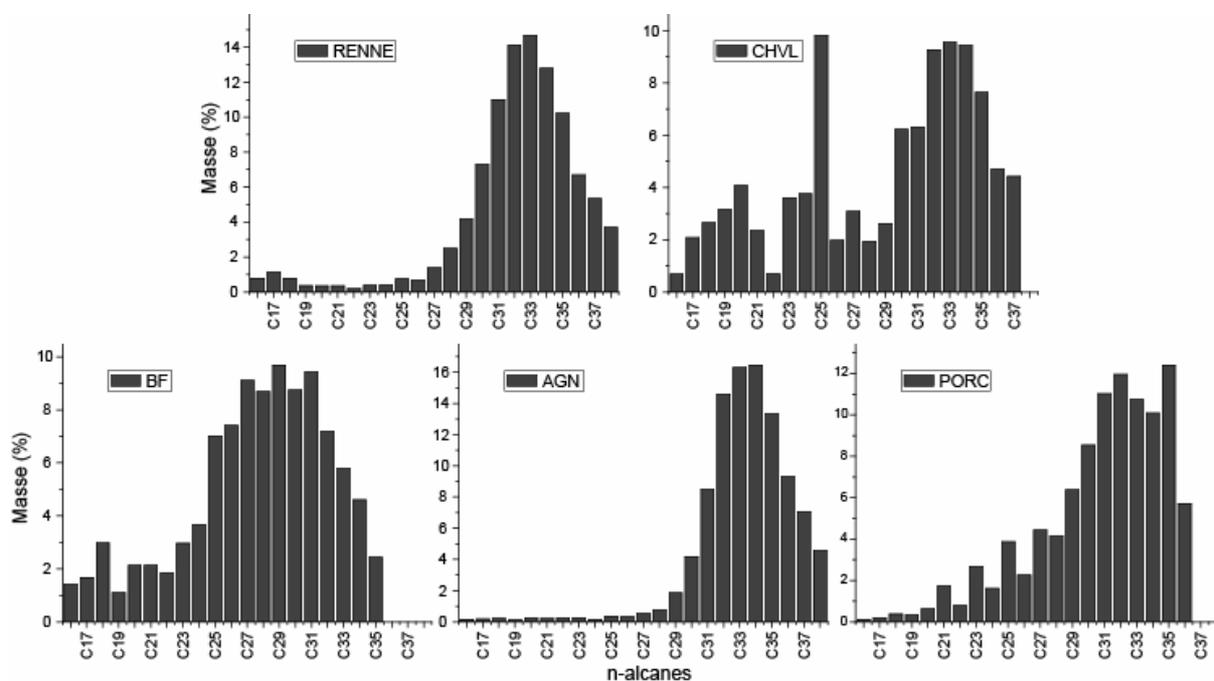


Figure 104 – Distribution des n-alcanes des extraits des viandes

Ainsi, nos extraits expérimentaux de produits naturels ont montré qu'il existait différents types de distribution en fonction de la nature de l'aliment. Les feuilles présentent une distribution claire, centrée autour de C<sub>29</sub> et/ou C<sub>31</sub>. Certaines céréales (notamment d'espèces *Triticum* ou *Hordeum*) présentent des distributions dominées par C<sub>25</sub>/C<sub>27</sub>/C<sub>29</sub>. D'autres graines analysées ont une distribution plus complexe notamment avec des alcanes dominants relativement courts et des alcanes de plus longues chaînes présentant une distribution relativement lissée. Finalement les racines et les viandes présentent des distributions semblables, avec des alcanes de longues chaînes très lissées.

Il est évident que ces données ne sont qu'une ébauche dans la distinction des produits alimentaires par les alcanes. Il est vrai que les données concernant les feuilles et dans une moindre mesure les graines sont assez nombreuses (Maffei 1996a, 1996b). Cependant, peu de ces plantes, ou de la partie étudiée, sont des produits destinés à la consommation. De même, nous n'avons pas étudié des données provenant des baies qui pourraient représenter un apport conséquent dans l'alimentation de certaines sociétés (Eerkens 2001, 2005; Malainey et al. 1999b, 1999c; Marchbanks 1989). Griffiths et alii (2000) présentent les distributions d'alcanes contenus dans les fleurs d'arbustes à baies (framboisier et aubépine). Elles sont

largement dominées par les alcanes impairs, C<sub>29</sub> et dans une moindre mesure C<sub>27</sub>. Mais les données provenant des baies pourraient différer fortement de celle observées pour les fleurs comme nous avons déjà pu l'observer entre les feuilles et les graines de céréales.

L'influence des techniques de cuisson sur la dégradation des n-alcanes va être importante. Tout d'abord, les masses de n-alcanes ayant pénétré dans les roches expérimentales varient entre 0,0025 µg.g<sup>-1</sup> [SBCL] et 1,04 µg.g<sup>-1</sup> [GSS]. En moyenne, ces valeurs sont plus importantes dans les expérimentations de grillade (0,40 ±0,43), en raison des échantillons [GSS], [GAR] et [GBF1], qui sont les roches contenant le plus d'alcanes. Les valeurs de tous les autres échantillons sont relativement proches (Figure 105). Si nous mettons en relation ces données avec celles des SFA, nous constatons qu'il n'y a pas de corrélation positive ni par rapport aux techniques de cuisson ni par rapport à l'aliment cuisiné. Ainsi, les mécanismes de pénétration de la matière organique semblent différés entre ceux des SFA qui sont liés à la fois à la technique de cuisson et à l'aliment cuisiné et ceux des alcanes qui restent inconnu.

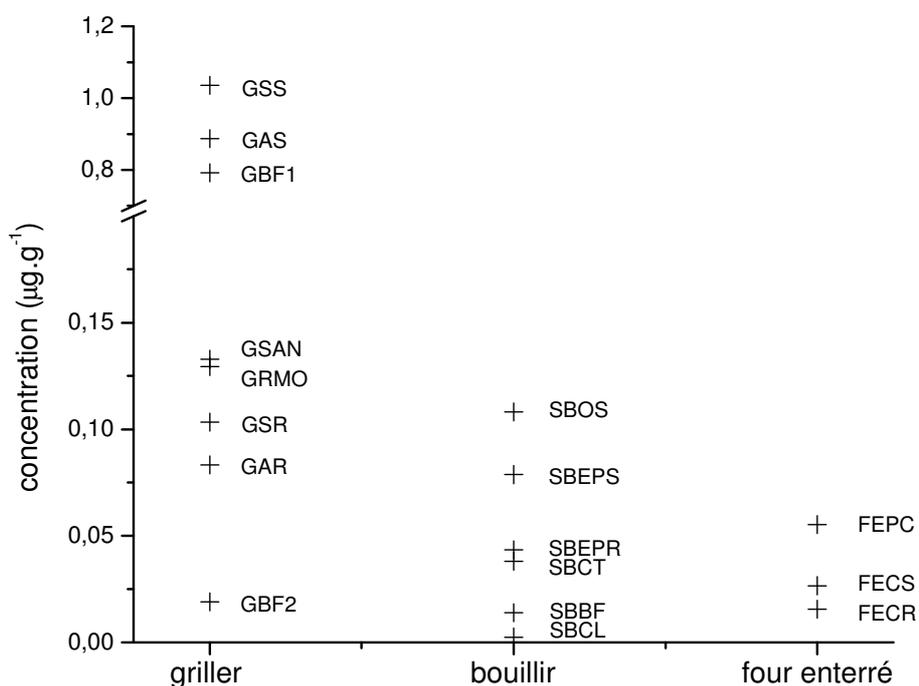


Figure 105 – Masse totale des n-alcanes des échantillons de cuisson expérimentale

Les distributions observées lors de la cuisson par grillade du bœuf sont de type bimodal comme dans la viande crue (Figure 106). Cependant, des différences peuvent être observées. [GBF1] et [GRMO], présentent des quantités de courtes chaînes importantes (respectivement 51,64% et 15,74%) largement dominées par l'heptadecane (C<sub>17</sub>). [GBF2]

présente des quantités beaucoup plus faibles (1,89%) mais également dominées par l’heptadecane. La distribution des longues chaînes est lissée avec des  $CPI_{(alcanes)}$  égaux à 1,09 1,33 et 1,40 (Tableau VII). Cependant, on constate que pour [GBF2] et [GRMO] que les différenciations paires et impaires sont encore visibles avec une dominance de  $C_{29}$ ,  $C_{31}$  et  $C_{27}$ .

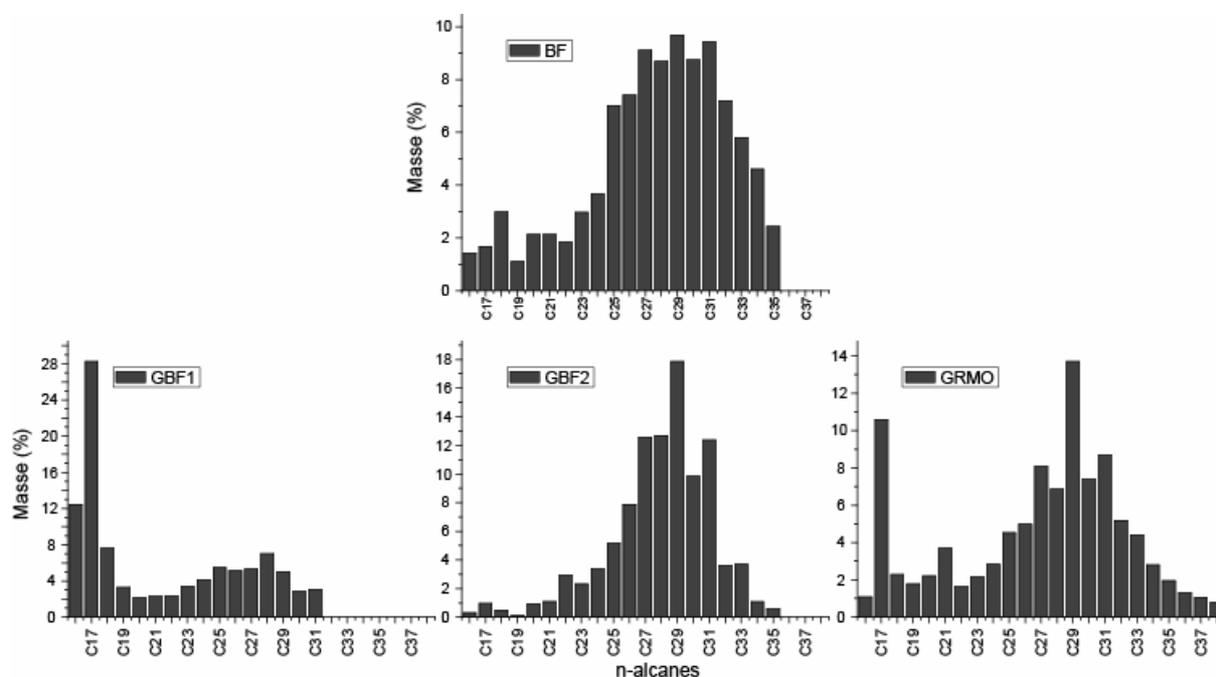


Figure 106 – Distribution des n-alcanes des extraits des viandes de bœuf et de grillades correspondantes

Des distributions similaires peuvent être observées dans l’expérimentation de cuisson de l’agneau (Figure 107). Les courtes chaînes contiennent 9,49% [GAR] et 12,33% [GAS] des n-alcanes. Cependant, la dominance de  $C_{17}$  est moins importante que lors de la cuisson du bœuf. Les longues chaînes présentent des profils lissés (leur  $CPI$  est respectivement de 1,04 et 1,10). En comparaison avec l’agneau cru, on constate qu’il y a un raccourcissement de la taille des chaînes carbonées. En effet, la modalité des longues chaînes, centrée sur  $C_{34}$  pour l’agneau cru est, après cuisson, centrée sur  $C_{27}$  [GAR] et  $C_{29}$  [GAS].

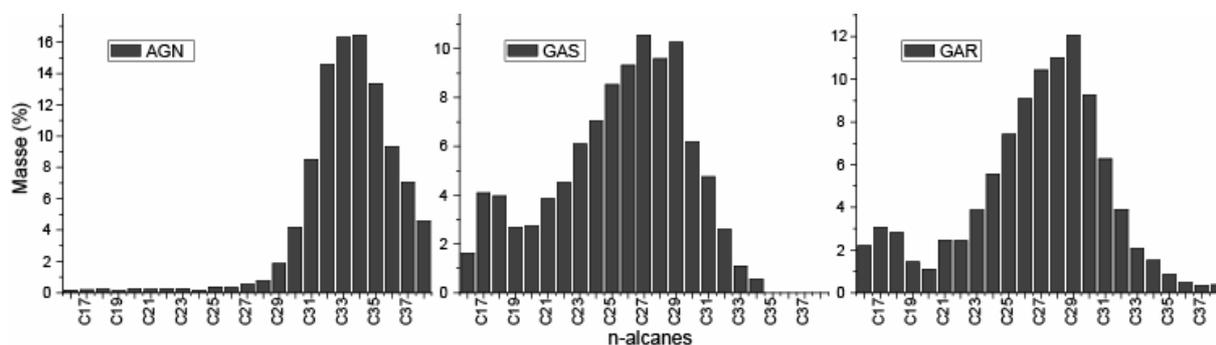


Figure 107 – Distribution des n-alcanes des extraits des viandes d'agneau et de la grillade correspondante

Les autres expérimentations présentent également des profils d'alcane similaires. La cuisson de sanglier se caractérise par 29,47% d'acides de courtes chaînes dominés par C<sub>18</sub> et C<sub>17</sub>. La distribution des longues chaînes est partiellement lissée (le CPI est de 1,57). Pour la cuisson du saumon, les courtes chaînes représentent 40,93% [GSR] et 16,97% [GSS]. La première modalité est dominée par C<sub>17</sub> ainsi que C<sub>19</sub> et C<sub>21</sub> pour [GSS]. Les longues chaînes présentent un profil lissé, leur CPI est égal à 1,00 [GSR] et 1,10 [GSS].

Ainsi, les différentes expérimentations présentent des altérations similaires avec un mode de longues chaînes relativement lissé et une apparition plus ou moins importante de courtes chaînes, dont notamment C<sub>17</sub>. Ces courtes chaînes proviennent de la dégradation des acides gras libres ou estérifiés par une réaction de décarboxylation se déroulant lors de la cuisson (Belitz & Grosch 1999).

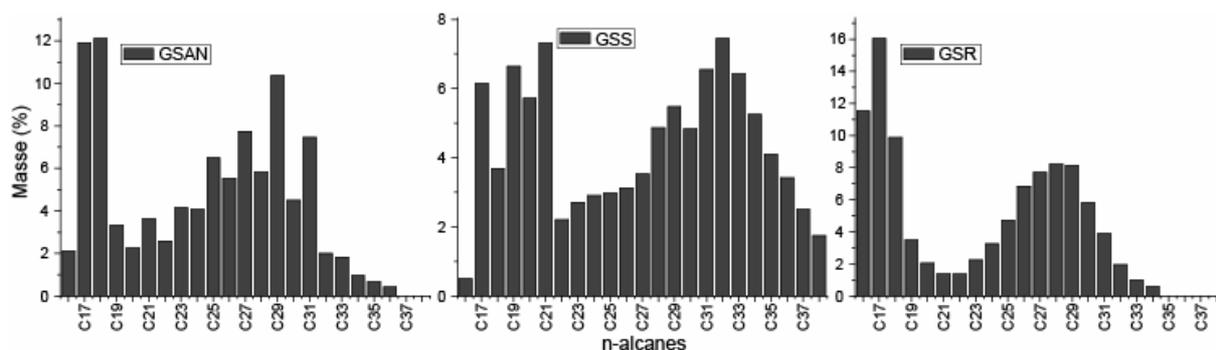


Figure 108 – Distribution des n-alcane des extraits des autres expérimentations de grillades

Lors de la cuisson bouillie par pierres chauffantes de produits issus du boeuf (Figure 109), les distributions présentent également un premier mode de courtes chaînes en quantités importantes (5,69 [SBBF] et 11,12 [SBOS]) avec une dominance de C<sub>17</sub> et de C<sub>18</sub> pour [SBOS]. Les longues chaînes sont très lissées avec des CPI 1,15 [SBBF] et 1,01 [SBOS].

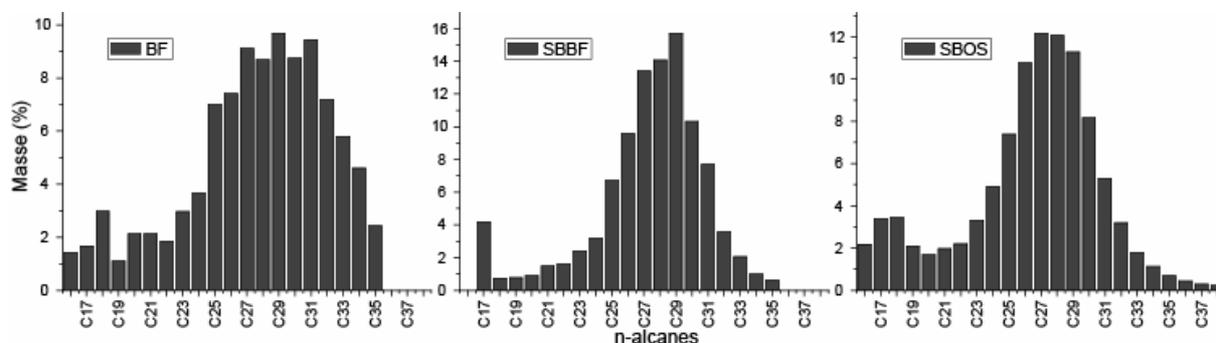


Figure 109 – Distribution des n-alcane des extraits de boeuf et des expérimentations par bouillie correspondantes

Dans le cas de la cuisson des épinards (Figure 110), les deux expérimentations donnent des résultats très semblables et il ne semble pas avoir de modifications liées à la réutilisation de la roche. La distribution bimodale observée précédemment est bien moins visible. Ainsi, les courtes chaînes (4,92% [SBES] et 5,20% [SBER]) semblent dominées par C<sub>18</sub>. Les longues chaînes bien que présentant des proportions d'alcane pairs plus importantes que dans la plante crue (le CPI de [EPI] est de 7,34 alors qu'il est de 2,41 pour [SBES] et 1,98 [SBER]) présentent des distributions très proches de l'épinard cru avec une large dominance de C<sub>31</sub>.

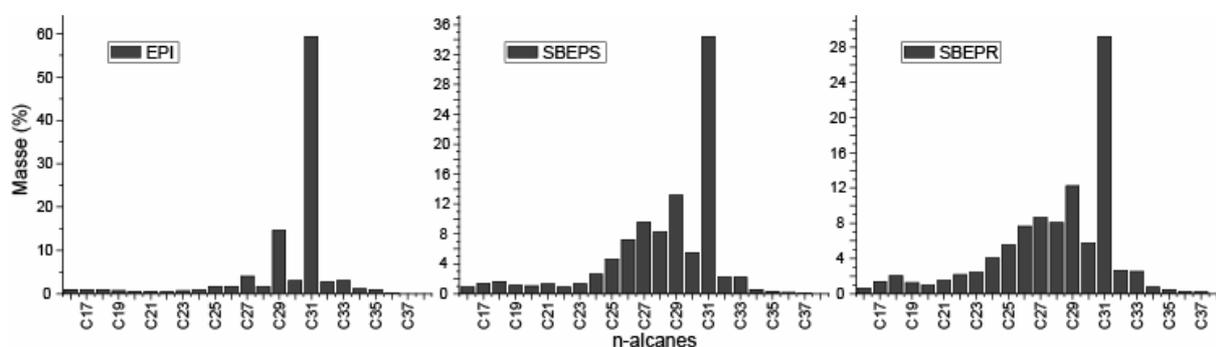


Figure 110 – Distribution des n-alcane des extraits d'épinard et des expérimentations par bouillie correspondantes

La cuisson des carottes présente également des distributions de type bimodal (Figure 111). Tout comme pour les expérimentations de cuisson d'épinards, les courtes chaînes (25,06% [SBCL] et 9,14% [SBCT]) présentent une légère dominance de C<sub>18</sub>. Les longues chaînes sont très lissées avec des CPI de 1,15 [SBCL] et 1,02 [SBCT]. Néanmoins, ces distributions restent très proches de celles observées dans l'extrait de racine de carotte.

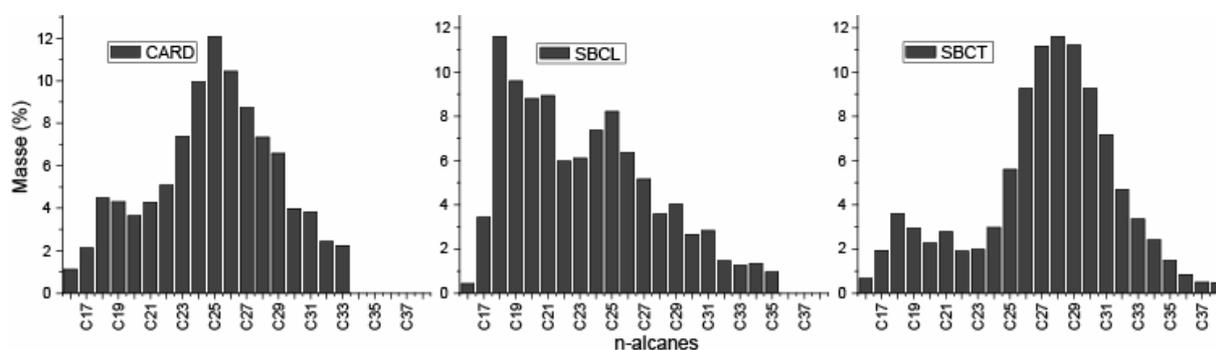


Figure 111 – Distribution des n-alcane des extraits de carottes et des expérimentations par bouillie correspondantes

Lors de la cuisson de carottes en four enterré (Figure 112), la distribution bimodale que nous avons observée lors des techniques de cuisson précédentes, n'est pas ou très peu

visible. Ces distributions sont très lissées (leur CPI est de 1,31 [FECR] et 1,29 [FECT]) mais on constate qu'il y a une dominance visible de certains alcanes impairs ( $C_{29}$ ,  $C_{27}$  et  $C_{31}$ ). Cette prépondérance n'est pas visible dans l'extrait de carotte crue, cette distribution témoigne donc d'un apport extérieur d'alcane lié à la dégradation d'autres molécules (l'expérimentation étant de laboratoire, il ne peut y avoir d'apport du combustible).

La cuisson du porc présente une distribution d'alcane impairs de longues chaînes très nette (son CPI est de 3,09) accompagnée par une distribution lissée des alcanes de courtes chaînes. La présence de ces longues chaînes impaires semble dans ce cas liée à un apport extérieur. Ces alcanes pourraient provenir des feuilles utilisées pour couvrir la structure qui aurait été distillées par la chaleur du foyer au cours de la cuisson et dont le distillat serait retombé sur les roches chauffées.

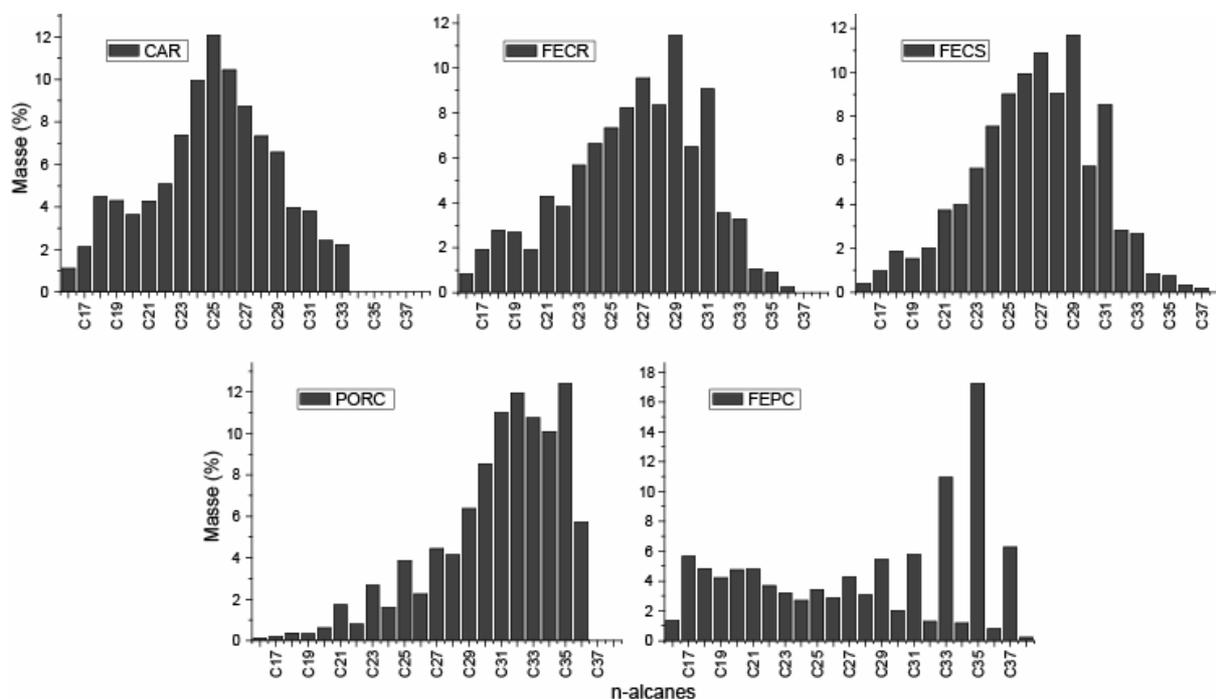


Figure 112 – Distribution des n-alcane des expérimentations par four enterré et des extraits correspondant

Ainsi la cuisson provoque des changements importants dans le profil des alcanes, avec notamment une apparition de courtes chaînes liée à l'altération des acides gras au cours de la cuisson. Cette apparition semble moins marquée pour la cuisson bouillie que grillée et absente pour la cuisson en four enterré. De plus l'apport des alcanes provenant des combustibles dans les expérimentations en contexte réaliste semble négligeable à l'exception de la cuisson en four enterré où l'étanchéité de la structure favorise la distillation des huiles et cires végétales.

#### II.4.4.2. Les hydrocarbures aromatiques polycycliques

Les hydrocarbures aromatiques polycycliques (PAH) sont des substances organiques fortement lipophiles dont la structure chimique est constituée d'au moins deux noyaux aromatiques ayant en commun plus d'un atome de carbone. La famille des PAH comprend environ une centaine de substances qui diffèrent entre elles par le nombre d'anneaux et leur position respective (Figure 113) et se présentent naturellement sous la forme d'un mélange complexe. Ils se forment lors de combustions ou pyrolyses incomplètes de matières organiques, notamment celles du bois, de l'huile ou des graisses mais également du charbon minéral, du gaz, des ordures... Ainsi ils se retrouvent dans les déchets de combustible, dans la fumée (Simoneit 2002), comme contaminant de certains sols ainsi que dans les aliments (SCF 2002; Wenzl et al. 2006). Ils sont également un des principaux constituants du pétrole.

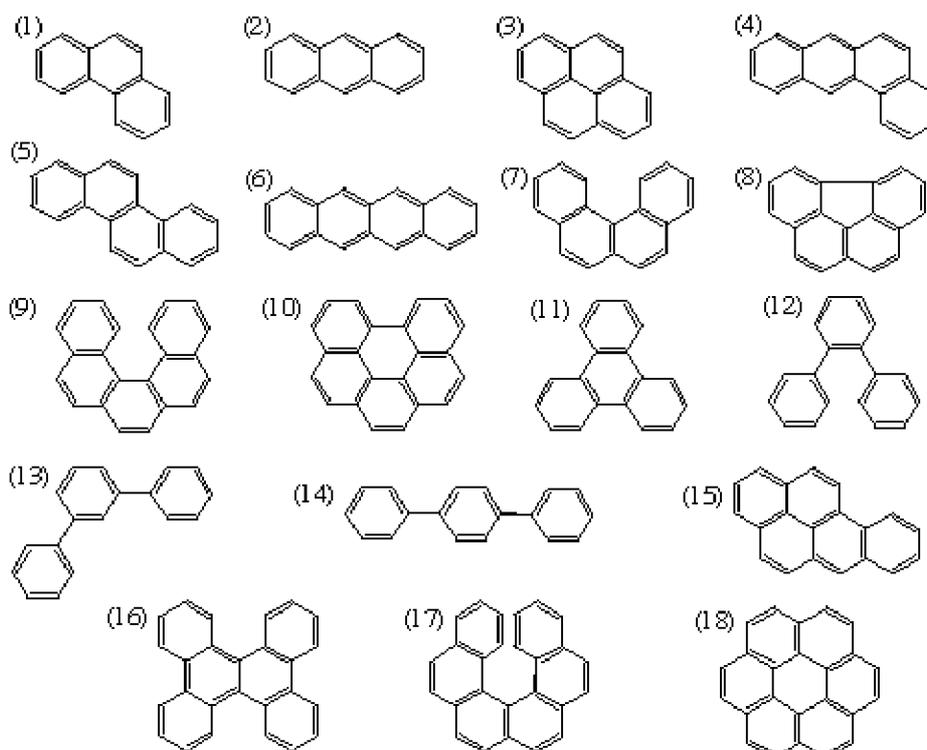


Figure 113 – Quelques hydrocarbures polyaromatiques. (1)Phénanthrène, (2)anthracène, (3)pyrène, (4)benz[a]anthracène, (5)chrysène, (6)naphthacène, (7)benzo[c]phénanthrène, (8)benzo[ghi]fluoranthène, (9)dibenzo[c,g]phénanthrène, (10)benzo[ghi]pérylène, (11)triphénylène, (12)o-téphenyl, (13)benzo[a]pyrène, (14)p-téphenyl, (15)benzo[a]pyrène, (16)tetrabenzonaphthalène, (17)phénanthro[3,4-c]phénanthrène, (18)coronène

Leurs processus de formation ne sont pas encore totalement établis. Les hypothèses suggèrent que les composés contenant un benzène sont le produit de la dégradation du cyclohexène par oxydation et/ou de la dégradation de molécules contenant des doubles

liaisons conjuguées carbone-carbone par une réaction Diels-Alder (Chen & Chen 2001; He et al. 2004).

Dans les échantillons d'origine archéologique, ils sont généralement un témoin de la combustion de la matière organique. Ils se retrouvent principalement dans les déchets de combustibles, charbons de bois ou suies (Evershed 1993; March 1999) et sont donc fortement liés aux structures de combustion. Cependant leurs occurrences restent peu fréquentes.

Ces PAH sont majoritairement absent de nos échantillons référentiels et expérimentaux. Pour les produits crus, un PAH (m/z 178) est présent en de très faibles quantités dans les extraits de blé et d'orge. Il semble tout à fait probable que sa présence soit lié à une contamination des sols où ces plantes ont poussées (SCF 2002; Wenzl et al. 2006). Pour les expérimentations de cuisson, seule la grillade présente parfois des PAH. Ainsi, dans les échantillons GBF2, GAR et GSAN, on retrouve deux PAH, (m/z 178 et m/z 202). La première de ces deux molécules domine nettement, cependant seules de traces ou de très faibles quantités de matières sont visibles. Ainsi la présence de certains PAH dans les roches pourrait être un indicateur complémentaire (et non systématique) de leur utilisation comme pierrade.

#### **II.4.4.3. Les stérols et les terpènes**

Les terpènes sont définis comme des hydrocarbures formés de plusieurs unités isoprènes ( $C_5H_8$ ). Par extension, les terpénoïdes (que nous incluons de manière générale dans les terpènes) sont donc des terpènes avec des groupes méthyles ajoutés ou enlevés ou avec des atomes d'oxygène supplémentaires (dans des fonctions hydroxyle, carboxyle...). Parmi ces terpènes, les triterpènes, formés de six unités isoprènes, sont les molécules les plus fréquemment retrouvées dans la littérature archéologique. Ainsi les stérols et leurs dérivés stéroïdaux ne sont qu'une forme particulière de ces terpènes. Ces molécules, de manière générale, sont considérés comme d'excellents biomarqueurs. Le cholestérol est un indicateur de produits d'origine animale alors que les végétaux présentent une très grande diversité dans les stérols et terpènes.

Leur occurrence dans les échantillons d'origine archéologique est assez grande, qu'il soit issu de déchets alimentaires (Evershed 1993; Evershed et al. 1997a; Evershed et al. 1992; Heron et al. 1991; March 1995a, 1995b, 1996; March 1999; March et al. 1989; March et al. 2003a; March & Lucquin 2006, sous-presse; March & Soler Mayor 1999; Pepe & Dizabo

1989, 1990; Regert et al. 2003a), de résidus de combustion (March 1995a, 1995b; March 1999; March et al. 1989; March et al. 2006a; March et al. 2003a; March & Lucquin 2006, sous-presse; March & Soler Mayor 1999), de dégradations post-dépositionnelles ou bactériennes (Evershed & Connolly 1994; Evershed et al. 1992; March 1999; March et al. 2003a) ou de brais et résines végétales (Aveling & Heron 1999; Binder et al. 1990; Charters et al. 1993; Koller et al. 2001; Lucquin et al. 2007; Pollard & Heron 1996; Regert 1996, 2004; Regert et al. 2003a; Regert & Rolando 2002; Regert et al. 2003b; Urem-Kotsou et al. 2002).

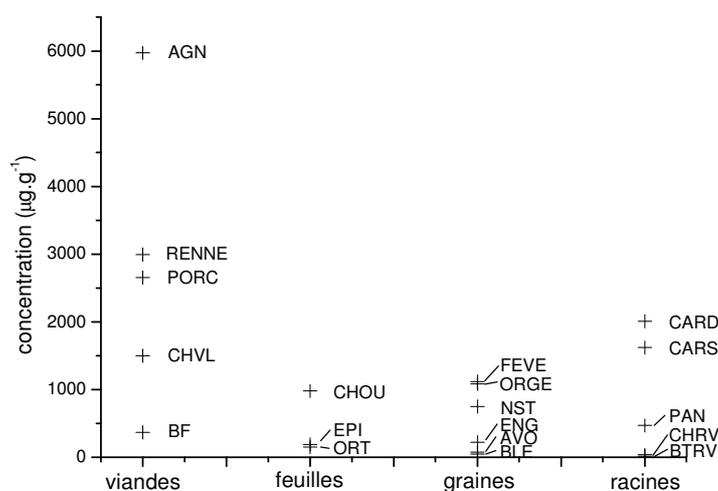


Figure 114 – Concentration des extraits de viandes et de végétaux

Les différents extraits de produits crus que nous avons analysés contiennent uniquement des stérols. Pour les cinq échantillons de viande, le cholestérol est le seul stérol présent en concentrations variables (entre 369,63 et 5973,91  $\mu\text{g.g}^{-1}$ ). Ces variations sont liées à l'emplacement du prélèvement qui peut différer dans la teneur en cholestérol (Figure 114). Les échantillons de végétaux présentent des variations de concentration moins importantes. De plus, ces concentrations sont en moyenne plus faibles que pour la viande ( $831,90 \mu\text{g.g}^{-1} \pm 927,27$  pour les racines,  $550,76 \mu\text{g.g}^{-1} \pm 497,24$  pour les graines et  $440,27 \mu\text{g.g}^{-1} \pm 468,62$  pour les feuilles alors que pour la viande, la moyenne est de  $2697,64 \mu\text{g.g}^{-1} \pm 2102,35$ ). Les végétaux présentent une plus grande variété de stérols (Figure 115). Cependant, le  $\beta$ -sitostérol, le stigmastérol et le campestérol sont les stérols dominants la majorité de ces extraits à l'exception de [BTRV] et [EPI] qui sont eux dominés par le stigmasta-7,16-dien-3-ol et le stigmast-7-en-3-ol. On peut également constater que les trois ombellifères, carottes sauvages et domestiques ainsi que le panais, présentent des proportions assez similaires de phytostérols. Il en est de même pour l'orge et le blé.

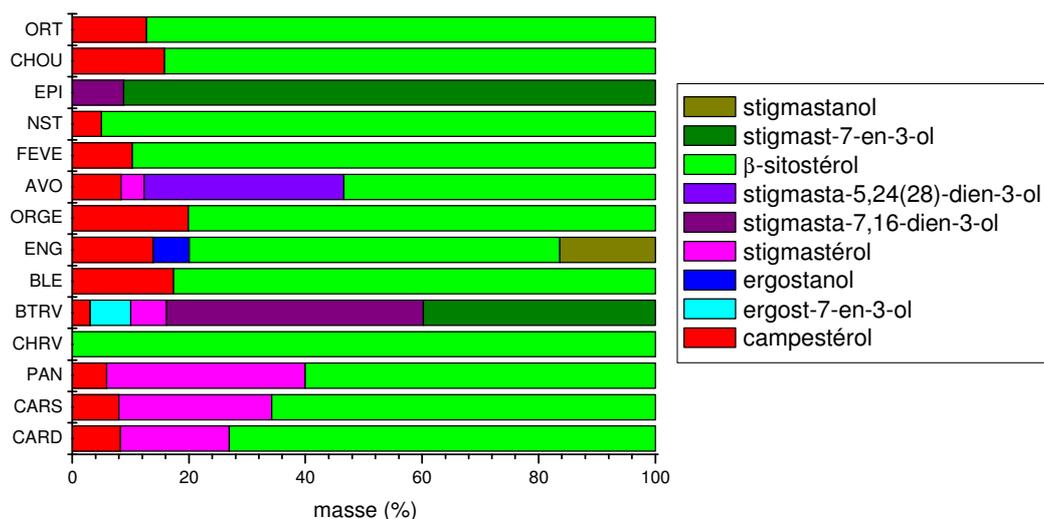


Figure 115 – Distribution des phytostérols des extraits de végétaux crus

La cuisson provoque de manière générale de fortes diminutions de la concentration en stérols (Tableau VIII). Dans les expérimentations de grillade, aucun stérol ou dérivé n'a été détecté dans l'échantillon [GRMO]. Les autres échantillons présentent une concentration moyenne de  $1,25 \pm 2,53 \mu\text{g}\cdot\text{g}^{-1}$ , soit plus de deux mille fois moins qu'en moyenne dans la viande. Cette diminution n'est pas liée uniquement à la concentration moins importante de matière organique dans la viande. En effet, on constate qu'il y a une diminution plus importante de cholestérol que d'acides gras saturés. Ainsi, le rapport entre les acides gras saturés libres et le cholestérol est de 2,4 pour le bœuf alors que pour les échantillons d'expérimentation de grillade, il est de  $0,7 \cdot 10^{-3}$  [GBF1] et  $12,9 \cdot 10^{-3}$  [GBF2]. De manière plus générale, en moyenne dans la viande, ce rapport est de  $1,2 \pm 0,8$  alors que dans les échantillons de grillade (à l'exclusion de [GRMO]), il est de  $8,4 \cdot 10^{-3} \pm 9,7 \cdot 10^{-3}$ . Il faut ajouter que la formation de dérivés du cholestérol est très rare et seul l'échantillon [PSAN] contient du cholest-4-en-3-one.

grillé	concentration ( $\mu\text{g}\cdot\text{g}^{-1}$ )	bouilli	concentration ( $\mu\text{g}\cdot\text{g}^{-1}$ )	four enterré	concentration ( $\mu\text{g}\cdot\text{g}^{-1}$ )
GBF1	$136,87 \cdot 10^{-3}$	SBEPS	$6,65 \cdot 10^{-3}$	FECR	$9,34 \cdot 10^{-3}$
GBF2	$9,56 \cdot 10^{-3}$	SBEPR	$4,05 \cdot 10^{-3}$	FECS	$12,35 \cdot 10^{-3}$
GRMO	nd	SBCL	$9,50 \cdot 10^{-3}$	FEPC	nd
GSAN	$376,58 \cdot 10^{-3}$	SBCT	$3,65 \cdot 10^{-3}$		
GAR	$28,92 \cdot 10^{-3}$	SBBF	$97,33 \cdot 10^{-3}$		
GAS	$504,04 \cdot 10^{-3}$	SBOS	$5,93 \cdot 10^{-3}$		
GSR	$750,62 \cdot 10^{-3}$				
GSS	$6956,58 \cdot 10^{-3}$				

Tableau VIII – Concentration des stérols dans les expérimentations de cuisson

Dans les expérimentations de bouilli à la pierre chauffante, nous pouvons réaliser les mêmes commentaires que dans les précédentes expérimentations. En moyenne, les concentrations observées sont plus faibles que pour les grillades,  $0,02 \pm 0,04 \mu\text{g}\cdot\text{g}^{-1}$  (Tableau VIII). De même, le rapport entre les acides gras saturés libres et les stérols est de  $6,0 \cdot 10^{-3}$  pour [SBEPS] et  $36,3 \cdot 10^{-3}$  pour [SBEPR] alors qu'il était de 0,85 pour l'épinard cru. Pour la carotte crue, ce rapport est de 22,7 et diminue à  $12,9 \cdot 10^{-3}$  pour [SBCL] et  $4,2 \cdot 10^{-3}$  pour [SBCT]. De même, la cuisson du bœuf, dont le rapport est de 2,4, diminue à  $43,3 \cdot 10^{-3}$  pour [SBBF] et  $3,0 \cdot 10^{-3}$  pour [SBOS]. De plus, on constate que lors des expérimentations de cuisson des végétaux, seul le stérol dominant dans le végétal cru a pu être détecté ( $\beta$ -sitostérol pour les cuisson de carotte et stigmast-7-en-3-ol pour les épinard).

L'échantillon [FEPO] n'a pas révélé la présence de cholestérol ou de molécules dérivées. Les échantillons de cuisson de carotte présentent quand à eux une diminution des concentrations de stérols (Tableau VIII) ainsi qu'une diminution du rapport entre les acides gras saturés libres et les stérols ( $17,2 \cdot 10^{-3}$  pour [FECR] et  $46,1 \cdot 10^{-3}$  pour [FECS]). Cependant, contrairement aux expérimentation de cuisson bouillie, le campestérol, le stigmastérol et le  $\beta$ -sitostérol sont encore présents dans des proportions similaires à celles observées dans la carotte crue (Figure 116).

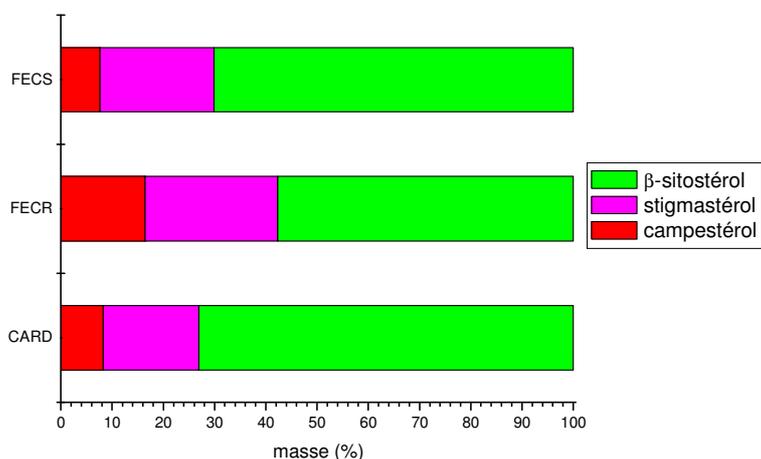


Figure 116 – Distribution des phytostérols dans les échantillons [CARD, FECR, FECS]

Ainsi, la cuisson altère fortement les concentrations de stérols qui tendent à disparaître. Il n'y a pas de modifications majeures de ces stérols, notamment dans la formation de dérivés qui reste minime. Cependant, les diminutions de concentrations

entraînent notamment dans le cas du bouilli, la disparition (ou plutôt la non détection) des stérols secondaires présents dans les végétaux crus.

#### **II.4.4.4. Les cétones**

Acides gras, stérols, terpènes et dans une moindre mesure les alcanes constituent les différents biomarqueurs considérés communément dans les études archéologiques. Cependant, en plus de ces différentes familles de lipides, nos expérimentations de cuisson ont révélé l'occurrence fréquente de différents produits moléculaires. Ces produits se répartissent en deux familles et nous pouvons les considérer comme des bio et/ou technomarqueurs à fort potentiel informatif.

Les cétones linéaires sont donc ainsi la première famille considérée. Nous entendons ici, par cétones linéaires, des chaînes carbonées linéaires liées à une fonction carboxyle dont la position est variable. Les expérimentations de grillade, ainsi que l'échantillon provenant du four enterré pour la cuisson d'un porc, ont révélée la présence systématique de méthyles cétones courtes (inférieurs à 20 carbones) généralement dominées par le 2-pentacosanone (2-K<sub>15</sub>), le 2-heptacosanone (2-K<sub>17</sub>) et le 2-nonacosanone (2-K<sub>19</sub>). Ce sont des produits issus de la cuisson lors de la dégradation thermique, via un decarboxylation, des acides gras libre ou estérifiés (Belitz & Grosch 1999; Raven et al. 1997). Cependant, ils sont présents en faibles quantités dans les échantillons [GRMO] et [GSAN].

A ces 2-alcanones courts, s'ajoutent pour les échantillons [GBF1] et [FEPC] des cétones de longues chaînes de type 16-alcanone et 18-alcanones (sensu Raven et al. 1997) dominées par le 14-nonacosanone (14-K<sub>29</sub>), le 16-hentriacontanone (16-K<sub>31</sub>), le 16-tritriacontanone (16-K<sub>33</sub>) et le 18-pentatriacontanone (18-K<sub>35</sub>) (Figure 117). Ces cétones de longues chaînes sont le produit de la condensation des acides gras lors de leur pyrolyse (Evershed et al. 1999; Evershed et al. 1995; Raven et al. 1997).

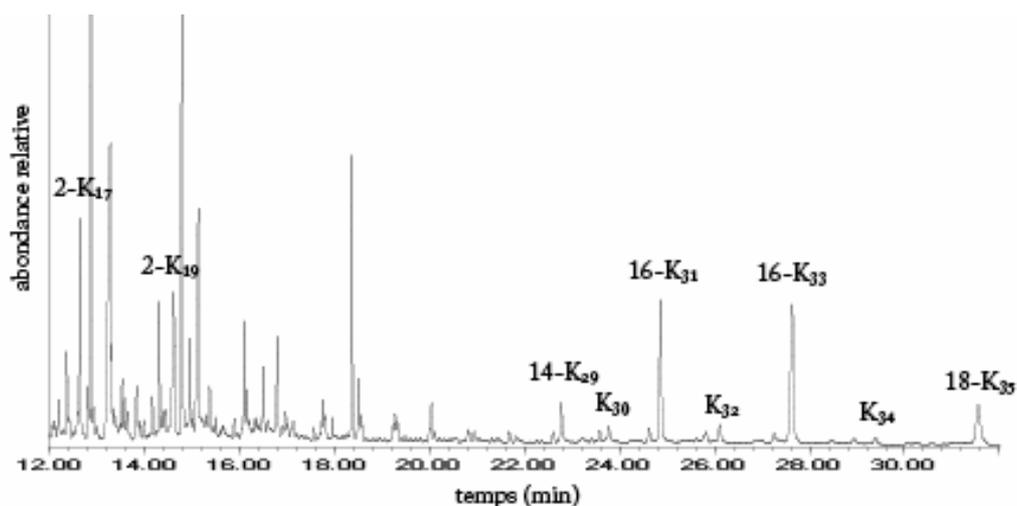


Figure 117 – Chromatogramme partiel (12-32 min) de la fraction neutre 2 de l'échantillon [GBF1]

De tels assemblages chimiques ont été déjà retrouvés en contexte archéologiques dans des récipients céramiques et une étude expérimentale a été menée pour comprendre le processus de formation de ces cétones (Evershed et al. 1995; Raven et al. 1997). Les méthyles cétones courts sont alors considérés comme des produits secondaires formés à partir des cétones de longues chaînes (Figure 118) alors que nos expérimentations montrent que la formation de ces cétones de longues chaînes est rare contrairement aux méthyles cétones. De même, des expérimentations de fritures de tristéarine ont mené uniquement à la formation pour les cétones de 2-heptadécane (Belitz & Grosch 1999). Il semble alors logique que d'autres processus thermiques sans précurseurs de types cétones longues peuvent entraîner la formation de ces méthyles cétones ou qu'inversement les processus culinaires tel la grillade tendent à conserver uniquement les produits d'altérations secondaire que sont les méthyles cétones.

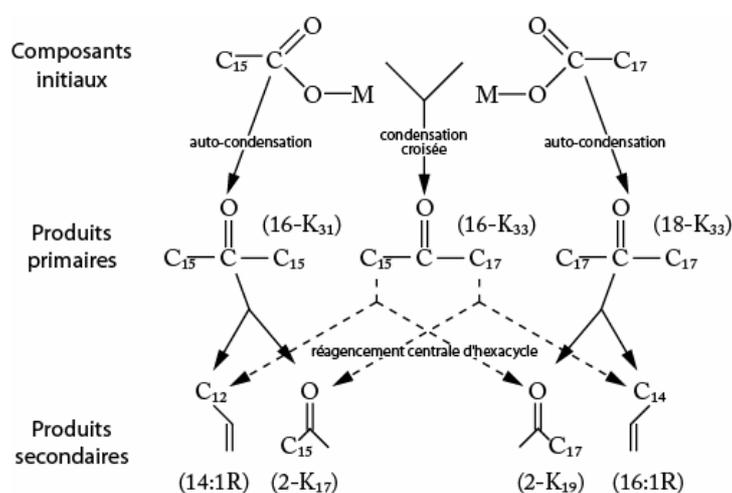


Figure 118 – Processus proposé pour la formation des principaux produits de la pyrolyse des acides gras (traduit de Raven et al. 1997)

Néanmoins, ces cétones peuvent être considérés comme de très bons marqueurs de techniques de cuisson dont la température est suffisamment importante pour entraîner la pyrolyse partielle des acides gras telles les techniques de cuisson par grillade sur roches chauffantes. La présence de ces marqueurs dans le four enterré s'explique par le fonctionnement de la structure. En effet, alors que la viande est cuite selon un mode de cuisson à l'étouffée, la température de surface des roches est très importante. La graisse qui s'y dépose alors est soumise aux mêmes altérations que lors de la grillade.

D'autres types de cétones peuvent également être retrouvés en contexte archéologiques. Ainsi, nous avons retrouvé dans l'extrait de chou du 15-nonacosanone (15-K<sub>29</sub>) qui est un des biomarqueurs des feuilles de Brassicacées. En contexte archéologique, il a été retrouvé avec d'autres biomarqueurs (nonacoasane, cires, alcools...) dans des céramiques médiévales indiquant la consommation probable de feuilles de chou bouillies ou, dans une moindre mesure, de feuilles de navet (Evershed et al. 1991). De manière plus générale, les cétones symétriques souvent seuls cétones présents sont considérés comme des biomarqueurs de différents produits végétaux.

Finalement, même si nous n'en n'avons pas détecté expérimentalement, les méthyles cétones de longues chaînes (>2-K<sub>20</sub>) généralement dominées par des 2-alcanones impairs sont un produit de la dégradation bactérienne et sont considérés comme des biomarqueurs de produits d'origine végétale (provenant sûrement des cires épicuticulaires) et se retrouvent archéologiquement dans des sédiments provenant de structures de combustion (March et al. 2003a).

#### **II.4.4.5. Les lactones**

Les lactones sont caractérisés par un hétérocycle oxygéné provenant de la cyclisation par déshydratation d'hydroxy acides. Ce sont donc notamment des produits de dégradation secondaire d'acides gras insaturés présents naturellement dans les aliments au cours de cuisson en milieu sec (Belitz & Grosch 1999).

Ainsi des  $\gamma$ -lactones ou 4-olides ont été formés lors des différentes expérimentations de grillades. Ils sont largement dominés par le  $\gamma$ -myristolactone ( $\gamma$ L<sub>14</sub>), le  $\gamma$ -palmitolactone ( $\gamma$ L<sub>16</sub>) et le  $\gamma$ -stéarolactone ( $\gamma$ L<sub>18</sub>) (Figure 119). Ils apparaissent également dans l'échantillon de cuisson de porc dans un four enterré [FEPC]. Dans les expérimentations de bouilli par

roches chauffantes, il sont présents à l'état de traces dans les échantillons correspondant à des roches qui ont été réutilisées, [SBER], [SBBF], [SBOS].

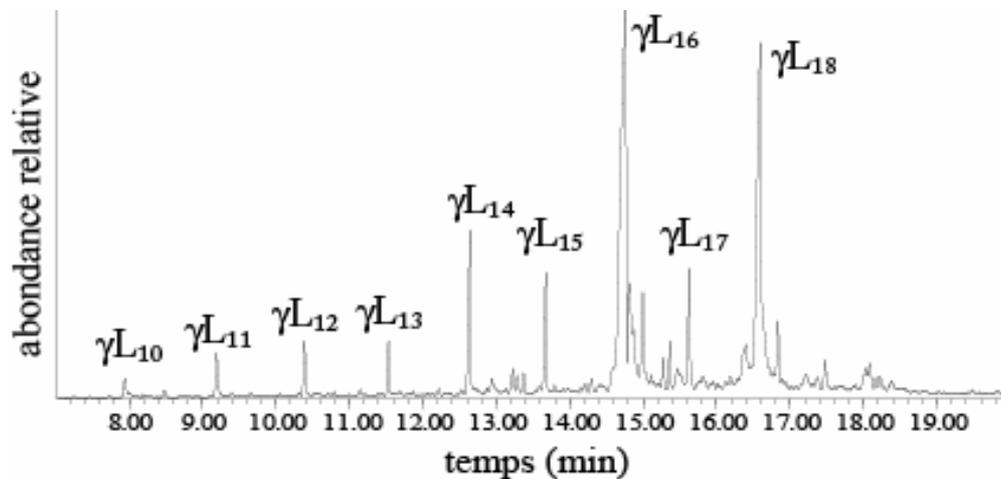


Figure 119 – Chromatogramme partiel (7-20 min) de la fraction neutre 3 de l'échantillon [GRMO]

Ainsi, ces  $\gamma$ -lactones sont donc très caractéristiques de la technique de cuisson de grillade par pierres chauffantes, mais ils peuvent également apparaître lors du réchauffage de la matière organique pénétrée dans la roche.

## II.5. Conclusion

---

Ces différentes analyses expérimentales ont ainsi enrichi nos connaissances sur les techniques de cuisson employant des roches chauffées. Nous avons pu mettre en évidence les processus thermiques se déroulant lors de la cuisson dans l'optique de réaliser une future modélisation de ces pratiques qui servira d'outil d'analyse des assemblages archéologiques. Mais nous avons également découvert des altérations, autant chimiques que physiques, spécifiques aux techniques de cuisson bouilli et grillé par utilisation des pierres chauffantes.

La suite de cette thèse s'articule autour de l'étude de nos différents exemples archéologiques où nous essayerons d'explorer les possibilités de la méthode. La présence d'altérations similaires sur du mobilier archéologique serait donc une conséquence de l'emploi de ces techniques et permettrait d'en démontrer l'usage et de mieux définir les modalités culinaires au sein de différents types de sociétés.

Nous analyserons donc ces modalités à partir du développement analytique et expérimental que nous venons de présenter dans trois contextes chrono-culturels différents. Le premier abordé est celui des chasseurs-cueilleurs magdaléniens à travers l'analyse du niveau IV0 de Pincevent.

**Chapitre III :**  
**La cuisine en archéologie, les résidus  
organiques archéologiques**

## III.1. Etude d'une unité habitation de chasseurs cueilleurs de la fin du Pléniglaciaire, le IV<sub>0</sub> de Pincevent

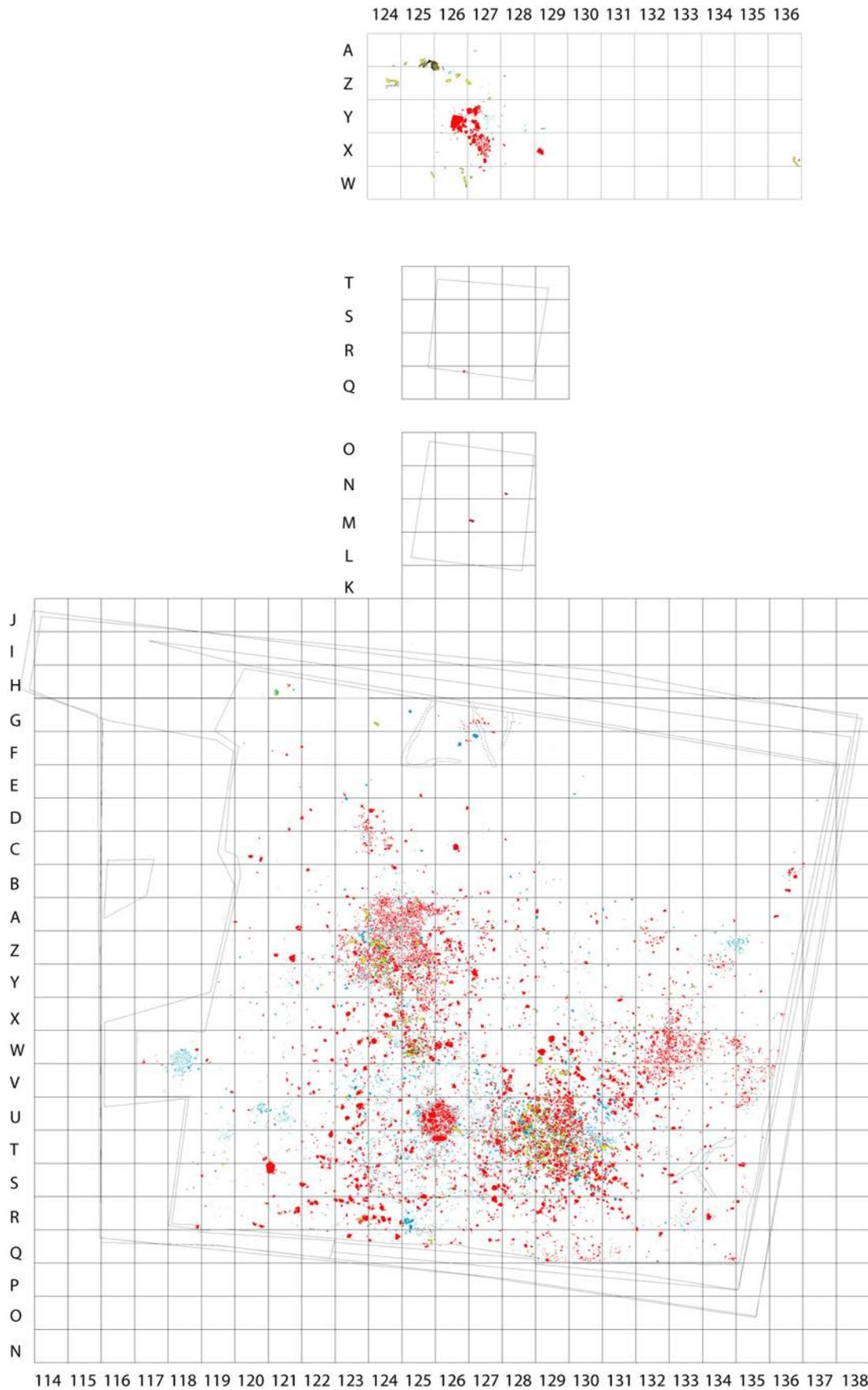
---

### III.1.1. Préambule

Des travaux antérieurs d'analyses de résidus organiques ont déjà été menés au sein de notre équipe de travail à Pincevent, principalement sur le niveau IV<sub>20</sub>, (March 1995a, 1995b) ainsi que sur d'autres sites magdaléniens de la région (Etiolles, Marolles-sur-Seine...) (March 1995b; March & Lucquin 2006, sous-presse; March & Soler Mayor 1999). Ces analyses étaient réalisées sur les sédiments dans le cadre général de l'étude des structures de combustion pour déterminer notamment leur fonction. Elles ont également apporté les premières indications sur les modalités de cuisson (graisses tombant à l'intérieur et à l'extérieur des foyers, travail des métapodes de rennes, cuisson à la pierre...). L'étude de ce niveau de Pincevent, réalisée dans le cadre de cette thèse, est en continuité avec ces travaux antérieurs, cependant elle diverge sensiblement. En effet, le cœur de notre problématique est ici les pratiques culinaires et les technologies associées et non le foyer. Ainsi, en plus des évolutions techniques et méthodologiques, notre thèse aborde l'analyse des résidus sous un nouveau point de vue.

### III.1.2. Présentation du site et du niveau IV<sub>0</sub>

Le site préhistorique de Pincevent (La Grande-Paroisse, 77) se situe dans la vallée de la Seine à quelques kilomètres en aval de la confluence de la Seine et de l'Yonne. Découvert suite à l'exploitation d'une sablière, ce gisement a livré des vestiges allant du Magdalénien à l'époque médiévale, mais c'est surtout pour ses occupations magdaléniennes que ce site est internationalement connu. Actuellement ces occupations correspondent au moins à une quinzaine d'occupations, principalement à la fin de l'automne (habitation n°1, IV<sub>40</sub>, IV<sub>30</sub>, IV<sub>21</sub>, IV<sub>21-3</sub>, IV<sub>20</sub>). Ces occupations semblent être des installations de courte durée liées à l'exploitation du renne dont la chasse aurait été favorisée par la topographie du site. La datation des occupations est comprise entre 13600 BP et 15100 BP (datation calibrée avec une probabilité d'un sigma), mais ne semble s'échelonner que sur quelques dizaines d'années. Ces Magdaléniens se sont donc installés au début du tardiglaciaire lors de la transition froide entre le Bølling et l'Allerød, le Dryas II.



114 115 116 117 118 119 120 121 122 123 124 125 126 127 128 129 130 131 132 133 134 135 136 137 138  
 Figure 120 – Plan de la fouille du niveau IV<sub>0</sub>, unité T125, Y127 et sondages intermédiaires (état de la fouille en 2005). En rouge les roches brûlées, en bleu le silex et en vert les restes osseux (DAO, C.A.P.)

De plus, le site de Pincevent n'est pas isolé, mais s'inscrit dans l'exploitation par les Magdaléniens d'un espace régional, connu de mieux en mieux, et dont la subsistance est fortement liée à la chasse complémentaire du renne et du cheval (Bodu et al. 2006; David & Orliac 1994; Julien & Karlin 2002; Julien et al. 1987; Julien & Rieu 1999; Leroi-Gourhan & Brézillon 1966; Leroi-Gourhan & Brézillon 1972; Taborin 1994).

Au sein du Magdalénien de Pincevent, le niveau IV<sub>0</sub> apparaît comme un niveau atypique. Dernière occupation magdalénienne connue, cette occupation s'installe au sommet des fins limons alluviaux de débordement de la Seine qui ont permis l'excellente conservation des niveaux antérieurs. Cependant, à cette période, ces limons s'alternent avec des couches de sables de plus en plus épaisses et grossières liées à des crues de la Seine plus importantes qui annoncent le réchauffement de l'Allerød. En conséquence, ce niveau présente une conservation moins bonne que celle observée sur les niveaux précédents (Orliac 2006).

Le niveau IV<sub>0</sub> est composé de deux unités d'habitation, l'unité T125 et l'unité Y127 (Figure 120). Cette dernière est caractérisée par une faible densité d'artefacts organisés autour d'un foyer en cuvette et à bordure de pierres et par un tronc de cheval encore en connexion à proximité de ce foyer. Cette unité ne présente pas de liaison avec l'unité T125 et les deux sondages intermédiaires se sont révélés presque vides de vestiges. Nous ne traiterons pas de cette unité (Bodu et al. 2006). L'unité T125, quant à elle, se singularise des autres niveaux magdaléniens de Pincevent. L'assemblage osseux n'est plus dominé par le renne, mais présente un abattage de rennes et de chevaux en quantité équivalente (le NMI du renne est 10 et de 9 pour le cheval). La saisonnalité observée pour ces restes fauniques étale l'occupation de l'automne au printemps, indiquant donc un habitat d'hiver (Bignon 2006; Bignon et al. 2006). L'autre particularité de ce niveau est une occupation intense de l'espace qui est accompagnée par une densité très importante de roches (la quantité de roches chauffées est supérieure à celle retrouvées pour l'ensemble du campement du IV<sub>20</sub>) et d'artefacts lithiques tout en présentant une seule structure de combustion visible. Cette densité importante entraîne également un palimpseste des déchets des différentes activités (Julien 2006; March et al. 2006a; March et al. 2006b). Néanmoins la répartition des roches chauffées permet de distinguer plusieurs zones correspondant au foyer et aux différentes aires d'accumulations de déchets. L'analyse détaillée des roches chauffées a été publiée partiellement (March et al. 2006a; March et al. 2006b) et fait également l'objet d'une thèse actuellement menée par G. Dumarçay.

Tout d'abord, au sud de l'aire de fouille, nous observons en T125 un foyer en cuvette et à bordure de pierres. Il est composé de 783 roches chauffées (de modules supérieurs à 3cm), majoritairement des calcaires (60%), des grès (23,24%) et des meulières (9,16%). La structure présente une forte fragmentation, ainsi qu'une thermoaltération importante, avec des températures principalement comprises entre 400°C et 750°C. Ce foyer révèle également l'existence de plusieurs aménagements dont une vidange qui aurait creusé le fond de la structure et un aménagement ultime avec de larges blocs de grès. De même, les thermoaltérations du sol bien que visibles sont très dégradées en raison de la forte bioturbation du sol. Ces dernières semblent avoir été intenses notamment en périphérie de la structure en bord ouest de la cuvette (March et al. 2006a; March et al. 2006b).

Au nord, en YA/123-125, il y a une aire d'accumulation de déchets de nature diverse, principalement composée de roches chauffées très fragmentées. Le grès est dominant (46.7%) avec de forte quantité de calcaires (32.4%). Ces roches sont en moyenne de modules plus faibles que dans le foyer, principalement oxydées sur toutes leurs faces et leurs températures d'exposition seraient comprises entre 300°C et 700°C. Sous cet amas de roches, dans la zone où la concentration est la plus forte le sol présente une coloration grisâtre. Cette coloration à elle seule ne peut être attribuée à une thermoaltération en l'absence de rubéfaction, qui n'apparaît qu'à partir de 300°C, et/ou d'organisation claire de la structure. Cependant, cette coloration ne se répète pas ailleurs dans l'occupation, il est donc fort probable que cette structure corresponde à une structure de combustion. La faible altération de ce sol peut avoir deux explications, un allumage au dessus d'un pavage de roches chauffées ou sur un sol gelé (l'occupation étant d'hiver) (March et al. 2006a; March & Lucquin 2007, *sous-presse*; March et al. 2006b).

L'extension nord de cette occupation se termine, en CD/123-124, par une petite concentration de roches thermoaltérées de module réduit.

A l'est du foyer, en SU 128-130, il y a une autre aire dense d'accumulation de déchets. Le grès de Fontainebleau est dominant (39,15%), mais cette concentration se caractérise surtout par la présence de nombreux fragments issus de dalles de grès schisteux (27,04%). Le calcaire est également présent en quantité importante (18,02%). De plus, le module moyen de ces roches est plus important, environ le double, de celui observé dans l'amas nord. La présence d'un foyer en U129 a été également évoquée, zone de concentration principale, mais

aucune thermoaltération du sol n'est venu corroborer cette hypothèse (March et al. 2006a; March et al. 2006b).

Au nord-est de cet amas, en VX/132-135, il existe une autre concentration de roches plus diffuse composée de blocs de plus petits modules. Cette concentration est nettement divisée en deux (le long de la bande 134).

Ainsi, l'occupation du IV<sub>0</sub> présente différentes aires de concentrations de roches chauffées, de natures, compositions et dimensions diverses. L'histoire de la mise en place de ces différentes aires est complexe et est le résultat des différentes activités réalisées au sein de cette occupation. Le volume important de roches chauffées entraîne également des interrogations sur leur utilisation. La fonction des roches chauffées peut être diverse, mais leur utilisation en tant que pierres chauffantes lors des activités culinaires est l'hypothèse la plus simple. Explorer les pratiques culinaires réalisées au sein de cet habitat est un élément important pour comprendre la nature des amas et structures liés au feu.

### **III.1.3. Altérations macroscopiques des roches chauffées liées aux activités culinaires**

Nos expérimentations ont montré que les roches chauffées, du moins les grès, pouvaient présenter des stigmates de leur utilisation comme éléments chauffants. Tout d'abord, l'altération du ciment entraîne une augmentation de la porosité de la roche et la mise en place d'un réseau de fracturations (voir *supra*). L'application directe de ces données expérimentales sur les données archéologiques reste difficile. En effet, ces données sont issues d'une expérimentation en laboratoire où l'observation des altérations a été simplifiée par la découpe de la roche permettant d'obtenir une surface plane nécessaire pour l'acquisition fine de l'image de cette surface à l'aide d'un scanner. La réalité archéologique est tout autre. Les roches présentent des faces irrégulières, corticales ou non. Le calcul de la porosité superficielle par les méthodes que nous avons employées est donc difficile et peu précise sur des surfaces non planes. De plus, la découpe d'une roche archéologique présentera l'altération en profondeur et non en surface. A cela, il faut ajouter une certaine hétérogénéité naturelle de la porosité des grès pouvant entraîner des différences importantes d'un bloc à l'autre. Ces différents critères rendent la lecture des pièces archéologiques plus complexe que lors de nos expérimentations. Néanmoins, il est possible de définir différents niveaux d'altération de la roche ayant servi à chauffer de l'eau et de l'appliquer sur les vestiges

archéologiques. Le premier niveau ne permet pas de distinguer de traces d'altération liées à l'utilisation de cette technique. Il correspond donc à toutes les utilisations de la roche refroidie à l'air et à la première utilisation de la roche refroidie à l'eau<sup>10</sup>. Le deuxième niveau présente des traces peu claires, où on observe une légère tendance à l'augmentation de la porosité (nombre et taille des trous). Il correspond à la deuxième et à la troisième utilisations. Au troisième niveau, la roche présente un début de mise en place de fissures. Ces fissures sont grossières, correspondant à une perte de matière granulaire. Il correspond à la quatrième et cinquième utilisations. Finalement, au niveau quatre, les fissures sont bien en place et la roche tend à se rompre. Il correspond donc à la sixième et septième utilisations. Une étude détaillée de la surface et de la partie interne d'une roche archéologique doit donc permettre de distinguer, dans une certaine mesure, ces différents niveaux d'altération.

L'autre source d'altérations macroscopiques liées à la cuisson est l'apparition d'une tache noire. Lors d'une cuisson de type grillade, la pénétration de la matière organique est unidirectionnelle depuis la surface de cuisson. Lors d'une cuisson bouillie, il n'y a pas de véritable orientation, elle est plus diffuse mais visible en raison d'une certaine hétérogénéité.

Ainsi ces observations expérimentales permettent de mettre en place des schémas interprétatifs découlant de l'étude des altérations macroscopiques. Ce type d'interprétations ne repose pas sur des données mathématiques ou numériques objectives, mais plutôt sur le regard, par nature subjectif, de l'observateur réalisant l'étude. Le biais porté par l'observateur n'est donc pas éliminé, mais ces schémas d'interprétations permettent de le réduire en inscrivant le regard dans un cadre objectif.

Nous avons appliqué ces principes d'analyse à un échantillonnage de 25 roches (grès) provenant de la surface du IV<sub>0</sub>. Après nettoyage à l'acide chlorhydrique pour enlever la couche de calcite enrobant toutes les roches du niveau IV<sub>0</sub>, la porosité, les fissures et les taches noires sont observées en surface, puis la roche est coupée en deux afin d'observer ces altérations en profondeur. Dans l'exemple de la roche U129-148 (Figure 121), nous constatons que la surface est irrégulière, présentant des écailllements sur les faces de fractures. Elle présente également plusieurs fissures dont une très importante courant à la surface de toute la roche. Cette fissure est assez large en raison de la perte de grains de quartz. La

---

<sup>10</sup> Ce niveau n'exclut pas la présence de fissures ou de fractures, mais elles seront d'un autre type (principalement conchoïdale) que celles observées expérimentalement.

porosité interne de la roche est très importante notamment dans les zones noircies. Il y a une relation existant entre la porosité et la zone où la matière organique (et l'eau) a le plus pénétrée. Cette roche semble donc avoir subi un lessivage assez similaire à celui de nos expérimentations. C'est pour cela que nous pouvons l'associer au troisième niveau d'altération. De plus, ces données semblent confirmées par une tache noire qui est diffuse, non orientée mais présentant certaines zones plus noircies.

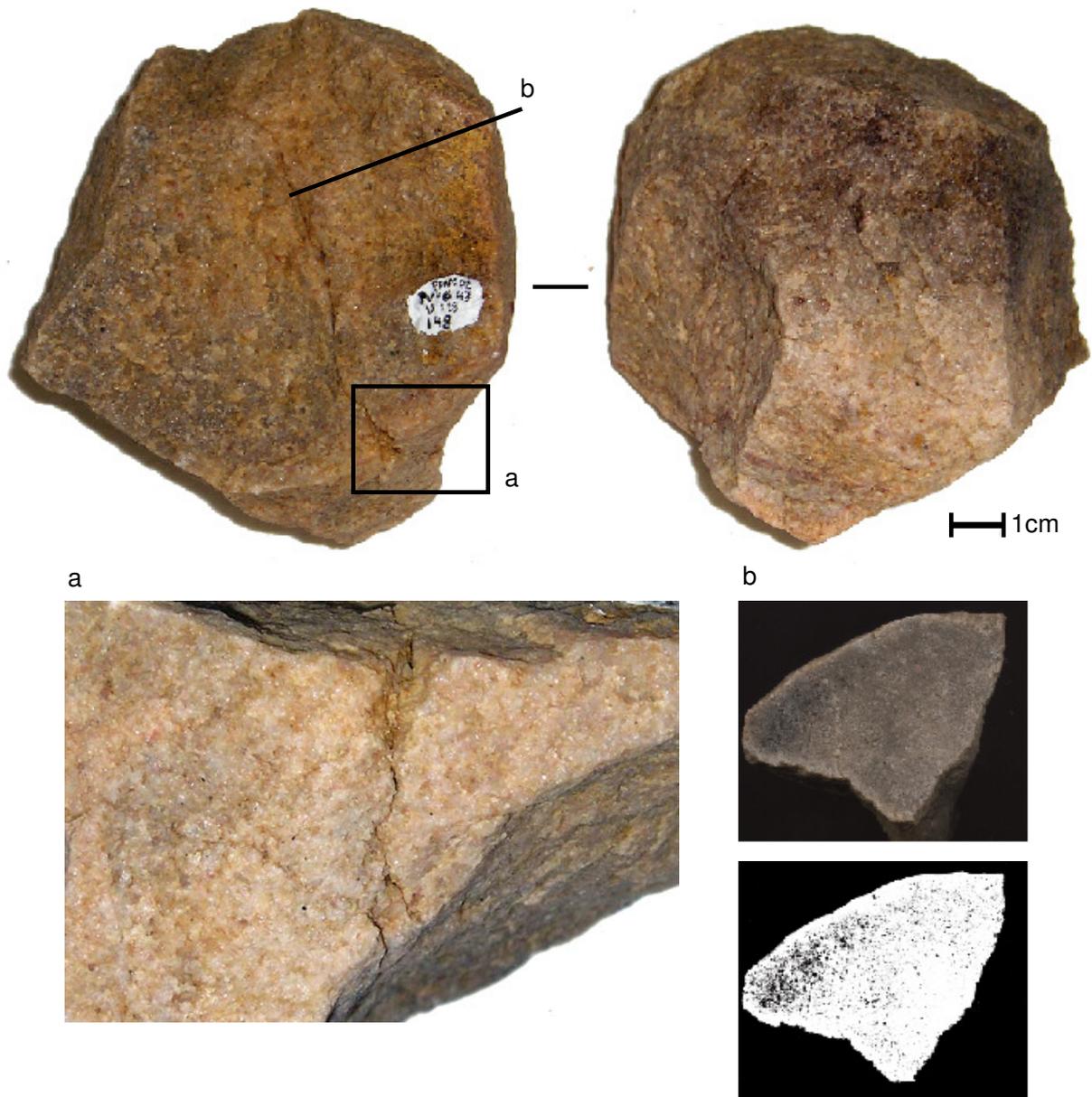


Figure 121 – Altérations macroscopiques de la roche U129-148, image de la surface et en coupe (b) avant et après traitement numérique pour l'analyse de la porosité

Nous n'avons pu attribuer une technique de cuisson à huit des roches étudiées. Six roches ont pu être reliées à l'utilisation de la grillade sur roches chauffantes par la présence

d'une tache noire orientée de manière unidirectionnelle. Sept autres roches ont été attribuées à la technique de bouilli par pierres chauffantes par la présence d'une porosité importante et pour certaines, de fissures similaires à celles observées expérimentalement ainsi que de taches noires diffuses plus ou moins marquées. Les altérations portées par ces roches sont de niveau deux à l'exception de U129-148 qui est de niveau trois. Ceci traduit donc une faible réutilisation des blocs pour cette technique. Enfin quatre roches peuvent être rapprochées du bouilli, cependant leur catégorisation reste incertaine. Ces roches présentent généralement des fissures non conchoïdales, assez similaires à celles observées expérimentalement, traduisant du coup un nombre important d'utilisations, mais dont la porosité visible reste faible et dont la tache noire est généralement non visible en profondeur (même si la roche peut présenter une coloration grise homogène) (Tableau IX).

Localisation	Echantillon	Niveau d'altération	Tache noire	Attribution technique
Amas nord	A124-45	I	nulle	-
	<b>A124-356</b>	<b>I</b>	<b>nulle</b>	<b>-</b>
	<b>Z126-102</b>	<b>I</b>	<b>orientation unidirectionnelle</b>	<b>Griller</b>
Foyer T125	<b>T126-622</b>	<b>I</b>	<b>orientation unidirectionnelle</b>	<b>Griller</b>
	U126-431	II	surface inférieure, pas de pénétration en profondeur	bouillie?
Amas est	<b>T128-321</b>	<b>I</b>	<b>nulle</b>	<b>-</b>
	T129-173	II	diffuse	Bouillie
	T129-222	II	noircissement pluridirectionnel en surface et au cœur de la roche	Bouillie
	<b>U129-104</b>	<b>II</b>	<b>diffuse</b>	<b>Bouillie</b>
	U129-125	II	diffuse	Bouillie
	<b>U129-142</b>	<b>I</b>	<b>orientation unidirectionnelle</b>	<b>Griller</b>
	<b>U129-148</b>	<b>III</b>	<b>diffuse et hétérogène</b>	<b>Bouillie</b>
	U130-121	I	orientation unidirectionnelle	Griller
V133-34	I	nulle	-	
Amas nord est	W130-37	I	orientation unidirectionnelle	Griller
	W132-50	I	nulle	-
	W132-69	II	très légèrement grisée, diffuse	Bouillie
	W132-107	I	nulle	-
	W133-116	II	très légèrement grisée, diffuse	Bouillie
	W134-36	I	orientation unidirectionnelle	Griller
	W135-27	I	nulle	-
	<b>W135-56</b>	<b>I</b>	<b>noircissement dans les zones très poreuses</b>	<b>-</b>
	X131-12	IV?	nulle	bouillie?
	X133-65	III?	surface inférieure, pas de pénétration en profondeur	bouillie?
X135-67	III?	très légèrement grisée, diffuse	bouillie?	

Tableau IX – Synthèse des altérations macroscopiques dans les roches chauffées de Pincevent (en gras roches analysées chimiquement)

Cette étude permet de porter un premier regard sur l'utilisation culinaire des roches chauffées. On constate que les deux techniques griller et bouillir sont utilisées dans l'unité T125. De plus, on retrouve les déchets de ces deux techniques dans les différents amas du

niveau ainsi que dans le foyer. Seul l'amas nord présente uniquement des traces de grillade. Cependant, l'absence de traces de l'utilisation de cette technique ne signifie pas le non emploi de la technique, en raison de l'échantillonnage réalisé.

### III.1.4. Analyses des résidus organiques

#### III.1.4.1. Echantillonnage

L'analyse des résidus organiques de l'occupation du IV-0 porte actuellement sur 23 échantillons (Tableau X).

Échantillon	Description	Localisation
<i>SNO1</i>	Sédiment noirâtre (remplissage du foyer)	U125 (quart SO)
<i>SNO2</i>	Sédiment noirâtre (remplissage du foyer)	U125 (quart NO)
<i>SNO3</i>	Sédiment noirâtre (remplissage du foyer)	T126, sous roche T126-336 (quart SE)
<i>SNO4</i>	Sédiment noirâtre (remplissage du foyer)	U126, sous roche (quart Sud Est, fond de la structure)
<i>RAC</i>	Racine altérée et sédiments liés	U125/126 (Bord intérieur du foyer)
<i>SBR</i>	Sédiment naturel thermoaltéré brun/rouge	U125 (Bordure externe du foyer)
<i>SNT125</i>	Sédiment naturel	T125 (hors de la structure)
<i>SNT122</i>	Sédiment naturel	T122
<i>SNBNS</i>	Sédiment naturel	Concentration nord, Berme NO-SE, partie inf.
<i>ANCI</i>	Sédiment non altéré	Concentration nord (quart E), décapage 1, sous roches
<i>ANC2</i>	Sédiment non altéré	Concentration nord (quart E), décapage 2, sous roches
<i>ANC3</i>	Sédiment grisâtre	Concentration nord (quart E), décapage 3, sous roches
<i>ANC4</i>	Sédiment non altéré	Concentration nord (quart E), décapage 4, sous roches
<i>SGBWE</i>	Sédiment grisâtre	Concentration nord, berme O-E
<i>SGBNS</i>	Sédiment grisâtre	Concentration nord, berme NO-SE
<i>A124-356</i>	Roche noircie	A124 (concentration rocheuse nord)
<i>Z126-102</i>	Roche noircie	Z126 (concentration rocheuse nord)
<i>T126-622</i>	Roche noircie	T126 (foyer)
<i>T128-321</i>	Roche noircie	T128 (concentration rocheuse Est)
<i>U129-104</i>	Roche noircie	U129 (concentration rocheuse Est)
<i>U129-142</i>	Roche noircie	U129 (concentration rocheuse Est)
<i>U129-148</i>	Roche noircie	U129 (concentration rocheuse Est)
<i>W135-56</i>	Roche noircie	W135 (concentration rocheuse Nord-Est)

Tableau X – Table des échantillons du niveau IV<sub>0</sub> de Pincevent

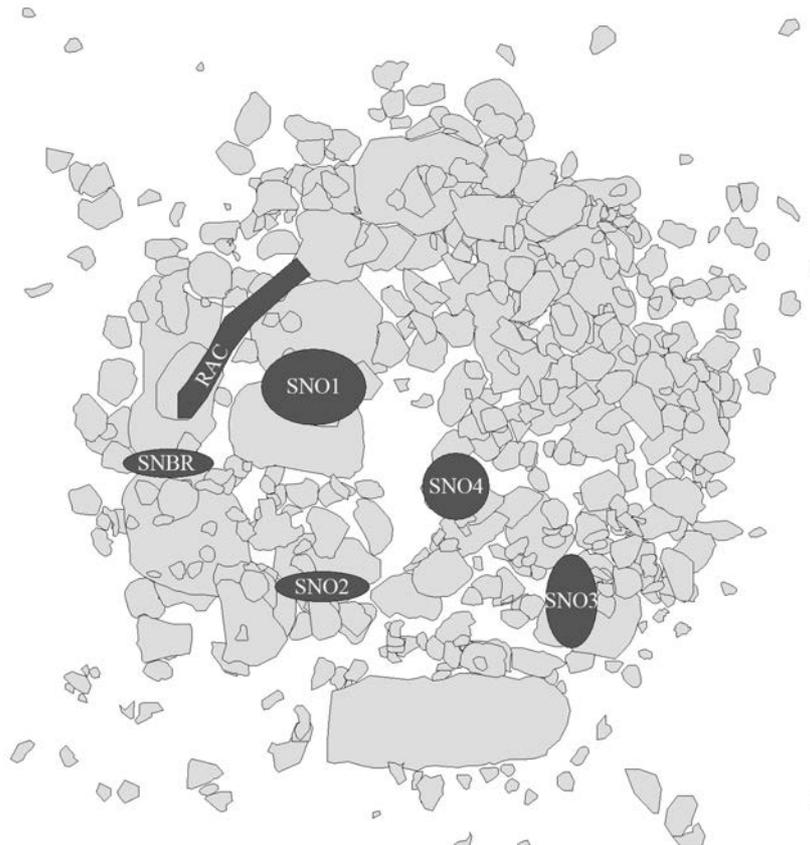


Figure 122 – Répartition des échantillons de sédiment dans le foyer T125

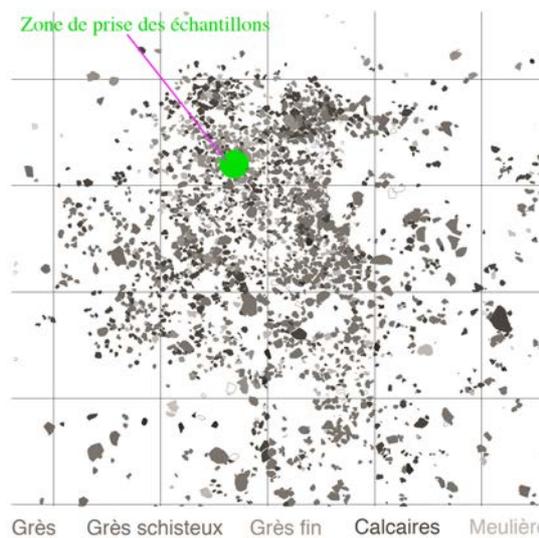


Figure 123 – Répartition des échantillons de sédiments dans l'amas nord

L'étude réalisée comprend une analyse des sédiments associés au foyer T125 (Figure 122). Quatre échantillons proviennent du sédiment de remplissage de la structure. Ce sédiment est de couleur brun noirâtre et est situé entre les roches brûlées pour les deux premiers prélèvements [SNO1-2] et sous ces roches pour les deux autres [SNO3-4]. Un échantillon a également été réalisé dans le sédiment partiellement rougi de la bordure ouest

situé entre deux blocs de grès, [SBR]. Le niveau IV<sub>0</sub> est fortement bioturbé, des restes de racines récentes traversent le foyer T125 dans sa partie nord-ouest. Ils se présentent sous la forme d'un sédiment sableux contenant des macrorestes végétaux très décomposés et dont l'empreinte générale évoque une racine. Nous avons analysé un prélèvement [RAC] afin d'écarter toute possibilité de contamination de nos échantillons. Les échantillons provenant du foyer sont complétés par deux échantillons témoins de sédiments non altérés, à proximité du foyer en T125 [SNT125] et à quelques mètres du foyer en T122 [SNT122]. En ce qui concerne l'amas nord YA/123-125 (Figure 123), nous avons étudié une série d'échantillons prélevés dans le quart est de l'amas lors des différentes phases du décapage. Ces quatre échantillons correspondent à une séquence stratigraphique de cette zone de l'amas. Les deux premiers échantillons [ANC1-2] proviennent d'un sédiment brunâtre/jaunâtre situé entre les roches formant cet amas. L'échantillon suivant [ANC3] correspond au sédiment brun grisâtre situé immédiatement en dessous de l'amas de roche. Finalement, un quatrième échantillon de sédiment non altéré [ANC4] a été prélevé au-dessous du sédiment grisâtre. Cette séquence de prélèvement stratigraphique est complétée par des prélèvements en laboratoire dans les bermes réalisées lors de la fouille (voir March et al. 2006a). Dans la berme NO-SE, qui est l'un des deux axes de la fouille en croix, nous avons réalisé un prélèvement de sédiments grisâtres [SGBNS] et de sédiments non altérés sous-jacents [SNBNS]. Nous avons également prélevé un échantillon de sédiment grisâtre [SGBWE] dans la deuxième berme d'axe ouest-est située dans le quart est de l'amas. Nous avons finalement analysé un lot de roches réparties à la surface du niveau dans différentes zones de concentrations. Le choix de ces roches bien qu'aléatoire a été influencé par des critères morphologiques liés aux altérations produites par les techniques de cuisson (vois *supra*).

### **III.1.4.2. Le foyer T125**

#### **III.1.4.2.1. Acides gras**

Les échantillons de sédiments provenant du foyer T125 [SNO1-4, SBR] contiennent des acides gras insaturés en quantité peu importante (différents isomères de C<sub>16:1</sub>, C<sub>18:1</sub>, de faibles quantités de C<sub>18:2</sub> et également C<sub>17:1</sub> pour [SNO4, SBR]). Néanmoins, les mêmes acides insaturés à l'exception de C<sub>17:1</sub> sont présents dans les échantillons de sédiments naturels en quantités relativement similaires. Seul l'échantillon de racine présente des acides insaturés en quantité importante. De plus, les acides présents sont plus variés. Même si certains isomères de C<sub>18:1</sub> sont les acides insaturés dominants, la proportion de C<sub>18:2</sub> est plus

importante. Les acides gras monoinsaturés sont plus nombreux (de C<sub>15:1</sub> à C<sub>20:1</sub>) et nous pouvons constater la présence de C<sub>20:4</sub>. Ainsi, cet échantillon de racine partiellement décomposée semble peu altéré et ne semble pas avoir contaminé le foyer T125.

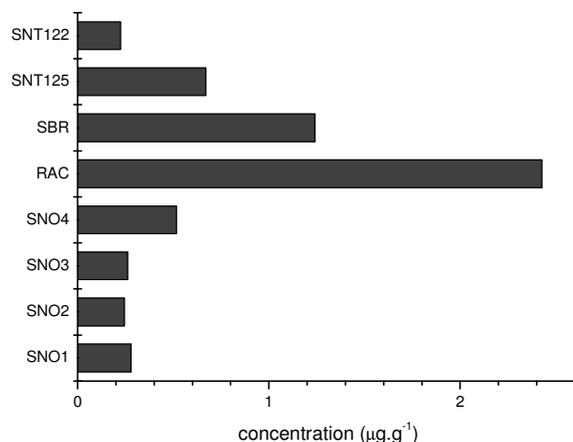


Figure 124 – Concentration des acides gras des échantillons du foyer T125 et des sédiments naturels

La concentration en acides gras saturés dans les échantillons pris en compte présente une variation assez importante (Figure 124). Elle est relativement homogène pour les différents échantillons de sédiments noircis ( $0,32 \mu\text{g.g}^{-1} \pm 0,13$ ), bien que [SNO4] soit plus concentré ( $0,52 \mu\text{g.g}^{-1}$ ). L'échantillon [SBR] présente une concentration nettement plus importante ( $1,24 \mu\text{g.g}^{-1}$ ) que celle observée dans les précédents sédiments ainsi que dans les sédiments naturels ( $0,22 \mu\text{g.g}^{-1}$  pour [SNT122] et  $0,67 \mu\text{g.g}^{-1}$  pour [SNT125]). Finalement, la racine [RAC] est l'échantillon dont la concentration est la plus importante ( $2,43 \mu\text{g.g}^{-1}$ ).

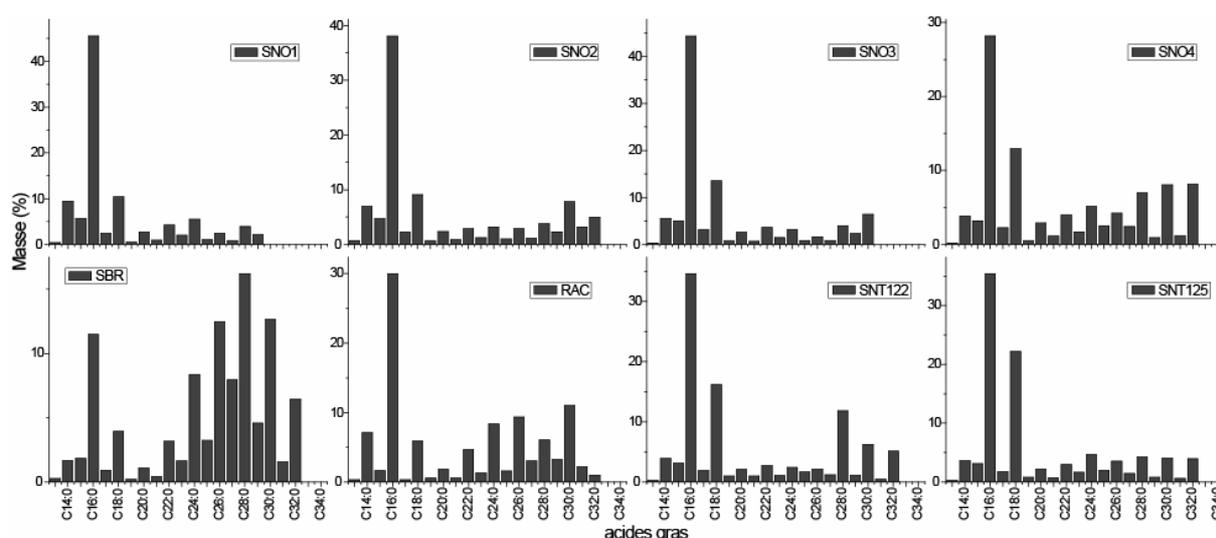


Figure 125 – Distribution des acides gras des échantillons du foyer T125 et des sédiments naturels

Les acides gras saturés dans les échantillons de sédiment du foyer (Figure 125) présentent des distributions assez proches. Les acides gras de courtes chaînes sont majoritaires, 77,07% [SNO1], 64,77% [SNO2], 75,14% [SNO3] et 53,88% [SNO4]. L'acide palmitique (C<sub>16:0</sub>) est l'acide dominant et le rapport C<sub>16:0</sub>/C<sub>18:0</sub> est assez proches pour [SNO1] (4,38) et pour [SNO2] (4,18). Il est moins élevé pour [SNO3] (3,28), mais la valeur reste proche. [SNO4] présente une valeur plus basse (2,18). Le CPI<sub>(acides courts)</sub> est relativement homogène entre ces quatre échantillons et est compris entre 7,10 et 7,79 (Tableau XI). Les acides gras de longues chaînes présentent des distributions bimodales dont le CPI, compris entre 2,53 et 3,99, indique une conservation moyenne de ces acides. Néanmoins, ces distributions ne sont pas identiques les unes aux autres. L'échantillon [SBR] présente une quantité d'acides gras de longue chaîne plus importante (78,64%). Leur distribution est unimodale, dominée par C<sub>28:0</sub> et est partiellement dégradée (son CPI est de 3,09). Les acides gras courts sont dominés par l'acide palmitique avec un rapport C<sub>16:0</sub>/C<sub>18:0</sub> de 2,91. Le CPI<sub>(acides courts)</sub> de 5,78 est plus faible que celui observé dans le foyer. Les deux échantillons de sédiments naturels non thermoaltérés sont dominés par les courtes chaînes et présentent des rapports C<sub>16:0</sub>/C<sub>18:0</sub> plus faibles que ceux du foyer (2,14 pour [SNT122] et 1,60 pour [SNT125]). Le CPI<sub>(acides courts)</sub> est plus élevé que celui des foyers (9,65 pour [SNT122] et 11,32 pour [SNT125]). Les acides longs, présentant également une distribution bimodale, sont également bien conservés avec un CPI de 3,43 [SNT125] et 5,09 [SNT122]. Finalement, les acides longs dominant légèrement l'échantillon de racine (52,37%). La distribution est légèrement bimodale, dominée par C<sub>30:0</sub> et C<sub>26:0</sub> et est partiellement dégradée (son CPI est de 3,46). Le rapport C<sub>16:0</sub>/C<sub>18:0</sub> est de 5,09 et le CPI<sub>(acides courts)</sub> est égal à 18,07, valeur proche de certains extraits de produits naturels crus (voir *supra*).

Échantillon	CPI <sub>(acides longs)</sub>	CPI <sub>(acides courts)</sub>	CPI <sub>(alcanes)</sub>
SNO1	2,52	7,59	4,61
SNO2	2,76	7,10	1,39
SNO3	3,29	7,33	4,41
SNO4	3,99	7,79	4,92
RAC	3,46	18,07	4,47
SBR	3,09	5,78	1,38
SNT125	3,43	11,32	4,36
SNT122	5,09	9,65	6,94

Tableau XI – CPI des échantillons du foyer

Ainsi à l'exception de [SBR], les distributions d'acides gras saturés présentent de nombreuses ressemblances. Cependant, les échantillons [SNO1-3] présentent des distributions d'acides courts relativement semblables et [SNO4] montre des valeurs proches. Pour ce

dernier, les acides gras de longues chaînes sont en proportion plus importants, indiquant sûrement une contribution végétale plus importante. On constate que les échantillons de sédiments naturels présentent un rapport  $C_{16:0}/C_{18:0}$  plus faible que dans le foyer. De même, on a constaté que le  $CPI_{(acides\ courts)}$  est plus faible dans les sédiments provenant du foyer, semblant indiquer une altération plus importante, peut être liée aux activités culinaires ou de combustion. Pour finir, il est difficile de tirer des tendances à partir des acides longs en raison de leurs distributions très hétérogènes.

Ces différents échantillons contiennent également des acides gras ramifiés, présentant un groupe méthyle sur des chaînes carbonées linéaires allant de treize à dix-sept atomes de carbones. Ils témoignent sûrement d'une légère dégradation bactérienne bien qu'ils puissent être présents dans de nombreux produits crus.

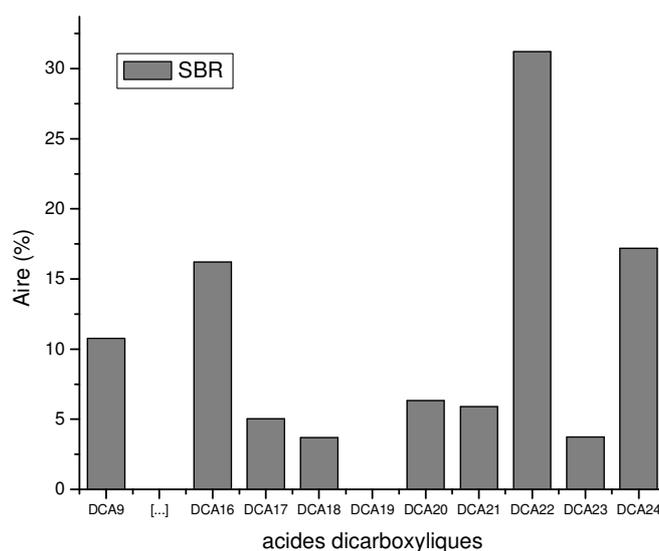


Figure 126 – Distribution des acides dicarboxyliques de l'échantillon [SBR] (Pourcentage d'aire du TIC)

De l'acide azélaïque ( $DCA_9$ ) a été retrouvé dans ces échantillons de sédiments. Il doit témoigner ici de la dégradation naturelle d'acides gras insaturés. Seul l'échantillon [SBR] présente en plus des diacides gras de longues chaînes ( $DCA_{16}$ - $DCA_{24}$ ) dominé par les acides tetracosanedioïque ( $DCA_{24}$ ) et docosanedioïque ( $DCA_{22}$ ) (Figure 126). Ces diacides ont une origine végétale et pourraient être issus des combustibles utilisés dans le foyer.

### III.1.4.2.2. Hydrocarbures

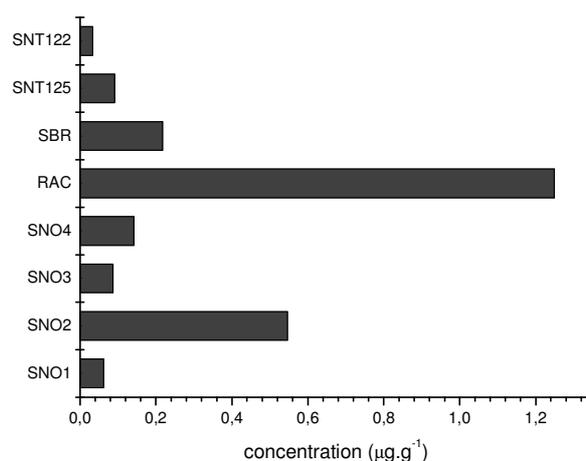


Figure 127 – Concentration des alcanes des échantillons du foyer T125 et des sédiments naturels

La concentration en alcanes est relativement homogène à l'exception de [SNO2] et de [RAC] (Figure 127). Ainsi, ce dernier présente une concentration d'alcanes très importante ( $1,25 \mu\text{g.g}^{-1}$ ) qui est à mettre en relation avec celle des acides gras saturés. [SBR] présente également des alcanes en concentration assez élevée ( $0,22 \mu\text{g.g}^{-1}$ ) comme pour les acides. La concentration d'alcanes de [SNO2] est très importante ( $0,55 \mu\text{g.g}^{-1}$ ) alors que les acides gras ne l'étaient pas. On constate également que la concentration des sédiments naturels ( $0,03\text{-}0,09 \mu\text{g.g}^{-1}$ ) est similaire à celle des autres sédiments noircis ( $0,06\text{-}0,14 \mu\text{g.g}^{-1}$ ).

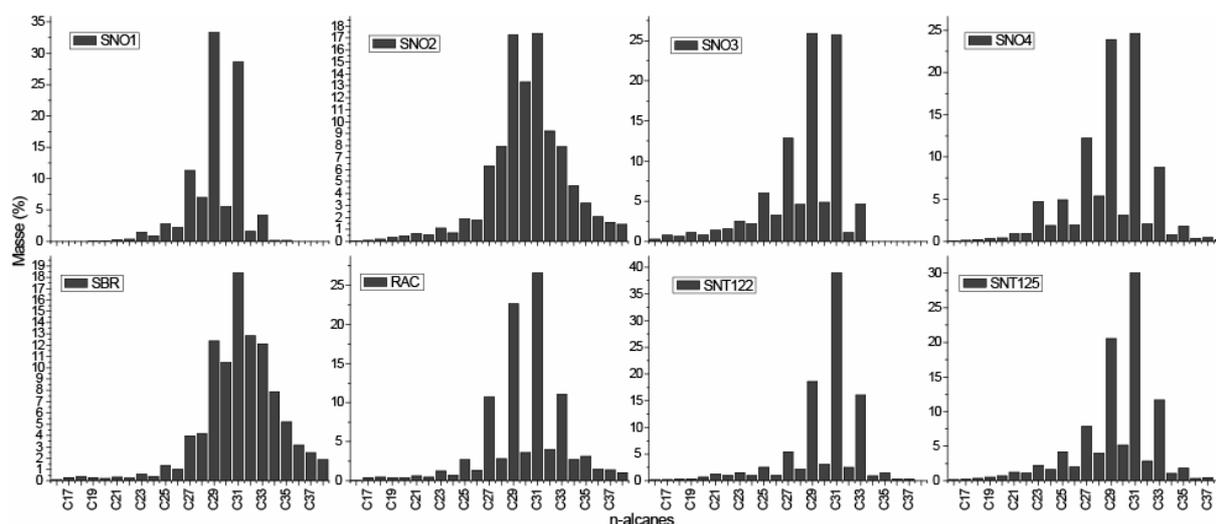


Figure 128 – Distribution des n-alcanes des échantillons du foyer T125 et des sédiments naturels correspondants

Les échantillons de sédiment provenant du foyer T125 [SNO1-4] présentent une distribution d'alcanes unimodale avec une forte prédominance de C<sub>29</sub> et C<sub>31</sub> (Figure 128). Les quantités de ces deux alcanes sont relativement similaires. Ainsi le rapport entre ces deux

alcanes ( $C_{29}/C_{31}$ ) est compris entre 0,97 et 1,17. Ces distributions d'alcanes sont relativement bien conservées avec une forte dominance des alcanes impaires (le CPI de [SNO1] est de 4,61, pour [SNO3] il est de 4,41 et pour [SNO4] il est de 4,92) à l'exception de [SNO2] qui présente un CPI plus faible (1,39) traduisant une altération plus importante (Tableau XI). De plus, ces distributions présentent très peu d'alcanes de courtes chaînes (inférieur à 2,68%). L'échantillon [SBR] présente une distribution différente, où  $C_{31}$  est l'alcane dominant. Son altération est également importante (son CPI est de 1,38), mais lui non plus ne présente pas d'alcanes de courtes chaînes (1,04% de la masse totale des alcanes). Lorsque que l'on se réfère aux échantillons de sédiments naturels non thermoaltérés [SNT122 et SNT125], on constate qu'ils présentent des distributions assez semblables où  $C_{31}$  domine largement les distributions d'alcanes et où la prépondérance des alcanes impaires est marquée (leur CPI est respectivement de 6,94 et de 4,36), traduisant leur faible altération. De même, ces échantillons présentent très peu d'alcanes de courtes chaînes (inférieurs à 1,20%). L'échantillon de résidus de racine [RAC], contamination possible dans le foyer, présente une distribution encore différente de celles observées précédemment. Ainsi même si  $C_{31}$  est également l'alcane dominant, cette prédominance est moins marquée avec  $C_{29}$  (le rapport  $C_{29}/C_{31}$  est de 0,85). La dégradation de ces alcanes est relativement faible (son CPI est de 4,47).

Ainsi, l'origine des distributions d'alcanes observées dans ces différents sédiments doit être associées aux alcanes provenant de cires cuticulaires de végétaux supérieurs comme nous avons pu l'observer dans nos échantillons expérimentaux de feuilles. Dans le sédiment naturel situé, hors de la structure, ces distributions d'origine environnementale sont dominées par l'hentriacontane ( $C_{31}$ ). L'échantillon [SBR] provenant de la bordure du foyer et se présentant sous la forme d'un sédiment thermoaltéré brun rougi, présente une distribution d'alcanes correspondant à une dégradation thermique partielle des alcanes contenus dans le sédiment non altéré. Dans le foyer, l'origine végétale semble commune pour les quatre échantillons mais de nature inconnue. Cette origine peut être multiple. La faible altération observée dans les distributions, à l'exception de [SNO2], semble indiquer que ces alcanes ne proviennent pas de cendres ou de charbons (March 1995b; March et al. 2003a; March & Lucquin 2006, sous-presse; March & Soler Mayor 1999). Il pourrait néanmoins correspondre à des résidus de combustible qui n'aurait été que très partiellement carbonisés puis décomposés. De plus, une certaine contribution provenant des alcanes environnementaux ne doit pas être exclue, provoquant ainsi une augmentation de  $C_{31}$ . Dans ce dernier cas, la distribution originelle de ces alcanes serait enrichie en  $C_{29}$  notamment. De plus, l'altération

dans ce foyer n'est pas homogène, certaines zones semblent donc avoir été soumises à des températures plus importantes. Finalement, la racine traversant le foyer ne semble pas avoir contaminée de foyer.

Des hydrocarbures aromatiques polycycliques caractérisés par M/z 178 (anthracène ou phénanthrène) et M/z 202 (fluoranthène ou pyrène), sont présents dans les échantillons [SNO1,SNO4 et SBR] du foyer. Cependant ils sont également présents dans les deux échantillons de sédiments naturels. Néanmoins, ils sont absents de [RAC] qui contient une famille de composés (M+ 91) de type phenyl-alcanes (quatre composés de masse 246, n-phenyldodecane, et quatre de masse 260, n-phenyltridecane). La racine n'est donc pas source de contamination. Les PAHs sont généralement associés aux résidus de combustion, cependant dans ce cas, ils sont présents dans les sédiments naturels. Nous pouvons alors émettre deux hypothèses. La première est qu'ils font partie de la signature environnementale du sédiment naturel du site. La seconde repose sur le fait que ces échantillons naturels sont liés à l'occupation magdalénienne et par conséquent, ils ont pu subir un certain degré d'anthropisation. Ces PAHs proviendraient alors du combustible par l'intermédiaire de la fumée et des particules aériennes générées lors de la combustion.

### III.1.4.2.3. Stérols et autres terpènes

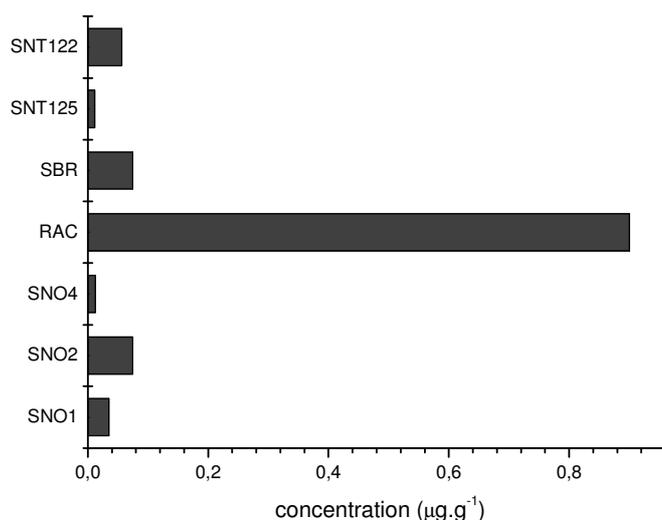


Figure 129 – Concentration des stérols des échantillons du foyer T125 et des sédiments naturels

Un ensemble de stérols a été retrouvé dans les différents échantillons<sup>11</sup> (Figure 129). De nouveau, l'échantillon [RAC] présente une concentration nettement supérieure à celle des autres échantillons ( $0,90 \mu\text{g}\cdot\text{g}^{-1}$ ). Cette concentration est assez variable entre les autres échantillons (entre  $0,01$  et  $0,07 \mu\text{g}\cdot\text{g}^{-1}$ ) et nous n'observons pas de différences significatives entre ces échantillons.

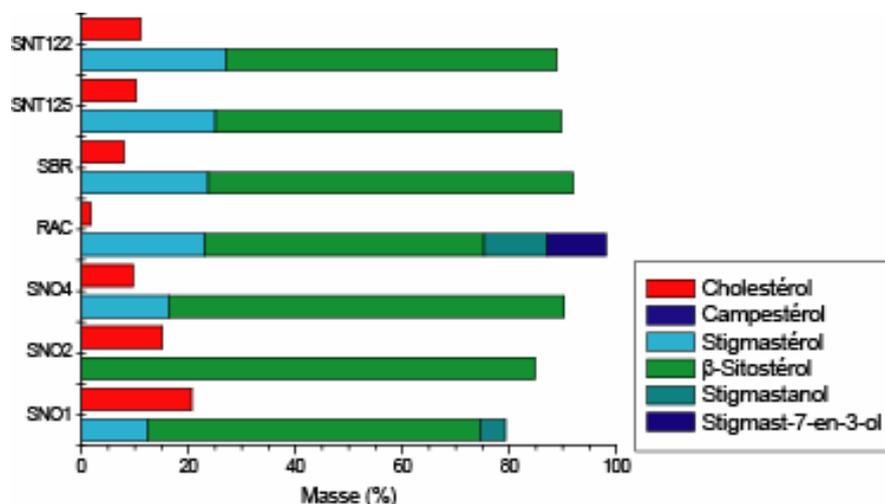


Figure 130 – Distribution des stérols des échantillons du foyer T125 et des sédiments naturels correspondants

Ces stérols, qui sont les stérols les plus fréquemment retrouvés naturellement, sont à la fois d'origine animale (cholestérol) et végétale (stigmastérol,  $\beta$ -sitostérol, stigmastanol et stigmast-7-en-3-ol), mais sont présents dans des proportions diverses en fonction des échantillons (Figure 130). On constate que les proportions de phytostérols sont nettement dominantes et que le  $\beta$ -sitostérol est le stérol le plus important. Les échantillons de sédiments naturels et le sédiment thermoaltéré présentent des proportions de stérols assez similaires dont  $90,26\% \pm 1,58$  de phytostérol. Les échantillons provenant du foyer, présentent des quantités plus variables. On constate, à l'exception de [SNO4], que les quantités de cholestérols sont plus importantes qu'en dehors de la structure ( $20,63\%$  pour [SNO1] et  $15,22\%$  pour [SNO2]). Finalement, l'échantillon de racine, en plus de contenir plus de stérols ( $0,90\mu\text{g}\cdot\text{g}^{-1}$ ) présente une plus grande diversité de stérols ainsi que très peu de cholestérol.

En plus des stérols précédemment cités, un certain nombre de composés stéroïdaux et terpenoïdaux ont été retrouvés. En raison de nombreuses co-élutions, de la faible quantité de certains produits et par conséquent de la faible résolution de certains spectres de masse, de

<sup>11</sup> Les fractions neutres 2 et 3 de l'échantillon [SNO3] présentent que des traces difficilement identifiables de molécules en raison de la faible masse de sédiments étudiés. Nous ne traiterons donc pas de cet échantillon pour les stéroïdes et les familles de molécules suivantes.

nombreuses molécules n'ont pas pu être identifiées. Cependant, ces échantillons présentent également différents hopanoïdes (Mz 191) qui ne sont pas identifiés précisément. Ces molécules sont un produit issu de l'activité bactérienne. Elles sont présentes dans les différents échantillons du foyer [SNO1-4, SBR]. Cependant, elles sont également présentes en faible proportion, dans les échantillons de sédiments naturels à l'exception de [RAC]. C'est également le cas du stigmasta-3,5-dien-7-one, qui lui se retrouve dans les résidus de cuisson de produits animaux. L'échantillon de racine contient quant à lui du stigmast-4-en-3-one. La présence de ces molécules dans nos différents échantillons reste donc faiblement significative.

Ainsi d'après les stérols, les échantillons présentent donc un mélange de graisses d'origine animale et végétale, avec une nette dominance de la part végétale. La part animale semble mieux représentée dans le foyer, bien qu'elle ne soit pas constante avec notamment l'échantillon [SNO4] présentant une part végétale plus marquée. Finalement, l'échantillon de racine ne semble pas avoir contaminé le foyer. Au contraire, la présence de cholestérol dans l'échantillon pourrait plutôt témoigner d'une contribution provenant du foyer dans cet échantillon.

#### **III.1.4.2.4. Autres molécules**

Les échantillons du foyer contiennent également de nombreuses cires (estérification d'un acide gras avec un alcool). Ces cires sont pratiquement absentes des extraits de produits naturels, mais se retrouvent dans certaines expérimentations de cuisson de viande (voir *supra*). Elles pourraient donc témoigner de la présence de résidus de cuisson de viande dans cette structure.

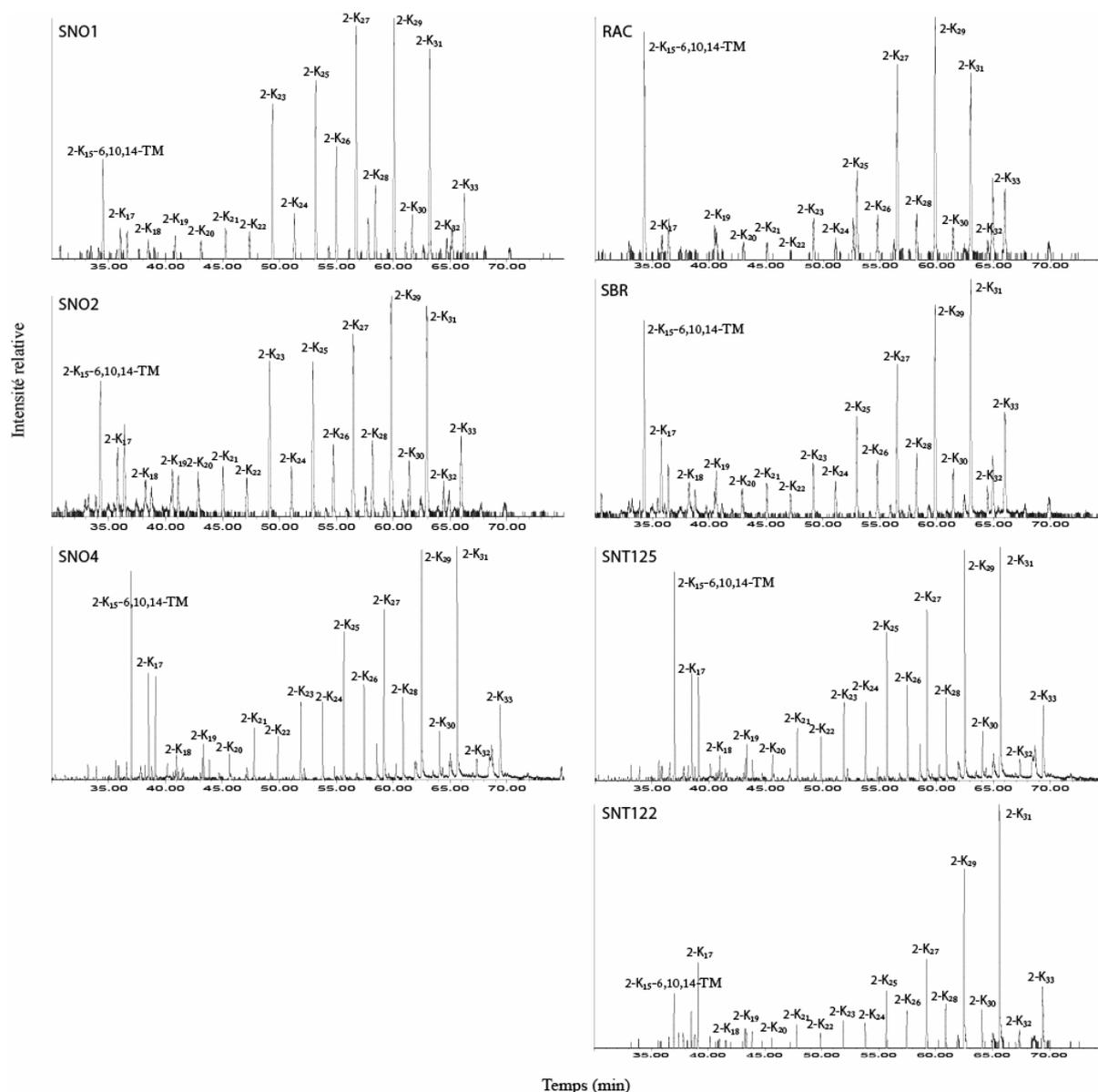


Figure 131 – Chromatogramme partiel (30-75min) d’ion sélectif (ion 59) des échantillons du foyer T125 et des sédiments naturels du niveau IV<sub>0</sub>

Aldéhydes et cétones font partie aussi de la composition organique de ces échantillons, cependant ils ne sont qu’en très faible quantité voir à l’état de traces dans les deux échantillons de sédiments naturels [SNT122, SNT125]. La distribution des aldéhydes, bien que très large est difficilement lisible et semble peu significative (les quantités d’aldéhydes semblent très homogènes). Au contraire, les cétones diffèrent en fonction de l’origine des échantillons. Elles sont composées de 2-pentadécane-6,10,14-triméthyle, méthyle cétone présent dans différents produits animaux ou végétaux qui est en conséquence faiblement significatif ainsi que d’une famille de méthyles cétones linéaires, 2-alcanones, de longues chaînes. La distribution de cette famille est caractérisée par une dominance des longues

chaînes impaires comprises entre le 2-tricosanone (2-K<sub>23</sub>) et le 2-tritriaconsanone (2-K<sub>33</sub>). Cependant ces distributions sont différentes (Figure 131). Ainsi, les échantillons provenant du foyer, présentent des quantités relativement similaires entre 2-K<sub>27</sub>, 2-K<sub>29</sub>, 2-K<sub>31</sub>. Les échantillons de sédiments naturels et [SBR] sont caractérisés par une nette dominance de 2-K<sub>31</sub>, alors que l'échantillon de racine l'est par 2-K<sub>29</sub>. Ainsi, ces méthyles cétones proviennent du règne végétal et témoigne d'une différence d'origine entre le foyer, les sédiments extérieurs à la structure et finalement la racine.

Des alcools linéaires, 1-alcool, de longues chaînes carbonées (de 13 à 28 atomes de carbones) ont été retrouvés dans les échantillons [SNO1-2, SBR et RAC]. Ici aussi, les distributions observées sont différentes (Figure 132). Ces quatre échantillons présentent une nette prédominance des alcools pairs dont le principal est le 1-tétracosanol. Cependant, l'échantillon [SBR] présente une distribution des alcools pairs plus lissée que les deux échantillons du foyer. L'échantillon [RAC] est composé de 1-docosanol, 1-tétracosanol et de 1-héxacosanol, les autres sont en quantité très minoritaire. L'altération observée dans [SBR] est à mettre en relation avec celle observée par les alcanes consécutive à la thermoaltération. Néanmoins, la distribution de ces alcools est celle de cires cuticulaires d'origine végétale.

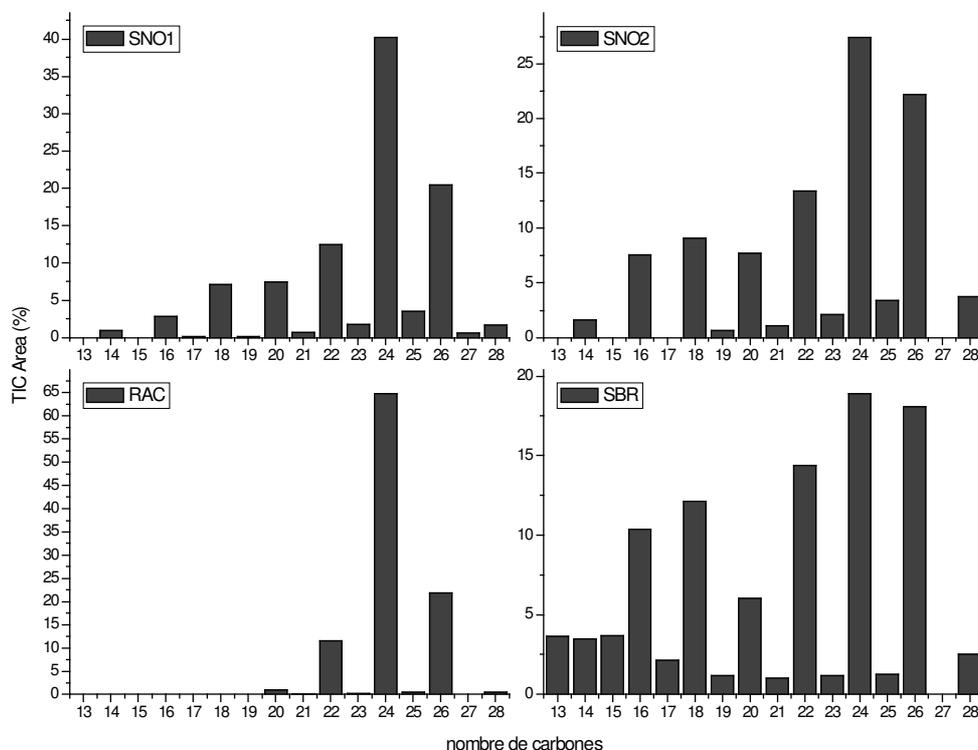


Figure 132 – Distribution des alcools

Finalement, certains échantillons provenant du foyer [SNO1-2, SBR] contiennent également des  $\gamma$ -lactones en faibles quantités ou même à l'état de traces. Ils sont un des produits de l'altération des acides gras insaturés et sont notamment liés aux pratiques de cuisson à hautes températures comme la grillade.

### III.1.4.3. L'amas nord YA 123-125

#### III.1.4.3.1. Acides gras

Comme dans les échantillons précédant, les prélèvements réalisés dans l'amas nord contiennent des acides gras insaturés en quantité peu importante<sup>12</sup>. Ils contiennent différents isomères de  $C_{16:1}$  et  $C_{18:1}$ , de faibles quantités de  $C_{18:2}$ , du  $C_{17:1}$  et également pour [SGBWE] et [ANC1] du  $C_{15:1}$  et  $C_{19:1}$ .

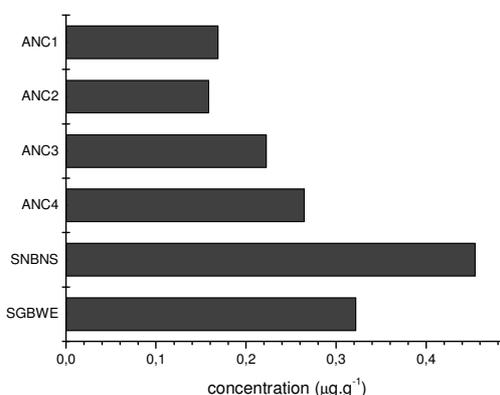


Figure 133 – Concentration des acides gras des échantillons de l'amas nord

Les concentrations observées sont assez proches (elles sont comprises entre 0,16 et 0,45  $\mu\text{g.g}^{-1}$ ) (Figure 133). On peut constater une tendance générale à l'augmentation de cette concentration en fonction de la profondeur des échantillons pour le groupe [ANC1-4]. De plus, c'est l'échantillon de sédiment naturel [SNBNS] qui contient la concentration en acides gras la plus importante.

---

<sup>12</sup> L'échantillon [SGBNS] ne présentait que des traces dans la fraction acides gras, nous ne traiterons donc pas de cet échantillon pour ces molécules. Cette disparition d'acides est inexpliqué mais, en raison de telles différences avec les autres échantillons, tend à signifier qu'elle provient du traitement de l'échantillon en laboratoire.

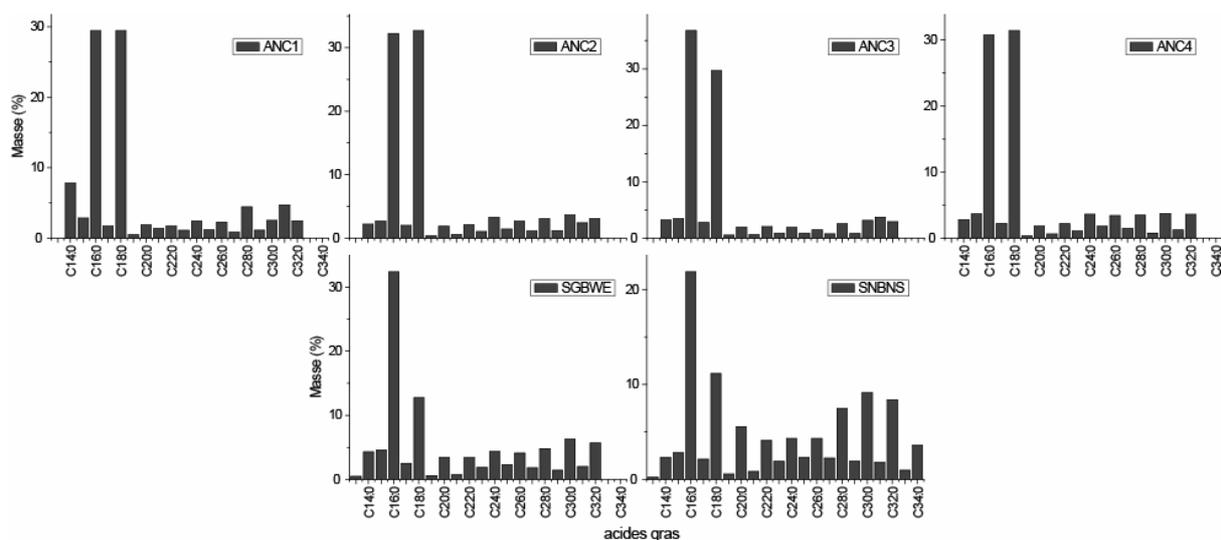


Figure 134 – Distribution des acides gras des échantillons de l'amas nord

Les acides gras saturés des échantillons [ANC1-2,4] présentent des distributions proches (Figure 134). La proportion d'acides gras courts est assez importante ( $73,58\% \pm 0,58$ ) et présente une quantité d'acide palmitique très proche de l'acide stéarique (le rapport  $C_{16:0}/C_{18:0}$  est de  $0,98 \pm 0,01$ ). Cependant, l'échantillon [ANC1] présente également une quantité d'acide myristique plus importante que les autres échantillons. Le  $CPI_{(acides\ courts)}$  est en moyenne de  $12,70 \pm 1,83$ , valeur traduisant une altération modérée de ces acides (Tableau XII). Néanmoins, ces valeurs sont légèrement supérieures à celles observées dans les précédents échantillons du foyer. Les longues chaînes présentent une distribution légèrement bimodale, dominée d'une part par  $C_{24:0}$  et d'autre part par  $C_{28:0}$  et  $C_{30:0}$ . Ces distributions sont partiellement dégradées. Néanmoins, on constate que la valeur des CPI augmente en fonction de la position stratigraphique du prélèvement ; plus il est profond, meilleur est sa conservation (1,64 pour [ANC1], 2,37 pour [ANC2], 3,01 pour [ANC4]). L'échantillon de sédiment grisâtre [ANC3] présente également de fortes ressemblances avec ces trois échantillons. Les différences principales sont une proportion d'acides gras de courtes chaînes légèrement plus importante (78,39%), un rapport  $C_{16:0}/C_{18:0}$  plus élevé (1,24). Le  $CPI_{(courtes\ chaînes)}$  est équivalent à celui des échantillons précédents (10,68), alors que celui des longues chaînes (1,92) est plus dégradé que celui des sédiments supérieur et inférieur. L'échantillon [SGBWE] présente une proportion d'acides gras de longues chaînes plus importante (38,85%). Ils ont une organisation également légèrement bimodales. Le premier mode est dominé par  $C_{24:0}$  et le second plus important par  $C_{30:0}$ . Cette distribution présente une valeur de CPI traduisant une dégradation moyenne (2,94). Les courtes chaînes présentent une dominance de l'acide palmitique avec un rapport  $C_{16:0}/C_{18:0}$  de 2,54 et un  $CPI_{(courtes\ chaînes)}$  de 6,37. Finalement,

l'échantillon de sédiment naturel [SNBNS] présente de fortes quantités de longues chaînes (53,39) dont la distribution bimodale présente un deuxième mode bien marquée (dominé par C<sub>30:0</sub>). Ces longues chaînes sont moyennement conservées avec une valeur de CPI de 3,55. Les courtes chaînes présentent un rapport C<sub>16:0</sub>/C<sub>18:0</sub> de 1,96 et un CPI<sub>(courtes chaînes)</sub> de 6,64.

Échantillon	CPI <sub>(acides longs)</sub>	CPI <sub>(acides courts)</sub>	CPI <sub>(alcane)</sub>
SNBNS	3,55	6,64	5,36
ANC1	1,64	13,83	4,66
ANC2	2,37	13,69	1,81
ANC3	1,92	10,68	3,14
ANC4	3,01	10,59	4,62
SGBWE	2,94	6,37	6,38
SGBNS	-	-	3,85

Tableau XII – CPI des échantillons de l'amas nord

Ces différents échantillons contiennent également des acides gras ramifiés identiques à ceux retrouvés pour le foyer T125, de quinze à dix-huit atomes de carbones. De plus des acides dicarboxyliques, DCA<sub>9-11</sub>, ont été retrouvés dans les échantillons [SGBWE, SNBNS, ANC1]. La présence de ces acides dicarboxyliques uniquement dans la partie supérieure des prélèvements stratigraphiques tendrait à montrer que l'enfouissement a favorisé la conservation de la matière organique. Nous ne pouvons exclure également que les couches supérieures aient subi une altération thermique qui n'aurait pas marqué le sédiment.

### III.1.4.3.2. Hydrocarbures

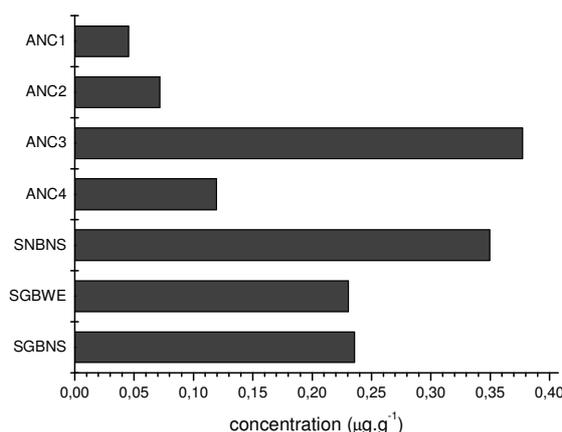


Figure 135 – Concentration des alcanes des échantillons de l'amas nord

La variabilité de la concentration en alcanes semble plus importante que celle observée avec les acides gras (elles sont comprises entre 0,05 et 0,38 µg.g<sup>-1</sup>) (Figure 135). Nous constatons également l'augmentation avec la profondeur de la concentration en alcanes.

Cependant, nous pouvons observer pour [ANC3] une concentration très importante ( $0,38 \mu\text{g}\cdot\text{g}^{-1}$ ), tout comme pour les autres sédiments grisés ( $0,23\text{-}0,24 \mu\text{g}\cdot\text{g}^{-1}$ ). Une des caractéristiques de ces sédiments grisés serait donc une proportion importante d'alcane. Nous observons de nouveau pour [SNBNS] une concentration importante en alcanes ( $0,35 \mu\text{g}\cdot\text{g}^{-1}$ ) comme pour les acides gras qui montre que ce sédiment naturel est riche en matière organique.

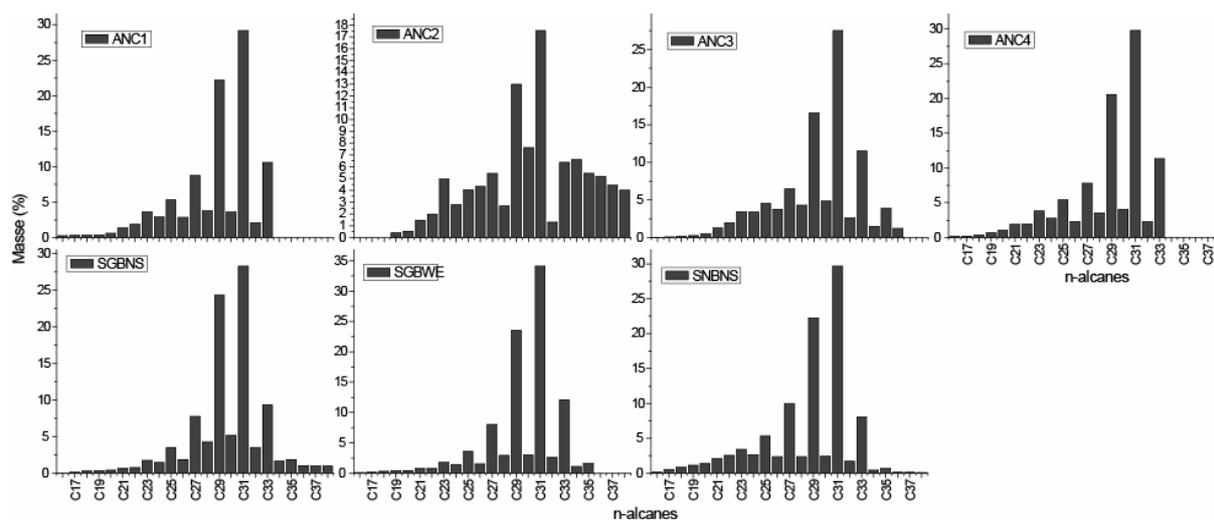


Figure 136 – Distribution des n-alcane des échantillons de l'amas nord

L'ensemble des échantillons naturels ou grisés présentent des distributions d'alcane proches. Ces distributions sont unimodales avec peu d'alcane de courtes chaînes ( $1,13\% \pm 0,76$ ). Elles sont dominées par l'hentriacontane ( $\text{C}_{31}$ ) et dans une moindre mesure par le nonacosane ( $\text{C}_{29}$ ) et enfin par le triacontane ( $\text{C}_{33}$ ). On peut remarquer cependant que [ANC3] présente une proportion de  $\text{C}_{31}$  plus importante. Inversement, [SGBNS] présente quant à lui une proportion de  $\text{C}_{29}$  plus élevée, mais ces différences restent faibles. L'échantillon de sédiment naturel [SNBNS] présente une valeur de CPI élevée (6,38) (Tableau XII). Les autres échantillons présentent des valeurs plus faibles, en moyenne de  $4,07 \pm 0,72$ , à l'exception de ANC2 dont le CPI traduit un degré d'altération plus élevé (1,81).

Ainsi, l'origine des distributions d'alcane observées dans ces différents sédiments est également à associer aux alcanes provenant de cires cuticulaires de végétaux supérieurs. Comme dans le sédiment naturel situé hors de la structure, ces distributions, bien que présentant de faibles différences, sont dominées par l'hentriacontane ( $\text{C}_{31}$ ). Seul l'échantillon [ANC2] présente des traces de dégradation relativement importantes.

Tout comme les échantillons du foyer T125 et de sédiments naturels associés, ces échantillons contiennent des traces des PAHs, caractérisés par M/z 178 (anthracène ou phénanthrène) et M/z 202 (fluoranthène ou pyrène).

### III.1.4.3.3. Stérols et autres terpènes

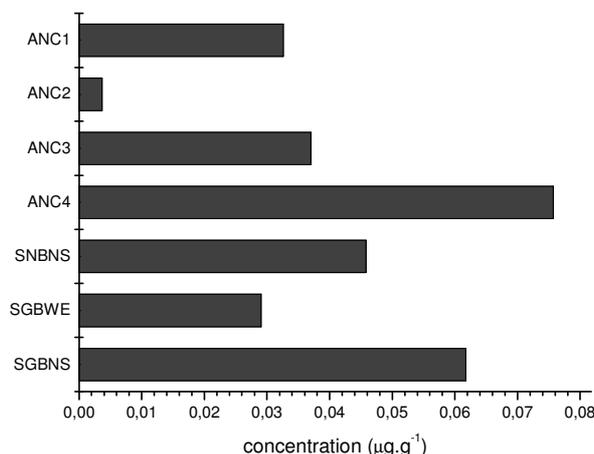


Figure 137 – Concentration des stérols des échantillons de l’amas nord

La concentration en stérols dans les échantillons de l’amas nord est assez variable (Figure 137). A l’exception de [ANC2], nous pouvons observer une augmentation de la concentration en stérols en fonction de la profondeur de l’échantillon. Il semble donc y avoir une meilleure conservation quantitative de la matière organique en fonction de la profondeur des échantillons. Ceci est en accord avec les études réalisées sur les niveaux inférieurs qui présentent une meilleure conservation de la matière organique (March 1995a, 1995b).

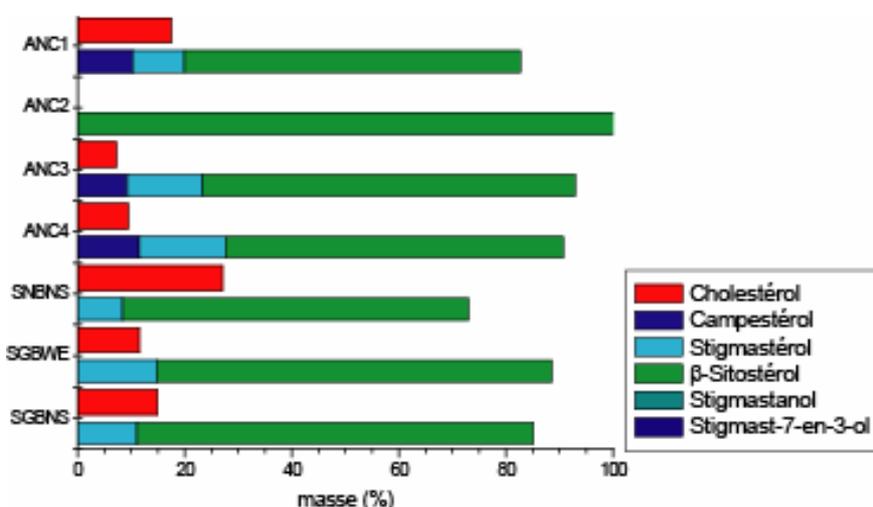


Figure 138 – Distribution des stérols des échantillons de l’amas nord

Les stérols retrouvés dans ces échantillons sont également un mélange à la fois d'origine animale (cholestérol) et végétale (campestérol, stigmastérol,  $\beta$ -sitostérol), à l'exception de [ANC2] qui contient uniquement du  $\beta$ -sitostérol (Figure 138). Cependant, la concentration relative de ce stérol pour cet échantillon ( $3,7 \cdot 10^{-3} \mu\text{g} \cdot \text{g}^{-1}$ ) s'avère beaucoup plus faible que pour les autres ( $0,047 \pm 0,020 \mu\text{g} \cdot \text{g}^{-1}$ ) et seul le stérol dominant doit être visible. Les proportions de phytostérols sont aussi majoritaires et le  $\beta$ -sitostérol est le stérol le plus important. L'échantillon de sédiment naturel, [SNBNS], est l'échantillon contenant le plus de cholestérol (27,04%). On constate que la proportion de cholestérol n'est pas constante, mais elle est du même ordre de grandeur (entre 7,11% et 27,04%). Le groupe [ANC1,3-4] se caractérise par la présence de campestérol qui est également un stérol végétal très fréquent.

Seul un dérivé stéroïdal, du stigmasta-3,5-dien-7-one, a pu être identifié. Il est présent dans les échantillons [ANC4, SNBNS], sédiment naturel inférieur aux traces d'altérations thermiques ainsi qu'en faible proportion dans les sédiments grisâtres [ANC3, SGBNS, SGBWE].

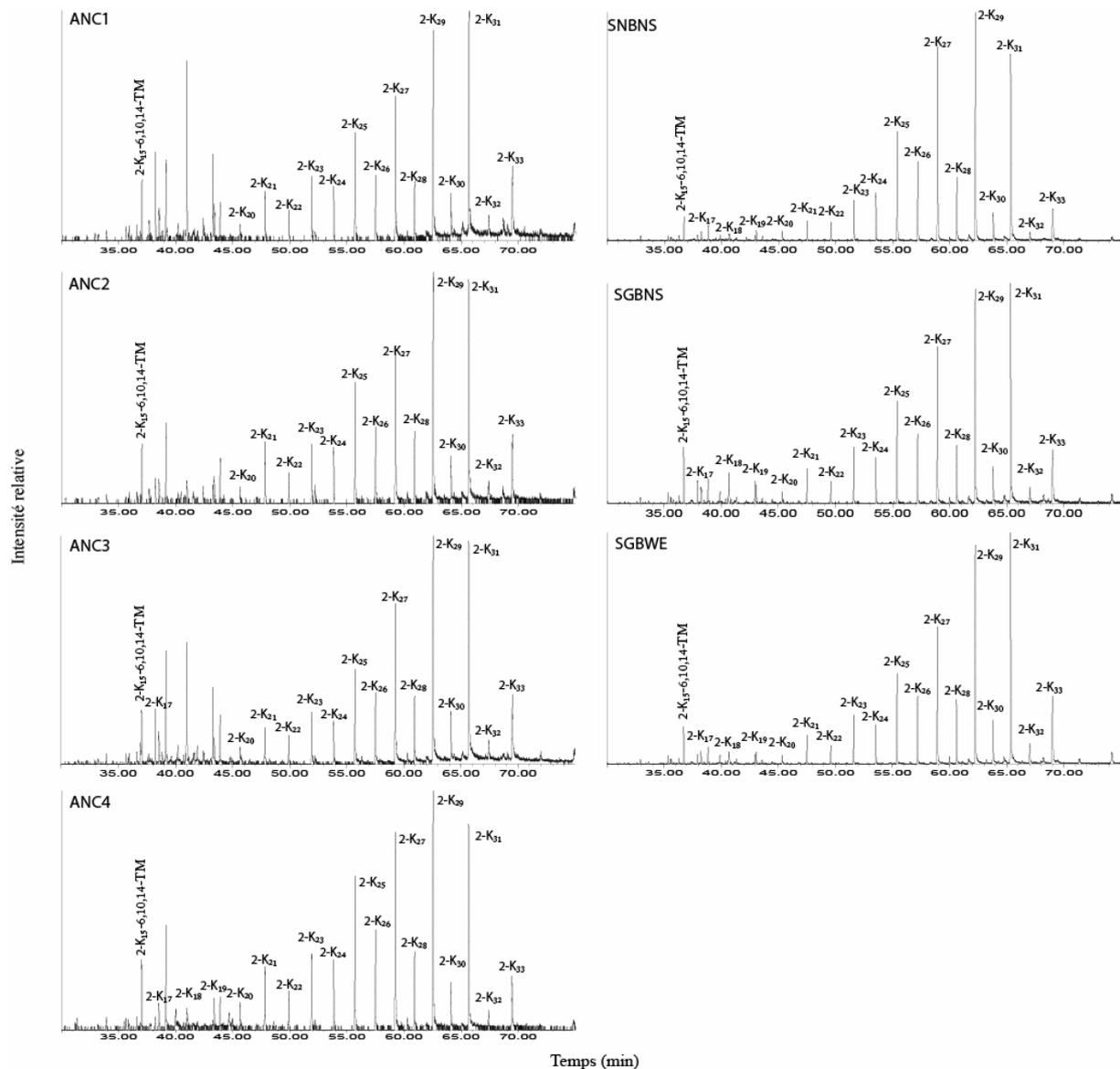
Ainsi ces échantillons présentent un mélange variable de stérols d'origines animales et végétales, mais largement dominé par l'apport végétal. Les différents sédiments grisés ne se démarquent pas réellement des sédiments non thermoaltérés. Cependant, on peut constater que le groupe d'échantillons [ANC1-4] se caractérise par la présence de campestérol qui pourrait témoigner d'une origine végétale différente.

#### **III.1.4.3.4. Autres molécules**

Ces échantillons contiennent également des cires (estérification d'un alcool et d'un acide gras). La cire dominante est hexadecanoïque hexadecyl ester ainsi que dans une moindre mesure l'hexadecanoïque octadecyl ester. De plus, nous avons également identifié plusieurs cires insaturées.

Comme dans les échantillons précédant, différentes cétones ont été retrouvées, du 2-pentadécane-6,10,14-triméthyl et des méthyles cétones caractérisées par une dominance des longues chaînes impaires comprises entre le 2-tricosane (2-K<sub>23</sub>) et le 2-tritriaconsane (2-K<sub>33</sub>). Les distributions de ces 2-alcanones (Figure 139) sont assez proches dominées par 2-K<sub>29</sub>, 2-K<sub>31</sub> et dans une moindre mesure par 2-K<sub>27</sub>. Dans les échantillons [ANC1-4], les

quantités de par 2-K<sub>29</sub>, 2-K<sub>31</sub> sont assez proches. Cependant, on constate que lorsque l'échantillon est plus profond, il y a une augmentation de 2-K<sub>29</sub> par rapport au 2-K<sub>31</sub>. De même, les deux sédiments gris [SGBNS, SGBWE] présentent des distributions identiques, légèrement dominées par 2-K<sub>31</sub>. L'échantillon [SNBNS] diffère un peu plus des précédents échantillons avec une quantité de 2-K<sub>27</sub> plus importante bien qu'il soit dominé par 2-K<sub>29</sub>. Ces distributions de 2-alcanones sont donc issues d'une origine végétale, bien qu'il soit difficile de distinguer différentes provenances en raison de leur forte ressemblance à l'exception peut être de [SNBNS].



Les deux échantillons [SGBNS,SGBWE] contiennent également une série d'alcools linéaires, 1-alcanol, de longues chaînes impaires dominée par l'hexacosanol (Figure 140). Ces deux distributions sont très proches mais différent de celles observées dans le foyer T125 tendant à montrer qu'il existe une origine végétale différente.

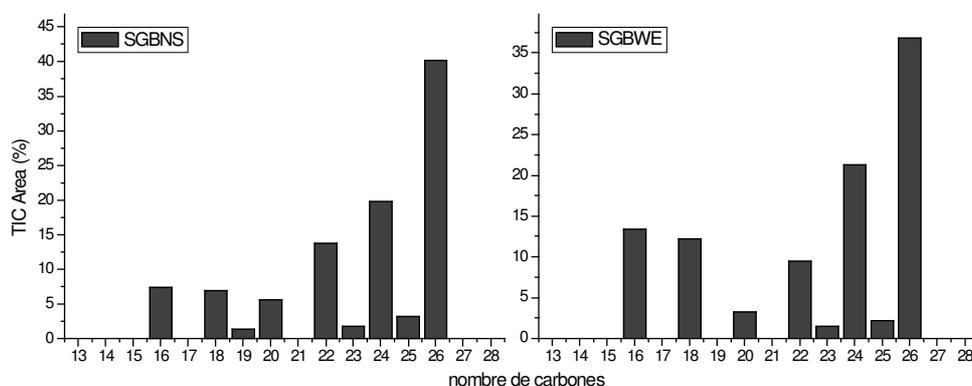


Figure 140 – Distributions des 1-alcanols des échantillons [SGBNS,SGBWE] du niveau IV<sub>0</sub> de Pincevent

De plus, les sédiments grisâtres [ANC3,SGBNS, SGBWE] présentent en faible quantité des  $\gamma$ -lactones (principalement  $\gamma$ -palmitolactone et  $\gamma$ -stéarolactone).

### III.1.4.4. Les roches chauffées

#### III.1.4.4.1. Acides gras

Les différentes roches chauffées étudiées contiennent que très peu d'acides gras insaturés (dont uniquement des traces pour [A124-356]). Ils se composent de deux isomères de C<sub>18:1</sub>, de C<sub>16:1</sub> et de traces de C<sub>18:2</sub>.

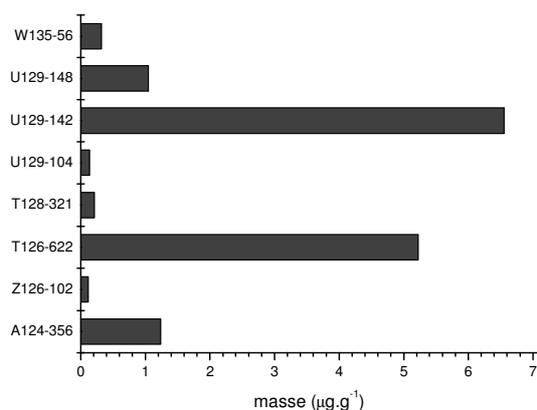


Figure 141 – Concentration des acides gras saturés des échantillons de roches

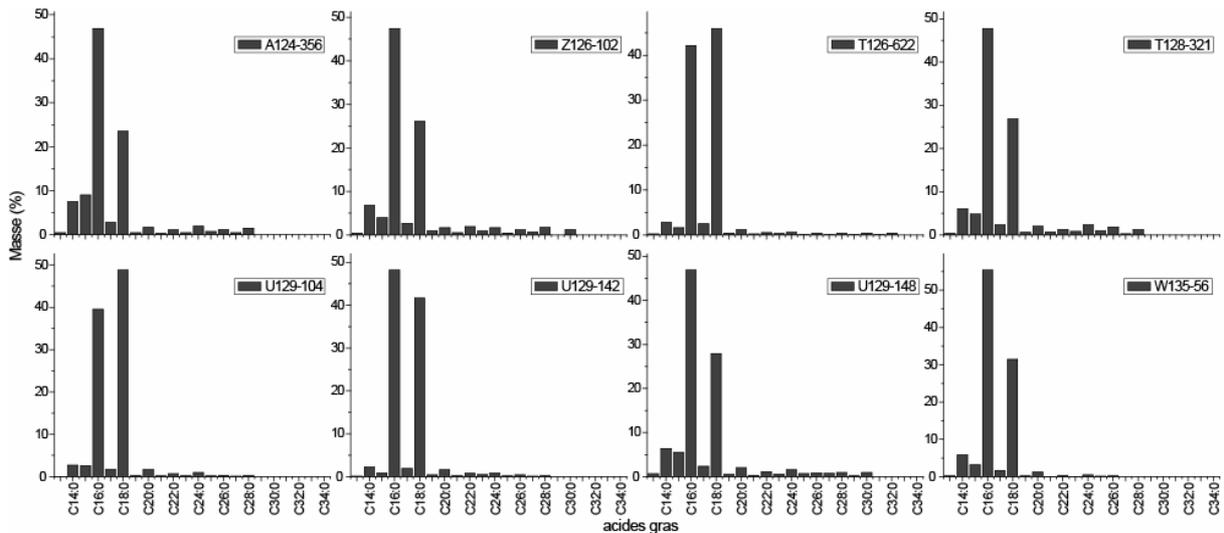


Figure 142 – Distribution des acides gras des échantillons de roches chauffées

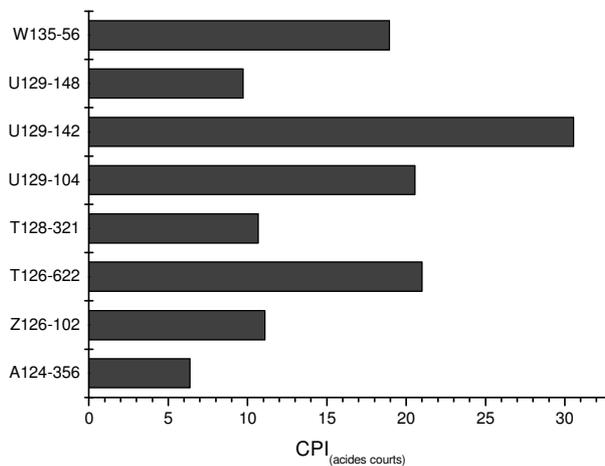


Figure 143 –  $CPI_{(acides\ courts)}$  des échantillons de roches

La quantité d'acides gras saturés dans chaque échantillon est assez variable (Figure 141). Les échantillons [U129-142, T126-122] présentent les plus fortes concentrations en acides gras (respectivement  $6,55 \mu\text{g}\cdot\text{g}^{-1}$  et  $5,22 \mu\text{g}\cdot\text{g}^{-1}$ ). [A124-356, U129-148] présentent des quantités proches ( $1,24 \mu\text{g}\cdot\text{g}^{-1}$  et  $1,04 \mu\text{g}\cdot\text{g}^{-1}$ ). Les autres échantillons présentent de plus faibles quantités mais qui sont néanmoins du même ordre de grandeur que dans les échantillons de sédiments. Les distributions de ces acides gras semblent à première vue assez homogène (Figure 142). La proportion d'acides gras courts est prédominante ( $5,68\% \pm 3,44$ ). Ils présentent un rapport  $C_{16:0}/C_{18:0}$  de valeur faible, compris entre 0,81 et 2,00. Le  $CPI_{(acides\ courts)}$  est assez variable, compris entre 6,36 et 30,56 (Figure 143 et Tableau XIII). Cependant, on constate que les valeurs peuvent s'organiser en deux groupes. Le premier groupe à valeur faible (en moyenne  $9,45 \pm 2,14$ ) comprend les échantillons [A124-356, U129-148, T128-321,

Z126-102]. Le second de valeur plus forte (en moyenne 22,76 ±5,27) comprend les échantillons [W135-56, U129-104, T126-622, U129-142]. Les longues chaînes présentent des CPI correspondant à une conservation moyenne des échantillons (compris entre 2,31 et 4,34). Les distributions observées sont plutôt unimodales dominées par C<sub>24:0</sub>.

Échantillon	CPI <sub>(acides longs)</sub>	CPI <sub>(acides courts)</sub>	CPI <sub>(alcane)</sub>
A124-356	3,19	6,36	1,10
Z126-102	3,44	11,08	1,10
T126-622	3,39	20,99	1,15
T128-321	2,94	10,67	1,08
U129-104	4,17	20,55	1,62
U129-142	2,92	30,56	1,32
U129-148	2,31	9,70	2,28
W135-56	4,34	18,95	1,37

Tableau XIII – CPI des échantillons de roches chauffées.

Les roches chauffées contiennent de l'acide azélaïque (DCA<sub>9</sub>) et de très faibles quantités de DCA<sub>10</sub>. La présence de ces acides dans les sédiments naturels ne nous permet pas d'affirmer que leur apparition est liée aux processus de cuisson plutôt qu'à une dégradation post-dépositionnelle. De plus, certains échantillons [T128-321, U129-142, U129-148] révèlent la présence d'un oxo-acide de masse et structure inconnue mais qui est un produit secondaire de l'oxydation des acides gras insaturés et témoigne donc de la dégradation naturelle de la matière organique de ces échantillons. De même, ces roches contiennent des acides gras ramifiés dont la longueur de chaîne est comprise entre quatorze et dix-sept atomes de carbones, produits issus d'une dégradation bactérienne.

#### III.1.4.4.2. Hydrocarbures

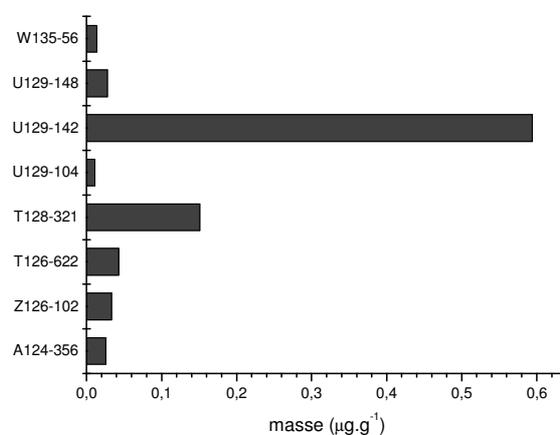


Figure 144 – Concentration des n-alcane des échantillons de roches

Les alcanes présentent des quantités de n-alcanes plus homogènes que pour les acides à l'exception de [U129-142, T128-321] dont la concentration est plus importante (Figure 144). Leurs distributions (Figure 145) sont assez différentes d'un échantillon à l'autre. Globalement, elles sont très lissées, leurs  $CPI_{(alcanes)}$  sont compris entre 1,08 et 2,28 (Tableau XIII). Ainsi [A124-356] présentent une distribution bimodale, avec un premier mode de courtes chaînes (13,95%) nettement dominé par  $C_{18}$  et un deuxième mode très lissé centré autour de  $C_{31}$ . La distribution de [Z126-102] est également bimodale, mais le premier mode est lui aussi très lissé et est dominé par  $C_{19}$ . Le second mode est également très lissé mais une très légère dominance des alcanes impairs ( $C_{29}$  majoritaire) est également encore visible. La proportion des alcanes courts est de 20,89% dans cet échantillon. [T126-622] présente une distribution plutôt unimodale et lissée, centrée autour de  $C_{31}$ . Les courtes chaînes sont en faibles proportions (5,46%) mais on constate une nette prédominance de  $C_{17}$ . [T128-321] montre une distribution très lissée mais surtout décalée vers les courtes chaînes. En effet, la distribution est centrée autour de  $C_{20}$ . L'échantillon [U129-104] présente une meilleure conservation de la prédominance des alcanes impaires (le CPI est égale à 1,62). Les alcanes impairs sont dominés par  $C_{29}$  alors que les alcanes pairs sont dominés par  $C_{26}$  montrant ainsi un décalage de la distribution vers les courtes chaînes. Ces courtes chaînes représentent 7,72% et ne montrent qu'une très légère dominance de  $C_{18}$ . L'échantillon [U129-142] présente une distribution unimodale centrée sur les longues chaînes (dominé par  $C_{33}$ ) et une légère dominance des alcanes impairs. Les courtes chaînes (5,22%) présentent quant à elles une dominance de  $C_{18}$ . L'échantillon [U129-148] présente une distribution proche de [U129-104], cependant la prépondérance des alcanes impairs plus forte (le CPI est de 2,28) centrée autour de  $C_{31}$ . De plus, le décalage observé au niveau des chaînes paires n'est pas visible. Finalement l'échantillon [W135-56] présente une distribution très lissée et décalé vers les courtes chaînes. Ils présentent également une légère prédominance des alcanes impairs dominés par  $C_{29}$ .

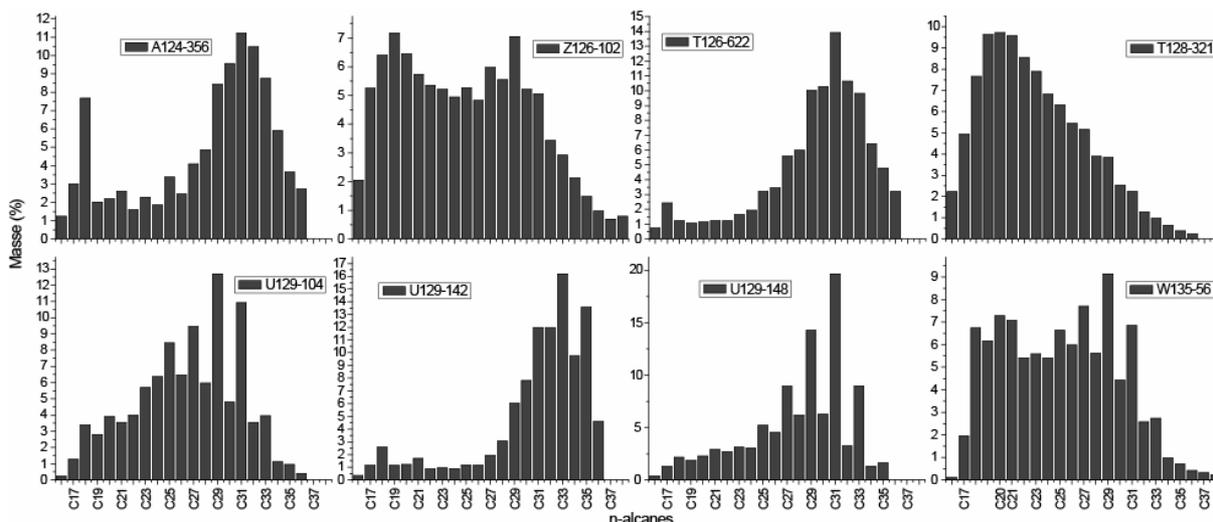


Figure 145 – Distribution des n-alcanes des échantillons de roches chauffées

Les roches contiennent des hydrocarbures polyaromatiques de masse molaire M/z 178 (anthracène ou phénanthrène) et M/z 202 (fluoranthène ou pyrène). Ces hydrocarbures sont des produits issus de la pyrolyse des déchets alimentaires ayant pénétré dans la roche ou du combustible par la pénétration de fumée.

#### III.1.4.4.3. Stérols et terpènes

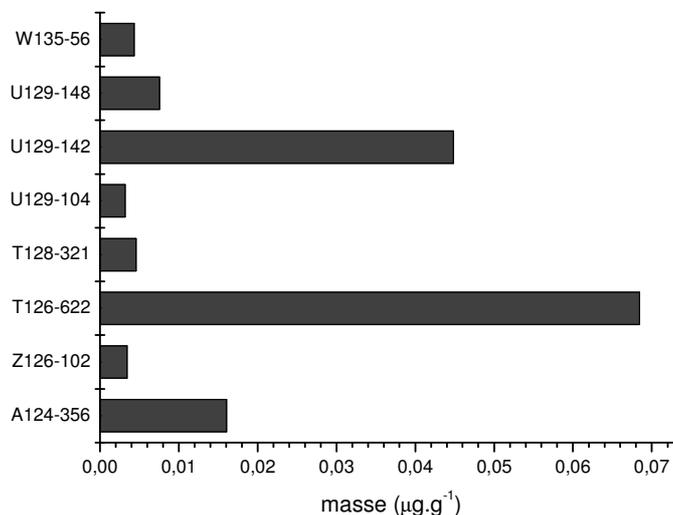


Figure 146 – Concentration des stérols des échantillons de roches

Les roches contiennent un ensemble de stérols animaux (cholestérol) et végétaux ( $\beta$ -sitostérol). On constate que les échantillons [U129-142, T126-622] (et dans une moindre mesure [A124-355]) présentent des concentration en stérols bien plus importantes que pour les autres roches (Figure 146). Cependant contrairement aux échantillons de sédiments, le

cholestérol est le stérol dominant à l'exception de [U129-104] et [U129-148] (Figure 147). Cependant, dans ces deux échantillons, le  $\beta$ -sitostérol est peu dominant (respectivement 54,26% et 58,54%). Inversement, les échantillons [T126-622] et [U129-142] ne présentent qu'une faible dominance de cholestérol (respectivement 53,02% et 56,56%). Les autres échantillons contiennent entre 70% et 80% de cholestérol.

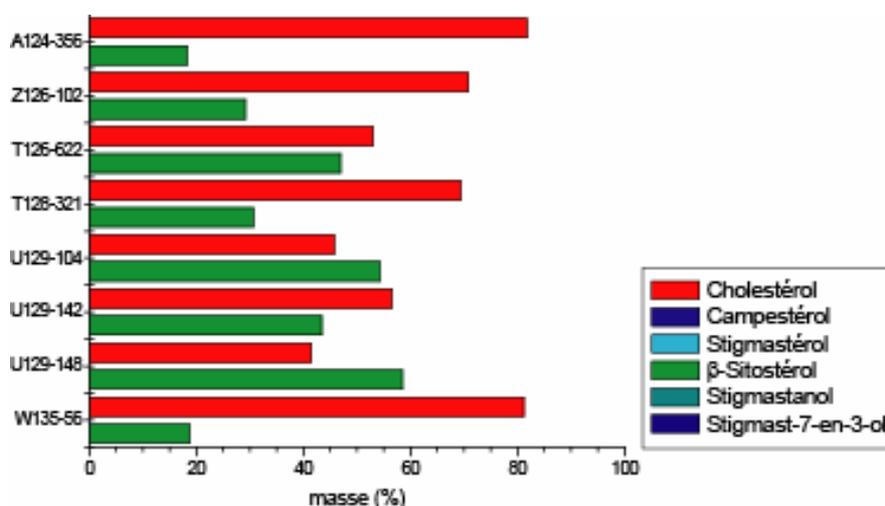


Figure 147 – Distribution des stérols des échantillons de roches

#### III.1.4.4.4. Autres molécules

Quelques traces de cires, principalement de hexadécanoïque hexadécyl ester, ont également été identifiées dans les échantillons [T128-321, A124-356, U129-148].

Plusieurs types de cétones sont présents dans les échantillons de roches chauffées. Tout d'abord on trouve du 2-pentadécanone-6,10,14-triméthyl comme observé dans les sols. Nous avons pu également identifier des méthyles cétones de courtes chaînes (entre 2K<sub>15</sub> et 2-K<sub>19</sub>) dominées par l'heptadécanone (2-K<sub>17</sub>) et le nonadécanone (2-K<sub>19</sub>) (Figure 148). Seul [T128-321] présente une distribution plus large et très lissée mais également dominée par 2-K<sub>17</sub> (Figure 149). De plus, les échantillons [U129-142, Z126-102, T126-622] contiennent également des cétones de longues chaînes largement dominées par le 16-hentriacontanone (16-K<sub>31</sub>), le 16-tritriacontanone (16-K<sub>33</sub>) et le 18-pentatriacontanone (18-K<sub>35</sub>) (Figure 148). Les méthyles cétones présentes dans ces roches sont donc des produits issus de la cuisson par la dégradation thermique des acides gras libres ou estérifiés (Belitz & Grosch 1999; Raven et al. 1997). De plus, les cétones de longues chaînes sont le produit de leur pyrolyse indiquant une cuisson à haute température (Evershed et al. 1999; Evershed et al. 1995; Raven et al. 1997).

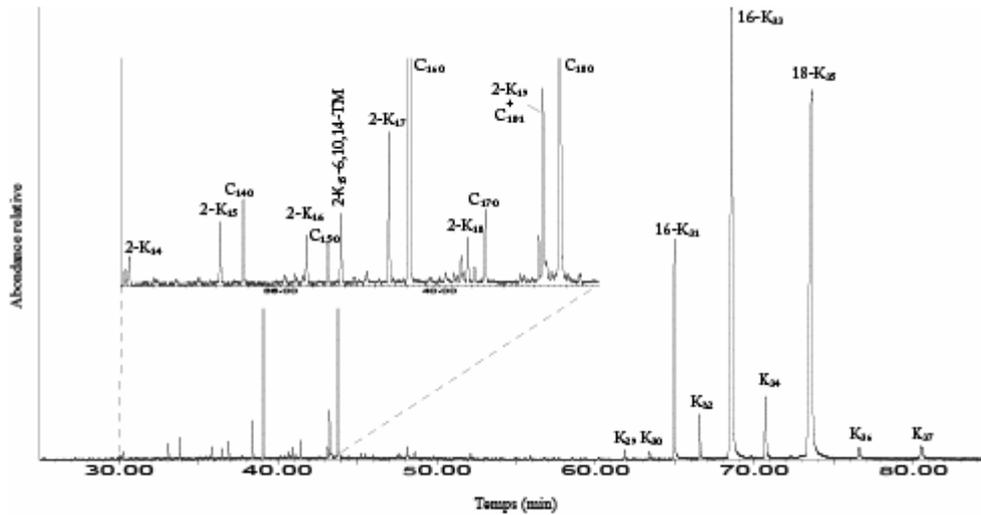


Figure 148 – Exemple de la distribution des cétones dans les roches de Pincevent. Chromatogramme partiel (25-85min) d’ion sélectif (ion 59) de l’échantillon [U129-142]

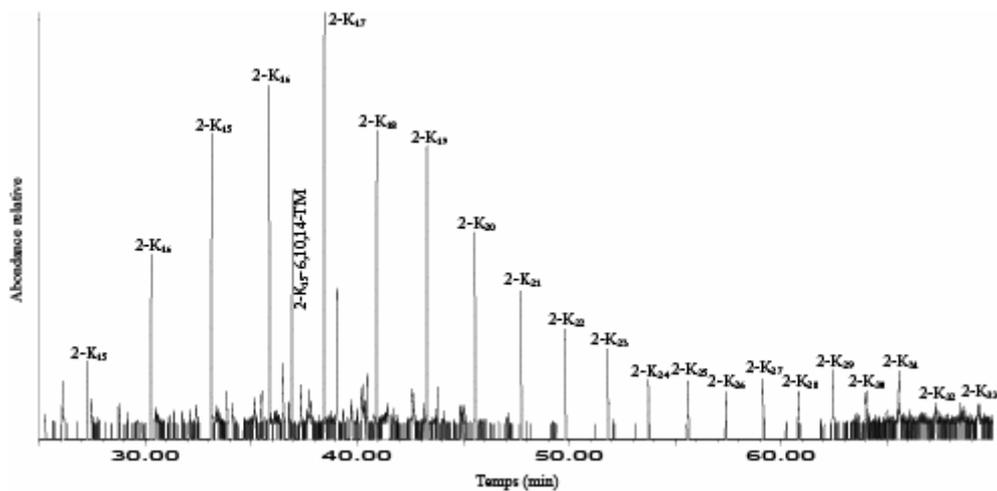


Figure 149 – Chromatogramme partiel (25-80min) d’ion sélectif (ion 59) de l’échantillon [T128-321]

Nous avons détecté dans ces échantillons de roches la présence de  $\gamma$ -lactones. Cependant, les quantités retrouvées sont faibles, voir à l’état de traces à l’exception de l’échantillon [U129-142].

### III.1.4.5. Exploration statistique globale des échantillons de Pincevent

#### III.1.4.5.1. Acides gras saturés

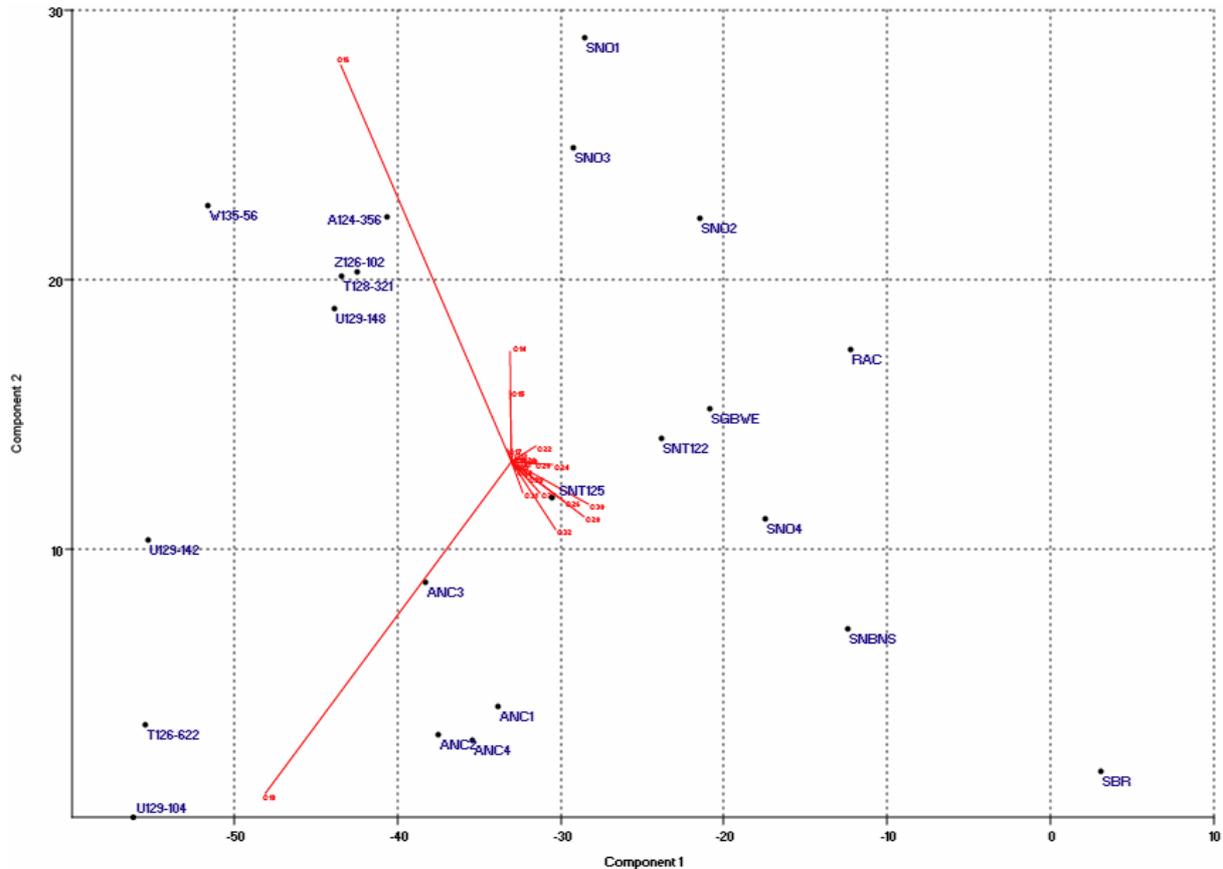


Figure 150 – ACP des acides gras des échantillons de Pincevent (axe 1 et 2)

La réalisation d'une analyse factorielle en composante principale a permis de mettre en évidence les tendances générales dans la distribution des acides gras saturés de l'ensemble des échantillons (Figure 150)<sup>13</sup>. Les deux premiers axes factoriels représentent 94,1% de notre échantillon dont 72,1% pour le premier. L'information contenue sur ces deux premiers axes est donc très représentative. Tout d'abord, nous pouvons observer une répartition différentielle des échantillons de roches et de sédiments, sur l'axe 1. Les roches forment un groupe homogène sur l'axe 1, attiré par  $C_{16:0}$  et  $C_{18:0}$ , qui est subdivisé sur l'axe 2 entre ces deux acides. Les sédiments sont plus dispersés sur ces deux axes. Un premier groupement tendant vers  $C_{18:0}$  peut être observé pour la série d'échantillons [ANC1-4]. Parmi ces échantillons, le sédiment grisâtre [ANC3] est celui qui diverge le plus des autres. De plus, les autres échantillons de l'amas nord ne sont pas regroupés avec ces échantillons. On peut également constater un regroupement de trois des échantillons de sédiments noircis provenant

<sup>13</sup> Nous avons exclu pour ces analyses l'échantillon SGBNS qui est caractérisé par l'absence d'acides.

de la structure T125, attiré en plus de C<sub>16:0</sub> par C<sub>15:0</sub> et C<sub>14:0</sub>. Les autres échantillons ne semblent pas présenter de groupements significatifs. L'axe trois est très faiblement significatif (1,8%) et n'apporte pas d'informations complémentaires.

### III.1.4.5.2.n-Alcanes

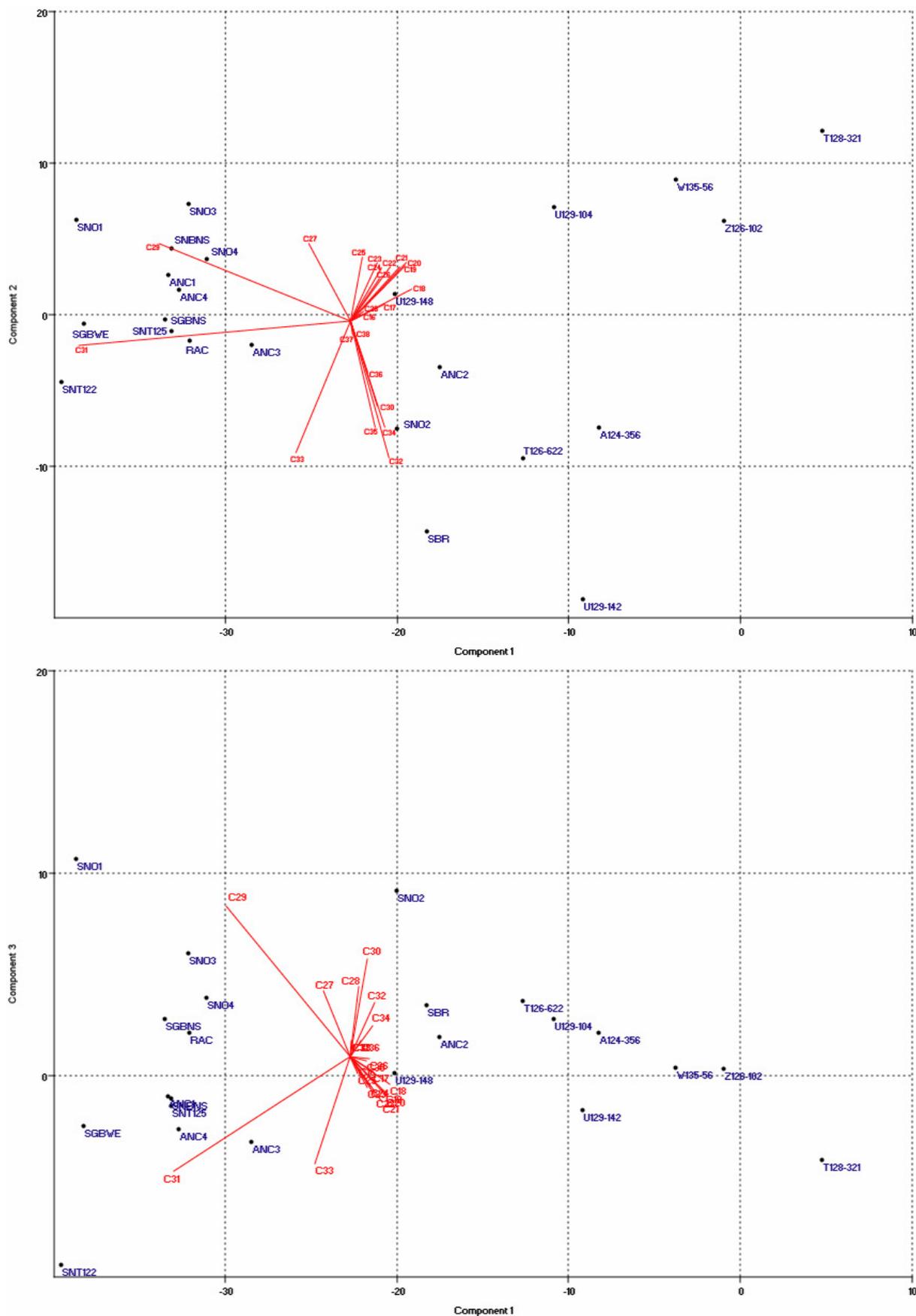


Figure 151 – ACP des n-alcanes des échantillons de Pincevent

Une analyse factorielle en composante principale des distributions en n-alcanes a également été réalisée (Figure 151). Les deux premiers axes factoriels représentent 86,5% de notre échantillon dont 65,5% pour le premier. L'information contenue sur ces deux premiers axes est donc assez représentative. Nous pouvons constater la formation d'un groupe d'échantillons composé de la majorité des sédiments naturels ou noircis. Les variables discriminantes de ce groupe sont les alcanes C<sub>29</sub> et C<sub>31</sub>. Cependant certains échantillons de sédiments sont relativement dispersés sur les deux axes. Nous pouvons également constater que les échantillons de roches brûlées même s'ils ne forment pas un groupe homogène, se distinguent assez nettement des échantillons de sédiments à l'exception de [U129-148]. Ils ont tendance à se regrouper en deux groupes, le premier caractérisé notamment par les variables alcanes pairs, C<sub>30</sub> à C<sub>36</sub>, et l'autre par les alcanes de plus courtes chaînes, C<sub>16</sub> à C<sub>25</sub>. L'axe 3 (7,0%) permet une meilleure séparation des échantillons de sédiments. Ainsi les échantillons du foyer [SNO1,3-4], la racine [RAC] et le sédiment grisâtre de l'amas nord [SGBNS] forment un groupe attiré par C<sub>29</sub>. Les échantillons [SNO2, ANC2, SBR] forment un groupe plus proche des roches en raison de leur distribution plus lissée qui les fait tendre vers les alcanes impairs et plutôt C<sub>29</sub>. Finalement, les autres échantillons de sédiments sont plus attirés par C<sub>31</sub>.

### III.1.4.5.3. Stérols

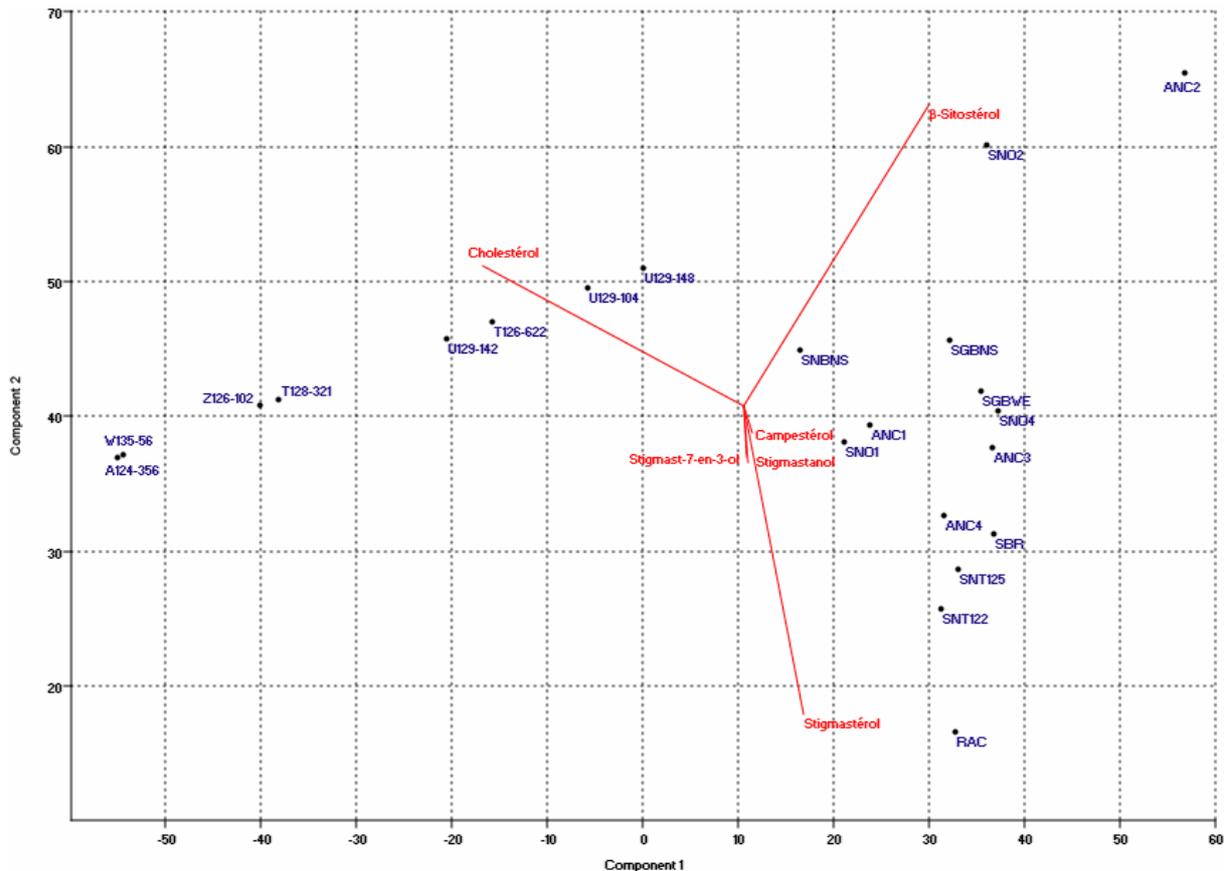


Figure 152 – ACP des stérols des échantillons de Pincevent (axe 1 et 2)

Les différents échantillons de roches et sédiments présentent un mélange de stérols animaux (cholestérol) et végétaux (stigmasterol,  $\beta$ -sitostérol...). L'analyse factorielle en composante principale des distributions en stérols (Figure 152) présente sur ces deux premiers axes factoriels 97,7% de notre échantillon dont 88,6% pour le premier<sup>14</sup>. L'information contenue sur ces deux premiers axes est donc très représentative. Nous observons encore une nette distinction entre les échantillons de pierres caractérisés par la variable cholestérol et les échantillons de sédiments caractérisés principalement par le stigmasterol et le  $\beta$ -sitostérol. Les roches présentent néanmoins une grande dispersion sur l'axe 1, liée à la variabilité de la proportion entre le cholestérol et le  $\beta$ -sitostérol. Les sédiments sont beaucoup plus marqués par les phytostérols. Il est difficile de distinguer des groupements significatifs dans les échantillons de sédiments. Des échantillons comme [RAC] proche du stigmasterol et [SNO2, ANC2] proche du  $\beta$ -sitostérol sont assez isolés. Cependant, on peut remarquer une certaine proximité entre différents échantillons grisâtres [SGBNS, SGBWE, ANC3, SNO4] se

<sup>14</sup> Nous avons exclu pour ces analyses l'échantillon SNO3, réalisé à partir de moins de sédiment, qui présente des stérols en trop faible quantité pour être quantifié.

trouvant principalement dans l'amas nord. C'est également le cas pour certains sédiments naturels [ANC4, SBR, SNT125, SNT122].

#### III.1.4.5.4. Distribution des familles chimiques acides gras saturés, n-alcanes, stérols

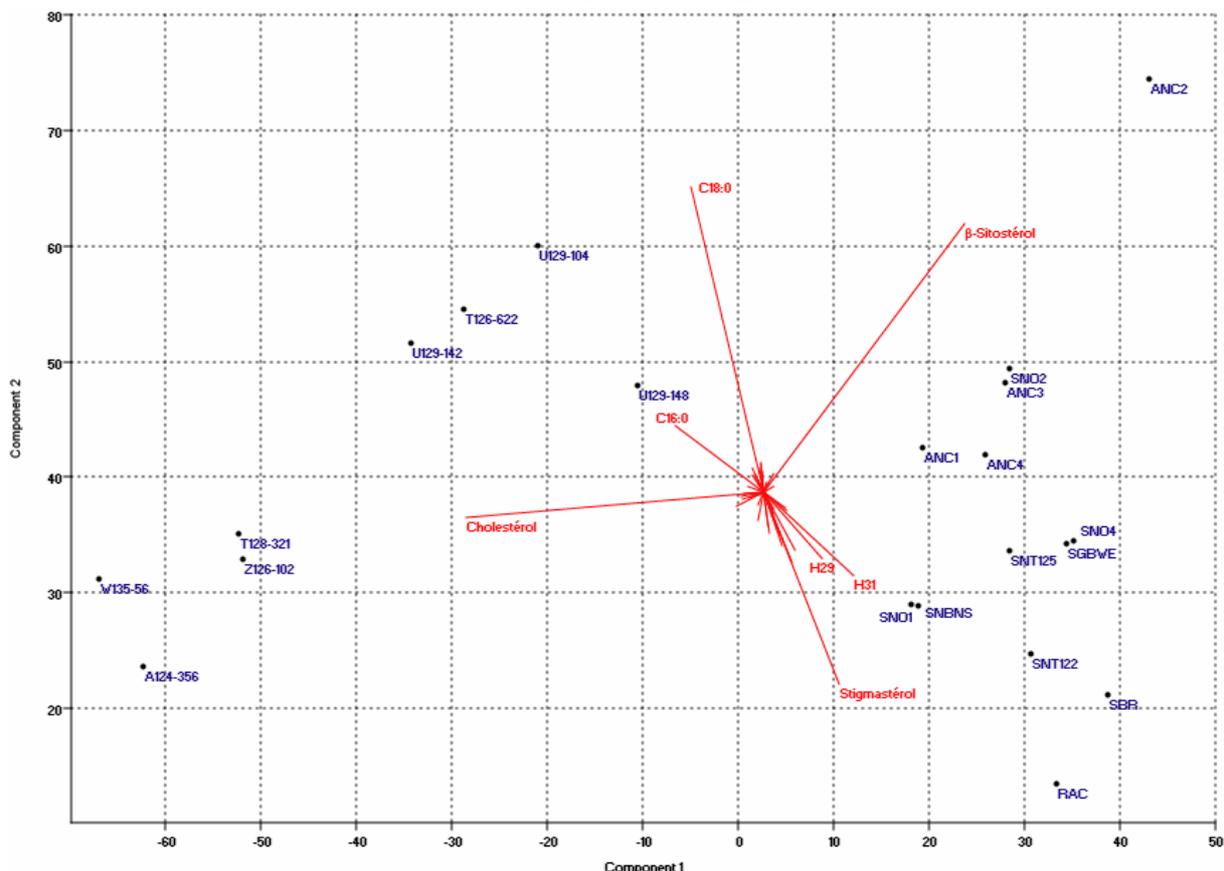


Figure 153 – ACP des acides gras, n-alcanes (Hn) et stérols des échantillons de Pincevent (axe 1 et 2)

Nous avons finalement réalisé une analyse factorielle en composante principale en groupant les distributions en acides gras, n-alcanes et stérols (Figure 153)<sup>15</sup>. Les deux premiers axes factoriels représentent 83,6% de notre échantillon dont 72,7% pour le premier. L'information contenue sur ces deux premiers axes est donc assez représentative. Nous constatons ainsi une division entre d'une part les échantillons de roches brûlées qui se subdivisent en deux sous groupes et d'autre part les sédiments, avec l'échantillon [ANC2] très isolé des autres échantillons. Il est intéressant de constater que les variables significatives sont d'une part le cholestérol, C<sub>16:0</sub> et C<sub>18:0</sub> et d'autres part, le stigmastérol, le β-sitostérol, le

<sup>15</sup> Nous avons exclu pour ces analyses, l'échantillon SNO3, réalisé à partir de moins de sédiment, qui présente des stérols en trop faible quantité pour être quantifié et l'échantillon SGBNS qui est caractérisé par l'absence d'acides.

nonacosane (C<sub>29</sub>) et l'hentriacontane (C<sub>31</sub>). Ainsi, dans les distributions, les roches sont plutôt caractérisées par des variables associées à une origine animale alors que les sédiments sont plutôt liés à des variables d'origine végétale.

### III.1.4.6. Masse des familles chimiques acides gras saturés, n-alcanes, stérols

Les échantillons du niveau IV<sub>0</sub> présentent donc un mélange de stérols animaux et végétaux montrant ainsi un mélange de graisses d'origines animales et végétales. Afin de pouvoir préciser ces origines, nous avons cherché à mettre en évidence les corrélations existantes entre différentes familles de molécules à travers l'analyse des masses d'acides gras saturés, n-alcanes et stérols en fonction des variables suivantes<sup>16</sup> :

- masse d'acides gras saturés [*SFA*]
- masse d'acides gras de courtes chaînes [*SFAC*]
- masse d'acides gras de longues chaînes [*SFAL*]
- masse de n-alcanes [*ALC*]
- masse d'alcanes de longues chaînes impaires [*ALCLI*]
- masse de cholestérol [*CHS*]
- masse de phytostérols [*PHS*]

Pearson's r	SFA	SFAC	SFAL	ALC	ALCLI	CHS	PHS
SFA		0,982424	0,268821	0,350984	0,271377	0,866902	0,184968
SFAC	0,982424		0,0843027	0,226778	0,138192	0,851728	0,0365086
SFAL	0,268821	0,0843027		0,703423	0,735576	0,232717	0,798999
ALC	0,350984	0,226778	0,703423		0,982864	0,342324	0,832943
ALCLI	0,271377	0,138192	0,735576	0,982864		0,288449	0,893921
CHS	0,866902	0,851728	0,232717	0,342324	0,288449		0,23522
PHS	0,184968	0,0365086	0,798999	0,832943	0,893921	0,23522	

Tableau XIV – Table de corrélation (test de Pearson) des masses des échantillons de Pincevent

Un test de Pearson sur ces différentes variables révèle un certain nombre de corrélations positives (Tableau XIV). Les corrélations les plus fortes sont celles entre les acides gras et les acides gras de courtes chaînes (R=0,98) ainsi que pour les alcanes et les alcanes longs impairs (R=0,98), qui témoignent de leur importance dans la contribution de la masse totale de chaque famille. Il est plus intéressant de constater qu'il y a une corrélation positive entre les acides gras (et également les acides gras de courtes chaînes) et le cholestérol (R=0,87). De même, nous constatons qu'il y a des corrélations positives entre les alcanes, les alcanes longs impairs, les phytostérols et les acides gras de longues chaînes.

<sup>16</sup> Voir note précédente.

Ces résultats sont en concordance avec l'ACP réalisée sur ces mêmes variables (Figure 154). Les deux premiers axes sont fortement représentatifs (99,2% de l'information dont 94,8% pour le premier axe). L'axe 1 présente uniquement une différenciation entre les acides gras de courtes chaînes, et de manière plus générale la variable acides gras, et les autres variables. L'axe deux présente une distinction plus nette entre d'une part les acides gras courts, le cholestérol et dans une moindre mesure les acides gras et d'autre part les autres variables.

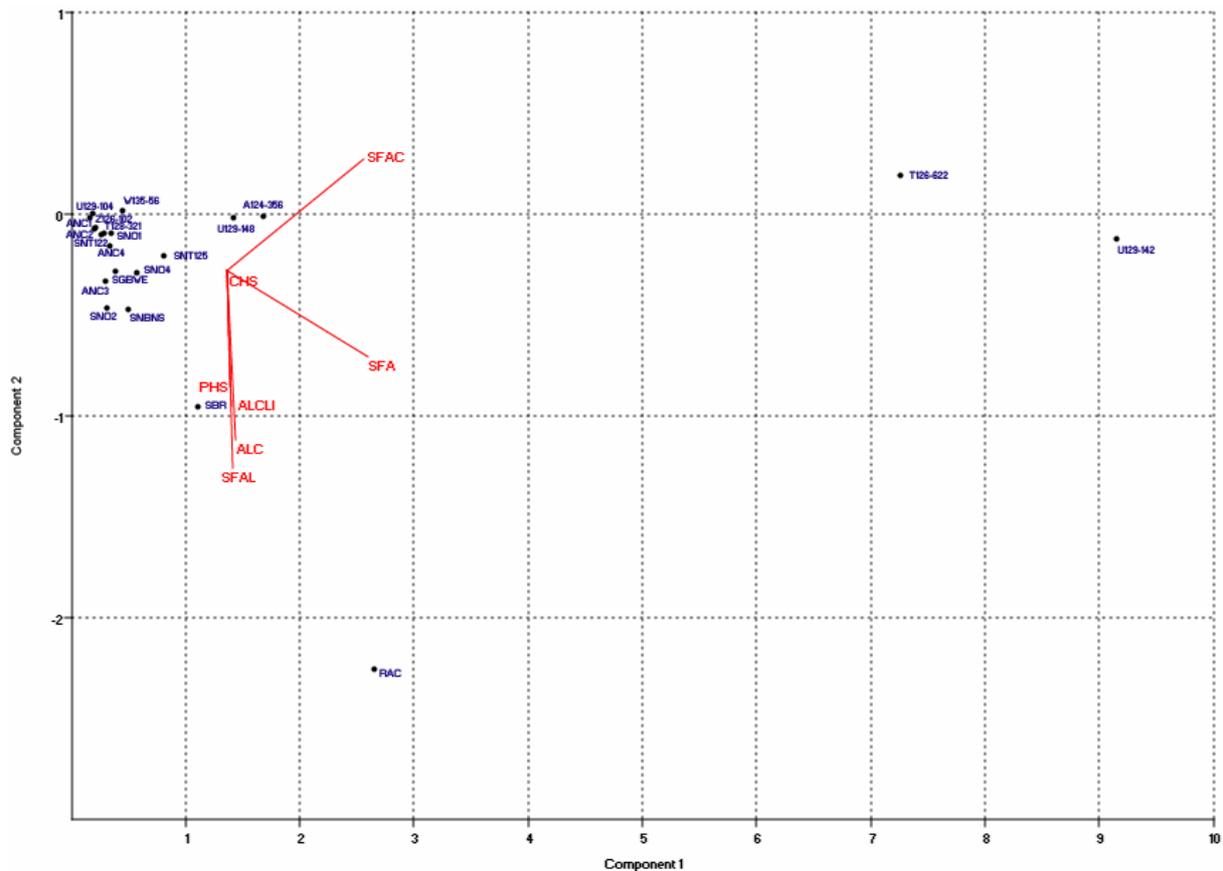


Figure 154 – ACP des concentrations des échantillons de Pincevent (axe 1 et 2)

Ces deux tests statistiques montrent que nos variables s'organisent en deux groupes. Le premier est composé des acides gras, plus précisément des acides gras courts, et du cholestérol ; il tend à témoigner de l'origine animale de nos échantillons. Le second, comprenant les alcanes, les acides gras longs et les phytostérols tend à témoigner de l'origine végétale de ces mêmes échantillons.

L'ACP permet donc également d'évaluer le mélange de graisses animales et végétales dans nos échantillons. Les échantillons [RAC] et [SBR] tendent plus fortement vers une contribution d'origine végétale importante alors que [T126-622] et [U129-142] tendent eux

vers une contribution d'origine animale. Il est plus difficile d'évaluer ces tendances pour les autres échantillons qui présentent donc un mélange plus important. Cependant, nous pouvons constater que les roches chauffées semblent plutôt tendre vers une origine plutôt animale alors que les échantillons de sédiments tendent vers une origine plutôt végétale. Néanmoins, les échantillons [RAC], [T126-622] et [U129-142] présentent une distance très importante par rapport aux autres échantillons. Afin de préciser l'analyse, nous pouvons réaliser une nouvelle ACP en excluant ces échantillons afin de préciser la nature des autres échantillons.

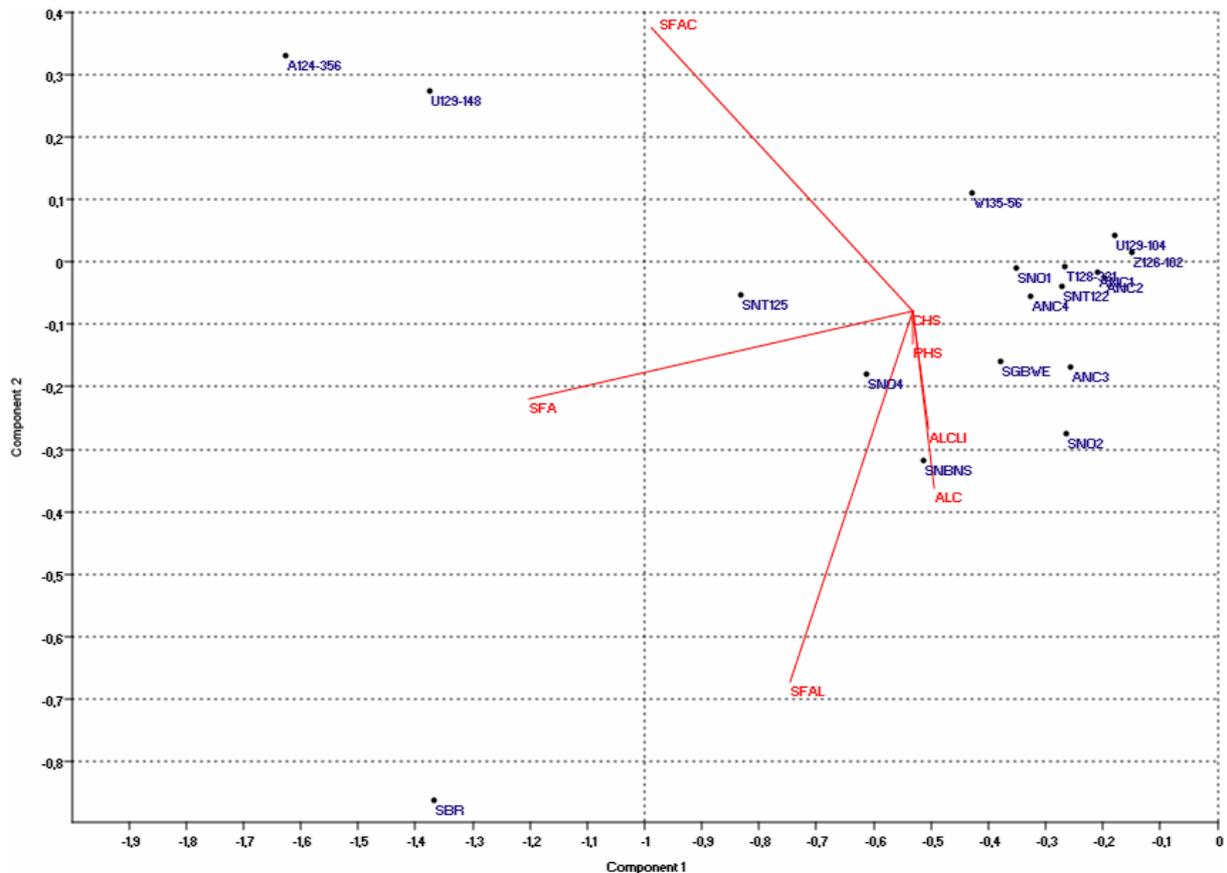


Figure 155 – ACP des concentrations des échantillons de Pincevent avec exclusion de U129-142, T126-622, RAC (axe 1 et 2)

Les deux premiers axes sont fortement représentatifs (91,3% de l'information dont 69,7% pour le premier axe). On constate que la contribution des variables cholestérol et phytostérols est beaucoup plus faible que dans l'analyse précédente (Figure 155). Cependant, il y a une opposition entre d'une part les acides gras courts et d'autre part les alcanes (et les alcanes impairs longs), les acides gras de longues chaînes et le phytostérol, dans une moindre mesure. Cette opposition bien que déjà présente sur l'axe 1 est surtout visible sur l'axe 2. Les remarques sur les variables de la précédente ACP semblent donc toujours valables même lorsque les échantillons les plus contribuant statistiquement sont éliminés de l'analyse. En

conséquence les échantillons de roches [U129-148] et [A124-356] tendent nettement vers une contribution animale alors que [SNO3-4, SNBNS, SGBWE, ANC3] tendent plus vers une contribution végétale. L'échantillon [SBR] est isolé du reste des échantillons mais tend lui aussi vers une contribution végétale en raison de la présence importante d'acides gras de longues chaînes. L'échantillon [SNT125] présente un mélange plus équilibré tendant vers une contribution animale. Les autres échantillons présentent également un mélange plus équilibré qui semble également tendre légèrement vers une origine animale.

### **III.1.5. Discussion**

Ces différents échantillons présentent un mélange complexe entre des graisses d'origines végétales et animales. Les échantillons de sédiments indiquent clairement une prédominance des stérols végétaux alors que les roches présentent des proportions généralement en faveur du cholestérol. L'analyse statistique des masses d'acides gras, de stérols et d'alcanes montre que les acides gras courts et le cholestérol tendent à témoigner de l'apport animal de ce mélange alors que les phytostérols, les alcanes et les acides gras longs tendent à témoigner de l'origine végétale. Cette analyse offre également une vision plus complexe de l'origine animale et végétale des échantillons que celle de la distribution des différents stérols. Si certains échantillons tendent clairement vers une origine animale ou végétale, la majorité se présente comme un mélange complexe tendant légèrement vers les variables d'origine animale ou végétale. Enfin, à l'issue de cette analyse, il semble alors valide d'utiliser la distribution des acides gras courts pour déterminer plus précisément l'origine animale des produits préparés. Il peut sembler absurde au premier abord d'utiliser ces acides gras courts alors que les échantillons peuvent présenter des acides de longues chaînes, des phytostérols ou autres qui impliquent obligatoirement la présence d'acides gras courts d'origine végétale. Cependant, en nous appuyant sur la corrélation statistique (test de Pearson ou ACP) existant entre les masses de cholestérol et d'acides gras courts (ainsi que le regroupement statistique des autres variables) mais également sur le fait que la concentration en acides gras est plus importante chez les animaux que chez les végétaux, nous pouvons poser comme assomption<sup>17</sup> que, dans un mélange, les acides gras courts tendront à témoigner de l'origine animale.

---

<sup>17</sup> Cette assomption est d'autant plus vraie que la masse de cholestérol ou d'acides gras courts est importante.

La première remarque à formuler est que tous les échantillons, même les échantillons naturels présentent une forte anthropisation. En effet, la présence de certaines molécules issues des activités anthropiques comme les hydrocarbures polyaromatiques ou encore la présence de graisses animales dans ces sédiments non altérés en sont des témoignages remarquables. L'hypothèse la plus simple pour expliquer la présence de ces PAHs est qu'ils proviennent des émissions de fumées (Fine et al. 2001; Fine et al. 2002; He et al. 2004; Simoneit 2002) ou des déchets de combustibles venant des structures de combustion. Les niveaux inférieurs de Pincevent présentent de larges surfaces de sédiments ocrés témoignant de l'exploitation intensive et extensive du renne, notamment dans le cadre du travail des peaux, sur de large surface du sol d'habitat. En conséquence, même si de telles traces ne sont pas visible sur le niveau IV<sub>0</sub>, en raison de sa forte bioturbation, la présence de graisse animale peut être une conséquence immédiate de l'exploitation du gibier (boucherie, préparation culinaire, travail des peaux...) par les Magdaléniens. Ainsi, les échantillons de l'amas nord ainsi que les abords du foyer présentent des proportions d'acides gras courts proches ou semblables à celles du renne.

En ce qui concerne le foyer T125, une contamination possible par la racine de la structure de combustion est à exclure. Ainsi, même si certaines molécules sont communes aux différents échantillons, les différences de distributions, la présence ou l'absence d'autres molécules permettent de réfuter l'hypothèse de contamination. Nous avons vu que statistiquement les phytostérols, les alcanes et les acides gras de longues chaînes étaient des variables déterminantes en ce qui concerne l'origine végétale de nos échantillons. Ces molécules, associées aux méthyles cétones et aux alcools tendent à montrer que l'origine de la matière végétale est différente pour le remplissage du foyer et pour le sédiment à l'extérieur de la structure ([SBR] compris), même si pour tous deux elle correspond à des cires cuticulaires de végétaux supérieurs. De plus, le contenu du sédiment externe à la structure doit correspondre à un profil végétal environnemental alors que celui de la structure pourrait très bien correspondre à des résidus de combustibles végétaux très peu dégradés (non utilisés ?), ce qui contraste avec l'état d'altération très importante de [SBR]. Le cholestérol et les acides gras courts sont considérés comme significatifs pour l'origine animale. Ainsi les proportions de cholestérol dans le foyer tendent à montrer un apport plus important de graisse animale que dans les sédiments environnants. Cette idée est renforcée par la présence de cires et de  $\gamma$ -lactones, résidus de cuisson plutôt liés expérimentalement à la grillade de viande (la présence d'acides dicarboxyliques dans les différents échantillons ne permet pas de les utiliser comme

un marqueur technique culinaire). Ainsi il semblerait que le cheval tend à être l'animal qui a été cuisiné (Figure 156). L'échantillon [SNO4] présente une proportion de  $C_{18:0}$  plus importante que pour les autres échantillons du foyer. Elle peut être attribuée à la présence de graisses issues de la viande de renne. Mais il semble également plus riche en matière végétale. Il est alors probable que la contribution végétale de cet échantillon fasse tendre également la distribution d'acides gras courts vers une composition environnementale supposée ou plus sûrement vers le combustible. Alors, nous pouvons émettre l'hypothèse que la contribution lipidique du combustible dans le foyer diminue légèrement la valeur du rapport  $C_{16:0}/C_{18:0}$ . Elle pourrait expliquer ainsi la présence de trois des échantillons dans les valeurs limites observées pour le cheval (Figure 156). Le mode de cuisson associé au cheval semble être une cuisson à haute température et dont le milieu est l'air. Il semble alors probable que les résidus soient issus du rôtissage de la viande de cheval. Les quantités de cholestérol plus importantes pour [SNO1-2], ainsi que la présence de résidus de cuisson dans [SBR] tend à montrer que la cuisson a été réalisée dans la partie ouest du foyer en limite ou partiellement hors de la structure. Il faut alors émettre l'hypothèse de l'utilisation de système de broches ou pics plantés à la verticale ou obliquement au foyer.

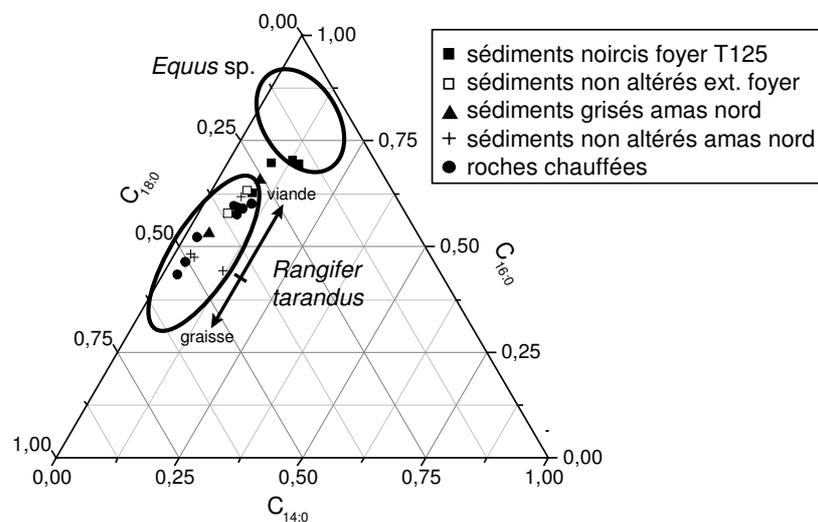


Figure 156 – Diagrammes ternaires des principaux acides gras courts,  $C_{14:0}$ ,  $C_{16:0}$  et  $C_{18:0}$  (cercles non statistiques).

L'interprétation des échantillons issus de l'amas nord semble bien plus complexe que pour le foyer T125. L'apport végétal, cires cuticulaires de végétaux supérieurs, est assez similaire entre sédiment naturel et sédiment grisâtre et en conséquence semble plutôt provenir d'un apport environnemental. Les différences entre les acides gras de longues chaînes, les alcanes, les stérols et les méthyles cétones restent mineures et seule la série d'échantillon en

stratigraphie [ANC1-4] se différencie nettement par la présence de campestérol. De même, la distribution des acides gras de longues chaînes et des méthyles cétones tend à montrer que l'échantillon de sédiment naturel [SNBNS] présente quelques différences dans l'origine végétale.

Les échantillons de sédiments grisâtres ne portent pas de traces de thermoaltérations à l'exception de la présence de  $\gamma$ -lactones complétée dans les échantillons [SGBNS,SGBWE] par celle d'alcanols qui les distingue des sédiments naturels. Il faut mettre en relation ces données avec la faible thermoaltération visible sur le sol. Le niveau IV<sub>0</sub> correspondant à un habitat d'hiver et l'amas nord étant hors d'un possible habitat, il est fort probable que le feu ait été réalisé sur un sol gelé qui aurait alors moins marqué les thermoaltérations.

L'ensemble des échantillons [ANC1-4] présente des distributions d'acides gras courts très proches. Leurs valeurs permettent alors d'établir qu'il y a eu un apport de graisses sous-cutanées de rennes dans ces sédiments (Figure 156) qui ne semble pas liée à la structure de combustion en raison de sa présence dans les sédiments non altérés. Cette présence peut être associée aux activités de rejets, découlant du traitement du renne. Cette distribution est très localisée. L'autre échantillon de sédiment grisâtre, ainsi que celui de sédiment naturel, bien que correspondant également au renne présentent des distributions au C<sub>18:0</sub> bien moins marquées indiquant un dépôt particulier dans le quart est de cet amas.

Pour finir, chaque roche présente une composition en lipides propre, traduisant son histoire thermique et culinaire. Le cholestérol et la forte prédominance des acides gras de courtes chaînes nous permettent d'utiliser ces derniers dans la détermination de l'origine animale des aliments préparés. On constate que les différents échantillons correspondent à des produits issus du renne (Figure 156). Cependant, on peut observer une division supplémentaire au sein des roches avec un premier groupe correspondant à de la viande de renne et un second groupe à fort C<sub>18:0</sub> qui semblerait tendre plus vers la graisse de renne. Cependant, cette division pourrait correspondre à la différence entre la graisse provenant du renne et celle provenant du cheval. En effet, des analyses récentes montrent que les processus de combustion peuvent altérer le rapport C<sub>16:0</sub>/C<sub>18:0</sub> en faveur de l'acide stéarique. Néanmoins, ces altérations sont accompagnées d'autres comme le lissage et le raccourcissement des acides longs et des alcanes, l'apparition d'autres molécules comme des  $\gamma$ -lactones, la disparition des stérols... (March, communication personnelle). La signature chimique serait plus proche de la signature naturelle du renne et du cheval dans le sédiment que dans les roches. Mais, nous

avons vu expérimentalement que de tels phénomènes semblent inexistant dans un contexte culinaire où l'apport de graisse est beaucoup plus importante que lors d'une simple combustion entraînant une modification limitée du rapport  $C_{16:0}/C_{18:0}$ . L'origine végétale est plus difficile à appréhender. Même si toutes les roches présentent du  $\beta$ -sitostérol, seuls [U129-104] et [U128-148] présentent des CPI d'alcane suffisamment élevés pour être reliés à une origine végétale (ces valeurs sont supérieures à celles observées pour la cuisson de viandes). Ces deux roches présentent des différences dans les dominances d'alcane ce qui traduit une origine végétale différente bien qu'issues de feuilles végétales. [U129-143] et [W135-56] ont également révélé une certaine dominance d'alcane impaire. Mais il est difficile de savoir si elle provient d'un apport animal, d'une contamination par la fumée du foyer ou bien d'un apport végétal alimentaire.

Les roches [Z126-102, T126-622, U129-143] présentent des traces évidentes de cuisson à haute température et en milieu oxydant. Ces critères sont la présence d'acides carboxyliques courts, d'alcane courts, de méthyles cétones de courtes chaînes dominées par le 2-heptadécanone ainsi que de cétones de longues chaînes issus de la pyrolyse. De plus, pour [T126-622, U129-142], la valeur du  $CPI_{(acides\ courts)}$  est élevée comme nous l'avons observé dans les expérimentations de grillade. Ainsi, ces trois roches doivent être associées à la technique de cuisson de grillade avec des roches chauffantes. De même, les roches [U129-104, U129-148] présentent un  $CPI_{(alcane)}$  partiellement dégradé, des alcane courts très faiblement présents, un  $CPI_{(acides\ courts)}$  dégradé pour [U129-148] qui les relient à la technique de cuisson de bouilli avec des pierres chauffantes. La présence de certains marqueurs d'oxydation (méthyle cétones courts, acides gras dicarboxyliques) sont ici à mettre en relation avec le chauffage de la roche lors de la réutilisation. Les autres roches présentent des caractéristiques moins prononcées. Elles portent néanmoins toutes des marques de cuisson et notamment d'altérations thermiques en milieu oxydant (méthyle cétones courts, acides gras dicarboxyliques). Les distributions d'alcane observées avec pour [A124-356] un fort  $C_{18}$  et pour [W135-56] une distribution très proche de [Z126-102] tendent à les rapprocher de la cuisson par grillé. [T128-321] est plus particulière. La dégradation presque totale des acides insaturés, la distribution d'alcane très lissée et décalée vers les courtes chaînes, la distribution de méthyles cétones, le  $CPI_{(acides\ courts)}$  très faible semblent indiquer que cette roche a subi une forte altération thermique. Cette altération qui doit être postérieure à la cuisson ne nous permet pas de distinguer la technique utilisée.

<i>Localisation</i>	Echantillon	<i>Aliment</i>	<i>Technique de cuisson</i>
Foyer	T126-622	Renne (graisse ?)	Grillé
Amas Nord	A124-356	Renne (viande)	Grillé ?
	Z126-102	Renne (viande)	Grillé
Amas Est	U129-143	Renne (graisse ?)	Grillé
	U129-148	Renne (viande) + feuille C <sub>31</sub>	Bouilli
	U129-108	Renne (graisse ?) + feuille C <sub>29</sub>	Bouilli
	T128-321	Renne (viande)	Cuit
Amas Nord-Est	W135-56	Renne (viande)	Grillé ?

Tableau XV – Récapitulatif de l'interprétation des roches chauffées di niveau IV<sub>0</sub>

Les données chimiques de l'analyse des résidus lipidiques des roches chauffées (Tableau XV) sont concordantes avec les résultats obtenus par l'études des leurs altérations (voir *supra*, p.211). Il faut néanmoins ajouter qu'une partie des roches n'ayant pu obtenir d'attribution technique tendent avec les analyses chimiques à être rapprochées de la cuisson par grillé.

Le nombre d'échantillons analysés, chimiquement ou par leurs altérations, reste faiblement représentatif pour pouvoir attribuer des interprétations culinaires aux différents ensembles de roches chauffées. Tout au plus est-il possible de dire que les amas est et nord-est ont servi, entre autre, à accumuler des déchets des techniques grillées et bouillies, et que l'amas nord des déchets des techniques de grillé. Il est plus intéressant de constater que la roche du foyer a servi à la cuisson grillée de rennes alors que le reste du foyer tant à montrer la cuisson du cheval. De plus, on a retrouvé au moins une roche portant des stigmates d'utilisation de cuisson bouillie par roches chauffantes. On constate donc qu'au sein de la même structure plusieurs techniques de cuisson sont utilisées et que plusieurs types d'aliments sont préparés. De manières plus générales, les roches ont jusqu'à présent révélé uniquement la cuisson du renne. Cependant leur utilisation pour la cuisson du cheval n'est pas à exclure.

### **III.1.6. Conclusion**

Ces résultats sont issus d'une approche exploratoire, cherchant à mettre en évidence l'utilisation de certaines techniques de cuisson, et sont donc encore préliminaires. Cependant, nous pouvons déjà constater que les activités culinaires réalisées lors de cette occupation sont diverses, dans les techniques et dans les espèces consommées. Il est important de constater qu'au sein du même foyer, trois techniques de cuisson ont dû être utilisée (bouilli, grillé, rôti).

La nature domestique de cette structure est indéniable et est en accord avec la vision de ce foyer central à l'habitat. Les différents amas ne semblent pas être spécialisés dans l'accumulation des déchets d'une seule technique de cuisson. L'analyse d'un échantillon plus large nous permettra de mieux définir les relations entre les espèces consommées, les techniques de cuisson utilisées et la répartition de ces déchets culinaires. Elle permettrait aussi la mise en avant de variations technologiques lors du cycle annuel où les formes de foyers et les assemblages archéologiques sont variés au sein d'un même habitat.

D'autre part, notre recherche devrait également s'orienter vers une exploration diachronique visant à déterminer la dynamique d'utilisation des différentes techniques culinaires. De quand date l'utilisation des roches à des fins culinaires ? Quelles techniques furent d'abord employées, grillé ou bouilli ? Pouvons nous établir des relations chronologiques avec le triangle culinaire, traduisant ainsi la valeur symbolique comme l'énonce Lévi-Strauss.

L'ordre de grandeur ici était celui de l'habitat et d'un groupe réduit dépendant essentiellement de l'exploitation du milieu. L'augmentation de la taille du groupe, la domestication et la production des aliments, l'apparition des villages devrait entraîner des modifications dans les pratiques culinaires dans une continuité historique. C'est pourquoi, nous avons réalisé sur le site néolithique de Lillemer les travaux suivants.

## III.2. Pratiques alimentaires dans le Néolithique : étude des résidus organiques du gisement de Lillemer

---

### III.2.1. Présentation du site

Le gisement archéologique daté du Néolithique moyen s'installe sur la butte rocheuse (schiste) de Lillemer qui présente une forme d'ellipse d'orientation nord-est/sud-ouest et un dénivelé d'une dizaine de mètres ainsi que sur les marais environnants. L'occupation néolithique de la butte est difficilement visible en raison de nombreux aménagements modernes. Elle consiste principalement dans des structures en creux (fossés, fosses, foyers...) et en élévation (talus) associées à du matériel daté du Néolithique moyen (céramique et lithique). La butte est entourée d'une enceinte, système de talus, fossé et palissade coupée au sud par une entrée monumentale. Elle est environnée d'une tourbière qui a révélé sur plus d'une trentaine d'hectares du mobilier archéologique dont des poteries entières. A proximité de la butte, le marais présente certains vestiges d'aménagements anthropiques tels des chemins de planches et branchages, des plateformes, des piquets ou des fourches (Laporte et al. 2003a)...

Notre étude s'est concentrée sur trois zones du site. Le sondage 2 fouillé en 2002 et 2003 lors de l'opération programmée (parcelle 733) dirigée par Luc Laporte, la fouille préventive des Hauts (parcelle A718p sud) et la fouille préventive du Haut Charles (parcelles A1085, 1087, 1089), toutes deux réalisées en 2005 et dirigées par Jean-Noël Guyodo.

Le sondage 2 est situé au sud-est de la butte dans la tourbière. Il se caractérise principalement par l'aménagement d'un chemin de planche de deux mètres de large. Il est orienté du sud-ouest vers le nord-est, et semble relier la butte et le socle continental distant de 500 m environ. Il est principalement composé de planches de chêne, limitées sur les longs côtés par de grandes perches en aulne (parfois longues de 3 à 4m). Le chemin est bordé de nombreux rejets charbonneux associés à de nombreuses pièces lithiques et céramiques. En bordure de ce chemin, on a retrouvé un foyer reposant sur un lit d'écorces et de baguettes de saules entrecroisées surmonté d'une sole argileuse (Laporte et al. 2005).

La fouille des Hauts se situe sur le flanc sud de la butte et se divise en deux phases d'occupation. La première développe une occupation humaine caractérisée par des structures

creusées dans la roche (fosses, trous de calage de poteaux inorganisés) ou dans des cuvettes naturelles peu profondes (structures de combustion) ainsi qu'à la mise en place de deux talus rectilignes perpendiculaires à la pente. La seconde est caractérisée par des creusements divers (fosses, trous de calage de poteaux, fossé, structures de combustion) dans le niveau de sol correspondant à un apport sédimentaire anthropique préalable riche en mobilier archéologique (Laporte et al. 2005).

La fouille du Haut Charles se situe à l'extrémité nord, à l'interface de la butte schisteuse et de la tourbière. Elle présente un talus réaménagé à plusieurs reprises mesurant 6m de largeur et conservé sur plus de 0,70m d'élévation. Il est bordé en arrière par une palissade et en avant par un fossé peu profond. A l'extérieur de l'enceinte se trouve une carrière de schiste exploitée au Néolithique pour l'extraction de dalles et de blocs. A l'intérieur de l'enceinte, on retrouve un foyer en cuvette rempli de schistes peu chauffés associé à un lambeau de sol en place. Dans le marais, on retrouve certains vestiges d'aménagements en bois (plateforme, chemin de branches, fourches, piquets, bois refendus). Le long d'un chemin de branches large (1,5x8m), un mégalithe a été érigé. C'est une stèle taillée sur ses flancs dans une longue dalle de schiste d'un mètre de longueur. A la base de cette stèle, on a retrouvé un dépôt d'une ramure de cerf segmentée (Laporte et al. 2005).

### **III.2.2. Les structures de combustion**

Trois structures de combustion ont été retrouvées et analysées sur le site de Lillemer. Ces structures sont très différentes les unes des autres et sont situées dans les trois zones du site étudiées.

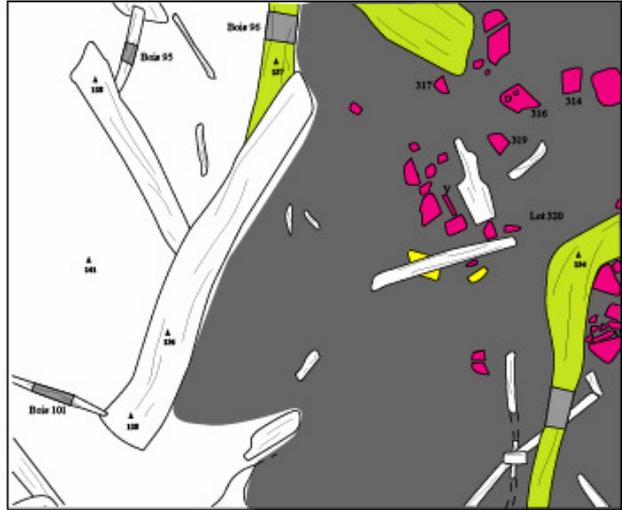
#### **III.2.2.1. Le foyer du sondage 2**

##### **III.2.2.1.1. Présentation, description et analyse du fonctionnement**

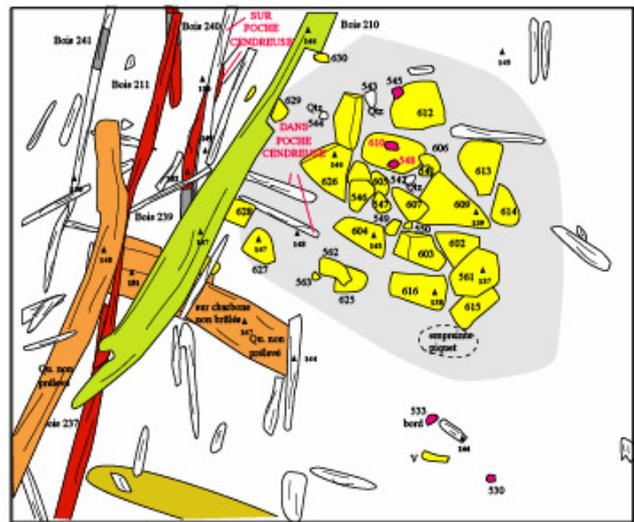
Nous avons vu que le foyer se situe en bordure du chemin de planches (Figure 157). Il a été retrouvé sous un amas de charbons et de céramiques dont un récipient écrasé sur place. Il est construit sur un lit d'écorces et de baguettes de saules entrecroisées surmonté d'une sole rectangulaire d'argile rubéfiée, surmontée par une couche de cendres. L'ensemble est ensuite limité par un bourrelet d'argile rubéfiée sur lequel reposent quelques pierres délimitant une aire centrale charbonneuse vaguement circulaire. Le tout est surmonté d'une masse de pierres englobées dans une poche cendreuse.



Amas de charbons et céramiques



Couverture de pierre



0 1m



Soles d'argile rubéfiées

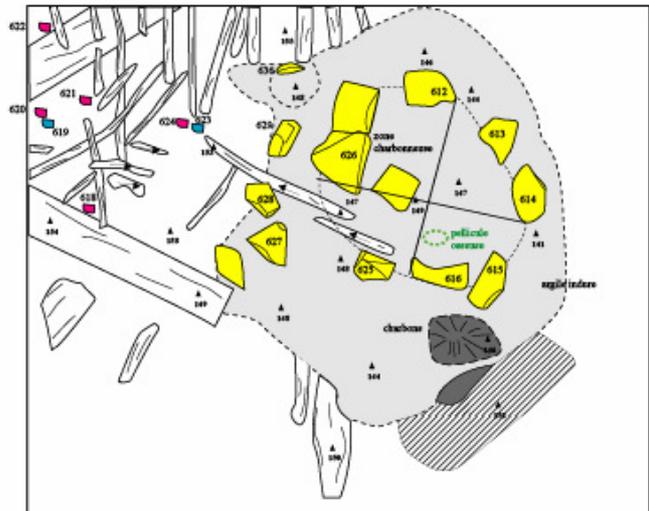


Figure 157 – Photographies et plans du foyer du sondage 2 (Laporte et al. 2003b)

De plus, la sole d'argile porte les traces d'un piquet carbonisé d'environ 15x20cm. A l'opposée du foyer, des traces moins nettes d'une petite dépression pourraient correspondre au négatif d'un second piquet. Néanmoins, un autre poteau de dimensions analogues a été repéré au décapage, deux mètres au sud, dans un secteur qui n'a pas encore été fouillé.

Le foyer est de dimensions réduites (56x48cm pour la structure et 96x86 pour la sole) et contient un faible nombre de roches. En effet, seulement trente roches ont été relevées dans cette structure auxquelles il faut ajouter quatre galets de quartz portant des fissurations provoquées par la chaleur (ils ne sont pas pris en compte dans la suite de l'étude parce qu'ils ne sont pas structurants). La fouille de cette structure n'a pas été totalement achevée et seul un quart du foyer a été décapé plus profondément, partiellement jusqu'au niveau du lit de branchages inférieur. Néanmoins, on peut estimer le nombre de roches non démontées à environ trois. Les autres roches ont donc été décrites suivant une trentaine de variables (March & Soler Mayor 1999; March et al. 2003b) caractérisant les altérations de l'action du feu tel leurs positions dans la structure, leurs oxydations ou encore leurs dimensions...

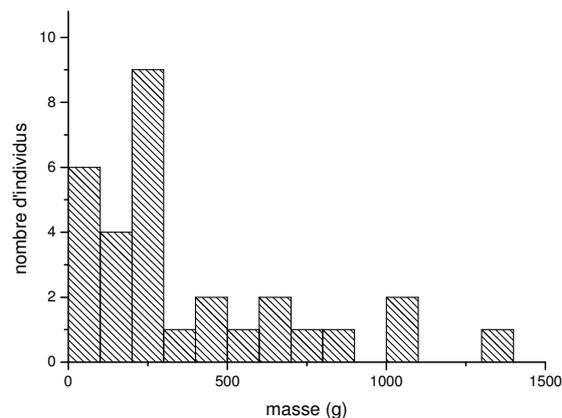


Figure 158 – Histogramme des masses des roches du foyer

La seule matière première employée est le schiste. La structure contient une masse de roches de 11,133kg. La morphologie de ces roches est à 66,7% celles de dalles (20 individus), seulement 20% ont une forme d'éclats (6 individus) et 13,3% de blocs (4 individus). La masse des roches est comprise entre 8,2g à 1379,9g avec une moyenne de 371,1g dont l'écart type est très important, 352,8. L'histogramme de ces masses (Figure 158) montre que la classe de masse la plus représentée est celle comprise entre 200g et 300g mais que globalement les roches dont la masse est inférieure à 300g sont les plus fréquentes. On constate donc que le remplissage rocheux de la structure est composé de roches de masses relativement

importantes. L’histogramme des longueurs est de type bimodal (Figure 159). Le premier module correspond aux roches de petites tailles (inférieures à 6cm) qui ont été décrites à 66,7% comme des éclats. Le second correspond à des longueurs plus importantes, comprises entre 8 et 20cm mais dont la classe la plus fréquente est comprise entre 14 et 16cm. La comparaison entre la longueur et la largeur des roches montre une forte corrélation, la largeur augmentant avec la longueur de la roche selon un rapport de 0,64. La corrélation entre la longueur et l’épaisseur est peu élevée. Le diagramme ternaire indique que le module des roches forme un groupe homogène mais qui aurait tendance à se décomposer en deux sous-groupes. Les roches contenues dans le foyer sont donc à la fois de petite taille (éclats ?) et d’une taille plus importante (blocs et dalles). Ainsi, le foyer contient des roches de module relativement élevé, indiquant une faible fragmentation des blocs.

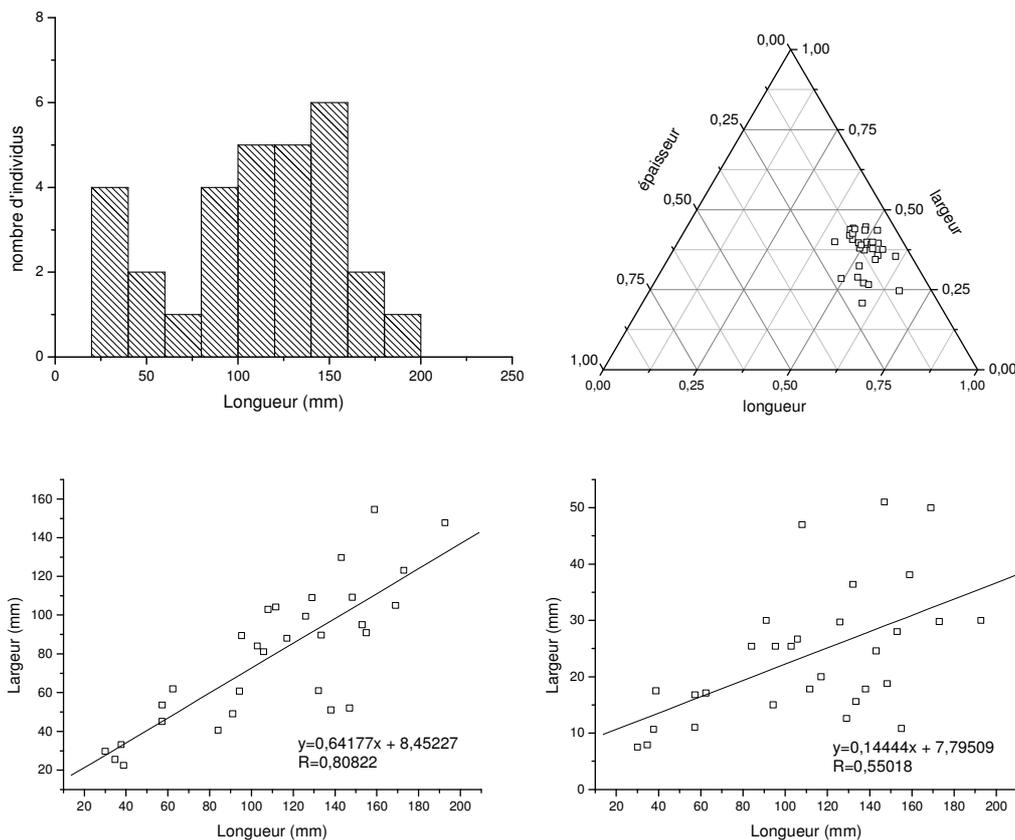


Figure 159 – Dimension des blocs de schistes (histogramme des longueurs, diagramme ternaire des dimensions, nuages de points et courbe de corrélation longueur largeur et longueur épaisseur)

Il est difficile en raison de la nature du schiste qui ne possède pas de face corticale de savoir si les roches étaient entières. Aucun remontage n’a pu être réalisé à l’exception de trois roches (562, 563 et 625) correspondant à une fracture *in situ*. Ainsi, ce sont des fragments de

type polyédrique régulier ou plat dont la face principale de fracture est plutôt plate (36,7%) ou proche d'une fracture plate (plate courbe et plate irrégulière) (Tableau XVI).

<b>Fracture principale</b>	<b>Individus (nombre)</b>	<b>Individus (%)</b>
plate	11	36,7
plate courbe	3	10,0
plate irrégulière	2	6,7
<b>sous total plate</b>	16	53,3
courbe	5	16,7
courbe irrégulière	1	3,3
<b>sous total courbe</b>	6	20
irrégulière	8	26,7
<b>Total</b>	<b>30</b>	<b>100</b>

Tableau XVI – Fracture principale des roches du foyer

La modification de la coloration des roches provoquée lors de leur oxydation par la température est un très bon indicateur de la température à laquelle ces roches ont été soumises. Cependant, dans le cas du schiste de Lillemer, des expérimentations en laboratoire ont montré que les modifications de colorations n'intervenaient qu'à haute température. En effet, il n'y a pas de changements nets de coloration, et c'est uniquement à partir de 600°C que ce schiste prend une teinte légèrement rosé pouvant être différenciée de sa couleur d'origine. Ces modifications sont plus visibles dans les zones de concentrations ferreuses dans le schiste. Ces modifications de coloration se trouvent donc dans la limite supérieure des températures moyennes rencontrées typiquement dans un foyer actif. Seuls trois roches ont présenté une teinte légèrement rosée, similaire à celle observée expérimentalement (600°C). Il est donc impossible de mettre en évidence le fonctionnement et la dynamique thermique interne à la structure avec si peu de données. Cependant, la forte oxydation de la sole argileuse aurait tendance à montrer que le feu aurait été réalisé directement dessus pendant au moins une première phase d'utilisation de la structure.

La fouille incomplète de la structure et la faible visibilité des thermoaltérations de la structure rendent l'interprétation de son fonctionnement difficile. Tout au plus, nous pouvons dire que les roches semblent faiblement fragmentées et en conséquence proche de leur état d'origine lors de leur mise en place dans la structure. Les modalités de chauffage de la structure sont pour l'instant impossibles à appréhender bien que le faible nombre de fractures tend à indiquer un chauffage contrôlé.

L'association des roches chauffées avec cette structures de combustion (ainsi qu'avec les structures suivantes) et l'absence d'amas de rejet, comme ceux que nous avons étudiés à Pincevent, tendent à montrer l'absence de l'utilisation du bouilli par roches chauffées. De plus, les roches ne présentent pas de stigmates similaires à celles observées expérimentalement ce qui nous a permis d'écarter pour l'instant l'utilisation de cette technique. Notre étude s'est alors concentrée sur l'analyse des résidus organiques.

### **III.2.2.1.2. Echantillonnage**

Nous avons analysé deux prélèvements de sédiments. Le premier a été réalisé lors de la passe 4 du quart du foyer qui a été fouillé, [FP4]. Il correspond à un sédiment cendreux. Le second prélèvement analysé correspond à la pellicule de microesquilles osseuses mélangées à des microcharbons découverte sous le premier niveau de roches chauffées à la base du foyer, [FCO]. Ces deux prélèvements de sédiments sont complétés par l'analyse d'une roche brûlée provenant du bord de la structure [F629]. A ces échantillons, s'ajoutent deux échantillons témoins de tourbe dont l'un provient de la couche intermédiaire 3-4, [LT1], et l'autre se situait sous la céramique G4-269, [LT2].

### **III.2.2.1.3. Résultats**

#### *III.2.2.1.3.1. Acides gras*

La tourbe contient de faibles quantités d'acides gras insaturés sous la forme de deux isomères de  $C_{18:1}$  auxquels s'ajoutent deux isomères de  $C_{16:1}$  pour [LT2]. Deux isomères de  $C_{18:1}$  sont également présents dans [F629] tout comme dans [FCO].

Les concentrations d'acides gras saturés extraits de la tourbe sont très importantes ( $111,07 \mu\text{g.g}^{-1}$  pour [LT1] et  $810,01 \mu\text{g.g}^{-1}$  pour [LT2]) en comparaison des échantillons provenant du foyer ( $11,44 \mu\text{g.g}^{-1}$  pour [FP4],  $26,46 \mu\text{g.g}^{-1}$  pour [FCO] et  $0,10 \mu\text{g.g}^{-1}$  pour [F629]). Si la tourbe a pollué les échantillons du foyer, elle masquera complètement leur signature originale. La distribution des acides gras présents dans la tourbe est typique d'une origine végétale. En effet, les acides gras de longues chaînes sont largement dominants ( $81,21\%$  pour [LT1] et  $94,35\%$  pour [LT2]). Ils présentent une distribution (Figure 160) de type unimodal avec une différenciation nette des acides de chaînes paires et impaires (leur CPI est égal à 3,59 pour [LT1] et 4,83 pour [LT2]). On constate cependant une différence dans les distributions des deux échantillons de tourbe. En effet, pour [LT1] l'acide

octosanoïque (C<sub>28:0</sub>) domine la distribution alors que pour [LT2], c'est l'acide hexacosanoïque (C<sub>26:0</sub>). De même, pour les acides courts, leur CPI est assez semblable (9,98 pour [LT1] et 12,03 pour [LT2]) alors que leur distribution est, quand à elle, sensiblement différente (le rapport C<sub>16:0</sub>/C<sub>18:0</sub> est de 2,43 pour [LT1] et 1,50 pour [LT2]). Ces différences peuvent être expliquées par les modifications locales des essences de bois présentes.

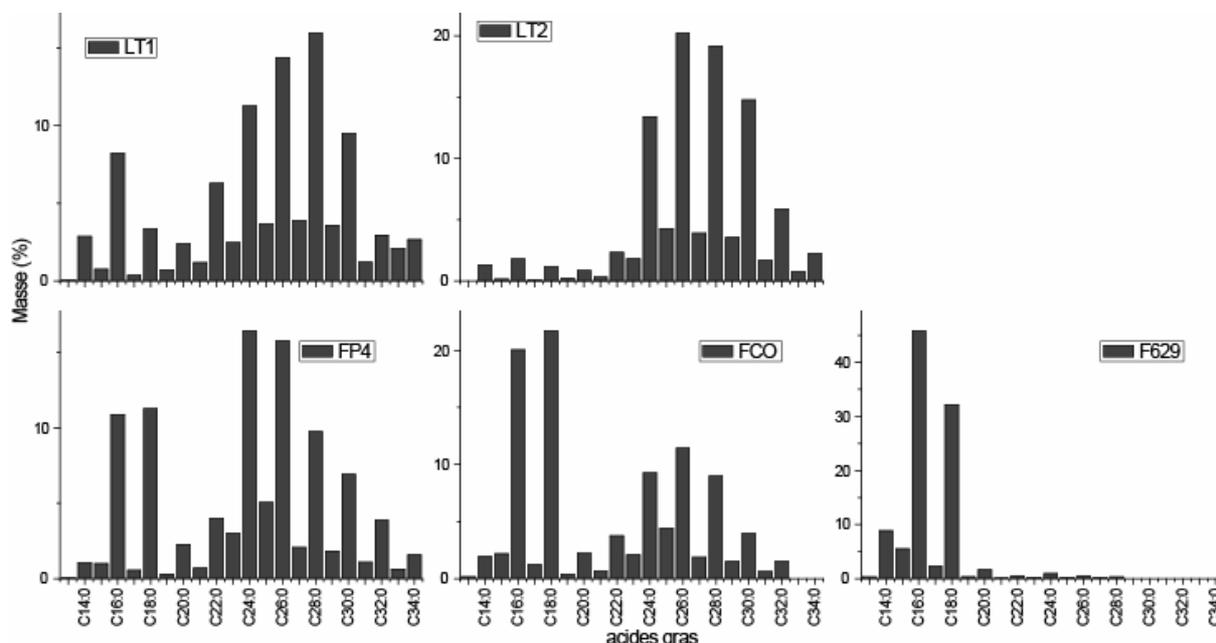


Figure 160 – Distribution des acides gras saturés des échantillons de tourbes et du foyer du sondage 2 de Lillemer

Les deux échantillons du foyer présentent également une large dominance d'acides gras de longues chaînes (72,64% pour [FP4] et 50,09% pour [FCO]) ainsi qu'un CPI<sub>(acides longs)</sub> relativement élevé (4,16 pour [FP4] et 3,59 pour [FCO]). Les distributions observées sont également unimodales avec une forte ressemblance de [FCO] avec [LT2]. Les ressemblances et différences observées entre la tourbe et les échantillons de sédiments peuvent s'expliquer également par les différentes essences de bois. En effet, les essences retrouvées dans la tourbe ont pu être également utilisées comme combustible. De plus, [FP4] présente une distribution sensiblement différente avec une dominance de l'acide tetracosanoïque (C<sub>24:0</sub>). Ce raccourcissement des chaînes carbonées pourrait être provoqué par la combustion et serait donc lié au fait que cet échantillon est composé de cendres. La distribution des courtes chaînes diffère nettement. Les taux d'acide palmitique (C<sub>16:0</sub>) et stéarique (C<sub>18:0</sub>) présentent des valeurs équivalentes en faveur de l'acide stéarique. Ainsi les rapports C<sub>16:0</sub>/C<sub>18:0</sub> présentent des valeurs équivalentes (0,97 pour [FP4] et 0,92 pour [FCO]), témoignant

sûrement d'une origine commune. Comme nous l'avons déjà vu, ces valeurs sont généralement issues du monde animal et plus précisément des grands mammifères.

L'échantillon de roche brûlée diffère nettement plus des échantillons de sédiments. En effet, les proportions d'acide gras longs sont beaucoup plus faibles (2,97%). Les longues chaînes sont dominées par C<sub>24:0</sub> et présentent une distribution unimodale. Elles sont relativement bien conservées avec un CPI de 3,51. Les acides gras courts sont donc largement dominants en faveur de C<sub>16:0</sub> (le rapport C<sub>16:0</sub>/C<sub>18:0</sub> est de 1,43). Ils présentent une conservation moyenne avec un CPI<sub>(acides gras courts)</sub> de 10,63. Cette distribution est typiquement d'origine animale.

Les échantillons de tourbe, de sédiments du foyer et la roche chauffée contiennent tous des acides gras ramifiés (monométhyles). De plus, [FCO] contient également de l'acide phytanique. Le phytol est séparé de la chlorophylle par les microorganismes du *rumen* et est dérivé en acide phytanique qui s'accumule dans les graisses de ruminant. Cet acide témoigne donc d'une origine animale et provient plus particulièrement des ruminants ou de leurs prédateurs (Verhoeven et al. 1998).

#### III.2.2.1.3.2. *Hydrocarbures*

Les hydrocarbures dominants dans nos échantillons sont des n-alcane. Dans les échantillons de tourbe, leur concentration (14,23 µg.g<sup>-1</sup> pour [LT1] et 28,81 µg.g<sup>-1</sup> pour [LT2]) est bien plus importante que dans les échantillons provenant du foyer (1,22 µg.g<sup>-1</sup> pour [FP4], 1,82 µg.g<sup>-1</sup> pour [FCO] et 0,03 µg.g<sup>-1</sup> pour [F629]).

Les échantillons de tourbes présentent des distributions (Figure 161) largement dominées par les longues chaînes (99,88% pour [LT1] et 99,77 pour [LT2]). C<sub>27</sub> et C<sub>29</sub> sont présents en quantités équivalentes mais le premier est dominant en [LT1] alors que le second l'est en [LT2]. Ces alcanes sont bien conservés et présentent un CPI<sub>(alcane)</sub> de 8,59 pour [LT1] et 7,04 pour [LT2]. Ces distributions sont typiquement végétales.

L'échantillon [FCO] est encore proche des échantillons de tourbe mais cette fois-ci de [LT1] avec une légère dominance de C<sub>27</sub> ainsi que très peu d'alcane de courtes chaînes (3,58%). Cependant, son CPI<sub>(alcane)</sub> est plus faible, 3,97. [FP4] présente une dominance bien plus nette de C<sub>27</sub> et également très peu de courtes chaînes (0,72%). Le CPI<sub>(alcane)</sub> est du même ordre de grandeur que [FCO], 3,11. La roche présente une distribution bimodale dont le

premier mode centré autour des courtes chaînes est dominant (50,95%). Ce mode est dominé par C<sub>18</sub>. Les longues chaînes sont lissées autour de C<sub>25</sub> avec un CPI<sub>(alcane)</sub> de 1,51. Cette distribution est semblable à celle obtenues lors des expérimentations de grillade et à celle de certaines roches de Pincevent. Cet échantillon contient également des hydrocarbures polyaromatiques ainsi que d'autres composés benzéniques qui sont le résultat de la pyrolyse de la matière organique.

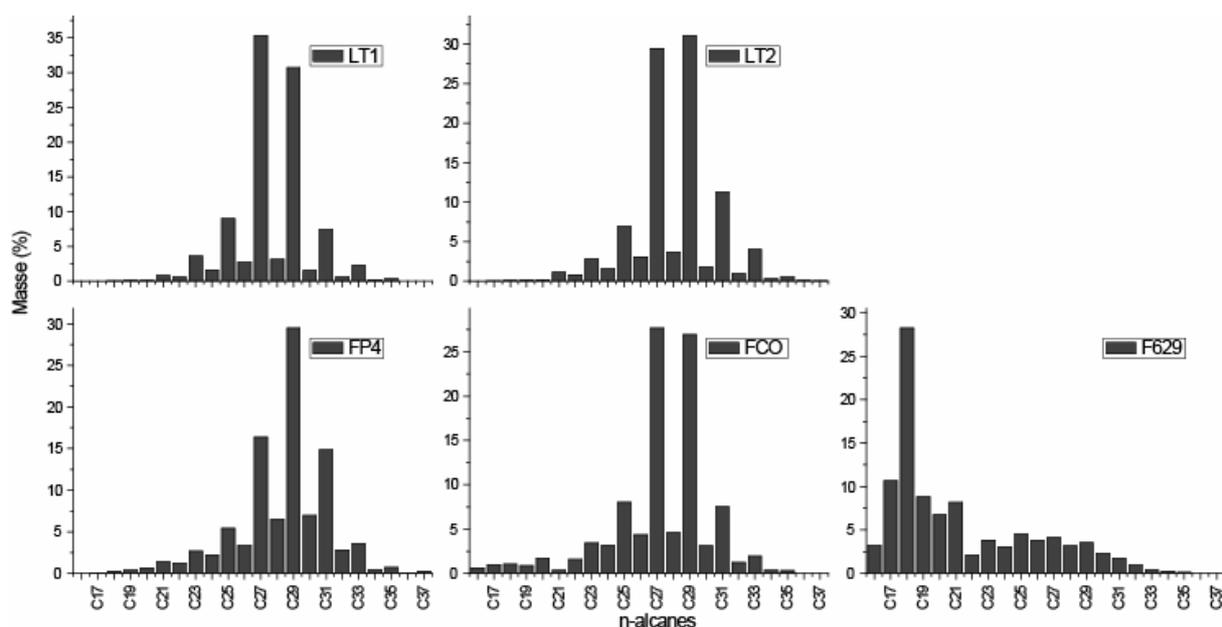


Figure 161 – Distribution des alcanes des échantillons de tourbe et du foyer du sondage 2 de Lillemer

### III.2.2.1.3.3. Stéroïdes et terpénoïdes

La tourbe contient un mélange complexe de terpènes et de stérols d'origine végétale qui se retrouvent principalement dans le bois (Tableau XVII). Il existe certaines différences entre les deux échantillons mais qui restent mineures. Elles doivent correspondre à une différence d'altération de la matière organique dans la tourbe ainsi qu'aux différentes essences de bois qui la composent.

Les échantillons de sédiments provenant de la structure de combustion présentent également des stérols et terpènes végétaux semblables à ceux observés dans la tourbe. Deux hypothèses peuvent être alors émises. La première, ces deux échantillons ont été contaminés par la tourbe. La seconde, le combustible utilisé dans le foyer est identique aux essences retrouvées dans la tourbe. Néanmoins ces deux échantillons contiennent également des stérols d'origine animale (cholestérol, cholestanol), plus concentrés dans [FCO]. Finalement, [F629] contient comme unique stérol du cholestérol.

	LT1	LT2	FP4	FC0	F629
<b>Stérols animaux</b>					
Cholestérol			0,13 µg.g <sup>-1</sup>	0,19 µg.g <sup>-1</sup>	27,7 10 <sup>-3</sup> µg.g <sup>-1</sup>
Cholestanol			0,12 µg.g <sup>-1</sup>	0,13 µg.g <sup>-1</sup>	
Cholestan-3-one			X		
<b>Stérols végétaux</b>					
Stigmastérol			0,15 µg.g <sup>-1</sup>		
Sitostérol	0,88 µg.g <sup>-1</sup>	1,73 µg.g <sup>-1</sup>	0,49 µg.g <sup>-1</sup>	0,66 µg.g <sup>-1</sup>	
Stigmastan-3-ol	1,01 µg.g <sup>-1</sup>	1,60 µg.g <sup>-1</sup>	0,89 µg.g <sup>-1</sup>	0,88 µg.g <sup>-1</sup>	
Stigmast-4-en-3-one	X		X		
<b>Terpènes végétaux</b>					
Lup-20(29)-en-3-ol		X		X	
Lup-20(29)-en-3-one	X		X	X	
Lupan-3-ol		X			
Lupan-3-one	X	X	X		
Taraxastérol	X	X			
Tarastérol	X				
friedelin	X	X	X		X
Epifriedelanol		X			
D-friedoolean-14-en-3-one	X				X

Tableau XVII – Stérols et terpènes présents dans les échantillons de tourbe et du foyer du sondage 2 de Lillemer

### III.2.2.1.3.4. Autres molécules

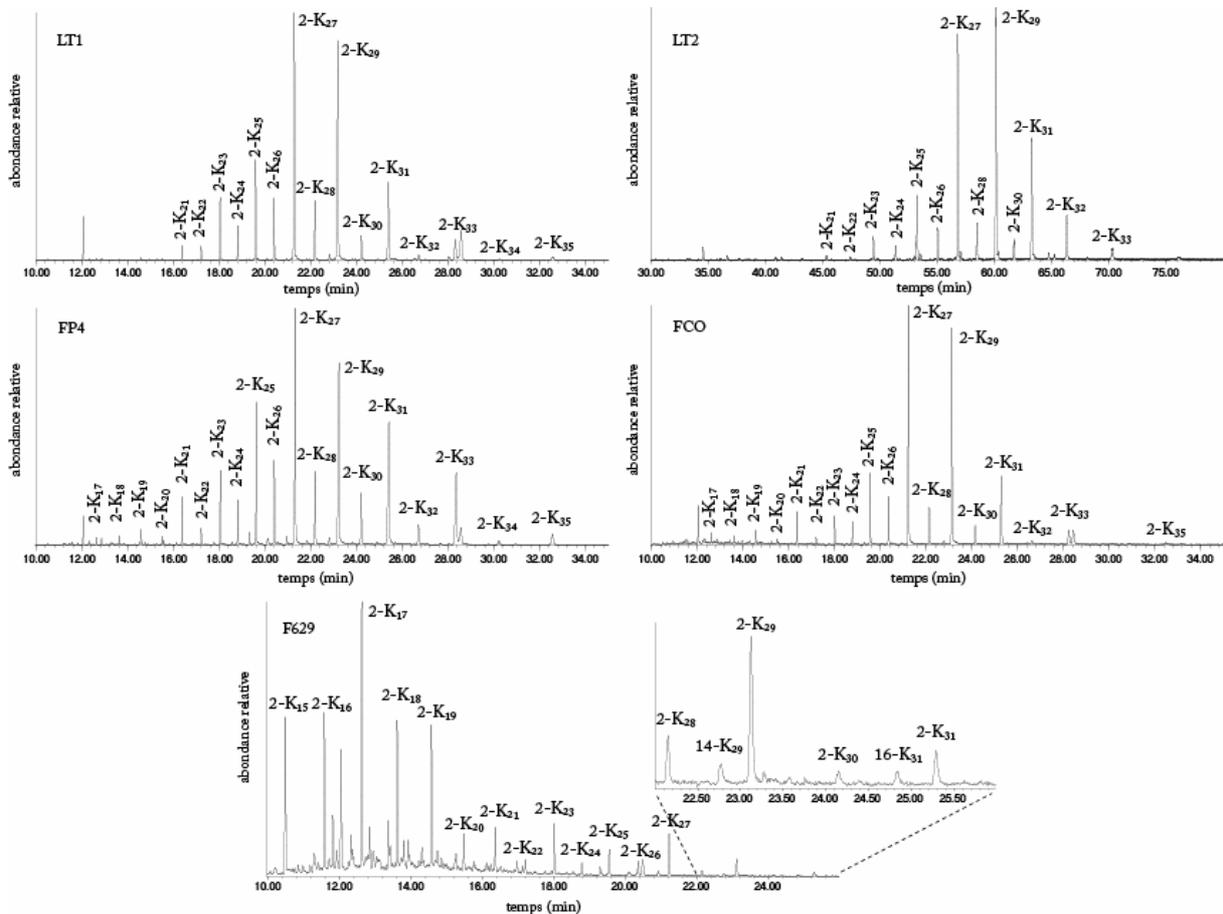


Figure 162 – Chromatogramme partiel (10-26min et 30-80min) d'ion sélectif (ion 59) des échantillons de tourbe et du foyer du sondage 2 de Lillemer

Les différents échantillons contiennent des méthyles cétones (Figure 162). Dans la tourbe, on retrouve les mêmes dominances que pour les alcanes. [LT1] est dominé par le 2-heptacosanone et [LT2] par le 2-nonacosanone. Les deux distributions sont néanmoins très proches l'une de l'autre. C'est également le cas des méthyles cétones des échantillons de sédiments du foyer qui présentent tous deux une dominance du 2-heptacosanone. La distribution des méthyles cétones est sensiblement différente dans la roche. Les molécules de courtes chaînes, notamment l'heptadécane provenant de la dégradation thermique des acides gras. Des méthyles cétones de longues chaînes sont également présentes et proviennent donc d'une origine végétale. Leur distribution ne correspond pas à celle observée dans la tourbe ou dans les sédiments du foyer, ce qui tendrait à indiquer une origine différente. Cette roche contient également des cétones de longues chaînes, 14-nonacosanone et 16-hentriacontanone qui proviennent comme nous l'avons déjà vu de la pyrolyse des acides gras. Elles sont accompagnées de différentes cires (acides gras estérifiés avec des alcools gras) basées principalement sur les acides myristique et palmitique. Ces cires peuvent également apparaître à la cuisson.

Finalement, les échantillons provenant du foyer, sédiments et roche, contiennent des  $\gamma$ -lactones, produits secondaires de la dégradation thermique des acides gras insaturés.

#### **III.2.2.1.4. Discussion**

Les analyses du foyer du sondage 2 ont apporté de nombreux indices sur la fonction de cette structure. Les marqueurs d'origine végétale présents dans les cendres [FP4] et dans la pellicule osseuse et charbonneuse [FCO] ont révélé de forte similitude dans leur composition (acides longs, alcanes, stérols, terpènes et méthyles cétones) avec les échantillons de tourbe. Nous pouvons émettre deux hypothèses pour expliquer ce phénomène. La première est qu'il y a eu une pollution de la tourbe qui est très riche en matière organique. La seconde repose principalement sur le fait que la tourbe est formée à partir de la dégradation de végétaux et notamment de bois. Des essences identiques ont pu être utilisée comme combustible. Ces échantillons contiennent également des marqueurs (acides courts à fort  $C_{18:0}$ , acide phytanique, cholestérol et cholestanol) indiquant la présence de graisses d'origine animale dans le foyer (tout comme la présence d'esquilles d'os dans [FCO]). La distribution des acides gras courts semble indiquer que l'origine de cette graisse tend vers les cervidés mais également aussi dans une moindre mesure vers les bovinés. Cependant, il faut garder en mémoire que les processus de combustion peuvent provoquer une augmentation de  $C_{18:0}$  et

qu'inversement le mélange avec des matières d'origine végétale doit provoquer une augmentation de  $C_{16:0}$ . La roche présente une signature clairement d'origine animale (large dominance des acides gras courts associée à un taux important de  $C_{18:0}$ , cholestérol) mais contient quelques traces de matière d'origine végétale (acides et méthyles cétones longs). La distribution des acides gras place cet échantillon dans des graisses provenant de bovins. De plus, cette roche contient des marqueurs technologiques (distribution des alcanes, méthyles cétones courts, 14-K<sub>29</sub>, 16-K<sub>31</sub>,  $\gamma$ -lactones) similaires à nos expérimentations de grillade. Cependant, la présence de graisse dans le foyer et la présence d'aménagements verticaux en bois révèle peut être la présence d'un support de broche (bien que le piquet semble très large) et donc de l'utilisation d'une technique de cuisson de type rôti.

### III.2.2.2. Le foyer des Hauts

#### III.2.2.2.1. Présentation, description et analyse du fonctionnement



Figure 163 – Structure de combustion (Fait 5)

Le foyer étudié est le Fait 5 partiellement fouillé lors du sondage de la parcelle en 2004. La fouille de la structure a suivi un protocole adapté à partir de celui de notre équipe de travail afin de répondre aux contraintes de temps liées à la fouille de sauvetage. Une croix est réalisée à partir du centre de la structure, afin de conserver des bermes et de réaliser des coupes. Cependant, les bermes réalisées ont suivi les coupes faites lors du sondage. En conséquence, elles ne suivent pas la forme réelle de la structure ce qui correspond le mieux à notre méthode de démontage habituelle.



Figure 164 – Plan de la structure Fait 5

Le démontage de la structure est réalisé en différentes passes (4 passes) suivant la stratigraphie interne de la structure ou celle imposée par le matériel. Les altérations du sol

sont notées et positionnées spatialement dans la structure. Chaque roche est démontée comme un objet unique, elle est dessinée et numérotée, son altitude est prise à la lunette de chantier et on repère son inclinaison (horizontale, verticale ou de champ). De plus, on note la nature du sédiment inférieur (noirci, oxydé, roche...). Les roches dont la longueur est inférieure à 3cm sont démontées en vrac par quart et sont considérées comme des esquilles.

La structure de combustion (Figure 163 et Figure 164) est un foyer en cuvette creusé dans le substrat schisteux. La forme de la cuvette est subquadrangulaire, mais irrégulière de 75cm sur 60cm. De plus, la partie nord (au niveau de l'angle nord-est) présente une extension creusée d'une trentaine de centimètres. Cependant, il n'y a pas d'évidence stratigraphique permettant de préciser la séquence de creusement de cette extension par rapport à la structure. La profondeur de la cuvette est d'environ 11 cm. L'altération du substrat est légère, il y a seulement quelques traces de sédiment rougi dans la paroi de la cuvette dans l'angle sud de la structure ainsi que quelques schistes oxydés appartenant au substrat sur son fond. Cette cuvette est remplie de roches (schistes) portant des traces partielles de thermoaltération ainsi qu'une quantité importante d'esquilles de schiste produite lors de la chauffe de ces blocs. Il est difficile de voir si ces blocs correspondent à un ou plusieurs aménagements du foyer, en tant qu'éléments structurants ou blocs ajoutés lors de la chauffe. Néanmoins, nous pouvons constater que des roches débordent au-delà de la cuvette, dans les directions est et ouest augmentant sa longueur à 1,5 m de long. Les roches présentes dans ces extensions reposent à l'horizontale directement sur le substrat qui présente des traces d'oxydation dans la partie nord-ouest. La structure présente également dans son remplissage en partie haute (visible dès le premier décapage) des traces de sédiment oxydé et noirci qui ne semble donc pas en place. Finalement, aucun autre témoin n'a été retrouvé dans cette structure.

L'aménagement interne de la structure dans son état d'abandon pourrait indiquer une structure qui a évolué lors de sa vie utile passant d'une forme excavée vers une structure remplie où les zones de combustion ont débordé le creusement initial. Ceci montrerait une certaine évolution de son utilisation et un changement morphologique qui pourraient être lié aussi à un changement fonctionnel étant donné que la modification de la forme de la structure implique aussi un changement sensible de son mode de fonctionnement. Ce changement pourrait être lié aussi à un changement de modalité fonctionnelle où la même fonction a continué d'être pratiquée mais de façon différente.

### III.2.2.2.2. Echantillonnage

Lors de la fouille, nous avons réalisé des prélèvements du sédiment de remplissage de la structure. Nous avons réalisé l'analyse d'un de ces échantillons [LHF5] prélevé dans le quart sud lors de la deuxième passe. C'est un sédiment de couleur grise correspondant au remplissage de la structure entre les roches de la deuxième passe. Nous avons également réalisé l'analyse d'un des schistes chauffés [F5-87] (Figure 164). Ce schiste est légèrement rougi et présente un noircissement révélé par une fracturation longitudinale (Figure 165) et situé dans l'angle nord de la roche. Un échantillon de sédiment non altéré a été prélevé hors de la structure pour servir d'échantillon témoin [LHSN]. Cet échantillon a été pris dans la coupe sud à la même hauteur que le foyer dans le sédiment qui recouvre le schiste du substrat

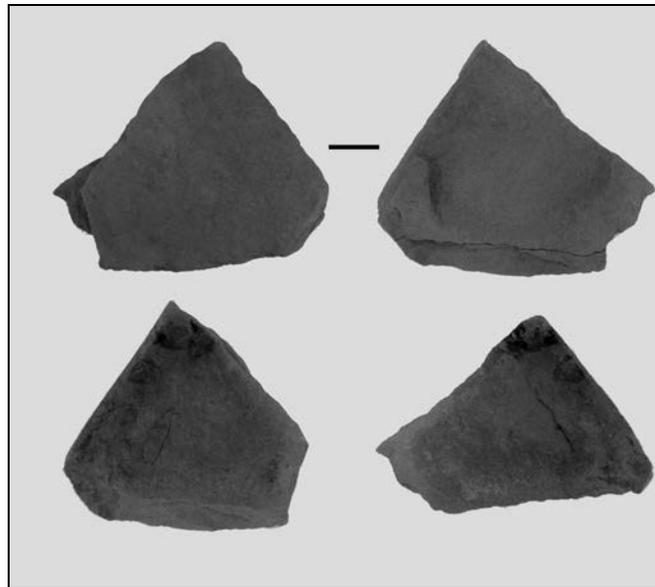


Figure 165 – F5-87

### III.2.2.2.3. Résultats

Afin de pouvoir évaluer le contenu organique de la structure, nous avons tout d'abord étudié le contenu organique (17,3mg/120g de sédiment) de l'échantillon témoin [LHSN]. En dehors de quelques acides gras saturés ( $C_{16:1}$ ,  $C_{18:1}$  et  $C_{18:2}$ ), l'échantillon contient principalement des acides gras saturés (Figure 166). Ils présentent une distribution dominée à 60,00% par des acides de courtes chaînes dont le rapport  $C_{16:0}/C_{18:0}$  est de 2,84. Le  $CPI_{(acides\ courts)}$  est faible, 4,57. Les longues chaînes présentent une distribution unimodale dominée par  $C_{26:0}$  et présentent un CPI faiblement élevé de 2,69. De plus, cette fraction contient des acides gras ramifiés (monométhyles) de courtes chaînes en grande quantité montrant une dégradation

bactérienne intensive. L'échantillon contient également une faible quantité d'acide azélaïque (DCA<sub>9</sub>) qui provient de la dégradation de certains acides gras insaturés.

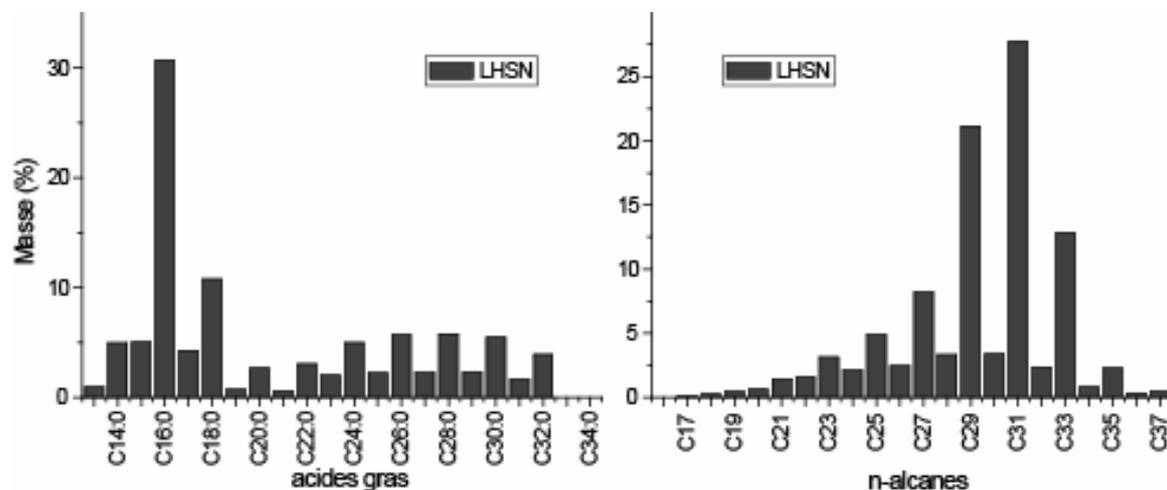


Figure 166 – Distribution des acides gras saturés et des n-alcanes de l'échantillon du sédiment non altéré

Les alcanes présents sont largement dominés (99,15%) par les longues chaînes impaires avec C<sub>31</sub> comme alcane dominant. Le CPI de 4,92 traduit la bonne conservation de ces alcanes. Les distributions d'alcanes traduisent ainsi une composition d'origine végétale typique des cires cuticulaires.

Cet échantillon contient également des terpénoïdes et des stéroïdes. Cependant le nombre important de molécules dans les fractions neutres 2 et 3 rend l'identification de ces molécules difficiles. Ainsi, la fraction neutre 3 comprend des triterpènes comme la friedelan-3-one, ou friedelin, ainsi que de faibles quantités de lup-20(29)-en-3-one. La fraction neutre 2 contient du stigmastanol, du stigmasta-3,5-dien-7-one, du stigmast-4-en-3-one et du friedooleanan-3-ol (Figure 167). Ces différentes molécules témoignent d'une l'origine végétale de type bois avec la présence de friedelin et de lup-20(29)-en-3-one. Cependant quelques molécules d'origine animale ont pu être identifiées comme des traces de cholestan-3-one ou une molécule dont la fragmentation est proche de l'androst-4-en-3-ol, 4-methoxy-17-(tetrahydropyran-2-yl)oxy-, molécule dérivée des phéromones animales.

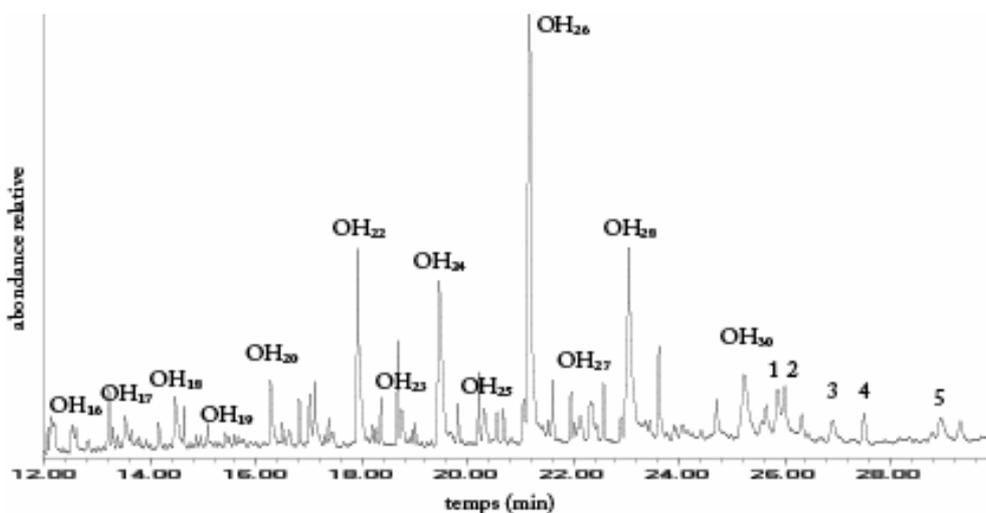


Figure 167 – Chromatogramme partiel (12-30 min) de la fraction neutre 3 de l'échantillon [LHSN]. OH<sub>n</sub>, 1-alcanol ; 1, stigmastanol ; 2, fragmentation proche du androst-4-en-3-ol, 4-méthoxy-17-(tetrahydropyran-2-yl)oxy- ; 3, Stigmasta-3,5-dien-7-one ; 4, stigmast-4-en-3-one ; 5, D:A-Friedooleanan-3-ol, (3.alpha.)-

L'échantillon contient également des méthyles cétones de longues chaînes (Figure 168) présentant une prédominance de chaînes impaires où le 2-nonacosanone est le plus fréquent. Ces méthyles cétones ont donc une origine indéniablement végétale. Elles sont accompagnées de nombreuses cires (ester d'alcool gras et d'acides gras) largement prédominées par celles formées à partir de l'acide palmitique. Ces échantillons contiennent également des alcools gras de longues chaînes dominés par le 1-hexacosanol (Figure 167).

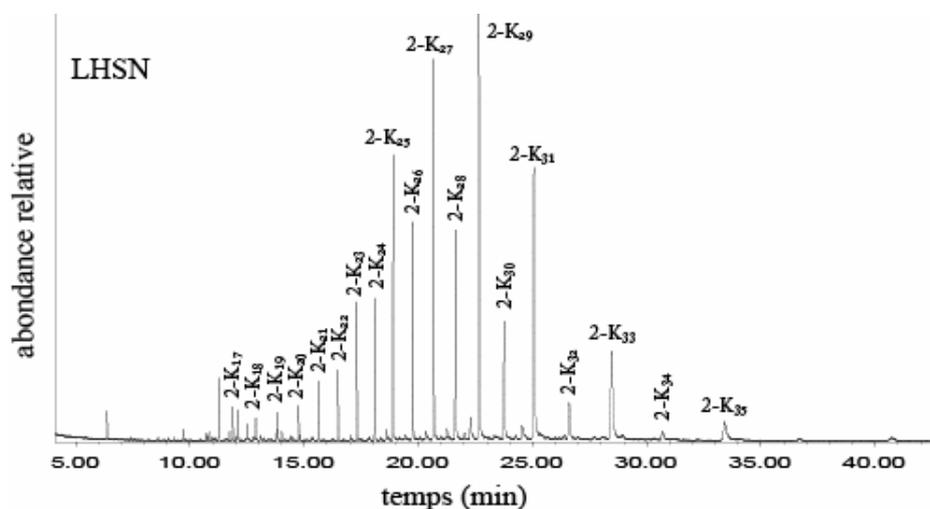


Figure 168 – Distribution des méthyles cétones. Chromatogramme d'ion sélectif (ion 59) de l'échantillon [LHSN]

Ainsi l'échantillon en provenance du sol situé à l'extérieur de la structure présenterait un profil fruit du mélange des lipides d'origine végétale et, dans une moindre proportion, animale. La présence de graisses animales pourrait traduire l'anthropisation de ce sol.

Nous avons étudié un échantillon en provenance du sédiment de remplissage de la structure pris dans son quart sud sous les roches situées dans la partie la plus haute du remplissage. Il semble à première vue assez proche du sédiment témoin. Cependant, nous pouvons constater quelques petites différences. Tout d'abord, la quantité de matière extraite (16,4mg/120g de sédiment) est légèrement inférieure à celle du sédiment témoin. De plus, les quantités totales d'acides gras et d'alcane sont bien plus faibles dans le sédiment de remplissage du foyer. Ainsi les concentrations des acides saturés sont de 0,39  $\mu\text{g}\cdot\text{g}^{-1}$  pour [LHF5] et 0,51  $\mu\text{g}\cdot\text{g}^{-1}$  pour [LHSN] et celles des alcanes respectivement de 0,06  $\mu\text{g}\cdot\text{g}^{-1}$  et de 0,20  $\mu\text{g}\cdot\text{g}^{-1}$ .

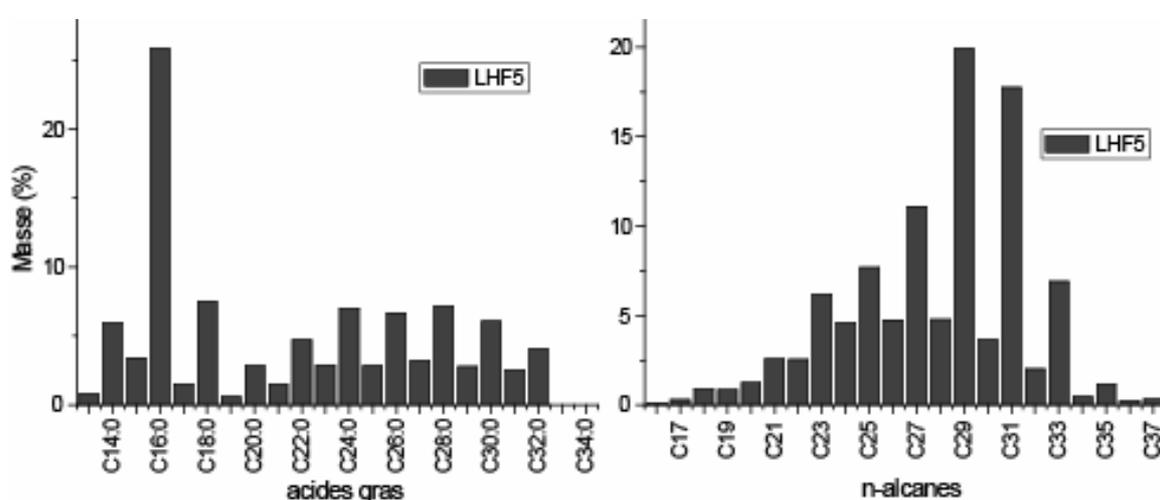


Figure 169 – Distribution des acides gras saturés et des n-alcane de l'échantillon de remplissage du foyer F5

Expliquer ces différences semble assez complexe. Cependant, bien que, à priori, nous pourrions nous attendre à trouver de plus fortes concentrations de matière dans le foyer, par un effet d'accumulation des lipides dû à une activité anthropique, telle que la cuisson des aliments, ces résultats sont dépendants de l'histoire respective de chaque structure et de la position de l'échantillon dans cette histoire complexe. Ces concentrations moindres peuvent correspondre à une altération quantitative, une perte de masse de la matière organique due à l'activité thermique de la structure, si ce sédiment de remplissage avait été altéré par l'action du feu. Les acides gras ont une distribution similaire (Figure 169) bien que l'on constate l'absence d'acides gras insaturés. De plus, le taux  $C_{16:0}/C_{18:0}$  (3,45) est plus important que dans le sol non altéré ainsi que le  $\text{CPI}_{(\text{acides courts})}$ , 6,97. De même, la proportion d'acides gras de longues chaînes, bien que présentant des distributions similaires, est également plus importante (51,48%). La valeur du CPI bien que plus faible est assez proche de celle observée dans le sédiment naturel (2,39). L'échantillon contient également moins d'acides ramifiés en

quantité et en diversité qu'observées dans l'échantillon témoin. De plus, il contient également deux acides dicarboxyliques de courtes chaînes (DCA<sub>9</sub> et DCA<sub>10</sub>).

Les alcanes sont, quant à eux, légèrement différents. Ainsi, bien que les alcanes impairs soient toujours dominants, l'alcane principal est C<sub>29</sub>, ce qui traduit une origine végétale différente pour les lipides du remplissage de la structure. De plus, la valeur du CPI est bien plus faible (3,11) traduisant une dégradation plus importante de ces alcanes. Donc, bien qu'ayant des distributions assez proches correspondant majoritairement à de la matière organique d'origine végétale, ces deux échantillons semblent avoir des origines différentes.

L'échantillon contient certains terpènes en commun avec [LHSN] mais accompagné d'autres molécules. Ainsi, il contient de la friedelin qui est accompagné de D-Friedoolean-14-en-3-one. Mais cet échantillon se caractérise surtout par la présence importante de taraxerol et de taraxasterol (Figure 170). Ces terpènes ont déjà été retrouvés dans la tourbe (voir *supra*), et pourraient donc provenir du combustible utilisé. Il contient également de petites quantités de cholestanol qui prouvent la présence de graisses animales et qui ne semblent pas provenir du sol environnant.

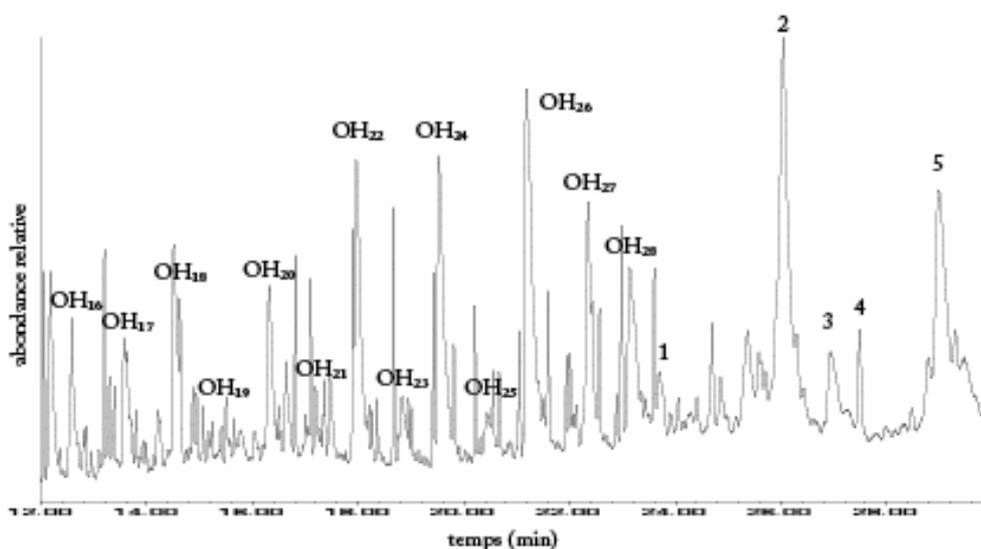


Figure 170 – Chromatogramme partiel (12-30 min) de la fraction neutre 3 de l'échantillon [LHF5]. OH<sub>n</sub>, 1-alcanol ; 1, cholestanol ; 2, coélution du stigmasterol et du taraxerol ; 3, taraxasterol ; 4, stigmasterol-4-en-3-one ; 5, D:A-Friedooleanan-3-ol, (3.alpha.)-

Les méthyles cétones contenus dans l'échantillon présentent une distribution similaire à [LHSN] avec une dominance du 2-nonacosane (2-K<sub>29</sub>) (Figure 171). Il contient également des cires bien que certaines soient insaturées. Les 1-alcanones présentent une distribution

dominée par le 1-hexacosanol mais qui est beaucoup moins marquée que [LHSN] (Figure 170).

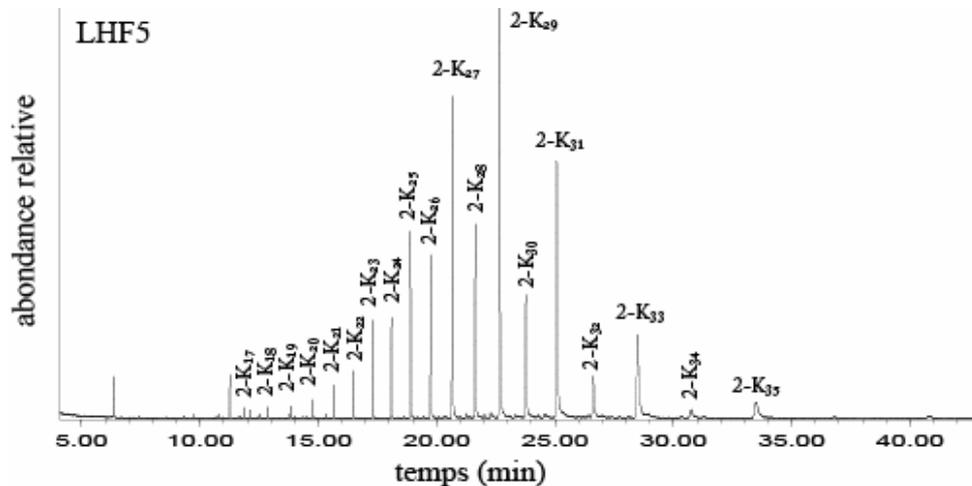


Figure 171 – Distribution des méthyles cétones. Chromatogramme d'ion sélectif (ion 59) de l'échantillon [LHF5]

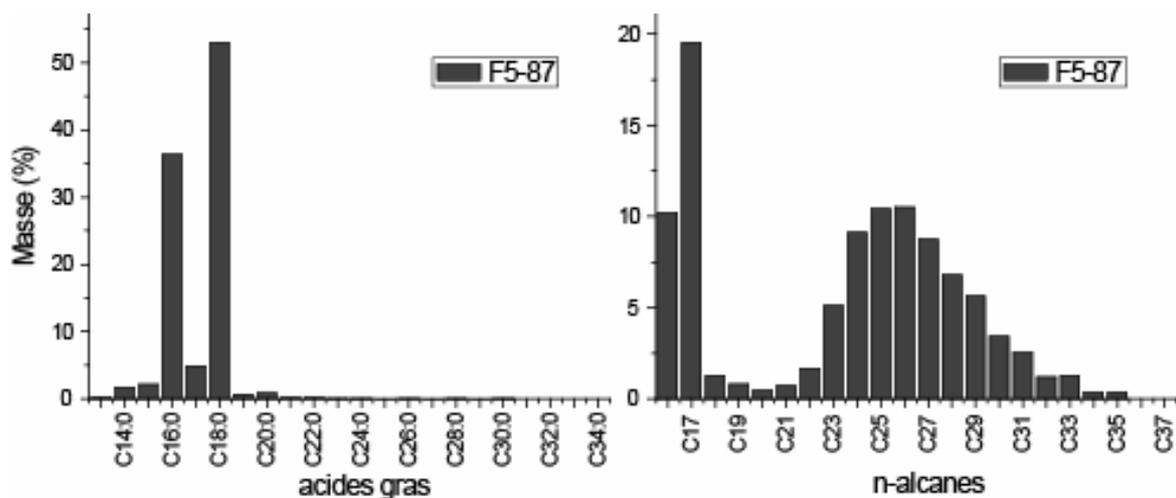


Figure 172 – Distribution des acides gras saturés et des n-alcanes de la roche [F5-87]

L'analyse de la composition de la roche F5-87 (Figure 172) nous a apporté des informations complémentaires en précisant certaines fonctions de cette structure. En effet, ce schiste s'est révélé être très riche en quantité de matière organique extraite (41,8mg/120g de roche) et notamment en acides gras (90,20  $\mu\text{g}\cdot\text{g}^{-1}$ ). Ces derniers sont à plus de 99,60% des acides gras de courtes chaînes dominé par C<sub>18:0</sub>. Ils présentent donc une distribution différent fortement de celle observée dans les échantillons de sols (Figure 172). Ce type de distribution est typique de celle observée dans les graisses animales de grands mammifères. Le taux de C<sub>16:0</sub>/C<sub>18:0</sub> (0,69) est proche de ceux observés dans de nombreuses céramiques de ce site (*voir infra*). A l'exception de faibles quantités de différents isomères de C<sub>18:1</sub>, la roche ne contient



qui peuvent être des résidus de la dégradation provoquée par la cuisson. De plus, elle contient également des  $\gamma$ -lactones qui sont un produit de dégradation secondaire des acides gras insaturés.

#### **III.2.2.2.4. Discussion**

Nous pouvons donc constater une forte ressemblance dans la composition des échantillons [LHSN] et [LHF5] qui porte clairement une signature chimique typiquement végétale. Cependant, de petites différences, comme la distribution des n-alcanes ou la présence de certains stérols tendent à montrer que l'origine de la matière organique n'est pas la même dans les deux échantillons. Le foyer porte des traces légères de matière organique d'origine animale qui semble être différente de celle provenant de l'anthropisation du sol.

L'échantillon du foyer semble plus dégradé que celui du sol naturel (perte de masse, valeur plus faible du CPI). Cependant, il ne porte pas ou plus les signatures typiques de cendres (March et al. 2003a; March & Lucquin 2006, sous-presse; March & Soler Mayor 1999). Donc, s'il y a eu dégradation thermique, elle a dû être très faible. Le sédiment de remplissage du foyer pourrait être également le résultat d'un mélange avec du sédiment déposé suite à l'abandon de la structure et de résidus de la combustion préliminaire. Quoiqu'il en soit, cet échantillon ne montre pas le profil classique des lipides thermoaltérés. Ces résidus pourraient finalement résulter d'un mélange des produits organiques décomposés mais non thermoaltérés. De toute façon, ces lipides sont différents de ceux qui sont trouvés dans le sédiment témoin. De même, la composition du sédiment témoin résulte à la fois du contexte environnemental mais aussi des activités humaines (notamment la présence de stéroïdes d'origine animale) traduisant son anthropisation et rendant l'interprétation du remplissage de la structure bien plus complexe.

La roche porte de nombreux marqueurs de dégradation de matière organique provoquée principalement par l'action thermique (acides dicarboxyliques, alcanes, méthyles cétones courtes, 14-K<sub>29</sub>, 16-K<sub>31</sub>, 16-K<sub>33</sub>, 18-K<sub>35</sub>, cires,  $\gamma$ -lactones). Il semble donc raisonnable d'émettre l'hypothèse fonctionnelle de l'utilisation de la structure de combustion comme un foyer servant à chauffer des roches pour la réalisation de pierrades. Cette roche porte clairement de la matière organique d'origine animale. La distribution des acides gras saturés et notamment du rapport C<sub>16:0</sub>/C<sub>18:0</sub> rapproche l'origine de cette matière de la viande de ruminant et plus précisément de cervidés bien que l'on ne puisse exclure la présence de suif

de mouton voire de viande d'aurochs (dont la composition nous est inconnu mais qui pourrait s'approcher du bison).

### III.2.2.3. Le foyer du Haut-Charles

#### III.2.2.3.1. Présentation, description et analyse du fonctionnement

La fouille du foyer a suivi un protocole similaire au précédent foyer et son démontage a été réalisé en trois passes différentes suivant la stratigraphie interne de la structure ou celle imposée par le matériel.

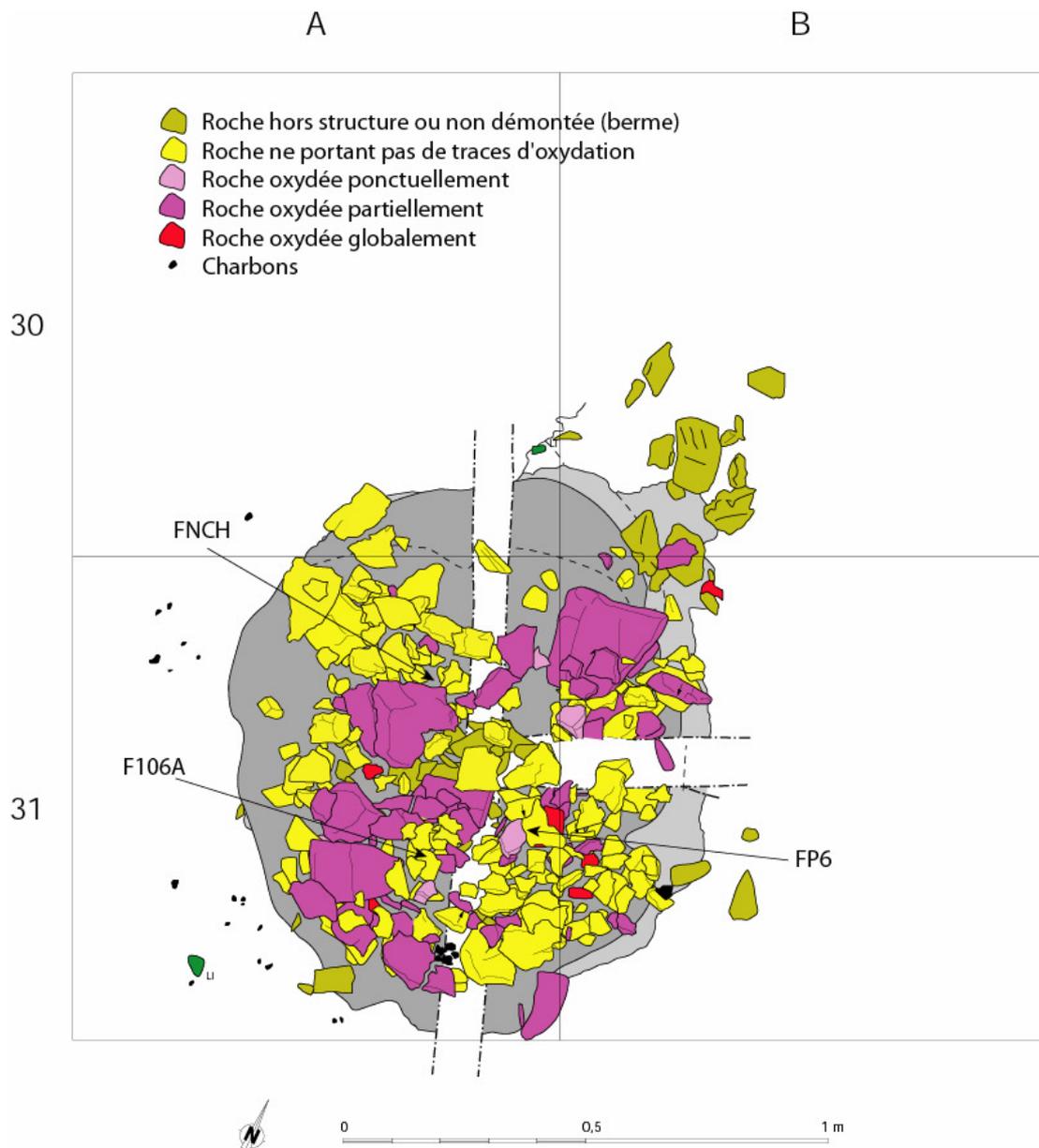


Figure 174 – Plan de la structure de combustion, positionnement des échantillons de chimie organique et emplacement des oxydations des roches étudiées

La structure de combustion (Figure 174) retrouvée lors de la fouille est un foyer en cuvette creusé dans le talus. La cuvette est conservée en profondeur sur une dizaine de centimètres environ. Son diamètre est d'environ 1,10m et est légèrement tronqué (environ 10cm) dans son angle est par le fossé médiéval. Le sédiment de la cuvette est très peu oxydé (ponctuellement) et est surtout noirci et recouvert de charbons. La cuvette est remplie de roches mais qui ne semblent pas correspondre à son aménagement volontaire (distribution spatiale non structurante ne suivant pas la morphologie de la cuvette et reposant rarement directement sur le fond de la structure, de plus certaines roches sont inclinées en direction de l'extérieur de la structure). La cuvette est remplie de charbons très bien conservés et en quantités importantes. D'après l'aspect des charbons retrouvés sous certaines roches, le module initial semble correspondre à de petites branches de 0,5 à 1,5cm de diamètre (Figure 175). Sur ces charbons sont donc placés des roches (schistes) portant de faibles traces de thermoaltérations (voir *infra*) ainsi qu'une quantité importante d'esquilles de schistes qui ont dû être produites lors de la chauffe de ces blocs. Aucun autre type de vestiges n'a été retrouvé dans cette structure.

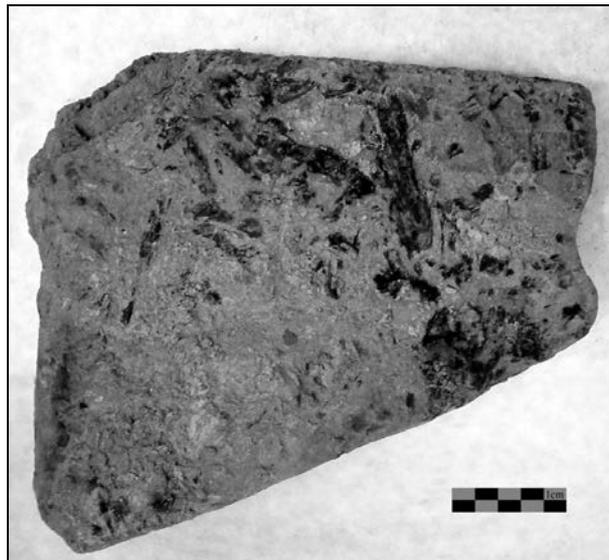


Figure 175 – Blocs de schiste présentant sur sa face inférieure des traces de branches carbonisées

L'analyse des roches chauffées nous permet de compléter les observations réalisées lors de la fouille de la structure. Au total, 279 roches ont été décrites suivant une trentaine de variables (March & Soler Mayor 1999; March et al. 2003b) caractérisant les altérations de l'action du feu allant de leur position dans la structure, à leur oxydation en passant par leurs dimensions... Cependant trois individus sont en réalité des petits groupements d'esquilles relevés comme un seul objet.

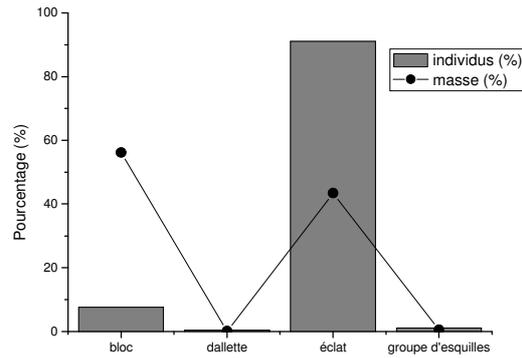


Figure 176 - Morphologie des roches du foyer

Morphologie	Individu (nombre)	Individu (%)	Masse (g)	Masse (%)
bloc	21	7,5	16 420,4	56,1
dalle	1	0,4	10,2	0,03
éclat	254	91	12 689,8	43,4
gr. esquilles	3	1,1	137,1	0,5
<b>Total</b>	<b>279</b>	<b>100</b>	<b>29 257,6</b>	<b>100</b>

Tableau XVIII – Morphologie des roches du foyer

La structure contient une masse de roches (supérieures à 3cm) de 29,258kg. La morphologie de ces roches est à plus de 91% celles d'éclats (254 individus), seulement vingt trois ont une forme de blocs et une de dalle (Figure 176 et Tableau XVIII). Cependant l'apport de masse des blocs dans la structure reste plus important (56,1%) que celui des éclats (43,4%). La masse des roches est comprise entre 3,1g et 6130g, avec une moyenne de 104,9g, mais dont l'écart type est très important, 408,9. L'historgramme de ces masses (Figure 177) présente une distribution décroissante avec l'augmentation de la masse. La classe de masse la plus représentée est celle inférieure à 100g. Si l'on précise cet histogramme pour cette première classe, on constate que le maximum correspond aux masses entre 10g et 15g. Donc, le remplissage rocheux de la structure est composé d'éclats de faible masse. Le module des roches suit le même phénomène (Figure 178). L'historgramme des longueurs montre la forte représentation des fragments de petites tailles (dominé par les roches entre 40mm et 60mm de long) bien que la longueur maximale des roches soit de 250mm. La comparaison entre la longueur et la largeur des roches montre une forte corrélation ( $R=0,87$ ), la largeur augmentant avec la longueur de la roche selon un rapport de 0,66. La corrélation entre la longueur et l'épaisseur est moins forte ( $R=0,69$ ), il y a donc une variabilité plus importante de l'épaisseur des fragments obtenue lors de la chauffe. Cependant, comme l'indique le diagramme ternaire,

on voit que le module des roches forme un groupe très homogène comme pour le foyer du sondage 2. Ainsi, quelque soit la dimension des fragments obtenus, leur module sera très proche. Cependant, on constate que la fragmentation de ces roches est ici beaucoup plus importante.

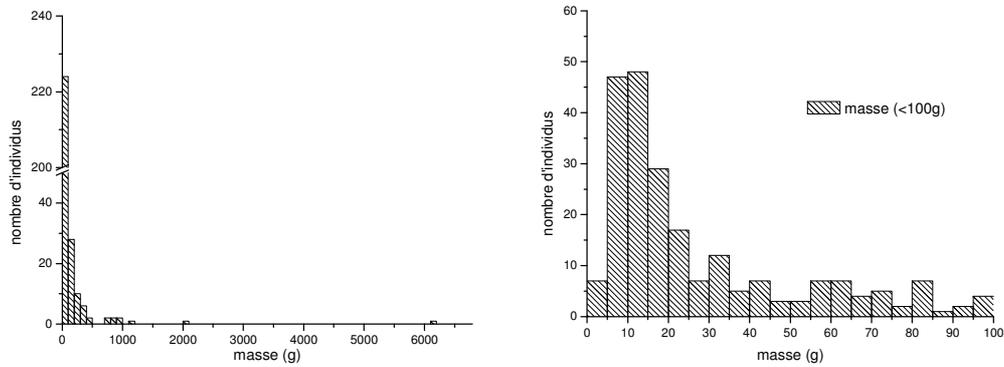


Figure 177 – Histogramme des masses des roches du foyer (à gauche totale, à droite <100g)

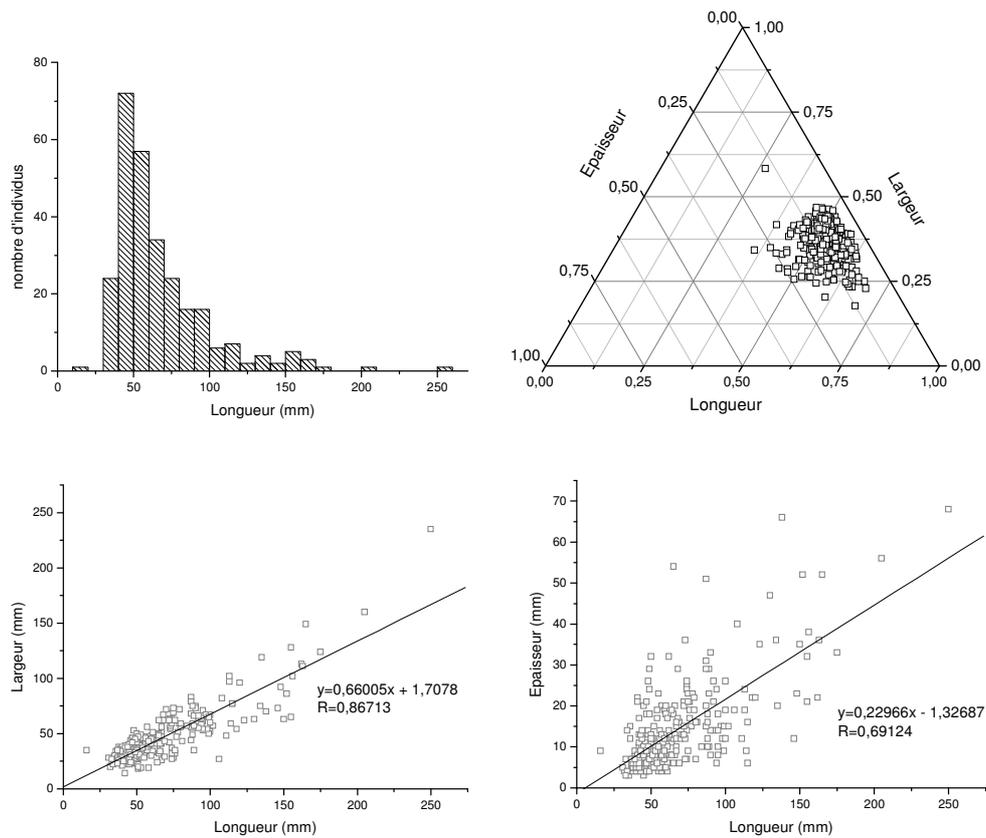


Figure 178 – Dimension des blocs de schiste (histogramme des longueurs, diagramme ternaire des dimensions, nuages de points et courbe de corrélation longueur largeur et longueur épaisseur)

Peu de roches se sont révélées être entières (Figure 179 et Tableau XIX). En conséquence, le type de fragments est de forme polyédrique, majoritairement polyédrique plat (42,7%) puis polyédrique concave (23,3%). De plus, on constate que les fractures principales de ces roches (Figure 180 et Tableau XX) sont majoritairement (70,6%) plates ou proche d'une fracture plate (plate courbe et plate irrégulière). La fracturation thermique des roches de schiste est donc très régulière et suit un délitement, ce qui conditionne la forme des fragments obtenus, suite à leur fracturation. Ceci joue aussi sur l'épaisseur des fragments, laquelle est relativement plus faible que celle observée pour d'autres types de roches employées pour la confection de foyers.

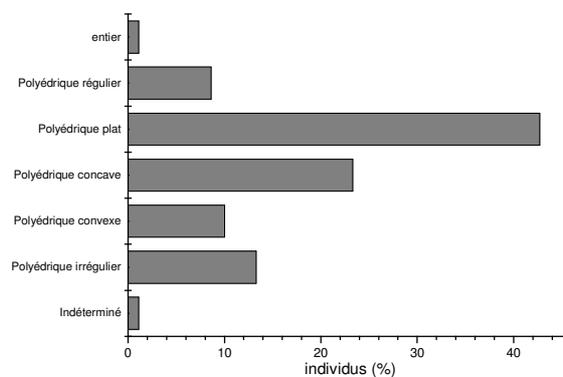


Figure 179 – Type de fragments des roches du foyer

Type de fragment	Individus (nombre)	Individus (%)
entier	3	1,1
Polyédrique régulier	24	8,6
Polyédrique plat	119	42,7
Polyédrique concave	65	23,3
Polyédrique convexe	28	10,0
Polyédrique irrégulier	37	13,3
Indéterminé	3	1,1
<b>Total</b>	<b>279</b>	<b>100</b>

Tableau XIX – Type de fragments des roches du foyer

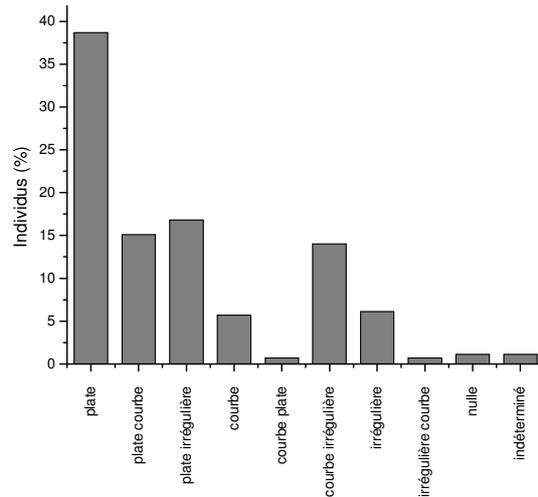


Figure 180 – Fracture principale des roches du foyer

Fracture principale	Individus (nombre)	Individus (%)
plate	108	38,7
plate courbe	42	15,1
plate irrégulière	47	16,8
<b>sous total plate</b>	<b>197</b>	<b>70,6</b>
courbe	16	5,7
courbe plate	2	0,7
courbe irrégulière	39	14,0
<b>sous total courbe</b>	<b>57</b>	<b>20,4</b>
irrégulière	17	6,1
irrégulière courbe	2	0,7
<b>sous total irrégulière</b>	<b>19</b>	<b>6,8</b>
nulle	3	1,1
indéterminé	3	1,1
<b>Total</b>	<b>279</b>	<b>100</b>

Tableau XX – Fracture principale des roches du foyer

Il est difficile d'estimer la charge initiale de la structure sans la réalisation de remontage. Cependant, si l'on se concentre sur les blocs, ils présentent une masse moyenne de  $610,8g \pm 1048,7g$ . Si l'on divise la masse totale des roches en dehors de celles des blocs par cette moyenne, on peut estimer un nombre de blocs initiaux de 21 individus auxquels il faut ajouter les 21 blocs déjà présents dans la structure, soit un total de 42 blocs de schistes<sup>18</sup>. La

<sup>18</sup> Ce calcul est une estimation informative ne prenant pas en compte la masse des esquilles (<30mm) et donc la globalité de la structure.

forte quantité d'éclats de petites tailles refléterait donc ici l'intensité de la thermoaltération de ces blocs, se réduisant progressivement en esquilles.

type de thermoaltération	Emplacement de l'oxydation	Individus (nombre)	Individus (%[%rose])
non visible	Nul	206	73,8
noire sombre	Partiel	1	0,4
rose	Global	9	3,2[12,5]
	Partiel	59	21,1[81,9]
	Ponctuel	4	1,4[5,6]
<i>sous total rose</i>		<i>72</i>	<i>25,8[100]</i>
<b>Total</b>		<b>279</b>	<b>100</b>

Tableau XXI – Type de thermoaltération et emplacement de l'oxydation des roches

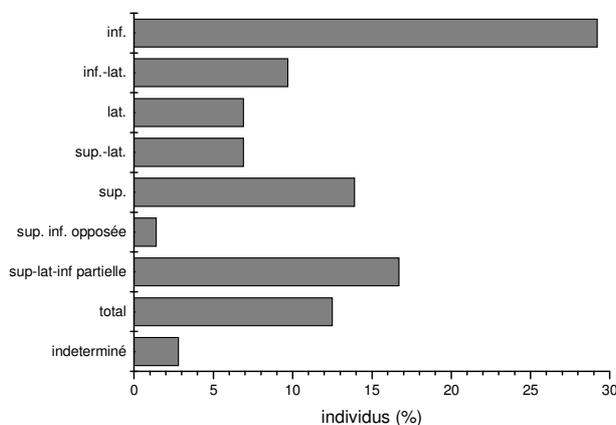


Figure 181 – Position des oxydations

En ce qui concerne la modification de colorations, nous rappelons que le schiste de Lillemer ne se modifie qu'à haute température (à partir de 600°C). C'est pour cela que l'étude de ces colorations s'est avérée difficile. Cependant, soixante-treize roches (26,2%) ont présenté une modification visible de leur coloration, bien que les autres ne puissent être considérées comme non thermoaltérées (Tableau XXI), ce qui est bien plus important que dans le foyer du sondage 2. L'une d'elles présente une coloration noire sombre, non retrouvée expérimentalement (noir de fumée ?) ainsi qu'une oxydation du sédiment sous-jacent. Il semble que cette roche corresponde à un bloc du talus dont une extrémité affleurerait dans la cuvette. Cette roche a dû se retrouver partiellement oxydée lors de l'utilisation du foyer. Les autres soixante-douze roches présentaient toutes une altération rosée plus ou moins intense. La grande majorité de ces roches présentent une coloration partielle (81,9%). Les colorations globales ou ponctuelles sont donc très peu représentées. La position de ces oxydations (Tableau XXII et Figure 181) est principalement inférieure, 29,2% présentent des altérations

uniquement sur leur face inférieure. Ensuite 16,7% ont une distribution des oxydations supérieure-latérale-inférieure mais seulement partielle, 13,9% uniquement supérieure et 12% totale. Les autres positions sont présentes à moins de 10%. Cependant, 69,4% de ces roches ont au moins la face inférieure oxydée contre 52,8% pour la face latérale et 51,4% pour la face supérieure. Ainsi seulement 27,8% des roches ne portent pas de traces d'oxydation inférieure, les roches semblent donc avoir été chauffées par le dessous. De plus, il y a aussi un nombre important d'oxydation inférieure, latérale et supérieure mais partiellement oxydées (16,7%), confirmant que l'oxydation des roches n'est pas à cœur.

Position de l'oxydation	Individus (nombre)	Individus (%)
inf.	21	29,2
inf.-lat.	7	9,7
lat.	5	6,9
sup.-lat.	5	6,9
sup.	10	13,9
sup. inf. opposée	1	1,4
sup-lat-inf partielle	12	16,7
total	9	12,5
indéterminé	2	2,8
total	72	100,0

Tableau XXII – Position des oxydations

L'étude spatiale de ces thermoaltérations (Figure 182) montre que les roches oxydées forment une concentration comprenant le centre de la structure, le quart sud ouest et le quart nord est. C'est donc dans cette zone que les températures maximales ont été atteintes. On constate que ni les roches globalement oxydées ni celles ponctuellement oxydées ne forment une concentration particulière au sein des roches portant des traces de thermoaltération. Si nous observons plus particulièrement la position de ces oxydations sur la roche dans l'espace du foyer (Figure 182), on constate qu'il y a des différences de répartition entre la position supérieure et inférieure, la position latérale semblant être un intermédiaire. Ainsi, les roches oxydées dans leur partie supérieure forment un arc de cercle qui suit la paroi sud ouest de la cuvette ainsi qu'une concentration centrée autour de la roche 194 dans l'angle nord est qui est la roche qui a les plus grandes dimensions de la structure. De plus, ces roches ont été principalement démontées dans la passe 1, indiquant leur position élevée dans la structure. Au contraire, les roches oxydées sur la face inférieure ne présentent pas de telles concentrations et sont réparties de façon plus homogène dans la structure. En attendant la réalisation de remontages, nous pouvons envisager que cette différence de distribution spatiale indiquerait

que la source de chaleur aurait pu être située en dessous des roches. Cependant, il faudrait donc expliquer la présence des roches altérées dans leur face supérieure en périphérie du foyer dans la paroi sud-ouest et même dans la zone centrale. Nous pouvons donc être en présence de roches introduites dans le foyer à différents stades de son fonctionnement, certaines auront été placées directement sur le feu, tandis que d'autres sont le résultat d'une altération par un feu supérieur ou bien ne sont pas dans leur position de fonctionnement initiale, ou encore sont le résultat d'un remplissage du foyer postérieur à son arrêt. L'étude des remontages nous permettra d'éclaircir sans doute ce problème.



Figure 182 – Plan de distribution des oxydations à la surface des roches (supérieure, latérale, et inférieure)

Ainsi, l'étude des thermoaltérations à haute température tend à montrer au moins que le fonctionnement du foyer correspondrait à des roches posées sur des braises incandescentes ou des brandons. Les roches ainsi déposées ont faiblement été chauffées et ont stoppé la combustion des braises, comme il a déjà été observé expérimentalement (Dumarçay et al. 2005). Cependant, le chauffage des pierres a été suffisamment important pour provoquer la formation de nombreuses esquilles à partir des blocs utilisés.

Ainsi, nous avons pu mettre en ébauche un premier fonctionnement hypothétique de cette structure. Mais pourquoi chauffer à haute température les roches par le dessous ? S'agit-il là d'un phénomène lié à la fonction ou simplement un moyen d'arrêter la combustion avant un abandon de la structure ?

### III.2.2.3.2. Echantillonnage

Lors de la fouille, nous avons réalisé des prélèvements du sédiment de remplissage de la structure. Nous avons réalisé l'analyse de deux de ces échantillons (Figure 174). Le premier est un sédiment noir très charbonneux provenant de la moitié ouest de la structure [FNCH] (Passe 2). Le second est un sédiment gris/noir, mais beaucoup moins charbonneux, se situant dans le centre sud-est du foyer prélevé entre les roches et les esquilles lors de la passe 2 [FP6]. Nous avons déjà vu que des branches carbonisées ont été retrouvées écrasées sous des blocs de schiste (Figure 175). Le prélèvement [FCH] correspond donc à ces charbons.

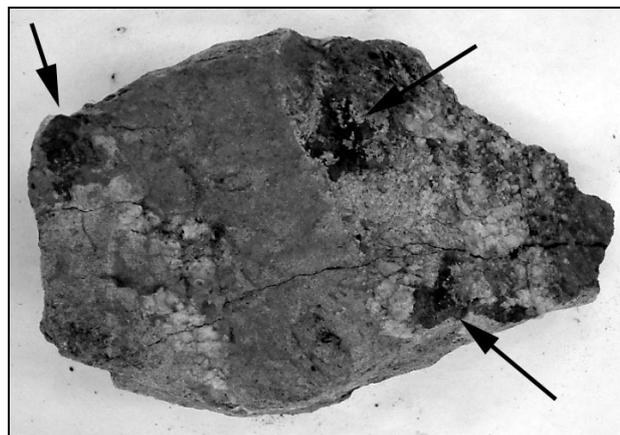


Figure 183 – Roche n°106 du foyer avec localisation du prélèvement des adhérences

Les roches de la structure présentant des traces de noircissement pouvant être d'origine organique sont peu nombreuses et de petite taille, nous avons donc focalisé l'analyse sur les adhérences présentes en grande quantité à la surface de la roche n°130 (Figure 183) [F130A]. A cette roche s'ajoutent deux esquilles portant un noircissement organique et provenant du fond de la structure, [F226] et [F235]. Nous avons également réalisé un prélèvement de

sédiment non altéré du talus (dans la coupe au niveau de la ligne de mètre 28) afin de servir de témoin [TALUS].

### III.2.2.3.3. Résultats

#### III.2.2.3.3.1. Acides gras

Les différents échantillons provenant du foyer et du talus présentent des concentrations en acides gras du même ordre de grandeur à l'exception de [F226] et de [F235] qui sont bien moins concentrés (Figure 184). On constate que les deux échantillons de sédiments du foyer ne présentent pas la même concentration indiquant qu'il y a des variations internes à la structure. De plus, les valeurs observées sont supérieures à celles du charbon montrant ainsi que les charbons ne sont pas l'unique source de matière organique de la structure.

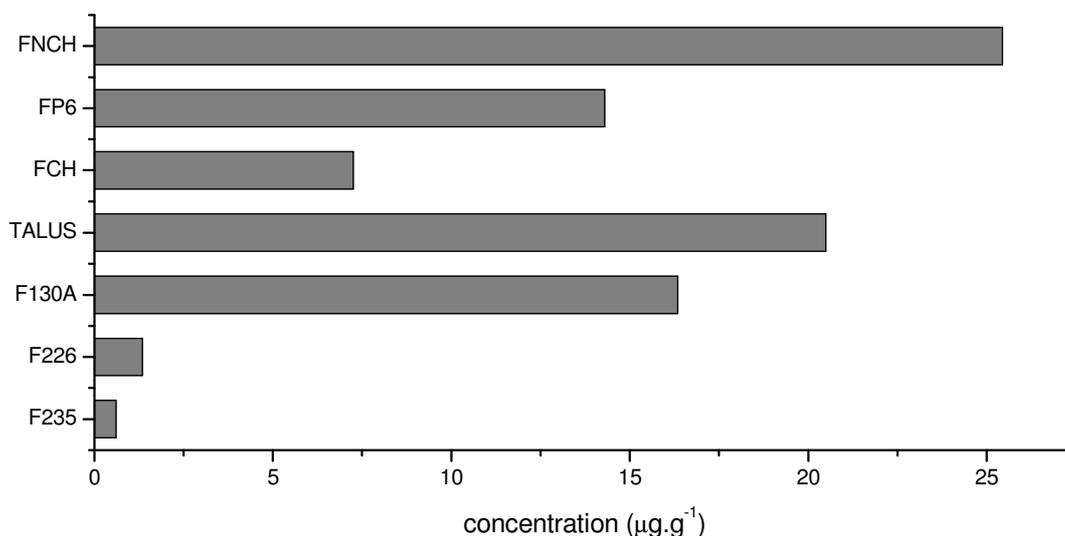


Figure 184 – Concentration en acides gras saturés des échantillons du foyer et du talus

Les acides gras provenant des deux échantillons de sédiment du foyer présentent une distribution typique d'origine végétale (Figure 185). Ainsi, les longues chaînes sont largement dominantes à 90,65% pour [FNCH] et 81,09% pour [FP6], mais sont partiellement dégradées (leur CPI est de 3,25 et 2,39 respectivement). Il en est de même pour le  $\text{CPI}_{(\text{acides courts})}$  dont les valeurs sont faibles (respectivement 9,83 et 7,30). Ces deux échantillons se ressemblent fortement. Cependant, nous pouvons constater que le rapport  $\text{C}_{16:0}/\text{C}_{18:0}$  est plus important dans [FP6] (3,83 pour [FP6] et 1,47 pour [FNCH]), que  $\text{C}_{14:0}$  est plus important que  $\text{C}_{18:0}$  pour [FP6], et que les dominances au sein des longues chaînes diffèrent légèrement. Ainsi, bien que les deux échantillons soient dominés par  $\text{C}_{28:0}$ , [FP6] présente des proportions plus importantes de  $\text{C}_{26:0}$  et  $\text{C}_{24:0}$ . Il semble donc exister une légère variabilité dans le contenu

organique de la structure qui peut être due à un état d'altération différentiel ou à des origines différentes. Cependant, ces deux échantillons présentent une distribution qui est nettement d'origine végétale. L'échantillon témoin du talus possède une distribution également d'origine végétale. Ainsi les longues chaînes sont dominantes à 93,92%, pourcentage proche de celui observé dans [FNCH]. De même, comme dans FNCH, les acides dominants parmi ces longues chaînes sont C<sub>28:0</sub> puis C<sub>30:0</sub> et C<sub>26:0</sub> bien que les teneurs en C<sub>28:0</sub> et C<sub>30:0</sub> soient très proches entre elles. Cependant, son CPI<sub>(acides longs)</sub> est plus faible (2,56) et on constate une teneur assez importante de C<sub>25:0</sub> comme dans [FP6]. De plus, la distribution des courtes chaînes est différente, plus proche de celle observée pour [FP6] avec un rapport C<sub>16:0</sub>/C<sub>18:0</sub> de 2,88 et une teneur de C<sub>14:0</sub> plus importante que de C<sub>18:0</sub>. Au contraire la valeur de son CPI<sub>(acides courts)</sub> est plus élevée que pour les deux échantillons du foyer. Ainsi, l'échantillon témoin possède certaines caractéristiques proches des deux échantillons du foyer, mais non communes. Ces trois échantillons, bien que très proches semblent donc avoir des origines différentes.

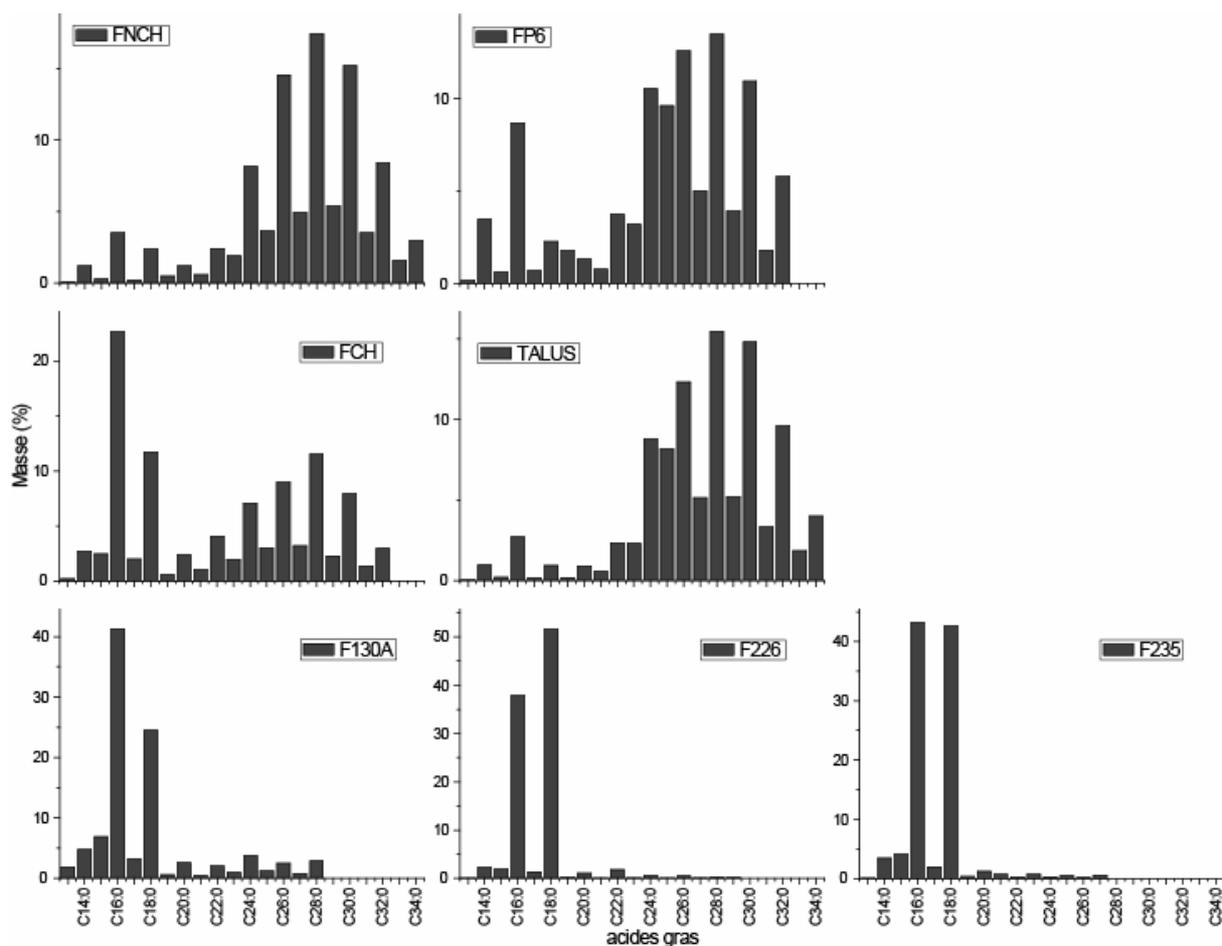


Figure 185 – Distribution des acides gras saturés des échantillons en relation avec le foyer

Les acides gras de longues chaînes sont le témoignage de l'origine végétale et proche de leur distribution à l'état naturel. Cependant dans [FP6], leur proportion plus faible par rapport aux courtes chaînes, tout comme la valeur de son CPI et de manière générale la plus forte proportion de chaînes impaires semblent indiquer une altération provoquée par la combustion. La plus forte proportion d'acides de courtes chaînes dans [FP6] peuvent également s'expliquer par une contribution d'origine animale. Dans [FNCH], la distribution d'acides gras de courtes chaînes est nettement différente, ce qui montrerait donc une divergence d'origine anthropique.

La distribution de ces acides dans le charbon [FCH] présente une proportion d'acides gras de longues chaînes moins importante (55,31%) que celle observée précédemment. Néanmoins, ils sont également dominés par  $C_{28:0}$  suivi de  $C_{26:0}$  comme dans [FP6]. Leur  $CPI_{(acides\ longs)}$  indique une conservation légèrement meilleure (3,47) alors que le  $CPI_{(acides\ courts)}$  est du même ordre de grandeur (7,69). La distribution des acides courts est sensiblement différente. Le rapport  $C_{16:0}/C_{18:0}$  est de 1,93 mais il y a surtout une proportion bien moins importante de  $C_{14:0}$ .

Les distributions d'acides gras observées dans les roches chauffées sont nettement différentes de celles du sédiment de la structure et il n'y pas eu de contamination de ce dernier. L'adhérence [F130A] présente une distribution largement dominée par les acides gras de courtes chaînes (85,57%) qui généralement correspond à une origine animale. Le  $CPI_{(acides\ courts)}$  est relativement faible (6,27). Le rapport  $C_{16:0}/C_{18:0}$  est de 1,88. Il correspond à celui que l'on retrouve dans les grands mammifères domestiques (bœuf, porc, mouton). Les longues chaînes sont dominées par  $C_{24:0}$  et présentent une dégradation similaire à celles observées dans les sédiments du foyer (son  $CPI_{(acides\ longs)}$  est de 3,57). Les deux esquilles sont également largement dominées par les acides gras courts (96,45% pour [F226] et 96,93% pour [F235]) mais le  $CPI_{(acides\ courts)}$  est beaucoup plus élevé que ceux observés précédemment (26,84 pour [F226] et 14,20 pour [F235]). Les rapports  $C_{16:0}/C_{18:0}$  sont plus faibles que dans l'adhérence (0,73 pour [F226] et 1,01 pour [F235]). Les acides de longues chaînes présentent un état de conservation faible pour [F235] (0,37) et élevé pour [F226] (7,22).

La faible occurrence d'acides gras insaturés dans les échantillons de sédiments (différents isomères de  $C_{16:1}$ ,  $C_{18:1}$  et  $C_{18:2}$ ) semble indiquer qu'il n'y a pas eu de pollution récente de la matière organique notamment des couches sédimentaires supérieures. Les autres

échantillons contiennent également de faibles quantités d'acides insaturés bien qu'ils soient en proportions plus importantes dans [F130A].

Les échantillons de sédiments du foyer et du talus contiennent également d'importantes proportions d'acide azélaïque provenant de la dégradation des acides insaturés et d'acides gras ramifiés (monométhyles) indiquant une forte dégradation bactérienne. Ils sont également présents mais de manière moins importante dans les autres échantillons. De plus, le talus contient de faibles quantités d'acide phytanique provenant de matière organique animale.

#### III.2.2.3.3.2. Hydrocarbures

Les concentrations en n-alcanes des échantillons de sédiments et de charbons sont équivalentes. Ces concentrations sont beaucoup plus importantes pour [F130A] et au contraire bien plus faibles pour les deux esquilles brûlées (Figure 186).

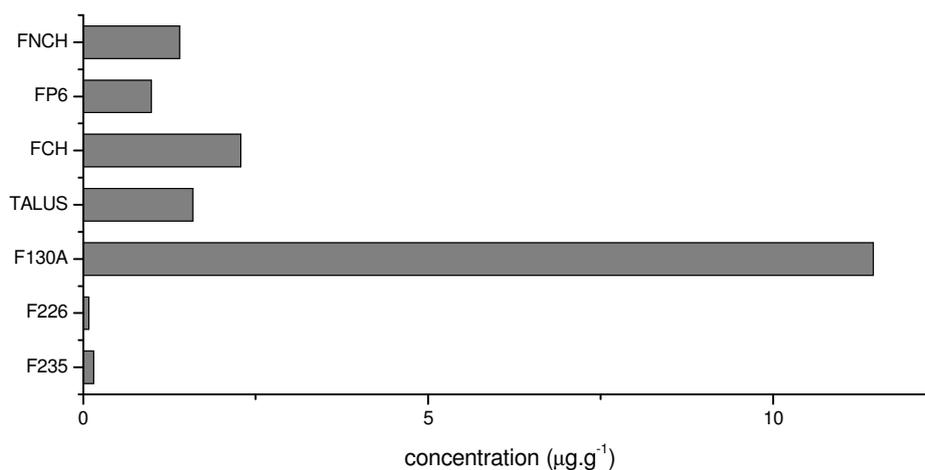


Figure 186 – Concentration des n-alcanes des échantillons relatifs au foyer et du talus

Les observations réalisées sur les n-alcanes sont similaires à celles de acides gras (Figure 187). Ainsi, même si les deux prélèvements de sédiments du foyer présentent une bonne conservation des alcanes (leur CPI est de 5,30 pour [FNCH] et 4,76 pour [FP6]), ils diffèrent légèrement dans leur distribution. En effet, FNCH est nettement dominant en C<sub>29</sub> alors que FP6 présente des quantités de C<sub>29</sub> et C<sub>27</sub> très proches. Ces deux distributions peuvent correspondre à des origines végétales différentes. Nous constatons donc la même variabilité et [FP6] semble légèrement plus altéré que [FNCH]. Cependant, le témoin provenant du talus a une composition proche de [FNCH], bien que la teneur en C<sub>27</sub> soit plus importante dans ce dernier. Nous pouvons donc constater que le sédiment du foyer contient de la matière

organique d'origine végétale mais dont la composition diffère légèrement d'un échantillon à l'autre. [FP6] est encore l'échantillon dont la dégradation est la plus importante bien que peu marquée comme l'indique son CPI et une dominance des chaînes paires en C<sub>24</sub>. Néanmoins, cette matière est très proche des végétaux à leur état naturel ainsi que de celle observée dans le talus notamment pour [FNCH]. [FNCH] est un prélèvement très charbonneux et nous avons pu observer de nombreux charbons épars dans le talus à proximité du foyer. La ressemblance de ces deux échantillons pourrait donc s'expliquer par la présence de charbons microscopiques dans le talus qui seraient donc la source principale de lipides pour les acides et les alcanes de longues chaînes, bien que les distributions paraissent peu dégradées pour des charbons.

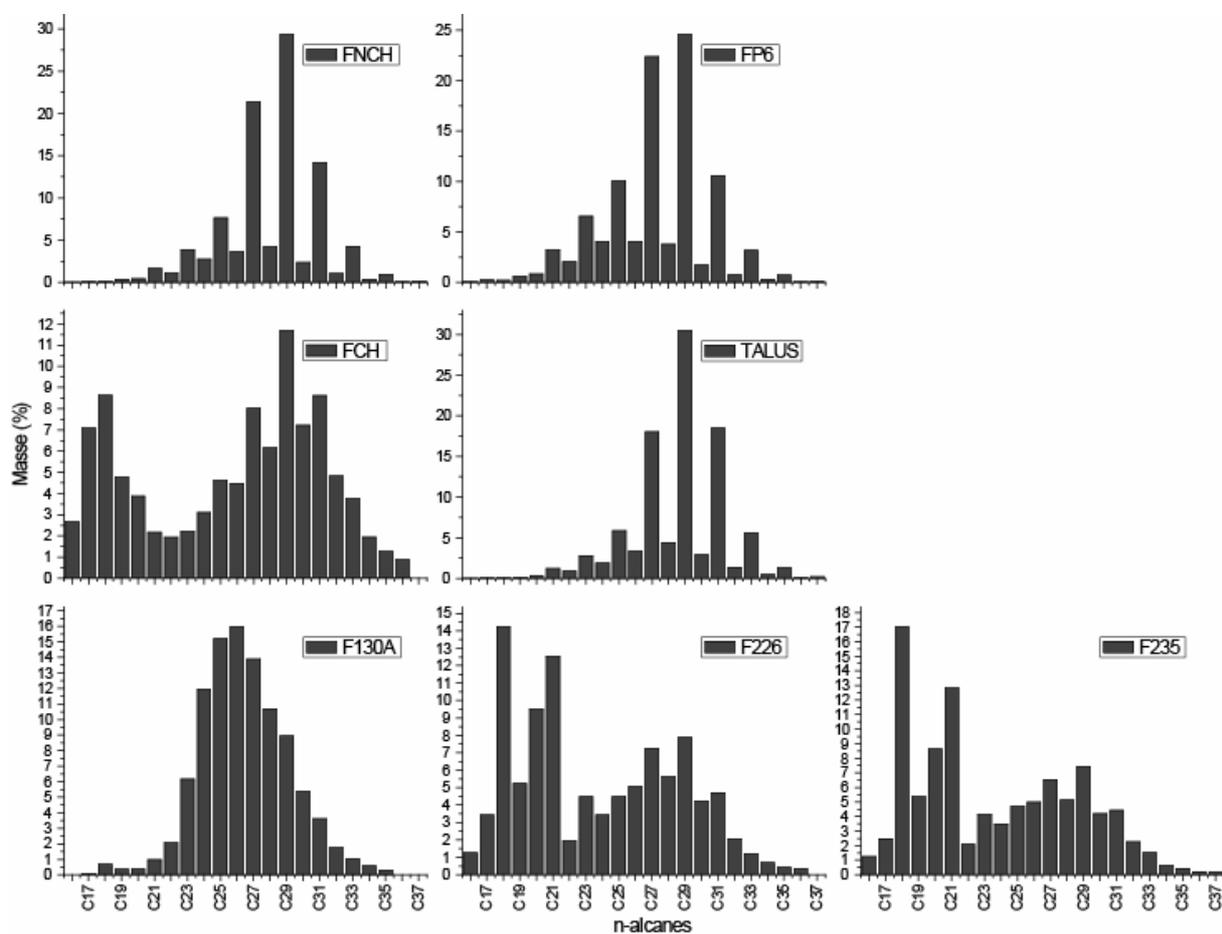


Figure 187 – Distribution des n-alcanes des échantillons en relation avec le foyer

La distribution des alcanes semble confirmer cette hypothèse. En effet, C<sub>29</sub> est également l'alcane dominant. Cependant, cette distribution est très dégradée avec un CPI<sub>(alcanes)</sub> faible (1,31). De plus, les alcanes courts sont présents en proportion importante (23,15%), dominée par C<sub>18</sub>. On retrouve des distributions assez proches pour les deux esquilles de roches chauffées dont les CPI acides sont de 1,57 pour [F226] et 1,58 pour

[F235]. Cependant, elles présentent une proportion plus importante d'alcane courts (24,16% pour [F226] et 26,13% pour [F235]) ainsi qu'une dominance plus nette de C<sub>18</sub> accompagnée de quantités importantes de C<sub>21</sub>. Pour [F130A], la distribution des n-alcane est de type unimodal et lissée (son CPI est de 1,03). Elle correspond à des alcanes altérés thermiquement ou par les bactéries, mais se retrouve également dans de la viande ou des racines crues. L'absence significative d'alcane de courtes chaînes tend à montrer la faiblesse de la thermoaltération subie par la roche.

De plus, l'échantillon de charbon contient de nombreux produits aromatiques dont des quantités très importantes d'anthracène. Cependant, ces hydrocarbures polyaromatiques ne se trouvent pas ou en très faibles quantités dans les autres échantillons.

### III.2.2.3.3.3. Stéroïdes et terpénoïdes

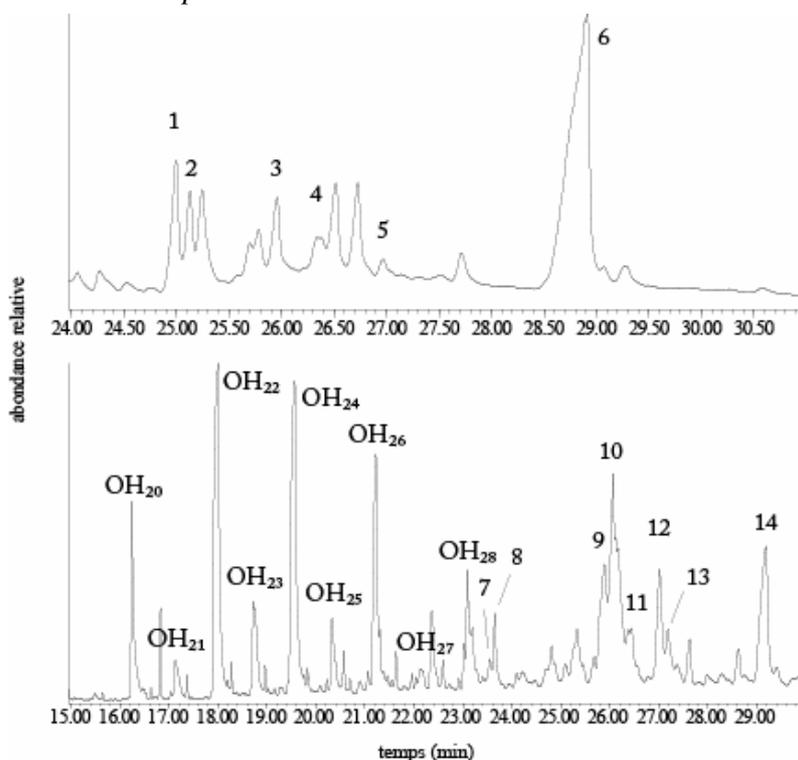


Figure 188 – Chromatogramme partiel de la fraction neutre 2 (24-31 min) et neutre 3 (15-30 min) de l'échantillon [FP6]. OH<sub>n</sub>, 1-alcanol ; 1, D-Friedoolean-14-en-3-one ; 2, A'-Neogammacer-22(29)-ene ; 4, coélution du lupan-3-one et du stigmasta-3,5-dien-7-one ; 5, stigma-4-en-3-one ; 6, friedelan-3-one ; 7, cholestérol ; 8, cholestanol ; 9, sitostérol ; 10, coélution du stigmastanol et du taraxérol ; 11, amyrin ; 12, taraxasterol ; 13, 3β-D:B-Friedo-B':A'-neogammacer-5-en-3-ol ; 14, 3α-D:A-Friedooleanan-3-ol

Les échantillons provenant du foyer et du talus présentent un contenu en terpènes et stéroïdes très similaire (Figure 167). Les molécules présentes sont identiques à celles déjà

retrouvées dans la tourbière et son foyer ou encore sur la butte. Il est intéressant de constater que les échantillons contiennent de petites quantités de stérols d'origine animale (cholestérol et cholestanol).

L'échantillon de charbon contient uniquement de la friedelin, triterpènes provenant de différentes essences d'arbres dont le chêne (Simonsen & Ross 1957; Volkman et al. 2000). Il contient également de petites quantités de cholestérol ( $0,23 \mu\text{g}\cdot\text{g}^{-1}$ ) qu'il aurait pu absorber lors de l'utilisation de la structure. Les deux esquilles de roches contiennent également de faible quantité de cholestérol ( $0,02 \mu\text{g}\cdot\text{g}^{-1}$  pour [F226] et [F235]).

### III.2.2.3.3.4. Autres molécules

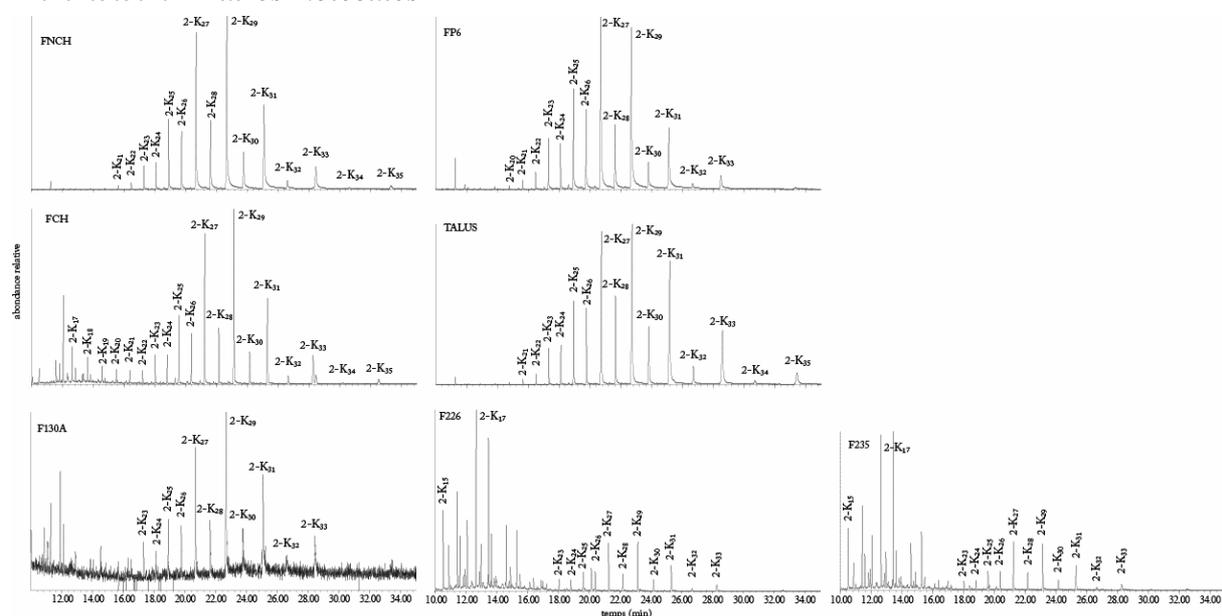


Figure 189 – Distribution des méthyles cétones des échantillons du foyer et du talus. Chromatogramme partiel (10-35 min) d'ion sélectif (ion 59)

Les échantillons contiennent un ensemble de méthyles cétones de longues chaînes dominées par le 2-heptacosanone et le 2-nonacosanone (Figure 189). Elles correspondent donc à de la matière organique d'origine végétale. Seules les deux esquilles brûlées présentent également des méthyles cétones de courtes chaînes dont le 2-heptacosanone. Ils témoignent de la dégradation thermique des acides gras saturés. Les échantillons de sédiments du foyer [FP6] et [FNCH] ainsi que l'échantillon du talus contiennent également des 1-alcanones de longues chaînes présentant des dominances de chaînes paires (Figure 188) qui sont des distributions typiquement végétales. Finalement, les échantillons [F226], [F235] ainsi que les

charbons [FCH] contiennent également des  $\gamma$ -lactones, principalement du  $\gamma$ -palmitolactone et du  $\gamma$ -stéarolactone.

#### **III.2.2.3.4. Discussion**

Ces différentes analyses ont donc montré que le sédiment du foyer présente une composition organique majoritairement d'origine végétale et faiblement dégradée. Quelques traces de cholestérol et de cholestanol montrent que ce foyer a également contenu de la matière organique d'origine animale. De plus, nous pouvons constater une certaine variabilité de la composition organique dans ce foyer. Cependant, le talus présente une composition très proche. Même si les divergences observées dans les distributions rendent difficilement imaginable que le talus ait contaminé dans une certaine mesure le foyer qui présente un excellent état de conservation, nous ne pouvons totalement éliminer cette hypothèse. Cependant, l'analyse des charbons contenus dans le foyer a montré qu'ils présentaient de grande similitude avec le sédiment dans leur composition, bien que plus altérés (distribution d'alcane plus lissée associée à des alcanes courts, présence de  $\gamma$ -lactones et de méthyles cétones courts). Il est donc fortement envisageable que le foyer soit une des sources de la matière organique (par les charbons, fumées et cendres) contenue dans le talus.

Ce foyer très riche en matière végétale a servi à chauffer des roches qui ont été utilisées lors de la préparation de produits animaliers. En effet, ces roches ont été placées sur des braises provoquant leur chauffage mais semblant stopper également le processus de combustion. La matière organique animale semble faiblement altérée. En effet, seul les esquilles portent quelques rares traces d'altérations thermiques (distribution des alcanes, méthyles cétones courts et  $\gamma$ -lactones). De plus, cette matière organique animale semble se concentrer au fond de la structure. Le processus technique de cuisson exacte reste inconnu. Néanmoins, nous pouvons envisager une cuisson plus associée aux braises qu'aux roches chauffées. Les deux esquilles semblent porter de la graisse provenant de cervidés contrairement à l'adhérence [F130A] qui paraît plus se rapprocher des grands mammifères domestiques. Cette différence pourrait s'expliquer par plusieurs phases d'utilisation de la structure. Cependant, nous ne pouvons pas exclure que les esquilles par leur position aient subi une altération thermique suffisante pour modifier significativement le rapport  $C_{16:0}/C_{18:0}$ .

### **III.2.3. Céramiques**

A partir du Néolithique, les pratiques alimentaires sont également et implicitement liées à l'utilisation de récipients en céramiques. Même si les techniques de cuisson liées à ce type de récipients sont moins diversifiées que celles réalisées avec des roches chauffées ou directement avec un foyer, leur connaissance est indispensable pour comprendre les pratiques culinaires. Les céramiques présentes sur le site de Lillemer sont nombreuses et présentent fréquemment des adhérences organiques ou caramels de cuisson, signes de leur utilisation culinaire et d'une bonne conservation de la matière organique.

Le contenu organique d'une céramique est constitué d'un mélange de matières d'origines différentes. Ces mélanges sont à la fois ceux des aliments utilisés pour la recette (selon la définition de Balfet 1991b) et ceux de l'accumulation des différentes cuissons réalisées dans la céramique. Ainsi, la composition entre un caramel de cuisson et l'intérieur d'une céramique peut sensiblement varier, le caramel reflétant généralement les dernières utilisations. Déterminer l'origine des résidus organiques nécessite donc de mettre en évidence dans ces mélanges les différents éléments qui les composent.

#### **III.2.3.1. Echantillonnage**

Un total de vingt-sept échantillons provenant de vingt tessons céramiques a été analysé. Cette sélection est aléatoire mais présente des tessons répartis spatialement dans la zone de fouille portant ou non des adhérences. Nous avons étudié huit tessons céramiques, prélevés en 2002 et 2003 lors de la fouille du sondage 2, répartie en onze échantillons. Ainsi nous avons analysé trois échantillons pour la céramique G4-269 : un échantillon de la face interne, un de la partie médiane et un de la face externe. Cette céramique est à relier à l'échantillon de tourbe [TS269] qui a été prélevé directement sous ces tessons céramiques. Les autres céramiques ont été analysées dans leur partie médiane. De plus, le tesson D12-271 présentait des adhérences brunâtres craquelées qui ont également été étudiés. Ces analyses ont été complétées par douze tessons céramiques correspondant à seize prélèvements (partie médiane de la céramique et adhérence) (Tableau XXIII) provenant de la fouille de la zone du « Haut Charles ». Les adhérences et la partie médiane de la céramique C34-38 ont été mélangées.

	<i>Couleur interne</i>	<i>Adhérences et tâches noirâtres</i>	<i>Épaisseur de la coloration noirâtre (mm)</i>	<i>Prélèvement adhérences</i>	<i>Prélèvement de la partie interne du tessou</i>
<b>Tourbière, sondage 2</b>					
<b>E6-74</b>	Noire		3/6		74C
<b>G4-268</b>	Grise		4/6 (grise)		268C
<b>G4-269</b>	Grise	Adh. noire très fine non dissociable de la face interne			269I, 269M, 269E
<b>G4-270</b>	Brune				270C
<b>D12-271</b>	Brune-noire	Adh. brune foncée craquelée Adh. sableuse	10/13	271A	271C
<b>D11-421</b>	Noire		7/14		421C
<b>D11-463</b>	Noire		7/8,5		463C
<b>C3-540</b>	Grise		2-3/13		540C
<b>Haut Charles, zone 1</b>					
<b>C34-38</b>	noire	Adh. craquelées noires	5,7/9,7		38C
<b>B32-40</b>	grise	Adh. craquelées grises	3,2/8,2	40A	40C
<b>132 (carrière)</b>	grise		7,4/12,2		132C
<b>F18-319</b>	noire	Adh. craquelées brunes	3,9/7,7	319A	319C
<b>F11-427</b>	brune				427C
<b>E10-528</b>	brune avec tache noircie		5,4/8,6		528C
<b>E18-562</b>	noire		9,6/9,6		562C
<b>A9-627</b>	noire	Adh. huileuses noires (principalement au niveau de la carène)	6,3/6,3	627A	627C
<b>Haut Charles, zone 2</b>					
<b>B31-28</b>	grise/brune				28C
<b>A29-91</b>	noire	Adh. craquelées noires	8,9/8,9	91A	91C
<b>B20-164</b>	Brune	Recouvert d'une pellicule ocrée			164C
<b>Y13-246</b>	grise/brune		5,2/5,2		246C

Tableau XXIII – Tableau de synthèse des prélèvements céramiques

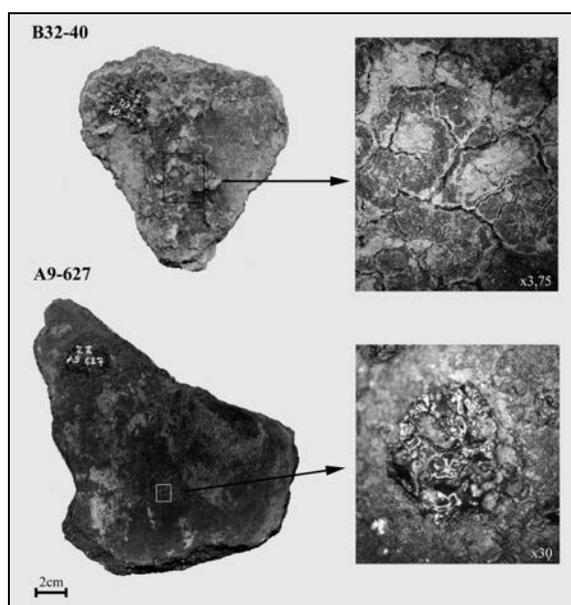


Figure 190 – Adhérences organiques des céramiques B32-40 et A9-627

Certains tessons présentent donc des adhérences organiques ou caramels de cuisson à leurs surfaces. Deux types de caramels ont pu être différenciés. Le premier est un caramel assez craquelé généralement de couleur noir, mais qui peut être également de couleur grise ou brune, c'est le type le plus fréquent. Le second est d'apparence brillante et sous forme de petites gouttes de couleur très noire donnant un aspect huileux à cette adhérence (Figure 190).

### III.2.3.2. Résultat et discussion

#### III.2.3.2.1. Acides gras

Les acides gras insaturés présents dans les échantillons de céramiques sont présents en faibles quantités où sont totalement absents comme dans [132C, 164C]. Ce sont principalement différents isomères de  $C_{18:1}$  et pour certaines céramiques  $C_{16:1}$  [74C, 91A, 269M, 271C, 319A, 319C, 421C, 427C, 463C, 568C, 627A]. Il est intéressant de constater que les échantillons céramiques [268M] et [269M] contiennent du  $C_{20:1}$  en très faible quantité. Cet acide peut avoir différentes origines, mais généralement, il est interprété, notamment lorsqu'il est en association avec  $C_{22:1}$ , comme provenant de graisse de poissons ou de produits marins.

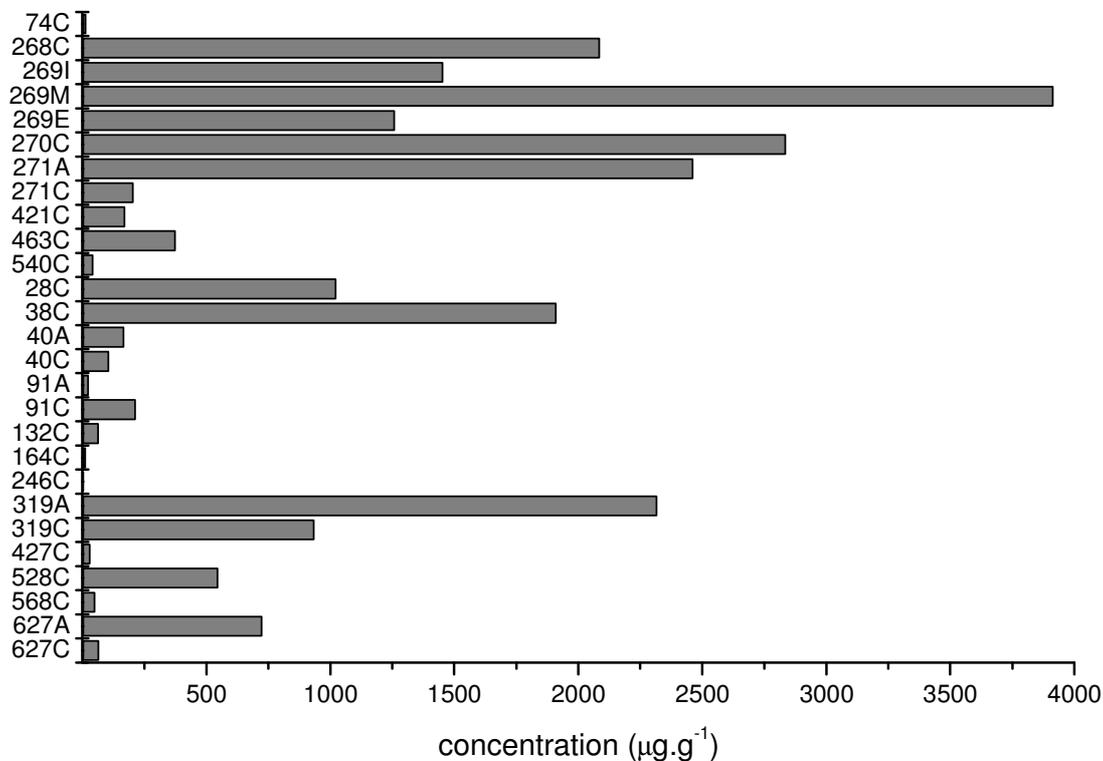


Figure 191 – Concentration en acides gras saturés des céramiques de Lillemer

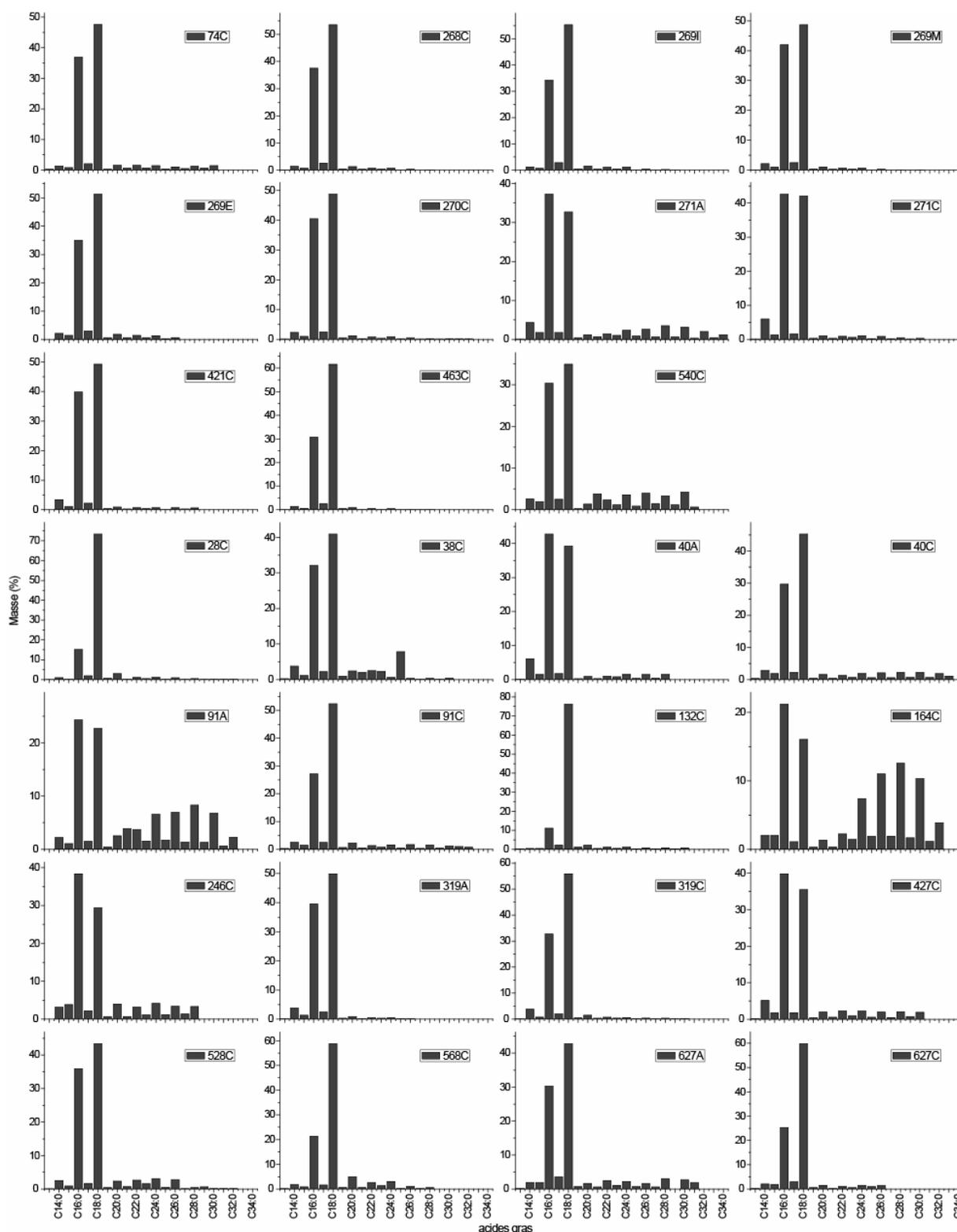


Figure 192 – distribution des acides gras saturés des céramiques de Lillemer

Les fractions acides contiennent donc essentiellement des acides gras saturés. La concentration en acides gras saturés est très variable, comprise entre  $4,34 \mu\text{g.g}^{-1}$  pour [246C] et  $3913,19 \mu\text{g.g}^{-1}$  pour [269M] (Figure 191). Dans la céramique 269, on constate que la concentration est équivalente entre les faces internes et externes, mais qu'elle est bien plus

importante en profondeur. Ceci tendrait à montrer qu'il y a pénétration et accumulation de matière organique ainsi qu'une altération moins importante à l'intérieur de la pâte du récipient. De même, à l'exception de la céramique 91, on constate que les adhérences organiques sont plus concentrées que le tesson lui même.

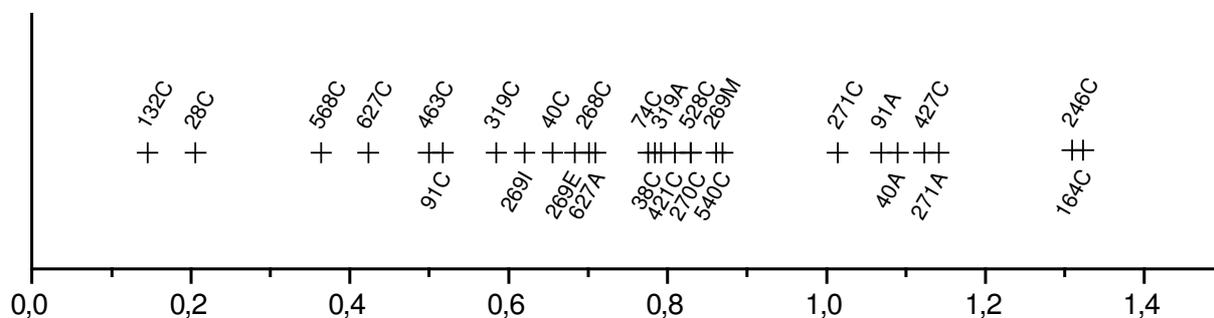


Figure 193 – Valeurs du rapport  $C_{16:0}/C_{18:0}$  des céramiques de Lillemer

	<b>CPI<sub>(acides courts)</sub></b>	<b>CPI<sub>(acides longs)</sub></b>	<b>CPI<sub>(alcane)</sub></b>
<b>74C</b>	27,88	2,67	2,54
<b>268C</b>	25,91	3,48	1,90
<b>269I</b>	24,63	3,22	6,56
<b>269M</b>	25,80	3,87	11,11
<b>269E</b>	19,34	3,35	4,43
<b>270C</b>	25,16	3,43	5,67
<b>271A</b>	20,01	3,85	5,32
<b>271C</b>	28,67	3,08	0,93
<b>421C</b>	27,59	2,96	1,29
<b>463C</b>	27,92	3,38	1,87
<b>540C</b>	15,03	2,70	2,37
<b>28C</b>	37,16	4,74	5,65
<b>38C</b>	20,31	0,36	3,65
<b>40A</b>	25,92	3,28	12,92
<b>40C</b>	17,53	2,66	2,86
<b>91A</b>	17,97	4,26	2,12
<b>91C</b>	19,36	2,75	6,69
<b>132C</b>	28,59	3,40	1,62
<b>164C</b>	12,05	5,74	2,08
<b>246C</b>	11,12	3,50	1,39
<b>319A</b>	23,56	2,07	10,63
<b>319C</b>	31,30	3,40	14,62
<b>427C</b>	21,13	3,70	5,52
<b>528C</b>	30,01	2,82	4,60
<b>568C</b>	29,08	3,38	3,56
<b>627A</b>	12,78	2,60	2,04
<b>627C</b>	17,18	2,49	1,70

Tableau XXIV – CPI des céramiques de Lillemer

Ces acides gras saturés présentent des distributions (Figure 192) largement dominées par les acides gras des courtes chaînes (à plus de 70%) à l'exception des échantillons [164C] et [91A] (44,10% et 54,75%). Ces courtes chaînes dominées par l'acide palmitique ( $C_{16:0}$ ) et

l'acide stéarique ( $C_{18:0}$ ) se caractérisent par la forte importance de l'acide stéarique traduit par un rapport  $C_{16:0}/C_{18:0}$  très peu élevé, compris entre 1,32 [164C] et 0,15 [132C] (Figure 193).

De tels rapports sont généralement issus de produits d'origine animale et plus précisément de ruminants. Seul sept échantillons présentent des valeurs positives. Inversement, on constate que deux échantillons présentent des valeurs très faibles [132C, 28C]. De plus, on constate que les adhérences présentent systématiquement une valeur de rapport plus élevée que la céramique elle-même. De manière générale, ces acides courts semblent peu dégradés avec un  $CPI_{(acides\ courts)}$  élevé,  $23,07 \pm 6,46$  (Tableau XXIV), valeurs proches de celles de la viande crue ou grillée.

Les acides longs présentent une conservation de moyenne à bonne, leur  $CPI_{(acides\ longs)}$  est compris entre 2,07 [319A] et 5,74 [164C] à l'exception de [38C] dont la valeur de CPI est de 0,36 (Tableau XXIV). Cependant, cette valeur est un artefact en raison de la coélution à la chromatographie de l'acide pentacosanoïque et l'acide docosanedioïque (voir *infra*). La majorité des échantillons présente des distributions dominées par des chaînes de tailles moyennes ( $C_{22:0}$ ,  $C_{24:0}$  ou  $C_{26:0}$ ). Cependant, les échantillons [271A, 40C, 91A, 164C, 427C] présentent des distributions unimodales centrées autour de  $C_{28:0}$ . Ces dernières distributions sont plutôt caractéristiques des feuilles mais peuvent également apparaître suite à la cuisson.

L'analyse en composante principale a permis de confirmer les tendances générales dans la distribution des acides gras saturés (Figure 194). Les deux premiers axes factoriels représentent 96,3% de notre échantillon dont 73,0% pour le premier. L'information contenue sur ces deux premiers axes est donc très représentative. Nous pouvons constater que ces échantillons s'organisent de manière continue selon trois groupes de variables,  $C_{18:0}$ ,  $C_{16:0}$  associés dans une moindre mesure à  $C_{14:0}$  et finalement un groupe comprenant les longues chaînes impaires comprises entre  $C_{24:0}$ - $C_{30:0}$ . Il n'y a pas vraiment de groupement à proprement parlé, mais on constate d'une part le fort éloignement des échantillons [132C] et [28C] en raison du fort taux de  $C_{18:0}$  et d'autre part, l'éloignement des échantillons [91A] et surtout [164C] en raison de la forte proportion de longues chaînes. De plus, on constate que les adhérences et le contenu des céramiques sont souvent éloignés. Ceci tend à confirmer que les caramels de cuisson et la matière organique qui a pénétrée dans la céramique ne correspondent pas à la même cuisson.

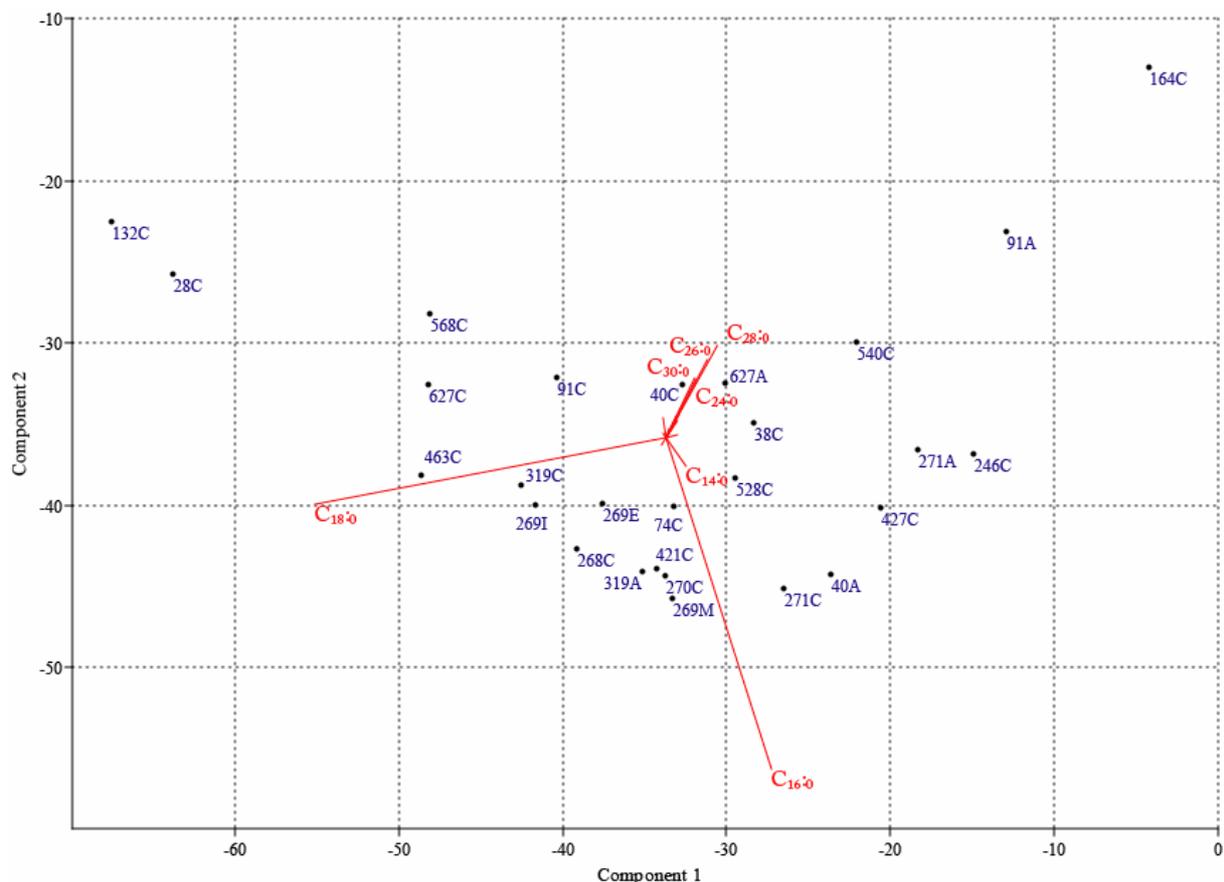


Figure 194 – ACP des acides gras saturés des échantillons de céramiques

D'autres acides organiques sont également présents dans nos échantillons. C'est notamment le cas de l'acide azélaïque ( $DCA_9$ ), marqueur de dégradation des acides gras insaturés, présent dans [246C, 427C, 568C, 627A] et sous forme de traces dans [319A] et [91C]. L'échantillon [38C] contient, quant à lui, un ensemble d'acides dicarboxyliques saturés (fig. 27) dont la longueur de chaîne varie de  $DCA_8$  à  $DCA_{22}$ . Nous pouvons distinguer deux provenances parmi ces diacides. Tout d'abord, ceux de courtes chaînes ( $<C_{14}$ ) qui proviennent de la dégradation des acides gras (Passi et al. 1993). Nous avons également en grande quantité des diacides de longues chaînes. Ces derniers sont présents dans les extraits de produits naturels provenant de végétaux supérieurs comme notamment l'écorce de bois (Loveland & Laver 1972; Santos Bento et al. 2001), certaines noix (Dembitsky et al. 2002) ou encore dans les résidus organiques provenant de la fumée de différentes espèces de bois (Fine et al. 2001; Fine et al. 2002; Simoneit 2002).

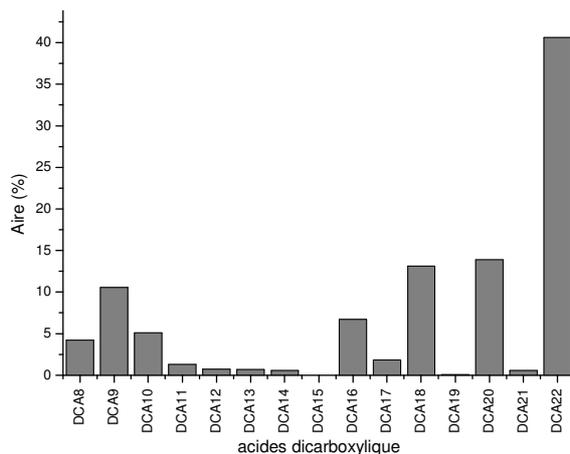


Figure 195 – Distribution des acides dicarboxyliques dans l'échantillon 38C (TIC chromatogramme, Pourcentage d'aire du contenu total des acides dicarboxyliques)

Certains échantillons de céramiques contiennent également de faibles quantités de l'acide 10-oxo-octadecanoïque qui est un produit de dégradation de C<sub>18:1</sub>. C'est le cas des échantillons [28C, 38C, 74C, 91C, 270C, 271C, 319A, 319C, 421C, 463C, 528C, 568C]. Les acides gras ramifiés sont présents en petite quantité sous la forme de monométhyles d'acides gras courts. Nous avons également constaté la présence systématique (à l'exception de [164C, 246C, 540C]) de l'acide phytanique qui, comme nous l'avons déjà vu pour [FCO], est un produit de la dégradation de la chlorophylle par les microorganismes du *rumen* et qui est donc présent dans la viande ou la graisse des ruminants ou de leurs prédateurs (Verhoeven et al. 1998).

### III.2.3.2.2. Hydrocarbures

Comme les acides gras saturés, les alcanes présentent une variabilité importante dans leur concentration au sein des céramiques (Figure 196). En effet, cette concentration est comprise entre 0,27 µg.g<sup>-1</sup> [568C] et 41,58 µg.g<sup>-1</sup> [271A]. On constate qu'il n'y a qu'une corrélation faible entre les concentrations d'acides gras et d'alcanes (R=0,68). Ces concentrations sont donc indépendantes de la concentration en matière organique des échantillons. De plus, plusieurs observations peuvent être effectuées. On constate que la concentration en alcanes des adhérences est systématiquement supérieure (entre 1,6 et 16,6 fois plus d'alcanes). Nous pouvons émettre deux hypothèses pour expliquer ce phénomène. La première est que les alcanes sont mieux conservés dans les adhérences, la seconde est que les phénomènes de carbonisation liés à la formation de ces adhérences sont propices à la

formation de ces alcanes. La seconde observation marquante est que les céramiques 268, 269 et 270 sont nettement plus riches en alcanes, en dehors des adhérences.

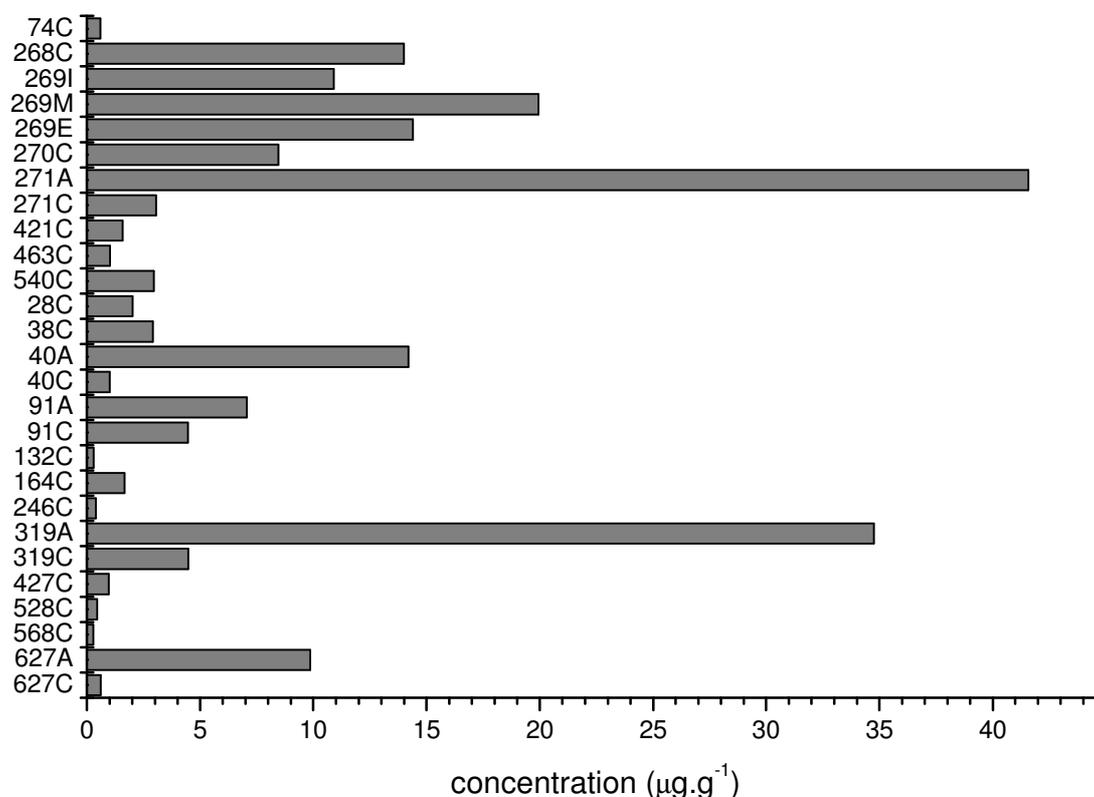


Figure 196 – Concentration en n-alcanes des échantillons de céramique de Lillemer

Les distributions des alcanes présentent plus de variétés que celles observées pour les acides gras (Figure 197). Ils nous renseignent à la fois sur la dégradation de la matière organique et sur l'origine végétale des échantillons. Le CPI traduit l'état de dégradation de ces alcanes dans nos échantillons, il est compris entre 0,93 [271C] et 14,62 [319C]. L'état de conservation est donc très varié, certains étant très dégradés et d'autres très bien conservés (Tableau XXIV). Cependant, l'état de dégradation est généralement modéré, si bien que, à l'exception de [271C], nous pouvons constater que les alcanes dominants sont nettement des alcanes impairs de longues chaînes. Les alcanes de courtes chaînes sont le produit de l'altération d'autres molécules (acides gras, triglycérides...), qui se déroule lors de la cuisson à haute température. Ces alcanes, notamment C<sub>17</sub> sont présents dans de nombreuses céramiques et sont un indicateur de la cuisson. Ainsi, les céramiques [28C, 38C, 74C, 91A, 91C, 164C, 246C, 268C, 269M, 269E, 270C, 421C, 463C, 528C, 627A, 627C] portent des signes évidents d'utilisation comme récipient culinaire. Cependant, leur absence n'implique pas forcément que la céramique n'a pas été utilisée comme élément chauffant. Nous pouvons remarquer que dans les caramels, ces alcanes courts ne sont pas toujours formés, ou le sont en

faible quantité. Il en est de même dans la surface interne de la céramique. Ainsi, les températures atteintes ne sont pas toujours suffisantes pour altérer significativement la matière organique contrairement à l'intérieur de la céramique.

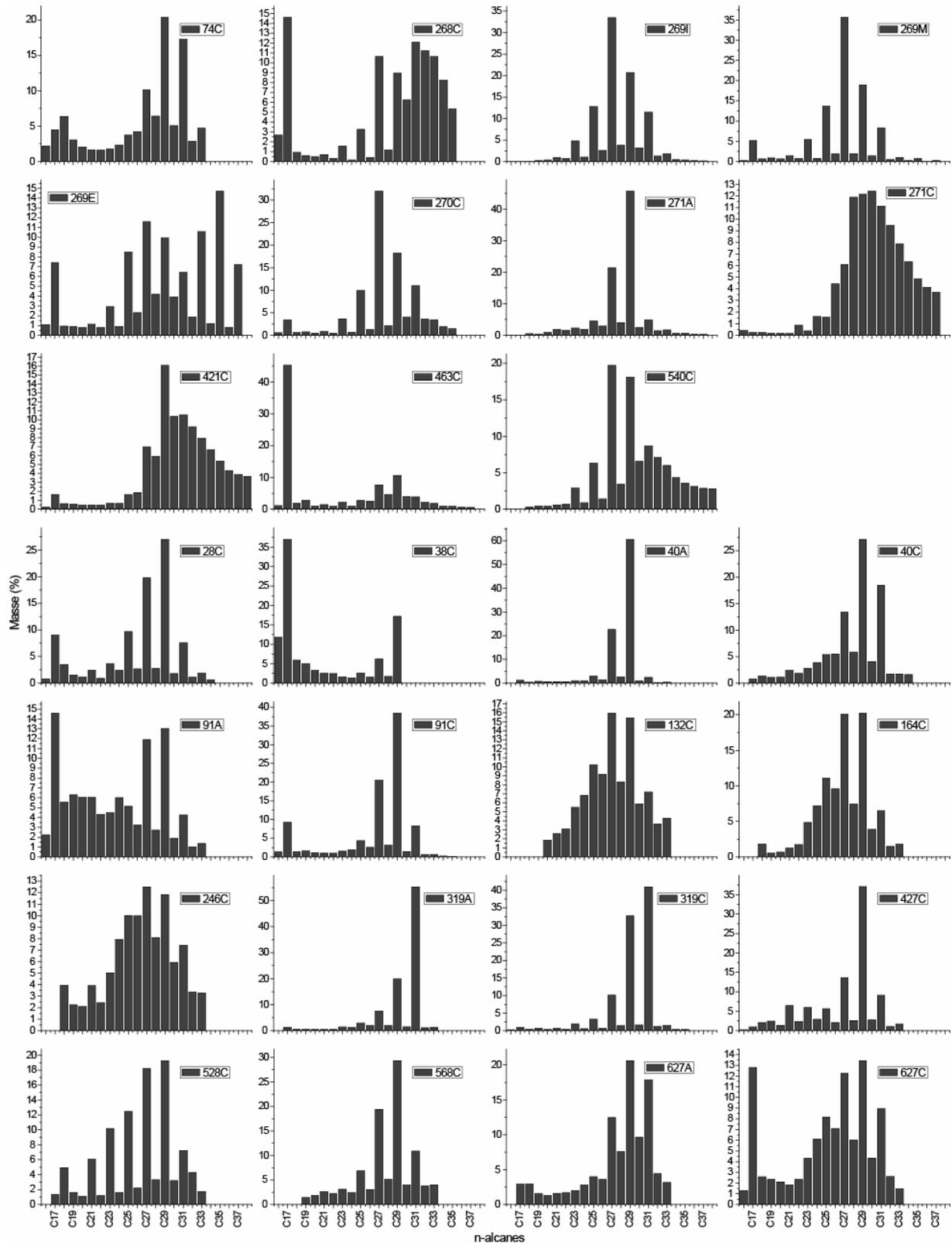


Figure 197 – Distribution des n-alcanes des échantillons céramiques de Lillemer

Nous constatons des différences de distributions entre les différents échantillons de la céramique G4-269. La face interne présente une distribution d'alcane avec une nette différence entre les alcanes pairs et impairs et donc un CPI élevé (6,56). Cette distribution se caractérise par une nette dominance de l'heptacosane ( $C_{27}$ ) suivi par le nonacosane ( $C_{29}$ ) et le pentacosane ( $C_{25}$ ) qui sont environ deux fois moins importants. L'échantillon provenant de la partie médiane de la céramique présente une distribution similaire bien que son CPI soit encore plus important (11,11). Cependant la quantité d'alcane de courtes chaînes est plus importante (6,78%), et est principalement due à la présence d'heptadécane ( $C_{17}$ ). Leur absence dans la partie interne peut s'expliquer par une cuisson par bouilli qui n'a pas atteint une température suffisante pour leur formation, en raison de la présence continue d'eau, alors que la partie médiane a dû être soumise à des températures plus importantes. La partie externe de la céramique présente plus de différences. Cependant, on peut distinguer deux phénomènes dans sa distribution. Il y a tout d'abord une distribution assez semblable à celle de la partie médiane avec une prépondérance de l'heptacosane, bien que le CPI soit plus faible (4,43), une présence importante de courtes chaînes (10,32%) dominée par le heptadécane. Cependant, on peut distinguer une autre distribution qui vient s'ajouter à celle-ci, qui est composée d'alcane impairs de très longues chaînes, dominés par le pentatriacontane ( $C_{35}$ ). L'origine de cette deuxième chaîne d'alcane est inconnue. Nous ne pouvons l'attribuer à un dépôt organique provenant de la fumée parce que la composition en alcanes est différente, avec comme composants majoritaires des chaînes carbonées de plus petite taille comprise entre  $C_{21}$  et  $C_{23}$  (Fine et al. 2001; Fine et al. 2002). Cependant, cette distribution doit correspondre à un traitement de la surface externe de la céramique. La céramique [270C] présente une distribution assez similaire à celle observée sur [269C] bien que la proportion d'alcane de courtes chaînes soit plus faible (5,26%).

Les céramiques [132C, 164C, 246C, 540C] présentent une distribution dominée également par  $C_{27}$ , mais accompagné par un taux légèrement inférieur de  $C_{29}$  et dont l'état de dégradation est plus avancé. En effet, la différence de quantité entre les alcanes pairs et impairs est plus faible tout comme l'indique leur CPI (respectivement 1,62, 2,08, 1,39 et 2,37) et une distribution partiellement lissée. Cependant, ces céramiques ne contiennent pas ou peu (respectivement 0%, 2,34%, 6,20% et 0,77%) d'alcane de courtes chaînes. Cette absence peut être liée à une absence de chauffage important de la matière organique présente dans la partie médiane de la céramique. Plusieurs explications peuvent être envisagées, la céramique n'a peut être pas servie à la cuisson mais juste à entreposer de la nourriture ou bien le

prélèvement correspond à une partie de la céramique moins soumise à la chaleur (partie haute de la panse par exemple).

L'adhérence [91A] et la céramique [627C] présentent également un CPI faible (2,12 et 1,70) et une nette dominance des alcanes  $C_{27}$  et  $C_{29}$ . Cependant c'est le nonacosane ( $C_{29}$ ) qui est dominant. De plus, les courtes chaînes dominées par  $C_{17}$  sont en proportions importantes (28,64% et 19,00%). D'autres échantillons marquent une dominance plus nette de  $C_{29}$  par rapport à  $C_{27}$ , comme [28C, 38C, 40A, 91C, 271A, 427C, 463C, 568C]. Parmi ces échantillons, les deux adhérences [40A] et [271A] ont des distributions très proches dont un taux de courtes chaînes extrêmement faible (2,26% et 0,92%) comme pour [568C] (1,37%) et [427C] (5,64%). Inversement, la céramique [463C] est beaucoup plus dégradée (le CPI est égal à 1,87) et contient de l'heptadecane en très grande quantité (les courtes chaînes représentent 51,07% de l'échantillon). L'échantillon [528C] présente également cette légère dominance du nonacosane ( $C_{29}$ ) sur l'heptacosane ( $C_{27}$ ). Cependant, on constate également que les alcanes impairs plus courts ( $C_{25}$ ,  $C_{23}$ ,  $C_{21}$ ) présentent des concentrations relativement élevées. En conséquence, les alcanes impairs présentent une forte dominance traduite par un CPI de 4,60.

D'autres échantillons sont également dominants en  $C_{29}$ , mais ont comme alcanes secondaires  $C_{31}$ . Ainsi, c'est le cas de la céramique [74C] qui est relativement dégradée (son CPI est égal à 2,54) et qui contient en plus 16,05% d'alcane courts distribués de manière différente avec une diversité plus importante et légèrement dominée par l'octadecane ( $C_{18}$ ). La prédominance de  $C_{29}$  accompagnée de  $C_{31}$  se retrouve également dans la céramique [40C] et de l'adhérence [627A] qui sont toutes deux relativement dégradées (leur CPI est de 2,86 et 2,04) et accompagnées de peu de courtes chaînes (2,86 et 2,04).

Les échantillons [319A] et [319C] se caractérisent par une prépondérance de l'hentriacontane ( $C_{31}$ ), peu de courtes chaînes (2,51 et 2,30) et une CPI élevé (10,63 et 14,62). Cependant, les échantillons diffèrent légèrement l'un de l'autre par un apport de  $C_{29}$  plus important dans la céramique.

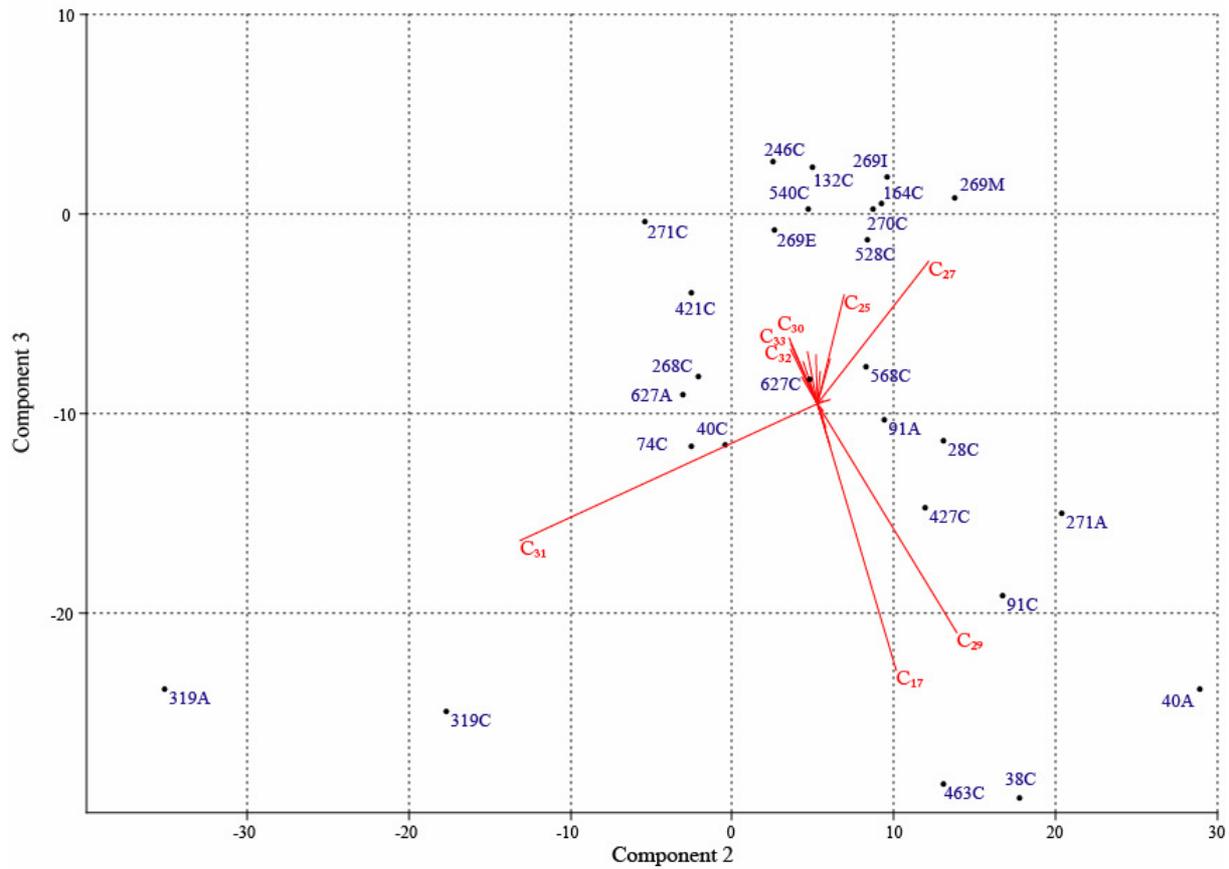
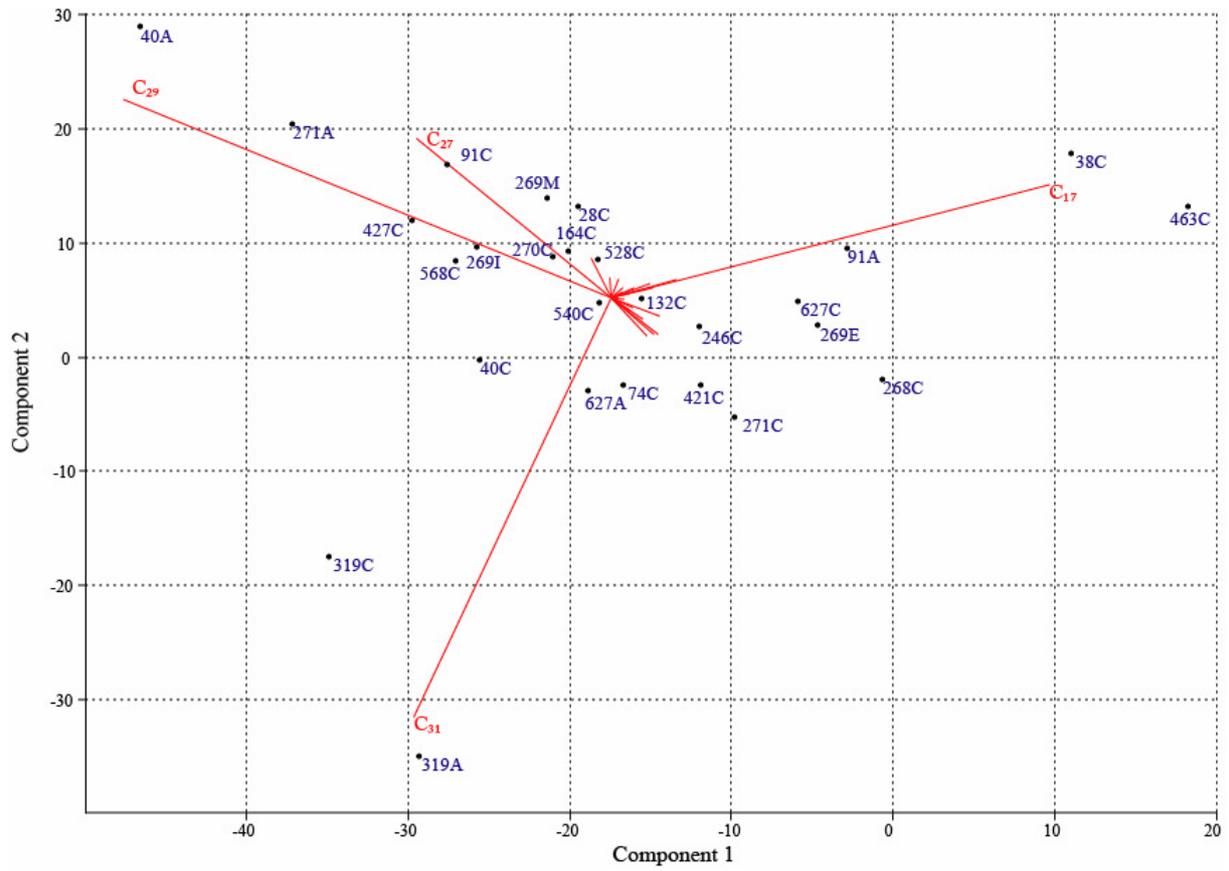


Figure 198 – ACP des distributions des n-alcane des céramiques de Lillemer

Nous pouvons constater une distribution totalement différente sur les céramiques [271C] et [421C]. Elle présente principalement des alcanes de longues chaînes (plus de 96%) dont les alcanes majoritaires ont des chaînes carbonées supérieures à C<sub>29</sub> et dont la distribution est de type lissé (leur CPI est égal à 0,93 et à 1,29). La distribution lissée est typique de la combustion de la matière organique ou de la cuisson à température vive, mais s'accompagne généralement d'un raccourcissement des chaînes carbonées ou de la présence d'alcanes de courtes chaînes. Comme nous l'avons vu, une distribution lissée peut provenir aussi des parties enterrées des plantes (racines et tubercules) ou encore, en traces, dans la viande. Cependant dans le cas de [421C], nous pouvons observer que la distribution n'est pas totalement lissée avec une nette prédominance de C<sub>29</sub>. Cette distribution tendrait à montrer pour cet échantillon que nous sommes en présence de cires cuticulaires dégradées plutôt que d'alcanes provenant de racines.

Finalement, la céramique [268C] semble présenter un état intermédiaire de ces deux types de distribution. Ainsi, on constate la présence d'un heptadécane important tout comme l'heptacosane, comme dans les céramiques [269C] et [270C]. De plus, nous pouvons constater qu'à partir du nonacosane, la distribution est très lissée comme dans le cas des céramiques [271C] et [421C]. Cette céramique pourrait donc présenter un mélange d'alcanes de sources différentes.

Ainsi même si les alcanes présentent globalement des profils correspondant à des cires cuticulaires, on constate qu'il existe une réelle diversité dans les distributions observées. L'hypothèse la plus simple pour expliquer ces différences est qu'il y aurait différents produits végétaux (ou mélanges de produits végétaux), possédant donc différentes distributions d'alcanes, qui auraient été préparés dans les céramiques.

Les tendances observées sont confirmées par la réalisation d'une ACP basée sur les distributions d'alcanes (Figure 198). Les informations portées sur les trois premiers axes factoriels sont représentatives à 80,49% de l'échantillon (dont 62,48% pour les deux premiers axes). Cette ACP permet de mettre en avant les variables caractéristiques de nos échantillons céramiques. Ainsi, en croisant les axes 1 et 2, quatre variables conditionnent fortement nos échantillons, l'acide court C<sub>17</sub>, et les acides longs impairs, C<sub>27</sub>, C<sub>29</sub>, C<sub>31</sub>. L'axe trois y ajoute l'alcane C<sub>25</sub> et dans une moindre mesure des alcanes très longs C<sub>30</sub>, C<sub>32-33</sub>. Les échantillons sont assez regroupés sur les axes 1 et 2. Seuls les échantillons [319A, 319C] sont isolés du groupe en raison de C<sub>31</sub>, [38C, 463C] en fonction des fortes proportions de C<sub>17</sub> et dans une

moindre mesure [40A, 271A] en raison de C<sub>29</sub>. L'axe 3 permet de distinguer un regroupement dans les échantillons [132C, 164C, 246C, 269I,M,E, 270C, 528C, 540], en raison de C<sub>27</sub> et C<sub>25</sub>. On distingue également deux groupes moins nets conditionnés d'une part par C<sub>31</sub> et d'autre part par C<sub>29</sub> et C<sub>17</sub>. Cette analyse statistique renforce donc l'idée que les échantillons de céramiques présentent des alcanes de différentes origines végétales.

Les céramiques contiennent également des hydrocarbures aromatiques polycycliques (PAHs) à l'exception de [269I] et [540C]. Ces hydrocarbures sont notamment du phénanthrène ou de l'anthracène (m/z 178), du fluoranthène (m/z 202), du pyrène (m/z 202), du 2-phenylnaphtalene (m/z 204) et un autre PAH de masse m/z 218 correspondant sûrement à du benzo[b]naphto[2,3-d]furan. Cependant, ces PAHs sont à l'état de traces ou en très faibles quantités dans la majorité des céramiques. De plus, les échantillons [38C] et [627C] contiennent également du 1-phenylnaphtalene (m/z 204) (Tableau XXV).

PAHs	<i>phénanthrène / l'anthracène</i>	<i>fluoranthène</i>	<i>pyrène</i>	<i>1-phenylnaphtalene</i>	<i>2-phenylnaphtalene</i>	<i>benzo[b]naphto[2,3- d]furan</i>
<b>74C</b>	tr	tr	tr	-	-	-
<b>268C</b>	x	x	x	-	-	-
<b>269I</b>	-	-	-	-	-	-
<b>269M</b>	x	x	x	-	-	x
<b>269E</b>	tr	x	x	-	-	tr
<b>270C</b>	tr	-	-	-	-	-
<b>271A</b>	-	x	x	-	-	x
<b>271C</b>	tr	tr	tr	-	tr	tr
<b>421C</b>	x	tr	tr	-	tr	tr
<b>463C</b>	x	x	x	-	x	x
<b>540C</b>	-	-	-	-	-	-
<b>28C</b>	x	x	x	-	x	x
<b>38C</b>	x	x	x	x	x	x
<b>40A</b>	x	x	x	-	x	x
<b>40C</b>	x	x	x	-	x	x
<b>91A</b>	x	x	x	-	x	x
<b>91C</b>	x	x	x	-	x	x
<b>132C</b>	-	tr	tr	-	-	tr
<b>164C</b>	tr	tr	tr	-	tr	tr
<b>246C</b>	-	tr	tr	-	-	tr
<b>319A</b>	x	x	x	-	x	x
<b>319C</b>	x	x	x	-	x	x
<b>427C</b>	-	x	x	-	-	x
<b>528C</b>	-	x	x	-	x	x
<b>568C</b>	-	x	x	-	x	x
<b>627A</b>	-	x	x	-	-	x
<b>627C</b>	x	x	x	x	x	x

Tableau XXV – Hydrocarbures aromatiques polycycliques des échantillons de céramiques de Lillemer

### III.2.3.2.3. Terpénoïdes et stéroïdes

Les échantillons céramiques ont révélé contenir différents stéroïdes et des terpénoïdes à l'exception des céramiques [40A, 40C, 132C, 271C, 421C, 540C]. On peut remarquer que trois de ces céramiques [132C], [271C] et [421C] présentent également une très forte dégradation des alcanes. On peut alors supposer que ces stérols ont été détruits par l'action du feu.

La céramique [38C] s'est révélée contenir un mélange complexe de nombreux triterpénoïdes qui sont considérés comme de très bons biomarqueurs (Figure 199). L'ensemble des molécules n'a pu être identifié précisément, cependant nous pouvons constater que globalement leurs squelettes sont proches, appartenant à la famille des lupanes et des hopenes. La présence de lupéol, de lupérol est considéré comme marqueur de la présence du bouleau et de son brai, mais la bétuline est absente (Binder et al. 1990; Charters et al. 1993; Koller et al. 2001; Regert 1996, 2004; Regert et al. 2003a; Regert et al. 2003b). Cependant, de nombreux triterpénoïdes retrouvés sont considérés comme résultant de la dégradation du brai de bouleau soit lors de sa fabrication pendant le chauffage soit pendant les processus taphonomiques. Ainsi l'allobetul-2-ene et le lupa-2,20(29)-diène-28-ol peuvent être issus de la dégradation de la bétuline par déshydratation (Regert 1996, 2004). De même, l'hydrocarbure  $C_{30}H_{48}$  qui semble correspondre à du lupa-2,20(29)-diène (Binder et al. 1990; Charters et al. 1993; Regert 2004) est lui aussi fréquemment trouvé dans les échantillons de brai de bouleau actuel ou archéologique et peut provenir de la dégradation du lupéol. Nous pouvons constater également la présence d'allobétuline et de ses dérivés. Il n'en est pas fait mention dans les diverses études portant sur la composition des brais de bouleau archéologiques à l'exception d'un brai expérimental (Heron et al. 1999). Cependant, l'allobétuline est connu comme un composant de l'écorce de bouleau (Patočka 2003). Cette céramique contient également du cholestérol et certains de ses dérivés qui témoignent de la présence de graisses d'origine animale comme l'indiquait la distribution des acides gras.

Cette céramique contient à la fois de la graisse animale et du brai de bouleau. Ce tessou ne présente pas de traces de réparation, cette double présence peut donc être à la fois le résultat de la superposition d'activités réalisées avec cette céramique tout comme un mélange volontaire. En effet, un tel mélange a déjà été trouvé dans d'autres sites. Des études expérimentales ont montré que l'ajout de graisse animale lors de la production de brai de bouleau permet de diminuer les températures nécessaires à sa formation.

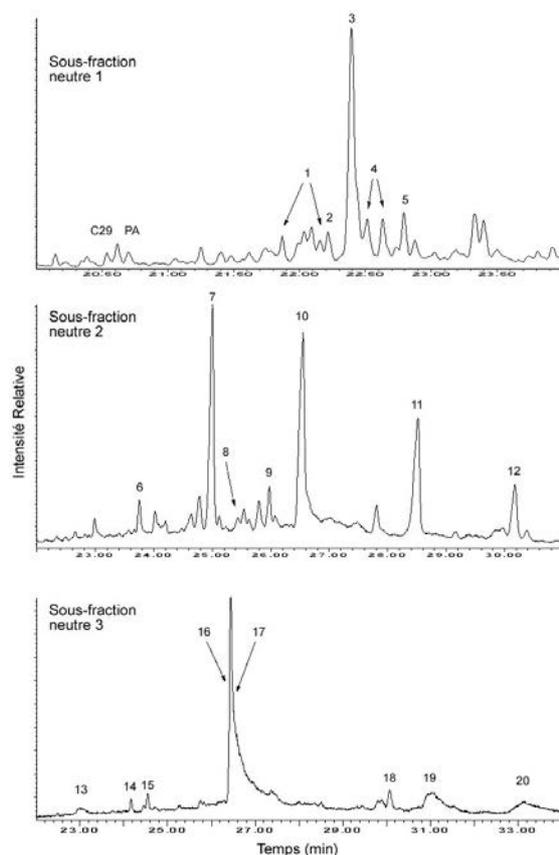


Figure 199 – TIC partiel de l'échantillon 38C. Sous fraction neutre 1 (20 à 24 min) : C<sub>29</sub>, nonacosane ; PA, polyaromatique ; 1, Charles pentacyclique (C<sub>29</sub>H<sub>46</sub>) ; 2, Charles pentacyclique (C<sub>29</sub>H<sub>48</sub>) ; 3, lupa-2,20(29)-diène (C<sub>30</sub>H<sub>48</sub>) ; 4, Charles pentacyclique (C<sub>30</sub>H<sub>46</sub>) ; 5, triterpène pentacyclique (C<sub>30</sub>H<sub>46</sub>). Sous-fraction neutre 2 (22 à 31 min) : 6, cholesta-3,5-dien-7-one (C<sub>27</sub>H<sub>42</sub>O) ; 7, allobetul-2-ene (C<sub>30</sub>H<sub>48</sub>O) ; 8, allobétulane (C<sub>30</sub>H<sub>50</sub>O) ; 9, lup-20(29)-en-3-one (C<sub>30</sub>H<sub>48</sub>O) ; 10, proche de hop-22(29)-en-3-one (C<sub>30</sub>H<sub>48</sub>O) ; 11, triterpène pentacyclique (C<sub>30</sub>H<sub>46</sub>O<sub>2</sub>) ; 12, allobetulone (C<sub>30</sub>H<sub>48</sub>O<sub>2</sub>). Sous-fraction neutre 3 (22 à 34 min) : 13, cholestérol (C<sub>27</sub>H<sub>46</sub>O) ; 14, cholestanone (C<sub>27</sub>H<sub>44</sub>O) ; 15, cholesta-3,5-dien-7-one (C<sub>27</sub>H<sub>42</sub>O) ; 16, au lupen-20(29)-en-3-ol (C<sub>30</sub>H<sub>50</sub>O) ; 17, lupa-2,20(29)-diène-28-ol (C<sub>30</sub>H<sub>48</sub>O) ; 18, oxoallobetulane (C<sub>30</sub>H<sub>48</sub>O) ; 19, allobetuline (C<sub>30</sub>H<sub>50</sub>O<sub>2</sub>) ; 20, aldéhyde bétulinique (C<sub>30</sub>H<sub>48</sub>O<sub>2</sub>)

Les autres échantillons de céramiques présentent des mélanges composés principalement de stérols et de leurs dérivés (Tableau XXVI). Des stéroïdes d'origines animales sont présents dans toutes ces céramiques à l'exception de [91A, 568C, 627C]. Les céramiques présentent donc du cholestérol, qui est alors le stérol majoritaire et qui est associé généralement à de nombreux produits de dégradation comme le cholestanol, le cholestanone, des cholestènes... Dans certaines céramiques, le cholestérol n'est pas systématiquement présent et c'est le cholestanol qui est le stérol le plus important. Cependant, les céramiques [246C] et [269E] ne présentent que de produits de dégradation du cholestérol. Ces stéroïdes d'origine animale sont donc fortement dégradés. Certains échantillons contiennent du 19-norcholesta-1,3,5(10)-trien-6-one [268C, 269I,M,E, 270C, 28C, 319A,C]. Des 19-norstérols

ont été retrouvés dans du sang humain (Ruan et al. 1996) et pourraient témoigner de la présence de sang de mammifères. Cependant, des 24-norstérols proviennent de diatomées (Rampen et al. 2007) et il n'est donc pas exclu que ces molécules proviennent de pollution.

	cholestérol	cholestano	cholestan-3-one	cholest-4-en-3-one	cholest-2-ene	cholest-4-ene	cholest-7-ene	2,2-dimethyl (3 $\alpha$ ,5 $\beta$ )-cholest-8(14)-en-3-ol	cholesta-4,6-dienol	cholesta-3,5-dien-7-one	cholesta-4,6-dien-3-one	cholesta-3,6-dione	19-norcholesta-1,3,5(10)-trien-6-one	lanost-8-en-3-one	friedelan-3-one	D:A-Friedoolean-6-ene	lup-20(29)-en-3-ol	lup-20(29)-en-3-one	lupan-3-one	ergostan-3-ol	campestérol	sitostérol	stigmastan-3-ol	stigmast-4-en-3-one	stigmasta-3,5-dien-7-one	vitamine E	cycloartanol	hopanoïde (m/z 428)	hopanoïde (m/z 426)
74C	X	X																		X	X								
268C	X												X																
269I	X	X	X										X																
269M	X	X	X	X		X	X				X		X						X	X	X	X					X	X	
269E													X																
270C	X	X											X																
271A	X			X							X							X	X						X				
271C																													
421C																													
463C	X																												
540C																													
28C		X	X	X	X				X		X	X	X	X	X												X	X	X
40A																													
40C																													
91A															X								X	X					
91C		X						X	X			X			X									X			X	X	X
132C																													
164C	X	X													X	X	X	X	X			X	X						
246C											X	X			X	X									X	X			
319A	X	X	X										X		X							X	X						
319C	X	X	X	X							X	X					X												
427C		X	X	X							X				X					X			X						
528C	X	X	X	X	X						X	X								X									
568C															X														
627A		X	X	X		X	X				X	X			X				X	X									
627C															X			X	X										

Tableau XXVI – Tableau récapitulatif des stéroïdes et des terpénoïdes présents dans les céramiques de Lillemer (à l'exception de [38C], voir *supra*)

Les céramiques contiennent également des stéroïdes et des terpènes d'origine végétale. Tout d'abord, des triterpènes friedelan-3-one, D:A-Friedoolean-6-ene, Lup-20(29)-en-3-one, Lupan-3-one, sont présent dans certaines céramiques mais également dans la tourbe. Il pourrait donc provenir d'une contamination partielle de la tourbière sur ces échantillons. De

l'ergostan-3-ol est présent dans six échantillons céramiques. Ce stérol provient des champignons et notamment de l'ergo parasite se développant sur les épis de céréales et notamment du blé. Ce stérol est parfois associé, [164C, 269M, 427C], à du sitostérol, du campestérol ou du stigmastanol qui bien qu'étant des stérols fréquents dans le domaine végétal sont également les stérols constitutifs des céréales (Normén et al. 2002). Cependant, cette association n'est pas systématique comme dans les échantillons [74C, 91A, 319A] qui contiennent uniquement ces stérols ou leurs dérivés stéroïdaux. Il faut ajouter que la céramique [246C] contient de la vitamine E présente dans de nombreux aliments et particulièrement dans l'huile de germe de blé (Belitz & Grosch 1999). Finalement, nous pouvons observer dans les céramiques [28C, 91C, 269M] une association entre le cycloartanol et deux hopanoïdes de masse  $m/z$  426 et 428 qui n'ont pas pu être identifiés de manière précise. Le cycloartanol est beaucoup moins fréquent naturellement que le sitostérol. Il se retrouve notamment dans l'huile de riz, dans les rhizomes de fougères (*Polypodium vulgare*) (Moreau et al. 2002), dans la résine de sang-dragon (*Dracaena Cinnabari*) (Masaoud et al. 1995) ou dans la racine d'avoine (Trojanowska et al. 2000). Dans les rhizomes de *Polypodium vulgare*, il peut être accompagné d'autres triterpènes dont du 21 $\alpha$ H-hopan-22-ol (Arai et al. 1991) dont la structure pourrait correspondre au spectre de masse de l'hopanoïdes de masse  $m/z$  428. Ce rhizome possède un goût sucré légèrement amer. Autrefois, il était utilisé pour aromatiser des confiseries comme le nougat. Il a également un usage médicinal, séché, il est utilisé comme vermifuge, cholagogue, laxatif et expectorant (Grieve 1971; Triska 1975).

La diversité des stéroïdes et des terpénoïdes présents dans les céramiques semble liée aux multiples origines des aliments préparés. Cependant, la forte dégradation de ces molécules liées à une multiplicité de produits dérivés ne facilite pas l'identification précise des produits cuisinés. Il nous est également impossible de déterminer l'importance des aliments d'origine animale vis à vis de ceux d'origine végétale. Il y a une forte dominance des cholestérols et cholestanols mais la viande contient quantitativement des concentrations en lipides bien plus importantes que les végétaux, ce qui peut avoir comme conséquence de masquer partiellement ou totalement l'apport végétal.

#### **III.2.3.2.4. Autres molécules**

Des cétones font partie aussi de la composition organique de ces échantillons de céramiques. Nous pouvons distinguer différents types de cétones (Tableau XXVII). Des méthyles cétones de courtes chaînes sont présentes dans la majorité des échantillons (à

l'exception de [132C, 164C, 246C, 540C]). Elles sont dominées par l'heptadécane (2-K<sub>17</sub>) sauf pour [28C] et [271C] qui eux sont dominés par du nonadécane (2-K<sub>19</sub>). Ces alcanes sont issus de la dégradation des acides gras lors des processus de cuisson. Certaines céramiques contiennent également des méthyles cétones de longues chaînes dont les profils sont dominés par le 2-nonacosane (2-K<sub>29</sub>) et dans une moindre mesure par le 2-hentriacontane (2-K<sub>31</sub>), sauf pour [246C] qui est dominé nettement par le 2-tritriacontane. Ces 2-alcanones proviennent de cires cuticulaires et ont donc une origine végétale. Certains échantillons présentent également des cétones de longues chaînes largement dominées par le 16-hentriacontanone (16-K<sub>31</sub>), le 16-tritriacontanone (16-K<sub>33</sub>) et le 14-nonacosanone (14-K<sub>29</sub>). Ces cétones présentes sont des produits issus de la cuisson par la dégradation thermique des acides gras libres ou insaturés lors de leur pyrolyse indiquant une cuisson à haute température (Belitz & Grosch 1999; Evershed et al. 1999; Evershed et al. 1995; Raven et al. 1997). La céramique F18-319 s'individualise par rapport aux autres échantillons par la présence de 10-nonacosane (10-K<sub>29</sub>) dans son adhérence et dans la céramique elle-même, ainsi que du 15-nonacosane (15-K<sub>29</sub>) seulement dans l'adhérence. Comme nous l'avons vu, le 15-nonacosane provient des cires cuticulaires et se retrouve dans les feuilles de Brassicacées comme le chou. Il a déjà été retrouvé en association avec le 10-nonacosane dans le chou (Netting & Macey 1971). Cependant, cette cétone est plutôt typique de certains ombellifères comme le fenouil (*Foeniculum vulgare*), des espèces de buplèvre (*Bupleurum sp.*), et dans l'aneth (*Anethum graveolens L.*) ou encore dans des fougères (*Lophosoria quadripinnata*) (Muckensturm et al. 1997). Tout d'abord, considérer l'association entre les deux nonacosanone comme un témoignage de la présence du chou semble incorrect. En effet, d'une part, c'est le 15-nonacosanone, qui est la cétone caractéristique, et qui est absente de [319C]. D'autre part, nous avons déjà vu que les distributions d'alcanes de ces échantillons sont dominées par l'hentriacontane (C<sub>31</sub>) et non le nonacosane (C<sub>29</sub>) comme dans le chou. Néanmoins, il semble intéressant de mettre en relation la présence du 15-nonacosanone dans l'adhérence et la proportion de nonacosane (C<sub>29</sub>) plus importante que dans la céramique elle-même. Cette relation pourrait témoigner de la présence de résidus de cuisson du chou dans l'adhérence. Le 10-nonacosanone aurait donc une origine indépendante du 15-nonacosanone. Il semble qu'il faille écarter le fenouil et l'aneth qui sont des plantes d'origine méditerranéenne (Mathon 1981) et qui par conséquent ne concordent pas avec notre contexte archéologique. De même, la fougère n'est pas une plante consommable. Au contraire, les feuilles de buplèvre (*Bupleurum falcatum* et *Bupleurum rotundiforum*) peuvent se consommer cuites (Couplan

1989). De plus, les feuilles de *Bupleurum stellatum* présentent une distribution d'alcane dominée par l'hentriacontane (C<sub>31</sub>) (Maffei 1996b).

	méthyles cétones courts	méthyles cétones longs	cétones de longues chaînes issues de la pyrolyse	autres cétones
74C	2-K <sub>17</sub> dominant			
268C	2-K <sub>17</sub> dominant	traces	14-K <sub>29</sub> , 16-K <sub>31</sub> (dominant), 16-K <sub>33</sub>	
269I	2-K <sub>17</sub> dominant	traces	14-K <sub>29</sub> , 16-K <sub>31</sub> (dominant), 16-K <sub>33</sub>	
269M	2-K <sub>17</sub> dominant		14-K <sub>29</sub> , 16-K <sub>31</sub> (dominant), 16-K <sub>33</sub>	
269E	2-K <sub>17</sub> dominant		14-K <sub>29</sub> , 16-K <sub>31</sub> (dominant), 16-K <sub>33</sub> , 18-K <sub>35</sub>	
270C	2-K <sub>17</sub> dominant	traces		
271A	2-K <sub>17</sub> dominant	2-K <sub>29</sub> dominant		
271C	2-K <sub>19</sub> dominant			
421C	2-K <sub>17</sub> dominant			
463C	2-K <sub>17</sub> dominant			
540C	traces de cétones non identifiables			
28C	2-K <sub>19</sub> dominant	traces		
38C	2-K <sub>17</sub> dominant		14-K <sub>29</sub> , 16-K <sub>31</sub> (dominant), 16-K <sub>33</sub> , 18-K <sub>35</sub>	
40A	2-K <sub>17</sub> dominant	2-K <sub>29</sub> dominant		
40C	2-K <sub>17</sub> dominant	2-K <sub>29</sub> dominant		
91A	2-K <sub>17</sub> dominant	2-K <sub>29</sub> dominant		
91C	2-K <sub>17</sub> dominant	2-K <sub>29</sub> dominant		
132C		2-K <sub>29</sub> dominant		
164C		2-K <sub>29</sub> dominant		
246C		2-K <sub>33</sub> dominant		
319A	2-K <sub>17</sub> dominant	2-K <sub>29</sub> dominant	16-K <sub>31</sub>	10-K <sub>29</sub> et 15-K <sub>29</sub>
319C	2-K <sub>17</sub> dominant	2-K <sub>29</sub> dominant	16-K <sub>31</sub>	10-K <sub>29</sub>
427C	2-K <sub>17</sub> dominant	2-K <sub>29</sub> dominant	16-K <sub>31</sub>	
528C	2-K <sub>17</sub> dominant	2-K <sub>29</sub> dominant		
568C	2-K <sub>17</sub> dominant	2-K <sub>29</sub> dominant	14-K <sub>29</sub> , 16-K <sub>31</sub> (dominant)	
627A	2-K <sub>17</sub> dominant	2-K <sub>29</sub> dominant		
627C	2-K <sub>17</sub> dominant	2-K <sub>29</sub> dominant		

Tableau XXVII – Cétones des échantillons de céramiques de Lillemer

Certains échantillons [164C, 268C, 269M, 270C, 271A] présentent également, en plus des cétones, des aldéhydes plutôt de courtes chaînes (hexadecanal, octadecanal). Leur présence est à mettre en parallèle à la formation des méthyles cétones lors de la dégradation des acides gras à la cuisson (Belitz & Grosch 1999). L'échantillon [271A] contient également de petites quantités de cires (estérification d'acides gras courts et d'alcools gras courts). De même, des alcools gras de longues chaînes, d'origine végétale, ont été identifiés en faibles quantités dans les échantillons [91A, 91C, 132C, 164C, 268C, 269I, 269M, 270C, 319A, 319C, 427C, 627A]. Finalement, la grande majorité des céramiques a révélé la présence de  $\gamma$ -lactones qui sont des produits d'altération secondaire des acides gras insaturés libres ou estérifiés (Belitz & Grosch 1999). Ils sont absents des céramiques [40A, 40C, 132C, 164C, 246C, 540C].

### III.2.3.3. Discussion

Les céramiques contiennent donc des molécules témoignant d'un mélange de graisses animales et végétales. La distribution en acides gras courts peut permettre une détermination plus précise de cette origine animale. Il faut néanmoins tenir compte dans nos interprétations du fait que les végétaux apportent également des acides gras courts, bien que l'on peut les considérer comme négligeable par rapport aux concentrations de lipides dans les produits d'origine animale. De plus, nous avons vu expérimentalement que les processus thermiques peuvent modifier les distributions en faveur de  $C_{18:0}$  bien que ces phénomènes soient limités lors des expérimentations culinaires. Les interprétations réalisées sont donc des tendances plus qu'un reflet exact de la réalité.

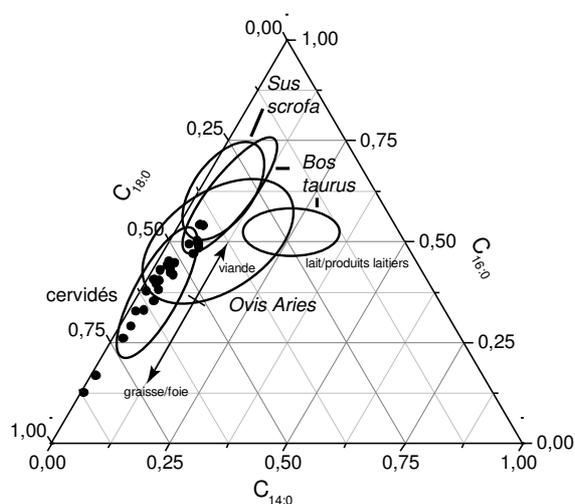


Figure 200 – Diagramme ternaire des teneur en acides gras  $C_{14:0}$ ,  $C_{16:0}$  et  $C_{18:0}$  des échantillons céramiques (●) et espèces référentielles (cercles non statistiques)

La large prédominance de courtes chaînes, le fort apport de  $C_{18:0}$  et la présence de cholestérol et de nombreux dérivés témoignent de la présence de matière organique animale. Leurs distributions, et notamment le rapport entre  $C_{16:0}/C_{18:0}$ , sont significatives de certaines espèces (Figure 200). Ainsi, les échantillons [40A, 91A, 164C, 246C, 271A, 271C, 427C] présentent une dominance de l'acide palmitique ( $C_{16:0}$ ) qui pourrait être attribuée à des bovinés mais qui peut également correspondre aux grands mammifères domestiques (ovins et suidés) ou à de la viande de cervidés. On peut distinguer parmi ces échantillons deux sous-groupes dont un est formé de [164C, 246C] et présente une contribution en acide palmitique plus importante. Ces deux sous-groupes pourraient correspondre à deux espèces différentes. Les autres échantillons ont un taux de  $C_{18:0}$  dominant ces distributions qui tend à montrer la présence de graisses provenant de cervidés. Cependant d'autres origines peuvent être possible, c'est le cas notamment du suif de mouton qui présente aussi un taux important de  $C_{18:0}$  (Belitz

& Grosch 1999; Gunstone et al. 1995; Hilditch & Williams 1964). Même si ce dernier n'est pas utilisé actuellement comme graisse alimentaire à cause de sa forte odeur, il se peut qu'on y ait eu recours par le passé. De plus, la composition en acides gras de certaines espèces sauvages disparues actuellement comme l'aurochs pourrait avoir des distributions similaires. En effet, d'autres bovinés sauvages actuels, comme le bison, présentent globalement des compositions proches du bœuf, mais selon l'alimentation, certains muscles comme le muscle *supraspinatus* ont des pourcentages d'acides gras saturés proches de ceux observés (Rule et al. 2002). Cependant, les échantillons [28C] et [132C] ont un taux de C<sub>18:0</sub> supérieur à celui observé pour les cervidés. Ce taux peut provenir d'une autre espèce de nature inconnue. Mais, il pourrait être lié également à une altération thermique importante de la graisse contenue dans ces échantillons. D'autre part, nous pouvons constater qu'il y a une nette différence entre les échantillons d'adhérences [40A] et [91A] et leurs céramiques respectives. Nous pouvons émettre l'hypothèse que les dernières utilisations de ces céramiques sont liées à la consommation de ruminants domestiques.

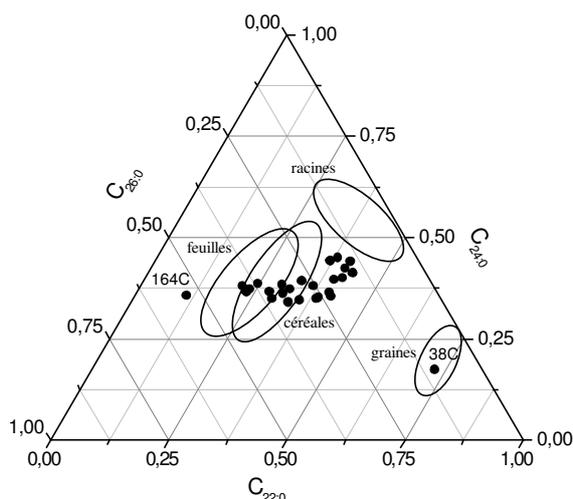


Figure 201 – Diagramme ternaire des teneur en acides gras C<sub>22:0</sub>, C<sub>24:0</sub> et C<sub>26:0</sub> des échantillons céramiques (●) et référentiel expérimental (cercles non statistiques)

Ces céramiques contiennent également des traces de produits végétaux. Parmi les molécules d'origine végétale, acides gras longs, alcanes, cétones, stérols et terpènes peuvent apporter des précisions concernant ces origines. Nous avons déjà vu pour les stérols, la présence de certaines molécules spécifiques comme l'ergostanol, provenant des champignons et le cycloartanol, provenant peut être de rhizomes de polypodes. La céramique [38C] présente les terpènes caractéristiques du brai de bouleau. De même, la céramique F18-319 présente du 10-nonacosanone qui provient sûrement de certaines ombellifères auquel s'ajoute

dans le caramel de cuisson, donc lié aux dernières utilisations, du 15-nonacosane caractéristique du chou.

Toutes les céramiques présentent, même en faibles proportions des acides gras de longues chaînes. Nous avons vu expérimentalement que les proportions entre les acides  $C_{22:0}$ ,  $C_{24:0}$  et  $C_{26:0}$  étaient liées à la partie de la plante analysée. Cependant, ces correspondances ne se conservent pas lors de cuisson avec des roches chauffées. Néanmoins, nous pouvons observer les proportions entre ces acides dans les échantillons céramiques pour mettre en évidence certains groupements (Figure 201). L'ensemble des échantillons est relativement groupé et seuls [164C] et [38C] s'individualisent au sein de cet ensemble. Le premier est l'échantillon qui présente la plus forte proportion d'acides gras de longues chaînes. Il est à proximité du référentiel de feuilles. Le deuxième est l'échantillon qui contient des résidus de brai de bouleau, il est regroupé avec les autres graines référentielles. Le reste des échantillons forme un groupe relativement homogène qui se rapproche majoritairement des feuilles ainsi que des graines de céréales. Néanmoins, nous pouvons distinguer un sous groupe [268C, 269I,M,E, 270C, 319A, 568C] proche des racines référentielles mais dont le profil d'alcane ne correspond pas. Cependant, ce sous-groupe pourrait correspondre à des plantes présentant une certaine proximité taxonomique ou dans la partie de la plante utilisée. Ces données sont en concordance avec les alcanes dont les distributions sont attribuables à des cires cuticulaires retrouvées dans les feuilles ou dans les graines.

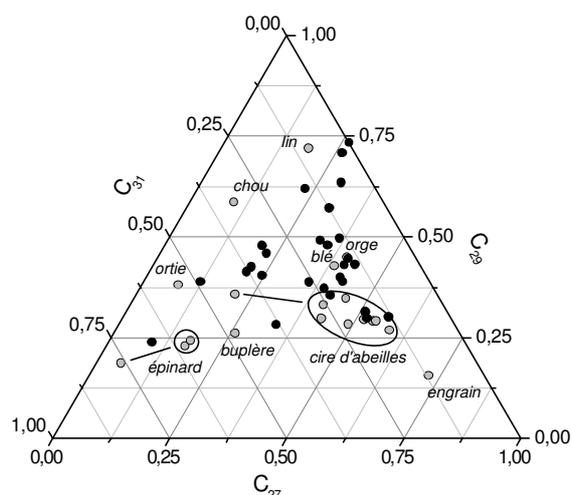


Figure 202 – Diagramme ternaire des alcanes  $C_{27}$ ,  $C_{29}$  et  $C_{31}$  des échantillons céramiques, du référentiel expérimental et bibliographique (cire d'abeilles d'après Evershed et al. 2003; lin d'après Gutiérrez & Del Río 2003; buplère d'après Maffei 1996b)

Ainsi, les alcanes présentent une grande diversité dans les proportions de C<sub>27</sub>, C<sub>29</sub>, C<sub>31</sub> qui sont généralement les alcanes longs dominants (Figure 202). Certains échantillons (notamment 269I,M, 270C) présentent une proximité avec les échantillons de cires d'abeilles. Cependant, d'autres biomarqueurs très caractéristiques sont absents comme des cires (esters d'acide palmitique ou d'acides hydroxypalmitique) ou encore des alcanols (Evershed et al. 2003). Néanmoins, ces échantillons ainsi que d'autres sont relativement proches des céréales référentielles. D'autres échantillons [91C, 271A, 427C, 463C, 568C] tendent plus vers le lin ou une plante à la composition en alcanes proches. Les échantillons [40C, 74C, 271C, 421C, 627A] forment un groupe assez homogène tendant plus vers les échantillons référentiels de feuilles (notamment les orties). L'échantillon [268C] est relativement isolé situé entre la cire d'abeille et les feuilles de buplèvre. Les échantillons [319A,C] sont proches des échantillons d'épinards et d'orties. Nous avons déjà vu que cette distribution notamment de [319A] pouvait être le fruit d'un mélange entre une plante à fort hentriacontane (C<sub>31</sub>) et du chou. De même, [319C] est assez éloigné de l'échantillon de buplèvre (*Bupleurum stellatum*) mais une autre espèce pourrait présenter un profil d'alcanes plus proche de celui observé dans la céramique.

Ainsi, les céramiques contiennent un résidu de différentes plantes. A l'exception de [38C], les parties de plantes utilisées tendent à être des feuilles ou des graines. Les céréales semblent être les plantes les plus fréquentes, mais nous avons également pu mettre en évidence la présence d'au moins cinq autres plantes qui semblent principalement être des feuilles. De plus, certains biomarqueurs plus spécifiques ont révélé la présence supposée de rhizomes de polypodes ainsi que des feuilles d'ombellifères (buplèvre).

La présence de nombreux marqueurs d'altération thermique (n-alcanes et 2-alcanones courts, 14-nonacosanone, 16-hentriacontanone, 16-tritriacontanone,  $\gamma$ -lactones, nombreux dérivés stéroïdaux...), tout comme la présence de caramels de cuisson témoignent de l'utilisation culinaire de ces céramiques. Néanmoins, lorsque ces molécules ne sont pas présentes, cela ne signifie pas leur non-utilisation mais uniquement que la matière organique n'a pas subi une altération aussi importante (notamment en fonction de la position du tessou sur la céramique et donc de son contact avec le feu).

Des analyses de résidus organiques dans les céramiques ont été menées sur différents sites néolithiques européens. Il est donc intéressant de pouvoir comparer ces données avec notre étude. Les plus anciennes études ont été menée par Rottländer sur le site Michelsberg de

Iden 9 en Allemagne (Rottländer 1983, 1991; Rottländer & Schlichtherle 1979). Cette étude, assez ancienne, a été réalisée uniquement avec des analyses de chromatographie en phase gazeuse (GC-FID). Les molécules n'étant identifiées que par leur temps de rétention, les interprétations peuvent donc porter à caution. Cependant, l'auteur, qui a analysé une dizaine de céramiques, a pu attribuer une origine des graisses extraites principalement par comparaison de la distribution d'acides gras. Ainsi, dans quatre échantillons, il a retrouvé des restes de produits laitiers (lait ou beurre), dans deux autres de la graisse provenant de bœuf, et finalement trois céramiques contenant de la graisse végétale attribuée à des plantes crucifères et plus précisément du lin bâtard (*Camelina sativa*). Le même auteur a trouvé, sur le site d'Hornstaad, Hörnle I, près du lac Constance, une céramique contenant, quant à elle, de la graisse de poisson et de l'huile de graines de crucifère du genre *Sinapis* (Rottländer 1983, 1991; Rottländer & Schlichtherle 1979). Un autre site en Espagne, « Polideportivo de Martos », daté du Néolithique final/Chalcolithique, a livré sur quatre céramiques de la graisse animale dont une présentait aussi un mélange avec de la graisse végétale (Cañabate Guerrero & Sánchez Vizcaíno 1997; Sánchez et al. 1998). En France, des analyses ont été menées sur le site palustre de Chalain (Regert 1998; Regert et al. 1998). La quasi-totalité des vingt céramiques étudiées contenait elles-aussi de la graisse animale, plutôt de ruminants. Le profil de triglycérides de deux individus semble montrer la présence de produits laitiers. De plus, quelques individus contenaient des constituants de la cire d'abeille. Certaines céramiques du site de Bercy ont également été analysées (Regert et al. 2003a). Les résultats tendent à montrer la présence de graisses animales et de produits laitiers dans ces céramiques. L'auteur précise que le taux de  $C_{16:0}/C_{18:0}$  est compris entre 0,8 et 1, taux proche de ceux observés sur une partie des céramiques de Lillemer et que nous aurions tendance à interpréter comme provenant d'animaux à fort  $C_{18:0}$  (cervidés ou suif de mouton). Cependant, l'auteur ne précise pas plus qu'une origine animale des graisses. Il est à noter que certains individus semblent contenir de la matière organique d'origine végétale, mais dont l'origine précise ne semble pas déterminable. Des études plus récentes ont été menées par GC-C-IRMS, qui permet une analyse isotopique ciblée sur certaines molécules. Ces analyses portent sur le taux de carbone 13 des acides palmitique et stéarique. Cette technique permet notamment de différencier parmi les graisses, celles provenant de ruminants, de porcs et de produits laitiers. Une telle étude a été menée sur le site d'Arbon Bleiche 3 (Suisse) près du lac de Constance. La grande majorité des récipients céramiques semble contenir des produits laitiers, de la graisse de porc, d'agneau ou de veau. Certaines cependant semblent contenir un mélange de graisses végétales

et animales (Spangenberg et al. 2006). En Angleterre sur le site de Walton, des céramiques du Néolithique ancien et récent ont été analysées (Dudd et al. 1999). Ainsi, seule la consommation de viande de ruminants et de produits laitiers a pu être démontrée. Une plus grande étude a été menée sur six sites Néolithiques du Sud de l'Angleterre (Copley et al. 2005b). Ainsi entre 50% et 60% des céramiques étudiées témoignent de la consommation de produits laitiers et seulement 5% présentent un mélange de graisses animales et végétales ou de cires d'abeille.

Ainsi comme à Lillemer, la matière organique contenue dans les céramiques néolithiques est quasi totalement d'origine animale. Cependant, nous pouvons constater que c'est principalement de la graisse de ruminants (bœuf et agneau) ou de porc qui est fréquemment retrouvée et non de la graisse d'animaux sauvages. De plus, il semble fréquent qu'ils soient consommés sous la forme de produits laitiers et de viande. Les témoignages de consommation de produits végétaux sont beaucoup plus rares. Et c'est principalement de la cire d'abeille et parfois des traces de crucifères qui ont pu être identifiées. A Lillemer, les analyses systématiques de la fraction neutre et des acides gras de longues chaînes ont montré la présence de résidus de produits végétaux de différentes origines.

Cet échantillonnage nous donne une esquisse cohérente avec les données existantes sur le Néolithique, bien que certaines particularités puissent être entrevues. Ainsi, il semble que la consommation d'animaux d'origine sauvage soit très importante sur ce site et qu'il y ait une consommation systématique de produits végétaux variés bien que faiblement représentés. De plus, il est intéressant de constater que les Néolithiques d'Europe de l'Ouest semblent être de grands consommateurs de viande. La faible représentation des résidus de plantes pourrait être expliquée par une faible extension de leur cuisine en céramique, si ce n'est pour accompagner la cuisson de la viande (comme pour un court-bouillon). Peut être préféraient-ils les consommer crus ou sous forme de pain pour les céréales.

### **III.2.4. Conclusion**

La détermination des fonctions des structures de combustion au sein de l'espace des occupations humaines est nécessaire à la compréhension de la nature de nos gisements. Cette question devient d'autant plus importante dans le cas des structures suivantes qui ont été retrouvées isolées de tout aménagement domestique.

Les trois zones du site étudiées présentent toutes des traces évidentes de pratiques culinaires principalement liées à la préparation de la viande. La cuisson des végétaux est limitée aux céramiques et on ne constate pas de différences en fonction de leur localisation. Seuls les foyers sont associés à des techniques de cuisson différentes, pouvant peut être répondre à différentes fonctionnalités spatiales. Cependant, leur mise en évidence est difficile. Seul le foyer des Hauts se situe à proximité de mobilier de contexte funéraire qui pourrait révéler une utilisation particulière de cette structure. Les deux autres foyers ne sont pas associés à des structures domestiques ou techniques évidentes et il est donc difficile de déterminer leur fonction au sein de cette occupation. Le foyer du Haut Charles était-il associé à la palissade, à la carrière ou à l'extérieur d'un habitat situé dans une zone non fouillée à ce jour ? Quel était la fonction du foyer du sondage 2 ; isolé au bord du chemin de planches, mais qui présente néanmoins une utilisation culinaire ?

Ces observations nous obligent à revoir aussi les fonctions assignées à l'utilisation de ces espaces à partir des autres vestiges retrouvés. En tout cas, la cuisson des viandes sur pierres chauffantes s'est pratiquée couramment dans des espaces ouverts du village. De plus, nous ne constatons pas la présence de vidanges de ces foyers, ce qui laisse deux interprétations possibles : Une utilisation très brève de ces structures ou un aménagement des zones destinées au rejet des vestiges de combustion et de cuisson, qui ne seront pas nécessairement proches de la localisation de ces structures. Il est aisé d'imaginer les habitants de Lillemer pratiquant la cuisine à l'air libre (pas exclusivement dans leurs maisons) en utilisant les plaques de schiste pour la préparation d'une viande provenant essentiellement de la chasse des cervidés. Par ailleurs, ces mets préparés à l'extérieur dans des foyers pourraient porter une signification tout particulière ; en fonction de l'évolution de l'interprétation de la nature du gisement, par exemple, son rôle symbolique au sein de la société néolithique : simple habitat, site à vocation cérémonielle...

A ces modalités culinaires s'ajoutent la préparation de plats reflétés par diverses associations d'aliments, nous donnant une idée des repas de ces Néolithiques :

- Consommation de viandes cuites dans le foyer par grillade, rôtissage ou dans la braise.
- Consommation de viandes et de végétaux cuits dans des céramiques, sûrement sous la forme de bouillon épais (entraînant la formation des caramels de cuisson) :

- Viandes et feuilles
- Viandes et céréales qui peuvent être accompagnés de rhizomes de polypodes
- Viandes, feuilles de Brassicacées (chou ?) et d'Ombellifères (buplèvre ?)
- Viandes et feuilles d'Ombellifères
- Possible consommation de champignons

Ainsi, nous observons une diversité des repas où la viande joue un rôle important, mais il ne faut pas sous-estimer le rôle des végétaux. En effet, nous savons que l'apport pondéral en lipides des viandes dans une repas mixte est très important par rapport à celui des végétaux. Leur présence indique sans doute une bonne proportion de végétaux dans la préparation des repas, ce qui est intéressant car cela n'a pas été souvent observé auparavant.

Il reste la possibilité de l'existence d'autres repas ou préparations au sein du site que nous n'avons pas observées ici. Par exemple, se pose la question de la préparation et de la consommation de produits laitiers. Est-elle absente de Lillemer ou a-t-elle été réalisée dans une zone non fouillée ?. Il en va de même pour la production et la consommation de miel, de poisson ou de boissons fermentées.

Nous constatons ici que le bouilli ne paraît pas être pratiqué avec des roches chauffantes, au moins dans la collection étudiée. L'apparition des récipients pourrait justifier cette évolution. Cependant, comme nous l'avons vu au début de notre deuxième chapitre, certains groupes utilisaient des pierres pour faire bouillir l'eau dans des récipients en céramique en plusieurs endroits du monde. Ce n'est pas le cas pour l'instant à Lillemer.

Le bouilli étant donc réalisé en chauffant directement les récipients en céramique, il est probable que les foyers soient les mêmes que ceux servant à la cuisson de la viande sur des pierres chauffées. La poursuite des recherches sur le site de Lillemer nous permettra sans doute de répondre à un certain nombre de questions.

Notre problématique suivante concerne l'exploitation de roches dans des fosses foyers de l'Âge du Bronze.

### III.3. Les fosses foyers de l'Âge du Bronze

---

De nombreuses structures en creux et remplies de roches chauffées datant de la Préhistoire récente et la Protohistoire ont été découvertes. Elles ont eu des dénominations variées : trou de combustion, four polynésien, foyer enterré (Gascó 2003a)... On préférera ici le terme de fosse foyer. Gascó distingue deux types de structures (Gascó 2003b) : des foyers de grande dimension aux diamètres dépassant 1,5 m et jusqu'à 2,2 m et des d'autres de très grande taille trouvées en batterie. Ce dernier type de structures a été trouvé fréquemment dans la région Rhône-Alpes et elles sont, pour la plupart, rattachées chronologiquement à la phase de transition Bronze Hallstatt (Jacquet et al. 2001a). Comme pour Lillemer, les roches ne semblent pas liées à la cuisson bouilli par pierres chauffantes. Cette étude concerne des structures provenant de deux de ces sites.

#### III.3.1. La structure F9 de Champ Vallet

##### III.3.1.1. Présentation

La fouille de sauvetage de Champ Vallet (Colombier-Saugnieu, Rhône) dirigée par Pierre Jacquet a révélé un ensemble de structures de différentes périodes. Parmi celles-ci, la structure F9, attribuée à la Protohistoire, est localisée dans la partie centrale du tronçon fouillé, orientée nord-ouest/sud-est. Elle se situe à l'interface des unités stratigraphiques 2/4 et du pédosol (US6). Ce pédosol a probablement été tronqué par un processus d'arasement. Le niveau originel d'ouverture de la structure aurait disparu et seul le fond du creusement aurait été conservé. L'ampleur de la partie arasée n'est pas estimable (Jacquet et al. 2001b).

Il s'agit d'une structure rectangulaire remplie de roches qui mesure dans son état actuel 2,22 m de longueur pour 1,10 m de largeur et 0,27 m de profondeur dans la partie la plus profonde de la structure. Ses bords sont légèrement inclinés dans les côtés ouest et nord et plus abrupts dans les côtés est et sud. Dans sa partie profonde la structure est plus étroite que dans sa partie supérieure.

Cette structure présente un remplissage de roches de nature et densité variables contenu au sein de sédiments limoneux plus au moins riches en charbons en fonction de la hauteur du remplissage. Ainsi, le sédiment noirci est de plus en plus visible à partir de la passe n° 3. Des traces de branches carbonisées sont visibles à partir de la passe 5. De plus, on

observe que sous les pierres qui remplissent la structure il existe une couche de sédiment non noirci assez épaisse qui pourrait indiquer deux étapes dans l'utilisation de la structure.

Le sédiment présente également des traces de thermoaltération se caractérisant par l'oxydation des parois et du fond de la structure. L'épaisseur des altérations des parois est variable atteignant presque 5 cm dans les parties les plus importantes. Les zones hautes des parois où cette oxydation était présente, sont indurées sur 1 cm et présentent une coloration bleutée dans la partie interne des parois, tandis que la partie basse de ces parois toujours oxydée ne présente pas d'induration. Finalement, tout le fond de la structure est oxydé, mais de façon éparse et inférieure à un centimètre.

De plus, l'étude des roches nous a montré que l'histoire de cette structure est assez complexe. Elle contiendrait le reflet de plusieurs épisodes de combustion et des réaménagements (March (Dir.) et al. 2003 ).

Le choix des matières premières est varié et provient du contexte morainique proche du site. Le quartzite, le granite, le calcaire silicifié, le micaschiste et le gneiss ont été choisis de manière préférentielle. En même temps, d'autres roches ont été ramassées de façon aléatoire. Pour un premier épisode de chauffe, des quartzites et des calcaires silicifiés, ont été choisis que nous retrouvons aujourd'hui mêlés aux sédiments charbonneux des phases inférieures du comblement. A partir de la distribution des oxydations sur les roches et d'après le nombre de faces oxydées (notamment la présence de roches à altération partielle ou réoxydées après fracturation), ces pierres témoignent également de plusieurs épisodes de combustion ou de réaménagements. Néanmoins, la majorité a été globalement exposée au feu à des températures comprises entre 300°C et 500°C. Les variations thermiques ont été assez lentes pour empêcher l'éclatement thermique de ces roches qui est très faible.

La structure aurait ensuite été vidée partiellement de son contenu, nous laissant ainsi l'image résiduelle de ce premier épisode de combustion. Elle aurait ensuite été temporairement abandonnée, donnant lieu à la formation d'un hiatus sédimentaire observé en coupe.

Puis, la structure est réaménagée avec de nouvelles roches de grands volumes : des granites, des quartzites, des micaschistes, dont certaines ont été déjà brûlées auparavant. Les granites ont plutôt été chauffés globalement. D'autres, les quartzites, l'ont été partiellement.

Elles ont été exposées au feu de façon différentielle, centrale et périphérique. Les températures d'exposition ont été similaires à celles observées pour les roches situées en fond de la structure. De même, leur niveau d'éclatement est très faible, ce qui laisse supposer un contrôle des températures de chauffe. Pour cet aménagement, d'autres roches non chauffées sont choisies, ayant un module particulier, divergent nettement du profil de la moraine actuelle. Dans l'ensemble, les mêmes matières premières sont choisies. Cependant, il ne semble pas y avoir d'allumage de cette structure qui est alors abandonnée (March (Dir.) et al. 2003 ).

Cette structure présente donc un aménagement et un fonctionnement complexe. Les analyses chimiques qui suivent apportent un regard complémentaire, fonctionnel, à l'analyse des roches.

### **III.3.1.2. Echantillonnage**

L'étude a porté sur l'analyse de quatre échantillons provenant de la structure F9. Aucun prélèvement de sédiment n'a été réalisé comme nous l'avions recommandé (localisation précise, quantité, gardé en papier aluminium...), ni aucune berme ne nous fût transmise. Seuls des sacs plastiques remplis de sédiments prélevés par passe et carré nous ont été apportés. Nous avons donc décidé d'étudier trois échantillons de ces prélèvements de sédiment correspondant aux différentes unités stratigraphiques rencontrées au cours de la fouille de la structure. Nous avons également étudié une roche chauffée portant des traces noirâtres qui témoignent de la pénétration de matière organique en son sein. Il est à noter que nous n'avons pu réaliser de témoin de sol naturel, aucun prélèvement ne nous étant parvenu.

- Le premier prélèvement [F9.1] correspond à l'U.S. 9-1 qui est décrit comme un limon sableux brun comprenant quelques galets. Il a été réalisé lors de la passe 2.

- Le deuxième prélèvement [F9.2] correspond à l'U.S. 9-2 qui est décrit comme un limon sableux brun foncé cendreuse avec un niveau de galets de module plus important. Il a été réalisé lors de la passe 3 (inférieure) dans le quart C.

Ces deux premiers prélèvements correspondent avec l'aménagement de galets supérieurs que nous avons décrit dans le chapitre précédent.

- Le troisième prélèvement [F9.3] correspond à l'U.S. 9-3 qui est décrit comme un limon sableux brun noir charbonneux et cendreux comprenant des galets de plus petite dimension. Il a été réalisé dans le quartier C lors de la passe 5 (inférieure).

Celui-ci correspondrait avec la première utilisation de la structure

- La roche analysée est la roche n°212 [F9-212], qui est une calcaire silicifié portant des traces d'oxydation et de tache noire. Elle a été prélevée lors de la passe 4 du quartier A sur le bord Est de la structure, elle appartient à l'U.S. 9-2. Si nous nous référons à l'analyse des roches, elle proviendrait d'une utilisation antérieure de la structure. Le contenu organique de cette roche devrait témoigner de l'utilisation lors de la dernière phase active de la structure.

### **III.3.1.3. Résultats**

#### **III.3.1.3.1. Extraits obtenus<sup>19</sup>**

- 1,3mg/100g de sédiment pour F9.1
- 0,9mg/100g de sédiment pour F9.2
- 1,8mg/100g de sédiment pour F9.3
- 3,1mg/20g de roche pour F9 212 soit 15.6mg/100g

Les quantités de matières organiques extraites à partir de nos différents échantillons sont relativement faibles. Cependant, proportionnellement au sédiment de la structure, la roche en contient beaucoup plus. À la faveur de cette simple constatation, il semble que les lipides contenus dans cette roche ne proviennent pas d'une contamination du sédiment encaissant, mais plutôt qu'ils sont originaires des activités anthropiques qui se sont déroulées dans la structure.

---

<sup>19</sup> Les échantillons de la structure F9 ont été réalisés avant l'utilisation d'une dilution précise lors des injections chromatographiques. Nous ne possédons pas les informations pour calculer la masse relative de chaque molécule ou famille de molécules. Néanmoins nous pouvons utiliser la masse des extraits pour pallier à ce problème.

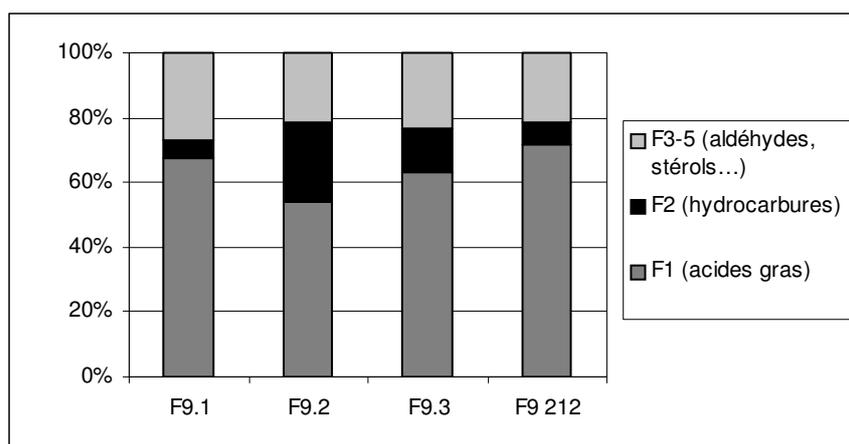


Figure 203 – Distribution des différentes fractions de lipides dans les deux extraits (la fraction F3-5 est le pourcentage cumulé des trois dernières fractions neutres)

Après séparation, la proportion des différentes fractions obtenues est relativement similaire (Figure 203). La fraction acide est toujours la fraction majoritaire, elle représente en moyenne environ deux tiers de l'échantillon total. Cependant, on peut remarquer que l'échantillon F9.2 présente une proportion d'acides gras plus faible qui est liée à une proportion d'hydrocarbures plus importante. Cet échantillon est également celui qui contient le moins de matière organique. Il semble que des processus, anthropiques ou non, aient provoqué un apport moins important ou une dégradation plus grande de la matière organique, principalement au niveau des acides gras.

### III.3.1.3.2. Acides gras

Nous constatons la présence d'acides gras insaturés uniquement dans les deux couches supérieures (Figure 204). Dans [F9.1], ces acides insaturés représentent 8% de l'aire totale (GC) des acides linéaires et se composent d'isomères de  $C_{16:1}$ , de  $C_{18:1}$  qui est l'acide insaturé dominant ainsi que de faibles quantités de  $C_{18:2}$ . Dans la couche [F9.2], les mêmes acides insaturés sont présents bien qu'il n'y est qu'un isomère de  $C_{16:1}$ , mais ces acides sont en quantités plus importantes par rapport aux acides saturés (l'aire totale des acides gras insaturés est de 35%) avec un pic très fort d'acide oléique,  $C_{18:1(9)}$ , qui est alors quantitativement plus important que l'acide stéarique ( $C_{18:0}$ ). La présence de ces acides gras insaturés induit que la matière organique est peu dégradée et relativement récente.

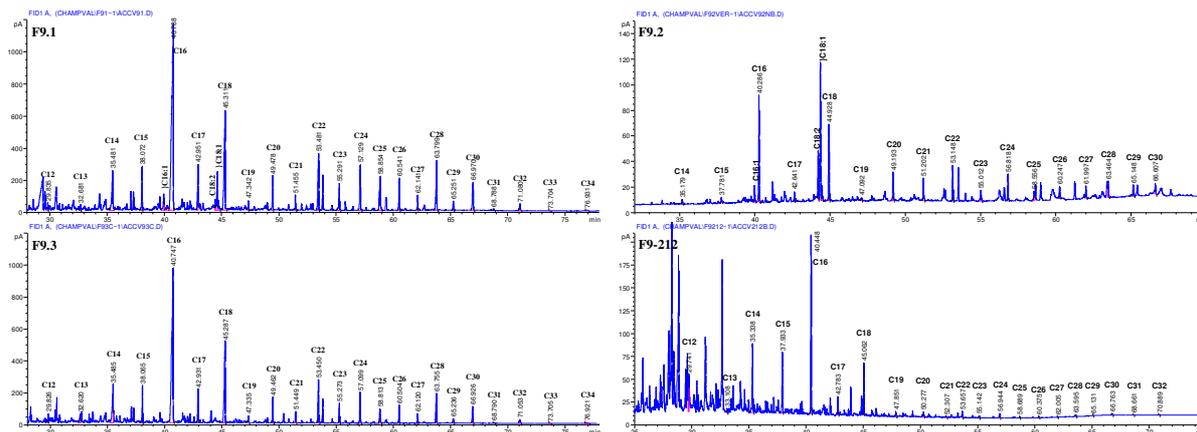


Figure 204 – Gaz chromatogramme partiel de la fraction acides gras des échantillons de la structure F9 de Champ Vallet.

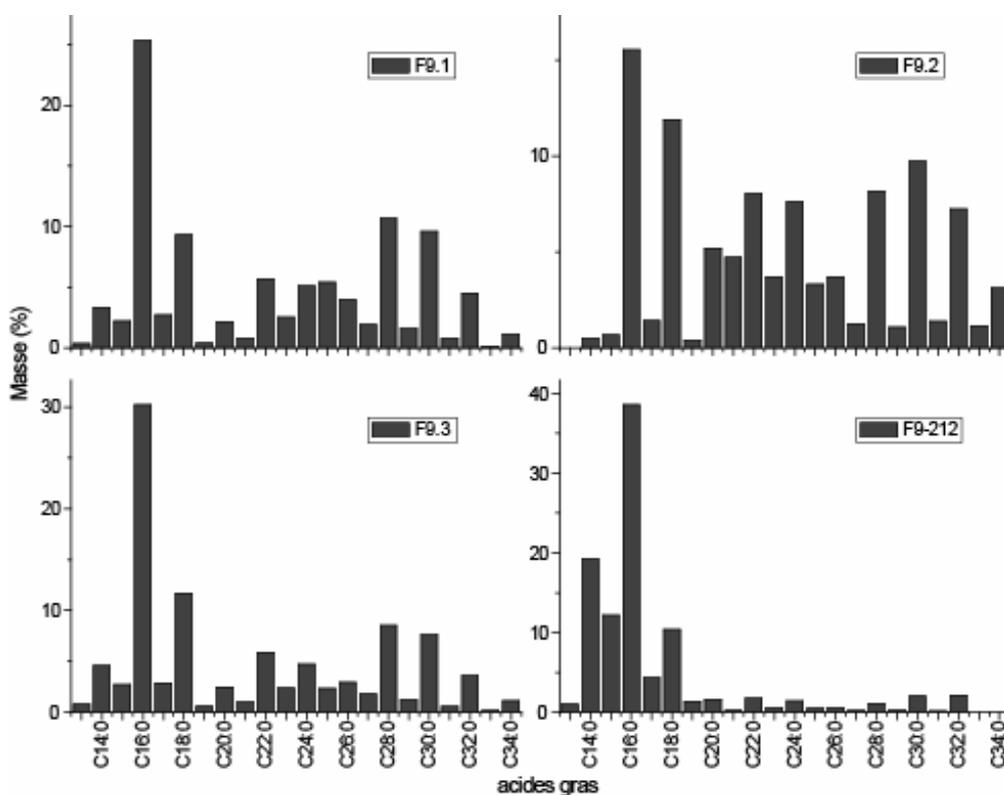


Figure 205 – Distribution des acides gras saturés des échantillons de Champ Vallet

La distribution des acides gras saturés présente une certaine hétérogénéité (Figure 205)<sup>20</sup>. Dans les sédiments, elle semble provenir d'une conservation différentielle de la matière organique. Nous avons déjà vu que la couche [F9.2] contient beaucoup moins d'acides gras que les autres couches. La distribution des acides gras saturés est également différente. La couche [F9.2] contient plus d'acides gras de longues chaînes que les deux autres niveaux (64,33%). L'organisation de la distribution de ces longues chaînes est

<sup>20</sup> Les distributions d'acides gras saturés et de n-alcane sont corrigées et exprimées en pourcentage de masses.

bimodale. Le premier mode est dominé par  $C_{22:0}$  et  $C_{24:0}$  et présente une légère prédominance des acides pairs sur les acides impairs. La seconde partie de cette distribution est dominée par  $C_{30:0}$  et présente une prépondérance des acides pairs beaucoup plus marquée. Les deux autres couches présentent des distributions d'acides gras de longues chaînes relativement similaires. La proportion des acides de longues chaînes est moins importante (54,08% pour [F9.1] et 44,01% pour [F9.3]). Leurs distributions sont également bimodales, mais le deuxième mode qui est dominé par  $C_{28:0}$ , est beaucoup plus important que le premier. Néanmoins, on constate que le  $CPI_{(acides\ longs)}$  de ces trois couches est proportionnel à leur stratigraphie. En effet, il augmente avec la profondeur de la couche (Tableau XXVIII). Ce CPI présente néanmoins des valeurs relativement peu élevées (entre 3,17 et 3,86) ce qui traduit une altération moyenne de nos échantillons mais qui est plus intense dans les couches supérieures. De plus, si, dans les trois échantillons, l'acide palmitique ( $C_{16:0}$ ) est l'acide principal accompagné, dans une moindre proportion, par l'acide stéarique ( $C_{18:0}$ ), le rapport entre  $C_{16:0}$  et  $C_{18:0}$  n'est pas identique. Il est de 2,72 et 2,58 pour les couches [F9.1] et [F9.3] alors que dans la couche [F9.2] il est de 1,30. De plus, dans la couche [F9.2], nous constatons que l'acide myristique est moins important que pour les deux autres couches. De même, le  $CPI_{(acides\ courts)}$  est plus élevé pour [F9.2] (12,31) que pour [F9.1] et [F9.3] dont les valeurs sont très proches (respectivement 7,15 et 7,38). Ces valeurs sont néanmoins peu élevées.

	<b>F9.1</b>	<b>F9.2</b>	<b>F9.3</b>	<b>F9-212</b>
CPI (acides longs)	3,17	3,42	3,86	4,83
CPI (acides courts)	7,15	12,31	7,38	3,84
CPI (alcanes)	2,13	2,12	1,95	0,96

Tableau XXVIII – CPI des acides gras et des n-alcanes des échantillons

Nous sommes donc en présence de deux échantillons qui ont un fort degré de ressemblance (F9.1 et F9.3), et d'un échantillon provenant d'une couche intermédiaire qui se différencie nettement. La distribution d'acides gras de longues chaînes de [F9.1-3] semble indiquer qu'il y a une contribution végétale importante dans leurs profils des acides gras.

Dans la roche, les acides gras saturés sont majoritairement des courtes chaînes (environ 88,87%). Une telle proportion de courtes chaînes est plutôt caractéristique d'une graisse d'origine animale. Les longues chaînes présentent une distribution légèrement bimodale dominée par  $C_{22:0}$  et  $C_{30:0}$ . Le  $CPI_{(acides\ longs)}$  est plus important que celui observé dans les sédiments (4,83). Les courtes chaînes sont dominées par l'acide palmitique ( $C_{16:0}$ )

suivi de l'acide myristique (C<sub>14:0</sub>). Le CPI<sub>(acides courts)</sub> est assez faible (3,84) traduisant une forte altération de ces acides. De plus, notre échantillon révèle une quantité importante d'acide laurique (C<sub>12:0</sub>) (Figure 204). Les acides de courtes chaînes, C<sub>8:0</sub> à C<sub>12:0</sub>, se retrouvent généralement dans certaines huiles végétales ou encore dans le lait (Belitz & Grosch 1999). Nous pouvons donc émettre également l'hypothèse que la présence de cet acide pourrait traduire l'alimentation de l'animal consommé. Néanmoins, en l'absence d'échantillon de référence, nous ne pouvons confirmer cette hypothèse.

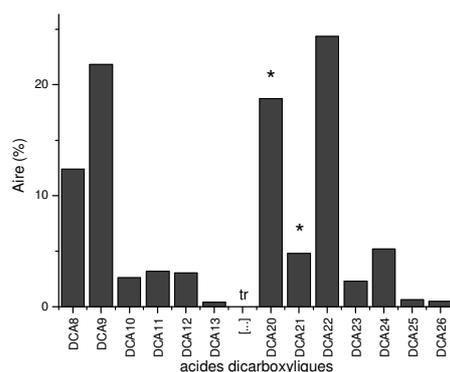


Figure 206 – Distribution des diacides de la couche F9.1 (pourcentage d'aire, impacte d'ions). tr, entre DCA<sub>13</sub> et DCA<sub>20</sub> certain diacides sont présent mais en trop faible quantité pour être intégrable ; \*, le diacide est mélangé à une autre molécule

Les acides gras linéaires ne sont pas les seuls acides organiques présents dans nos échantillons. Des acides dicarboxyliques sont également présents dans les échantillons de sédiments. Ce sont à la fois des diacides de courtes chaînes, produit de la dégradation des acides gras insaturés, et des diacides possédant une chaîne carbonée plus longue (Figure 206). L'acide docosanedioïque (DCA<sub>22</sub>) est alors majoritaire. Ces diacides de longues chaînes présents dans le sédiment ont une origine végétale. Il semble, au moins pour les courtes chaînes, qu'ils proviennent de la dégradation naturelle des acides gras insaturés mais nous ne pouvons pas exclure qu'ils proviennent des phénomènes de combustion du bois. Cependant, il est intéressant de voir que là où les acides gras insaturés sont mieux conservés, ces diacides sont presque absents. Ainsi dans la couche F9.2, l'acide azélaïque (DCA<sub>9</sub>) est présent sous forme de traces alors que, dans les deux autres couches, il est l'acide dicarboxylique de courtes chaînes majoritaires, il en est de même pour l'acide docosanedioïque (DCA<sub>22</sub>). Dans la roche chauffée, seul l'acide azélaïque a été identifié. L'absence de diacides de longues chaînes nous confirme que ces molécules ont une origine différente entre la roche et les échantillons de sédiments. Nous pensons que nous sommes ici dans le cas décrit

expérimentalement d'acides dicarboxyliques formés par l'altération des acides gras insaturés au cours de la cuisson. La présence de ce seul diacide traduirait alors une composition originelle d'acides gras portant dans leur forte majorité leur insaturation sur le neuvième carbone, formant de manière préférentielle de l'acide azélaïque. Les autres diacides formés au cours de cette réaction seraient alors en quantités trop faibles pour pouvoir être identifiés.

Les échantillons de sédiments contiennent également des hydroxy acides (pour F9.2, ils sont sous forme de quelques traces) qui se présentent sous la forme d'une famille de 2-hydroxy, acides gras de chaînes relativement longues (de 16 à 25 atomes de carbones). Ces acides gras sont contenus dans les feuilles vertes de nombreux végétaux (Belitz & Grosch 1999). Nous constatons également la présence d'acide 9-hydroxy, octadécanoïque. Ces hydroxy-acides témoignent également de la dégradation naturelle des acides gras.

### III.3.1.3.3. Hydrocarbures

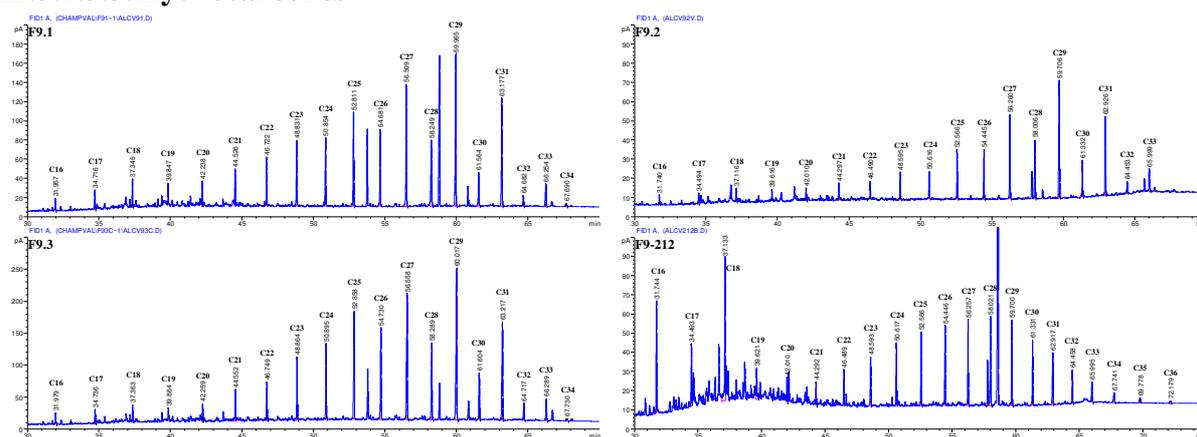


Figure 207 – Chromatogramme partiel de la fraction neutre 1 (hydrocarbures) des échantillons de la structure F9 de Champ Vallet

Pour les échantillons provenant des sédiments (Figure 207), les n-alcanes sont à plus de 94% ([F9.1] 94,92%, [F9.2] 95,89%, [F9.3] 96,60%) des alcanes de longues chaînes. Leurs distributions (Figure 208) sont relativement similaires traduisant une certaine homogénéité de leur composition, contrairement aux acides gras, et une origine proche, sinon commune, des alcanes. Nous constatons que les n-alcanes dominants sont le nonacosane (C<sub>29</sub>) puis le hentriacontane (C<sub>31</sub>) pour [F9.1] et [F9.2] et le heptacosane (C<sub>27</sub>) pour [F9.3]. Cette distribution d'alcanes de longues chaînes majoritaires avec des alcanes impairs plus importants que des pairs est typique des cires cuticulaires et proviennent d'une origine végétale (végétaux supérieurs). Le CPI des n-alcanes est peu élevé (compris entre 2,13 et 1,95), ce qui correspond à une faible différence quantitative entre les alcanes pairs et impairs,

témoin d'une certaine dégradation de l'échantillon (Tableau XXVIII). La dégradation des alcanes semble ici correspondre plus à une altération naturelle qu'anthropique (la combustion provoque une distribution beaucoup plus lissée des alcanes). De plus, le  $CPI_{(alcanes)}$  de ces échantillons diminue proportionnellement avec l'unité stratigraphique traduisant une augmentation de la dégradation en fonction de l'âge de l'échantillon.

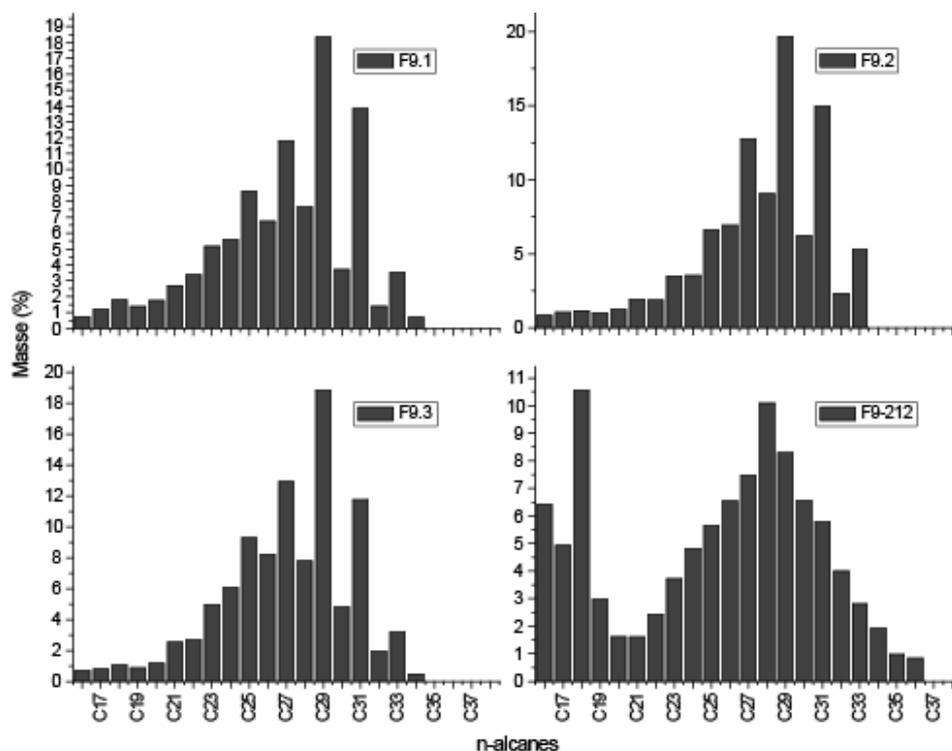


Figure 208 – Distribution des n-alcanes des échantillons de Champ Vallet

La distribution des alcanes de la roche 212 est de type bimodal, contrastant avec les distributions unimodales des échantillons de sédiments. Nous constatons donc que la roche contient beaucoup plus d'alcanes de courtes chaînes que dans les sédiments (24,89%) avec notamment une quantité d'octadecane (C18) importante (Figure 208). Ces alcanes de courtes chaînes sont des alcanes de dégradation, formé à partir de la dégradation des acides gras libres ou estérifiés. Les alcanes de longues chaînes présentent également une forte dégradation sous la forme d'une distribution lissée qui se traduit par un CPI de 0,96. Les principaux alcanes de longues chaînes sont centrés autour de C28, au contraire les échantillons de sol sont dominés par C<sub>29</sub>, C<sub>27</sub> et C<sub>31</sub>. Ce profil semble donc correspondre à une dégradation d'origine anthropique due notamment aux activités culinaires ou de combustion. Nous voyons donc que cette distribution est très proche des échantillons expérimentaux de grillade sur roches chauffées.

### III.3.1.3.4. Stéroïdes et terpénoïdes

Les stérols et les terpènes sont actuellement considérés comme les meilleurs marqueurs taxonomiques des résidus d'origine archéologique. La distinction animale et végétale peut être facilement faite grâce à la présence de cholestérol ou de phytostérols. Les différents échantillons de sédiments de la structure F9 présentent une forte homogénéité dans leurs compositions en stérols ou en terpènes (Tableau XXIX). Un triterpène pentacyclique possédant une fonction cétone, la friedelan-3-one ou friedelin y est largement majoritaire. Son origine est végétale, elle a été, en particulier, retrouvée dans le bois (cette molécule a été découverte à l'origine dans du chêne-liège) mais elle est assez répandue dans le règne végétal (Simonsen & Ross 1957; Volkman et al. 2000). Nous constatons la présence secondaire d'un autre terpène, le D-Friedoolean-14-en-3.beta.-ol, acétate, ou taraxerol monoacétate. Cet acétate pourrait être produit par une réaction chimique d'origine anthropique ou taphonomique, mais il est aussi contenu naturellement dans certaines plantes, on le retrouve aussi par exemple dans l'ambrosie (*Ambrosia artemisiifolia*) (Billodeaux et al. 1999). Ces triterpènes sont accompagnés dans une quantité moins importante par un stéroïde, du stigmasta-3,5-dien-7-one dont le pic est coélué avec une cire, l'hexadecyl ester de l'acide hexadecanoïque. Il n'y a pas eu d'autres identifications de molécules provenant de ces familles. Nous sommes donc en présence d'un assemblage moléculaire assez spécifique qui correspond à des graisses d'origines végétales. Nous pouvons nous interroger sur l'importance de la contribution animale dans ces échantillons en raison de l'absence de stérols ou triterpènes ayant clairement cette origine. De même, nous voyons ici que les processus de dégradation de nos échantillons n'ont pas permis la conservation de stérols et seul les stéroïdes ou les terpènes possédant une fonction cétones ont pu nous parvenir. Nous pouvons penser qu'il y a eu une conservation différentielle selon les propriétés structurales des molécules qui ont conduit à l'élimination de celles possédant des fonctions alcools.

	<b>F9.1</b>	<b>F9.2</b>	<b>F9.3</b>
<i>Stigmasta-3,5-dien-7-one</i>	40%	6%	10%
<i>D-Friedoolean-14-en-3.beta.-ol, acetate</i>	8%	4%	13%
<i>Friedelin</i>	52%	90%	77%

Tableau XXIX – Pourcentage des différents triterpènes et stérols dans les échantillons de sédiments

L'extrait de la roche brûlée contient uniquement du cholesta-3,5-diene, molécule dérivée du cholestérol par déshydratation et qui est un des précurseurs du cholestane

(Schüpfer & Gülaçar 2000). Le cholesta-3,5-diene serait alors le résidu dégradé de ce cholestérol et traduirait la présence de graisse animale dégradée dans la roche.

### III.3.1.3.5. Autres molécules

Un ensemble de cires est présent dans la roche brûlée. Ces cires sont des esters (tetradecyl à octadecyl) de trois acides gras différents, l'acide mystirique (C<sub>14</sub>, Mz 229), l'acide palmitique (C<sub>16</sub>, Mz 257) et l'acide insaturé palmitoléique (C<sub>16:1</sub>, Mz 236). Dans les échantillons de sols, les mêmes cires sont présentes, cependant ces cires sont moins fréquentes et un peu moins variées.

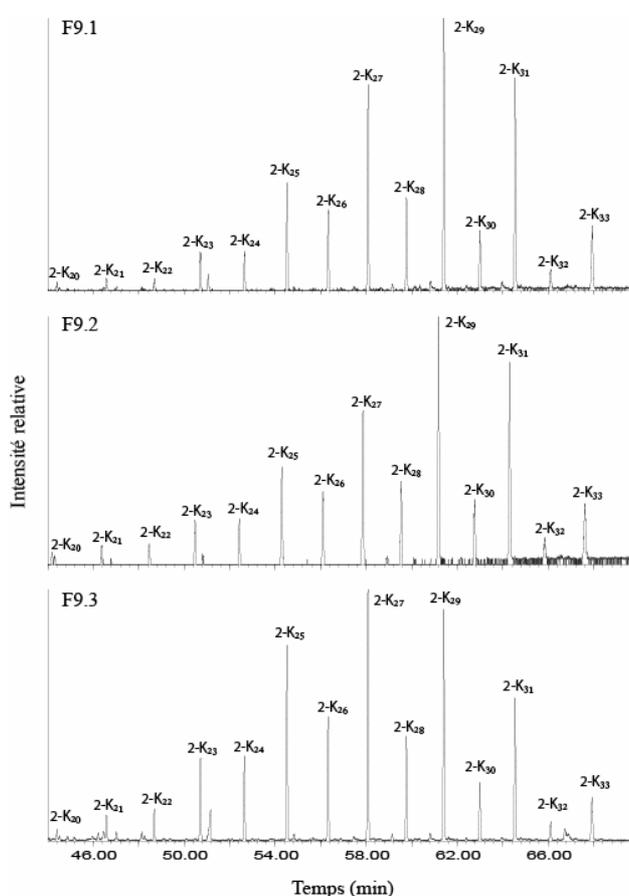


Figure 209 – Chromatogramme partiel (44-68min) d'ion sélectif (ion 59) des échantillons de sédiments de la structure F9

Nos échantillons de sédiments contiennent des aldéhydes de longues chaînes. Le 1-octacosanal et le 1-hexacosanal sont les plus importants. Cependant, ces aldéhydes sont présents en petite quantité. Nous constatons également la présence d'autres cétones linéaires avec la famille des méthyles cétones (Figure 209). Ils sont également de longues chaînes, de 20 à 33 carbones (à partir de 25 pour [F9.2]). Les méthyles cétones impaires dominent nettement les paires. Les distributions de [F9.1] et [F9.2] sont assez similaires avec une

dominance de 2-nonacosanone (2-K<sub>29</sub>) alors que l'échantillon [F9.3] présente de légères différences dont une dominance du 2-heptacosanone (2-K<sub>27</sub>). L'origine de ces molécules est généralement considérée comme provenant du règne végétal bien que les aldéhydes sont également considérés comme provenant de la décomposition de lipides acyles (Belitz & Grosch 1999). La roche ne contient aucune de ces molécules.

Il faut ajouter la présence de  $\gamma$ -lactones dans la roche [F9-212]. Le chromatogramme de l'ion 85 (Figure 210) qui est l'ion majoritaire de ce type de molécules, nous révèle leur existence en faibles quantités (les pics retrouvés sont masqués par le bruit de fond ou d'autres pics excepté pour le pic à 41,80 min). Les spectres de masses, même avec leur faible intensité, correspondent à ceux de  $\gamma$ -lactones.

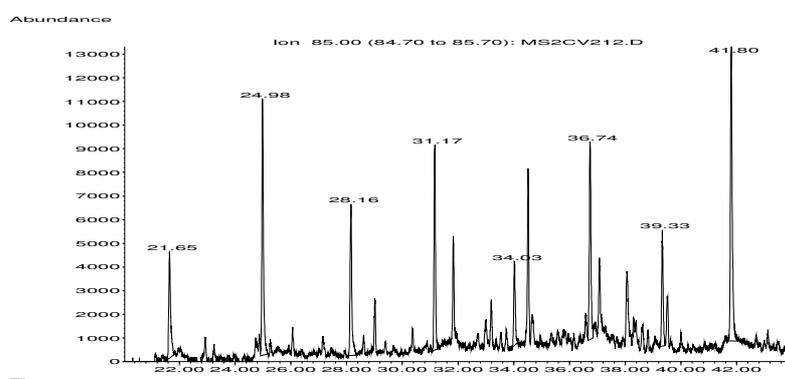


Figure 210 - Chromatogramme partiel (ion 85) de la fraction neutre 3 de F9-212

#### III.3.1.4. Discussion

Les résultats obtenus permettent de mettre en évidence certains aspects du fonctionnement de cette structure. Ainsi, nous constatons que les échantillons de sédiments présentent de traces évidentes d'une origine végétale. Ainsi, ces échantillons présentent des acides gras de longues chaînes en quantités importantes, des 2-hydroxy acides, des acides dicarboxyliques longs, des alcanes ayant un profil de cires cuticulaires, tout comme des méthyles cétones. Ils présentent également des terpénoïdes et des stéroïdes typiquement végétaux. Ces échantillons sont très proches, cependant certaines différences peuvent témoigner d'une certaine variété dans ces origines. Ainsi, la distribution des alcanes et des méthyles cétones tend à montrer que [F9.3] se différencie légèrement alors que la distribution des acides gras diffère pour [F9.2]. Néanmoins, il semble possible de préciser cette origine. Les alcanes tendent à montrer qu'ils proviennent de cires cuticulaires alors que les 2-hydroxy acides sont retrouvés dans des feuilles. Les acides dicarboxyliques sont plutôt retrouvés dans les produits issus des arbres (voir *supra*). La friedelin et les autres terpènes proviennent

également de ce type de végétaux (l'ambrosie d'origine américaine peut être exclue). Il semble donc que nous sommes en présence de matière organique issue du bois.

Cette matière présente des traces d'altérations comme un faible CPI alcanes et acides, des acides carboxyliques courts ou encore certains hydroxyacides. De plus, il est intéressant de constater que ces altérations sont dépendantes de la profondeur des échantillons. Ainsi, il y a disparition des acides gras insaturés et une diminution du  $CPI_{(alcanes)}$  avec la profondeur de l'échantillon, traduisant une augmentation de ces altérations en fonction de l'âge des échantillons. Néanmoins, ces altérations peuvent s'expliquer par une meilleure conservation de traces provenant de l'activités de combustion se déroulant au fond de la structure.. Inversement, le  $CPI_{(acides\ longs)}$  augmente, traduisant peut être une meilleure protection de ces acides par rapport à la biodégradation en raison de l'augmentation de la sédimentation. Les différences notables dans les acides gras de la couche [F9.2] pourraient également s'expliquer par la position stratigraphique de cet échantillon. Elles pourraient être dues à une conservation moins bonne de ces acides en raison de conditions taphonomiques particulières lors de la sédimentation de ce niveau favorisant leur dégradation. Mais, à moins d'une dégradation préférentielle de certains acides gras, nous ne pouvons pas expliquer leur différence de distribution. Nous devons également prendre en compte une différence possible due aux activités qui ont été réalisées dans le foyer, ou, due à différentes phases d'abandon. En effet, la couche F9.2 est la couche qui contient une majorité des gros galets entiers et non altérés et nous pouvons imaginer qu'il y eut également une autre source de matière organique ajoutée avec ces galets.

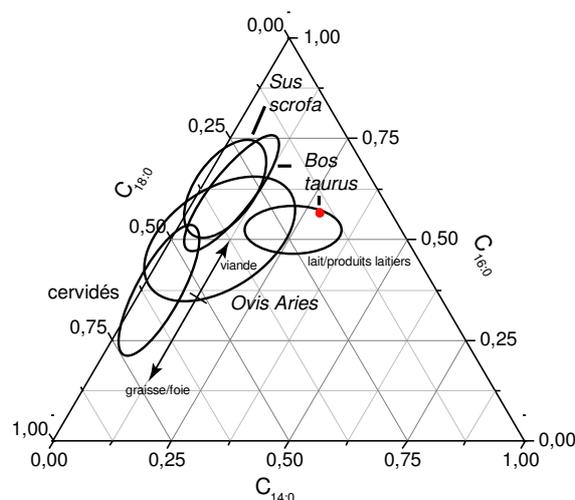


Figure 211 – Diagramme ternaire des acides gras,  $C_{14:0}$ ,  $C_{16:0}$ ,  $C_{18:0}$  de [F9-212]

La roche quant à elle, présente plutôt une origine animale, avec une large dominance des acides gras courts et la présence d'un dérivé du cholestérol. La distribution de ces acides gras courts tend à rapprocher cet échantillon du lait et des produits laitiers provenant de vache (Figure 211). Cette tendance est en corrélation avec la présence importante d'acide laurique (C<sub>12:0</sub>). Elle contient également certains marqueurs de la technique de cuisson par roches chauffantes. Nous avons ainsi retrouvé un seul acide dicarboxylique (DCA<sub>9</sub>), tout comme des cires. Les acides gras insaturés ont totalement disparu. La présence de  $\gamma$ -lactones, bien que fugace est également attestée. Malheureusement, d'autres critères ne sont pas présents comme la présence d'aldéhydes et de méthyles cétones. Il reste difficile de savoir si le produit laitier correspond à l'aliment préparé par grillade ou est juste le témoignage de l'utilisation d'un corps gras (beurre) lors de la cuisson d'aliments.

### **III.3.1.5. Conclusion**

L'analyse des échantillons de Champ Vallet nous a permis d'affiner notre connaissance du fonctionnement de la structure. Tout d'abord, nous avons pu montrer une nette différence entre les échantillons du sol et ceux de la roche chauffée. Même si cette dernière n'est qu'un petit galet de calcaire silicifié qui n'a pas dû avoir un rôle significatif dans la fonction de la structure, de la matière organique a pénétré lors d'une précédente phase active de la structure.

Nous pouvons donc commencer à entrevoir ce qui s'est passé lors de cette phase. De la matière organique animale a adhéré à la surface, mais est aussi entrée dans cette roche. Cette matière organique a subi un processus de cuisson de type grillade sur pierres chauffantes.

La structure aurait été ensuite curée, effaçant les traces de cette précédente utilisation. En effet, les lipides contenus dans le sédiment traduisent principalement une origine végétale et ne témoignent pas de la cuisine de viande et il nous semble pouvoir préciser que l'origine de ces lipides est le bois. Nous pouvons alors nous poser la question suivante, ce bois est-il brûlé ou non ?

En effet, il est intéressant de pouvoir distinguer si les lipides sont des résidus de combustibles ou bien de bois non brûlé. La présence de diacides gras de courtes chaînes pourrait être interprétée comme témoin de cette combustion, mais nous avons déjà dit qu'ils peuvent être produits lors d'une dégradation naturelle. Les CPI des alcanes (permettant de distinguer pairs et impairs) ainsi que ceux des acides gras sont faibles marquant une

dégradation naturelle. Si nous ajoutons la présence d'hydroxy acides, la disparition de stérols, ceci nous laisse penser que nous sommes en présence, en grande partie, de bois non brûlé qui serait dégradé naturellement. Ce dernier pourrait donc correspondre à la charge de combustibles où reposaient les roches. La combustion de cette charge n'ayant jamais commencé ou ayant été interrompu, le bois se serait dégradé de façon naturelle au cours du temps. Cependant, l'absence d'échantillon de sol non altéré ne nous permet pas d'être affirmatif en ce qui concerne ces hypothèses et il peut toujours s'avérer que cette matière végétale a pour origine l'écosystème environnant.

La dégradation moins importante des alcanes en fonction de la hauteur du remplissage peut aussi traduire différentes phases de dépôt ou de dégradation de cette matière organique en fonction du temps et leur enfouissement.

L'étude de la structure F9 de Champ Vallet a donc permis de mettre en évidence au moins deux phases de son utilisation. D'une part, la phase active correspondant aux activités culinaires avec la cuisson de viande et d'autre part, ou la phase de préparation de la structure précédant son abandon ou des remplissages successifs, avant, pendant et après la mise en place de l'aménagement supérieur.

La fonction ancienne de la structure correspondant avec la première phase d'activité pourrait être celle de la cuisson indirecte d'aliments, la suite est plutôt liée au domaine végétal, remplissage ou aménagement. Cependant la mono constitution des stérols paraît faire appel à une situation mono spécifique au niveau de la constitution végétale. Malheureusement nous ne connaissons pas encore le type de végétal (chêne ?) qui pourrait donner ce profil, mais la friedelin est très répandue. Peut-être avons-nous une explication dans l'ambroisie, mais dans ce cas il serait difficile de choisir entre un choix anthropique et un dépôt naturel vue la fréquence que la plante a sur le territoire. L'analyse des charbons de bois, pourrait nous aider dans ces spéculations. Savoir quel type de bois a été choisi nous permettrait de connaître aussi leur contenu chimique et ainsi préciser encore plus l'origine de nos échantillons. Cela ne veut pas dire que nos échantillons contiennent des résidus assignables à du charbon de bois, plutôt qu'il est indispensable de connaître leur composition pour ensuite envisager le phénomène de décomposition naturelle que nous croyons observer.

### **III.3.2. Les Hauts de Feuilly**

#### **III.3.2.1. Présentation**

La fouille de sauvetage du site des Hauts de Feuilly (Saint-Priest, Rhône) dirigée par Pierre Jacquet a révélé un ensemble de structures principalement associées à la Protohistoire (Age du Bronze). Le secteur J a livré un ensemble de cinq « fosses de combustion » attribuées au Bronze Final IIIb-Hallstatt C (Figure 212). Ces structures se situent au contact de la couche de terre arable et de la couche de matériau colluvial. En conséquent la partie supérieure des structures a subi des dégradations provoquant une certaine dispersion des pierres chauffées et une méconnaissance de la profondeur réelle de ces structures. De plus, les bioturbations sont assez nombreuses (racines d'arbres, animaux fouisseurs...) (Bouquin et al. 2001; Jacquet et al. 2001a; Jacquet et al. 2003).

Ces structures sont rectangulaires avec des angles arrondis. Les parois sont sub-verticales et le fond est plat. Leurs dimensions sont proches, la longueur est comprise entre 162 et 175 cm (à l'exception de F61 qui n'est pas complète) et la largeur entre 105 et 110 cm (F61 est plus large, 142cm). Ces structures sont conservées sur une profondeur comprise entre 10 et 27cm. Les axes d'orientation de ces structures sont assez proches, avec une différence de 35° entre les fours les plus divergents (Bouquin et al. 2001; Jacquet et al. 2001a).

Les séquences stratigraphiques internes au remplissage des structures sont assez similaires :

- Le fond de la structure est recouvert d'un niveau de quelques centimètres composé de terre charbonneuse avec des fragments de bois calcinés.
- Ce niveau est surmonté d'un niveau de petits éclats de galets de quartzites thermoaltérés.
- Une couche de galets chauffés dont la fragmentation est faible.
- Une couche de comblement hétérogène avec des éléments dispersés provenant des couches inférieures (éclats de galets, nodules de terre oxydés).



fragments d'au moins trois autres vases dont une jarre de stockage. Ces structures contiennent également quelques esquilles d'os brûlés dont un élément mieux conservé en F56 a pu être identifié comme un fragment de tibia bovin (Bouquin et al. 2001).

### III.3.2.2. Echantillonnage

Les analyses réalisées dans le cadre de l'étude du site des Hauts de Feuilly ont porté sur la structure F55 (excepté un échantillon prélevé dans la structure F56). Les dimensions de la fosse sont de 175cm x 110cm et elle est conservée sur une profondeur de 27cm. Elle a été fouillée en dix passes et une croix centrale a été réalisée pour former des bermes (Figure 213) (Bouquin et al. 2001; Jacquet et al. 2001a; Jacquet et al. 2003).

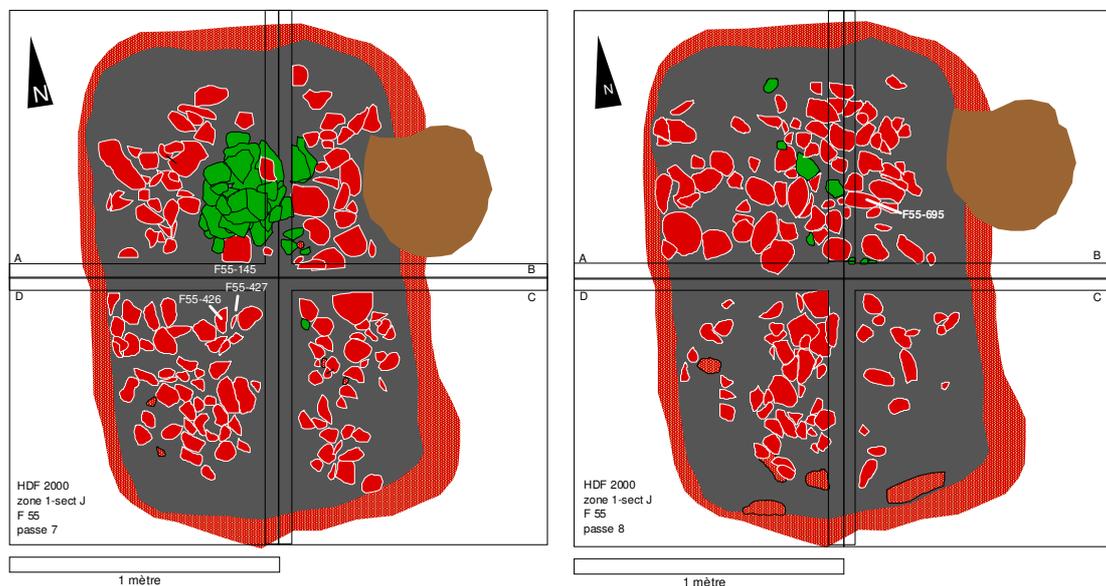


Figure 213 – Plan des passes 7 et 8 de la structure F55 (en rouge les roches brûlées et en vert les tessons céramiques)

Les particularités de la composition organique des prélèvements de sédiment de ce site (voir *infra*) nous ont amené à réaliser une étude plus poussée de la composition du sédiment sans altération.

Le nombre total d'échantillon étudié pour ce site est de quatorze comportant principalement des échantillons de sol puis de roche et enfin un tesson céramique (Tableau XXX).

N°	description	localisation	Type
SNAD	Sédiment sans altération	F55 Berme AD, inférieur structure	Sédiment
SN1	Sédiment sans altération	Berme sédiment sans altération	Sédiment
SN2	Sédiment sans altération	Berme sédiment sans altération	Sédiment
SNSR	Sédiment sans altération, sans racines	Berme sédiment sans altération	Sédiment
RSN	Négatif de racine	Berme sédiment sans altération	Sédiment
ISN	Carapace insecte	Berme sédiment sans altération	Carapace
GRAB	Sédiment grisâtre	F55 Berme AB	Sédiment
NOAB	Sédiment noirâtre	F55 Berme AB	Sédiment
NOAD	Sédiment noirâtre	F55 Berme AD	Sédiment
NO56	Sédiment noirâtre	F56 Berme BC	Sédiment
CF55	Céramique	F55 Berme AB	Céramique
F55-696	F55-696	Remplissage F55	Roche
F55-145	F55-145	Remplissage F55	Roche
F155-426	F55-426/427	Remplissage F55	adhérence de surface

Tableau XXX – Tableau récapitulatif des échantillons

#### ***- Berme sans altération***

La localisation exacte de cette berme ne nous est pas connue. Elle nous a servi de référence de sédiments non altérés. Nous avons réalisé deux prélèvements localisés de façon différente dans la berme [SN1-2]. Nous avons également réalisé un échantillon dans lequel nous avons enlevé tous négatifs de racines et autres galeries [SNSR]. Ces négatifs de racines sont également analysés [RSN]. Lors de la préparation de ces échantillons nous avons également trouvé une carapace d'insecte qui a été analysée [ISN].

#### ***- F55, Berme AB***

Nous avons réalisé deux prélèvements de sédiment dans cette berme. Un Sédiment grisâtre [GRAB], localisé entre des roches et la couche de sédiment noirâtre au fond de cette structure [NOAB]. Nous avons également prélevé un fragment de céramique [CF55] qui était situé dans le remplissage de la structure et qui semble correspondre aux tessons qui ont pu être déjà retrouvés.

#### ***- F55, Berme AD***

Nous avons réalisés un prélèvement de la couche noirâtre [NOAD] ainsi que du sédiment non altéré inférieur à la structure [SNAD].

### **- F56, Berme BC**

Nous avons réalisé un prélèvement de sédiment noirâtre dans cette structure pour comparaison [NO56].

### **- F55, Roches**

Nous avons échantillonné les roches 145 [F55-145] et 695 [F55-695] en prélevant préférentiellement les zones noircies. Nous avons également prélevé des adhérences noirâtres sur la surface du remontage des roches 426 et 427 [F55-426] (roches d'un même remontage présentant des adhérences continues).

## **III.3.2.3. Résultats**

### **III.3.2.3.1. Extraits**

Extrait total (/quantité d'échantillon analysé)			
<b>SNAD</b>	3,65mg/120g	<b>GRAB</b>	8,8mg/120g
<b>SN1</b>	9,5mg/120g	<b>NOAB</b>	6,2mg/120g
<b>SN2</b>	6,17mg/120g	<b>NOAD</b>	3,48mg/120g
<b>SNSR</b>	4,43mg/120g	<b>NO56</b>	4,96mg/120g
<b>RSN</b>	6,07mg/60g	<b>F55-695</b>	4,4mg/120g
<b>ISN</b>	1,57mg/1g	<b>F55-145</b>	2,14mg/120g
<b>CF55</b>	1,02mg/1,98g	<b>F55-426</b>	3,45mg/0,26g

Tableau XXXI – Quantité de matières extraites

Les quantités de matières organiques extraites à partir de nos différents échantillons sont relativement faibles (Tableau XXXI). Nous constatons que le sol naturel contient des quantités de matières organiques assez variables. Ainsi, même si l'échantillon contenant les restes de racines est plus concentré que le sol nettoyé de toutes ses racines, les autres échantillons sont assez hétérogènes. Cependant, le sol naturel provenant de la berme de sédiment non altéré (entre 4,43mg et 9,5mg) est plus riche en matière organique que celui dans la berme AD (3,65mg). Les échantillons provenant du foyer présentent également des quantités de matière extraite assez diverses avec une nette dominance de l'échantillon de sédiment grisâtre. Les roches présentent des quantités de matière inférieures au sédiment (en moyenne 3,3mg pour les roches et 6mg pour les sédiments). Il nous faut noter également la quantité importante de matière organique extraite à partir des adhérences à la surface des roches 426 et 427 qui proportionnellement au 120g d'échantillon extrait habituellement serait

d'environ 1,6g. Ces adhérences présentent donc une forte concentration en produits organiques extractibles.

### III.3.2.3.2. Acides gras

Les échantillons de sédiments contiennent différents isomères de  $C_{16:1}$ ,  $C_{18:1}$  et  $C_{18:2}$ . Ils sont en faibles quantités dans [SN2] et en très grandes dans [RSN]. Dans les échantillons de sédiments noirâtres et grisâtres provenant des foyers, on constate également la présence de  $C_{19:1}$ . Ces acides insaturés sont en faibles quantités dans [F55-695], à l'état de traces dans [F55-145] et absents de [F55-426], tout comme dans la céramique [CF55].

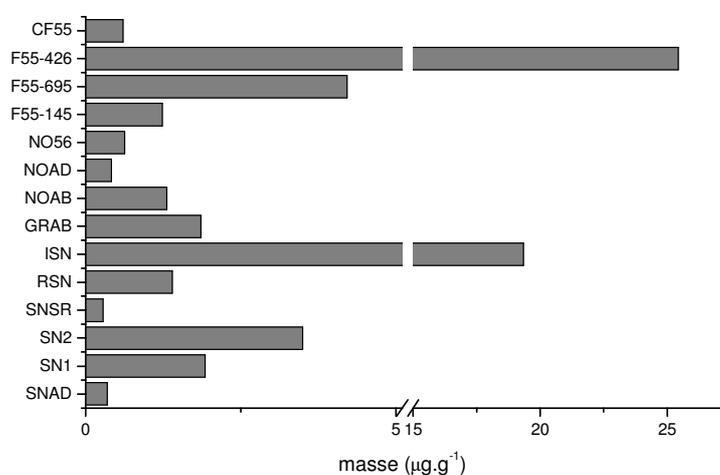


Figure 214 – Concentration des acides gras des échantillons des Hauts de Feuilly

Nous pouvons constater que la quantité totale d'acides gras saturés est très variable d'un échantillon à l'autre (Figure 214). Il nous faut d'abord préciser que les échantillons [ISN] et [F55-426], bien qu'extraits à partir de moins de matière, présentent des concentrations en acides gras saturés beaucoup plus importantes que pour les autres échantillons. Les différents témoins de sédiments naturels, [SNAD, SN1, SN2, SNSR, RSN] sont très variables ( $1,49 \pm 1,32$ ). Au contraire, on constate que les échantillons de sédiments noirâtres [GRAB, NOAB, NOAD, NO56] sont en moyenne moins riches en acides gras et que les valeurs de leurs concentrations sont plus proches ( $1,05 \pm 0,66$ ). Les concentrations des échantillons de roches et de céramiques sont du même ordre de grandeur que celles observées dans les sédiments à l'exception déjà notée de [F55-426].

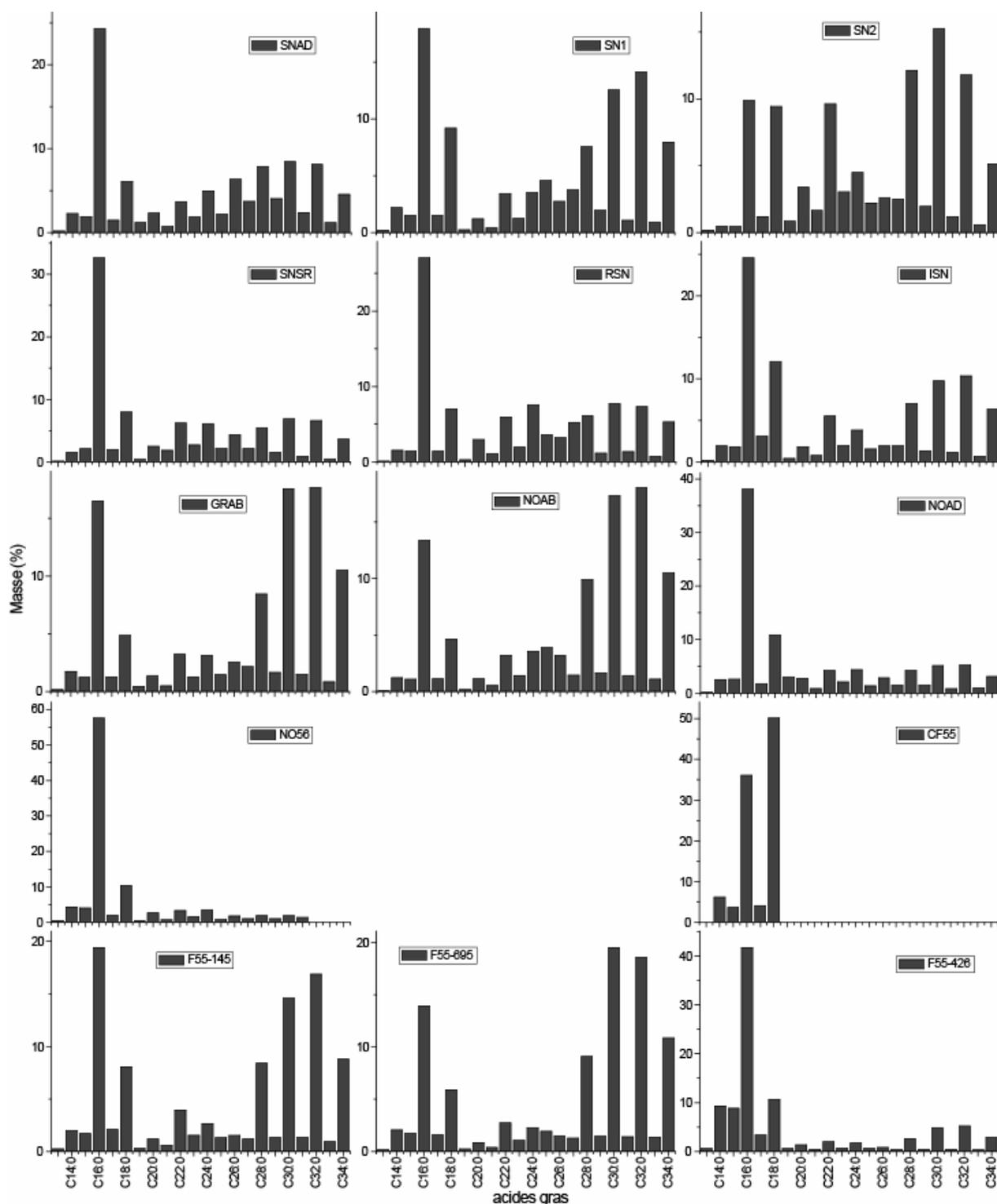


Figure 215 – Distribution des acides gras des échantillons des Hauts de Feuilley

Les distributions des différents échantillons présentent de nombreuses différences (Figure 215). Cependant, à l'exception de l'échantillon de céramique [CF55], elles répondent à un même schéma. L'acide palmitique est toujours l'acide dominant et les acides de longues chaînes présentent une distribution à tendance bimodale dont le second mode, dominé par C<sub>30:0</sub> ou C<sub>32:0</sub> est souvent le plus important. Les acides gras de courtes chaînes représentent

entre 22,83% [NOAB] et 81,64% [NO56] du total des acides saturés. Les sédiments naturels présentent des quantités d'acides gras courts assez proches (39,42%  $\pm$ 8,42). Au contraire, les sédiments noircis sont moins homogènes. Cependant, on constate que les sédiments provenant de la berme AB présentent tous deux très peu de courtes chaînes (27,60% [GRAB] et 22,83% [NOAB]) au contraire de celui de la berme AD (61,77% [NOAD]) ainsi que de celui de la structure F56 (81,64% [NO56]). Les roches présentent quant à elle des proportions très variables (35,02% [F55-145], 26,53% [F55-695], 76,60% [F55-426]).

La variabilité du rapport  $C_{16:0}/C_{18:0}$  est également important. Il est compris entre 1,05 [SN2] et 5,56 [NO56]. En moyenne, il est plus important pour le sédiment grisé (3,83  $\pm$ 1,19) que pour le sédiment naturel (2,83  $\pm$ 1,31) et les roches (2,89  $\pm$ 0,88). Le  $CPI_{(acides\ courts)}$  présente des valeurs faibles (Tableau XXXII). Les échantillons de sédiments présentent des valeurs proches (en moyenne 8,62  $\pm$ 0,74) à l'exception de [RSN] (11,78) et [NOAB] (11,33). Les échantillons de roches présentent des valeurs plus faibles que celles observées dans les sédiments (6,12  $\pm$ 1,22). Enfin, l'échantillon de céramique [CF55] diffère nettement des roches et des sédiments. Seuls des acides gras de courtes chaînes ont été identifiés (les pics chromatographiques sont peu élevés) et  $C_{18:0}$  est l'acide gras dominant, avec un rapport  $C_{16:0}/C_{18:0}$  de 0,72. Le  $CPI_{(acides\ courts)}$  est équivalent à ceux des deux sédiments les plus élevés (11,92). Les acides longs présentent une dégradation moyenne (Tableau XXXII). Les échantillons de sédiments naturels ont en moyenne un  $CPI_{(acides\ longs)}$  plus faible (3,85  $\pm$ 0,94) que pour les sédiments noircis (4,56  $\pm$ 2,24). Les roches, présentent des valeurs nettement plus élevées (6,96  $\pm$ 0,67).

	$CPI_{(alcanes)}$	$CPI_{(acides\ longs)}$	$CPI_{(acides\ courts)}$
<b>SNAD</b>	6,07	2,79	8,09
<b>SNI</b>	3,23	3,77	8,90
<b>SN2</b>	3,98	4,97	9,16
<b>SNSR</b>	5,01	3,65	9,66
<b>RSN</b>	10,64	2,98	11,78
<b>ISN</b>	8,81	4,97	7,42
<b>GRAB</b>	4,65	6,94	8,20
<b>NOAB</b>	3,93	5,87	8,28
<b>NOAD</b>	4,32	3,35	9,25
<b>NO56</b>	8,40	2,07	11,33
<b>F55-145</b>	0,98	7,27	7,28
<b>F55-695</b>	1,06	7,42	6,23
<b>F55-426</b>	0,93	6,20	4,84
<b>CF55</b>	1,15	-	11,92

Tableau XXXII – CPI des échantillons des Hauts de Feuilly

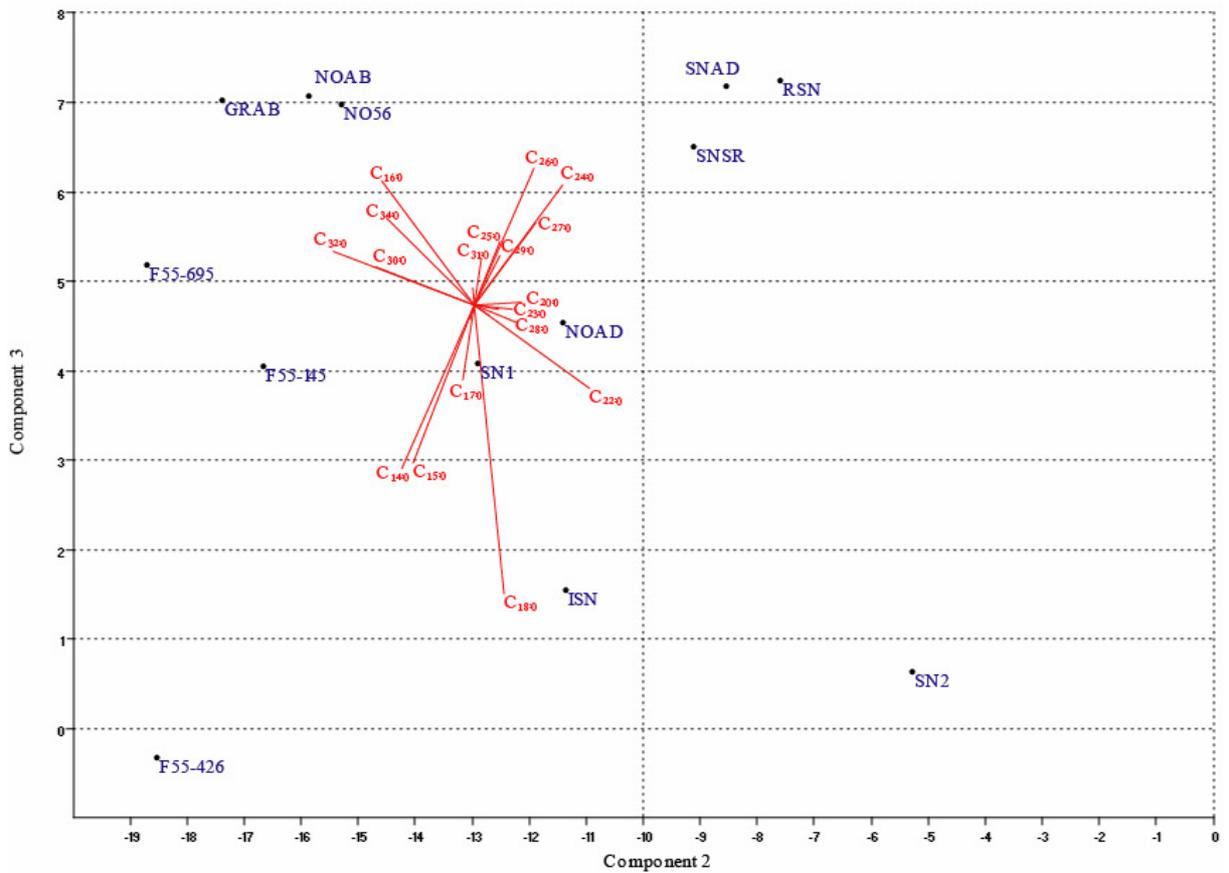
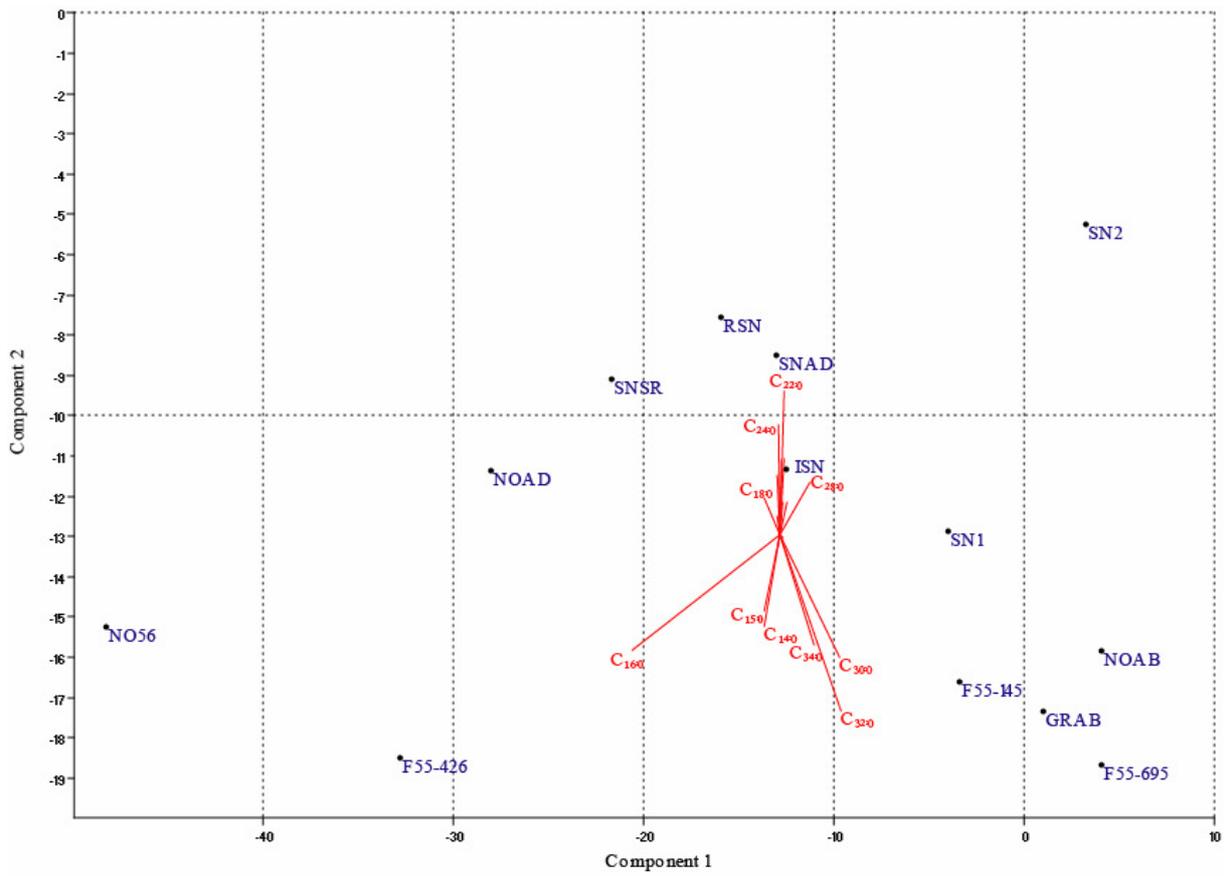


Figure 216 – ACP des distributions des acides gras des Hauts de Feuilley (sauf [CF55])

Une analyse factorielle en composante principale a été entreprise pour étudier ces distributions (à l'exception de [CF55] qui se distingue nettement et qui en conséquence présente un poids statistique trop important). Les trois premiers axes statistiques sont très significatifs et représentent 96,54% de l'échantillon (respectivement 87,61%, 6,59% et 2,35%) (Figure 216). La distribution des échantillons sur les deux premiers axes statistiques est relativement dispersée. Néanmoins on peut entrevoir une organisation tripartite. Un premier couple d'échantillons, [F55-426] et [NO56] est caractérisé notamment par la variable  $C_{16:0}$ . A l'opposé sur l'axe 1, un autre groupe formé de [F55-145], [F55-695], [GRAB] et [NOAB] se caractérise par des variables acides gras de très longues chaînes ( $C_{30:0}$ ,  $C_{32:0}$ ,  $C_{34:0}$ ). Finalement, un troisième groupe, formé des sédiments non thermoaltérés et de [NOAD], se distingue sur l'axe 2 et est principalement caractérisé par des acides gras longs  $C_{22:0}$ ,  $C_{24:0}$ . L'échantillon [SN2] est assez isolé des autres échantillons.

L'axe 3 apporte un rapprochement entre les échantillons de sédiments noircis [GRAB, NOAB, NO56] et des échantillons [SNSR, RSN, SNAD] ainsi qu'une dispersion des autres échantillons. Ces différentes tendances sont résumées dans la représentation combinée de ces trois axes (Figure 217).

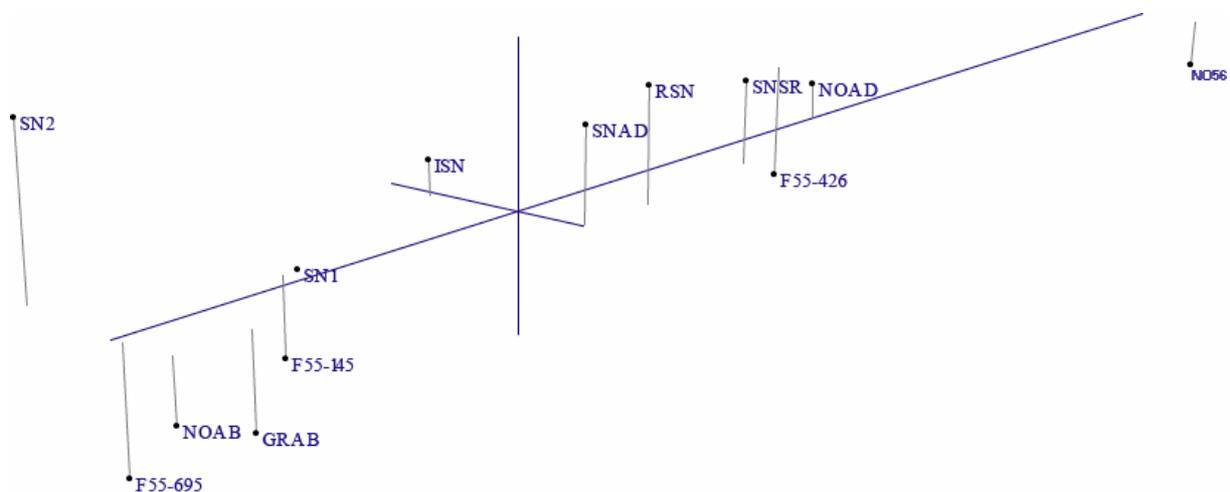


Figure 217 – Représentation en nuage de point 3D des trois premiers axes factoriels de l'ACP des distributions des acides gras des Hauts de Feuilley (sauf [CF55])

De faibles quantités d'acides gras ramifiés (différents isomères d'acides gras courts ramifiés par un méthyle) sont également présentes dans la majorité des échantillons à l'exception de [CF55], de [ISN] et de [SN1]. Ils témoignent d'une dégradation bactérienne modérée des échantillons. De plus, les échantillons contiennent également des traces d'acides

dicarboxyliques, acide azélaïque (DCA<sub>9</sub>) à l'exception de [F55-426] [CF55] et [ISN]. On doit interpréter cette présence comme une marque d'altération de la matière organique.

### III.3.2.3.3. Hydrocarbures

Les concentrations d'alcane extraits sont variables d'un échantillon à un autre (Figure 218). Il faut tout d'abord noter que certains échantillons présentent des concentrations en alcanes très importantes. Ainsi la concentration de [F55-426] est de 89,55  $\mu\text{g.g}^{-1}$ , concentration supérieure de 3,5 fois celle des acides gras saturés. Elle est également largement inférieure à celle observée pour les autres échantillons ( $<0,7 \mu\text{g.g}^{-1}$ ). Les échantillons de céramiques [CF55] et de carapace d'insecte [ISN] présentent également des concentrations d'alcane importantes (respectivement 0,65  $\mu\text{g.g}^{-1}$  et 0,67  $\mu\text{g.g}^{-1}$ ). Parmi les autres échantillons, nous pouvons ainsi distinguer trois groupes. Les sédiments issus du remplissage des foyers possèdent une quantité d'alcane assez similaire avec un écart type assez réduit ( $64,18 \pm 8,12 \text{ ng.g}^{-1}$  de concentration moyenne), ils paraissent donc assez homogènes. Les sédiments naturels sont plus riches en alcanes, mais il y a plus de variabilité ( $112,12 \pm 33,91 \text{ ng.g}^{-1}$  de concentration moyenne). Ces différences semblent provenir d'une hétérogénéité de la composition organique dans le sol naturel. Le dernier groupe est celui des roches chauffées qui présente une grande hétérogénéité dans les quantités d'alcane retrouvées.

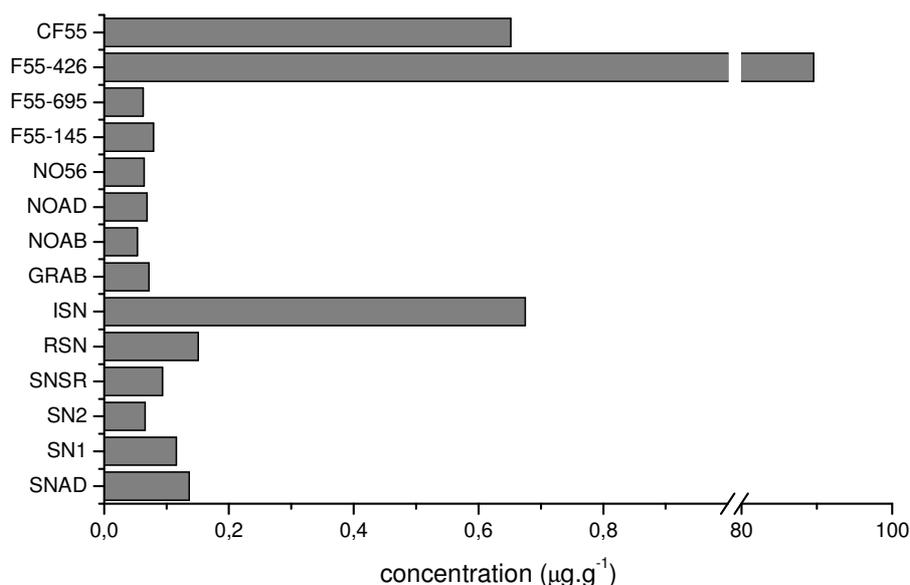


Figure 218 – Concentration des n-alcane des échantillons des Hauts de Feuilly

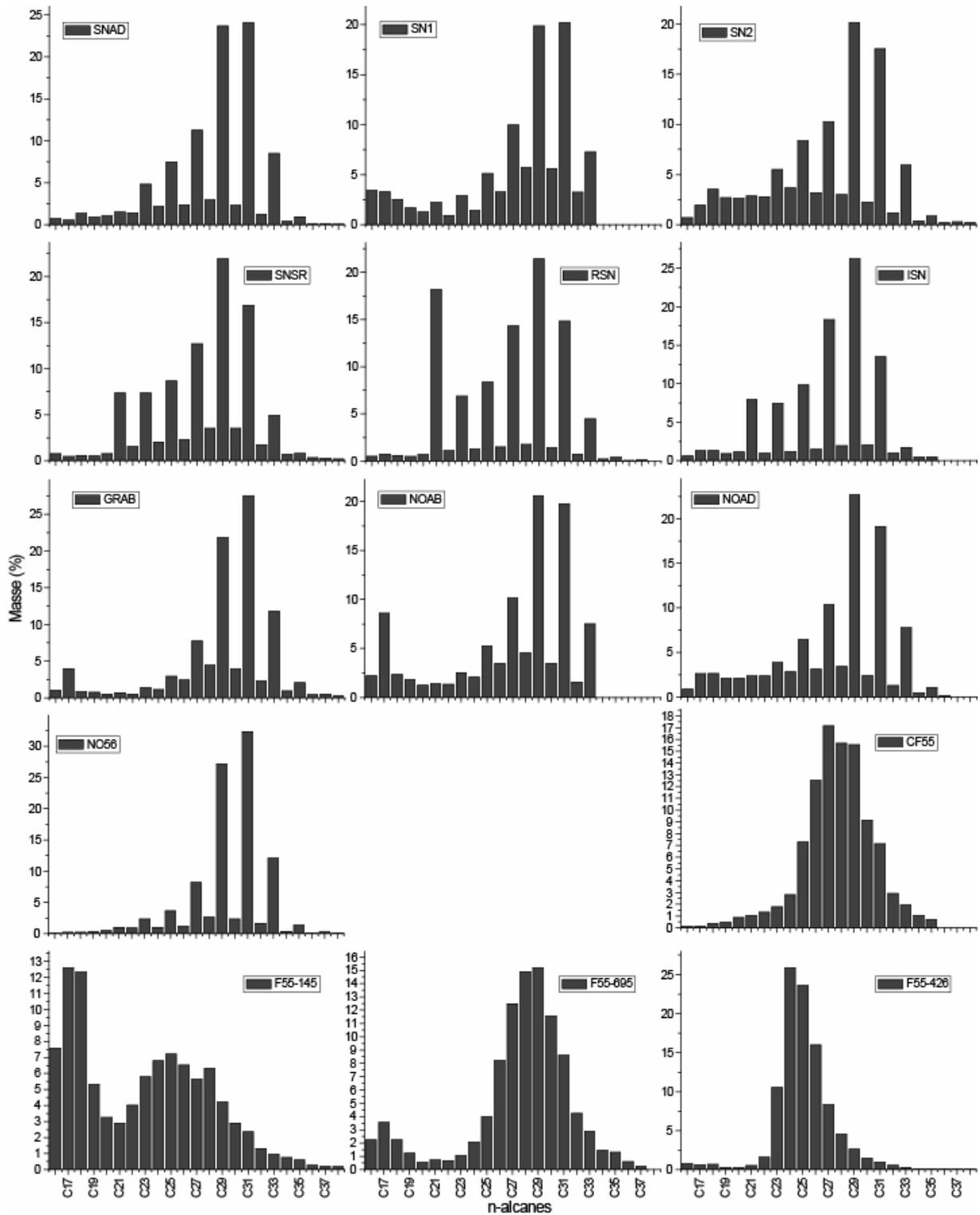


Figure 219 – Distribution des n-alcanes des échantillons des Hauts de Feuilley

On constate que les alcanes présents dans les échantillons sont à plus de 85% des alcanes de longues chaînes sauf pour ceux contenus dans la roche F55-145 (62,16%). Ces longues chaînes présentent des  $CPI_{(alcanes)}$  avec une variété importante. Les échantillons de

traces de racines [RSN] et de la carapace d'insecte [ISN] présentent des valeurs de CPI de 10,64 et 8,81 qui traduisent l'origine récente de la matière organique analysée. L'échantillon de matière noire provenant de la structure F56 présente également une valeur de CPI forte, 8,40. Cependant, la moyenne des sédiments provenant du foyer F55 ( $4,30 \pm 0,36$ ) est assez proche de celle des autres sédiments non thermoaltérés ( $4,57 \pm 1,24$ ). Au contraire les CPI provenant des roches ( $0,99 \pm 0,07$ ) et de la céramique (1,15) présentent des valeurs plus basses que les échantillons de sol. Ces valeurs, proches de un, témoignent de la forte dégradation des alcanes.

Pour les échantillons provenant des sédiments naturels (et échantillons associés), ces n-alcanes sont à plus de 89% des alcanes de longue chaîne et leurs distributions (Figure 219) présentent quelques similitudes. Les deux premiers échantillons de la berme de sédiment naturel [SN1-2] et celui sous la structure F55 [SNAB] sont assez similaires avec une dominance du nonacosane ( $C_{29}$ ) ou de le hentriacontane ( $C_{31}$ ), en quantité proche. De plus, seul [SN1] présente une distribution légèrement bimodale avec les alcanes de courtes chaînes. Dans l'échantillon provenant de la racine, on constate que  $C_{29}$  domine plus nettement les alcanes. Le hénéicosane ( $C_{21}$ ) est présent en très grande quantité. Cet échantillon se rapproche des deux échantillons qui lui sont associés [SNSR] et [ISN] qui présentent en quantité importante du  $C_{21}$ . On peut donc émettre l'hypothèse que la source des alcanes est identique pour ces trois échantillons. Cette distribution d'alcanes de longues chaînes majoritaires avec des alcanes impairs plus importants que des pairs est typique d'une origine végétale (cires cuticulaires). L'échantillon [ISN] présente donc ici une signature végétale et non celle que l'on pourrait attendre d'un insecte indiquant la faible contribution de la carapace. La dégradation des alcanes semble ici correspondre plus à une altération naturelle qu'anthropique (la combustion provoque une distribution beaucoup plus lissée des alcanes). La présence de  $C_{21}$  en quantité importante reste encore à expliquer quoique l'on puisse supposer qu'il est d'origine environnemental entrant dans la composition des végétaux ayant formé le complexe de racines dans le sol.

La distribution des alcanes des échantillons provenant des foyers est assez similaire à celle des sédiments naturels, cependant nous pouvons noter quelques différences. Ainsi nous pouvons observer deux types de distribution des alcanes de longues chaînes. La première pour les sols noirs du foyer F55, avec une dominance de  $C_{29}$  et des quantités très proches de  $C_{31}$ , est très semblable à celle observée pour les sédiments naturels (notamment [SN2]). La

seconde est celle des échantillons du sédiment gris de F55 et du sédiment noir de F56. Nous observons une prédominance de hentriacontane ( $C_{31}$ ) mais également un pourcentage de nonacosane ( $C_{29}$ ) élevé. De plus, nous constatons que, dans les échantillons provenant de la berme AB de F55, le heptadecane ( $C_{17}$ ) est présent en quantité importante.

Les roches présentent des profils d'alcane radicalement différents. Ainsi, ils sont lissés (ceci se traduit par la valeur faible de leur CPI). La distribution est nettement bimodale pour les roches [F55-695] et [F55-145]. Pour la roche [F55-145], c'est le mode associé aux courtes chaînes qui est dominant alors que pour [F55-695] c'est celui des longues. De plus la distribution des longues chaînes marque une réduction de la taille de la chaîne carbonée pour [F55-145] et [F55-426]. On peut également constater que les alcanes contenus dans la céramique [CF55] ont une distribution similaire à celle des roches, de type lissée unimodale avec comme alcane dominant  $C_{27}$ .

Une analyse factorielle en composante principale (Figure 220) a été également entreprise pour étudier ces distributions. Les trois premiers axes statistiques sont assez significatifs et représentent 86,20% de l'échantillon (respectivement 57,32%, 15,85% et 13,00%). On constate une nette distinction sur l'axe 1 des échantillons de sédiments d'une part et des roches et de la céramique d'autre part, bien que [F55-426] se retrouve isolé sur l'axe 2. Ainsi, [CF55, F55-145, F55-695] se caractérisent statistiquement à la fois par les variables alcanes longs pairs ( $C_{26}$ ,  $C_{28}$ ,  $C_{30}$ ) et par les alcanes de courtes chaînes ( $C_{16}$ ,  $C_{17}$ ,  $C_{18}$ ). [F55-426] est plutôt caractérisé par des alcanes des chaînes moyennes ( $C_{23}$ ,  $C_{24}$ ,  $C_{25}$ ) qui dominent sa distribution. On constate également sur l'axe 3 que l'échantillon [F55-145] se détache de ce groupe. Les échantillons de sédiments sont assez proches statistiquement les uns des autres. Cependant on constate une légère séparation qui est accentuée sur l'axe trois de [SNSR, RSN, ISN], en raison de  $C_{21}$ , de  $C_{27}$  et de  $C_{29}$ . Ces différentes tendances sont résumées dans la représentation combinée de ces trois axes (Figure 221).

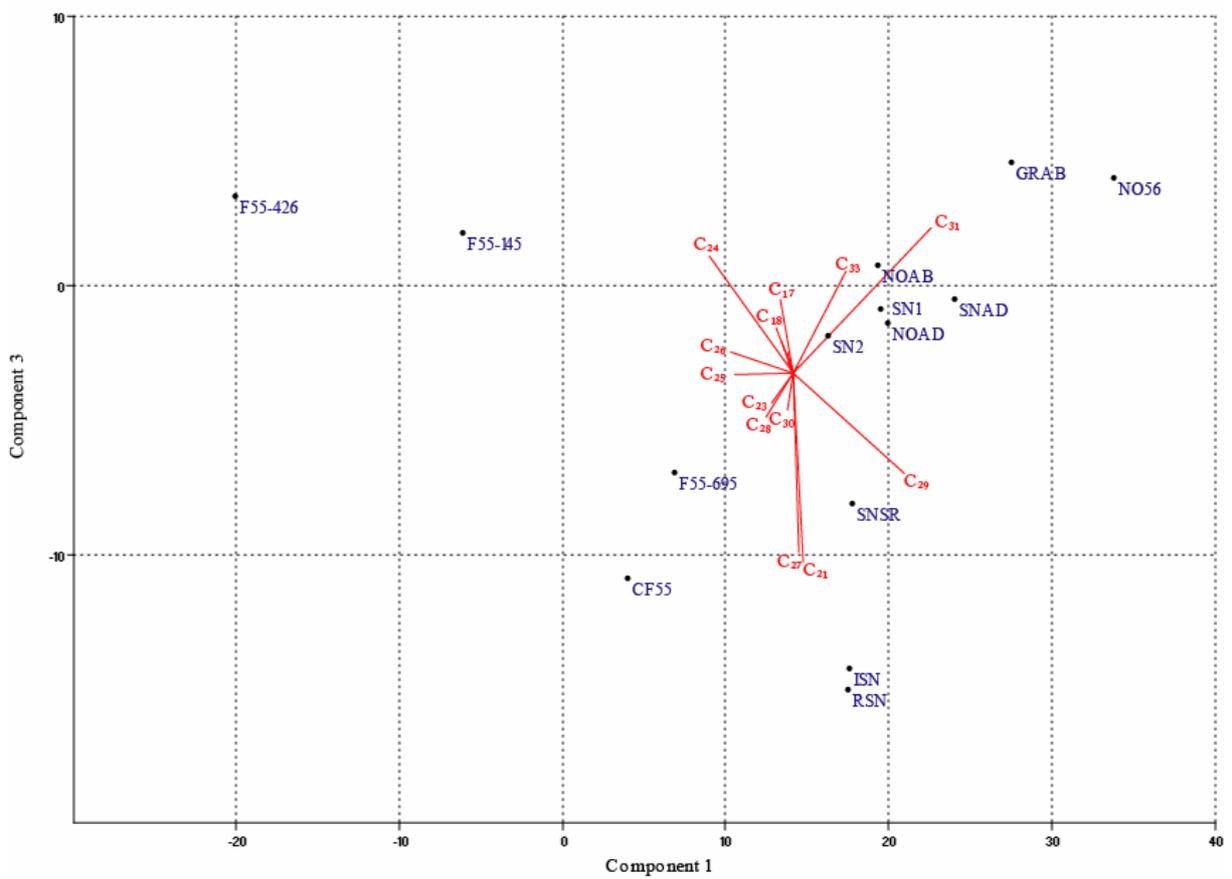
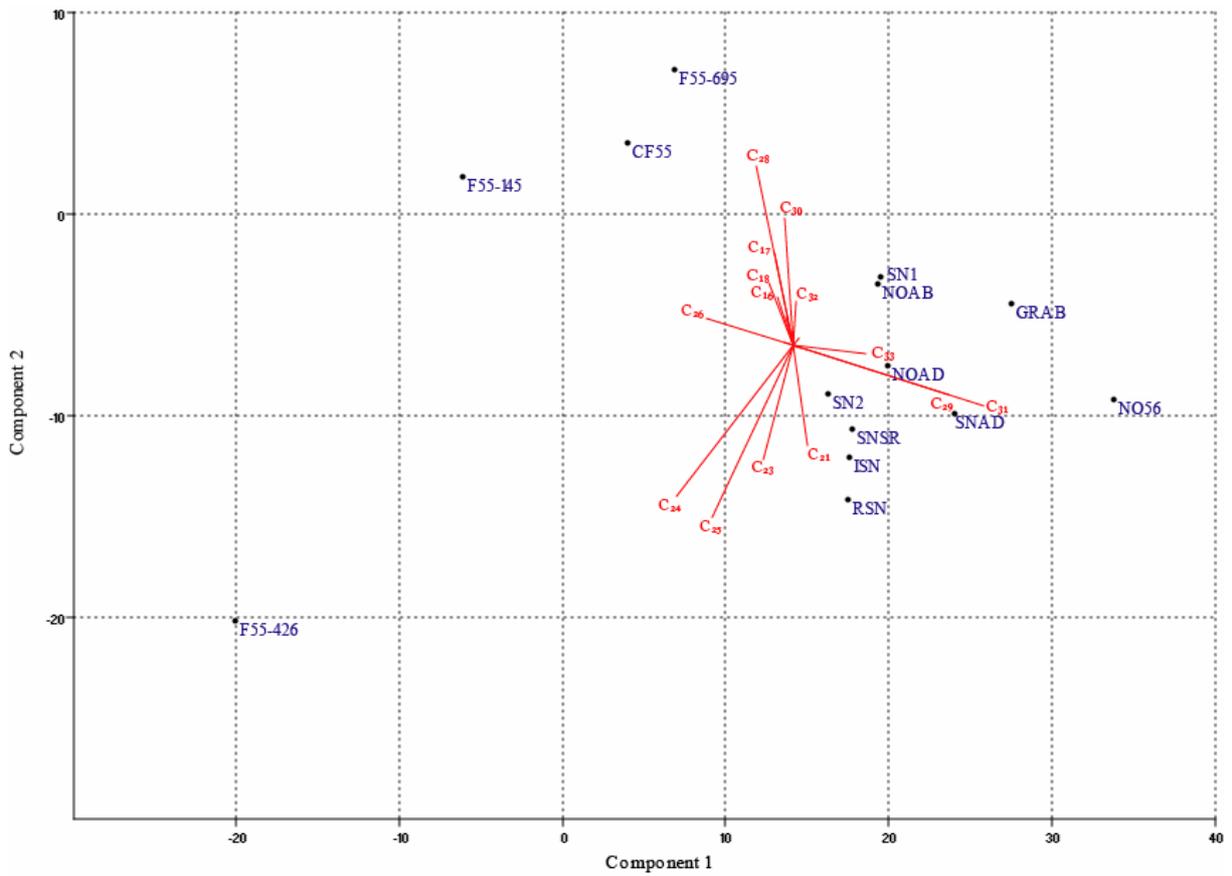


Figure 220 – ACP des distributions des alcanes des échantillons des Hauts de Feuilly

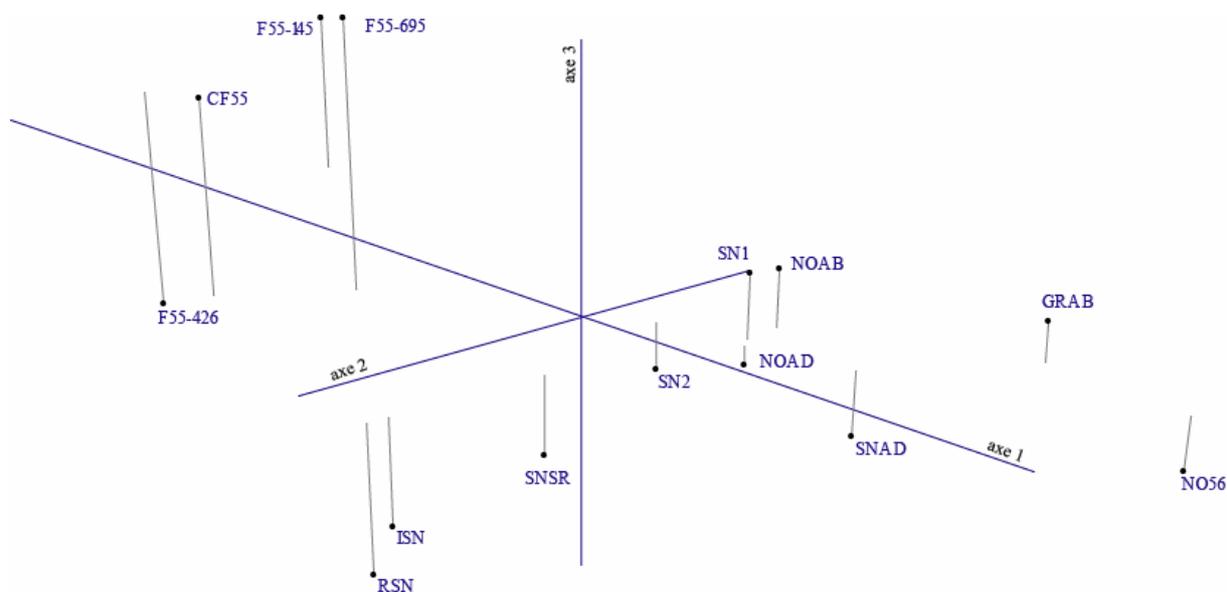


Figure 221 – Représentation en nuage de point 3D des trois premiers axes factoriels de l’ACP des distributions des alcanes des échantillons des Hauts de Feuilly

Des hydrocarbures polyaromatiques sont également présents dans la plupart des échantillons. Cependant, ils sont à l’état de traces dans [F55-426] et [RSN]. Ils sont également absents de [CF55], [ISN] et [SNSR]. La présence de ces PAHs notamment dans les sédiments non altérés doit être liée à des émissions de fumées (Fine et al. 2001; Fine et al. 2002; He et al. 2004; Simoneit 2002) ou des déchets de combustibles provenant de ou des structures de combustion.

#### III.3.2.3.4. Stéroïdes et terpénoïdes

Les échantillons contiennent un mélange complexe de terpénoïdes et stéroïdes à l’exception de [CF55]. L’échantillon [RSN] contient des molécules non identifiées (Figure 222) qui coéluent avec les stérols et qui empêchent donc leur quantification. Ces stérols ont été quantifiés dans les autres échantillons (Figure 223). On constate que les échantillons [ISN] et [F55-426] présentent des concentrations bien plus importantes que dans les autres échantillons. Les échantillons de sédiments noircis présentent une concentration très légèrement supérieure et une variabilité plus faible ( $0,27 \pm 0,09$ ) que celles observées dans les sédiments non altérés ( $0,23 \pm 0,18$ ). Finalement, les autres échantillons de roches présentent les quantités les plus faibles observées.

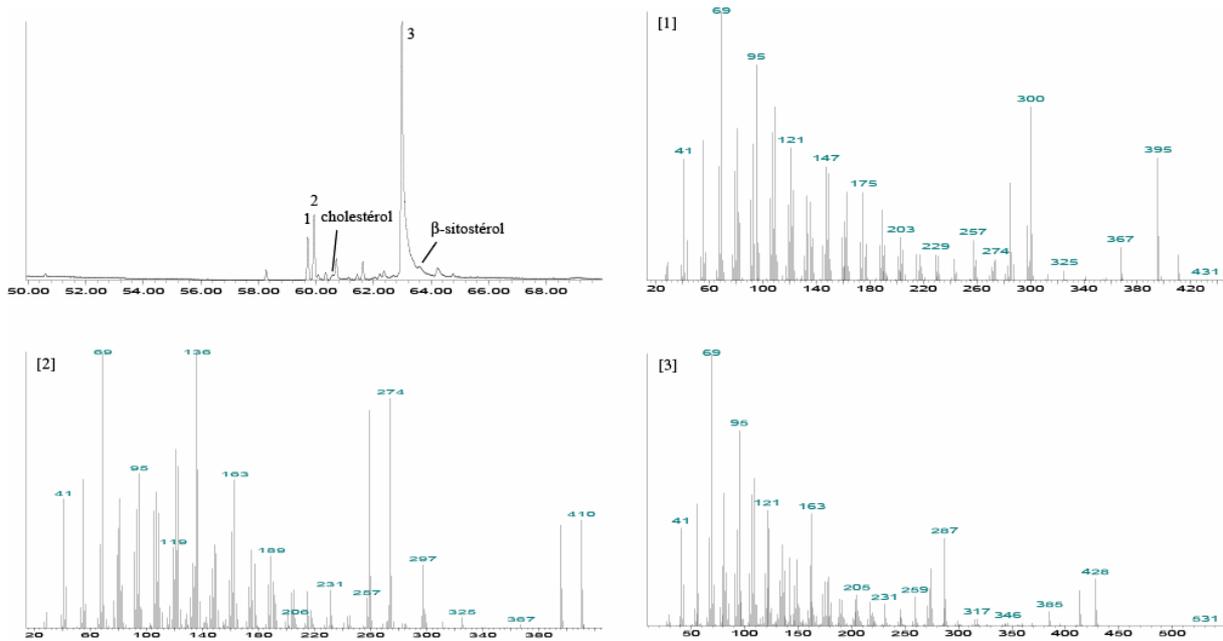


Figure 222 – Chromatogramme partiel (50-70 min) et spectres de masse des molécules non identifiées de l'échantillon [RSN]

Ces stérols sont uniquement représentés par du cholestérol pour les roches brûlées et par un mélange de stérols d'origines animales et végétales dans les échantillons de sédiments (Figure 224). Les stérols animaux (cholestérols et cholestanol) sont en moyenne plus importants dans les échantillons de sols non brûlés (13,51%  $\pm$ 1,89). Cependant, les échantillons de sédiments noirâtres présentent une plus grande diversité (10,30%  $\pm$ 3,49). Les phytostérols sont donc largement dominant et le  $\beta$ -sitostérol ainsi que dans une moindre mesure le stigmastérol est le plus important.

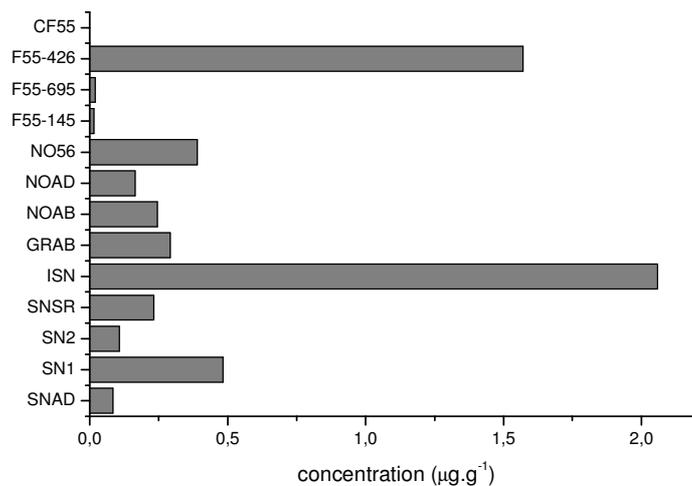


Figure 223 – Concentration en stérols des échantillons des Hauts de Feuilley (sauf [CF55] et [RSN])

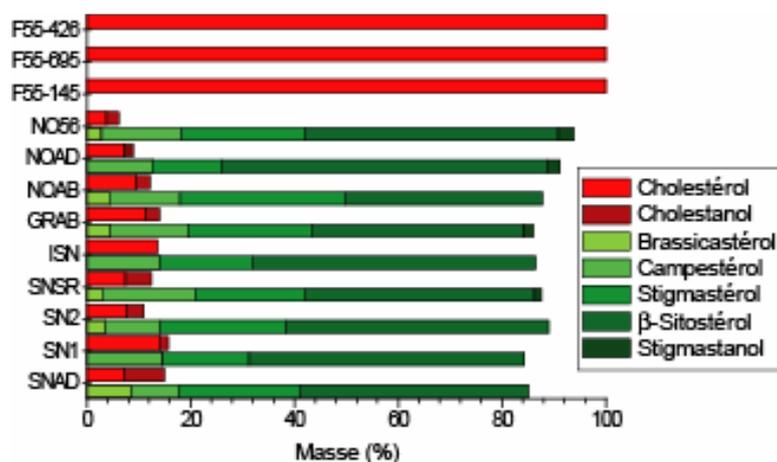


Figure 224 - Distribution en stérols des échantillons des Hauts de Feuilley (sauf [CF55] et [RSN])

L'analyse factorielle en composante principale (Figure 225) des stérols provenant de sédiments (à l'exception de [RSN]) a été entreprise pour mettre en avant les ressemblances dans ces distributions. Les trois premiers axes statistiques sont très significatifs et représentent 93,68% de l'échantillon (respectivement 73,61%, 12,92% et 7,15%). La projection des échantillons sur les axes statistiques révèle une dispersion importante. Quatre groupes peuvent être distingués. Le premier composé de [GRAB], [NOAB] et [SNSR] est caractérisé par le cholestérol et le campestérol sur l'axe 2 et principalement le brassicastérol sur l'axe 1. Le deuxième groupe, formé de [SN1] et [ISN], est situé à l'opposé de l'axe 1 et est caractérisé, en plus du cholestérol et du campestérol, par le β-sitostérol. Le troisième groupe, formé de [NO56], [SNAD] et [SN1] est situé à l'opposé des deux premiers groupes par rapport à l'axe 2. Brassicastérol, cholestanol, stigmastanol, stigmastérol et β-sitostérol sont les variables significatives. Le dernier groupe comprend uniquement [NOAD] qui est isolé des autres échantillons et dont la variable significative principale est le β-sitostérol.

L'axe trois apporte peu de données supplémentaires. On constate que les variables significatives de cet axe sont le campestérol et le stigmastérol en opposition au cholestérol, au brassicastérol et au cholestanol. Les groupement sont alors modifiés mais restent faiblement significatifs. La représentation combinée de ces trois axes (Figure 226) permet de distinguer trois groupements très larges. Le premier comprend principalement des sédiments noircis [GRAB], [NOAB], [NO56] ainsi que l'échantillon [SNSR]. Le deuxième comprend les échantillons naturels [SNAD] et [SN2]. Le dernier groupe contient les échantillons [SN1], [ISN] et l'échantillon noirci [NOAD].

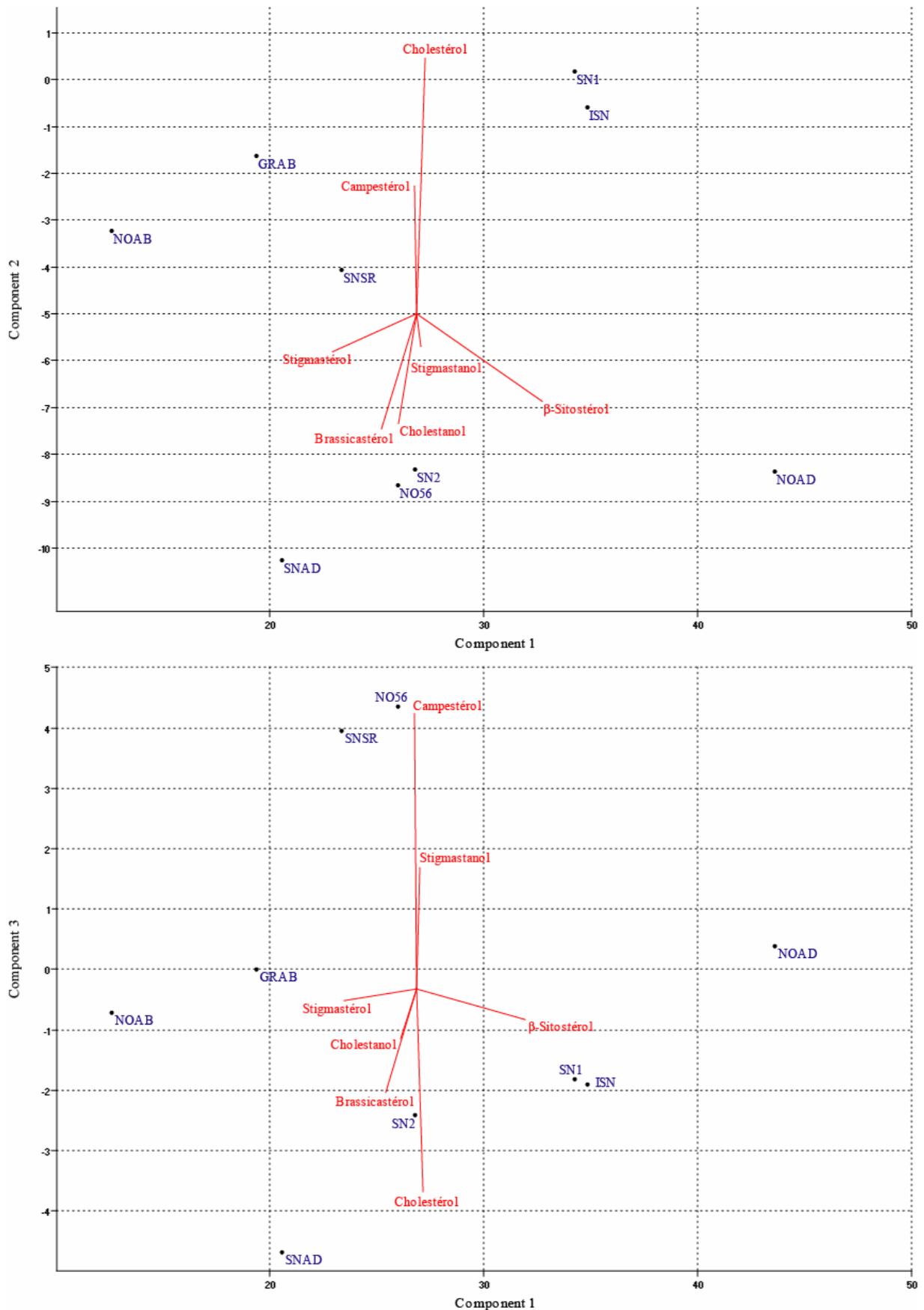


Figure 225 – ACP des distributions des stérols provenant des sédiments et de [ISN] des Hauts de Feuilley (sauf [RSN] et [CF55])

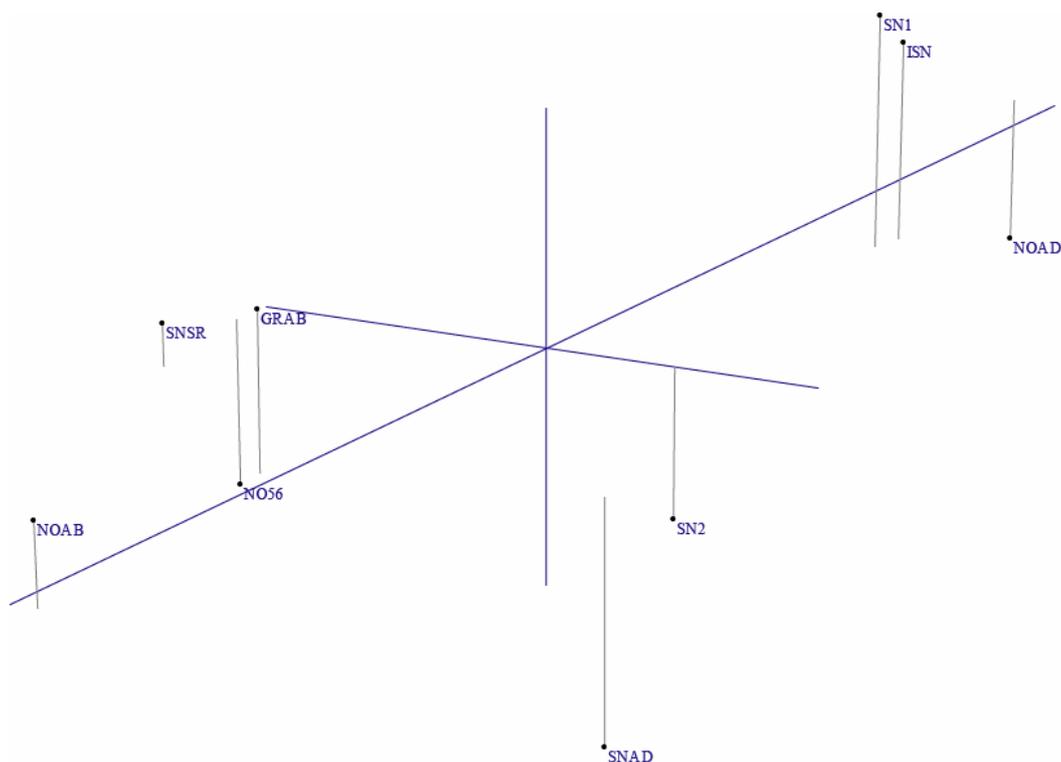


Figure 226 – Représentation en nuage de point 3D des trois premiers axes factoriels de l'ACP des distributions des stérols provenant des sédiments et de [ISN] des Hauts de Feuilly (sauf [RSN] et [CF55])

On constate donc que la distribution des stérols dans les sédiments est très variable. De plus, il n'existe pas de relation évidente de cette distribution avec la nature du sédiment ou le positionnement de l'échantillon. Néanmoins, nous constatons que certains rapprochements peuvent être observés dans les échantillons de sédiments noircis. Finalement, il est difficile de lier ces différences à des origines ou technologies multiples, plus qu'à une grande variabilité naturelle de la composition des stérols ou à une décomposition différentielle.

D'autres dérivés terpénoïdaux ou stéréoïdaux sont présent dans ces échantillons (Tableau XXXIII) à l'exception de [SNAD] et [CF55]. Les roches contiennent donc en plus du cholestérol, du stigmasta-3,5-dien-7-one qui apparaît également dans les roches expérimentales de grillade de viande. [F55-426] contient également du stigmast-4-en-3-one. Le stigmasta-3,5-dien-7-one est également présent dans les sédiments noirs [NOAB, NOAD, NO56], il est alors accompagné par du friedoursan-3-one qui est d'origine végétale (Hanson et al. 1976). De plus, l'ensemble des sédiments noirâtres et grisâtres contient un terpène inconnu de masse  $m/z$  440 mais dont la fragmentation correspond aux méthoxy-triterpènes, famille également découverte dans la structure 1214 du Bronze final au Closeau (March et al. 2003a), et qui semble proche du germanicol bien qu'ayant une masse molaire plus élevée (Figure 227). Au closeau, on a retrouvé un ensemble de méthoxy-triterpènes. Cependant, ce

stéroïde et le friedoursan-3-one sont également présents dans certains échantillons de sédiments non altérés [SN2] et [SNSR]. De plus, les échantillons de sédiments présentent une variété plus importante de stéroïdes et terpénoïdes, avec la présence à la fois de ceux observés dans les roches et sédiments noircis ainsi que d'autres spécifiques uniquement à ces sédiments tel le cholest-4-en-3-one, le cholest-24-en-16-one dérivés du cholestérol ou encore le lanost-7-en-3-one que l'on retrouve notamment dans des arbres du genre *Abies* (Shevtsov & Raldugin 1988).

	SNAD	SN1	SN2	SNSR	RSN	ISN	GRAB	NOAB	NOAD	NO56	F55-145	F55-695	F55-426	CF55
cholest-4-en-3-one		X			X	X								
cholest-24-en-16-one					X									
stigmast-4-en-3-one		X	X	X		X				X				X
stigmasta-3,5-dien-7-one		X	X	X		X		X	X	X	X	X	X	
24S-ethylcholestan-4,22E-dien-6-one				X										
lanost-7-en-3-one		X			X									
friedoursan-3-one			X	X		X		X	X	X				
neogammacer-22(29)-en-ol, acetate								X						
terpénoïde inconnu (m/z 440)			X	X			X	X	X	X				

Tableau XXXIII – Dérivés stéroïdaux et terpénoïdaux des échantillons des Hauts de Feuilly

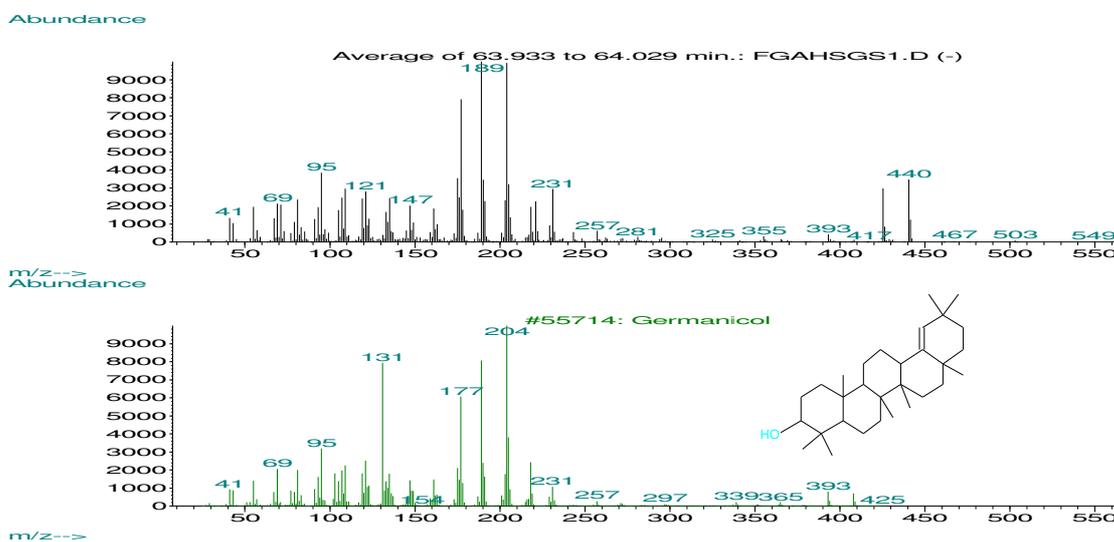


Figure 227 – Spectre de masse de la molécule de structure inconnue et spectre de masse du germanicol

### III.3.2.3.5. Autres molécules

D'autres familles de molécules sont présentes dans ces échantillons. Ainsi, les roches brûlées [F55-426, F55-145, F55-695] et certains échantillons de sédiments [SN1, SNAD, NOAB] contiennent des traces de 1-hexadécanol et de 1-octadécanol. De plus, les



également une série de méthyles cétones linéaires, 2-alcanones, de longues chaînes carbonées. Ces 2-alcanones de longues chaînes à dominances impaires sont généralement d'origine végétale. Leur distribution est assez variable, cependant on constate une certaine ressemblance dans les échantillons [SNAD], [SN1] et [SN2] où la 2-pentacosanone est dominant. L'échantillon [SNSR] présente quand à lui, une distribution dominée par le 2-hentriacontanone. Les échantillons provenant d'une possible contamination récente, [RSN] et [ISN], diffèrent nettement de celles observées dans les précédents échantillons. Ainsi [RSN] présente une distribution dominée par des alcanones plus courts comme le 2-eneicosanone, alors que [ISN] montre une nette dominance du 2-hentriacontanone et du 2-nonacosanone. L'échantillon de sédiment gris [GRAB] est assez similaire à [SNSR] bien qu'il présente des courtes chaînes en proportion plus importantes. Ces courtes chaînes sont considérées comme provenant du traitement culinaires des acides gras (Belitz & Grosch 1999; Raven et al. 1997). L'échantillon [NOAB] présente des proportions de 2-alcanone plus faible. La distribution de ces alcanones quant à elle est une distribution intermédiaire entre celle de [SNSR] et [SN1] avec une dominance de 2-nonacosanone associé à de fortes quantités de 2-pentacosanone et de 2-heptacosanone. Pour [NOAD], la distribution est assez semblable à [SNSR], mais avec des proportions de 2-alcanones de courtes chaînes (2-K<sub>17</sub>, 2-K<sub>19</sub>) plus importantes. L'échantillon [NO56] présente quant à lui une forte proportion de 2-heptacosanone associée à une distribution des 2-alcanones de plus longues chaînes qui diffère de celles déjà observées pour les précédents échantillons.

De plus, dans la roche [F55-695], seul des méthyles cétones de courtes chaînes (2-K<sub>17</sub>, 2-K<sub>18</sub>, 2-K<sub>19</sub>) sont présentes. Cette roche contient également des cétones de longues chaînes largement dominées par le 16-hentriacontanone (16-K<sub>31</sub>), le 16-tritriacontanone (16-K<sub>33</sub>) et dans une moindre mesure le 18-pentatriacontanone (18-K<sub>35</sub>) (Figure 229). Ces cétones sont également présentes, mais minoritairement, dans l'échantillon [NOAD]. Ces échantillons portent donc le produit de leur pyrolyse indiquant une cuisson à haute température (Evershed et al. 1999; Evershed et al. 1995; Raven et al. 1997).

Les échantillons de roches contiennent également des  $\gamma$ -lactones, produits secondaires de la dégradation des acides gras saturés apparaissant lors de cuisson. Ces  $\gamma$ -lactones sont également à l'état de trace dans les échantillons de sédiments noirâtres [NOAB, NOAB, NO56].

Finalement, les roches brûlées contiennent des cires, (estérification d'un acide gras avec un alcool) qui peuvent avoir une origine animale ou végétale. Elles sont cependant peu nombreuses et en faible quantité dans [F55-145]. Elles sont également présentes dans les échantillons de sédiments noircis [NOAB, NOAB, NO56].

### III.3.2.3.6. Analyses statistiques complémentaires

Pour mettre en avant les relations existantes entre les échantillons, nous avons réalisé une analyse factorielle en composante principale regroupant les distributions en acides gras, n-alcanes et stérols (Figure 230)<sup>21</sup>.

Les trois premiers axes factoriels représentent 95,0% de notre échantillon dont 81,9% pour le premier, 10,3% pour le second et 2,8%. L'information contenue sur ces axes est donc très représentative et leur combinaison permet de juger de leur similitude (Figure 231).

Nous constatons ainsi une division entre les échantillons sur l'axe 1, entre les roches brûlées et les sédiments. Les roches brûlées sont caractérisées par le cholestérol et se subdivisent en deux ensembles sur l'axe 2, avec d'une part [F55-145] et [F55-695] caractérisés par les longues chaînes et [F55-426] attiré par C<sub>16:0</sub>. Les sédiments sont caractérisés par différents phytostérols ainsi que des alcanes impairs longs comme le nonacosane (C<sub>29</sub>). Ceux sont donc des molécules considérées comme des biomarqueurs végétaux qui sont prépondérantes statistiquement dans les échantillons. Il n'y a pas de réelle division sur l'axe 2 dans ces échantillons. Cependant, on constate qu'une partie des sédiments noircis, [GRAB] et [NOAB], sont attirés par les acides de longues chaînes et les autres, [NOAD] et [NO56], sont attirés par C<sub>16:0</sub>. Entre ces échantillons noircis, il y a les différents échantillons témoins. Cependant, les échantillons noircis restent très proches des échantillons témoins.

---

<sup>21</sup> Nous avons exclu pour cette analyse, les échantillons [CF55] qui ne présente pas de stérol et [RSN] dont les stérols n'ont pu être quantifiés.

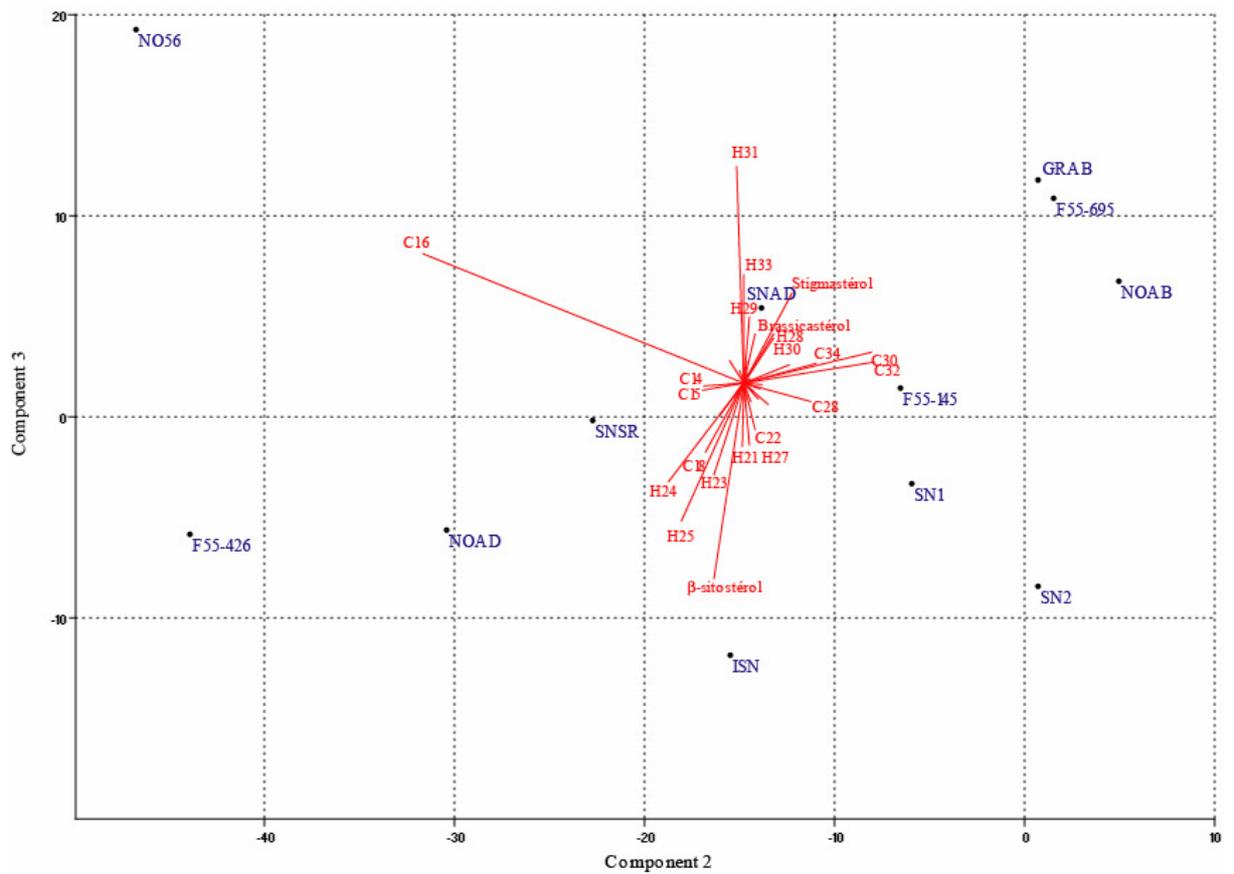
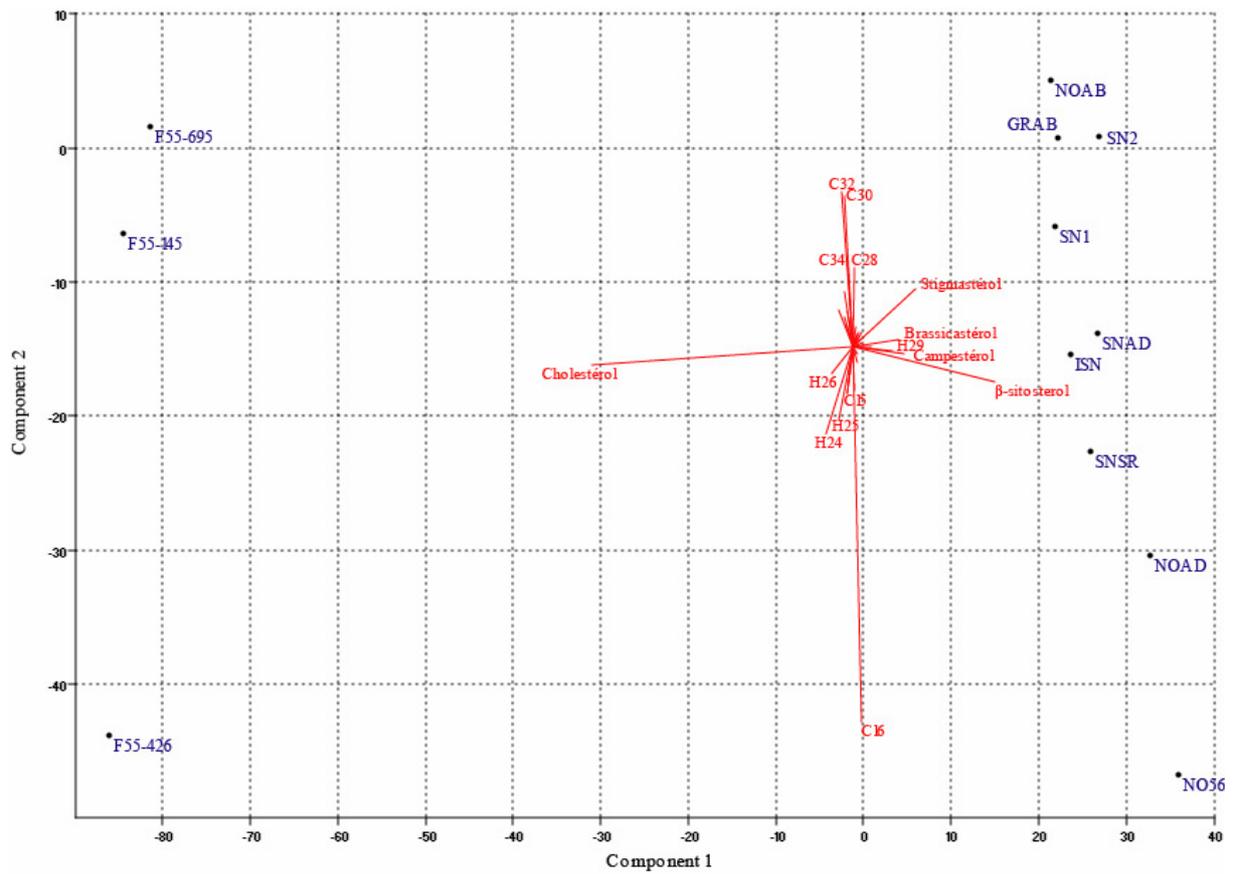


Figure 230 – ACP des distributions des acides gras, n-alcanes (Hn) et stérols des échantillons des Hauts de Feuilley (axe 1-2, axe 2-3) (sauf [RSN] et [CF55])

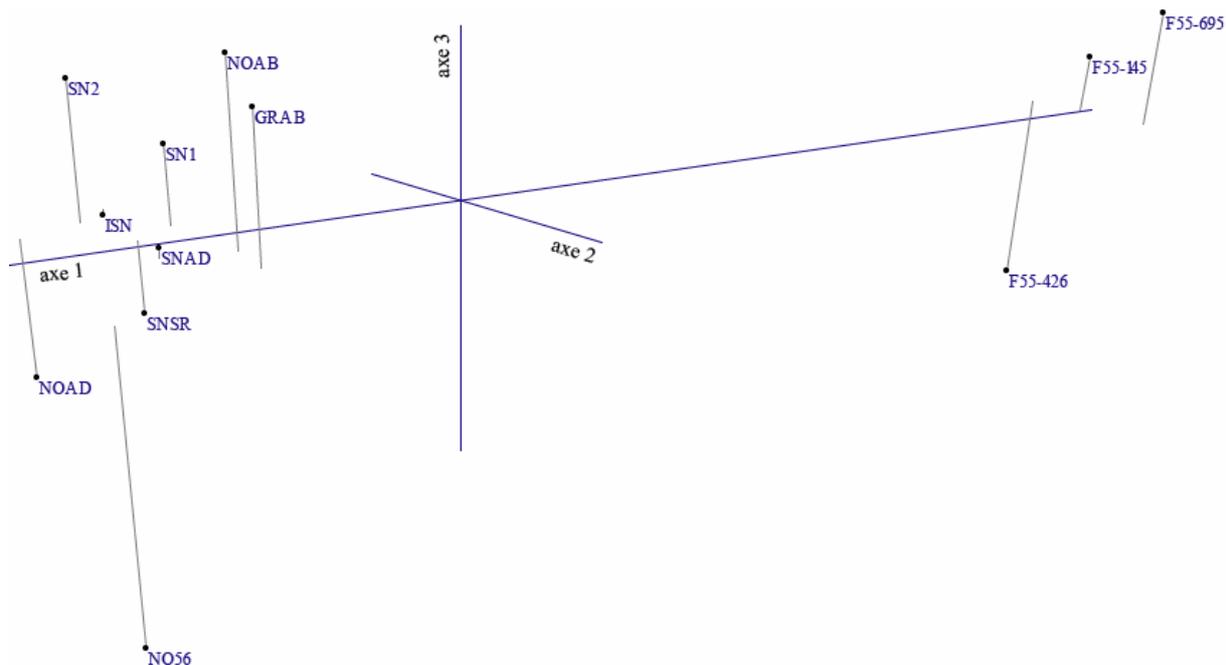


Figure 231 – Représentation en nuage de point 3D des trois premiers axes factoriels de l'ACP des distributions des acides gras, n-alcanes et stérols des Hauts de Feuilly (sauf [RSN] et [CF55])

En croisant les axes 2 et 3, on constate que la division entre les roches et les sédiments a disparu. Le groupe formé de [GRAB] et [NOAB] est toujours présent. Il faut lui ajouter également [F55-695]. De même, la roche [F55-145] bien que plus proche des sédiments témoins est relativement proche de ce groupe. [F55-426] et [NOAD] sont à l'opposé de ce groupe. L'échantillon [NO56] se retrouve relativement isolé des autres échantillons, attiré par  $C_{16:0}$ . Les échantillons témoins se situent dans une position intermédiaire entre ces différents groupes de sédiments noircis et roches chauffées.

Ainsi, il y a une nette distinction des roches chauffées en raison de la présence unique de cholestérol. Les échantillons [NOAB] et [GRAB] sont très proches et différent nettement de l'échantillon [NOAD] et surtout de celui de la structure [NO56]. Les deux échantillons témoins [SN1-2] sont assez proches des échantillons de la berme AB. Mais de manière globale, les échantillons témoins sont intermédiaires entre les deux groupes de sédiments noircis.

Les échantillons de sédiments présentent donc un mélange de stérols animaux et végétaux montrant ainsi un mélange de graisses d'origines animales et végétales. Afin de pouvoir préciser ces origines, nous avons cherché à mettre en évidence les corrélations

existantes entre différentes familles de molécules à travers l'analyse des concentrations d'acides gras saturés, n-alcanes et stérols en fonction des variables suivantes<sup>22</sup> :

- masse d'acides gras saturés [*SFA*]
- masse d'acides gras de courtes chaînes [*SFAC*]
- masse d'acides gras de longues chaînes [*SFAL*]
- masse de n-alcanes [*ALC*]
- masse d'alcanes de longues chaînes [*ALCL*]
- masse de cholestérol et cholestanol [*CHS*]
- masse de phytostérols [*PHS*]

Pearson's r	CHS	PHS	ALC	ALCL	SFA	SFAC	SFAL
<b>CHS</b>		-0,0268335	0,987067	0,987056	0,863106	0,962822	0,512701
<b>PHS</b>	-0,0268335		-0,184237	-0,184273	0,42346	0,218558	0,727569
<b>ALC</b>	0,987067	-0,184237		1	0,77805	0,910723	0,381939
<b>ALCL</b>	0,987056	-0,184273	1		0,778005	0,910695	0,381874
<b>SFA</b>	0,863106	0,42346	0,77805	0,778005		0,965977	0,874495
<b>SFAC</b>	0,962822	0,218558	0,910723	0,910695	0,965977		0,719297
<b>SFAL</b>	0,512701	0,727569	0,381939	0,381874	0,874495	0,719297	

Tableau XXXIV – Table de corrélation (test de Pearson) des concentrations des échantillons de Hauts de Feuilley (sauf [RSN] et [CF55])

Un test de Pearson sur ces différentes variables révèle un nombre important de corrélations positives (Tableau XXXIV). Ainsi alcanes et alcanes longs sont parfaitement corrélés, il n'y a donc pas d'influence des alcanes courts. De même, les acides gras présentent des corrélations positives avec les acides gras courts et les acides gras longs. Bien que moins importante, il y a une corrélation positive également entre les acides gras courts et les acides gras longs. Les stérols animaux présentent une corrélation positive avec les alcanes, les alcanes longs, les acides gras et les acides gras courts. A l'inverse, les phytostérols présentent une corrélation positive avec les acides longs. De manière plus étonnante, Il existe une corrélation importante entre les alcanes et les acides gras courts. Ces différentes corrélations positives sont à mettre en relation avec la présence des roches brûlées dans ce test. En effet, leur unique stérol est le cholestérol et leur distribution d'alcanes ne peut être attribuée aux végétaux comme dans les sédiments.

<sup>22</sup> Voir note précédente.

Pearson's r	CHS	PHS	ALC	ALCL	SFA	SFAC	SFAL
CHS		0,791011	0,256059	0,17697	0,180494	0,253639	0,151299
PHS	0,791011		-0,0708603	-0,101537	-0,0201231	0,257503	-0,104447
ALC	0,256059	-0,0708603		0,992132	-0,265456	-0,284868	-0,249536
ALCL	0,17697	-0,101537	0,992132		-0,325963	-0,331078	-0,312152
SFA	0,180494	-0,0201231	-0,265456	-0,325963		0,905219	0,991484
SFAC	0,253639	0,257503	-0,284868	-0,331078	0,905219		0,842171
SFAL	0,151299	-0,104447	-0,249536	-0,312152	0,991484	0,842171	

Tableau XXXV – Table de corrélation (test de Pearson) des concentrations des échantillons de Hauts de Feuilly (sauf [RSN], [CF55], [F55-\*], [ISN])

Nous réalisons donc un deuxième test de Pearson (Tableau XXXV) en excluant ces roches chauffées. Nous excluons aussi l'échantillon [ISN] qui en raison des concentrations très importantes observées provoque des corrélations positives dans tous les cas de figures. Les corrélations positives sont donc moins nombreuses qu'observées précédemment. Les corrélations entre alcanes et alcanes courts, acides gras et acides gras courts ou acides gras longs sont toujours présentes. Il est plus remarquable de constater qu'il existe une corrélation positive entre les stérols animaux et végétaux. De même, il existe une corrélation entre les acides gras courts et les acides gras longs. Il n'y a donc pas de relation claire existant entre d'un côté des marqueurs animaux et d'autres parts des marqueurs végétaux. De plus, les analyses tendraient à montrer dans les sédiments que les acides gras courts ont plutôt une origine végétale et que les stérols animaux sont plutôt une contamination environnementale accompagnant régulièrement les phytostérols plutôt qu'un véritable apport anthropique.

L'analyse en composante principale de ces mêmes variables apporte quelques informations complémentaires. Cette dernière est très représentative. En effet, l'axe 1 porte 98,1% de l'information et combiné à l'axe 2, ils représentent 99,6%. On constate que les variables alcanes, alcanes longs et cholestérols sont très peu discriminantes. La principale opposition est faite sur l'axe 2, entre la variable acides gras longs et le couple de variables phytostérols et acides gras courts. Ceci rejoint l'idée que les acides courts ont dans ce cas une origine végétale. Ainsi, au sein de ces échantillons, les différences observées sont à mettre en liaison avec une diversité de l'origine végétale.

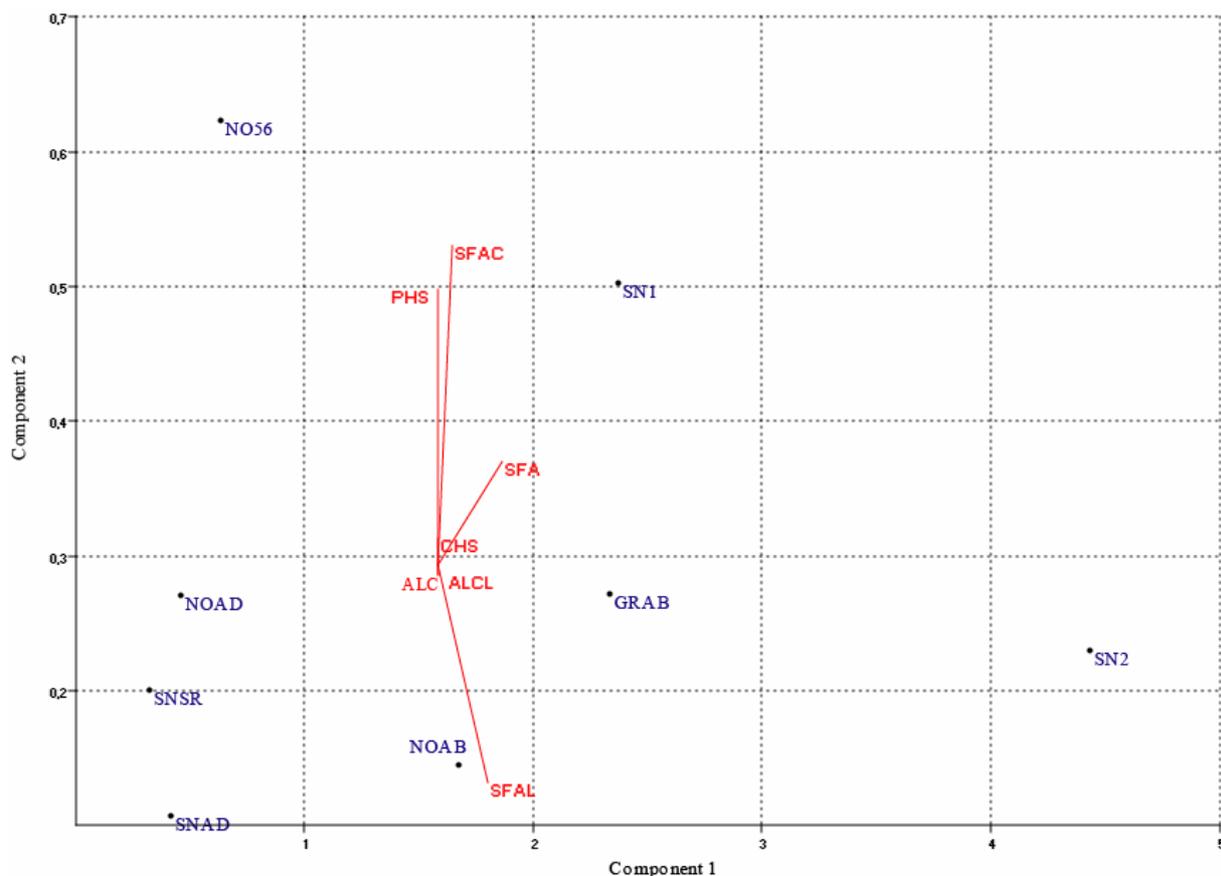


Figure 232 – ACP des concentrations des acides gras, n-alcanes et stérols des échantillons de sédiments des Hauts de Feuilley (axe 1-2)

### III.3.2.4. Discussion

Ainsi l'interprétation du contenu des échantillons des Hauts de Feuilley présente de nombreuses difficultés. Tout d'abord, l'échantillon de céramique même s'il présente une forte concentration en acides gras et en alcanes, reste un échantillon dont l'extrait est quantitativement faible expliquant l'absence d'autres molécules. De plus, le fait que le récipient a été abandonné, brisé dans la structure, laisse à penser qu'il a pu être soumis à des processus de réchauffage (au contraire de Lillemer où tous les échantillons céramiques ont été retrouvés hors des structures de combustion). De tels processus pourrait conduire à la distribution d'acides gras saturés observée avec un fort taux d'acide stéarique (C<sub>18:0</sub>) et à la distribution unimodale lissée des alcanes. Il semble donc préférable de ne pas émettre d'hypothèses concernant le contenu alimentaire de ce tesson céramique.

Les roches brûlées se distinguent nettement des échantillons de sédiments. La distribution d'alcanes, la présence de  $\gamma$ -lactones, d'acide azélaïque (DCA<sub>9</sub>), de cires et pour [F55-695] de cétones de longues chaînes tendent à montrer que ces roches ont été utilisées

lors d'une cuisson en milieu assez sec de type grillade sur roches chauffantes. La présence de cholestérol comme unique stérol tendrait à montrer l'origine animale des aliments cuits dans la structure. Cependant, ces roches contiennent une proportion d'acides gras de longues chaînes. Ces acides de longues chaînes ont une origine végétale. Nous pouvons émettre deux hypothèses concernant cette origine. Ils peuvent être le résultat d'une contamination par la matière contenue dans le sédiment environnant. Ils peuvent provenir d'un apport végétal anthropique lors de l'utilisation de la structure. Dans ces deux hypothèses, cet apport doit être largement dominé par les acides gras pour que tout autre apport comme celui de phytostérols ne puisse être détecté. Dans le cas d'un apport anthropique, nous pourrions être alors dans un cas semblable à un four enterré. Néanmoins, nous avons vu expérimentalement avec l'échantillon [FEPC] que l'apport animal masque largement l'apport végétal au niveau des acides gras (bien que les acides gras de longues chaînes soient présents en faibles quantités), qu'aucun stérol n'a pu être détecté, que les alcanes présentent une distribution de type végétal et que finalement l'échantillon présente un certain nombre de marqueurs communs à la grillade sur roches chauffantes. Nos roches auraient donc eu un apport plus important d'acides gras de longues chaînes que l'on retrouve également dans le sédiment du foyer mais plus altéré. Les cires cuticulaires de ces végétaux n'auraient apportées que très peu d'alcanes ou bien ces alcanes auraient été dégradés lors du processus de cuisson. Il faut également rappeler que les racines présentent naturellement des distributions d'alcanes lissés et que la cuisson entraîne une apparition d'acides de longues chaînes. Nous pourrions également être en présence d'une contamination ancienne provenant du sédiment du foyer, les roches ayant mieux protégées ces acides longs de la dégradation que ceux contenus dans le sédiment. En conséquence, l'utilisation des acides gras de courtes chaînes pour déterminer une origine animale plus précise doit être réalisé avec prudence. Néanmoins, nous pouvons émettre l'hypothèse que moins il y aura d'acides gras de longues chaînes, plus l'échantillon sera proche de la composition animale d'origine. Ainsi, [F55-145] et [F55-695] sont placés parmi les espèces domestiques (bœuf, agneau et porc). [F55-426] qui est l'échantillon de roche présentant le moins d'acides gras de longues chaînes et qui serait donc le plus proche de la composition d'origine se retrouve hors de ces espèces, mais reste néanmoins proche des bovinés.

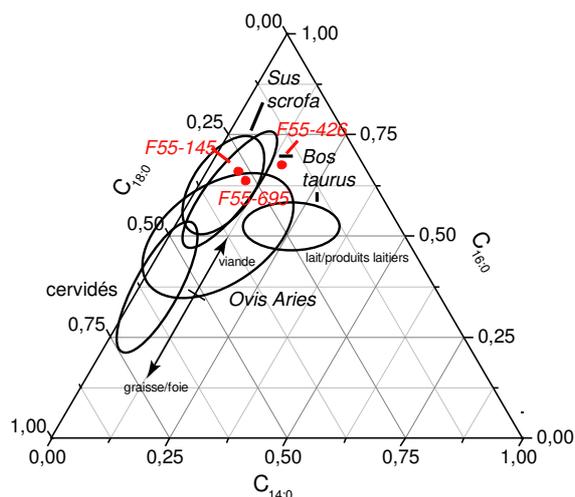


Figure 233 – Diagramme ternaire des acides gras,  $C_{14:0}$ ,  $C_{16:0}$ ,  $C_{18:0}$  des échantillons de roches des Hauts de Feuilly

Les échantillons de sédiments sont plus difficiles à interpréter. Les sédiments grisâtres et noirâtres présente une signature chimique végétale que nous devons semble-t-il attribuer plutôt à des cires cuticulaires (acides gras longs, alcanes impairs dominant, phytostérols, méthyles cétones de longues chaînes...). Un apport animal est représenté par le cholestérol mais l'analyse statistique a montré qu'il était constant dans les échantillons et qu'il semble provenir plutôt d'une origine environnementale<sup>23</sup>. Les différents échantillons ne sont pas parfaitement semblables les uns aux autres. Cependant, nous constatons une certaine ressemblance entre les deux échantillons de la berme A-B. L'échantillon de la berme AD et celui de la structure F56 divergent nettement plus. Ceci témoigne d'une hétérogénéité de la composition organique au sein de la même structure et entre les structures qui pourraient provenir de différentes origines végétales notamment de combustibles mais également d'une altération différentielle de la matière organique. De plus, on constate que les sédiments noircis présentent un certain nombre de marqueurs chimiques liés à une altération thermique sûrement culinaire (traces de  $\gamma$ -lactones, d'alcanes courts marqué, de cires, de cétones de longues chaînes pour [NOAD]). Ces marqueurs sont ceux de la grillade.

Les échantillons témoins présentent des compositions proches de celles observées pour les échantillons noircis à l'exception des marqueurs d'altérations thermiques. Statistiquement, les distributions des différentes familles de molécules les placent entre les échantillons thermoaltérés. Certains échantillons pouvant témoigner d'une contamination récente ([ISN] et

<sup>23</sup> Nous parlons ici d'apport environnemental à l'échelle du site, tant est si bien qu'il peut avoir une origine anthropique. Cependant ce cholestérol n'est pas lié aux activités culinaires spécifiques de chaque structure.

[RSN]) diffèrent peu des autres échantillons témoins. Cependant, des distributions de méthyles cétones et la présence importante d'une famille de molécules non identifiées pour [RSN] tend à montrer que la pollution de ces éléments récents est minime et qu'ils portent plutôt l'empreinte chimique environnementale de site.

### **III.3.2.5. Conclusion**

Les échantillons du site des Hauts de Feuilly se sont révélés difficiles à interpréter. Cependant, nous pouvons émettre comme hypothèse que la structure analysée est une structure à vocation culinaire, liée à l'utilisation d'une technique de cuisson de type grillade sur roches chauffantes ou de four enterré pour la préparation de produits carnés. Néanmoins, il nous semble impossible de déterminer de façon certaine l'origine des aliments cuisinés au-delà de l'animal, même si la composition semble relativement proche des bovinés. La présence d'acides gras de longues chaînes non associée à d'autres marqueurs végétaux reste difficilement explicable. La théorie la plus simple est qu'ils proviennent d'une contamination du sédiment environnant, bien qu'un apport anthropique lors de la cuisson ne doive pas être exclu. Cet apport végétal pourrait avoir une origine anthropique et provenir des feuilles enrobant les aliments ou des racines cuites .

### **III.3.3. Conclusion sur les fosses foyers**

Ces deux structures bien que de même type se sont révélées être différentes dans leur contenu organique. La première, à Champ Vallet, est une structure abandonnée avant sa dernière réutilisation. Une de ces précédentes utilisations fut une cuisson par grillé (ou une cuisson entraînant des altérations similaires) de produits d'origine animale que l'on peut rapprocher des produits laitiers. Même si cette présence peut paraître surprenante, nous avons vu que l'utilisation de roches chauffées était fréquente notamment chez les bergers basques, des Alpes ou d'Irlande (Dittmann 1990; Maurizio 1932; O'Kelly 1954). Cependant ; les techniques liées à ces structures sont différentes. On peut également évoquer les Hopis qui couvrent de graisse leur *piki stone*, roche plate servant à cuire leur galette de maïs (Beaglehole 1937; Kavena 1980; Kennard 1979; Titiev 1971, 1972; Whiting 1939). Le beurre pourrait avoir le même emploi bien qu'il soit difficilement imaginable de couvrir l'intégralité des roches de la structure.

A Haut de Feuilly, bien que les sédiments présentent un profil végétal, les roches correspondent à la cuisson de viande. Les marqueurs d'altération montrent une utilisation de

type grillé. Cependant, la présence d'acides gras de longues chaînes pourrait être liée à une utilisation de type four enterré.

Les analyses fonctionnelles d'autres sites sont plutôt rares. Les hypothèses d'utilisation évoquent la grillade de viande, la cuisson à l'étouffée, à la vapeur, le fumage ou le séchage de viande, le grillage des récoltes de céréales ou encore le sauna. Néanmoins, en dehors de la découverte sur le site Chasséen de Font-Juvenal, de restes osseux semblant indiquer la cuisson de grands quartiers de bœuf sur les roches chauffées, nos connaissances restent limitées. Seules les structures du site du Closeau à Rueil-Malmaison (Hauts-de-Seine) ont été analysées de façon similaire (March et al. 2003a; March et al. 2003b). La vocation supposée de ces foyers est la cuisson d'aliments par chauffage indirect par des roches, mais seul les sédiments ont été analysés. Les différentes structures ont révélé contenir un mélange de graisses animales et végétales avec une large prédominance pour cette dernière. La composante végétale présente un excellent état de conservation indiquant soit une combustion incomplète des essences employées comme combustible ou une cuisson d'aliments végétaux comme des plantes de la famille des Composées. Bien que la cuisson soit la vocation de ces structures, elles contenaient du méthyl- $\beta$ -boswellonoate dérivé de l'acide boswellique. Ces molécules proviennent notamment de l'encens et il faut donc évoquer une utilisation non domestique, si ce n'est rituel, de ces structures.

Ainsi, ces différentes analyses montrent que ces structures semblent destinées à la cuisson de produits animaux. Cependant, elles présentent également une large prédominance de la fraction végétale contenue dans le sédiment et dont l'altération n'est pas très intense. Cette fraction végétale peut provenir du combustible, mais elle pourrait également être un indice de cuisson des végétaux. La technique de cuisson employée n'est donc pas clairement établie. Cependant, les altérations retrouvées sont spécifiques de la grillade sur roches chauffées bien qu'elles puissent également être retrouvées dans des fours enterrés. L'analyse future d'autres structures provenant de nouveaux gisements semble donc indispensable afin d'établir la fonction de ces structures, d'autant plus que des variations semblent exister.

Il faut également envisager la possibilité que ces deux techniques, grillé par pierres chauffantes et cuisson par four enterré, ne soient pas différenciables chimiquement en raison des processus physiques et thermiques se déroulant lors de la cuisson. Comme nous l'avons vu expérimentalement, les marqueurs chimiques de ces deux techniques de cuisson sont très similaires. Une approche analytique du comportement thermique et de la distribution des

températures en fonction de la morphologie de ces structures pourrait apporter certaines réponses.

Comme nous l'avons vu au début de ce chapitre, ces structures sont fréquemment isolées dans l'espace et ont souvent été retrouvées regroupées en batterie. Bien qu'une étude de l'ensemble des structures soit nécessaire pour comprendre leurs interactions et leurs fonctions, nous avons mis en relief leur fonction culinaire. Le volume de ces structures implique la cuisson d'une masse importante d'aliments comme dans certaines de nos expérimentations dont les structures ont des dimensions équivalentes (deux cochons dans le four enterré et deux saumons et deux gigots d'agneau lors de la grillade). Ceci indique l'existence de repas collectifs incluant un nombre important de convivees, sans doute plusieurs dizaines. De plus, leur regroupement en batterie et le réemploi démontré dans les structures étudiées indiquent l'existence de plusieurs repas lors de l'occupation de ces sites. Il est important de mentionner qu'à Hauts de Feuilly, des roches chauffées que l'on pouvait compter par millier étaient éparpillées à la surface du gisement. Malheureusement, suite aux contraintes de l'archéologie préventive, celles-ci n'ont pas pu être étudiées.

Ces activités réalisées en éloignement des unités d'habitation laissent entrevoir une activité collective qui pourrait être ou non domestique. La question de la fréquence de leur utilisation doit-être également résolue ainsi que celle sur leur connexion à des phénomènes rituels.

Ces structures ne sont pas limitées à l'Âge du Bronze et leur présence est très répandue au Néolithique et dans plusieurs régions du monde. Une étude comparative pourrait apporter une réponse à la continuité ou aux changements de leur utilisation.

## **Conclusion générale**

La problématique de cette thèse était méthodologique. En effet, nous avons été confronté à un paradoxe. Les pratiques culinaires représentent un intérêt certain pour les archéologues alors que les connaissances objectives restent plus théoriques qu'issues d'une reconstruction basée sur les vestiges archéologiques. L'objectif de cette thèse consistait donc à développer des outils méthodologiques et interprétatifs permettant d'étudier l'utilisation des techniques de cuisson traditionnelle durant la Préhistoire et la Protohistoire. Cependant, ce sujet était trop vaste pour être développée dans son intégralité dans une thèse. Nous avons donc mis l'accent sur l'étude des techniques de cuisson bouillie et grillée employant des roches chauffées.

Dans une première partie, nous avons tenté de définir un contexte théorique pour une archéologie des techniques de cuisson et des pratiques culinaires. Nous avons répondu à la question de pourquoi cuire en mettant en avant le fait que la cuisson permet de rendre de nombreux aliments plus facilement assimilables et permet donc la consommation d'un spectre de nourriture plus large. La cuisson permet de détruire les toxines et les bactéries et de rendre la nourriture moins dangereuse pour la santé humaine. La cuisson apporte du goût ou exhausse la saveur de nombreux aliments.

La cuisine est la transformation de l'aliment naturel en aliment culturel. Ainsi, nous avons transformé le triangle culinaire de Lévi-Strauss en système de représentation des techniques de cuisson. Les oppositions observées reflètent la valeur symbolique que porte chaque technique dans un groupe donné même si cette valeur nous est inconnue. De plus, nous avons également défini la cuisine comme un acte technique mettant en jeu des chaînes opératoires spécifiques. Les activités culinaires sont également en interaction avec d'autres systèmes, économiques, techniques, politiques...

Notre deuxième partie était consacrée aux procédés culinaires employant des roches chauffées. Nous avons dressé un panorama mondial de l'utilisation des techniques de cuisson traditionnelle employant des roches chauffées. Selon les données recueillies, nous avons pu distinguer deux types d'utilisations. Une cuisson domestique quotidienne utilisant un faible nombre roches et une cuisson spécialisée généralement groupale plus sporadique correspondant à une zone d'activité extensive.

Grace à l'étude expérimentale des deux techniques de cuisson bouilli et grillé avec des roches chauffantes, nous avons mis en évidence les processus thermiques se déroulant au

cours de la cuisson. Nous avons ainsi vu que l'utilisation de roches chauffées permettait d'obtenir une cuisson avec peu de variations subites de températures comme il est observé au cœur d'un foyer. Nous avons également constaté que la température de la roche diminuait doucement. Au contraire, une roche servant à faire bouillir subie une diminution très rapide de température. De plus, les échanges thermiques observés sont conditionnés par différents paramètres (la durée de chauffage de la roche, sa température de chauffe, le volume de l'eau, le volume de la roche, la température initiale de l'eau, la nature de la matière première) dont nous avons étudiés les effets de leurs variations.

Nous avons également étudié l'effet de la réutilisation sur les altérations macroscopiques et microscopiques du grès soumis à ces deux techniques de cuisson. Nous avons mis ainsi en évidence l'augmentation des altérations proportionnelles au nombre de réutilisations pour la roche. L'étude par microscopie électronique a montrée que ces altérations sont provoquées par un lessivage progressif du ciment intergranulaire se traduisant par une augmentation de la porosité, puis par la mise en place d'un réseau de fissures et finalement par la fracturation de la roche.

Dans l'étude expérimentale des résidus organiques issus de ces techniques de cuisson, nous avons à la fois mis en évidence des signatures chimiques spécifiques à certaines parties de plante (feuilles, graines, racines) ou à certaines espèces animales (cervidés, équidés, bovinés, caprinés et suidés) et mis en évidences les signatures chimiques contenues dans les roches utilisées comme des éléments chauffants. Nous avons ainsi pu mettre en place un modèle pour l'interprétation culinaire des résidus d'origine archéologiques répondant à la fois à des besoins d'identification d'ordre taxonomique et, ce qui était inédit, également technologique.

Cependant, l'un des points faibles de l'analyse des résidus organiques est le temps de travail que représente la préparation et l'analyse d'un échantillon. Selon la nature des échantillons (sédiment, roche, céramique), la préparation et le broyage ne demande pas le même temps. Ainsi, les roches sont actuellement le type d'échantillon qui nécessite le plus grand temps de préparation et surtout de broyage. De même, la séparation en différentes fractions des échantillons demande plus de temps qu'une simple extraction et dérivation. Elle entraîne également plus de chromatographie et donc plus de temps d'analyse des spectres. Nous avons déjà optimisé le travail en laboratoire lors de la préparation de cette thèse (réduction des temps de séparations, de chromatographie...) ainsi qu'en diminuant

significativement les sources de pollutions du laboratoire. Néanmoins, ce travail en laboratoire devrait être encore amélioré pour pouvoir traiter de plus grandes quantités d'échantillons et donc d'obtenir des échantillonnage plus représentatif.

L'autre limite concerne les interprétations. Un modèle interprétatif permet d'établir clairement les règles utilisées. Cependant, ce modèle est évolutif et il n'est que le reflet de notre connaissance à un instant donné. Nos interprétations ne sont donc jamais définitives. Il est donc nécessaire de poursuivre à la fois la construction d'un référentiel de produit cru, mais également l'analyse des transformations que subit la matière organique à la cuisson et lors des processus post-dépositionnels.

Les perspectives d'évolution de ce modèle sont donc multiples. Expérimentalement, en plus de poursuivre les travaux déjà réalisés en ouvrant notamment à d'autres techniques de cuisson, nous pouvons émettre quelques pistes supplémentaires. Ainsi, il semble nécessaire de comparer des matériaux modernes crus avec leurs équivalents archéologiques (os, bois, graines) notamment en ce qui concerne les espèces animales et végétales domestiquées qui ont pu subir des variations dans le temps.

Le recours à d'autres techniques d'analyses des matériaux organiques pourrait également apporter d'autres informations ou des précisions sur celles existantes. Nous pensons à des analyses préalables de la matière organique globale ( $^{13}\text{C}$ -RMN, CHN, Rock-Eval...), mais également aux analyses chromatographiques couplées à l'analyse isotopique (GC-C-IRMS) ou encore l'analyse de molécules plus lourdes comme les triglycérides par chromatographie gazeuse à haute température (HTGC et HTGCMS).

Dans une dernière partie, nous avons réalisé l'analyse des pratiques culinaires à partir des vestiges archéologiques dans trois contextes chronoculturels différents. Le niveau IV<sub>0</sub> de Pincevent (Seine-et-Marne) est une occupation de chasseurs-cueilleurs datée du Magdalénien. Il est interprété comme une habitation d'hiver. L'analyse des différents échantillons a permis de mettre en évidence l'utilisation de plusieurs modes de cuisson (rôti, grillé et bouilli). Nous avons pu constater dans les roches une prédominance de la viande et de la graisse de renne qui ont subi, d'après les altérations macroscopiques et le contenu lipidique, des cuissons de type grillé et bouilli avec des roches chauffantes. Certaines de ces roches ont révélé la présence de lipides végétaux indiquant une consommation de feuilles dont la nature exacte n'a pu être déterminée, mais qui en soit est une nouveauté. La matière organique contenue dans le foyer

témoigne du rôtissage de viande de cheval, mais il contient également des roches qui ont été utilisées pour bouillir et griller. De même, les différents amas ne semblent pas être spécialisés dans l'accumulation des déchets d'une seule technique de cuisson. La continuité de cette recherche devra être synchronique, liée à des problématiques basées sur la relation entre techniques, fonctionnalité et saisonnalité des sites, mais également diachronique cherchant à mettre en évidence la dynamique de l'utilisation des différentes techniques.

A Lillemer (Ille-et-Vilaine), occupation du Néolithique moyen, notre échelle d'analyse n'est plus celle d'une cellule familiale mais correspond à un groupe large peut être organisé en village. L'étude de chacun des foyers a révélé un mode de cuisson différent. Le foyer du sondage 2 situé dans la tourbière a révélé des traces évidentes de cuisson à une température importante indiquant la grillade ou le rôtissage, si le pieu trouvé aux abords du foyer fait partie d'un système de suspension (de type broche). Ce foyer a cuit des produits animaux que l'on a pu attribuer aux cervidés et/ou aux bovinés. Le foyer des Hauts, situé dans la butte a été facilement interprété comme ayant servi à la grillade sur roches chauffées de viande de cervidés. Enfin, les techniques employées avec le foyer du Haut Charles, sur le talus, sont moins évidentes mais peuvent être reliées à des méthodes employant plus des braises que des roches chauffées pour la cuisson de cervidés et/ou bovinés. L'analyse de ces foyers a été complétée par l'analyse de récipients céramiques qui ont contenu et cuit principalement des produits animaux. Ces produits proviennent comme pour les foyers, de cervidés et de bovinés et sont en accord avec les restes archéozoologiques qui ont été identifiés sur le site. De plus, la présence de produits animaux est une tendance générale dans le Néolithique ouest-européen, bien qu'à Lillemer on constate une forte proportion (voir la totalité) de produits d'animaux sauvages. De plus, nous avons également pu mettre en évidence la présence systématique dans les céramiques de produits végétaux correspondant à des graines et des feuilles. Dans certains cas, nous avons pu établir des tendances plus précises concernant l'origine végétale. Ainsi, des céréales, du chou, des rhizomes de polypodes et des feuilles d'ombellifères semblent avoir été contenus dans ces céramiques. Mais il est envisageable que d'autres produits furent préparés comme des produits laitiers, du poisson ou des boissons fermentées. Ces produits sont-ils simplement absents du site ou bien sont-ils liés à des zones non fouillées ?. De manière plus globale, il semble intéressant de poursuivre notre étude en cherchant à mettre en évidence la relation entre les pratiques culinaires et la fonction des zones étudiées.

Les sites de Champ Vallet (Colombier-Saugnieu, Rhône) et des Hauts de Feuilly (Saint-Priest, Rhône), occupations de l'Âge du Bronze sont caractérisés par la présence isolée de larges foyers en fosses remplies de roches chauffées. La structure F9 de Champ Vallet présentait un état d'abandon particulier correspondant à une dernière recharge de la structure qui ne fut pas employée. La structure portait néanmoins les traces de cuisson de type grillade sur pierres chauffantes de matières organiques interprétées comme des produits laitiers et correspondant à une utilisation préalable à son dernier aménagement. Les échantillons du site des Hauts de Feuilly se sont révélés difficiles à interpréter. Cependant, nous pouvons émettre comme hypothèse que la structure est une structure à vocation culinaire et est liée à l'utilisation d'une technique de cuisson de type grillade sur roches chauffantes. Cependant, il nous semble impossible de déterminer l'origine des aliments cuisinés au-delà de l'animal (par la présence de cholestérol dans les roches chauffées) bien que les acides gras courts tendent à se rapprocher des bovinés. La question de l'utilisation de ces structures découvertes souvent en batteries et isolées par rapport aux structures d'habitat n'est pas totalement résolue. Cependant, elles semblent liées à la cuisson de la viande ou du moins de produits d'origine animale bien que la cuisson d'aliments végétaux ne puisse être exclue. Les volumes d'aliments qui peuvent potentiellement être cuisinés dans ces structures sont bien supérieurs à ceux d'une simple famille. De plus, les dimensions de ces structures correspondent à des zones d'activités extensives tel que définies par Binford. Il semble raisonnable alors de penser que ces structures répondent à une utilisation à l'échelle du groupe et la présence de molécules dérivées de l'encens dans celles du Closeau met en avant leur caractère non domestique si ce n'est rituel.

Ainsi il est possible d'observer l'occurrence de la technique de cuisson de griller à pierres chauffées dans les trois contextes chronoculturels étudiés. Il est alors fortement probable que cette technique soit largement répandue à la Préhistoire et à la Protohistoire. De plus pour la Protohistoire, cette activité semble au moins liée à des zones d'activité extensive appartenant donc au groupe et non à une famille.

Avec ces différentes études archéologiques, nous avons pu mettre en évidence qu'il était possible d'identifier l'utilisation de certaines pratiques culinaires, notamment grâce à l'étude des résidus contenus dans les roches chauffées. De plus, nous avons mis en évidence la présence et parfois pu identifier plus précisément la matière organique végétale liée aux activités culinaires. Néanmoins, chaque objet (récipient ou roche chauffée) ou structures

(foyer) témoignent de leur propre microhistoire. C'est la première limite que nous pouvons observer. En effet, si nous pouvons désormais reconstituer au moins partiellement cette microhistoire (techniques utilisées, aliments préparés...), le passage à l'échelle de la société est encore difficile à établir. Comment distinguer le fait ponctuel du fait social ? Cette question renvoie directement à la représentation statistique de l'échantillonnage archéologique. Une analyse d'un foyer comprenant deux ou trois prélèvements de sédiments ainsi que quelques roches chauffées semble représenter assez fidèlement le foyer même si l'on constate des variations internes parfois très importante. Mais même si huit roches semblent présenter certaines tendances communes, il est difficile de dire qu'elles sont représentatives de plus de quatre milles roches prélevées, et il en est de même pour les tessons.

Dans une perspective futur, le recours à l'ethnoarchéologie pourrait être également une démarche complémentaire à l'expérimentation pour d'une part confronter l'acteur à l'objet d'étude, et d'autre part analyser des échantillons dont l'histoire est connue. Dans une même optique, l'analyse d'échantillons provenant de sites subactuels documenté ethnographiquement pourrait apporter des résultats similaires.

Poursuivre ce développement méthodologique doit être fait en parallèle à la continuité de la recherche sur les matériaux archéologiques. Nous avons vu qu'actuellement, nos résultats apportent déjà beaucoup d'informations principalement au niveau paléothnographique. En augmentant les études de cas, nous pourrions alors commencer à établir des modèles culturels concernant les pratiques culinaires dans les sociétés humaines et mettre en avant les permanences et les mutations de ces pratiques.

# **Bibliographie**

- Alfaia, C. M. M., V. S. S. Ribeiro, M. R. A. Lourenço, M. A. G. Quaresma, S. I. V. Martins, A. P. V. Portugal, C. M. G. A. Fontes, R. J. B. Bessa, M. L. F. Castro, & J. A. M. Prates  
2006 Fatty acid composition, conjugated linoleic acid isomers and cholesterol in beef from crossbred bullocks intensively produced and from Alentejana purebred bullocks reared according to Carnalentejana-PDO specifications. *Meat Science*, 72: 425–436.
- Ali, H. A. M., R. W. Mayes, B. L. Hector, & E. R. Orskov  
2005 Assessment of n-alkanes, long-chain fatty alcohols and long-chain fatty acids as diet composition markers: The concentrations of these compounds in rangeland species from Sudan. *Animal Feed Science and Technology*, 121 (3-4): 257-271.
- Ali, T., R. Coningham, J. Connan, I. Gething, P. Adam, D. Dessort, & C. Heron  
2006 Southern Asia's oldest incendiary missile? *Archaeometry*, 48 (4): 641-655.
- Allue, E., I. Pasto, & J. Vallverdu  
1998 Pyrotechnical evidences at Abric Romani, Middle Paleolithic site (Barcelona, Spain). *XIIIe congrès international de l'UISPP, Forli, Italie (8/14 septembre 1996)* Forli: A.B.A.C.O. Edizioni, pp. 355-362.
- Appavoo, D. M., S. Kubow, & H. V. Kuhnlein  
1991 Lipid composition of indigenous foods eaten by the Sahtú (Hareskin) Dene-Metis of the Northwest Territories. *Journal of Food Composition and Analysis*, 4: 107-119.
- Arai, Y., M. Yamaide, S. Yamazaki, & H. Ageta  
1991 Fern constituents: Triterpenoids isolated from *Polypodium vulgare*, *P. fauriei* and *P. virginianum*. *Phytochemistry*, 30 (10): 3369-3377.
- Audouze, F.  
1989 Foyers et structures de combustion domestique aux âges des métaux. in M. Olive & Y. Taborin (Éds.), *Nature et fonction des foyers préhistoriques. Actes du colloque international de Nemours (1987)* Mémoires du musée de préhistoire d'Ile de France (Vol. 2), Nemours: ed. APRAIF, pp. 327-334.
- Aveling, E. M., & C. Heron  
1999 Chewing tar in the early Holocene: an archaeological and ethnographic evaluation. *Antiquity*, 73: 579-584.
- Badiani, A., S. Stipa, F. Bitossi, P. P. Gatta, G. Vignola, & R. Chizzolini  
2002 Lipid composition, retention and oxidation in fresh and completely trimmed beef muscles as affected by common culinary practices. *Meat Science*, 60: 169–186.
- Balfet, H.  
1991a Des chaînes opératoires, pour quoi faire? in H. Balfet (Éd.), *Observer l'action technique : des chaînes opératoires, pour quoi faire?* Paris: Editions du CNRS, pp. 11-19.

- 1991b *Observer l'action technique : des chaînes opératoires, pour quoi faire?* Paris: Editions du CNRS.
- Balfet, H., & C. Pelras  
1983 Recherche d'une méthode d'analyse ethnologique de la cuisine. *Techniques & culture, 1*: 35-47.
- Banskalieva, V., T. Sahlu, & A. L. Goetsch  
2000 Fatty acid composition of goat muscles and fat depots: a review. *Small Ruminant Research, 37*: 255-268.
- Barnard, H., S. H. Ambrose, D. E. Beehr, M. D. Forster, R. E. Lanehart, M. E. Malainey, R. E. Parr, M. Rider, C. Solazzo, & R. M. Yohe II  
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.
- Barrau, J.  
1983 *Les hommes et leurs aliments : esquisse d'une histoire écologique et ethnologique de l'alimentation humaine*. Paris: Messidor/temps actuels, 384 pages.
- Bas, P., & P. Morand-Fehr  
2000 Effect of nutritional factors on fatty acid composition of lamb fat deposits. *Livestock Production Science, 64*: 61-79.
- Batchelor, D.  
1979 The use of quartz and quartzite as cooking stones. in G. Bosinski (Éd.), *Die Ausgrabungen in Gönnersdorf 1968-1976 und die Siedlungsbefunde der Grabung 1968* Wiesbaden: Franz Steiner, pp. 154-165.
- Baublits, R. T., A. H. B. Jr., F. W. Pohlman, D. C. Rule, Z. B. Johnson, D. O. Onks, C. M. Murrieta, C. J. Richards, H. D. Loveday, B. A. Sandelin, & R. B. Pugh  
2006 Fatty acid and sensory characteristics of beef from three biological types of cattle grazing cool-season forages supplemented with soyhulls. *Meat Science, 72*: 100-107.
- Beaglehole, E.  
1937 *Notes on Hopi economic life*. Yale University Publications in Anthropology Vol. 15. New Haven: Yale University Press, 88 pages.
- Belitz, H.-D., & W. Grosch  
1999 *Food chemistry*. (Traduit par P. Hesser, C. Sprinz, S. Jordan & M. Burghagen) (2nd<sup>e</sup> éd.). Berlin Heidelberg: Springer-Verlag, 992 pages.
- Berstan, R., S. N. Dudd, M. S. Copley, E. D. Morgan, A. Quayec, & R. P. Evershed  
2004 Characterisation of 'bog butter' using a combination of molecular and isotopic techniques. *The Analyst, 129*: 270-275.
- Bignon, O.  
2006 De l'exploitation des chevaux aux stratégies de subsistance des Magdaléniens du Bassin parisien. *Gallia Préhistoire, 48*: 181-206.

- Bignon, O., J. G. Enloe, & C. Bemilli  
 2006 Etude archéozoologique de l'unité T125 : originalité de la chasse des rennes et chevaux. in P. Bodu, M. Julien, B. Valentin & G. Debout (Éds.), *Un dernier hiver à Pincevent : Les Magdaléniens du niveau IV0 (Pincevent, La Grande-Paroisse, Seine-et-Marne)* Gallia Préhistoire (Vol. 48), Paris, pp. 18-35.
- Billodeaux, D. R., G. A. Benavides, N. H. Fischer, & F. R. Fronczek  
 1999 Taraxerol acetate at 100 K. *Acta Crystallographica Section C*, 55 (12): 2129-2131.
- Binder, D., G. Bourgeois, F. Benoist, & C. Vitry  
 1990 Identification de brai de bouleau (*Betula*) dans le Néolithique de Giribaldi (Nice, France) par spectrométrie de Masse. *Revue d'Archéométrie*, 14: 37-42.
- Binford, L.  
 1978 *Nunamiut ethnoarchaeology*. New York: Academic Press, 504 pages.  
 1983 *In pursuit of the past*. Vol. 256. London: Thames and Hudson.  
 1984 Butchering, Sharing, and the Archaeological Record. *Journal of Anthropological Archaeology*, 3: 235-257.
- Boccaro, M.  
 1995 La cuisine yucatèque. in M. Aufray & M. Perret (Éds.), *Cuisines d'Orient et d'ailleurs, traditions culinaires des peuples du monde* Grenoble: INALCO et Glénat, pp. 326-329.
- Bodu, P., M. Julien, B. Valentin, G. Debout, (eds.sc.), A. Averbouh, C. Bemilli, S. Beyries, O. Bignon, G. Dumarçay, J. G. Enloe, D. Joly, A. Lucquin, R. J. March, M. Orliac, & M. Vanhaeren  
 2006 Un dernier hiver à Pincevent : Les Magdaléniens du niveau IV0 (Pincevent, La Grande-Paroisse, Seine-et-Marne). *Gallia Préhistoire*, 48: 1-180.
- Bolus, M.  
 1990 The Internal Organization of two Magdalenian Structures from Andernach: Interpretations based on Conjoined Quartz Material. in E. Cziesla, S. Eickhoff, N. Arts & D. Winter (Éds.), *The Big Puzzle. International Symposium on Refitting Stone Artefacts. Symposium Monrepos (1987)* Studies in Modern Archaeology (Vol. 1), Bonn: Holos, pp. 331-337.
- Bosinski, G.  
 1979 *Die Ausgrabungen in Gönnersdorf 1968-1976 und die Siedlungsbefunde der Grabung 1968*. Wiesbaden: Franz Steiner, 220 pages.  
 1981 *Gönnersdorf - Eiszeitjäger am Mittelrhein*. Ausstellung des Landesmuseums Koblenz. Koblenz: Selbstverlag des Landesmuseums, 120 pages.
- Bouquin, T., L. Kuntz, P. Jacquet, & R. Sirven  
 2001 *Saint-Priest (Rhône), les Hauts de Feuilley, zone 1, les fosses de combustion du secteur J* (rapport d'étude provisoire). Lyon: AFAN.

- Bourgeois, G., & J.-C. Marquet  
 1992 Des traces de graisses animales sur le site néolithique final du Petit Paulmy à Abilly (Indre-et-Loire). *Bulletin de la Société préhistorique française*, 89 (2): 47-49.
- Bray, E. E., & E. D. Evans  
 1961 Distribution of n-paraffins as a clue to recognition of source beds. *Geochimica Cosmochimica Acta*, 22: 2-15.
- Brugal, J.-P., L. Meignen, & M. Patou-Mathis  
 1998 Conclusion. in J.-P. Brugal, L. Meignen & M. Patou-Mathis (Éds.), *Economie préhistorique : les comportements de subsistance au Paléolithique. Actes des Rencontres, 23-24-25 octobre 1997* Rencontres Internationales d'Archéologie et d'Histoire d'Antibes (Vol. XVIII), Sophia Antipolis: éditions APDCA, pp. 461-467.
- Buonasera, T.  
 2005 Fatty acid analysis of prehistoric burned rocks: a case study from central California. *Journal of Archaeological Science*, 32: 957-965.
- 2007 Investigating the presence of ancient absorbed organic residues in groundstone using GC-MS and other analytical techniques: a residue study of several prehistoric milling tools from central California. *Journal of Archaeological Science*, 34 (9): 1379-1390.
- Burgos, E.  
 1983 *Moi, Rigoberta Menchu : une vie et une voix, la révolution au Guatemala*. Témoins. Paris: Gallimard, 330 pages.
- Cabirol, N., M. T. Pommier, M. Gueux, & G. Payen  
 1998 Comparison of lipid composition in two types of human putrefactive liquid. *Forensic Science International*, 94: 47-54.
- Cañabate Guerrero, M. L., & A. Sánchez Vizcaíno  
 1997 Identificación de grasas y ésteres de ceras en recipientes arqueológicos. *Caesaraugusta*, 73: 319-325.
- Carbonell, E., & Z. Castro-Curel  
 1992 Palaeolithic wooden artefacts from the Abric Romani (Capellades, Barcelona, Spain). *Journal of Archaeological Science*, 19: 707-719.
- Carbonell, E., A. Cebrià, M. Aïmene, E. Allue, I. Caceres, I. Pasto, J. M. Prats, P. Saldí, J. Vallverdu, & M. Vaquero  
 1998 Occupational strategies in level I from Abric Romani Middle Paleolithic site (Barcelona, Spain). *XIIIe congrès international de l'UISPP, Forli, Italie (8/14 septembre 1996)* Forli: A.B.A.C.O. Edizioni, pp. 371-376.
- Carbonell, E., S. Giralt, & M. Vaquero  
 1994 Abric Romani (Capellades, Barcelone, Espagne) : une importante séquence anthropisée du pléistocène supérieur. *Bulletin de la Société préhistorique française*, 91 (1): 47-55.
- Carlier, I.

- 1992 Technique de cuisson dans un four enterré : la pachamanca des Andes du Pérou. *Techniques & culture*, 19: 47-71.
- Carriere, F., P. Chagvardieff, G. Gil, M. Pean, J. C. Sigoillot, & P. Tapie  
1990 Paraffinic hydrocarbons in heterotrophic, photomixotrophic and photoautotrophic cell suspensions of *Euphorbia characias* L. *Plant Science*, 71 (1): 93-98.
- Charters, S., R. P. Evershed, L. J. Goad, C. Heron, & P. Blinkhorn  
1993 Identification of an adhesive used to repair a roman jar. *Archaeometry*, 35: 91-101.
- Charters, S., R. P. Evershed, A. Quye, P. W. Blinkhorn, & V. Reeves  
1997 Simulation experiments for determining the use of ancient pottery vessels: the behaviour of epicuticular leaf wax during boiling of a leafy vegetable. *Journal of Archaeological Science*, 24: 1-7.
- Chen, B. H., & Y. C. Chen  
2001 Formation of polycyclic aromatic hydrocarbons in the smoke from heated model lipids and food lipids. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 49 (11): 5238-5243.
- Cifuni, G. F., F. Napolitano, A. M. Riviezzi, A. Braghieri, & A. Girolami  
2004 Fatty acid profile, cholesterol content and tenderness of meat from Podolian young bulls. *Meat Science*, 67: 289-297.
- Condamin, J., F. Formenti, O. Metais, M. Michel, & P. Blond  
1976 The application of gaz chromatography to the tracing of oil in ancient Amphorae. *Archaeometry*, 18 (2): 195-201.
- Connan, J., R. P. Evershed, L. Biek, & G. Eglinton  
1999 Use and trade of bitumen in Antiquity and Prehistory: Molecular archaeology reveals secrets of past civilizations [and discussion]. *Philosophical Transactions: Biological Sciences*, 354 (1379): 33-50.
- Connan, J., O. P. Nieuwenhuyse, A. V. As, & L. Jacobs  
2004 Bitumen in early ceramic art: bitumen painted ceramics from Late Neolithic Tell Sabi Abyad (Syria). *Archaeometry*, 46 (1): 115-124.
- Conte, E.  
1986 *Techniques de cuisson et de conservation de la nourriture aux Tuamotu, Polynésie française : goûts culinaires et procédés techniques, enquête réalisée en 1984*. Punaauia: Département archéologie, Centre polynésien des sciences humaines, Te anavaharau.
- Cooper, E., & E. E. Bray  
1963 A postulated role of fatty acids in petroleum formation. *Geochimica Cosmochimica Acta*, 27: 1113-1127.
- Copley, M. S., R. Berstan, S. N. Dudd, G. Docherty, A. J. Mukherjee, V. Straker, S. Payne, & R. P. Evershed

- 2003 Direct chemical evidence for widespread dairying in prehistoric Britain. *PNAS*, *100* (4): 1524-1529.
- Copley, M. S., R. Berstan, S. N. Dudd, V. Straker, S. Payne, & R. P. Evershed  
2005a Dairying in antiquity. I. Evidence from absorbed lipid residues dating to the British Iron Age. *Journal of Archaeological Science*, *32*: 485-503.
- Copley, M. S., R. Berstan, A. J. Mukherjee, S. N. Dudd, V. Straker, S. Payne, & R. P. Evershed  
2005b Dairying in antiquity. III. Evidence from absorbed lipid residues dating to the British Neolithic. *Journal of Archaeological Science*, *32*: 523-546.
- Copley, M. S., R. Berstan, V. Straker, S. Payne, & R. P. Evershed  
2005c Dairying in antiquity. II. Evidence from absorbed lipid residues dating to the British Bronze Age. *Journal of Archaeological Science*, *32*: 505-521.
- Copley, M. S., S. Jim, V. Jones, P. Rose, A. Clapham, D. N. Edwards, M. Horton, P. Rowley-Conwy, & R. P. Evershed  
2004 Short- and long-term foraging and foddering strategies of domesticated animals from Qasr Ibrim, Egypt. *Journal of Archaeological Science*, *31*: 1273-1286.
- Couplan, F.  
1989 *La cuisine sauvage: Comment accommoder mille plantes oubliées*. Encyclopédie des Plantes Comestibles de l'Europe Vol. 2: Equilibres d'aujourd'hui, 512 pages.
- Cousin, F., & S. Monzon (Éds.)  
1992 *Cuisines du monde. Gestes et recettes*. Paris.
- Craig, O. E.  
2002 The development of dairying in Europe: potential evidence from food residues on ceramics. *Documenta Praehistorica*, *XXIX*: 97-107.
- Craig, O. E., G. D. Love, S. Isaksson, G. Taylor, & C. E. Snape  
2004 Stable carbon isotopic characterisation of free and bound lipid constituents of archaeological ceramic vessels released by solvent extraction, alkaline hydrolysis and catalytic hydrolysis. *Journal of Analytical and Applied Pyrolysis*, *71*: 613-634.
- Craig, O. E., G. Taylor, J. Mulville, M. J. Collins, & M. P. Pearson  
2005 The identification of prehistoric dairying activities in the Western Isles of Scotland: an integrated biomolecular approach. *Journal of Archaeological Science*, *32*: 91-103.
- Crawford, M. A., M. M. Gale, M. H. Woodford, & N. M. Casped  
1970 Comparative studies on fatty acid composition of wild and domestic meats. *International Journal of Biochemistry*, *1* (3): 295-305.
- Cunha, A. C., & M. Fernandes-Ferreira  
2001 Ontogenic variations in *n*-alkanes during somatic embryogenesis of flax (*Linum usitatissimum* L.). *Plant Science*, *160*: 1137-1143.

- Dalle Zotte, A.  
2002 Perception of rabbit meat quality and major factors influencing the rabbit carcass and meat quality. *Livestock Production Science*, 75: 11-32.
- David, F., & M. Orliac  
1994 Pincevent. in Y. Taborin (Éd.), *Environnements et habitats magdaléniens dans le centre du Bassin parisien* D.A.F. (Vol. 43), Paris: éd. de la Maison des sciences de l'homme, pp. 154-167.
- Deliège, R.  
2004 Pourquoi lire Lévi-Strauss aujourd'hui ? : Quelques réflexions à l'usage des jeunes étudiants<sup>1</sup>. *Anthropologie et Sociétés*, 28 (1): 145-155.
- Delluc, G., B. Delluc, & M. Roques  
1995 *La nutrition préhistorique*. Périgueux: Pilote 24, 224 pages.
- Dembitsky, V. M., P. Goldshlag, & M. Srebnik  
2002 Occurrence of dicarboxylic (dioic) acids in some Mediterranean nuts. *Food Chemistry*, 76: 469-473.
- Den Dooren De Jong, L. E.  
1961 On the formation of adipocere from fats. *Antonie van Leeuwenhoek Journal of Microbiology and Serology*, 27 (1): 337-361.
- Denell, R. W.  
1979 Prehistoric diet and nutrition: some food for thought. *World Archaeology*, II (2): 121-135.
- Desrosiers, S.  
1991 Sur le concept de chaîne opératoire. in H. Balfet (Éd.), *Observer l'action technique : des chaînes opératoires, pour quoi faire?* Paris: Editions du CNRS, pp.
- Dittmann, A.  
1990 *Das Kochen mit Steinen. Ein Beitrag zur Entwicklungsgeschichte der Nahrungszubereitung*. Marburger Studien zur Völkerkunde Vol. 7. Berlin: Reimer, Dietrich, 307 pages.
- Dournes, J.  
1969 Modèle structural et réalité ethnographique (A propos du « Triangle culinaire »). *L'Homme*, 9 (1): 42 - 48.
- Driver, H. E., & W. C. Massey  
1957 Comparative studies of north american indians. *Transactions of the American Philosophical Society*, 47 (part 2): 165-456.
- Dudd, S. N., R. P. Evershed, & A. M. Gibson  
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: 1473-1482.
- Dudd, S. N., M. Regert, & R. P. Evershed

- 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.
- Dumarçay, G., D. Joly, A. Lucquin, & R. J. March  
2005 *Les structures de combustion de l'habitat néolithique du « Clos des Gués », Pezou (Loir-et-Cher)*. rapport d'étude scientifique - expérimentale.
- Eerkens, J. W.  
2001 *The origins of pottery among late prehistoric hunter-gatherers in California and the Western Great Basin*. dissertation. Ph.D., University of California, Santa Barbara.  
2002 The preservation and identification of piñon resins in pottery from the Western Great Basin. *Archaeometry*, 44 (1): 95-105.  
2005 GC-MS analysis and fatty acid ratios of archaeological potsherd from the Western Great Basin of North America. *Archaeometry*, 47 (1): 83-102.
- Elias Calles, J. A., C. T. Gaskins, J. R. Busboom, S. K. Duckett, J. D. Cronrath, & J. J. Reeves  
2000 Sire variation in fatty acid composition of crossbred Wagyu steers and heifers. *Meat Science*, 56: 23-29.
- Enser, M., K. Hallett, B. Hewett, G. A. J. Fursey, & J. D. Wood  
1996 Fatty acid content and composition of English beef, lamb and pork at retail. *Meat Science*, 44: 443-458.
- Enser, M., K. G. Hallett, B. Hewett, G. A. J. Fursey, J. D. Wood, & G. Harrington  
1998 The polyunsaturated fatty acid composition of beef and lamb liver. *Meat Science*, 49: 321-327.
- Enser, M., R. I. Richardson, J. D. Wood, B. P. Gill, & P. R. Sheard  
2000 Feeding linseed to increase the n-3 PUFA of pork: fatty acid composition of muscle, adipose tissue, liver and sausages. *Meat Science*, 55: 201-212.
- Evershed, R. P.  
1991 Bog body lipid taphonomy. in P. Budd, B. Chapman, C. Jackson, R. Janaway & B. Ottaway (Éds.), *Archaeological Sciences 1989: Proceedings of a conference on Archaeological Sciences Oxbow Monograph* (Vol. 9): Oxbow Publications, pp. 352-361.  
1992 Chemical composition of a bog body adipocere. *Archaeometry*, 34 (2): 253-265.  
1993 Biomolecular archaeology and lipids. *World Archaeology*, 25 (1): 74-93.
- Evershed, R. P., P. H. Bethell, P. J. Reynolds, & N. J. Walsh  
1997a 5 $\beta$ -stigmastanol and related 5 $\beta$ -stanols as biomarkers of manuring: analysis of modern experimental material and assessment of the archaeological potential. *Journal of Archaeological Science*, 24: 485-495.

- Evershed, R. P., & R. C. Connolly  
1994 Post-mortem transformations of sterols in bog body tissues. *Journal of Archaeological Science*, 21 (5): 577-583.
- Evershed, R. P., S. N. Dudd, V. R. Anderson-Stojanovic, & E. R. Gebhard  
2003 New chemical evidence for the use of combed ware pottery vessels as beehives in ancient Greece. *Journal of Archaeological Science*, 30: 1-12.
- Evershed, R. P., S. N. Dudd, S. Charters, H. Mottram, A. W. Stott, A. Raven, P. F. v. Bergen, H. A. Bland, M. Jones, & J. Bada  
1999 Lipids as carriers of anthropogenic signals from Prehistory [and discussion]. *Philosophical Transactions: Biological Sciences*, 354 (1379): 19-31.
- Evershed, R. P., S. N. Dudd, M. S. Copley, R. Berstan, A. W. Stott, H. R. Mottram, S. A. Buckley, & Z. Crossman  
2002a Chemistry of archaeological animal fats. *Accounts of Chemical Research*, 35 (8): 660-668.
- Evershed, R. P., S. N. Dudd, M. S. Copley, & A. Mutherjee  
2002b Identification of animal fats via compound specific d13C values of individual fatty acids: assessments of results for reference fats and lipid extracts of archaeological pottery vessels. *Documenta Praehistorica*, XXIX: 73-96.
- Evershed, R. P., C. Heron, S. Charters, & L. J. Goad  
1992 The survival of food residues: new methods of analysis, interpretation and application. in A. M. Pollard (Éd.), *New developments in archaeological science* Proceedings of the british academy (Vol. 77): Oxford University Press, pp. 187-208.
- Evershed, R. P., C. Heron, & L. J. Goad  
1991 Epicuticular wax components preserved in potsherds as chemical indicators of soft tissue vegetables in ancient diet. *Antiquity*, 65: 540-544.
- Evershed, R. P., H. R. Mottram, S. N. Dudd, S. Charters, A. W. Stott, G. J. Lawrence, A. M. Gibson, A. Conner, P. W. Blinkhorn, & V. Reeves  
1997b New criteria for the identification of animal fats preserved in archaeological pottery. *Naturwissenschaften*, 84: 402-406.
- Evershed, R. P., A. W. Stott, A. Raven, S. N. Dudd, S. Charters, & A. Leyden  
1995 Formation of long-chain ketones in ancient pottery vessels by pyrolysis of acyl lipids. *Tetrahedron Letters*, 36 (48): 8875-8878.
- Ferreri, J. C., & R. J. March  
1996 Using numerical models to analyze archaeological simple fires structures. in O. Bar-Yosef, L. L. Cavalli-Sforza, R. J. March & M. Piperno (Éds.), *The lower and middle Palaeolithic. Colloquium IX :The study of human behaviour relation to fire in archeology : new data and methodologies for Understanding prehistoric fire structures, XIIIe congrès international de l'UISPP, Forli, Italie (8/14 septembre 1996)* Forli: A.B.A.C.O. Edizioni, pp. 57-63.
- Fiedel, S. J.

- 1996 Blood from stones? Some methodological and interpretive problems in blood residue analysis. *Journal of Archaeological Science* 23: 139-147.
- Fiedler, S., & M. Graw  
2003 Decomposition of buried corpses, with special reference to the formation of adipocere. *Naturwissenschaften*, 90: 291-300.
- Fine, P. M., G. R. Cass, & B. R. T. Simoneit  
2001 Chemical characterization of fine particle emissions from fireplace combustion of woods grown in the northeastern United States. *Environmental Science & Technology*, 35 (13): 2665-2675.  
2002 Chemical characterization of fine particle emissions from the fireplace combustion of woods grown in the Southern United States. *Environmental Science & Technology*, 36 (7): 1142-1451.
- Forbes, S. L., B. B. Dent, & B. H. Stuart  
2005a The effect of soil type on adipocere formation. *Forensic Science International*, 154: 35-43.
- Forbes, S. L., B. H. Stuart, & B. B. Dent  
2002 The identification of adipocere in grave soils. *Forensic Science International*, 127: 225-230.  
2005b The effect of the burial environment on adipocere formation. *Forensic Science International*, 154: 24-34.  
2005c The effect of the method of burial on adipocere formation. *Forensic Science International*, 154: 44-52.
- Frazer, J. G.  
1967 *Mythes sur l'origine du feu.*(Traduit par M. Drucker) Petite bibliothèque Payot Vol. 142. Paris Payot, 245 pages. (Oeuvre originale publiée en 1931).
- Fry, G. F.  
1985 Analysis of fecal material. in R. I. Gilbert, Jr. & J. Mielke (Éds.), *The analysis of prehistoric diets* Studies in Archaeology Orlando: Academic Press, pp. 127-154.
- García-Olmo, J., E. D. Pedro, A. Garrido, A. Paredes, C. Sanabria, M. Santolalla, J. Salas, J. R. García-Hierro, I. Gonzalez, M. D. García-Cachang, & J. Guirao  
2002 Determination of the precision of the fatty acid analysis of Iberian pig fat by gas chromatography. Results of a mini collaborative study. *Meat Science*, 60: 103–109.
- Gascó, J.  
1985 *Les installations du quotidien. Structures domestiques en Languedoc du Mésoolithique à l'âge du bronze, d'après les études des abris de Font-Juvenal et du Roc de Dourgne.* Documents d'Archéologie Française Vol. 1. Paris: Maison des Sciences de l'Homme, 140 pages.

- 2003a Le Rasoir d'Occam. in M.-C. Frère-Sautot (Éd.), *Le feu domestique et ses structures au néolithique et aux âges des métaux (Actes du colloque Bourg-en-bresse 7 octobre 2000 Beaune 8 Octobre 2000)* Préhistoires (Vol. 9), Montagnac: Ed. Monique Mergoil, pp. 105-108.
- 2003b Structures de combustion et préparation des végétaux de la Préhistoire récente et de la Protohistoire en France méditerranéenne. in M.-C. Frère-Sautot (Éd.), *Le feu domestique et ses structures au néolithique et aux âges des métaux (Actes du colloque Bourg-en-bresse 7 octobre 2000 Beaune 8 Octobre 2000)* (Vol. 9), Montagnac: Ed. Monique Mergoil, pp. 277-290.
- Gast, M.  
1968 *Alimentation des populations de l'Ahaggar, étude ethnographique*. Mémoire du CRAPE Vol. VIII. Paris: Arts et Métiers Graphiques, 457 pages.
- Geneste, J. M., & H. Plisson  
1986 Le solutréen de la grotte de Combe Saunière 1 (Dordogne), première approche paléolithologique. *Gallia préhistoire*, 29 (1): 9-27.  
  
1989 Analyse technologique des pointes à cran solutréennes du Placard (Charente), du fourneau du diable, du pech de la Boissière et de Combe Saunière (Dordogne). *Paleo*, 1: 65-106.
- Goody, J.  
1984 *Cuisines, cuisine et classes*.(Traduit par J. Bouniort) Alors. Paris, 405 pages.
- Goulas, C., G. Zervas, & G. Papadopoulos  
2003 Effect of dietary animal fat and methionine on dairy ewes milk yield and milk composition. *Animal Feed Science and Technology*, 105: 43–54.
- Grela, E. R., & K. D. Günter  
1995 Fatty acid composition and tocopherol content of some legume seeds. *Animal Feed Science and Technology*, 52: 325-331.
- Grieve, M.  
1971 *A Modern Herbal. The Medicinal, Culinary, Cosmetic and Economic Properties, Cultivation and Folk-Lore of Herbs, Grasses, Fungi, Shrubs & Trees with their Modern Scientific Uses*. Vol. 2. New York: Dover Publications, Inc. (Oeuvre originale publiée en 1931).
- Griffiths, D. W., G. W. Robertson, T. Shepherd, A. N. E. Birch, S. C. Gordon, & J. A. T. Woodford  
2000 A comparison of the composition of epicuticular wax from red raspberry (*Rubus idaeus* L.) and hawthorn (*Crataegus monogyna* Jacq.) flowers. *Phytochemistry*, 55: 111-116.
- Gülaçar, F. O., A. Buchs, & A. Susini  
1989 Capillary gas chromatography-mass spectrometry and identification of substituted carboxylic acids in lipids extracted from a 4000-year-old nubian burial. *Journal of Chromatography A*, 479: 61-72.

- Gülacar, F. O., A. Susini, & M. Klohn  
1990 Preservation and post-mortem transformations of lipids in samples from a 4000-year-old nubian mummy. *Journal of Archaeological Science*, 17 (6): 691-705.
- Gunstone, F. D., J. L. Harwood, & F. B. Padley  
1995 *The lipid handbook*. London  
New York: Chapman and Hall. (Oeuvre originale publiée en 1986).
- Gutiérrez, A., & J. C. Del Río  
2003 Lipids from flax fibers and their fate in alkaline pulping. *Journal of agricultural and food chemistry*, 51 (17): 4965-4971.
- Haenlein, G. F. W.  
2004 Goat milk in human nutrition. *Small Ruminant Research*, 51 (2): 155-163.
- Hanson, S. W., M. Crawford, M. E. S. Koker, & F. A. Menezes  
1976 Cymbopogonol, a new triterpenoid from *Cymbopogon citratus*. *Phytochemistry*, 15 (6): 1074-1075.
- He, L.-Y., M. Hu, Xiao-FengHuang, B.-D. Yuc, Y.-H. Zhang, & D.-Q. Liu  
2004 Measurement of emissions of fine particulate organic matter from Chinese cooking. *Atmospheric Environment*, 38: 6557-6564.
- Heron, C., H. M. Aveling, C. Challinor, B. Derham, R. J. Stacey, & B. Stern  
1999 Chromatography in archaeology. *Chromatography and separation technology*, 5: 4-8.
- Heron, C., & R. P. Evershed  
1993 The analysis of organic residues and the study of pottery use. in M. Schiffer (Éd.), *Archaeological Method and Theory* (Vol. 5), Arizona: University of Arizona Press, pp. 247-284.
- Heron, C., R. P. Evershed, L. J. Goad, & V. Denham  
1991 New approaches to the analysis of organic residues from archaeological ceramics. in P. Budd, B. Chapman, C. Jackson, R. Janaway & B. Ottaway (Éds.), *Archaeological Sciences 1989: Proceedings of a Conference on Archaeological Sciences* Oxbow Monograph (Vol. 9), Oxford: Oxbow Publications, pp. 332-339.
- Hilditch, T. P., & P. N. Williams  
1964 *The chemical constitution of natural fats*. London: Chapman-Hall, 259 pages.
- Hita, C., E. Parlanti, P. Jambu, J. Joffre, & A. Amblès  
1996 Triglyceride degradation in soil. *Organic Geochemistry*, 25 (1-2): 19-28.
- Hodder, M., & L. Barfield  
2003 Bronze Age burnt mounds in Britain and Ireland : Interpretation and reconstruction as sweat baths. in M.-C. Frère-Sautot (Éd.), *Le feu domestique et ses structures au néolithique et aux âges des métaux (Actes du colloque Bourg-en-bresse 7 octobre 2000 Beaune 8 Octobre 2000)* Préhistoires (Vol. 9), Montagnac: Ed. Monique Mergoil, pp. 59-65.

Houpert, R., & F. Homand-Etienne

1988 Données récentes sur le comportement des roches en fonction de la température. in P. Berest & P. Weber (Éds.), *La thermomécanique des roches* Manuels et méthodes (Vol. 16), Orléans: BRGM, pp. 304-312.

Hubbard, A. W., & W. D. Pocklington

1968 Distribution of fatty acids in lipids as an aid to the identification of animal tissues. I. - Bovine, porcine, ovine and some avian species. *Journal of the Science of Food and Agriculture*, 19 (10): 571-577.

Inizan, M.-L., M. Reduron-Ballinger, H. Roche, & J. Tixier

1995 *Technologie de la pierre taillée (suivi par un vocabulaire multilingue allemand, anglais, arabe, espagnol, français, grec, italien, portugais)*. Préhistoire de la pierre taillée Vol. 4. Meudon: CREP, 199 pages.

Isachenko, V., V. Osipova, & A. Sukomel

1973 *Transmision del calor*. Barcelona: Boixareu, 566 pages.

Jacky, M., J. Peredi, & L. Palos

1964 Untersuchungen eines aus romischen Zeiten stammenden Fettproduktes. *Fette, Seifen, Anstrichmittel*, 66: 1012-1017.

Jacquet, P., T. Bouquin, O. Franc, L. Kuntz, & R. Sirven

2001a *Saint-Priest (Rhône), les Hauts de Feuilly - zone 1 (site n°69290049)* (Document final de synthèse d'opération de fouille d'archéologie préventive). Lyon: SRA Rhône-Alpes.

Jacquet, P., T. Bouquin, L. Kuntz, & R. Sirven

2001b *Colombier-Saugnieu (Rhône). Champ Vallet (site 69 299 27)*. Document final de synthèse de fouille archéologique préventive. Lyon: SRA Rhône-Alpes.

2003 Fouille de fosses de combustion protohistoriques à Saint-Priest (Rhône, France). in M.-C. Frère-Sautot (Éd.), *Le feu domestique et ses structures au néolithique et aux âges des métaux (Actes du colloque Bourg-en-bresse 7 octobre 2000 Beaune 8 Octobre 2000)* (Vol. 9), Montagnac: Ed. Monique Mergoïl, pp. 291-297.

Jandal, J. M.

1996 Comparative aspects of goat and sheep milk. *Small Ruminant Research*, 22 (2): 177-185.

Julien, M.

1972 Témoins relatifs au feu. in A. Leroi-Gourhan & M. Brézillon (Éds.), *Fouilles de Pincevent : essai d'analyse ethnographique d'un habitat magdalénien (la section 36)* VII<sup>e</sup> supplément à Gallia-Préhistoire Paris: CNRS, pp. 279-294.

1973 Remontages et mesures de durée d'utilisation des foyers. in A. Leroi-Gourhan (Éd.), *Séminaire sur les structures d'habitat : témoins de combustion* Paris: Collège de France/LA 275, pp. 29-31.

- 1984 L'usage du feu à Pincevent (Seine-et-Marne, France). *in* H. Berke, J. Hahn & C. J. Kind (Éds.), *Structures d'habitat du Paléolithique supérieur en Europe, Actes du colloque de Reisenburg/Günzburg, 8-14 mai 1983* Tübingen: Institute für Urgeschichte, pp. 161-168.
- 1985 Un mode de cuisson avec des pierres chauffées, « La Pachamanca » et son parallèle préhistorique à Telarmachay (Andes centrales du Pérou). *Société d'études et de recherches préhistoriques les Eyzies, Travaux de 1984*, 34: 45-52.
- 1987 La cuisson. *Catalogue de l'exposition : le feu apprivoisé* Nemours: Musée de Préhistoire d'Ile-de-France, pp. 31-41.
- 2006 L'organisation générale du territoire domestique de l'unité T125. *in* P. Bodu, M. Julien, B. Valentin & G. Debout (Éds.), *Un dernier hiver à Pincevent : Les Magdaléniens du niveau IV0 (Pincevent, La Grande-Paroisse, Seine-et-Marne)* (Vol. 48), Paris, pp. 135-139.
- Julien, M., & C. Karlin  
2002 Un habitat saisonnier de plein air au Tardiglaciaire. L'exemple du campement de Pincevent (Seine-et-Marne). *in* J.-C. Miskovsky (Éd.), *Géologie de la Préhistoire, méthodes, techniques et applications* Paris: éd. de l'Association pour l'étude de l'environnement géologique de la Préhistoire, pp. 1399-1413.
- Julien, M., C. Karlin, & P. Bodu  
1987 Pincevent : où en est le modèle théorique aujourd'hui. *Bulletin de la Société préhistorique française*, 84 (10/12): 335-342.
- Julien, M., & J.-L. Rieu (Éds.)  
1999 *Occupations du Paléolithique supérieur dans le sud-est du Bassin parisien* (Vol. 78). Paris: éd. de la Maison des sciences de l'Homme.
- Julien, M., & B. Valentin  
1988-89 Les techniques de cuisson au Paléolithique. "Du lard ou du cochon", *approches archéologiques et ethnologiques de l'histoire de l'alimentation, actes des séminaires publics d'archéologie* Besançon: CRA, pp. 67-73.
- Juneja, V. K., & H. M. Marks  
2005 Heat resistance kinetics variation among various isolates of *Escherichia coli*. *Innovative Food Science and Emerging Technologies*, 6: 155-161.
- Kagawa, M., K. Matsubara, K. Kimura, H. Shiono, & Y. Fukui  
1996 Species identification by the positional analysis of fatty acid composition in triacylglyceride of adipose and bone tissues. *Forensic Science International*, 79: 215-226.
- Kaijser, A., P. Dutta, & G. Savage  
2000 Oxidative stability and lipid composition of macadamia nuts grown in New Zealand. *Food Chemistry*, 71: 67-70.
- Karlin, C., P. Bodu, & J. Pelegrin

- 1991 Processus techniques et chaînes opératoires. Comment les préhistoriens s'approprient un concept élaboré par les ethnologues. in H. Balfet (Éd.), *Observer l'action technique : des chaînes opératoires, pour quoi faire?* Paris: Editions du CNRS, pp.
- Kavena, J. T.  
1980 *Hopi cookery*. Tucson: University of Arizona Press, 115 pages.
- Keene, A. S.  
1985 Nutrition and economy: model for the study of prehistoric diet. in R. I. Gilbert, Jr. & J. Mielke (Éds.), *The analysis of prehistoric diets* Studies in Archaeology Orlando: Academic Press, pp. 155-190.
- Kennard, E. A.  
1979 Hopi economy and subsistence. in A. Ortiz (Éd.), *Handbook of North American Indians* (Vol. 9, Southwest), Washington: Smithsonian Institution, pp. 554-563.
- Kimpe, K., C. Drybooms, E. Schrevens, P. A. Jacobs, R. Degeest, & M. Waelkens  
2004 Assessing the relationship between form and use of different kinds of pottery from the archaeological site Sagalassos (southwest Turkey) with lipid analysis. *Journal of Archaeological Science*, 31: 1503-1510.
- Kimpe, K., P. A. Jacobs, & M. Waelkens  
2002 Mass spectrometric methods prove the use of beeswax and ruminant fat in late Roman cooking pots. *Journal of Chromatography A*, 968: 151-160.
- Koller, J., U. Baumer, & D. Mania  
2001 High-tech in the Middle Palaeolithic: Neandertal-manufactured pitch identified. *European Journal of Archaeology*, 4 (3): 385-397.
- Kuksis, A.  
1972 Newer developments in determination of structure of glycerides and phosphoglycerides. in R. T. Holman (Éd.), *Progress in the chemistry of fats and other lipids* Oxford: Pergamon Press, pp. 125-140.
- Lalman, J.  
2000 *Anaerobic degradation of linoleic (C<sub>18:2</sub>), oleic (C<sub>18:1</sub>) and stearic (C<sub>18:0</sub>) acids and their inhibitory effects on acidogens, acetogens and methanogens*. Ph.D, University of Toronto, Toronto.
- Lalman, J. A., & D. M. Bagley  
2000 Anaerobic degradation and inhibitory effects of linoleic acid. *Water Research*, 34 (17): 4220-4228.  
2001 Anaerobic degradation and methanogenic inhibitory effects of oleic and stearic acids. *Water Research*, 35 (12): 2975-2983.
- Laporte, L., V. Bernard, C. Bizien-Jaglin, S. Blanchet, M.-F. Dietsch-Sellami, V. Guitton, J.-N. Guyodo, G. Hamon, P. Madioux, S. Naar, F. Nicollin, A. Noslier, C. Oberlin, & L. Quesnel

- 2003a Aménagements du néolithique moyen dans le Marais de Dol, au pied de la butte de Lillemer (Ille-et-Vilaine) : Les apports d'un programme de prospection thématique. *Revue archéologique de l'Ouest* 20: 127-153.
- Laporte, L., V. Bernard, C. Bizien-Jaglin, M.-F. Dietch, J.-N. Guyodo, G. Hamon, Q. Lemoulin, A. Luquin, A. Noslier, & L. Quesnel  
2003b *Lillemer (Ille-et-Vilaine), Rapport intermédiaire 2003* (Rapport de fouille programmée et de prospection thématique 2003-2005).
- Laporte, L., C. Bizien-Jaglin, J.-N. Guyodo, G. Hamon, F. Bertin, L. Quesnel, R. J. March, & A. Lucquin  
2005 *Lillemer (Ille-et-Vilaine), rapport 2005 et synthèse 2003-2005*.
- Leesch, D.  
1997 *Hauterive-Champréveyres, 10. Un campement magdalénien au bord du lac de Neuchâtel: cadre chronologique et culturel, mobilier et structure, analyse spatiale (secteur 1)*. Archéologie neuchâteloise Vol. 19. Neuchâtel: Musée cantonal d'archéologie (Archéologie neuchâteloise), 272 pages.
- Legrand, J.  
1995 La cuisine mongole. in M. Aufray & M. Perret (Éds.), *Cuisines d'Orient et d'ailleurs, traditions culinaires des peuples du monde* Grenoble: INALCO et Glénat, pp. 118-127.
- Lemonnier, P.  
1983 L'étude des systèmes techniques, une urgence en technologie culturelle. *Techniques & culture, 1*: 11-26.
- Lenoble, P., M.-C. Nierlé, & P. Pétrequin  
1986 Pierres chauffées, témoins de combustion ? in P. Pétrequin (Éd.), *Les sites littoraux néolithiques de Clairvaux-les-Lacs (Jura), I, Problématique générale, l'exemple de la station III* Paris: Editions de la Maison des Sciences de l'Homme, pp. 295-306.
- Leone, M. P., & A. M. Palkovich  
1985 Ethnographic inference and analogy in analyzing prehistoric diets. in R. I. Gilbert, Jr. & J. Mielke (Éds.), *The analysis of prehistoric diets* Studies in Archaeology Orlando: Academic Press, pp. 423-431.
- Leroi-Gourhan, A.  
1964 *Technique et Langage*. Le Geste et la Parole Vol. 1. Paris: Albin Michel.  
1971 *L'homme et la matière*. Paris: Albin Michel.  
1973a *Milieu et technique*. Paris: Albin Michel.  
1973b *Séminaire sur les structures d'habitat : témoins de combustion*. Paris: Collège de France/LA 275.
- Leroi-Gourhan, A., & M. Brézillon

- 1966 L'habitation magdalénienne n°1 de Pincevent, près de Montereau (Seine-et-Marne). *Gallia Préhistoire*, 9 (2): 263-371.
- 1972 *Fouilles de Pincevent : essai d'analyse ethnographique d'un habitat magdalénien (la section 36)*. Paris: CNRS.
- Lévi-Strauss, C.  
 1965 Le triangle culinaire. *L'Arc*, 26: 19-29.
- 1968 *L'origine des manières de table*. Mythologiques Vol. III. Paris: Plon.
- Lieberherr, R.  
 2006 *Le feu domestiqué. Usages et pratiques dans l'architecture mondiale*. Établissements Humains et Environnement Socio-culturel Vol. 54. Paris: UNESCO, 156 pages.
- Loveland, P. M., & M. L. Laver  
 1972 Monocarboxylic and dicarboxylic acids from *Pseudotsuga Menziesii* Bark. *Phytochemistry*, 11: 430-432.
- Lowell, J. C.  
 1999 The fires of Grasshopper: Enlightening transformations in subsistence practices through fire-feature analysis. *Journal of Anthropological Archaeology*, 18: 441-470.
- Lowie, R. H.  
 1936 *Manuel d'anthropologie culturelle*. Paris: Payot, 390 pages.
- 1941 A note on the northern Gê tribes of Brazil. *American Anthropologist*, 43 (2): 188-186.
- Loy, T. H.  
 1994 Residues analysis of artifacts and burned rock from Mustang Branch and Barton sites (41HY209 and 41HY202). in R. A. Ricklis & M. B. Collins (Éds.), *Archaic and late prehistoric human ecology in Middle Onion Creek Valley, Hays County, Texas* Studies in Archeology 19 (Vol. 2: Topical Studies), Austin: Texas Archeological Research Laboratory, pp. 607-627.
- Lucquin, A.  
 2000 *Les techniques de cuisson préhistoriques : approche méthodologique par l'expérimentation via l'exemple du bouilli par pierres chauffées*. Mémoire de Maîtrise, Université de Paris I, Paris.
- Lucquin, A., & R. J. March  
 2003 Les méthodes de cuisson pré et proto historiques : le cas du bouilli. in M.-C. Frère-Sautot (Éd.), *Le feu domestique et ses structures au néolithique et aux âges des métaux (Actes du colloque Bourg-en-bresse 7 octobre 2000 Beaune 8 Octobre 2000)* Préhistoires (Vol. 9), Montagnac: Ed. Monique Mergoïl, pp. 127-143.
- Lucquin, A., R. J. March, & S. Cassen

- 2007 Analysis of adhering organic residues of two ‘‘coupes-a`-socles’’ from the Neolithic funerary site ‘‘La Hougue Bie’’ in Jersey: evidences of birch bark tar utilisation. *Journal of Archaeological Science*, 34: 704-710.
- Maffei, M.  
 1996a Chemotaxonomic significance of leaf wax alkanes in the gramineae. *Biochemical Systematics and Ecology*, 24 (1): 53-64.  
 1996b Chemotaxonomic significance of leaf wax n-alkanes in the Umbelliferae, Cruciferae and Leguminosae (Subf. Papilionoideae). *Biochemical Systematics and Ecology*, 24 (6): 531-545.
- Malainey, M. E., R. Przybylski, & B. L. Sherriff  
 1999a 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 vessel residues. *Journal of Archaeological Science*, 26: 95-103.  
 1999b The fatty acid composition of native food plants and animals of Western Canada. *Journal of Archaeological Science*, 26: 83-94.  
 1999c Identifying the former contents of late precontact period pottery vessels from Western Canada using gas chromatography. *Journal of Archaeological Science*, 26: 425-438.  
 2001 One person's food: How and why fish avoidance may affect the settlement and subsistence patterns of hunter-gatherers. *American Antiquity*, 66 (1): 141-161.
- March (Dir.), R. J., G. Dumarçay, D. Joly, A. Lucquin, & T. Bouquin  
 2003 La structure F9 de Champ-Vallet, rapport d'étude scientifique (pp. 98). Rennes: UMR 6566.
- March, R. J.  
 1992 L'utilisation du bois dans les foyers préhistoriques: une approche expérimentale. in J. L. Vernet (Éd.), *Actes du Colloque Internationale "Les charbons de bois, les anciens écosystèmes et le rôle de l'homme" (Montpellier : 10-13 septembre 1991)* Bulletin de la Société botanique de France (Vol. 139, Actualité botanique (2/3/4)), pp. 245-253.  
 1995a L'étude des structures de combustion en archéologie. *Annales de la fondation Fyssen*, 10: 53-68.  
 1995b *Méthodes physiques et chimiques appliquées à l'étude des structures de combustion préhistoriques : l'approche par la chimie organique*. Thèse de Doctorat, Université de Paris I, Paris.  
 1996 L'étude des structures de combustion préhistoriques : une approche interdisciplinaire. in O. Bar-Yosef, L. L. Cavalli-Sforza, R. J. March & M. Piperno (Éds.), *The lower and middle Palaeolithic. Colloquium IX :The study of human behaviour relation to fire in archeology : new data and methodologies for Understanding prehistoric fire structures, XIIIe congrès international de l'UISPP, Forli, Italie (8/14 septembre 1996)* Forli: A.B.A.C.O. Edizioni, pp. 251-275.

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.

en préparation *Méthodes physiques et chimiques appliquées à l'étude des structures de combustions préhistoriques*. Habilitation à diriger des recherches.

March, R. J., A. Baldessari, & E. G. Gross

1989 Determinacion de compuestos orgánicos en estructuras de combustión arqueológicas. in M. Olive & Y. Taborin (Éds.), *Nature et Fonction des foyers préhistoriques, Actes du colloque international de Nemours (1987)* Nemours: APRAIF, pp. 47-58.

March, R. J., G. Dumarçay, A. Lucquin, & D. Joly

2006a Les activités liées à l'utilisation du feu. in P. Bodu, M. Julien, B. Valentin & G. Debout (Éds.), *Un dernier hiver à Pincevent : Les Magdaléniens du niveau IV0 (Pincevent, La Grande-Paroisse, Seine-et-Marne)* Gallia Préhistoire (Vol. 48), Paris: CNRS éditions, pp. 89-108.

March, R. J., & J. C. Ferreri

1989 Sobre el estudio de estructuras de combustión arqueológicas mediante replications y modelos numéricos. in M. Olive & Y. Taborin (Éds.), *Nature et Fonction des foyers préhistoriques, Actes du colloque international de Nemours (1987)* Nemours: APRAIF, pp. 59-69.

March, R. J., J. C. Ferreri, & C. Guez

1993 Etude des foyers préhistoriques du Bassin parisien : l'approche expérimentale. *Actes des Journées archéologiques d'Ile de France. Paléoenvironnement et actualités, Meaux, 16 et 17 mars 1991* Mémoires du Groupement Archéologique de Seine et Marne (Vol. 1), Nemours, pp. 87-97.

March, R. J., C. Largeau, & P. Guenot

2003a Les structures de combustion du bronze final du gisement Le Closeau (IFP et Parcelle Mairie) 2 : Leur Fonction. in M.-C. Frère-Sautot (Éd.), *Le feu domestique et ses structures au néolithique et aux âges des métaux (Actes du colloque Bourg-en-Bresse 7 octobre 2000 Beaune 8 Octobre 2000)* Préhistoires (Vol. 9), Montagnac: Ed. Monique Mergoïl, pp. 177-198.

March, R. J., & A. Lucquin

2006, sous-presse Under cooking and firing : Chemical analysis of fat residues from experimental and archaeological data. in M. R. Iovino (Éd.), *XIVe Congrès U.I.S.P.P., Liège 3-8 Septembre 2001 Section 1. Colloque The Significance of Experimentation for the Interpretation of the Archaeological Processes: Methods, Problems and Projects*: B.A.R., pp.

2007, sous-presse Les activités réalisées en lien avec l'utilisation du feu et l'analyse des comportements dans l'espace : Modalités fonctionnelles, modalités saisonnières *Les civilisations du renne d'hier et d'aujourd'hui - Approches ethnohistoriques, archéologiques et anthropologiques. Actes des rencontres, 19-20-21 octobre 2006 (Palais des congrès d'Antibes - Juan-les-Pins)* Rencontres internationales d'archéologie et d'histoire d'Antibes (Vol. XXVII), Sophia Antipolis: éditions APDCA, pp.

- March, R. J., A. Lucquin, & G. Dumarçay  
 2006b De la gestion des déchets de combustion à l'organisation de l'espace. *in* P. Bodu, M. Julien, B. Valentin & G. Debout (Éds.), *Un dernier hiver à Pincevent : Les Magdaléniens du niveau IV0 (Pincevent, La Grande-Paroisse, Seine-et-Marne)* Gallia Préhistoire (Vol. 48), Paris: CNRS éditions, pp. 109-116.
- March, R. J., & B. Soler Mayor  
 1999 La structure de Combustion n°1. *in* M. Julien & J.-L.Rieu (Éds.), *Occupations du Paléolithique supérieur dans le sud-est du Bassin parisien* D.A.F. (Vol. 44), Paris: Maison des Sc. de l'Homme, pp. 102-125.
- March, R. J., B. Soler Mayor, & S. Vertonguen  
 2003b Les structures de combustion du bronze final du gisement du « Closeau » et du Coteaux de la Jonchère (1) : un aperçu préliminaire de leur mode de fonctionnement. *in* M.-C. Frère-Sautot (Éd.), *Le feu domestique et ses structures au néolithique et aux âges des métaux (Actes du colloque Bourg-en-bresse 7 octobre 2000 Beaune 8 Octobre 2000)* Préhistoires (Vol. 9), Montagnac: Ed. Monique Mergoïl, pp. 143-177.
- March, R. J., & G. Wunsch  
 2003 Loupes et lentilles obscures : à propos de la fonction des structures de combustion. *in* M.-C. Frère-Sautot (Éd.), *Le feu domestique et ses structures au néolithique et aux âges des métaux (Actes du colloque Bourg-en-bresse 7 octobre 2000 Beaune 8 Octobre 2000)* Préhistoires (Vol. 9), Montagnac: Ed. Monique Mergoïl, pp. 311-318.
- Marchbanks, M. L.  
 1989 *Lipid analysis in archaeology: an initial study of ceramics and subsistence at the George C. Davis site*. Master of Arts, The University of Texas at Austin, Austin.
- Marzi, R., B. E. Torkelson, & R. K. Olson  
 1993 A revised carbon preference index. *Organic Geochemistry*, 20 (8): 1303-1306.
- Masaoud, M., J. Schmidt, & G. Adam  
 1995 Stérols and triterpénoïdes from *Dracaena Cinnabari*. *Phytochemistry*, 38 (3): 795-796.
- Mathews, R. H.  
 1896 Stone cooking-holes and grooves for stone-grinding used by the Australian aborigines. *The Journal of the Anthropological Institute of Great Britain and Ireland*, 25: 255-259.
- Mathon, C.-C.  
 1981 *L'origine des plantes cultivées. Phytogéographie appliquée. Ecologie appliquée et sciences de l'environnement* Vol. 5. Paris: Masson.
- Maurizio, A.  
 1932 *Histoire de l'alimentation végétale depuis la Préhistoire jusqu'à nos jours*. (Traduit par F.GIDON). Paris: Payot, 663 pages.
- Mauss, M.

- 1967 *Manuel d'ethnographie*. Paris: Payot, 264 pages. (Oeuvre originale publiée en 1926).
- Maw, S. J., V. R. Fowler, M. Hamilton, & A. M. Petchey  
2003 Physical characteristics of pig fat and their relation to fatty acid composition. *Meat Science*, 63: 185-190.
- McCarthy, R. D., & A. H. Duthie  
1962 A rapid quantitative method for the separation of free fatty acids from other lipids. *Journal of Lipid Research*, 3: 117-119.
- Moreau, R. A., B. D. Whitaker, & K. B. Hicks  
2002 Phytosterols, phytostanols, and their conjugates in foods: structural diversity, quantitative analysis, and health-promoting uses. *Progress in Lipid Research*, 41: 457-500.
- Morgan, E. D., C. Cornford, D. R. J. Pollock, & P. Isaacson  
1973 The transformation of fatty material buried in soil. *Science and Archaeology*, 10: 9-10.
- Morgan, E. D., L. Titus, R. J. Small, & C. Edwards  
1984 Gas chromatographic analysis of fatty material from a Thule midden. *Archaeometry*, 26: 43-48.
- Mottram, H. R., S. N. Dudd, G. J. Lawrence, A. W. Stott, & R. P. Evershed  
1999 New chromatographic, mass spectrometric and stable isotope approaches to the classification of degraded animal fats preserved in archaeological pottery. *Journal of Chromatography A*, 833: 209-221.
- Muckensturm, B., D. Foechterlen, J.-P. Reduron, P. Danton, & M. Hildenbrand  
1997 Phytochemical and Chemotaxonomic Studies of *Foeniculum vulgare*. *Biochemical Systematics and Ecology*, 25 (4): 353-358.
- Mullen, N.  
2003 *California indian food and culture*. Berkeley: Phoebe A. Hearst Museum of Anthropology and the Regents of the University of California, 49 pages.
- Nakano, M.  
1989a Kokogaku Shiryo ni Zanzon suru Shishitsu - Babadan A Iseki no Sekki ni Zanzon suru Shibo no Bunseki (Ancient lipids in archaeological remains - Analysis of remained lipids from lithic artifacts at Babadan A site). *Daiyonki Kenkyu (The Quaternary Research)*, 28 (4): 337-340.  
  
1989b Reconstruction of the ancient period by lipid analysis. in C. o. t. U. S. Symposium (Éd.), *What do new methods bring to the study of archaeology?* Tokyo (en Japonais): Kubapuro Press, pp. 114-131.
- Netting, A. G., & M. J. K. Macey  
1971 The composition of ketones and secondary alcohols from *Brassica oleracea* waxes. *Phytochemistry*, 10 (8): 1917-1920.

- Newman, M. E., R. M. Y. II, B. Kooyman, & H. Ceri  
1997 "Blood" From Stones? Probably: A Response to Fiedel. *Journal of Archaeological Science*, 24: 1023-1027.
- Nordenskiöld, E.  
1929 The american indian as an inventor. *The Journal of Royal Anthropological Institute of Great Britain and Ireland*, 59: 273-309.
- Normén, L., S. Bryngelsson, M. Johnsson, P. Evheden, L. Ellegård, H. Brants, H. Andersson, & P. Duttac  
2002 The Phytosterol Content of Some Cereal Foods Commonly Consumed in Sweden and in the Netherlands. *Journal of Food composition and analysis*, 15 (6): 693-704.
- O'Kelly, M. J.  
1954 Excavations and experiments in ancient Irish cooking-places. *The Journal of Royal Society of Antiquaries of Ireland*, LXXXIV (II): 105-155.
- Olive, M., & Y. Taborin (Éds.)  
1989 *Nature et fonction des foyers préhistoriques. Actes du colloque international de Nemours (1987) (Vol. 2)*. Nemours: ed. APRAIF.
- Orliac, M.  
2003 Diversité morphologique et fonctionnelle des fours polynésiens. in M.-C. Frère-Sautot (Éd.), *Le feu domestique et ses structures au néolithique et aux âges des métaux (Actes du colloque Bourg-en-bresse 7 octobre 2000 Beaune 8 Octobre 2000) Préhistoires (Vol. 9)*, Montagnac: Ed. Monique Mergoïl, pp. 67-70.  
  
2006 Position stratigraphique du niveau IV0. in P. Bodu, M. Julien, B. Valentin & G. Debout (Éds.), *Un dernier hiver à Pincevent : Les Magdaléniens du niveau IV0 (Pincevent, La Grande-Paroisse, Seine-et-Marne) (Vol. 48)*, Paris: CNRS éditions, pp. 8-15.
- Otte, M.  
1998 Modes de vie contre "subsistance". in J.-P. Brugal, L. Meignen & M. Patou-Mathis (Éds.), *Economie préhistorique : les comportements de subsistance au Paléolithique. Actes des Rencontres, 23-24-25 octobre 1997 Rencontres Internationales d'Archéologie et d'Histoire d'Antibes (Vol. XVIII)*, Sophia Antipolis: éditions APDCA, pp. 451-460.
- Pagoulatos, P.  
1992 The re-use of thermally altered stone. *North american archaeologist*, 13 (2): 115-129.
- Paleari, M. A., V. M. Moretti, G. Beretta, T. Mentasti, & C. Bersani  
2003 Cured products from different animal species. *Meat Science*, 63 (4): 485-489.
- Passi, S., M. Picardo, C. De Luca, M. Nazzaro-Porro, L. Rossi, & G. Rotilio  
1993 Saturated dicarboxylic acids as products of unsaturated fatty acid oxidation. *Biochimica et Biophysica Acta (BBA) - Lipids and Lipid Metabolism*, 1168 (2): 190-198.

- Passi, S., M. C. Rothschild-Boros, P. Fasella, M. Nazzaro-Porro, & D. Whitehouse  
1981 An application of high performance liquid chromatography to analysis of lipids in archaeological samples. *Journal of Lipid Research*, 22: 778-784.
- Pathak, S. P., S. K. Roy, & B. N. Trivedi  
1959 The fatty acid composition and glyceride structure of indian wild-boar fat. *The biochemical journal*, 71 (4): 593-596.
- Patočka, J.  
2003 Biologically active pentacyclic triterpenes and their current medicine signification. *Journal of Applied Biomedicine*, 1: 7-12.
- Patrick, M., A. J. Koning, & A. B. Smith  
1985 Gas chromatographic analysis of fatty acids in food residues from ceramics found in the southwestern Cape, South Africa. *Archaeometry*, 27: 231-236.
- Pautreau, J.-P., P. Mornais, & M. i. Pladelasala  
2003 Foyers domestiques et artisanaux traditionnels en Thaïlande du Nord. in M.-C. Frère-Sautot (Éd.), *Le feu domestique et ses structures au néolithique et aux âges des métaux (Actes du colloque Bourg-en-bresse 7 octobre 2000 Beaune 8 Octobre 2000) Préhistoires (Vol. 9)*, Montagnac: Ed. Monique Mergoïl, pp. 319-334.
- Pepe, C., & P. Dizabo  
1989 Les marqueurs biogéochimiques : application à l'archéologie. *Revue d'archéométrie*, 13: 1-12.  
  
1990 Etude d'une fosse du 13[ème] siècle par les marqueurs biogéochimiques : chantier archéologique du Louvre (Paris). *Revue d'archéométrie*, 14: 23-28.
- Perlès, C.  
1977 *La Préhistoire du feu*. Paris: Masson, 187 pages.
- Petkov, R.  
1986 Fatty acid content of the lipid fraction of the meat from deer and roe deer. *Veterinarno-meditsinski nauki*, 23 (1): 53-57.
- Pétrequin, P., & A.-M. Pétrequin  
1992 Les rythmes du feu. Néolithique, 3700-2400 av. J.-C. *Terrain*, 19: 39-48.
- Ploux, S., & C. Karlin  
1993 Fait technique et degré de sens dans l'analyse d'un processus de débitage magdalénien. *Techniques et culture*, 21: 61-78.
- Ploux, S., C. Karlin, & P. Bodu  
1991 D'une chaîne l'autre, normes et variations dans le débitage laminaire magdalénien. *Techniques et culture*, 17-18: 81-114.
- Pollard, A. M., & C. Heron  
1996 *Archaeological chemistry*. Cambridge: Royal Society of Chemistry.
- Poulain, J.-P.

- 2002 *Sociologies de l'alimentation : Les mangeurs et l'espace social alimentaire*. Collection Sciences sociales et sociétés. Paris: PUF, 286 pages.
- Prinyawiwatkul, W., L. R. Beuchat, K. H. McWatters, & R. D. Phillips  
1996 Changes in fatty acid, simple sugar, and oligosaccharide content of cowpea (*Vigna unguiculata*) flour as a result of soaking, boiling, and fermentation with *Rhizopus microscorus* var. *oligosporus*. *Food Chemistry*, 67 (3): 405-513.
- Procopiou, H., & F. Formenti  
1998 Analyse chromatographique des acides gras sur l'outillage de mouture et de broyage : apport et limites. *Cahiers de l'Euphrate*, 8: 151-176.
- Procopiou, H., & R. Treuil (Éds.)  
2002 *Moudre et broyer. L'interprétation fonctionnelle de l'outillage de mouture et de broyage dans la Préhistoire et l'Antiquité. I. Méthodes. Pétrographie, chimie, tracéologie, expérimentation, ethnoarchéologie*. Paris: CTSH.
- Quigg, M. J., M. E. Malainey, R. Przybylski, & G. Monks  
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: 283-303.
- Rampen, S. W., S. Schouten, B. Abbas, F. E. Panoto, G. Muyzer, C. N. Campbell, J. Fehling, & J. S. Sinninghe Damsté  
2007 On the origin of 24-norcholestanes and their use as age-diagnostic biomarkers. *Geology*, 35 (5): 419-422.
- Ramseyer, D.  
2003 Fours, Foyers et autres structures de combustion. Ethnoarchéologie chez les Kouyas de Côte-d'Ivoire. in M.-C. Frère-Sautot (Éd.), *Le feu domestique et ses structures au néolithique et aux âges des métaux (Actes du colloque Bourg-en-bresse 7 octobre 2000 Beaune 8 Octobre 2000)* Préhistoires (Vol. 9), Montagnac: Ed. Monique Mergoïl, pp. 225-230.
- Raven, A. M., P. F. v. Bergen, A. W. Stott, S. N. Dudd, & R. P. Evershed  
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.
- Reber, E. A., S. N. Dudd, N. J. van der Merwe, & R. P. Evershed  
2004 Direct detection of maize in pottery residues via compound specific stable carbon isotope analysis. *antiquity*, 78 (301): 682-691.
- Reber, E. A., & R. P. Evershed  
2004a How did Mississippians prepare maize? The application of compound-specific carbon isotope analysis to absorbed pottery residues from several Mississippi Valley sites. *Archaeometry*, 46 (1): 19-33.  
  
2004b Identification of maize in absorbed organic residues: a cautionary tale. *Journal of Archaeological Science*, 31: 399-410.
- Regert, M.

- 1996 *Les composés organiques en préhistoire : Nouvelles approches analytiques*. Thèse de doctorat, Université de Paris X, Paris.
- 1998 Du terrain au laboratoire: récolte, stockage, analyses chimiques et potentiel informatif de matériaux organiques témoignant de diverses activités techniques et alimentaires. Adhésifs d'emmanchement. Résidus carbonisés conservés dans les céramiques. in F. Bostyn & L. Hachem (Éds.), *Journée d'information du 14 novembre 1998, Internéo* (Vol. 2), Paris, pp. 5-16.
- 2004 Investigating the history of prehistoric glues by gas chromatography-mass spectrometry. *Journal of Separation Science*, 27 (3): 244-254.
- Regert, M., H. A. Bland, S. N. Dudd, P. F. v. Bergen, & R. P. Evershed  
1998 Free and bound fatty acid oxidation products in archaeological ceramic vessels. *Proceedings of the Royal Society B: Biological Sciences*, 265 (1409): 2027-2032.
- Regert, M., S. Colinart, L. Degrand, & O. Decavallas  
2001 Chemical alteration and use of beeswax through time: accelerated ageing tests and analysis of archaeological samples from various environmental contexts. *Archaeometry*, 43 (4): 549-569.
- Regert, M., N. Garnier, O. Decavallas, C. Cren-Olivé, & C. Rolando  
2003a Structural characterization of lipid constituents from natural substances preserved in archaeological environments. *Measurement Science Technology*, 14: 1620-1630.
- Regert, M., & C. Rolando  
2002 Identification of Archaeological Adhesives Using Direct Inlet Electron Ionization Mass Spectrometry. *Anal. Chem.*, 74 (5): 965-975.
- Regert, M., S. Vacher, C. Moulherat, & O. Decavallas  
2003b Adhesive production and pottery function during the Iron Age at the site of Grand Aunay (Sarthe, France). *Archaeometry*, 45 (1): 101-120.
- Rhee, K. S., C. J. Lupton, Y. A. Ziprin, & K. C. Rhee  
2003 Carcass traits of Rambouillet and Merino x Rambouillet lambs and fatty acid profiles of muscle and subcutaneous adipose tissues as affected by new sheep production system. *Meat Science*, 65: 693-699.
- Rottländer, R. C. A.  
1983 Investigations chimiques sur les graisses en archéologie. *Nouvelles de l'Archéologie*, 11: 38-42.
- 1985 Nachweis und Identifizierung von archäologischen Fetten. *Fette, Seifen, Anstrichmittel*, 87 (8): 314-317.
- 1991 Die resultate der modernen Fettanalytik und ihre Anwendung auf die prähistorische Forschung. *Archaeo-Physika*, 12: 1-354.
- Rottländer, R. C. A., & H. Schlichtherle

- 1979 Food identification of samples from archaeological sites. *Archaeo-Physika*, 10: 260-267.
- 1983 Analyse frühgeschichtlicher Gefäßinhalte. *Naturwissenschaften*, 70 (1): 33-38.
- Rowe, A., F. A. F. Macedo, J. V. Visentainer, N. E. Souza, & M. Matsushita  
1999 Muscle composition and fatty acid profile in lambs fattened in drylot or pasture. *Meat Science*, 51: 283-288.
- Ruan, B., J. Pang, W. K. Wilson, & J. G. J. Schroeffer  
1996 Concerning the thermolability of cholesta-5,8-dien-3 $\beta$ -ol, a sterol that accumulates in blood and tissues in a human genetic developmental disorder. *Bioorganic & Medicinal Chemistry Letters*, 6 (20): 2421-2424.
- Rule, D. C., K. S. Broughton, S. M. Shellito, & G. Maiorano  
2002 Comparison of muscle fatty acid profiles and cholesterol concentrations of bison, beef cattle, elk, and chicken. *J. Anim. Sci.*, 80: 1202-1211.
- Rule, D. C., & R. J. McCormick  
1998 Fatty acid composition and cholesterol concentration in tissues of white-tailed deer (*Odocoileus virginianus*) as influenced by lactation, age, and season of the year. *Comparative Biochemistry and Physiology Part B*, 119: 563-570.
- Ryder, M. L.  
1966 Can one cooking in a skin? *Antiquity*, XL: 225-227.  
1969 Paunch cooking. *Antiquity*, XLIII: 218-220.
- Sampels, S., J. Pickova, & E. Wiklund  
2004 Fatty acids, antioxidants and oxidation stability of processed reindeer meat. *Meat Science*, 67 (3): 523-532.
- Sánchez, A., M. L. Cañabate, & R. Lizcano  
1998 Archaeological and chemical research on sediments and ceramics at Polideportivo (Spain): an integrated approach. *Archaeometry*, 40 (2): 341-350.
- Santos Bento, M. F., H. Pereira, M. A. Cunha, A. M. C. Mountinho, K. J. van den Berg, & J. J. Boon  
2001 A study of variability of suberin composition in cork from *Quercus suber* L. using thermally assisted transmethylation GC-MS. *Journal of Analytical and Applied Pyrolysis*, 57: 45-55.
- SCF  
2002 *Annex - Polycyclic Aromatic Hydrocarbons – Occurrence in foods, dietary exposure and health effects*. Bruxelles: European Commission.
- Schüpfer, P. Y., & F. O. Gülaçar  
2000 Relative stabilities of cholestadienes calculated by molecular mechanics and semi-empirical methods: application to the acid-catalyzed rearrangement reactions of cholesta-3,5-diene. *Organic Geochemistry*, 31 (12): 1589-1596.

- Shevtsov, S. A., & V. A. Raldugin  
 1988 Triterpenoids of *Abies* species. V. Structure and spectral properties of the main  $\beta$ H-lanostane acids of Siberian fir needles *Chemistry of Natural Compounds*, 24 (3): 364–371.
- Simoneit, B. R. T.  
 2002 Biomass burning — a review of organic tracers for smoke from incomplete combustion. *Applied Geochemistry*, 17: 129–162.
- Simonsen, J. S., & W. C. J. Ross  
 1957 *The Terpenes*. Vol. volume IV, the triterpenes and their derivatives: Hydrocarbons, alcohols, hydroxy-aldehydes, ketones and hydroxy-ketones. Cambridge: Cambridge University Press.
- Skibo, J. M.  
 1992 *Pottery function: a use-alteration perspective* Interdisciplinary Contributions to Archaeology. New York: Plenum, 228 pages.
- Smet, S. D., K. Raes, & D. Demeyer  
 2004 Meat fatty acid composition as affected by fatness and genetic factors: a review. *Animal Research*, 53: 81-98.
- Soltani, M.  
 2004 *Distribution lipidique et voies métaboliques chez quatre bactéries Gram-négatives hydrocarbonoclastes. Variation en fonction de la source de carbone*. Thèse de doctorat, Paris 6, Paris.
- Soppela, P., & M. Nieminen  
 2002 Effect of moderate wintertime undernutrition on fatty acid composition of adipose tissues of reindeer (*Rangifer tarandus tarandus* L.). *Comparative Biochemistry and Physiology Part A*, 132: 403–409.
- Spangenberg, J. E., S. Jacomet, & J. Schibler  
 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.
- Stewart, H.  
 1977 *Indian Fishing: Early Methods on the Northwest Coast*. Seattle: University of Washington Press, 181 pages.
- Taborin, Y. (Éd.)  
 1994 *Environnements et habitats magdaléniens dans le centre du Bassin parisien* (Vol. 43). Paris: éd. de la Maison des sciences de l'Homme.
- Takatori, T.  
 1996 Investigations on the mechanism of adipocere formation and its relation to other biochemical reactions. *Forensic Science International*, 80 (1-2): 49-61.
- This, H.  
 1993 *Les secrets de la casserole*. Paris: Belin, 222 pages.

Thoms, A. V.

2003 Cook-stone technology in North America: evolutionary changes in domestic fire structures during the Holocene. in M.-C. Frère-Sautot (Éd.), *Le feu domestique et ses structures au néolithique et aux âges des métaux (Actes du colloque Bourg-en-bresse 7 octobre 2000 Beaune 8 Octobre 2000)* Préhistoires (Vol. 9), Montagnac: Ed. Monique Mergoïl, pp. 87-96.

2005, *sous-presse-a* The fire stones carry: ethnographic records and archaeological expectations for hot-rock cookery in Western North America. in J. Leach (Éd.), *Learning from once-hot rocks: International Series, British Archaeological Reports*, pp. 29.

2005, *sous-presse-b* Rocks of ages: propagation of hot-rock cookery in Western North America. in J. Leach (Éd.), *Learning from once-hot rocks: International Series, British Archaeological Reports*, pp. 33.

Thornton, M. D., E. D. Morgan, & F. Celoria

1970 The composition of bog butter. *Science and Archeology*, 2/3: 20-25.

Thwaites, R. G. (Éd.)

1898a *The Jesuit relations and allied documents. Travels and explorations of the Jesuit missionaries in New France, 1610—1791* (Vol. XXXVIII, Abenakis, Lower Canada, Hurons: 1652 - 1653). Cleveland: The Burrows Brothers.

1898b *The Jesuit relations and allied documents. Travels and explorations of the Jesuit missionaries in New France, 1610—1791* (Vol. I, Acadia: 1610-1613). Cleveland: The Burrows Brothers.

Titiev, M.

1971 *Old Oraibi: a study of the Hopi Indians of the Third Mesa*. New York: Kraus Reprint Co., 277 pages.

1972 *The Hopi Indians of Old Oraibi: change and continuity*. Ann Arbor: University of Michigan Press, 380 pages.

Triska, J.

1975 *Hamlyn Encyclopaedia of Plants*. London: Hamlyn.

Trojanowska, M. R., A. E. Osbourn, M. J. Daniels, & D. R. Threlfall

2000 Biosynthesis of avenacins and phytosterols in roots of *Avena sativa* cv. *Image*. *Phytochemistry*, 54: 153-164.

Ünsal, M., & N. Aktaş

2003 Fractionation and characterization of edible sheep tail fat. *Meat Science*, 63: 235-239.

Urem-Kotsou, D., B. Stern, C. Heron, & K. Kotsakis

2002 Birch-bark tar at Neolithic Makriyalos, Greece. *Antiquity*, 76: 962-967.

Valentin, B.

- 1987 *Natures et fonctions des foyers de l'habitation n°1 à Pincevent*. Mémoire de maîtrise, Université de Paris I, Paris.
- 1989 Nature et fonction des foyers de l'habitation N°1 à Pincevent. in M. Olive & Y. Taborin (Éds.), *Nature et Fonction des foyers préhistoriques, Actes du colloque international de Nemours (1987)* Nemours: APRAIF, pp. 209-219.
- Valentin, B., & P. Bodu  
1991 Perspectives de l'expérimentation appliquée à l'étude des foyers paléolithiques : le cas des foyers de l'habitation n°1 à Pincevent (Seine-et-Marne). *Archéologie expérimentale : Bilan et perspectives (6-9 avr. 1988, Archéodrome, Beaune), Actes du colloque international de Beaune* (Vol. Tome 2 : l'os et la pierre, la maison et les champs): Errance, pp. 138-145.
- Vane, C. H., & J. K. Trick  
2005 Evidence of adipocere in a burial pit from the foot and mouth epidemic of 1967 using gas chromatography–mass spectrometry. *Forensic Science International*, 154: 19-23.
- Verhoeven, N. M., R. J. Wanders, B. T. Poll-The, J.-M. Saudubray, & C. Jackobs  
1998 The metabolism of phytanic acid and pristanic acid in man: A review. *Journal of Inherited Metabolic Disease*, 21 (7): 697-728.
- Volkman, J. K., D. Rohjans, J. Rullkötter, B. M. Scholz-Böttcher, & G. Liebezeit  
2000 Sources and diagenesis of organic matter in tidal flat sediments from the German Wadden Sea. *Continental Shelf Research*, 20 (10-11): 1139-1158.
- Volpelli, L. A., R. Valusso, M. Morgante, P. Pittia, & E. Piasentier  
2003 Meat quality in male fallow deer (*Dama dama*): effects of age and supplementary feeding. *Meat Science*, 65: 555–562.
- Wandsnider, L.  
1997 The roasted and the boiled: food composition and heat treatment with special emphasis on pit-hearth cooking. *Journal of Anthropological Archaeology*, 16: 1-48.
- Waugh, F. W.  
1916 *Iroquois foods and food preparation*. Ottawa: Government Printing Bureau, 235 pages.
- Wenzl, T., R. Simona, E. Anklam, & J. Kleiner  
2006 Analytical methods for polycyclic aromatic hydrocarbons (PAHs) in food and the environment needed for new food legislation in the European Union. *TrAC Trends in Analytical Chemistry*, 25 (7): 716-725.
- Werts, S. P., & A. H. Jarhen  
2007 Estimation of temperatures beneath archaeological campfires using carbon stable isotope of soil organic matter. *Journal of archaeological science*, 34: 850-857.
- Whiting, A. F.  
1939 *Ethnobotany of the Hopi*. Flagstaff: Northern Arizona Society of Science and Art, 120 pages.

- Wiklund, E., T. R. Manley, R. P. Littlejohn, & J. M. Stevenson-Barry  
2003 Fatty acid composition and sensory quality of *Musculus longissimus* and carcass parameters in red deer (*Cervus elaphus*) grazed on natural pasture or fed a commercial feed mixture. *Journal of the Science of Food and Agriculture*, 83: 419–424.
- Wiklund, E., J. Pickova, S. Sampels, & K. Lundström  
2001 Fatty acid composition of *M. longissimus lumborum* ultimate muscle pH values and carcass parameters in reindeer (*rangifer tarandus* L) grazed on natural pasture or fed a commercial feed mixture. *Meat Science*, 58: 293-298.
- Wissler, C.  
1914 Material cultures of the north american indians. *American Anthropologist*, 16: 447-505.
- Wood, J. D., M. Enser, A. V. Fisher, G. R. Nute, R. I. Richardson, & P. R. Sheard  
1999 Manipulating meat quality and composition. *Proceedings of the Nutrition Society*, 58: 363–370.
- Wood, J. D., R. I. Richardson, G. R. Nute, A. V. Fisher, M. M. Campo, E. Kasapidou, P. R. Sheard, & M. Enser  
2003 Effects of fatty acids on meat quality: a review. *Meat Science*, 66: 21–32.
- Wrangham, R., & N. Conklin-Brittain  
2003 ‘Cooking as a biological trait’. *Comparative Biochemistry and Physiology - Part A: Molecular & Integrative Physiology*, 136 (1): 35-46.
- Wrangham, R. W., J. H. Jones, G. Laden, D. Pilbeam, & N. Conklin-Brittain  
1999 The raw and the stolen. Cooking and the ecology of human origins. *Current Anthropology*, 40 (5): 567-594.
- Yang, A., M. C. Lanari, M. Brewster, & R. K. Tume  
2002 Lipid stability and meat colour of beef from pasture- and grain-fed cattle with or without vitamin E supplement. *Meat Science*, 60: 41-50.
- Zomborszky, Z., & F. Husv eth  
2000 Liver total lipids and fatty acid composition of shot red and fallow deer males in various reproduction periods. *Comparative Biochemistry and Physiology Part A*, 126: 107-114.

# **Annexes**

## Annexe 1

# Étalonnage de la Chromatographie en phase gazeuse pour la quantification

Afin de réaliser la quantification des alcanes, des acides gras saturés et des stérols, nous avons étalonné le Chromatographe en phase gazeuse à l'aide de différents standards.

L'étalonnage des n-alcanes a été réalisé à partir de deux standards Fluka :

- 04070 Alkane standard solution C<sub>8</sub>-C<sub>20</sub>

- 04071 Alkane standard solution C<sub>21</sub>-C<sub>40</sub>

Ces deux standards se présentent comme un mélange de chaque alcane à une concentration de 40mg/L.

Pour chaque alcane, nous réalisons une droite d'étalonnage faite à partir d'une régression linéaire passant par zéro et dont le coefficient de corrélation est supérieur à R=0,990 (à l'exception de C<sub>39</sub> et C<sub>40</sub>). Cette droite est réalisée à partir de différentes chromatographies des standards à différentes concentrations. Pour le standard d'alcane courts, elle passe par 5 points. Pour le standard d'alcane longs, elle passe par 6 points (Figure 234)

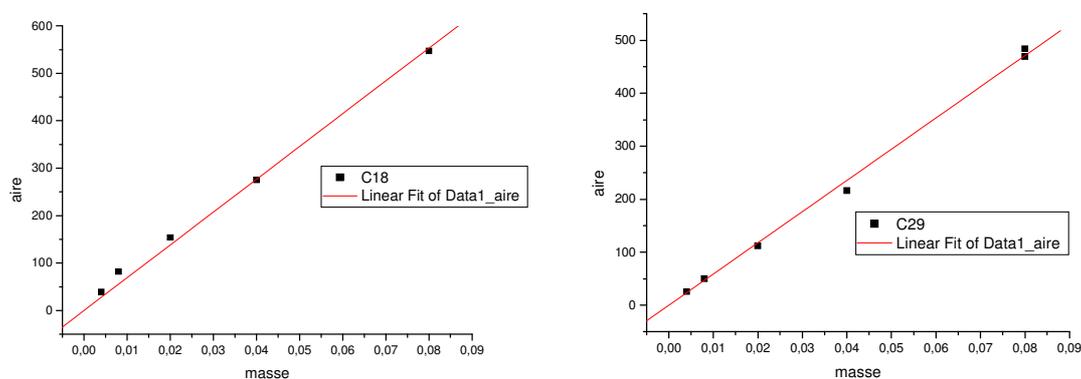


Figure 234 – Exemple de courbe d'étalonnage pour C<sub>18</sub> et C<sub>29</sub>.

Nous pouvons constater que les facteurs de correction (la pente de la droite de régression) issus du standard d'alcane courts ne correspondent pas parfaitement à ceux des alcanes longs (Figure 235). Il y a donc un problème de concentration entre les deux standards. La concentration des alcanes longs sera considérée arbitrairement comme exacte. Pour corriger ce phénomène, nous utilisons une courbe de corrélation (polynôme d'ordre deux) établie à partir des valeurs d'alcane longs (Tableau XXXVI).

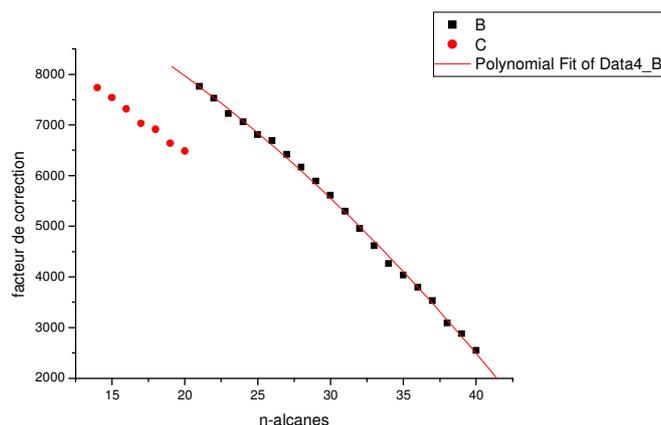


Figure 235 – Facteur de correction des alcanes

Courbe de corrélation :	polynomiale d'ordre 2
$y = ax^2 + bx + c$	$r=0,9984$
a	-3,26208
b	-78,27902
c	10838,097

Tableau XXXVI – Courbe de corrélation

Nous calculons la valeur théorique de  $C_{20}$  à partir de cette équation (7967,68458) que nous utilisons en comparaison de la valeur du standard d'alcane courts comme facteur de correction pour les autres alcanes courts (Figure 236). Les valeurs obtenues servent donc comme facteur pour la conversion de l'aire en masse.

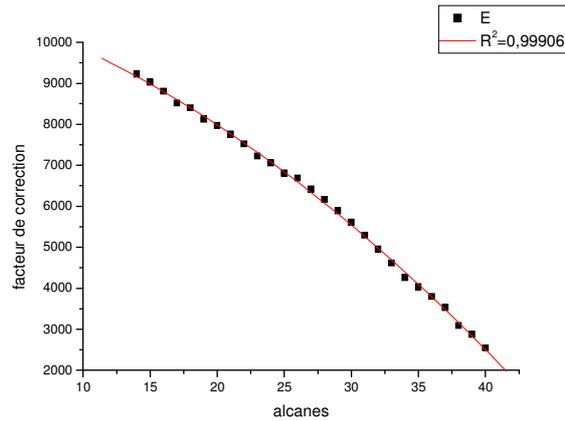


Figure 236 – Facteur de correction des alcanes après translation des alcanes courts

La standardisation des acides gras est réalisée à partir du :

- Supelco FAME mix 37 composants.

Ce standard se présente comme un mélange qualitatif et quantitatif d'acides gras saturés et insaturés. Nous nous intéressons seulement aux acides saturés.

Pour chaque acide, nous réalisons une droite d'étalonnage faite à partir d'une régression linéaire passant par zéro et dont le coefficient de corrélation est supérieur à  $R=0,995$ . Cette droite est réalisée à partir de différentes chromatographies des standards à différentes concentrations. Pour ce standard, elle passe par 7 points (Figure 237).

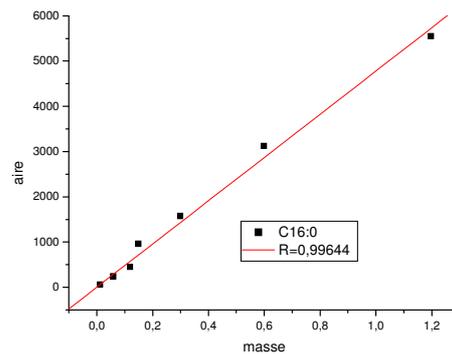


Figure 237 – Exemple de courbe d'étalonnage pour  $C_{16:0}$

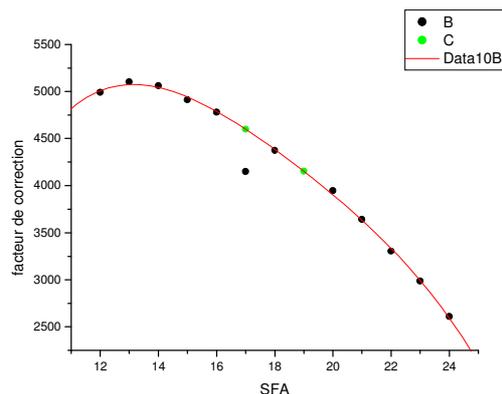


Figure 238 – Facteur de correction des acides gras

Nous pouvons constater que les facteurs de correction (la pente de la droite de régression) issus du standard d'acides (Figure 238) présentent quelques problèmes. Nous pouvons voir que la valeur de correction de C<sub>17:0</sub> n'est pas cohérente avec les autres valeurs. De plus, il manque la valeur de C<sub>19:0</sub> dans le standard. Pour remédier à cela, nous réalisons une courbe de corrélation sans C<sub>17:0</sub> (polynomiale d'ordre 4) qui nous sert au calcul des valeurs de C<sub>17:0</sub> et C<sub>19:0</sub> (Tableau XXXVII).

Courbe de corrélation sans C <sub>17:0</sub> :	polynomial d'ordre 4
$y = ax^4 + bx^3 + cx^2 + dx + e$	$r=0,99934$
a	-0,19317
b	14,5329
c	-418,47238
d	5221,87761
e	-18500,4808

Tableau XXXVII – Courbe de corrélation

Pour les acides gras de plus longues chaînes, nous réalisons une interpolation à partir des données issues de l'étalonnage des alcanes, en fonction du temps de rétention. Nous partons du fait que l'acide C<sub>18:0</sub> et l'alcane C<sub>21</sub> ont des temps de rétention très proches (>0,2min). Nous normalisons alors les valeurs des indices d'étalonnage à partir de cet acide gras et de cet alcane. Nous constatons que la décroissance des acides et des alcanes est très proche.

Nous calculons les valeurs de C<sub>26:0</sub>, C<sub>28:0</sub>, C<sub>30:0</sub> et C<sub>32:0</sub>, par rapport aux alcanes correspondant. Ces valeurs servent à l'établissement d'une courbe de corrélation (Tableau XXXVIII et Figure 239).

Courbe de corrélation	polynimiale d'ordre 4
$Y = A + B1*X + B2*X^2 + B3*X^3 + B4*X^4$	$r=0,99424$
A	-1,4804
B1	0,62632
B2	-0,04892
B3	0,00142
B4	-1,42E-05

Tableau XXXVIII – Courbe de corrélation

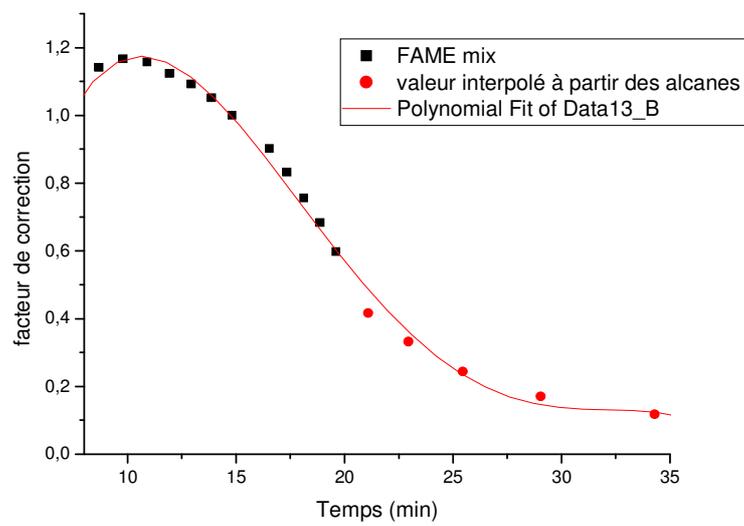


Figure 239 – Facteur de correction avec valeurs interpolées

Cette courbe est utilisée pour calculer le facteur de correction des acides supérieurs à C24 et semble très cohérente (Figure 240).

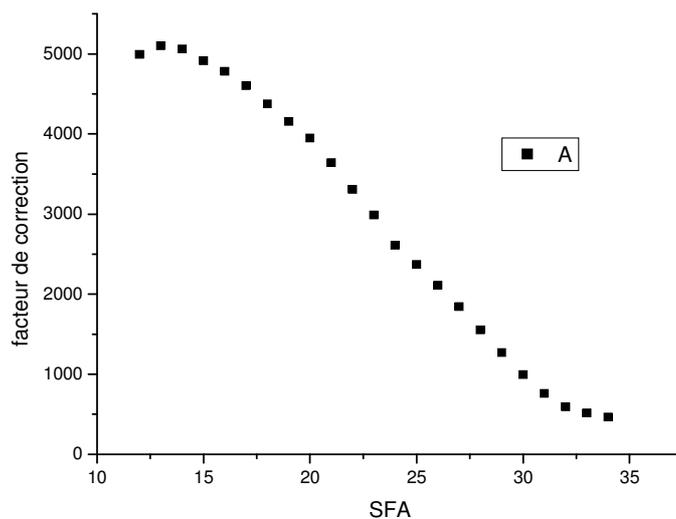


Figure 240 – Facteur de correction des acides gras

L'étalonnage des stérols a été réalisé à partir de différents standards Supelco :

- 47127-U Supelco Cholesterol
- 47130-U Supelco Ergosterol
- 47132 Supelco Stigmasterol
- 47133 Supelco  $\beta$ -Sitosterol

Pour chaque stérol, nous réalisons une droite d'étalonnage faite à partir d'une régression linéaire passant par zéro à partir de trois chromatographies différentes. Les stérols dont nous possédons pas de standards sont quantifiés en fonction du stérol de masse molaire le plus proche.