

UNION INTERNATIONALE DES SCIENCES PRÉHISTORIQUES ET PROTOHISTORIQUES  
INTERNATIONAL UNION OF PREHISTORIC AND PROTOHISTORIC SCIENCES

PROCEEDINGS OF THE XVI WORLD CONGRESS (FLORIANÓPOLIS, 4-10 SEPTEMBER 2011)  
ACTES DU XVI CONGRÈS MONDIAL (FLORIANÓPOLIS, 4-10 SEPTEMBRE 2011)

**VOL. 3**

Actes des sessions 36 et 37  
Proceedings of sessions 36 and 37



Expressions esthétiques et  
comportements techniques  
au Paléolithique / Aesthetic  
Expressions and Technical  
Behaviours in the Palaeolithic Age

Edited by

Marc Groenen

BAR International Series 2496  
2013

Published by

Archaeopress  
Publishers of British Archaeological Reports  
Gordon House  
276 Banbury Road  
Oxford OX2 7ED  
England  
bar@archaeopress.com  
www.archaeopress.com

BAR S2496

Proceedings of the XVI World Congress of the International Union of Prehistoric and Protohistoric Sciences  
Actes du XVI Congrès mondial de l'Union Internationale des Sciences Préhistoriques et Protohistoriques

Secretary of the Congress: Rossano Lopes Bastos  
President of the Congress National Commission: Erika Robrahn-González  
Elected Bureau (2011-2014):  
President: Jean Bourgeois  
Secretary General: Luiz Oosterbeek  
Treasurer: François Djindjian  
Series Editors: Luiz Oosterbeek, Erika Robrahn-González  
Volume editors: Marc Groenen

*Expressions esthétiques et comportements techniques au Paléolithique / Aesthetic Expressions and Technical Behaviours in the Palaeolithic Age*

© Archaeopress and the individual authors 2013

ISBN 978 1 4073 1112 8

The signed papers are the sole responsibility of their authors.  
Les textes signés sont de la seule responsabilité de leurs auteurs.

Contacts:

General Secretariat of the U.I.S.P.P. – International Union of Prehistoric and Protohistoric Sciences  
Instituto Politécnico de Tomar, Av. Dr. Cândido Madureira 13, 2300 TOMAR  
Email: uispp@ipt.pt

Printed in England by Information Press, Oxford

All BAR titles are available from:

Hadrian Books Ltd  
122 Banbury Road  
Oxford  
OX2 7BP  
England  
www.hadrianbooks.co.uk

The current BAR catalogue with details of all titles in print, prices and means of payment is available free from Hadrian Books or may be downloaded from [www.archaeopress.com](http://www.archaeopress.com)

# LES STRUCTURES DE COMBUSTION DU TIÈNE DES MAULINS (PROVINCE DE NAMUR, BELGIQUE). REGARDS CROISÉS

Marc GROENEN, Alison SMOLDEREN, Paul-Henri DUVIGNEAUD & Tiriana SEGATO

Marc Groenen : Université Libre de Bruxelles, Centre de Recherches en Archéologie et Patrimoine (CReA-Patrimoine)  
CP 175, Avenue F.D. Roosevelt 50, B-1050 Bruxelles, mgroenen@ulb.ac.be – www.marcgroenen.be.

Alison Smolderen : FNRS/Université Libre de Bruxelles, Centre de Recherches en Archéologie et Patrimoine (CReA-Patrimoine) –  
CP 175, Avenue F.D. Roosevelt 50, B-1050 Bruxelles, alison.smolderen@hotmail.com

Paul Henri Duvigneaud et Tiriana Segato : Université Libre de Bruxelles, Unité Matières et Matériaux – CP 165/63  
Avenue F.D. Roosevelt 50, B-1050 Bruxelles, phduvig@hotmail.com, tsegato@ulb.ac.be

## Résumé

*Dans l'état actuel des fouilles, 25 structures liées à de possibles phénomènes de combustion ont été mises au jour dans la grotte-abri du Tiène des Maulins (province de Namur, Belgique). Afin d'évaluer au mieux leur valeur anthropique, nous avons procédé à de multiples analyses d'échantillons tirés des fractions sédimentaires provenant de ces structures et d'échantillons stériles (XRF, XRD, STA, SEM, etc.). Des datations thermoluminescence ont également été effectuées sur des galets provenant de ces structures. Elles renvoient vers des dates situées entre 70.000 et 75.000 ans, c'est-à-dire au Paléolithique moyen. Nous présentons l'analyse critique de nos résultats. Étant donné les nombreux paramètres à prendre en compte, nous essayons de croiser les indices fournis par les analyses avec les faits archéologiques, afin d'évaluer leur convergence en vue de garantir le plus fidèlement possible l'interprétation archéologique.*

## Summary

*In the current state of our excavations, 25 structures linked to possible combustion phenomena have been discovered in the cave shelter of Tiène des Maulins (Namur province, Belgium). In order to evaluate as well as possible their anthropogenic value, we proceeded to the analysis of numerous samples of the sedimentary fractions of these structures and of surrounding samples (XRF, XRD, STA, SEM, etc.). Thermoluminescence datings have also been done on pebbles coming from these structures. They refer to dates situated between 70.000 and 75.000 years, i.e. to the Middle Palaeolithic. In this contribution, we present the critical analysis of our results. Given the numerous parameters to be taken into account, we try to cross the clues provided by the chemical analyses with the archaeological facts, in order to assess their convergence to guarantee the highest reliability of the archaeological interpretation.*

**Mots-clés :** Paléolithique moyen, comportement, structure de combustion, XRF, XRD, STA, MeB.

**Keywords :** Middle Palaeolithic, behaviour, combustion structure, XRF, XRD, STA, SEM.

## 1. LE CONTEXTE ARCHÉOLOGIQUE

### 1.1. Présentation générale

La grotte-abri du Tiène des Maulins à Éprave (commune de Rochefort, Belgique) se présente comme une petite cavité creusée dans un massif calcaire appartenant à la formation géologique de Fromelennes (ancien Givetien B) (Marion *et al.*, 2011), formant la bordure sud du *synclinorium* de Dinant. Elle se trouve sur la rive droite de la rivière Lomme, dont elle n'est distante que d'une cinquantaine de mètres. Cette grotte est actuellement composée d'une petite salle d'environ 35 m<sup>2</sup>, de laquelle partent deux couloirs [fig. 1]. Le premier, à droite de l'entrée principale, s'ouvre vers l'extérieur ; il s'articule à une diaclase d'une dizaine de mètres de long. Le second, à gauche, encore partiellement comblé de sédiments limono-argileux, débouche également sur la terrasse. Le site, éclairé par plusieurs ouvertures, était donc accueillant, d'autant qu'il est situé en bord de vallon et orienté vers le SSE.

Le gisement a d'abord été fouillé par un archéologue amateur entre 1979 et 1984, puis nous en avons repris l'étude à partir de 1999. Les résultats obtenus mettent en évidence quatre séries d'occupations qui s'échelonnent de manière discontinue pendant quelque 75 millénaires – entre 650 avant notre ère et 75.000 ans. Elles s'étendent du Premier Âge du Fer au Paléolithique moyen, en passant par le Néolithique récent et le Paléolithique supérieur ancien (Groenen, 2012). Durant les périodes protohistoriques, la grotte a été utilisée comme espace funéraire. Au Paléolithique, elle a, en revanche, été occupée pour effectuer des activités domestiques, même si la découverte de restes de deux Néandertaliens – un juvénile et un adulte – donnent également à ce gisement une destination funéraire (Groenen, 2011 ; Groenen & Smolderen, 2012). D'une part, le site était, en effet, idéalement situé pour des activités cynégétiques. D'autre part, il offrait à la fois protection et confort, en particulier lors des phases de péjoration climatique (Groenen, 2004).

Contrairement aux horizons (lössiques) du Paléolithique supérieur dans lesquels les restes fauniques sont nombreux, les niveaux (avec forte charge en sables

fluviales) du Paléolithique moyen ne livrent pratiquement aucun reste d'animaux. L'intensité des activités domestiques est toutefois démontrée par la mise au jour de quelque 29 structures liées à des phénomènes de combustion. Dans l'état actuel des recherches, toutes sont situées dans la petite salle. Leur remarquable état de conservation tient au fait qu'un pavage de galets de grès scellait les niveaux sous-jacents de cette période et que les éléments des structures ont été préservés par l'apport de sables fluviales amenés dans la grotte par les inondations. Celles-ci ont néanmoins emporté les particules cendreuse et ont mêlé intimement sédiments calcinés et sédiments d'origine fluviale. Les phénomènes post-dépositionnels doivent donc faire l'objet d'une évaluation fine.

### **1.2. Objectifs et méthode**

La fouille n'est pas un acte neutre. La méthode archéologique est inévitablement conduite par le cadre théorique au départ duquel le chercheur travaille. Le premier objectif vise à comprendre les stratégies mentales déployées pour la réalisation des activités des groupes ayant séjourné dans le site. Ceux-ci sont le fait de comportements socioculturellement codifiés et, comme tels, ils sont nécessairement structurés au départ de schémas mentaux, traduits en actes dans des séquences d'opérations. Ces schémas commandent, en effet, des activités mentales finalisées (Richard, 1990 ; 2005), dont I. Saillot *et al.* (2002) ont présenté une modélisation pour les activités de subsistance des hommes du Paléolithique supérieur et moyen. Cette reconstitution des chaînes opératoires mises en œuvre pour l'accomplissement des activités domestiques quotidiennes passe obligatoirement par l'étude des faits archéologiques. On le sait, depuis les travaux d'A. Leroi-Gourhan, le fouilleur s'attache à repérer des relations entre les catégories d'objets, celles-ci permettant d'identifier des structures archéologiques. Les travaux menés au Tiène des Maulins visent à déceler des catégories de *traces*, dont on tente de saisir l'intentionnalité. En ce sens, elles peuvent devenir les *indices* d'actes ou d'actions. La relation entre les ordres d'indices – les structures indicielles – permet ensuite d'estimer leur degré de convergence ; le fait est essentiel pour évaluer le niveau de validité de l'interprétation avancée. Mais la mise en évidence des structures indicielles est également susceptible de faire apparaître des schémas comportementaux structurés par l'appareil cognitif.

Cette exploitation de la trace nécessite, toutefois, de dépasser ce qui est immédiatement observable. On sait assez que bien des résultats tirés de fouilles anciennes ont dû être relativisés ou remis en question à la suite de nouvelles analyses. Le réexamen taphonomique de la documentation archéologique du site de Saint-Vaast-La-Hougue (Manche) a montré que les structures de combustion pourraient bien être des structures périglaciaires (Masson, 2010). De même, des analyses croisant différentes méthodes en vue de caractériser les thermo-altérations des roches brûlées (microscope pétrographique, spectrophotomètre, MeB, MEBEC...)

ont amené à pondérer les résultats antérieurs considérés, un peu rapidement, comme acquis (Soler Mayor, 2003). Mais toutes ces techniques, et de l'aveu même de ceux qui les utilisent, ne permettent pas de faire l'économie d'une problématique (Langouet, 1994). La même nécessité touche d'ailleurs ceux qui pratiquent l'expérimentation (Soler Mayor, 2003 : 246).

Si la lecture diagnostique doit constamment se faire en cours de fouille, nous avons opté pour des collaborations étroites continues permettant de prolonger ce regard par des analyses de laboratoire des témoins archéologiques. Toutefois, afin d'éviter les frustrations engendrées par les résultats d'expertises ponctuelles souvent négatives des débuts de l'archéométrie (Hesse, 1994), l'objectif a été dès le départ de construire ensemble un protocole expérimental qui devait évoluer, à la fois pour confirmer et pour dépasser ce qui était perceptible sur le chantier. Dans cet article, nous présentons les données issues de l'analyse archéologique et chimico-minéralogique des témoins de combustion. La fouille et l'étude du gisement étant encore en cours, ce sont avant tout les aspects méthodologiques de cette collaboration que nous tenons à mettre en avant.

### **1.3. Approche archéologique des structures de combustion**

Dans l'état actuel des recherches, 25 structures liées à des phénomènes de combustion ont été identifiées. Toutes se trouvent dans la petite salle. 12 dates TL faites au départ de galets de grès prélevés au sein des structures permettent de les situer chronologiquement entre  $60.000 \pm 10.000$  et  $75.000 \pm 15.000$  ans ( $2 \sigma$ ) (Groenen, 2005). Ces dates sont cohérentes par rapport à leur niveau dans le gisement. Toutefois, le sigma important ne permet pas d'exclure une relative contemporanéité entre ces événements. Il importe néanmoins de remarquer que certaines structures sont séparées par un mince feuillet sédimentaire clair. La fouille renvoie donc à des épisodes distincts si l'on se place dans le temps court de la « paléohistoire » plutôt que dans le temps long de la préhistoire.

De manière générale, des similitudes morphologiques et morphométriques existent entre les structures mises au jour. Elles sont toutes circulaires et ont une trentaine de centimètres de diamètre. Elles se signalent par une zone de sédiments brunifiés et des blocs de calcaire et/ou des galets de grès partiellement noircis. Toutes présentent les traces d'un aménagement, variable suivant les cas. Trois grandes modalités d'organisation ont été relevées sur le terrain : le creusement d'une cuvette, l'installation d'une sole et la pose de pierres périphériques. La sole peut être constituée de galets de petit calibre et, dans quelques cas, d'une dalle calcaire fichée obliquement dans le sol contre lequel le foyer a été adossé. Quant aux pierres « de pourtour », elles ont des calibres très différents – ce qui pourrait éventuellement signaler des fonctions distinctes – et se situent bien souvent de part et d'autre de la limite des sédiments brunifiés. Certaines d'entre elles sont éclatées, et les blocs calcaires possèdent bien souvent des

arêtes émoussées. Les traces noires relevées sur nombre d'entre elles se trouvent assez systématiquement du côté interne de la structure. Dans quelques cas, elles forment une véritable croûte qui a fait l'objet d'analyses au MeB. Par ailleurs, il importe de noter que des structures situées à trois endroits différents de la petite salle sont accompagnées de dalles calcaires parfois fragmentées. Celles-ci présentent un délitage superficiel de leur face supérieure. C'est pourquoi nous y avons vu des « tables » de travail ayant peut-être servi à des activités de percussion (Groenen, 2006).

## 2. ANALYSE ARCHEOLOGIQUE DES STRUCTURES

L'hypothèse archéologique qui s'impose immédiatement à l'archéologue face aux structures noirâtres qu'il observe sur le terrain est qu'il s'agit des structures de combustion. D'ailleurs, les analyses TL effectuées à ce jour sur des galets provenant de 12 structures semblent confirmer la présence de phénomènes de combustion. Plus encore, elles valident les critères visuels et intuitifs que nous avons utilisés pour sélectionner les galets à dater (traces noires ou rougeâtres interprétées comme des traces de calcination ou de rubéfaction, fractures interprétées comme des claquages thermiques, etc.).

Cependant, certains des phénomènes observés – comme les taches noires à la surface des calcaires et des galets – pourraient résulter de processus naturels, et leur présence ne constituerait donc pas une preuve indubitable d'activités de combustion. Afin d'identifier formellement ces structures, il faut confronter cette hypothèse archéologique à d'autres ordres d'indices.

### 2.1. Éléments de taphonomie

Les études antérieures ont montré que les foyers préhistoriques présentaient globalement la même composition verticale. Celle-ci a été décrite pour la première fois par M.-A. Courty à Kébara, en Israël, dans les années 80 (Courty, 1983 ; Courty, Goldberg & Macphail, 1989 : 207-215). De façon générale, les structures de combustion bien conservées présentent de bas en haut : une couche orangée de sédiments altérés par rayonnement thermique (sédiments rubéfiés), une couche noirâtre et charbonneuse constituée de résidus de combustion, et, enfin, une couche cendreuse blanchâtre ou gris clair.

Au Tiène des Maulins, les sédiments directement associés aux calcaires et galets noirâtres sont de couleur noirâtre ou brunâtre selon les cas. Ces sédiments forment une couche d'épaisseur variable (de moins d'1 cm à près de 10 cm). Dans certains cas, nous avons pu observer la présence d'une lentille de sédiments orangés directement sous cette couche sombre. Des sédiments présentant cette même coloration se trouvent parfois également en périphérie des foyers ou encore sous de gros éléments lithiques présentant des traces d'altération. Aucune couche cendreuse blanchâtre ou grisâtre n'a été identifiée à ce

jour parmi les structures fouillées. Seuls de très rares charbons ont été récoltés.

Les analyses DRX réalisées sur des échantillons de sédiments brunâtres ou noirâtres prélevés dans les foyers ont mis en évidence la présence d'hydroxyapatite (résidus de l'os). Cette découverte était surprenante puisque les pièces osseuses sont très rares dans ces niveaux. Afin de tenter d'isoler ces micro-fragments osseux invisibles lors de la fouille, nous avons mis au point une méthode de tri de la fraction totale sédimentaire à la loupe binoculaire. Les premières analyses réalisées par cette méthode montrent que les échantillons sont constitués de deux ensembles d'éléments : d'une part, des éléments noirs de forme et de texture irrégulières dont, notamment, de tous petits fragments osseux calcinés et des résidus organiques encore non identifiés ; et, d'autre part, des sédiments jaune clair comparables aux sédiments stériles de ces niveaux. Ces sédiments sont généralement agglomérés sur les particules calcinées noires.

La présence de ces sédiments apparemment non affectés par le feu au sein des couches comportant les résidus de combustion semble suggérer l'existence de phénomènes post-dépositionnels. Cette interprétation ne peut cependant pas être formellement confirmée à ce stade des recherches, puisque l'étude des processus de remplissage de la grotte-abri est toujours en cours. L'hypothèse actuellement retenue pour les niveaux datés au Paléolithique moyen est celle d'inondations calmes et répétées ayant progressivement recouvert les niveaux archéologiques de sédiments loessiques. Cette hypothèse de travail permettrait d'expliquer l'apport post-dépositionnel de sédiments fluviatiles dans les couches supérieures des structures ainsi que l'absence de cendres et résidus charbonneux en surface.

### 2.2. Approche diachronique des structures : vers une compréhension des dynamiques de fonctionnement

Dès la découverte de ces structures interprétées comme des foyers, nous avons débuté un programme de recherche spécifique aux comportements liés au feu. Malgré le fait que ces structures soient, en grande majorité, encore en cours de fouille, une analyse fine des aménagements et des remontages a été entamée afin de mettre en place un cadre méthodologique.

L'analyse archéologique des structures a d'abord porté sur les aménagements des foyers (Smolderen, 2009). Malgré une certaine « monotonie » observable pour plusieurs aspects morpho-métriques, comme le diamètre (toujours aux alentours de 33 cm) ou la forme générale (toujours circulaire à une exception près sur les 25 foyers étudiés), les résultats de ce travail mettent en avant la grande diversité des aménagements. Ainsi, si les bordures et les soles des foyers font presque systématiquement l'objet d'aménagements, les modalités de ceux-ci varient presque de structure en structure. La construction des foyers semble commandée par des choix très spécifiques en termes de matériaux ou d'agencement. Les résultats de

cette analyse synchronique suggèrent donc une diversité fonctionnelle importante.

Afin de vérifier si cette hypothèse se confirme du point de vue des processus d'utilisation, nous avons entamé une analyse diachronique des structures de combustion. Cette étude vise à reconstruire la dynamique de fonctionnement de chaque structure afin de déterminer si des modes de fonctionnement récurrents ont pu exister.

### **2.2.1. Méthode d'analyse**

Notre analyse repose essentiellement sur l'examen détaillé des traces de calcination et des fractures thermiques. Les différentes traces de thermo-altération sont d'abord situées au sein de la structure à partir des observations de terrain et des archives photographiques. La position des traces de calcination sur les fragments calcaires et les galets est notée de façon précise, puisque l'orientation de ces traces permet de déterminer la position du centre de combustion par rapport aux éléments composant les aménagements. La présence de fractures *in situ* constitue également un indice intéressant, puisqu'elle démontre que les éléments n'ont pas été déplacés depuis la fragmentation.

Dans un second temps, les calcaires et galets provenant des foyers partiellement démontés sont analysés individuellement. À ce jour, nous avons examiné un peu plus de 350 pièces provenant de 8 foyers, en portant une attention toute particulière aux éléments fragmentés. Les fragments et éclats de galets ont fait l'objet de remontages intra-foyers. Les remontages ne sont, en revanche, pas praticables pour les calcaires dont la surface est trop altérée. Par ailleurs, la position précise des traces de calcination sur les pièces a été observée. De même, pour les pièces fragmentées, nous avons systématiquement noté si ces traces noires s'étendaient sur les plans de fracture ou se limitaient aux faces corticales. Ces différentes observations permettent, d'une part, de mieux cerner la chronologie des déplacements au sein d'une structure et, d'autre part, de déterminer si le foyer a servi à plusieurs reprises.

Étant donné que notre étude ne porte que sur une partie du matériel, puisque seuls certains foyers ont été démontés, il convient d'être prudent quant à l'interprétation des données récoltées. Néanmoins, l'analyse multifactorielle que nous tentons de mettre en place semble d'ores et déjà pertinente. Les premiers résultats suggèrent, en effet, l'existence de deux modes de combustion distincts, que nous avons dénommés « foyers ouverts » et « foyers couverts ».

### **2.2.2. La structure F11 : un exemple de foyer « ouvert »**

Les foyers « ouverts », les plus fréquents, fonctionnent de façon « classique » : le feu est allumé sur une sole, qui est le plus souvent aménagée et qui peut être – ou non – ceinturée par une bordure. Dans le cas de la structure F11, par exemple, la sole a été aménagée par une grosse dalle calcaire posée à plat au centre du foyer [fig. 2].

Cette dalle comporte plusieurs fractures *in situ*, mais également plusieurs fragments à proximité immédiate. Tout autour de cet élément central, des galets plats ont été disposés horizontalement sur le sol. Ces galets prolongent ainsi la sole plate aménagée par la dalle calcaire tout en formant une sorte de ceinture qui limite la structure. Des traces de calcination couvrantes sont systématiquement présentes sur les faces supérieures des éléments composant la sole. Les galets les plus périphériques comportent quant à eux des traces de calcination partielles, orientées vers le centre de la structure. L'ensemble de ces observations convergent et montrent bien que le feu a été allumé sur la dalle calcaire, au centre de la sole aménagée.

Nous pouvons donc démontrer comment ce foyer a fonctionné. Mais peut-on déterminer s'il a servi de façon récurrente ou ponctuelle ? Même si l'on ne peut trancher cette question de façon définitive, il est possible de dégager plusieurs éléments de réponse.

Les galets provenant de F11 sont, en grande majorité, complets. Les quatre galets fragmentaires récoltés comportent des traces de calcination couvrantes, y compris sur les faces d'éclatement. Bien que la majorité des galets composant cette structure ait déjà été enlevée au cours du décapage, aucun remontage n'a pu être réalisé parmi ces éléments. La présence de traces de calcination sur les plans de fracture indique qu'ils étaient probablement déjà fragmentaires avant le dernier épisode de combustion. D'autre part, l'absence de remontages suggère deux scénarios possibles : soit ces galets ont été disposés dans le foyer dans leur état de fragmentation actuel, les fractures observées s'étant opérées dans un autre foyer ou n'étant éventuellement pas liées à un phénomène thermique ; soit les fragments ou éclats manquants ont été enlevés du foyer au cours d'un réaménagement.

L'analyse des calcaires et plus particulièrement de la dalle centrale apporte une seconde série d'indices. On note surtout que la dalle a été fracturée en plusieurs endroits et que certains fragments de la dalle ont subi de légers déplacements, tandis que d'autres sont encore bien en place. La présence de traces de calcination sur le plan de fracture des fragments déplacés semble indiquer que ceux-ci se sont séparés du bloc principal avant le dernier épisode de combustion. Le fait que ces fragments se trouvent légèrement décalés par rapport à leur position initiale suggère par ailleurs l'existence de déplacements entre les épisodes de combustion. Ceux-ci, quoique très limités, pourraient être liés soit à un réaménagement durant lequel certains éléments auraient été ré-agencés ou enlevés (ce qui correspondrait bien à l'un des scénarios suggérés par l'analyse des galets), soit à l'entretien du foyer par le curetage des cendres qui peut provoquer un léger bouleversement de certains éléments.

Ces observations suggèrent, d'une part, que le foyer a été utilisé à deux reprises au moins et, d'autre part, que certains éléments ont pu subir de légers déplacements avant le dernier épisode de combustion. Il ne semble pas

possible, dans l'état actuel des recherches, de déterminer la cause précise de ces déplacements. Vu la conformation du foyer, notons néanmoins qu'il ne paraît pas absurde d'envisager la nécessité d'un entretien – par le curage des cendres, et un éventuel réajustement de l'aménagement – dans le cas d'une utilisation récurrente. L'accumulation de cendres et des résidus de combustion rendrait en effet inutile l'aménagement pourtant très spécifique de la sole de F11.

### 2.2.3. Les structures F10 et F2 : deux exemples de foyers « couverts »

Les foyers dits « couverts » sont plus rares, seuls deux exemples ont été identifiés à ce jour, les foyers F10 et F2. Ces structures se développent sur une épaisseur beaucoup plus importante que les foyers « ouverts ». Dans le cas du foyer F10, nous avons isolé deux niveaux distincts, présentés sur les relevés [fig. 3 et 4]. On note d'emblée que plusieurs éléments se retrouvent aux deux niveaux de décapage. Il s'agit en effet principalement de gros blocs calcaires dont la base se situe bien au niveau 2, mais qui étaient déjà visibles lors du premier décapage à cause de leur épaisseur importante (comprise entre 4 et 8 cm). Ces éléments comportent des traces de calcination partielle orientées vers le centre de la structure et forment ainsi une bordure relativement haute, quoique discontinue, autour du centre de combustion. Au centre du foyer, au niveau 2, on note par ailleurs la présence de plusieurs plaquettes calcaires présentant des traces de calcination couvrantes sur les faces supérieures. Ceci indique bien que le feu a été allumé sur ces éléments, et l'on peut donc supposer qu'ils étaient destinés à aménager la sole du foyer. Les éléments composant cette sole ainsi que les blocs constituant la bordure sont disposés horizontalement sur le même niveau de sol.

Au niveau supérieur (niveau 1), on observe un ensemble beaucoup moins structuré de galets et de calcaires déposés les uns sur les autres et presque jamais de façon horizontale. Tous les éléments de cet ensemble ayant été démontés, ils ont pu être examinés. Il s'agit de 15 galets ou fragments de galets et de 12 fragments ou blocs calcaires. Ces éléments présentent des traces de calcination couvrantes, soit sur toutes les faces, soit sur les faces inférieures uniquement. Ceci démontre que cet ensemble mixte de galets et de calcaires se trouvait au-dessus du feu, pendant la combustion. Plusieurs indices permettent de préciser que cette « couverture » de calcaires et de galets était mobile.

Parmi cet ensemble, 8 galets se trouvaient à l'état de fragments : 3 présentaient une fracture *in situ* et 2 fragments ont pu être remontés (TM.05.L7-8.16.3 et TM.05.L7-8.16.4). Les fragments de galets isolés – remontés ou non – présentent des traces de calcination sur les faces d'éclatement aussi bien que sur les faces corticales. Ces observations nous renvoient *a priori* aux deux possibilités suggérées pour le foyer F11. Mais dans ce cas-ci, nous pouvons pousser le raisonnement un peu plus loin. Premièrement, la présence de galets à fractures

*in situ* au sein de l'ensemble démontre que celui-ci n'a pas été bouleversé de façon significative depuis la dernière combustion. La position cohérente des traces de calcination sur les différents éléments corrobore cette interprétation. Les fragments manquants n'ont donc pas pu être prélevés dans le foyer et les éclats et fragments de galets isolés étaient donc nécessairement fracturés avant d'être déposés dans le feu.

Ces observations permettent de reconstruire partiellement la dynamique de fonctionnement du foyer. La structure comporte une bordure épaisse et une sole sur laquelle le feu est allumé. Au cours de la combustion, un « tas » désordonné de galets et de calcaires est déposé sur le feu. Parmi cet ensemble, 8 éléments en grès, au minimum, avaient déjà subi au moins un épisode de combustion. Il est possible que cet épisode de combustion antérieur se soit déroulé dans la structure F10, puisque la présence de fractures *in situ* atteste des conditions thermiques susceptibles de provoquer des claquages. Cette observation n'est cependant pas suffisante pour exclure l'éventuelle récupération de certains éléments en provenance d'autres foyers. On peut toutefois conclure qu'un ensemble de galets et de calcaires a été placé à plusieurs reprises dans un ou plusieurs foyers. Après chaque épisode de combustion, ces éléments ont été manipulés (puisque certains fragments sont manquants et que d'autres se trouvent séparés) avant d'être remis au feu.

Ce scénario, même s'il demeure incomplet, laisse entrevoir des caractéristiques comportementales que l'on pressentait déjà avec l'étude du foyer F11. Les foyers semblent, dans ces deux cas au moins, avoir été utilisés de façon récurrente. Entre les différents épisodes de combustion, les éléments composant la structure ont été manipulés, probablement dans le cadre de l'entretien des foyers et de leur préparation pour le nouvel épisode de combustion. Si ces « manipulations » ne peuvent être précisées d'avantage pour ces deux exemples, l'analyse de la structure F2 permet d'approcher de façon plus détaillée la question des réaménagements.

Le foyer F2 est un foyer « couvert ». Comme pour le foyer F10, l'analyse des traces de calcination et des fractures a permis de différencier, d'une part, des galets et calcaires appartenant à l'aménagement et, d'autre part, un ensemble d'éléments mobiles placés sur le feu au cours de la combustion [fig. 5 et 6]. Ici s'arrête la comparaison entre ces deux structures dont les aménagements sont par ailleurs fort différents. La sole de F2 est tapissée par une série de fragments calcaires disposés horizontalement sur le sol. Au même niveau (niveau 2), une grosse dalle calcaire de section triangulaire a été disposée de façon à aménager, sur un bord du foyer, une pente assez prononcée vers le centre de combustion. Au niveau 1, on observe en plus des éléments mobiles qui se superposent les uns aux autres de façon déstructurée, une série d'éléments disposés à plat tout autour de la structure. Ces éléments, principalement des galets, présentent des traces

de calcination partielle sur les bords internes et forment une sorte de bordure discontinue et d'épaisseur variable.

Deux indices permettent de penser que cette structure n'a pas toujours présenté la même conformation. Premièrement, comme on peut le voir sur les relevés, le diamètre de la sole telle qu'elle se présente au niveau 2 est bien plus important que le diamètre circonscrit par la bordure au niveau 1. Deuxièmement, contrairement aux éléments composant la « couverture mobile » du foyer, les galets et calcaires composant la bordure de F2 n'ont pas été posés directement sur la sole du niveau 2. Dans la partie périphérique de F2, une fine lentille de sédiments stériles (de 1 à 5 mm d'épaisseur), absente au centre du foyer, sépare en effet les deux niveaux de la structure. Nous l'avons vu, les sédiments de ces niveaux du Paléolithique moyen sont d'origine fluviatile. Cette lentille de sédiments stériles matérialise donc une période d'inondation.

On peut dès lors distinguer deux phases d'utilisation séparées par une période d'abandon (provoqué par une ou plusieurs inondations). Durant la première phase de fonctionnement (niveau 2), le foyer est constitué d'une sole aménagée et de la dalle à section triangulaire. Il est probable que la structure ait été utilisée comme foyer « ouvert » durant cette phase puisque rien n'indique la présence d'une « couverture mobile ». Durant la phase d'abandon, la sole est recouverte par les sédiments nouvellement apportés par les inondations, mais la dalle à section triangulaire est encore bien visible. Au retour du groupe dans la grotte-abri, la structure est récupérée par les Néandertaliens. Une partie de la sole est dégagée et quelques galets et calcaires sont ajoutés en périphérie afin d'aménager une bordure. Ce « nouveau » foyer F2, de diamètre plus petit et présentant un nouvel aménagement, est utilisé en tant que foyer « couvert ».

### **2.3. Conclusion partielle : limites et perspectives de recherches**

Les résultats temporaires obtenus doivent bien évidemment être considérés avec prudence, non seulement parce qu'ils concernent des structures partiellement fouillées, mais également parce que les caractéristiques géologiques du remplissage de ces niveaux sont encore mal connues et les différents agents taphonomiques peu étudiés. Dans ces conditions, le degré de finesse des interprétations que nous avons proposées peut paraître ambitieux. Conscients que ces résultats pourraient être modifiés ou nuancés à la lumière d'analyses futures, nous avons néanmoins pris le parti de mener le raisonnement jusqu'au bout et de tester les perspectives et les limites de notre méthode de travail.

D'un point de vue méthodologique, notre étude montre que le recoupement de plusieurs catégories d'indices permet de reconstituer des séquences de gestes, telles que réaménagements, curage des cendres, dépôts de pierres dans le feu, réutilisations, etc., qui sont autant de fragments de la chaîne opératoire du feu. Ces « séquences comportementales » nous aident à leur tour à reconstituer

des comportements dont on peut évaluer la variabilité. Même si les interprétations que nous proposons restent à ce stade des hypothèses de travail, elles laissent d'ores et déjà entrevoir la possibilité de construire une approche plus « palethnologique » des comportements liés au feu, y compris pour des périodes aussi anciennes.

## **3. ANALYSE CHIMIQUE ET MINÉRALOGIQUE DES STRUCTURES**

### **3.1. Introduction : méthodes analytiques**

Les analyses ont porté sur des échantillons sédimentaires et sur des échantillons de « croûtes » prélevées à la surface des galets et calcaires composant les structures. L'analyse des constituants des échantillons se base sur deux méthodes non destructives et complémentaires : la diffraction des rayons X (XRD) et la fluorescence des rayons X (XRF). En outre, deux autres méthodes complémentaires ont également été utilisées pour préciser certains résultats. Il s'agit de la microscopie électronique à balayage (SEM) et de l'analyse thermique STA (simultaneous thermal analysis).

#### **3.1.1. Analyses XRD et XRF**

La diffraction des rayons X sur poudre placée au centre d'un montage goniométrique permet d'analyser le rayonnement d'une source (CuK $\alpha$ ) diffracté par les plans cristallins des substances en présence, à des angles déterminés par l'équidistance de ces plans. Cette méthode donne ainsi accès à la composition minéralogique du sédiment. L'appareil utilisé est un diffractomètre Bruker D 500 muni d'un logiciel d'analyse du type Diffrac Plus.

La fluorescence des rayons X analyse les rayonnements X caractéristiques des éléments présents dans l'échantillon, résultant d'un faisceau incident polychromatique (anode Rhodium). Cette méthode permet une analyse chimique semi-quantitative et globale des éléments du tableau périodique à partir du fluor. L'appareil disponible est un spectromètre Bruker SRS 3000. Les spectres obtenus sont analysés à l'aide du logiciel Spectra Plus. Les éléments plus légers (C, N, O) ne sont pas dosés. Dans le cas des sédiments, les éléments sont exprimés sous la forme d'oxydes d'après leur valence attendue. La méthode donne une très bonne évaluation des éléments en trace jusqu'à 0,001 poids %.

Le couplage des deux méthodes permet ainsi de déterminer les concentrations des éléments chimiques en regard des structures cristallines identifiées et d'obtenir une analyse globale précise et rapide du sédiment.



### 3.1.2. Analyse thermique STA

L'analyse thermique STA permet de détecter, au sein d'un échantillon chauffé à température croissante : i) la présence d'une réaction endo-ou exo-thermique (analyse thermique différentielle), ii) la perte de masse associée à cette réaction (thermogravimétrie) et iii) l'identification du gaz produit (spectrométrie de masse). La STA est donc un complément utile à l'analyse non destructive par RX, puisqu'elle permet de déterminer la teneur en H<sub>2</sub>O du sédiment (humidité, oxydes hydratés) et sa teneur en CO<sub>2</sub> (combustion de matières organiques, carbonates minéraux). En fonction de ces données et des températures concernées, on obtient des informations complémentaires sur la nature de ces composés (argiles, oxydes de fer, calcaires...), leur concentration et, éventuellement, leur passé thermique. L'appareil est de type Netzsch, STA 409 PC.

### 3.1.3. Microscopie à balayage SEM

La microscopie à balayage (SEM) constitue un complément utile à l'analyse chimique globale par XRF puisqu'elle permet une visualisation à deux dimensions des éléments chimiques (cartographie) sur une surface polie. Les électrons secondaires de la source fournissent l'image de la surface, tandis que les rayonnements X de fluorescence émis par les éléments présents fournissent la distribution de ces derniers (cartographie) sur la surface. L'appareil est un FEI Quanta 200 3D couplé à un analyseur EDAX GENESIS à dispersion d'énergie.

## 3.2. Résultats

### 3.2.1. Analyse des échantillons sédimentaires

#### 3.2.1.1. Analyses XRD et XRF

Environ 80 échantillons sédimentaires ont été analysés par XRD et XRF. Les échantillons prélevés dans les structures ont été comparés à deux séries d'échantillons. La première est constituée d'échantillons de sédiments chauffés expérimentalement afin d'établir un référentiel des modifications chimiques et minéralogiques s'opérant à différentes températures. La seconde série comparative se compose d'échantillons « stériles », prélevés en dehors des structures mais – dans la mesure du possible – à proximité immédiate des foyers étudiés.

La comparaison des échantillons prélevés dans les foyers avec le référentiel expérimental a livré un résultat inattendu : les sédiments des structures contiennent des minéraux (goethite, clinocllore...) lesquels, d'après nos expérimentations qui confirment des résultats bien connus dans la littérature, se transforment à relativement basses températures. Ce constat semble, *a priori*, en contradiction avec le diagnostic archéologique. Cependant, nous verrons plus loin que des phénomènes post-dépositionnels pourraient également expliquer la présence de ces minéraux.

L'analyse XRD des sédiments « stériles » et des sédiments provenant des foyers montre que tous les échantillons contiennent, en proportions variables, les minéraux suivants :

- Quartz (SiO<sub>2</sub>) : minéral des roches siliceuses (grès, sable, quartzites...), majoritaire dans tous les échantillons.
- Chlorite de type clinocllore ((Mg,Fe)<sub>6</sub> (SiAl)<sub>4</sub> O<sub>10</sub> (OH)<sub>8</sub>, minéral argileux à grand espace interfoliaire. L'unité structurale (1,4 nm) contient 1 feuillet + 1 espace interfoliaire.
- Illite de type muscovite (KAl<sub>2</sub> (AlSi<sub>3</sub>) O<sub>10</sub> (OH)<sub>2</sub> : minéral argileux à espace interfoliaire plus réduit que le précédent, plus stable en température.
- Kaolinite (Al<sub>2</sub>(OH)<sub>8</sub> (Si<sub>4</sub>O<sub>10</sub>) : minéral argileux absent ou en trace dans les sédiments analysés.
- Microcline (KAlSi<sub>3</sub>O<sub>8</sub>) : feldspath en faible quantité dans les sédiments. L'albite (feldspath sodique) est parfois détectée en trace.
- Goethite (FeO.OH) : oxyde de fer hydraté, mal cristallisé, en quantité variable dans les sédiments.
- Calcite (CaCO<sub>3</sub>) : minéral des roches calcaires. Toujours présent mais en quantités variables en fonction du lieu prélèvement.

Ces minéraux sont représentatifs d'un horizon pédologique correspondant aux niveaux actuellement fouillés. Dans certains échantillons provenant de foyers, il a également été possible de détecter de l'hydroxyapatite (Ca<sub>5</sub>(PO<sub>4</sub>)<sub>3</sub>OH), matière minérale constitutive de l'os. Les figures 7a et 7b comparent les diagrammes XRD de sédiments stériles et de sédiments de foyer (F11, n° 54). Le contenu minéralogique des deux échantillons est très semblable, si ce n'est la présence de plusieurs pics de l'hydroxyapatite dans le diagramme du foyer F11 (n° 54).

L'analyse par fluorescence X révèle, sur l'ensemble des sédiments, les éléments principaux suivants, exprimés en oxyde (en poids %) :

- SiO<sub>2</sub> : 50 à 70
- Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> : 15 à 19
- Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> : 5 à 14
- CaO : 2 à 15
- MnO : 0,2 à 3,3
- K<sub>2</sub>O : 2,5 à 3
- MgO : 1,3 à 1,6
- TiO<sub>2</sub> : 0,6 à 0,85
- P<sub>2</sub>O<sub>5</sub> : 0,5 à 5

Le tableau 1 compare les compositions (en élément % et en oxyde % normalisé à 100%) des deux échantillons : un échantillon « stérile » et un échantillon provenant d'un foyer F11 (n°54) analysés par XRF. On constate des concentrations nettement plus importantes en Fe, Mn, Ca et P dans le foyer F11 (échantillon n°54).

Le tableau 2 a-e reprend, pour chacun des principaux oxydes, l'ensemble des analyses XRF effectuées sur des échantillons représentatifs des échantillons « stériles » et

des échantillons de foyers. On peut y distinguer deux types de comportements :

- oxydes à faible variabilité de concentration (<50%) :  $\text{SiO}_2$ ,  $\text{Al}_2\text{O}_3$ ,  $\text{K}_2\text{O}$ ,  $\text{MgO}$ ,  $\text{TiO}_2$ .

Ces oxydes font partie des silicates (argiles, feldspaths) y compris le quartz, qui représentent la majeure partie des sédiments présents aussi bien dans les foyers qu'à l'extérieur de ces derniers. Ces sédiments sont bien d'origine géologique et correspondent, comme cité plus haut, à l'horizon pédologique.

- oxydes à forte variabilité de concentration (> 50%) :  $\text{CaO}$ ,  $\text{Fe}_2\text{O}_3$ ,  $\text{MnO}$ ,  $\text{P}_2\text{O}_5$ .

Il faut distinguer la variabilité de  $\text{CaO}$  de celle des trois autres oxydes.  $\text{CaO}$ , sous la forme de calcite ( $\text{CaCO}_3$ ) en XRD, présente une répartition hétérogène aussi bien dans les couches stériles que dans les foyers, liée probablement à sa granulométrie. En revanche, la variabilité des trois autres oxydes se manifeste nettement par une concentration plus élevée dans les foyers. Ces derniers sont plus riches en  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  sous la forme de goethite, en  $\text{MnO}$  probablement sous la forme d'un hydrate amorphe car non visible en XRD et en  $\text{P}_2\text{O}_5$  sous la forme d'hydroxyapatite.

Les résultats exposés ci-dessus montrent d'abord l'excellente complémentarité des analyses XRF et XRD. L'intensité des pics de diffraction des minéraux est en proportion de la composition chimique globale déterminée par XRF. On peut donc affirmer que les concentrations en  $\text{Fe}_2\text{O}_3$ ,  $\text{CaO}$  et  $\text{P}_2\text{O}_5$  sont représentatives respectivement de celles de la goethite, de la calcite et de l'hydroxyapatite. En ce qui concerne  $\text{MnO}$ , les concentrations les plus élevées (3,3%) ne mettent aucun composé cristallin en évidence par XRD. Il s'agit sans doute d'hydroxydes amorphes ou intégrés dans la goethite.

### 3.2.1.2. Analyse thermique STA

Un exemple caractéristique d'analyse STA réalisée sur un échantillon de sédiment « stérile » est montré dans la figure 8. La perte de masse jusqu'à 1000°C est exprimée par une courbe intégrale et par sa courbe dérivée qui met en évidence les principaux phénomènes thermiques. Ceux-ci, pour la plupart, sont identifiés par la nature des gaz dégagés ( $\text{H}_2\text{O}$  et  $\text{CO}_2$ ) déterminée par spectrométrie de masse. Un pic à 114°C traduit une perte d'humidité de l'échantillon d'environ 2%. Le pic suivant à 277°C, accompagné d'un départ de  $\text{H}_2\text{O}$  mais aussi d'un peu de  $\text{CO}_2$ , serait dû à la décomposition thermique de la goethite en hématite, mais aussi à une combustion de matières organiques en faible quantité. La perte d'eau importante entre 450°C et 600°C est due à la décomposition thermique des argiles, tandis que la dernière perte à 714°C, accompagnée d'un pic de  $\text{CO}_2$ , correspond à la décarbonatation de la calcite présente dans le sédiment.

La perte de masse totale se situe entre 7 et 8 % dans l'échantillon analysé. Elle est surtout sensible à la quantité de calcite qui présente, d'un échantillon à un autre, de fortes variations.

Ces transitions sont autant de marqueurs thermiques utiles pour détecter si un sédiment a subi un traitement thermique. Ainsi, un sédiment chauffé à 600°C pendant trois heures présente un diagramme de diffraction sensiblement modifié [fig. 9]. On note la disparition du pic principal (001) de l'argile clinocllore à 12,5° (2 $\theta$ ) ainsi que d'autres pics. Le pic observé à 6,5° (2 $\theta$ ) n'est pas rémanent du clinocllore ; il indique que la structure s'est transformée en réduisant son espace interfoliaire (Thorez, 2003 : 19-70). On note également la disparition de la goethite au profit de l'hématite dont la cristallisation est amorcée à cette température.

Des échantillons provenant des foyers ont été comparés à ces résultats. Comme cela avait été le cas avec le référentiel expérimental en XRD et XRF, la comparaison n'est pas probante : les marqueurs thermiques identifiés sur les échantillons expérimentaux n'ont pas été retrouvés sur les échantillons archéologiques prélevés dans les structures. Nous verrons, en revanche, que l'analyse thermique a livré des résultats intéressants dans le cas d'une « croûte » prélevée à la surface d'un calcaire.

### 3.2.2. Analyse de l'indice de cristallisation de l'hydroxyapatite

Un os cru, qu'il soit fossile ou récent, et quel que soit le mammifère à qui il appartient, présente, en diffraction RX, un élargissement des pics d'hydroxyapatite, son principal constituant minéral. Cet élargissement a pour origine une certaine quantité de carbonate de calcium, sous la forme de carbonate hydroxyapatite  $\text{Ca}_5(\text{PO}_4)_{3-x}(\text{CO}_3)_{x+1}\text{OH}_{x+1}$ . Le chauffage d'un os provoque, à partir de 500°C, une réorganisation du réseau cristallin de l'hydroxyapatite en libérant du  $\text{CO}_2$ , ce qui génère des pics plus fins et mieux séparés (Joly, March & Martinez, 2005 : 83-93 ; Person *et al.*, 1995 : 211-221). Ce phénomène a été observé expérimentalement par plusieurs chercheurs (Joly, March & Martinez, 2005 ; Stiner *et al.*, 1995 ; Person *et al.*, 1995 ; Shipman, Foster & Schoeninger, 1984 ; etc.) et nous avons nous-mêmes pu reproduire ces expérimentations.

Nous avons chauffé plusieurs matériaux osseux appartenant à des mammifères fossiles (os indéterminé n° 79, bison, blaireau, cheval) et actuel (vache) pendant 1 heure jusqu'à 900°C. L'évolution cristalline de l'hydroxyapatite en fonction de la température est portée à la figure 10, dans le cas d'un os de bison, à température ambiante, à 600°C et 800°C. En considérant la zone angulaire comprise entre 30 et 35° (2 $\theta$ ), on remarque à 800°C une individualisation complète des pics en même temps qu'un déplacement vers les plus petits angles correspondant à une maille élémentaire plus grande, comme suite à la perte de  $\text{CO}_2$ .

En considérant dans cette zone les quatre pics d'intensité h, a, b et c, on peut définir un indice de cristallinité suivant la formule :  $I_c = (a+b+c) / h$  (Joly, March & Martinez, 2005 : 83-93 ; Person *et al.*, 1995, 211-221). En portant les valeurs obtenues de  $I_c$  en fonction de la température [fig. 11], on observe à partir de 500°C une croissance importante de  $I_c$  suivie d'une stabilisation à partir de 700°C. La dispersion des points entre 550°C et 700°C se resserre à 800°C et à 900°C. Une moyenne a été tracée entre ces points, fournissant ainsi une courbe d'étalonnage permettant d'évaluer, à 50°C près, la température à laquelle les fragments d'os identifiés dans les foyers par XRD auraient été portés. En réexaminant la figure 7, représentative d'un foyer riche en phosphore (5,6% en  $P_2O_5$ ), on voit aisément une séparation des pics de type ha-b de l'hydroxyapatite, indicatrice d'une température d'environ 550°C.

Cependant, l'indice de cristallisation de l'hydroxyapatite n'est pas forcément uniquement influencé par les phénomènes thermiques. Dans certaines conditions, la cristallisation peut en effet être liée à des processus diagénétiques (voir e.a. Stiner *et al.*, 1995 ; Bartsiakos & Middleton, 1992 ; Shahack-Gross, Bar-Yosef & Weiner, 1997). Plusieurs études ont montré qu'en dessous d'un indice correspondant à 600/650°C, il n'est pas possible de différencier l'effet de la chaleur d'un processus naturel de cristallisation. Or, pour les 15 échantillons contenant de l'hydroxyapatite analysés jusqu'à présent au Tiène des Maulins, nous avons obtenu des indices correspondant à des températures comprises entre 540°C et 610°C (voir tableau 3). Bien que quelques indices permettent d'ores et déjà d'émettre des hypothèses quant aux conditions taphonomiques des niveaux étudiés, l'absence d'une étude approfondie et globale des processus de remplissage de la grotte-abri ne nous permet pas d'exclure l'influence de phénomènes diagénétiques sur ces échantillons.

### 3.2.3. Analyse des « croûtes » et traces noires prélevées à la surface des pierres de foyers

Les pierres situées dans les foyers sont soit d'origine siliceuse (galets), soit d'origine calcaire. Certaines de ces pierres sont revêtues de traces noires ou de croûtes foncées. 10 échantillons prélevés à la surface de galets et calcaires de structures différentes ont été analysés par XRF-XRD. Une croûte foncée sur pierre calcaire, l'échantillon 89 [fig. 12], a également fait l'objet d'une étude au microscope électronique à balayage. Pour deux échantillons, (n° 89 et n° 91) une analyse du carbone organique a également été réalisée.

#### 3.2.3.1. Analyses XRF-XRD

De façon générale, les échantillons présentent des concentrations en CaO, en MnO et en  $P_2O_5$  beaucoup plus importantes que dans les échantillons sédimentaires prélevés dans les structures (tableau 4). Pour l'échantillon 89, l'analyse XRF (tableau 5) met en évidence des concentrations en CaO (32,8%),  $P_2O_5$  (22%) et MnO

(11,8%) beaucoup plus importantes que dans les sédiments des foyers. Le rapport molaire Ca/P = 1,9 est légèrement supérieur au rapport théorique de 1,66 dans l'hydroxyapatite pure. L'excès de Ca devrait se retrouver sous la forme de calcite. Les concentrations en  $SiO_2$  et en  $Al_2O_3$  sont nécessairement réduites, mais le rapport  $SiO_2/Al_2O_3$  reste proche de 3, en conformité avec le sédiment. La concentration en  $Fe_2O_3$  (2,48%) est également en proportion de celle de  $SiO_2$  et de  $Al_2O_3$  observée dans le sédiment. Le fer ne semble donc pas lié au manganèse dans la croûte.

L'analyse XRD de l'échantillon 89 [fig. 12] révèle la présence des minéraux du sédiment environnant (quartz, muscovite, calcite) à l'exception du clinocllore. D'après le référentiel expérimental que nous avons établi à partir de sédiments chauffés en laboratoire, l'absence de ce minéral, alors que la muscovite est bien présente, est l'indice d'un chauffage à au-moins 500°C, mais à moins de 750°C, étant donné la présence de calcite.

Par ailleurs, les pics de l'hydroxyapatite sont intenses et exhibent une séparation de type ha-b indiquant que la matière osseuse pourrait avoir subi un traitement thermique égal ou supérieur à 550°C. La concentration en manganèse est telle qu'on devrait observer les pics d'un composé en XRD si ce composé était cristallisé, par exemple  $MnO_2$  (pyrolusite) ou  $Mn_2O_3$  (bixbiite). L'absence de tels pics indique que Mn est sous une forme oxydée amorphe, wad ou  $Mn_5O_8$  par exemple (5).

#### 3.2.3.2. Analyse du carbone organique

Une analyse du carbone organique des échantillons 89 et 91 donne des valeurs réduites respectivement à 0,57% et à 0,24%. Sachant qu'un os de vache cru contenait 10,73 % de C organique et que d'après Joly, March & Martinez (2005 : 83-93) un os traité vers 300°C peut encore en contenir 2%, les valeurs de C organique des croûtes sont très faibles, ce qui, d'après ces auteurs, situerait les températures de combustion au delà de 500°C, voire peut-être 600°C.

#### 3.2.3.3. Analyse au microscope à balayage

L'analyse globale de la croûte par XRF-XRD a été complétée par un examen au microscope à balayage afin de préciser la répartition des éléments ainsi analysés. La figure 13 représente la cartographie d'une coupe réalisée sur l'échantillon 89. Le manganèse est renforcé en plusieurs endroits, notamment sous la forme d'une couche en contact avec la pierre et sous la forme d'un nodule dans la partie supérieure droite. Le calcium et le phosphore sont logiquement associés et renforcés en certaines zones proches de celles plus riches en Mn. Dans la partie supérieure droite, on peut identifier un fragment osseux aciculaire. Si et Al sont associés dans des zones pauvres en Ca, P et Mn et représentent une matrice argileuse dans laquelle des zones renforcées en Si correspondent à des grains de quartz inférieurs à 50  $\mu m$ .

La pierre calcaire ainsi analysée a donc été recouverte d'une couche composée de 3 matières d'origines différentes : des débris d'os finement divisés, un oxyde de Mn amorphe et le sédiment propre aux niveaux étudiés.

### **3.3. Interprétation archéologique des résultats d'analyses chimiques**

#### **3.3.1. Hydroxyapatite : indice de l'utilisation de combustibles osseux ?**

Le phosphate identifié en XRF correspond, d'après les analyses XRD, à la présence d'hydroxyapatite. Nos analyses indiquent donc une quantité parfois assez importante de résidus osseux de très petites dimensions au sein des structures. La concentration de ces restes osseux dans le périmètre des structures, alors que ceux-ci sont presque absents dans les sédiments « stériles », suggère bien entendu un lien avec les activités de combustion. L'analyse de l'indice de cristallisation de l'hydroxyapatite semblerait confirmer cette hypothèse, mais il n'est pas possible à ce stade d'exclure l'impact d'éventuels phénomènes diagénétiques.

Il semble néanmoins légitime d'explorer dès à présent les raisons qui auraient pu conduire les Néandertaliens à brûler ces ossements. Deux explications semblent se dégager si l'on tient compte des recherches effectuées sur d'autres gisements : l'utilisation d'ossements comme combustible ou l'utilisation du feu pour se débarrasser de déchets osseux encombrants (Théry-Pariset & Costamagno, 2005 ; Costamagno *et al.*, 2009). Ces deux hypothèses ne sont d'ailleurs pas mutuellement exclusives.

L'état très fragmentaire et dégradé de ces micro-restes osseux n'en demeure pas moins intrigant. Les premières observations réalisées à la loupe binoculaire et au MEB pourraient suggérer un prétraitement, par broyage par exemple. L'utilisation de combustibles osseux est notamment attestée pour le gisement moustérien de Remicourt (Bosquet, Damblon & Haesaerts, 2009). Ce site est situé en Province de Liège, à 75 km du Tiène des Maulins. L'analyse de l'industrie lithique et des résidus osseux découverts à Remicourt suggère un prétraitement des ossements destinés à être utilisés comme combustibles. Des analyses et vérifications supplémentaires sont bien évidemment nécessaires, mais il n'est pas impossible que l'alimentation en combustible des foyers du Tiène des Maulins se soit déroulée de façon similaire.

#### **3.3.2. La présence de manganèse dans les sédiments des structures et à la surface des pierres de foyers**

Tout comme le phosphate, le fer et le manganèse sont présents en quantités plus importantes dans les sédiments des structures et à la surface de certaines pierres de foyers que dans les sédiments « stériles ». Cette distribution semble, ici encore, indiquer un lien entre ces éléments et les structures observées.

La présence de manganèse, en particulier, est interpellante. En effet, il existe plusieurs cas célèbres d'erreurs de diagnostic causés par des taches de manganèse interprétées comme des traces de calcinations (voir e.a. James *et al.*, 1989). Au Tiène des Maulins, la distribution cohérente des traces noires sur les pierres par rapport à ce qui serait le centre de combustion ainsi que la répartition préférentielle des pierres noircies dans les structures semble plaider en défaveur d'une origine naturelle. Ce critère n'est cependant pas discriminatoire, surtout dans des niveaux pour lesquels les processus naturels – pédologiques et géologiques – demeurent mal connus. Il est donc difficile de trancher, à ce stade, d'autant plus que plusieurs autres explications possibles doivent également être examinées.

L'analyse de l'échantillon 89 au microscope à balayage a montré l'association du manganèse à des particules osseuses qui semblent finement broyées. Cette observation, si elle venait à être confirmée pour d'autres échantillons, pourrait suggérer une origine anthropique pour ces minéraux. L'hypothèse d'une fonction technique pour certaines des structures étudiées devrait alors être envisagée.

Enfin, la possibilité d'une superposition de phénomènes naturels et de traces d'origine anthropique n'est pas à exclure, elle non plus. Dans une étude menée sur 30 pièces osseuses noircies provenant des niveaux aurignaciens et moustériens de Hayonim, en Israël, 5 échantillons présentaient à la fois des traces de manganèse et les signes caractéristiques d'une exposition au feu (Shahack-Gross, Bar-Yosef & Weiner, 1997 : 443-444). Le même cas de figure pourrait être valable pour les pierres noircies observées au Tiène des Maulins.

#### **3.3.3. Les marqueurs thermiques**

##### **3.3.3.1. L'analyse des sédiments**

Nous l'avons vu, la comparaison des résultats des analyses XRF-XRD et STA obtenus pour des échantillons sédimentaires prélevés dans les foyers avec le référentiel expérimental que nous avons constitué n'a pas permis de confirmer la présence de phénomènes thermiques en association avec les structures. Plus particulièrement, les analyses XRD ont montré la présence de minéraux qui disparaissent normalement à basse température. Ce constat semble *a priori* incompatible avec le diagnostic archéologique et les résultats des analyses TL.

Cette apparente contradiction pourrait cependant s'expliquer par l'intrusion de sédiments fluviaux post-dépositionnels dans les structures. La présence de sédiments non cuits mêlés à des particules qui semblent correspondre à des résidus de combustion (dont des micro-fragments osseux) a en effet été observée lors de l'examen à la loupe binoculaire de la fraction totale sédimentaire prélevée dans les couches sombres des structures. L'hypothèse d'inondations répétées ayant emporté la partie supérieure des structures (cendres et

charbons) et provoqué l'infiltration de sédiments loessiques au sein des structures semble bien correspondre aux différents indices relevés.

### 3.3.3.2. L'analyse des « croûtes » noires

Les seuls marqueurs thermiques que nous ayons pu identifier ont été livrés par l'analyse des « croûtes » noires prélevées à la surface de calcaires provenant des structures. Pour l'échantillon 89, l'absence de clinochlore suggère une exposition à des températures comprises entre 500°C et 750°C. Les valeurs obtenues par l'analyse du carbone organique sur les échantillons 89 et 91 sont également indicatives de températures proches de 500°C ou 600°C.

Ces résultats doivent bien entendu être confirmés par de nouvelles analyses. Notons cependant que la présence de marqueurs thermiques dans les « croûtes » alors que ceux-ci sont inexistantes dans les sédiments n'est pas incohérente si l'on considère l'hypothèse des inondations. En effet, la texture solide et adhérente de ces encroûtements les rend probablement imperméables, ce qui explique peut-être l'absence d'infiltrations de sédiments post-dépositionnels dans ces échantillons.

### 3.3.3.3. Thermoluminescence

Des explications d'ordre taphonomique pourraient donc expliquer l'absence de marqueurs thermiques dans les sédiments des foyers. Néanmoins, tant que les résultats obtenus sur les « croûtes » ne sont pas confirmés par l'analyse de nouveaux échantillons, les seules données de laboratoire univoques permettant d'associer les structures observées archéologiquement à des phénomènes de combustion sont les datations par thermoluminescence. Afin que ces résultats puissent être confirmés, de nouvelles analyses TL seront effectuées dans un autre laboratoire.

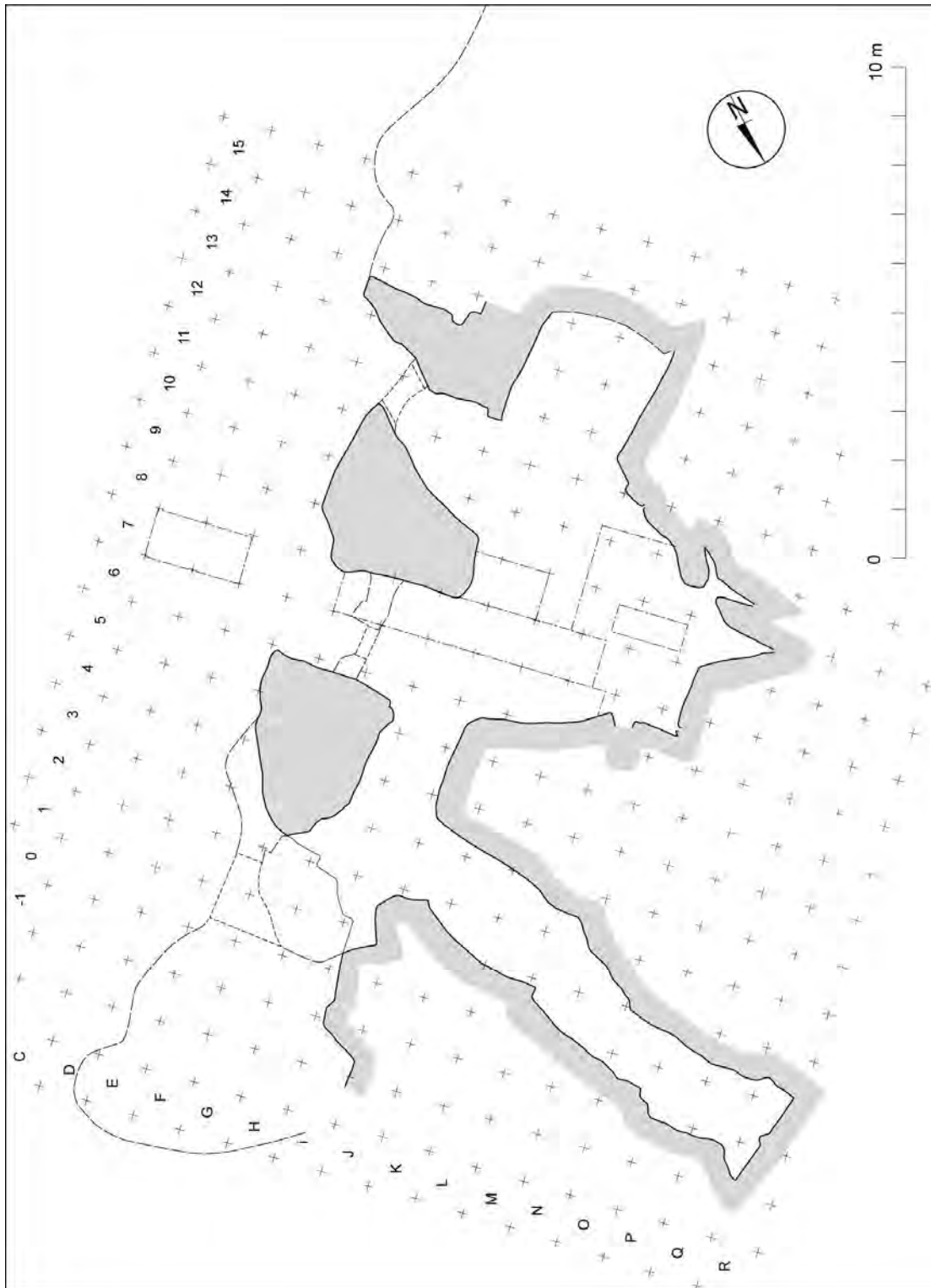
## 4. CONCLUSION

L'interprétation des analyses de laboratoire n'est jamais aisée. La signification archéologique des résultats obtenus par XRF, XRD, STA ou encore au MEB ne se donne jamais de façon immédiate. Pour les structures du Tiène des Maulins, de nombreuses questions restent d'ailleurs en suspens, tels que les facteurs influençant l'indice de cristallisation de l'hydroxyapatite, l'origine du manganèse ou encore l'apparente incohérence des différents marqueurs thermiques. La multiplication des types d'analyses nous paraît être la meilleure façon de faire face à ces difficultés d'interprétation. Par cette méthode, plusieurs pistes ont en effet déjà pu être dégagées. Notre travail souligne donc tout l'intérêt qu'il y a d'envisager les analyses de laboratoire, non pas comme des expertises ponctuelles, mais bien comme une partie intégrante du raisonnement archéologique.

## BIBLIOGRAPHIE

- BARTSIOKAS A. & MIDDLETON A.P., 1992. Characterization and dating of recent and fossil bone by x-ray diffraction, *Journal of Archaeological Science*, 19, p. 63-72.
- BOSQUET D., DAMBLON F., HAESAERTS P., 2009. Mise en évidence de l'utilisation d'un combustible osseux au Paléolithique moyen : le cas du gisement de Remicourt "En Bia Flo" I (Province de Liège, Belgique), dans : THÉRY-PARISOT I., COSTAMAGNO S., HENRY A. (ed.), *Gestion des combustibles et statut des sites au Paléolithique et au Mésolithique. Nouveaux outils, nouvelles interprétations*. Actes du 15<sup>e</sup> Congrès de l'UISPP (Lisbonne, 4-9 septembre 2006), 2009, Oxford, Archaeopress, p. 85-99 (BAR International Series, 1914).
- CHALMIN É., 2010. *Les oxydes de manganèse comme pigments noirs au Paléolithique supérieur. Caractérisation et usage*, Saarbrücken, Éditions universitaires européennes, 379 p.
- COSTAMAGNO S., THÉRY-PARISOT I., CASTEL J.C. & BRUGAL J.-P., 2009. Combustible ou non ? Analyse multifactorielle et modèles explicatifs sur des ossements brûlés paléolithiques, dans : THÉRY-PARISOT I., COSTAMAGNO S. & HENRY A. (ed.) *Gestion des combustibles et statut des sites au Paléolithique et au Mésolithique. Nouveaux outils, nouvelles interprétations*. Actes du 15<sup>e</sup> Congrès de l'UISPP (Lisbonne, 4-9 septembre 2006), p. 65-84.
- COURTY M.-A., 1983. Interprétation des aires de combustions par la micromorphologie, *Bulletin de la Société Préhistorique française*, 80, 6, p. 169-171.
- COURTY M.-A., GOLDBERG P., MACPHAIL R., 1989. *Soils and micromorphology in archaeology*, Cambridge, University Press, 364 p.
- GROENEN M., 2004. Stratégie de gestion de l'espace au Paléolithique : l'exemple de la grotte-abri du Tiène des Maulins, *Notae praehistoricae*, 24, p. 221-229.
- GROENEN M., 2004. Rochefort/Éprave : campagne de fouille 2002-2003 dans la grotte-abri du Tiène des Maulins, *Chronique de l'Archéologie wallonne*, 12, p. 200-202.
- GROENEN M., 2005. Interprétation des datations absolues aurignaciennes et moustériennes pour la grotte-abri du Tiène des Maulins, *Notae praehistoricae*, 25, p. 71-79.
- GROENEN M., 2006. Rochefort/Éprave : campagne de fouille 2004 dans la grotte-abri du Tiène des Maulins, *Chronique de l'Archéologie wallonne*, 13, p. 227-231.
- GROENEN M., 2011. La grotte-abri du Tiène des Maulins : 75.000 millénaires d'occupations préhistoriques, *Cercle culturel et historique de Rochefort*, 46, p. 79-90, 9 fig.
- GROENEN M., 2011. Rochefort/Éprave : campagne de fouille 2009 dans la grotte-abri du Tiène des Maulins, *Chronique de l'Archéologie wallonne*, 18, p. 218-221, 2 fig.
- GROENEN M. & SMOLDEREN A., 2012. Rochefort/Éprave : campagne de fouilles 2010 dans la

- grotte-abri du Tiène des Maulins, *Chronique de l'Archéologie wallonne*, 19.
- HESSE A., 1994. Introduction à l'archéométrie, *Histoire et Mesures*, 9, p. 209-212.
- JAMES S.R., DENNEL R.W., GILBERT A.S., LEWIS H.T., GOWLETT J.A., LYNCH T.F., MCGREW W.C., PETERS C.R., POPE G.G. & STAHL A.B., 1989. Hominid use of fire in the Lower and Middle Pleistocene : a review of the evidence, *Current Anthropology*, 30, p. 1-26.
- JOLY D., MARCH R.J. & MARTINEZ G., 2005. Les os brûlés de Paso Otero : un témoignage possible de l'utilisation de l'os comme combustible par des chasseurs-cueilleurs de la fin du pléistocène en Argentine, *Archeosciences*, 29, p. 83-93.
- LANGOUET L., 1994. L'archéologue devant les moyens offerts par l'archéométrie, *Histoire et Mesures*, 9, p. 395-401.
- MARION J.M., MOTTEQUIN B., BARCHY L., BLOCKMANS S. & DUMOULIN V., 2011. Contexte géologique et structural de la région de Rochefort (Synclinorium de Dinant, Belgique), *Geological Survey of Belgium Professional Paper*, 309, p. 27-38, 10 fig.
- MASSON B., 2010. Structures de combustion et structures périglaciaires. Ré-examen taphonomique des structures de combustion moustériennes de Saint-Vaast-La-Hougue (50), dans : THÉRY-PARISOT I., CHABAL L. & COSTAMAGNO S. (dir.), *Taphonomie de la combustion des résidus organiques et des structures de combustion en contexte archéologique*. Actes de la table-ronde tenue à Valbonne, 27-29 mai 2008, *P@lethnologie*, 2, p. 5-23, 60 fig.
- PERSON A., BOCHERENS H., SALIÈGE J.F., PARIS F., ZEITOUN V., GERARD M., 1995. Early evolution of bone phosphate : an X-ray diffractometry analysis, *Journal of Archaeological Science*, 22, p. 211-221.
- RICHARD J.F., 1990. *Les activités mentales. Comprendre, raisonner et trouver des solutions*, Paris, Armand Colin, 435 p.
- RICHARD J.F., 2005. *Les activités mentales. De l'interprétation de l'information à l'action*, Paris, Armand Colin, 428 p.
- SAILLOT I., PATOU-MATHIS M., RICHARD J.F., SANDER E. & POITRENAUD S., 2002. Modéliser les activités cognitives des hommes au Paléolithique, *Mathématiques et Sciences humaines*, 159, p. 55-72.
- SHAHACK-GROSS R., BAR-YOSEF O. & WEINER S., 1997. Black-coloured bones in Hayonim Cave, Israel: differentiating between burning and oxide staining, *Journal of Archaeological Science*, 24, p. 439-446.
- SHIPMAN P., FOSTER G. & SCHOENINGER M. (1984). Burnt bones and teeth : an experimental study of color, morphology, crystal structure and shrinkage, *Journal of Archaeological Science*, 11, p. 307-325.
- SMOLDEREN A., 2009. *Analyse fonctionnelle des structures de combustion moustériennes du Tiène des Maulins (Rochefort, Province de Namur)*. Mémoire de maîtrise (ULB).
- SOLER MAYOR B., 2003. L'expérimentation et les roches chauffées, dans : FRÈRE-SAUTOT M.C. (dir.), *Le feu domestique et ses structures au Néolithique et aux Âges des Métaux*. Actes du colloque de Bourg-en-Bresse et Beaune, 7-8 octobre 2000, Montagnac, Monique Mergoïl, p. 245-256, 9 fig.
- STINER M.C., KUHN S.L., WEINER S. & BAR-YOSEF O., 1995. Differential burning, recrystallisation and fragmentation of archaeological bone, *Journal of Archaeological Science*, 22, p. 223-237.
- THÉRY-PARISOT I. & COSTAMAGNO S., 2005. Propriétés combustibles des ossements. Données expérimentales et réflexions archéologiques sur leur emploi dans les sites paléolithiques, *Gallia Préhistoire*, 47, p. 235-254.
- THOREZ J., 2003. L'argile, minéral pluriel, *Bulletin de la Société Royale des Sciences de Liège*, 72, 1, p. 19-70.



**Figure 1. Tiène des Maulins, plan de la grotte-abri.**  
*Tiène des Maulins, plan of the cave shelter.*

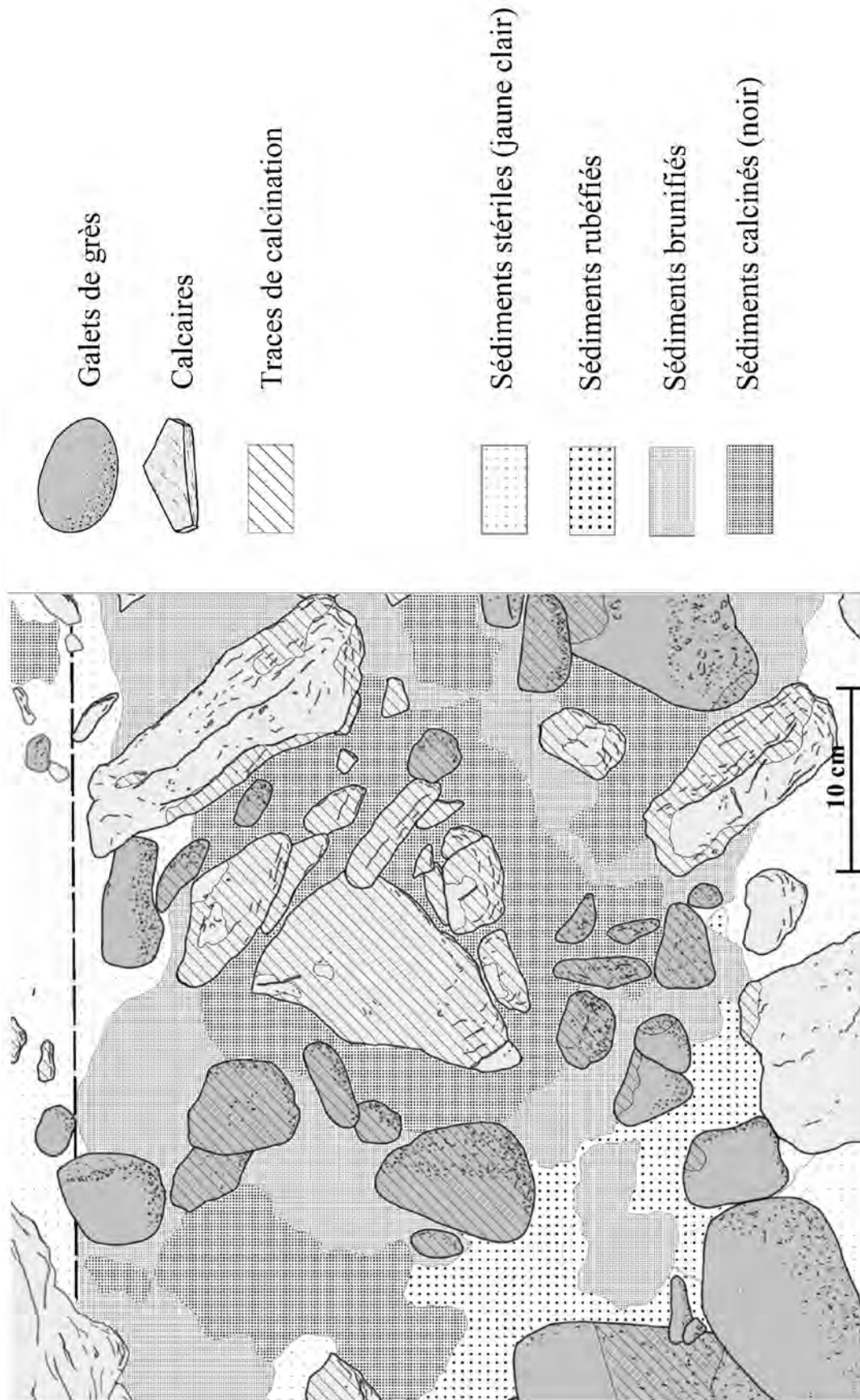
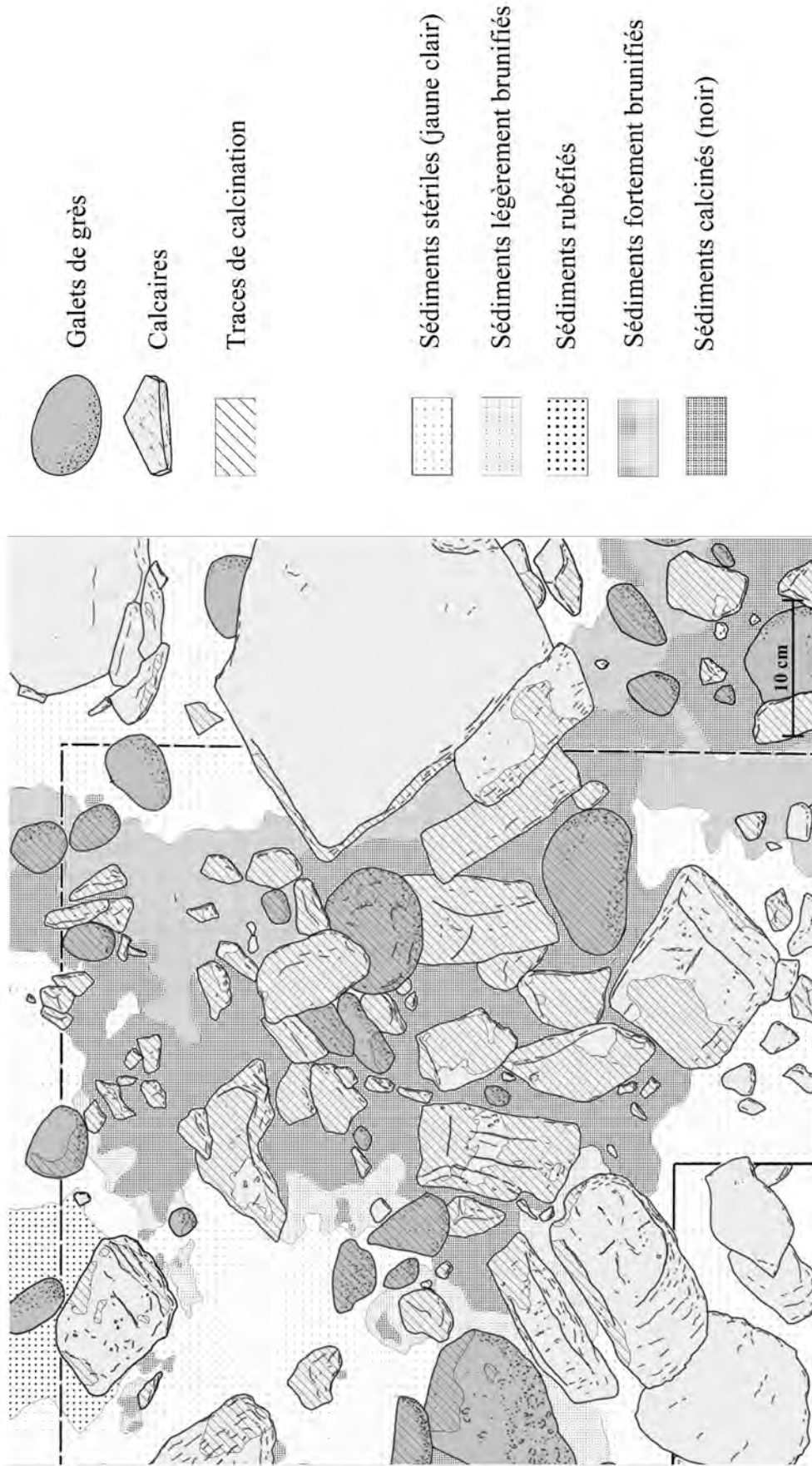


Figure 2. Structure F11. Relevé A. Smolderen.  
Structure F11.





*Figure 3. Structure F10 (niveau 1). Relevé A. Smolderen.  
Structure F10 (level 1).*

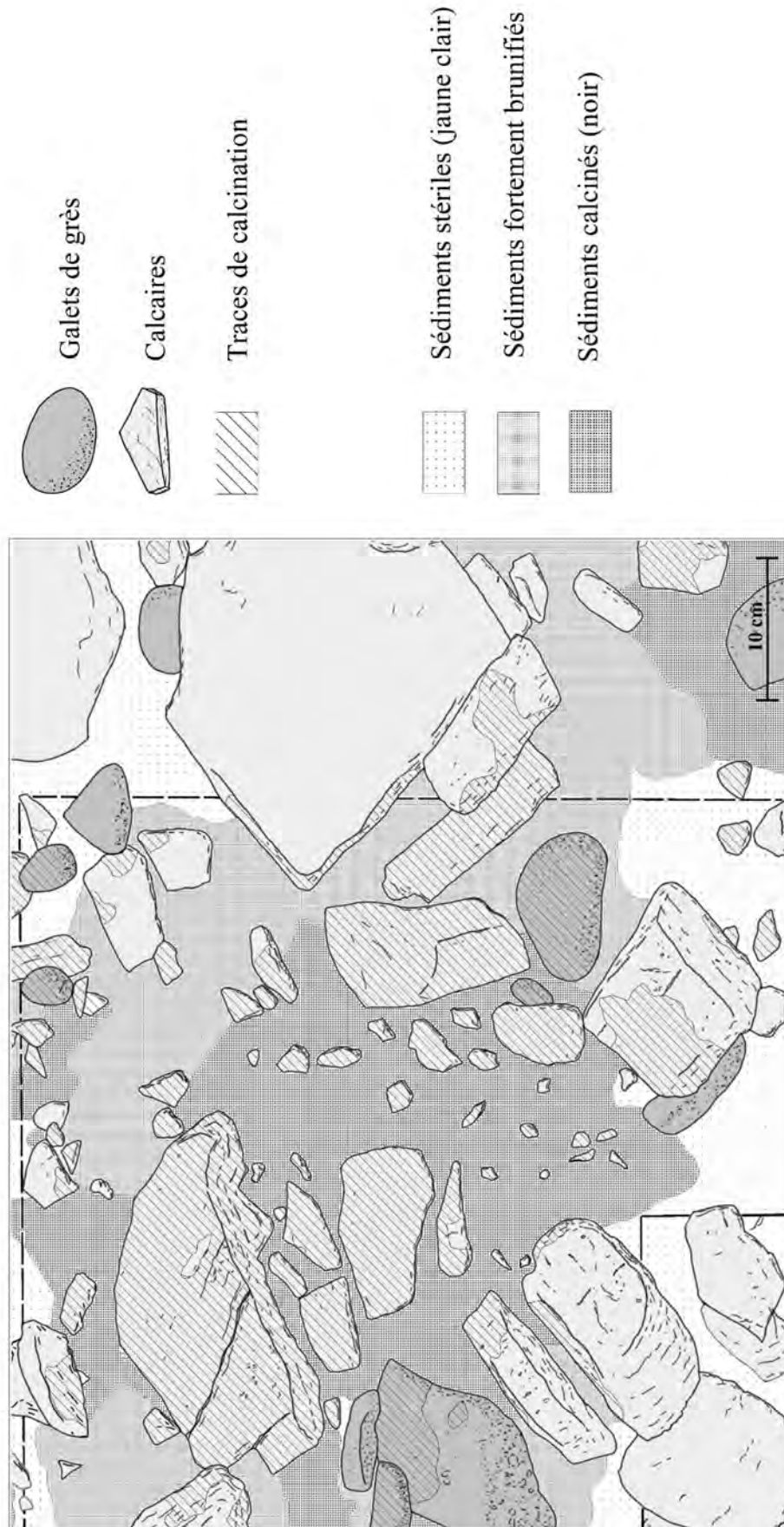


Figure 4. Structure F10 (niveau 2). Relevé A. Smolderen.  
Structure F10 (level 2).



**Figure 5. Structure F2 (niveau 1). Relevé A. Smolderen.**  
*Structure F2 (level 1).*

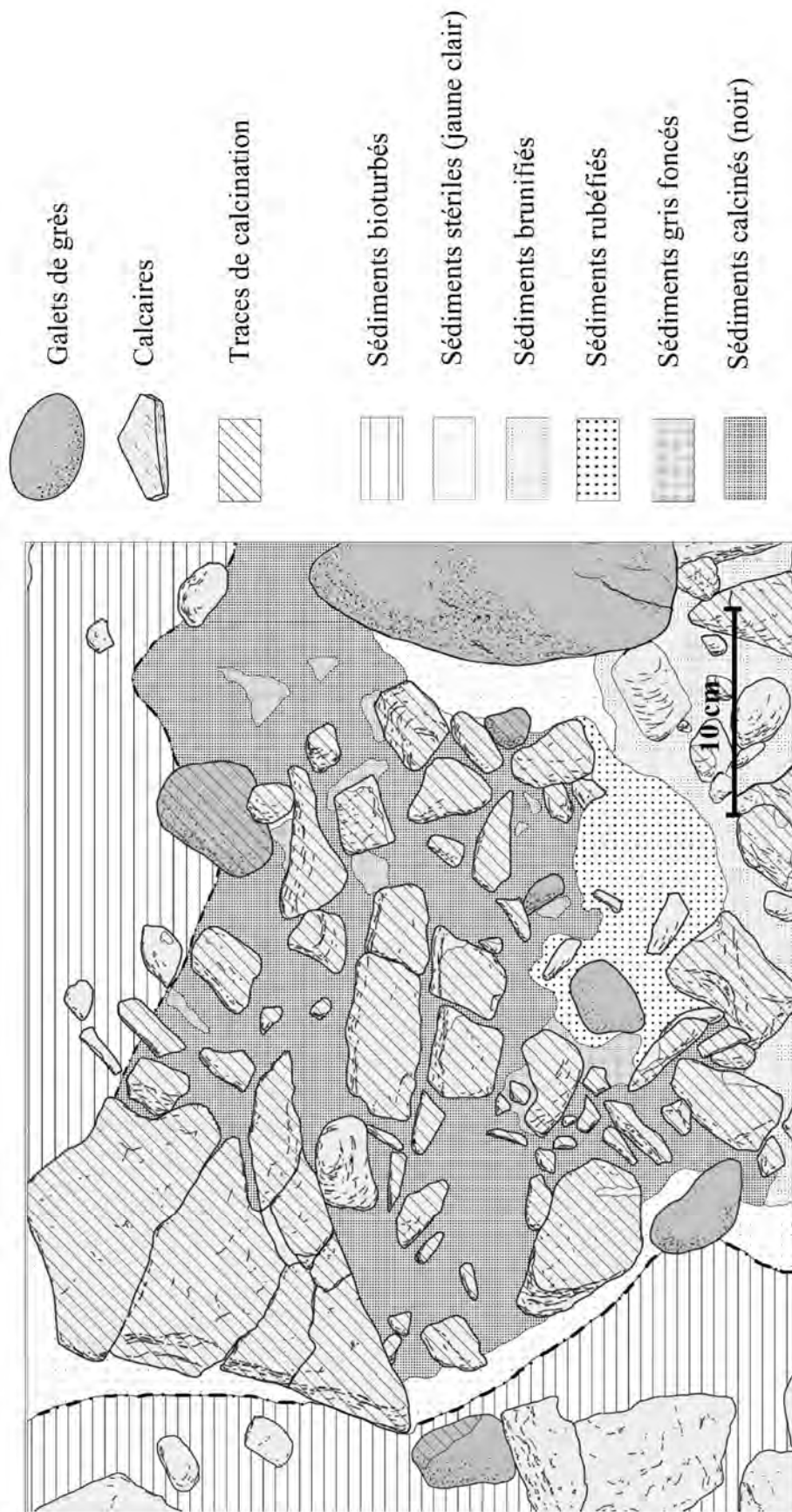
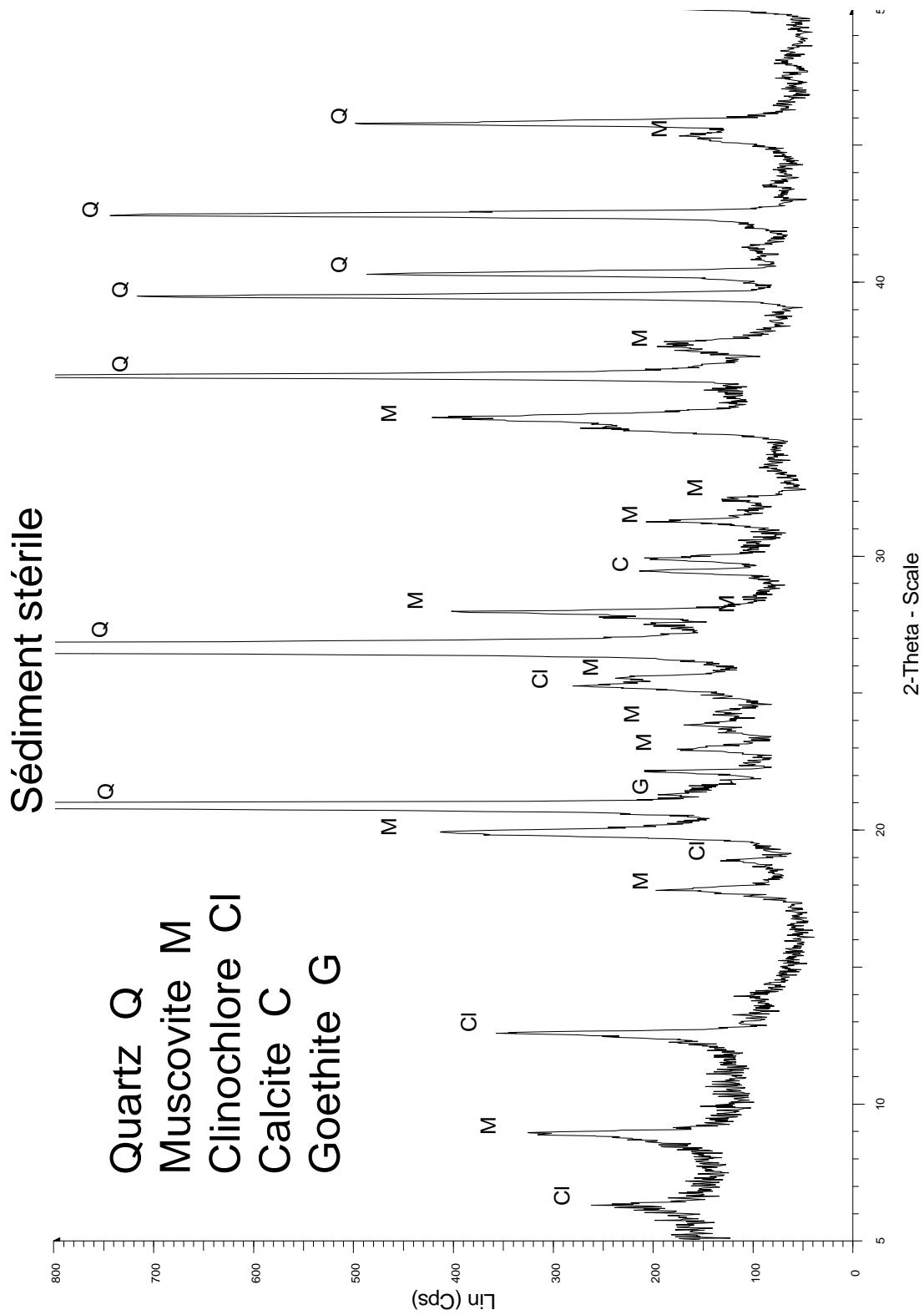


Figure 6. Structure F2 (niveau 2). Relevé A. Smolderen.  
Structure F2 (level 2).



**Figure 7a. Diagramme XRD d'un sédiment stérile.**  
*XRD diagram of a barren sediment.*

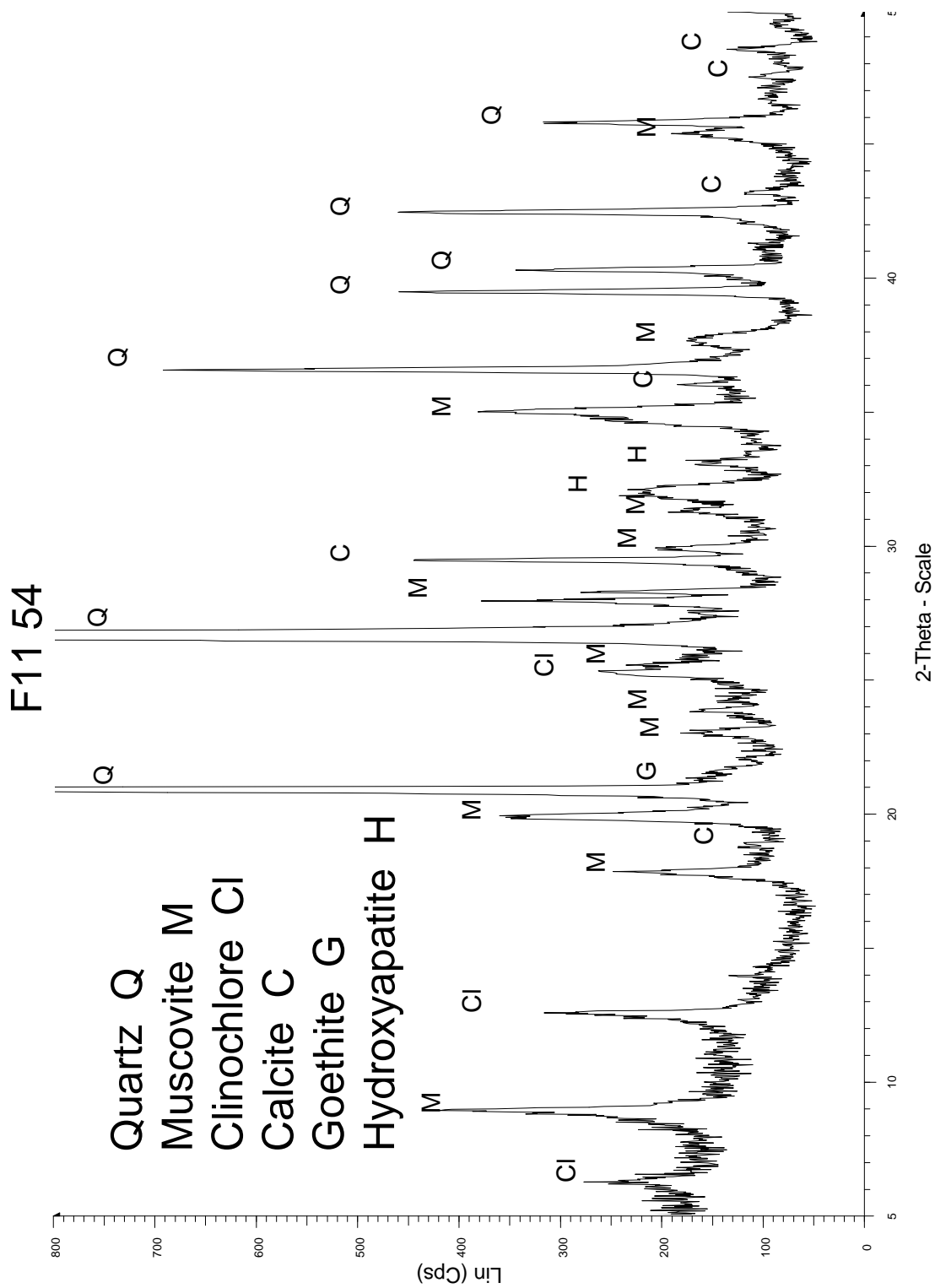


Figure 7b. Diagramme XRD d'un foyer F11 (54).  
XRD Diagram of hearth F11 (F54).

Sédiment stérile			
Compound	nZ	Compound	Element
		weight %	weight %
SiO <sub>2</sub>	14	66.7	31.18
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	13	19.98	10.57
Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	26	5.433	3.8
K <sub>2</sub> O	19	3.233	2.684
MgO	12	1.53	0.922
CaO	20	1.04	0.741
TiO <sub>2</sub>	22	0.831	0.498
Na <sub>2</sub> O	11	0.574	0.426
P <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	15	0.354	0.155
SO <sub>3</sub>	16	0.082	0.033
ZrO <sub>2</sub>	40	0.0504	0.0373
BaO	56	0.048	0.043
MnO	25	0.0446	0.0345
V <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	23	0.024	0.013
Cr <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	24	0.018	0.012
Total weight %		100	

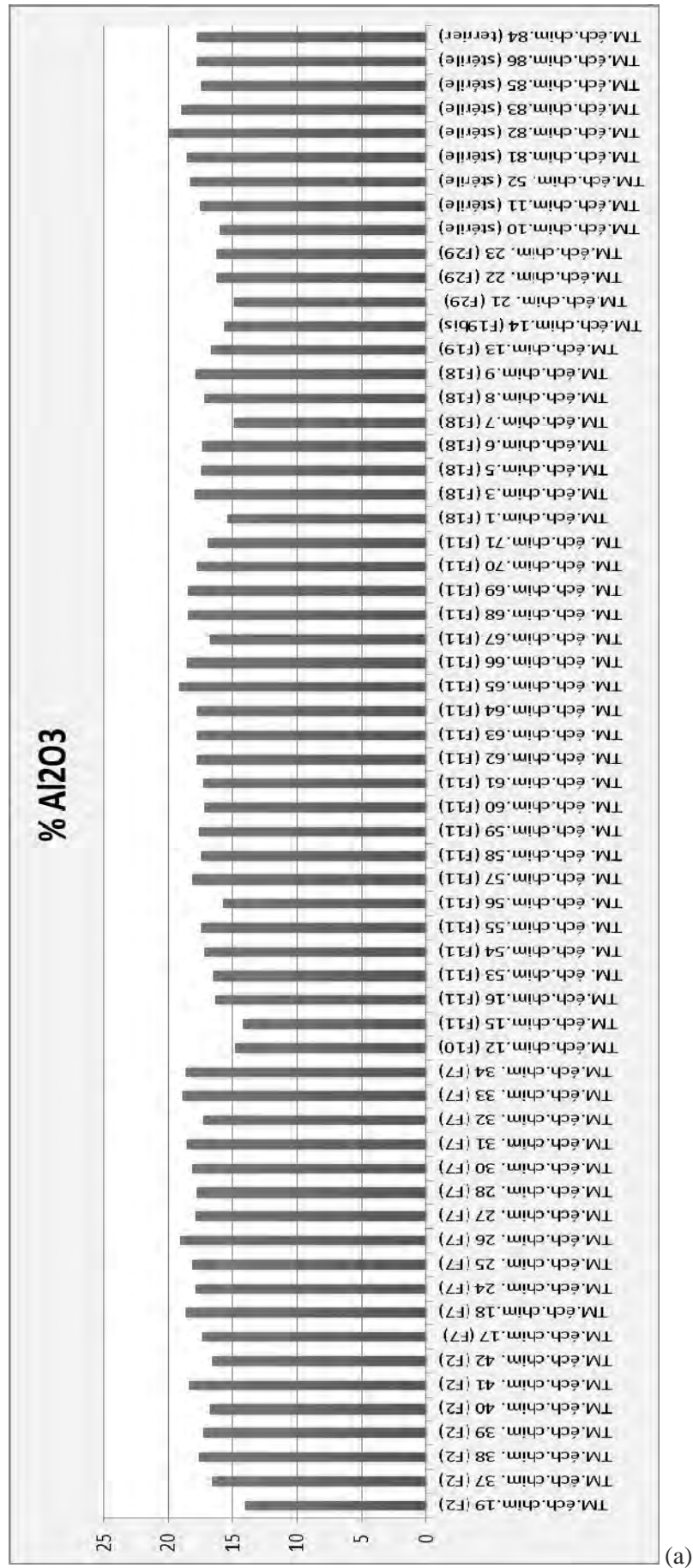
F11 54			
Compound	nZ	Compound	Element
		weight %	weight %
SiO <sub>2</sub>	14	52.24	24.4
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	13	17.19	9.088
Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	26	8.572	5.991
CaO	20	7.958	5.683
P <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	15	5.59	2.44
K <sub>2</sub> O	19	3.423	2.84
MnO	25	1.94	1.5
MgO	12	1.66	0.998
TiO <sub>2</sub>	22	0.691	0.414
Na <sub>2</sub> O	11	0.394	0.292
BaO	56	0.118	0.106
SO <sub>3</sub>	16	0.084	0.034
ZnO	30	0.0371	0.0298
ZrO <sub>2</sub>	40	0.02	0.0148
Cr <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	24	0.018	0.012
Total weight %		100	

**Tableau 1. Analyse par XRF d'un échantillon à l'extérieur d'un foyer (stérile) et dans un foyer.**

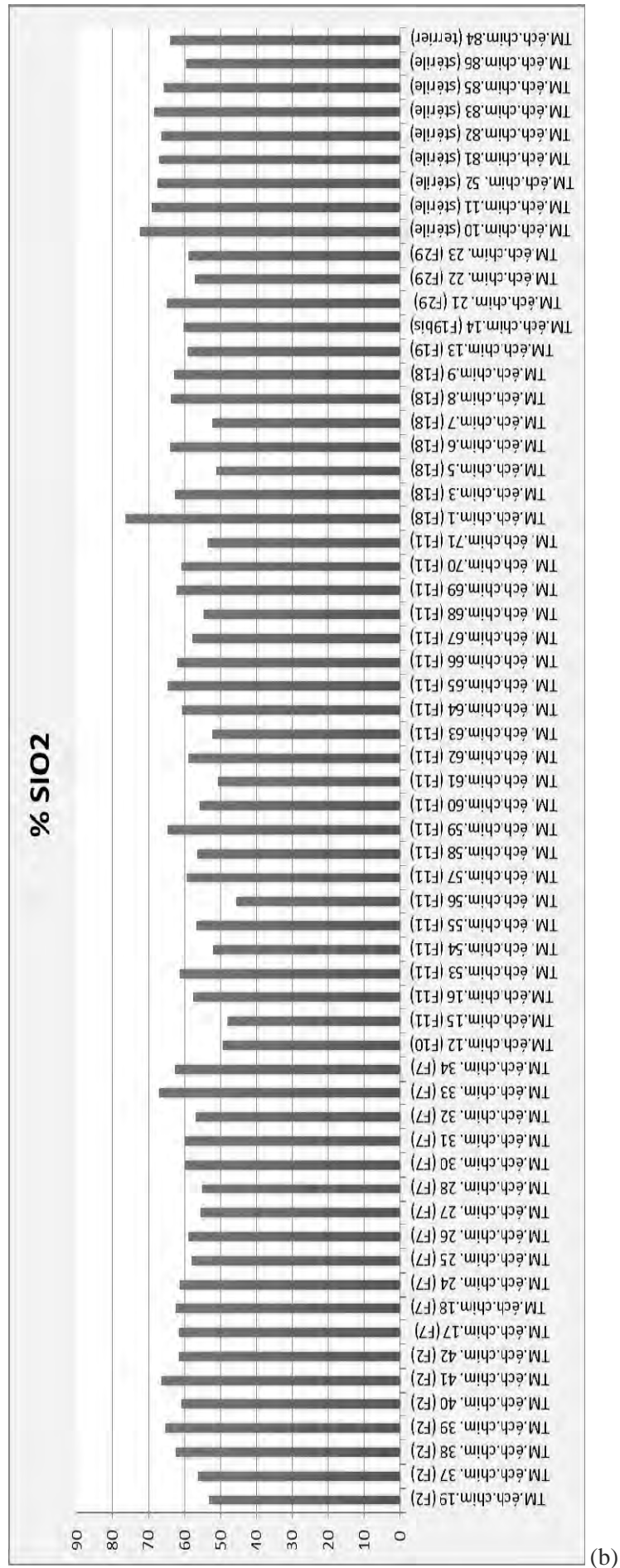
**Les concentrations sont exprimées en oxyde (colonne 3) et en élément (colonne 4).**

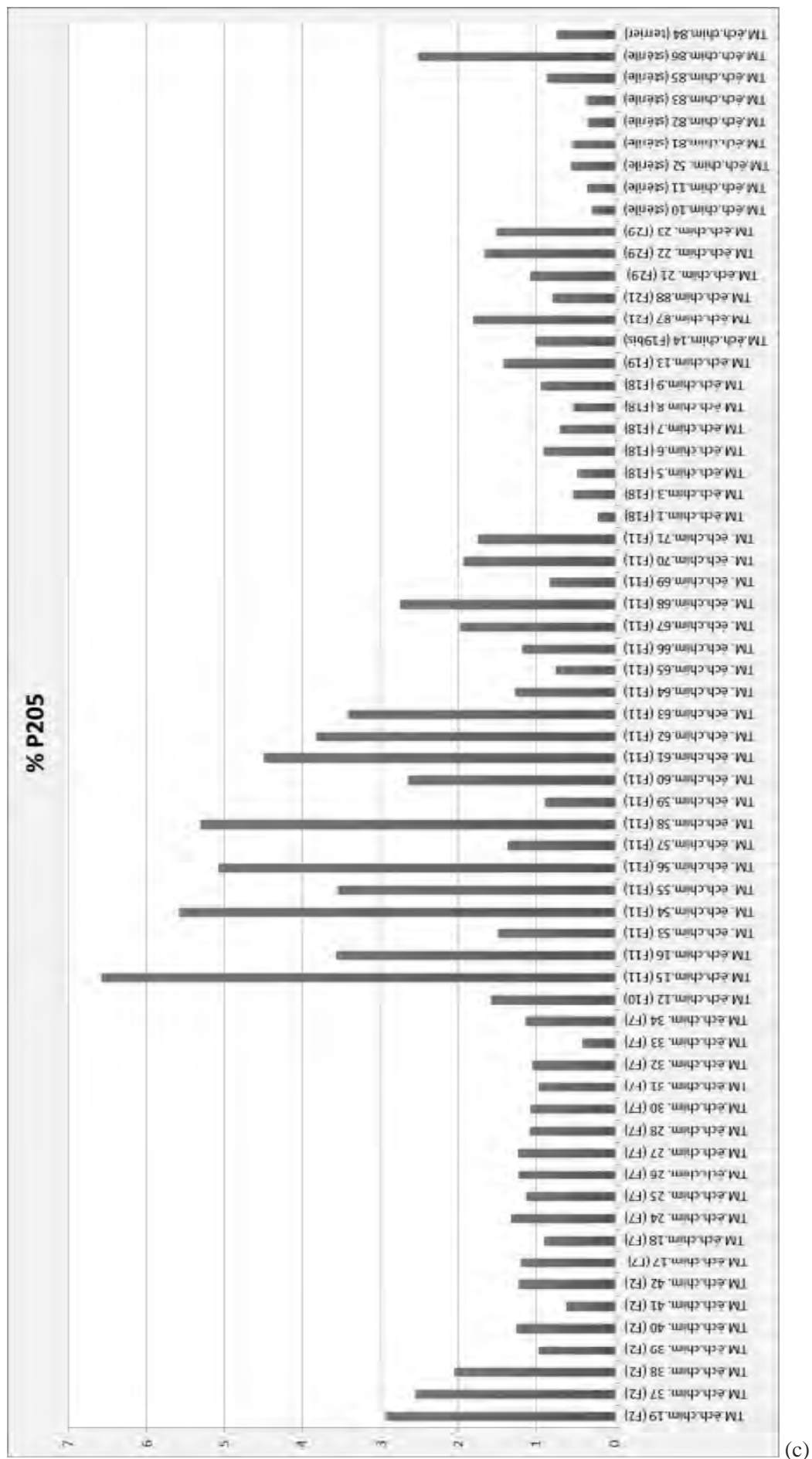
*XRF analysis of a sample outside a (barren) hearth and inside an hearth.*

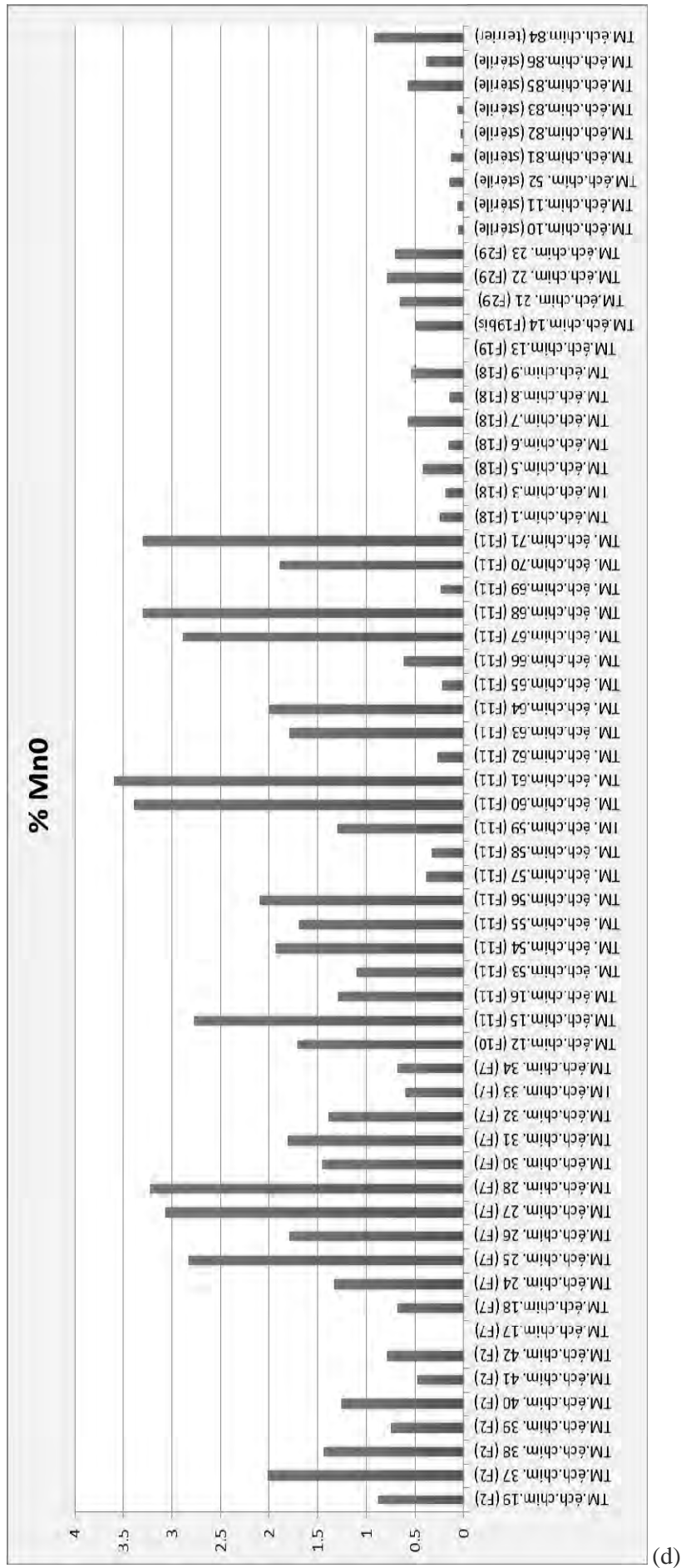
*The concentrations are expressed in oxyde (column 3) and in element (column 4).*

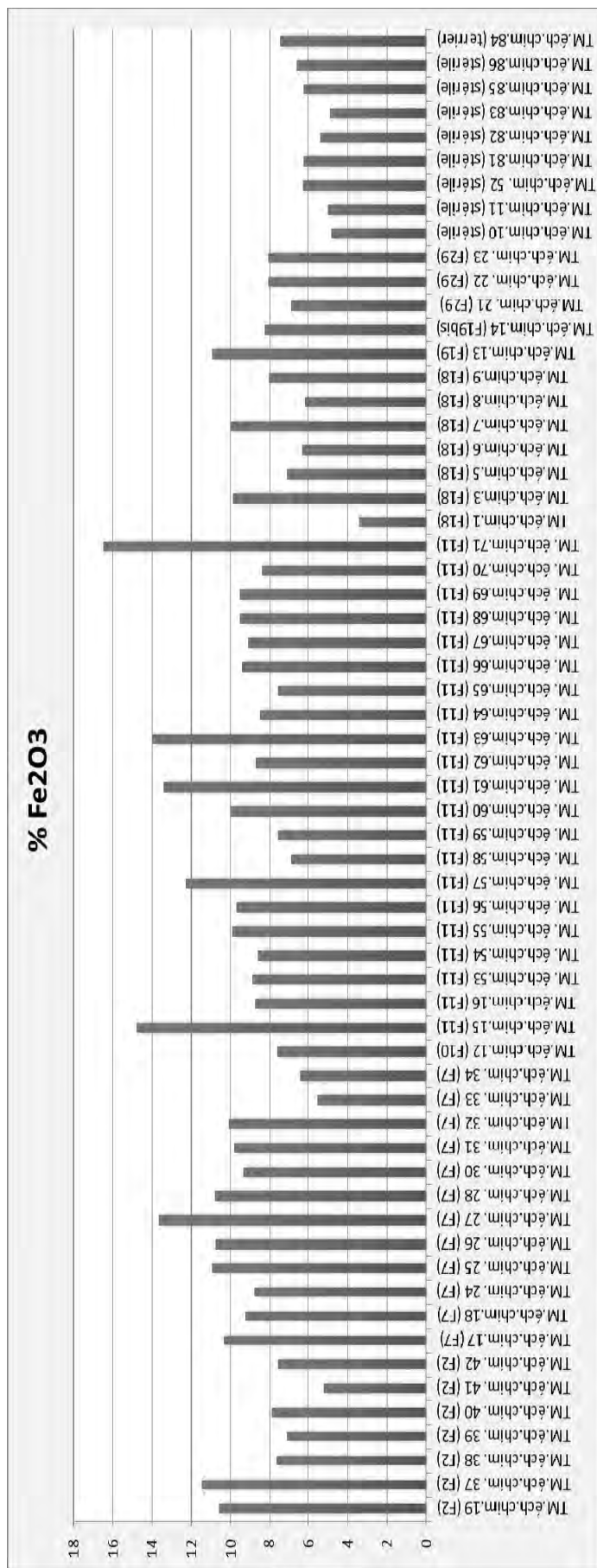






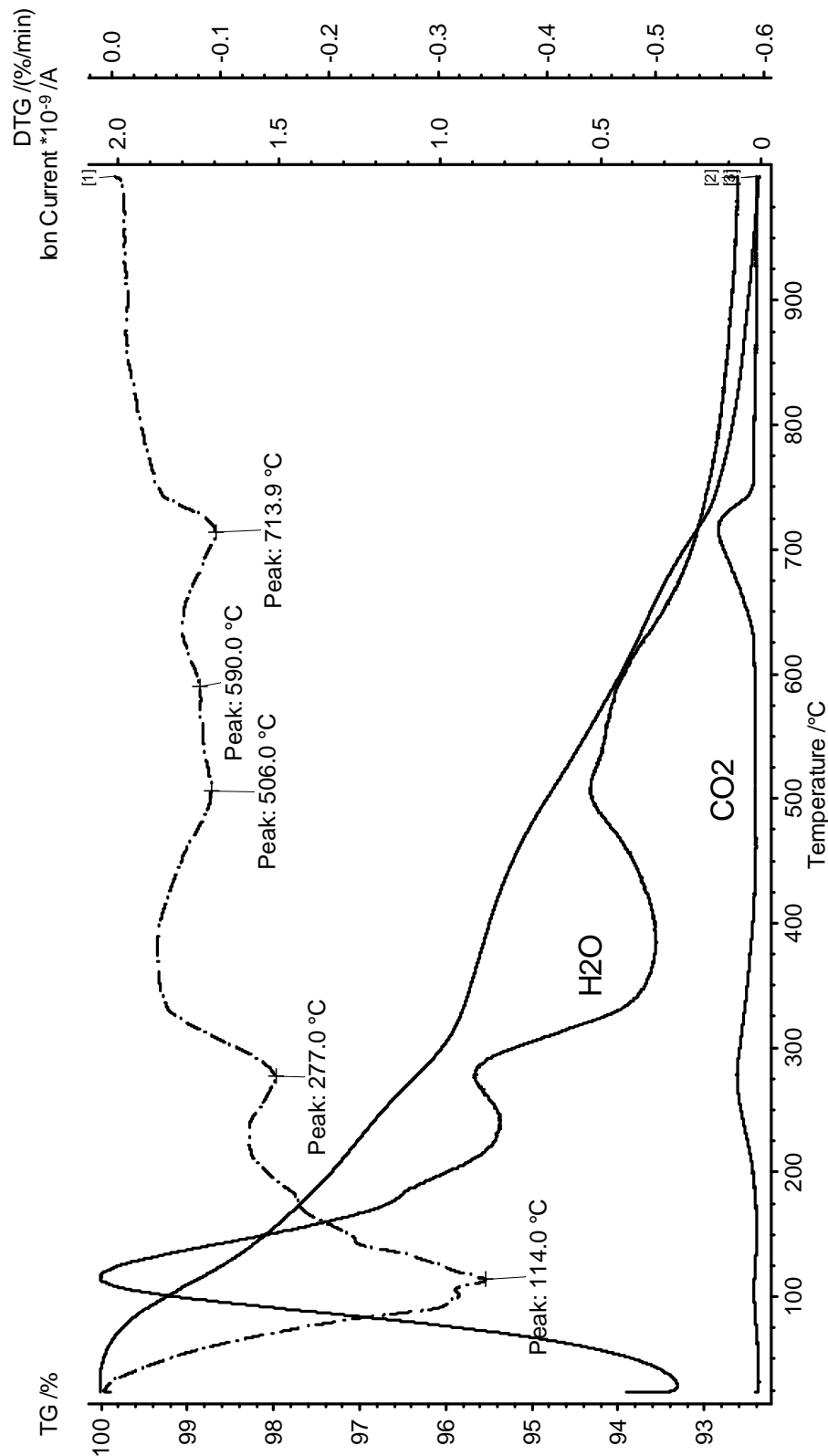






(e)

Tableau 2 a-e. Analyses XRF de sédiments prélevés dans les foyers et à l'extérieur de ceux-ci (stériles).  
*XRF analyses of sediments extracted from inside the hearths and outside the hearths (barren).*



**Figure 8. Analyse STA d'un sédiment montrant la perte de poids (Tg%), sa courbe dérivée et les pics de H<sub>2</sub>O et CO<sub>2</sub> en fonction de la température.**  
 STA analysis of a sediment showing a loss of weight (Tg%), derived curve and H<sub>2</sub>O et CO<sub>2</sub> peakes according to the temperature.

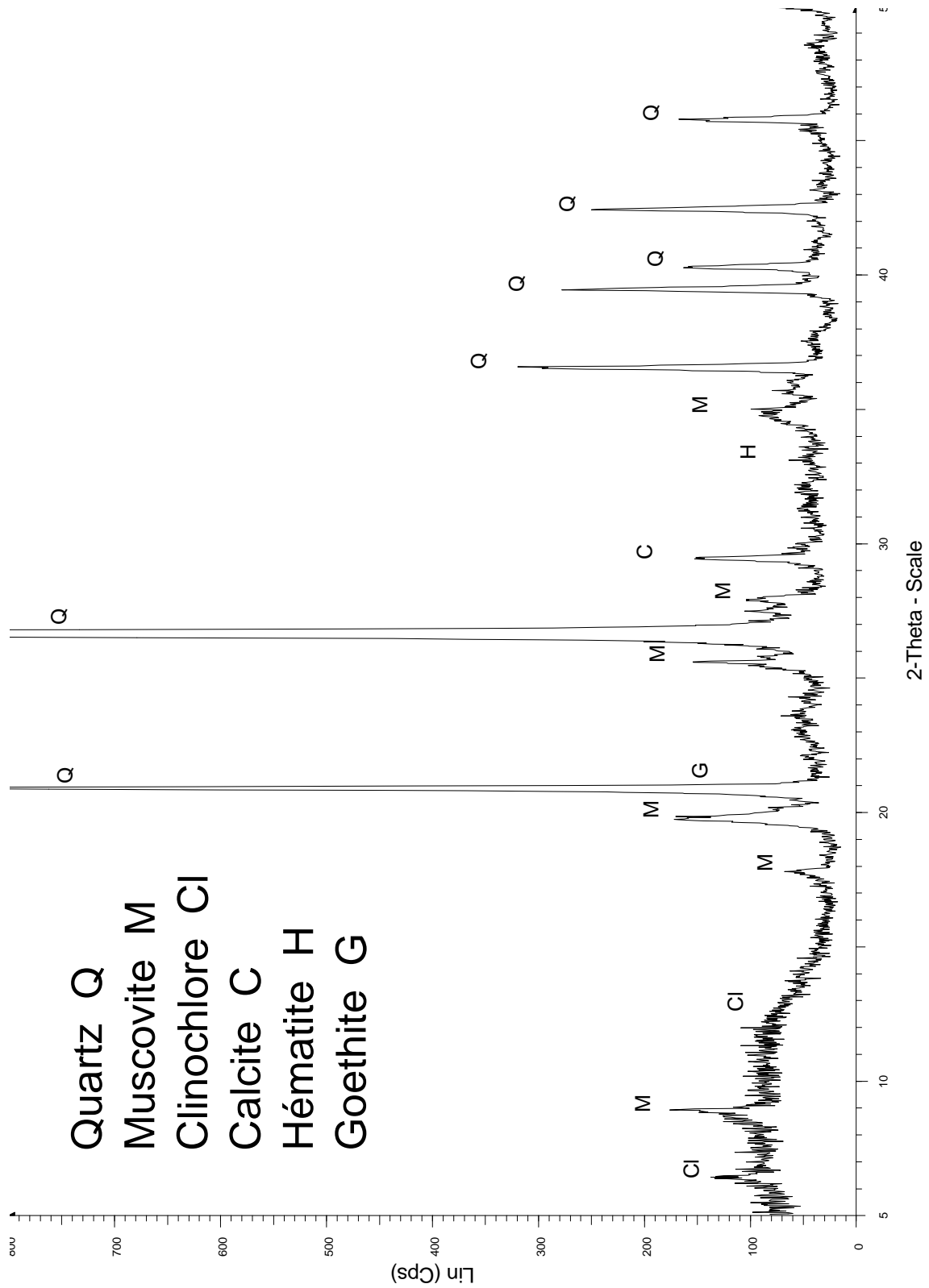
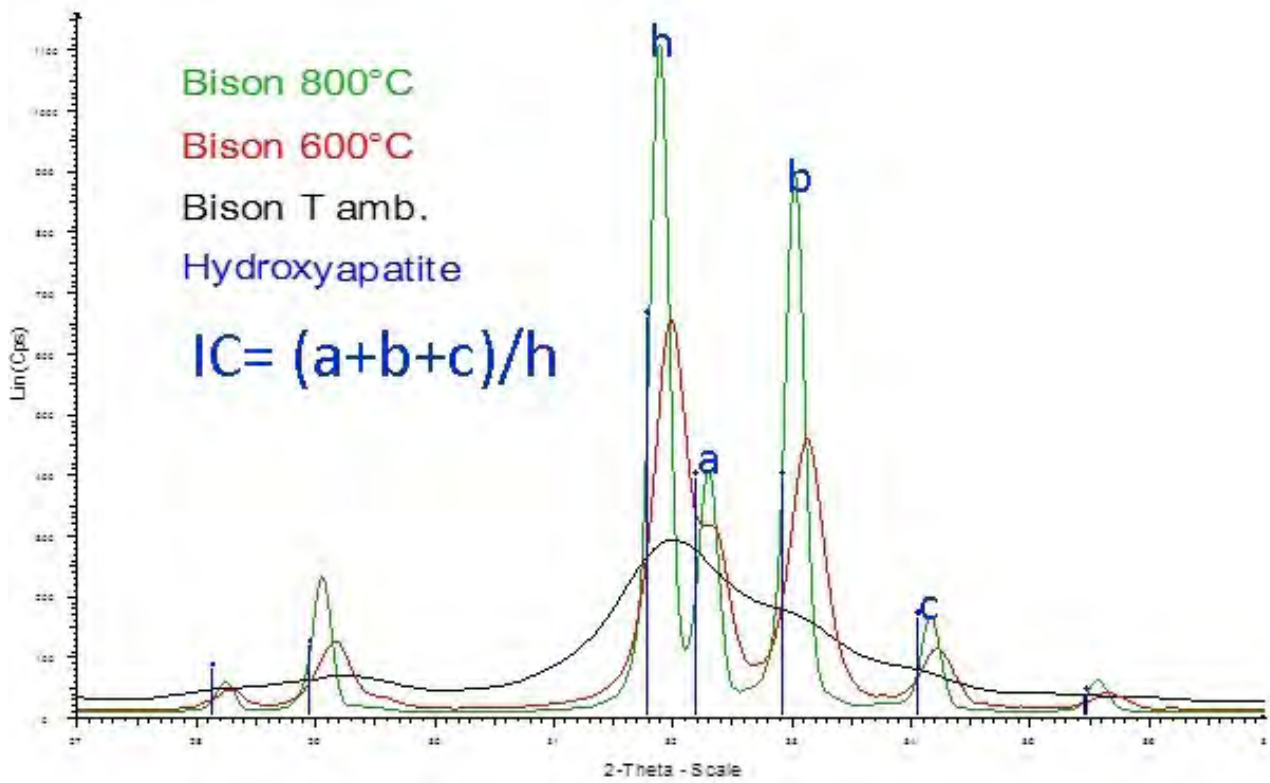


Figure 9. Diagramme XRD d'un sédiment stérile chauffé à 600°C.  
*XRD diagram of a barren sediment heated to 600°C.*



**Figure 10. Diagramme XRD d'un os de bison à température ambiante et chauffé à 600°C et à 800°C montrant l'évolution thermique des pics principaux de l'hydroxyapatite.**

*XRD diagram of a bison bone at room atmosphere and heated to 600°C and 800°C, showing the thermic evolution of the main hydroxyapatite peaks.*

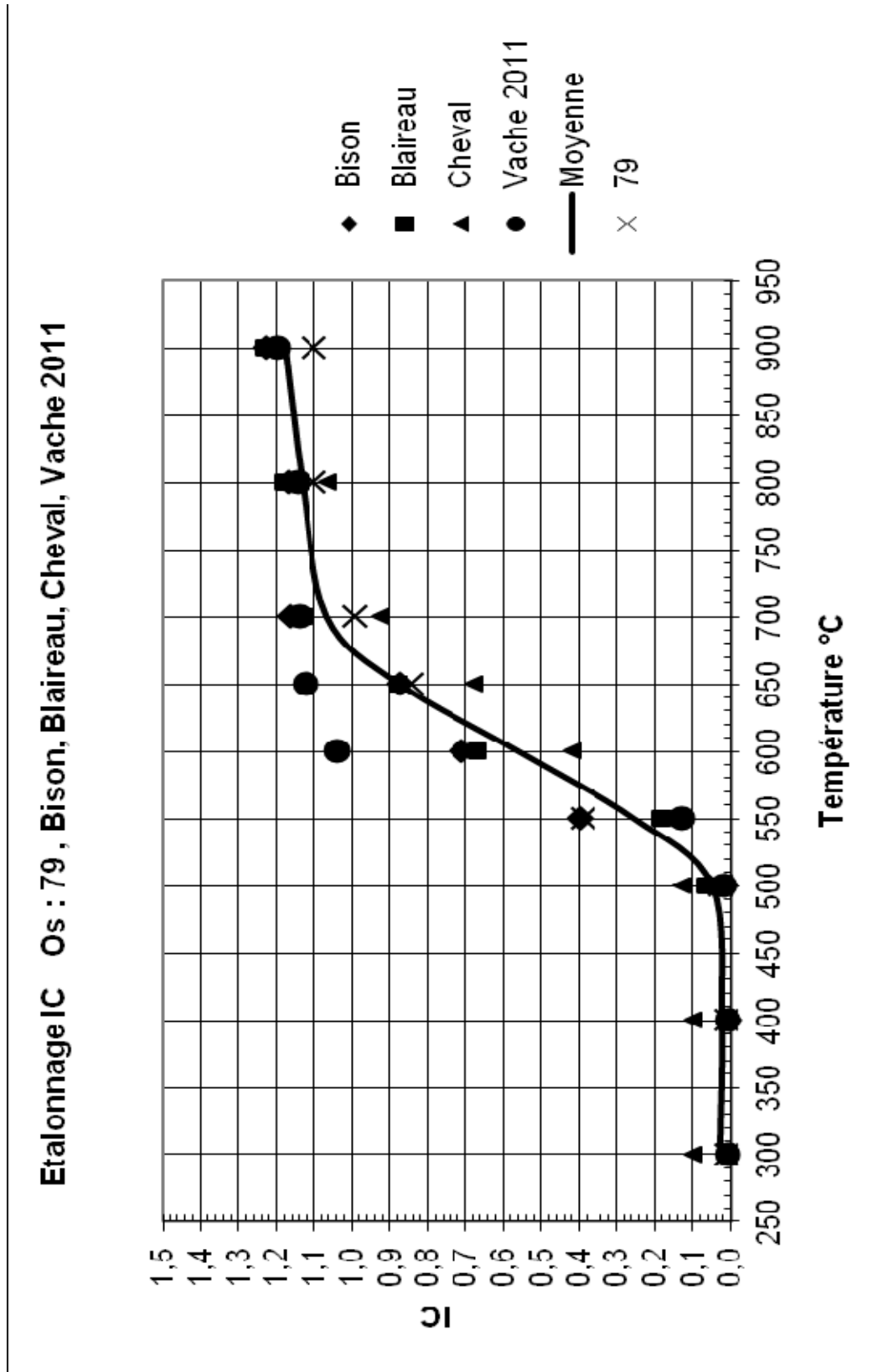


Figure 11. Évolution de l'indice de cristallinité Ic d'os préhistoriques et d'un os récent (vache 2011) en fonction de la température.

*Ic crystallinity index evolution of prehistoric bones and of a recent bone (caw 2011) according to the temperature.*



Structure	Échantillon	Température
F11	62	575°C
F11	67	575°C
F11	55	570°C
F11	56	590°C
F11	63	560°C
F11	60	580°C
F11	61	580°C
F11	53	610°C
F11	73 (croûte)	560°C
F7	27	575°C
F2	91 (croûte)	560°C
F2	38	560°C
F20	76	540°C
F10	89 (croûte)	570°C
F10	92 (croûte)	550°C

**Tableau 3. Résultats de l'analyse de l'indice de cristallisation de l'hydroxyapatite en termes de températures.**  
*Results of the analysis of the hydroxyapatite cristallisation index in terms of temperature.*

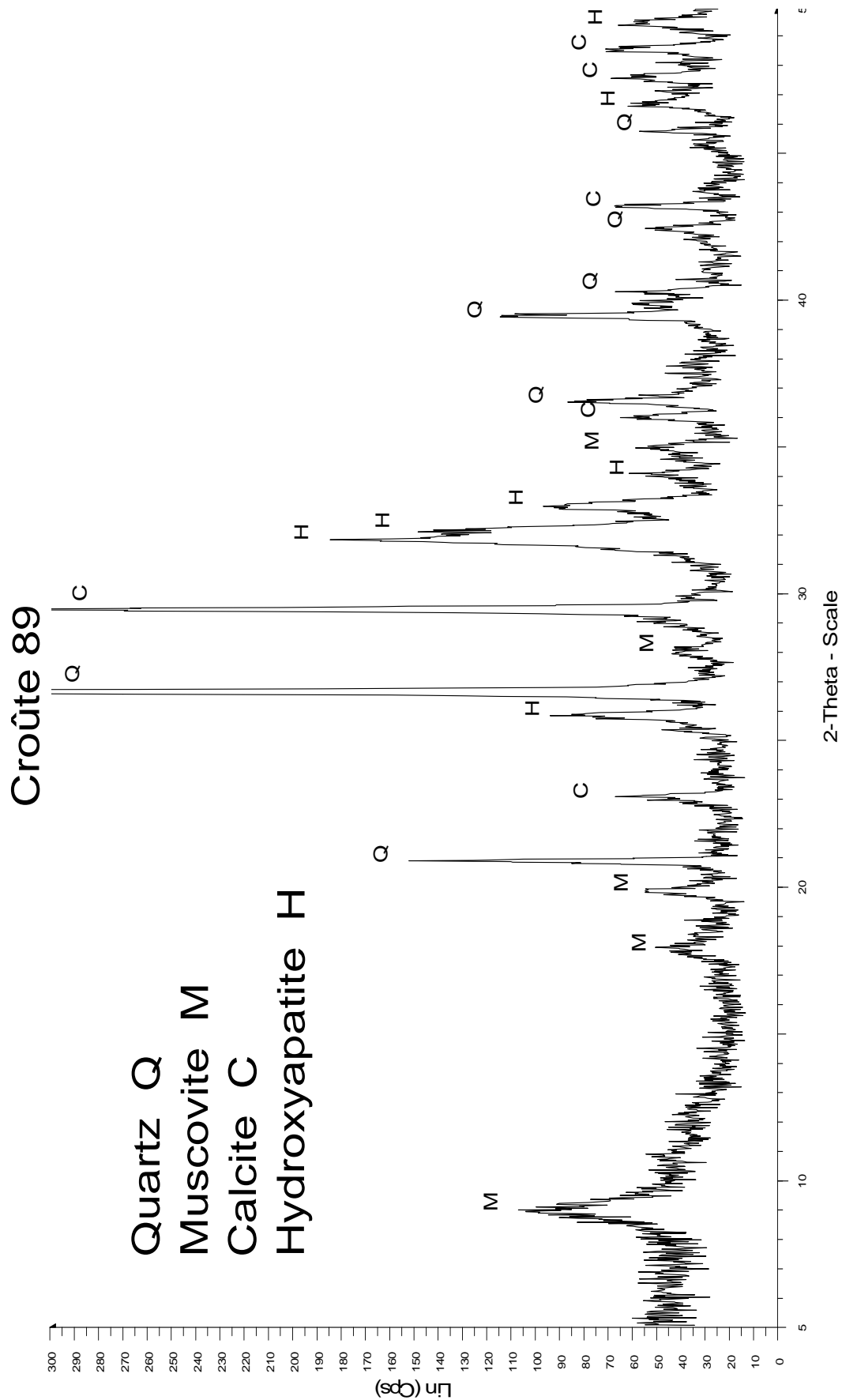
Str.	Éch.	Description	% MnO	% P <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	% Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	% SiO <sub>2</sub>	% Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	% CaO	% K <sub>2</sub> O	% MgO	% SO <sub>3</sub>	% BaO
F11	72	« croûte » noire sur calcaire	5,24	3,68	9,44	54,9	15,9	3,89	2,72	1,66	0,5	0,34
F11	73	« croûte » noire sur calcaire	4,83	14,2	9,45	37,7	10,9	17,5	2	1,1	0,47	
F10	89	« croûte » noire sur calcaire	11,8	22	2,48	18,6	6,73	32,8	1,76	0,82	0,88	0,53
F21	90	trace noire sur calcaire	pas assez de matière									
F2	91	« croûte » noire sur calcaire	12,4	17,1	5,74	19,6	8,08	31,4	1,78	1,05	1,01	0,44
F10	92	« croûte » noire sur calcaire	3,53	22,3	2,92	26,4	6,93	33,3	1,24	0,76	1,11	
F2	93	trace noire sur galet	24,3	3,9	24,2	20,7	13,6	4,02	1,29	1,1	2,27	2,23
F10	94	trace noire sur galet	19,8	4,76	9,34	35,9	14,9	6,28	2,07	1,3	2,08	1,26
F2	95	trace noire sur galet	pas assez de matière									
F2	96	trace noire sur galet	2,8	4,73	4,62	61,5	14,7	4,18	2,14	1,24	1,27	

**Tableau 4. Analyse XRF des échantillons prélevés à la surface des pierres de foyers (« croûtes » et traces noires).**

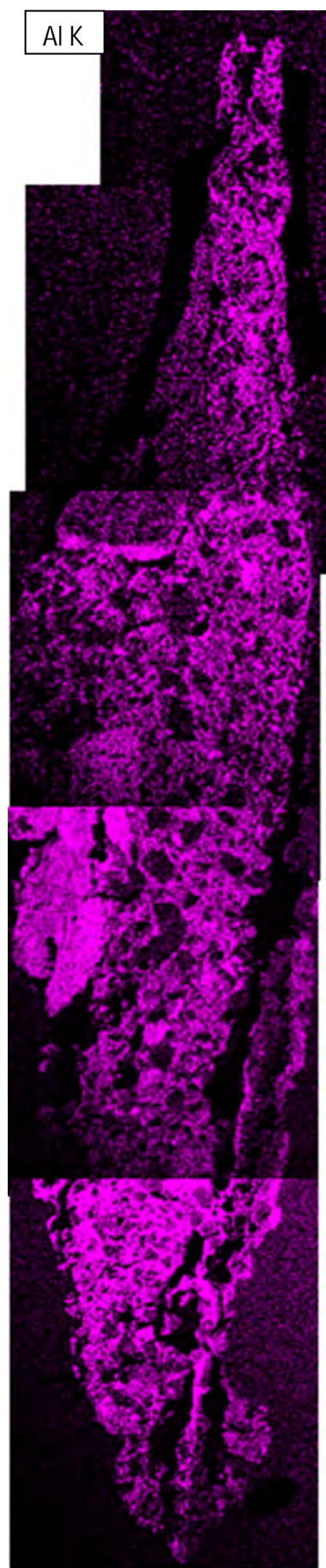
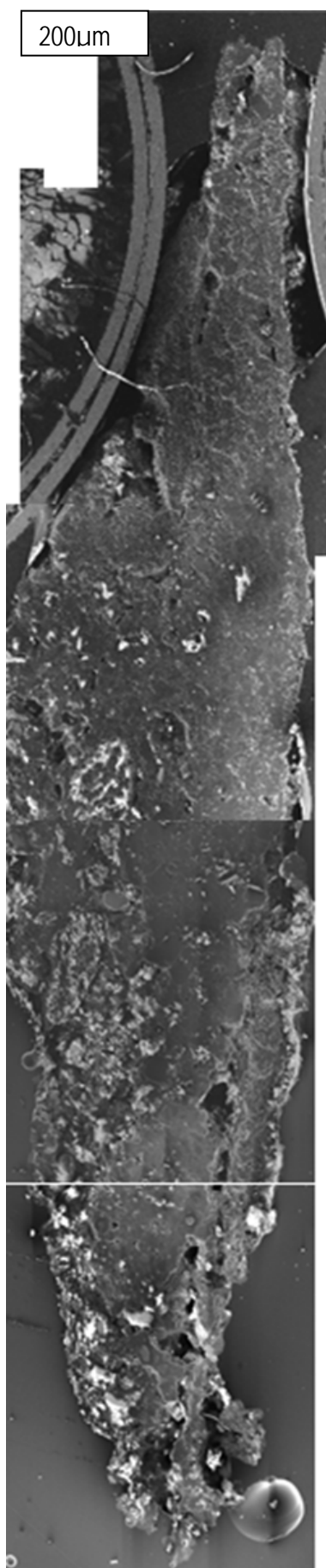
*XRF analysis of samples extracted at the surface of the hearths stones ("crusts" and black traces).*

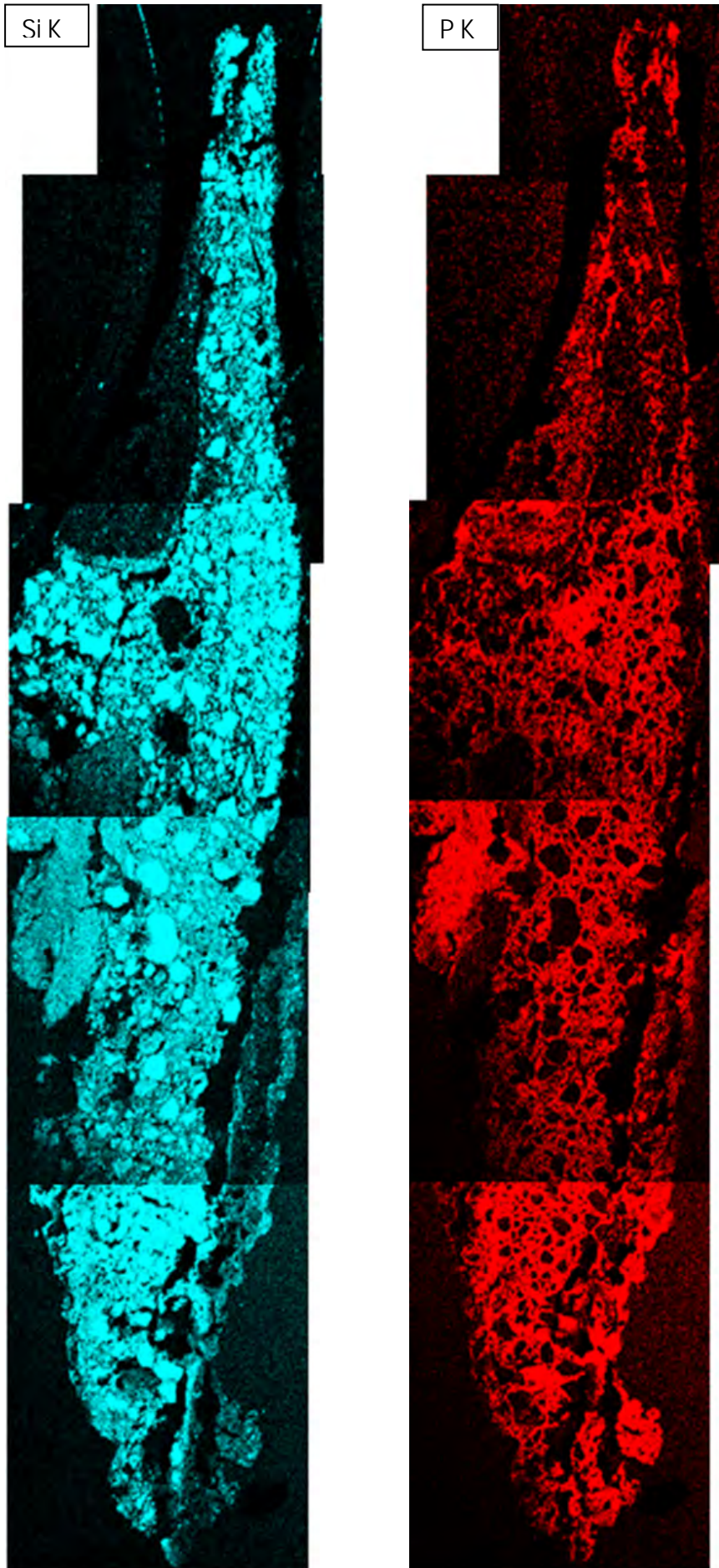
Croûte foncée sur pierre calcaire			
Compound	nZ	Compound weight %	Element weight %
CaO	20	32.8	23.5
P2O5	15	22	9.62
SiO2	14	18.6	8.7
MnO	25	11.8	9.1
Al2O3	13	6.73	3.56
Fe2O3	26	2.48	1.73
K2O	19	1.76	1.46
SO3	16	0.88	0.35
Na2O	11	0.83	0.61
MgO	12	0.82	0.49
BaO	56	0.53	0.48
TiO2	22	0.33	0.2
NiO	28	0.16	0.12
Cl	17	0.15	0.15
CuO	29	0.037	0.03
SrO	38	0.034	0.029
ZrO2	40	0.012	0.0091
Total weight %		100.0	

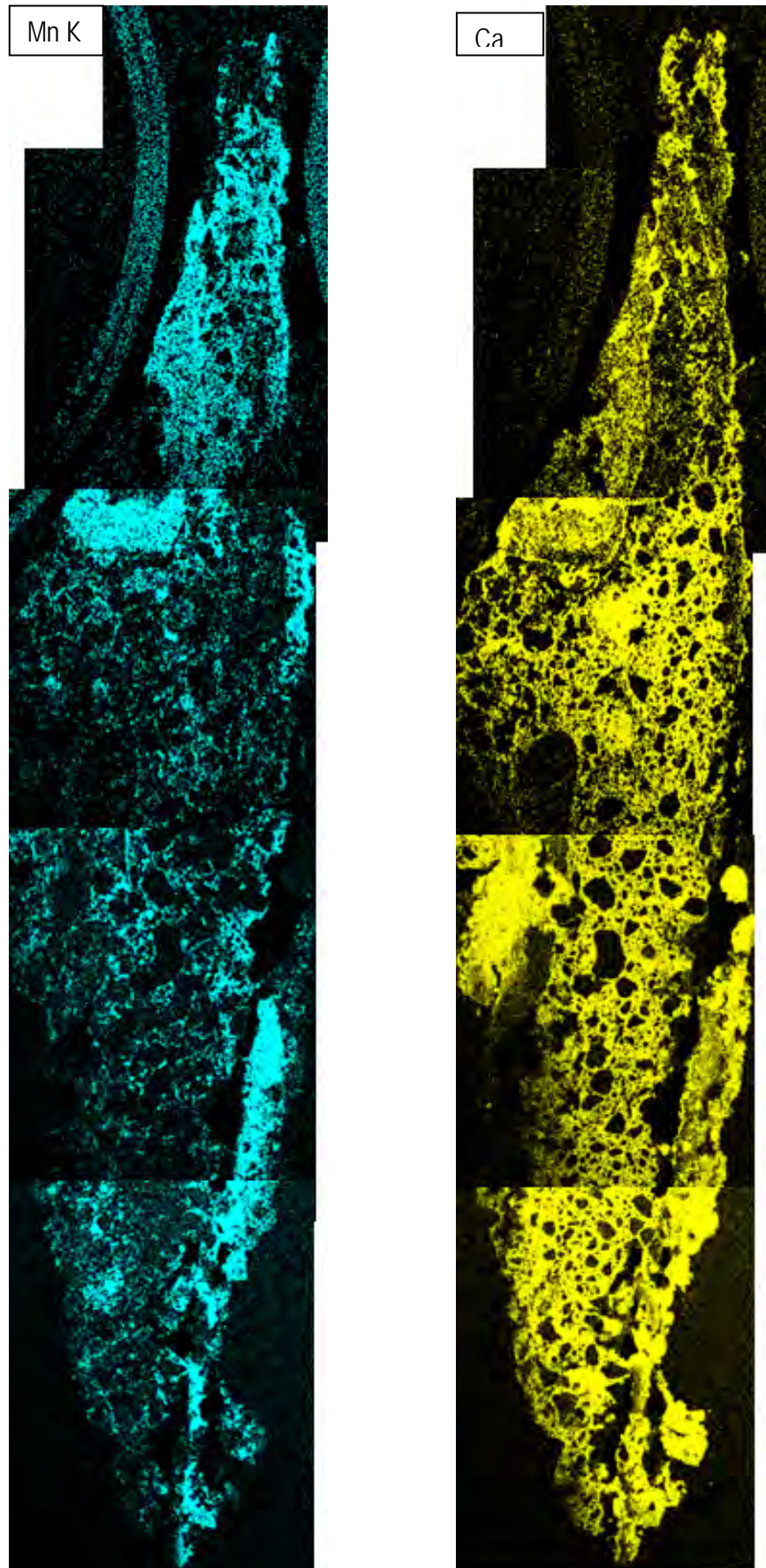
**Tableau 5. Analyse XRF d'une croûte foncée sur pierre calcaire.**  
*XRF analysis of a dark crust on limestone.*



**Figure 12. Diagramme XRD d'une croûte couvrant une pierre calcaire d'un foyer.**  
*XRD diagram of a crust covering a limestone of an hearth.*







**Figure 13. Cartographie par images X en SEM des éléments constituant la croûte foncée sur pierre calcaire (Al-K, Si-K, P-K, Mn-K, Ca).**

*X images cartography by SEM of elements of the dark crust on limestone (Al-K, Si-K, P-K, Mn-K, Ca).*