

Projet Collectif de Recherche

CONSTITUTION D'UNE « PIGMENTOTHÈQUE » : UN OUTIL POUR COMPRENDRE L'APPROVISIONNEMENT EN MATÉRIAUX COLORANTS DURANT LA PRÉHISTOIRE RAPPORT D'ACTIVITÉ 2019



Responsables d'opération :
Émilie Chalmin

Maître de conférence, Université Savoie-Mont Blanc – Laboratoire EDyTeM
Hélène Salomon

Chargée de Recherche, CNRS – Laboratoire EDyTeM

Rédaction du rapport :

Hélène Salomon, Émilie Chalmin, Aurélie Chassin de Kergommeaux, Claire Chanteraud

Avec la collaboration de :

Sara Abbassy, Estelle Camizuli, Aurélie Chassin de Kergommeaux, Claire Chanteraud, Vincent Delvigne, Anne-Lise Develle, Olivier Dubreuil, Paul Fernandes, Dominique Gasquet, Kim Genuite, Eric Goemaere, Matthieu Lebon, Quentin Lemaçon, Guilhem Mauran, Romain Mensan, Claire Pacheco, Laurent Pichon, Cécile Pignol, Magali Rossi, Bernard Schmitt, Fayçal Soufi, Christophe Tuffery

Décembre 2019



Documents administratifs

Auteurs : Émilie Chalmin (UNI), Hélène Salomon (UNI)

Numéro d'OA : 2212090

Responsable de l'opération : Émilie Chalmin (UNI), Hélène Salomon (UNI)

Nature de l'opération : Prospection thématique (PRT)

Couverture géographique : Région Auvergne Rhône-Alpes + Languedoc-Roussillon – Départements Ardèche et Gard

Dates de l'intervention : 2019

Mots clés du thésauruss : art pariétal, pigment, matière première, géochimie, pétrographie

Chronologie : Paléolithique

Lieu de dépôt : Laboratoire EDyTeM, Université Savoie-Mont-Blanc, Le Bourget-du-Lac

Keywords : *rock art, pigment, raw material, geochemistry, petrography*

Titre : Constitution d'une « pigmentothèque »

Sous-titre : un outil pour comprendre l'approvisionnement en matériaux colorants durant la Préhistoire

Remerciements

Ce programme tire avantage du support logistique de l'université de Savoie-Mont-Blanc et du laboratoire EDyTeM – UMR 5204 du CNRS dont une partie de l'équipe du thème de recherche « Ressources et patrimoines » est investie dans le programme.

C'est grâce au soutien du Service Régional de l'Archéologie de la région Auvergne Rhône Alpes que ce projet a vu le jour et a pris de l'ampleur. Il s'agit ici d'un double soutien, à la fois financier mais surtout scientifique, puisque les responsables du Service ont parfaitement compris l'intérêt d'accompagner la constitution de cette matériauthèque en relation avec les lithothèques de matières siliceuses, nous permettant, d'établir un réseau national et international.

Nous remercions pour cela Karim Gernigon, Conservateur régional de l'Archéologie pour son soutien amical. Nos remerciements s'adressent aussi à Laure Devillard qui a géré pendant ces quatre dernières années la partie administrative de ce projet et à l'AVDPA pour la gestion des crédits. Nous souhaitons souligner ici l'effort financier non négligeable qui a été réalisé par le SRA et qui a permis de faire fonctionner une équipe pour les activités de terrain et pour les analyses. Nous tenons encore à remercier l'Université de Savoie-Mont-Blanc pour son accompagnement financier (projets MAS-CARA 2 et TRAnSFeRT) et la plateforme ASTRE pour l'accès aux instruments de mesure (DRX, MEB-EDS, en particulier).

Merci à Pierre-Jean Texier, membre de la CTRA, qui a évalué le dossier à l'issue de la campagne 2018.

Nos remerciements chaleureux s'adressent enfin aux collègues et collaborateurs bénévoles comme professionnels, aux spécialistes qui ont apporté leur connaissance de terrain, leur expertise scientifique, leurs savoir-faire pour construire cette matériauthèque : Yvan Coquinot et Brice Moignard (C2RMF), Didier Gourier (Chimie ParisTech), Emmanuel Malet et Gilles Ménard (EDyTeM), Pauline Martinetto (Institut Néel), Neri Garnier et Cyril Soustel (Réserve naturelle des gorges du Gardon), Thierry Montecinos (association de spéléologie niçoise) et François Bon (TRACE - Université de Toulouse Jean-Jaurès).

Listes des spécialistes, participants et des étudiants

Émilie Chalmin / USMB - EDyTeM : direction de projet, prospections, analyses physico-chimiques

Hélène Salomon / CNRS - EDyTeM : direction du projet, prospection, documentation, analyses physico-chimiques

Sarra Abbassy / BdD

Lucile Beck / CEA : méthodes

Estelle Camizuli / indépendante : Géologie minière, SIG

Laure Dayet / TRACES : méthodologie

Vincent Delvigne / ULg - PACEA : matériauthèque (BdD géomatières), formations

Anne-Lise Develle / CNRS - EDyTeM : analyse XRF, MEB-EDS

Olivier Dubreuil / CEA : traitement mesures chimiques et mise en page

Paul Fernandes / Paléotime - PACEA : matériauthèque (BdD géomatières et SIG), formations

Dominique Gasquet / USMB - EDyTeM : pétrographie

Kim Genuite / USMB - EDyTeM : géomorphologie

Eric Goemaere / IRSNB : prospection, pétrographie, physico-chimie

Patricia Guillermin / Musée du Grand Aven d'Orgnac : accueil de la matériauthèque

Manuel Henry / GET : analyses physico-chimiques

Matthieu Lebon / MNHN : prospection, analyses physico-chimiques

Quentin Lemaçon / C2RMF : mesures PIXE et traitement mesures chimiques

Guilhem Mauran / MNHN : prospection, analyses physico-chimiques

Romain Mensan / indépendant - TRACES : prospection

Julien Monney / indépendant - EDyTeM : prospection, documentation

Claire Pacheco / C2RMF : mesures PIXE et traitement mesures chimiques

Laurent Pichon / C2RMF : mesures PIXE et traitement mesures chimiques

Cécile Pignol / USMB - EDyTeM : archivage, BdD

Jean-Victor Pradeau / indépendant : Prospection, caractérisation pétrographique et physico-chimique

Magali Rossi / USMB - EDyTeM : pétrographie, échantillons

Fayçal Soufi / USMB - EDyTeM : préparation d'échantillons

Christophe Tuffery / INRAP-CEPAM : BdD géomatières, application de terrain, formations

Etudiants depuis 2016 :

Claire Chanteraud - doctorante USMB : prospection et analyses physico-chimiques

Aurélie Chassin de Kergommeaux - master géologie : prospections, pétrographie et analyses physico-chimiques

Laura Guenoden : licence, analyses physico-chimiques

Eva Fabro : master géologie

Claire Shang : master enseignement physique chimie

Florent Betsch : master enseignement physique chimie

Margot Demange : master géologie

L'équipe du PCR « pigmentothèque » s'agrandit progressivement. Les collaborateurs sont impliqués à différents niveaux de la chaîne opératoire de la prospection à l'archivage en passant par les caractérisations et leur spatialisation.

L'intégration de certaines de ces recherches dans un travail universitaire a pour corollaire des contraintes liées au rendu des mémoires mais aussi à la pérennité des travaux universitaires et de l'enregistrement et du traitement des données. Cela peut jouer sur l'implication de nos différents partenaires tant sur le terrain que dans l'étude du matériel. En particulier, dès la première campagne de prospection, les méthodes d'enregistrement et les champs de descripteur, de même que les modalités d'enregistrement ont été définis pour qu'ils puissent être suivis et repris d'une intervention à l'autre, d'une campagne à l'autre avec les mêmes contraintes descriptives et le même vocabulaire. Leur évolution a été suivie d'année en année avec un retour aux premiers enregistrements.

Table des matières

| | |
|---|-----------|
| Documents administratifs | 3 |
| Remerciements | 5 |
| Listes des spécialistes, participants et des étudiants | 7 |
| Table des matières | 9 |
| 1 Problématique | 13 |
| 1.1 Résumé | 13 |
| 1.2 Objectifs | 15 |
| 1.3 À l'origine du projet | 16 |
| 1.4 Les objectifs à long terme de la Pigmentothèque | 16 |
| 2 État de l'art sur les recherches de provenance | 19 |
| 2.1 Questionner les territoires de la Préhistoire | 21 |
| 2.2 Contextualisation | 23 |
| 2.3 Définir les objectifs | 24 |
| 2.4 Recherche des sources des matières colorantes | 25 |
| 2.5 Les limites actuelles | 27 |
| 3 La méthodologie | 31 |
| 3.1 Recherche documentaire | 32 |
| 3.2 Prospection | 32 |
| 3.3 Caractérisation des matériaux géologiques | 35 |
| 3.3.1 Description des faciès de matières colorantes du terrain au laboratoire | 35 |
| 3.3.2 Analyses : apports et limites | 37 |
| 3.4 Adaptation de la méthodologie aux les objets archéologiques | 39 |
| 3.5 Préparation des échantillons de matériaux archéologiques | 45 |
| 4 Synthèse des apports méthodologiques | 51 |
| 4.1 Description pétrographique, raccord avec les lithothèques et adaptation | 51 |
| 4.2 La construction d'une collection de références géochimiques et pédagogiques | 52 |
| 4.2.1 Présentation des « standards » | 52 |
| 4.2.2 Les données géochimiques | 53 |
| 4.3 Réflectance bidirectionnelle des roches ferrugineuses | 62 |
| 4.4 Vers une clef de détermination des matières colorantes géologiques et utilisées | 67 |

| | |
|---|------------|
| 4.4.1 Pour les matériaux archéologiques qui présentent des grains identiques en général et l'absence de certains, une autre stratégie peut être développée. On peut directement s'intéresser à la porosité | 70 |
| 5 Prospections 2019 | 73 |
| 5.1 Rangement de la Pigmentothèque et intégration d'anciennes collections | 73 |
| 5.2 État des lieux des zones prospectées | 74 |
| 5.3 Prospections thématiques des basaltes dans le bassin-versant de l'Ardèche | 77 |
| 5.3.1 Introduction | 77 |
| 5.3.2 La grotte aux Points | 77 |
| 5.3.3 L'identification d'une matière issue de l'altération d'une roche volcanique . . | 77 |
| 5.3.4 La prospection thématique des basaltes et de leurs altérations | 81 |
| 5.4 Prospection dans les Alpes | 85 |
| 6 Lien avec les collections de matières colorantes archéologiques | 91 |
| 7 Diffusion et valorisation | 93 |
| 8 Mise en place d'un réseau | 97 |
| 9 Projet d'opération pluri-annuelle : 2020-2022 | 99 |
| 9.1 Rappel de l'objectif général du projet pluriannuel de prospection thématique | 99 |
| 9.2 Le vocabulaire/ les descripteurs | 99 |
| 9.3 Formation/pédagogie | 100 |
| 9.4 Traitement et analyses élémentaires | 101 |
| 9.5 Prospections en 2020 | 102 |
| 9.6 Base de données et SIG | 103 |
| 9.7 Collections archéologiques | 106 |
| 9.8 Exploitabilité des matières colorantes | 106 |
| 9.9 Projets de structuration | 107 |
| 9.10 Proposition de budget | 109 |
| 10 ANNEXES | 111 |
| ANNEXE 1 – Fiche terrain et lexique | 113 |
| ANNEXE 2 – Fiche observation avec lexique et manuel | 131 |
| ANNEXE 3 – Liste des formations géologiques échantillonnées | 149 |
| ANNEXE 4 – Planches des formations géologiques échantillonnées | 155 |
| ANNEXE 5 – fiches standards et description du macro- au microscopique | 169 |
| ANNEXE 6 – Analyses ICP des standards | 183 |

| | |
|---|------------|
| ANNEXE 7 – Tableau des résultats PIXE et cartographiques élémentaires des éléments majeurs | 187 |
| Références bibliographiques | 193 |

Partie 1

Problématique

1.1 Résumé

Fréquemment présentes dans les dépôts archéologiques depuis la fin du Moustérien et utilisées dans l'art pariétal à partir du Paléolithique supérieur, les matières colorantes semblent s'inscrire au cœur des sociétés préhistoriques dans différentes pratiques (techniques, artisanales et symboliques). La plupart des peintures des sites ornés recensés dans la région du sud-est de la France (une trentaine de grottes et d'abris-sous-roche) ont été réalisées avec un mélange de matières riches en oxydes de fer pour obtenir une large gamme de nuances de couleurs du jaune au rouge. Pour désigner ces matières colorantes, l'utilisation fréquente des mots « pigment » ou « ocre », parfois abusive, implique un type d'usage (réalisation de peintures ou de cosmétiques) mais ne permet pas de décrire objectivement ces matières, temps que les problématiques et les recherches se concentrent sur les applications, soit le segment terminal des chaînes opératoires. Les matières colorantes présentent un certain nombre de propriétés physico-chimiques (propriétés sensibles visuellement et au toucher, d'ordre mécanique et colorantes principalement) qui permettent de les transformer, de les façonnner, de les réduire en poudre, de les mélanger avec d'autres substances, de les appliquer sur différentes matières ou de les utiliser comme matière-outil. De la source d'approvisionnement jusqu'à la réduction en poudre, ces actions de transformation induisent des modifications irrémédiables de la structure pétrographique de la ressource minérale d'origine.

Si l'étude de ces matières colorantes par des méthodes physico-chimiques couplées aux approches classiques de pétrographie est à même de renseigner sur les déplacements des groupes humains, au même titre que d'autres matériaux (matières siliceuses destinées à être taillées, fossiles), ce type d'analyse requiert au préalable de bien connaître les gîtes d'approvisionnement existants, en s'attachant à en décrire les spécificités, les variations verticales et latérales et en cherchant à restituer l'évolution de leur accessibilité au cours du temps. Par la grande diversité des caractéristiques des matières premières colorantes mises au jour dans les différentes sites archéologiques, il nous est d'ores et déjà possible de conclure à l'existence passée de plusieurs sources d'approvisionnement. Pourtant notre connaissance des gîtes d'extraction et des formations géologiques qui ont orienté les choix de matières premières colorantes reste encore peu développée et lacunaire. C'est pourquoi nous avons mis en place une équipe qui travaille depuis 2016 à la construction d'une Pigmentothèque, dont l'objectif repose sur la connaissance des matières colorantes naturelles provenant dans un premier temps d'une zone comprise entre les gorges de l'Ardèche et du Gardon où se concentrent de nombreux sites ornés et des sites d'occupation durant le Paléolithique. Dans cette aire géographique, qui fait office de laboratoire pour la mise en place de la Pigmentothèque, il est alors possible de renforcer la connaissance des ressources minérales ferrugineuses par un aller-retour entre les collections archéologiques



Figure 1.1 : Coupe naturelle formée par le Rieussec, ruisseau situé entre les communes de Salavas et Vagnas (Ardèche) et mettant au jour des dépôts alluviaux contenant des éléments riches en fer .H. Salomon).

et les formations géologiques nombreuses et plurielles. Cette région présente en effet une partition des ensembles géologiques et géomorphologiques qui offre un terrain d'investigation privilégié pour distinguer les matières riches en oxydes de fer en fonction de leur genèse et de leur évolution. Depuis 2016, les contextes géologiques investigués et l'aire géographique explorée ont été étendus à travers la région Auvergne-Rhône-Alpes et, ponctuellement, au-delà (Ile-de-France, Languedoc-Roussillon-Midi-Pyrénées), à la faveur des fouilles archéologiques auxquelles participent les membres du projet. L'enjeu de l'établissement d'un référentiel de ressources minérales colorantes repose sur la capacité d'établir, pour chaque gisement ou groupe de gisements, une carte d'identité qui soit suffisamment pertinente et singulière, en prenant en considération leur dynamique pour ensuite faire des rapprochements concordants avec les matières colorantes cohésives trouvées en fouille. Bien que basée sur des méthodologies existantes, l'originalité de la construction de cette Pigmentothèque est bien de s'intéresser à la diversité et à la pluralité des matières naturelles présentant des caractéristiques reconnaissables à différentes échelles pour les comparer à des roches colorantes trouvées en fouille en contexte d'habitat et/ou d'art rupestre.

La difficulté d'établir un tel référentiel réside en particulier dans la très grande richesse et la grande diversité des matières premières susceptibles de produire des pigments exploitables durant la Préhistoire, la modification des gîtes au cours du temps (en particulier suite à l'érosion et aux exploitations minières récentes) et l'envergure parfois très limitée de certaines formations et des affleurements (Fig. 9.2). Il est donc important de s'appuyer sur une documentation robuste des formations géologiques, des exploitations dont elles ont fait l'objet au cours du temps (documentation minière) et de procéder à des prospections en multipliant l'échantillonnage et en considérant différents contextes géologiques et géomorphologiques. Pour faire une comparaison entre les sources potentielles et les

différents matériaux archéologiques, il est essentiel de s'appuyer sur la complémentarité des signatures pétrographique, minéralogique et chimique.

1.2 Objectifs

L'objectif principal de l'édification d'une pigmentothèque réside dans la mise en place d'un outil dynamique en lien avec les autres matériauthèques, en particulier le *Réseau des lithothèques* (Bressy and Bintz (2002); Fernandes (2012); Fernandes et al. (2013); Tomasso et al. (2013); Fernandes (2015)) qui permette de restituer les premières séquences des chaînes opératoires et ainsi d'aborder les questions de choix opérés et contraints par la nature des matières premières disponibles, les stratégies, les connaissances et les valeurs partagées, les réseaux d'approvisionnement, les modalités de circulation des matières, des hommes ou des idées, les territoires et donc les espaces dans lesquels se sont inscrites les sociétés au cours du temps. C'est en effet le point de départ des chaînes opératoires qui permet de restituer les éléments à partir desquels on peut reconnaître des traditions culturelles. Pour aborder ces problématiques, l'établissement de référentiels géologiques se place désormais comme un préalable indispensable à la mise en évidence des exploitations des ressources minérales par les populations de chasseurs-cueilleurs du Paléolithique. L'analyse des réseaux de circulation des matières colorantes trouve ainsi tout son sens dans le contexte plus large de l'exploitation de l'ensemble des matières (ressources siliceuses destinées à la taille, les coquilles, la faune). Au-delà de la détermination des caractéristiques des matières premières et de la distance qui sépare les gîtes des sites archéologiques, la mise en place d'une pigmentothèque vise à restituer de manière systémique, c'est-à-dire par un dialogue avec les travaux menés sur l'exploitation des autres ressources, et dans la diachronie, la fluctuation des territoires, les modalités d'exploitation des ressources et les aires d'influence.

Les roches riches en oxy(hydro)des de fer et de manganèse utilisées durant le Paléolithique jusqu'au Néolithique sont très diversifiées. Ces roches, associées à des contextes de formation et d'évolution des formations géologiques, présentent des caractéristiques remarquables à différentes échelles d'observation (nature des minéraux porteurs du fer, niveau d'oxydation du fer, concentration en fer, couleur, texture, fabrique, éléments figurés, état de fraîcheur versus état d'altération, ciment et matrice, inclusions minérales, couleur et pouvoir colorant, dureté), d'où la nécessité d'adopter une approche méthodologique solide multi-échelle et multi-proxi pour identifier et décrire ces matières et leurs origines géologiques et être à même de les comparer entre elles.

Ces méthodes, qu'elles soient ou non destructives, se révèlent plus ou moins efficaces en fonction des contextes géologiques et archéologiques étudiés, mais aussi du fait de la composition des roches analysées, dont les constituants sont souvent présents en quantités et concentrations très variables au sein d'un même gisement géologique (filon, couche, altérite...), voire d'un même objet. Les travaux récents ont démontré la nécessité de recourir à des moyens d'investigation complémentaires dans le cadre d'observations et d'analyses multiscalaires (Salomon et al. (2016)). Les critères descriptifs, fondés sur les géosciences et les méthodes d'identification des empreintes des gîtes (par la pétrographie, la minéralogie et la géochimie) ont été fixés et la méthodologie peut être appliquée à un vaste corpus de références géologiques. Cependant, des améliorations méthodologiques sont encore nécessaires pour obtenir des mesures fiables de la composition chimique à une résolution satisfaisante. La Pigmentothèque sert donc aussi à mettre à disposition des échantillons pour ces développements analytiques.

1.3 À l'origine du projet

La construction de la Pigmentothèque est la conséquence de la rencontre des investigations isolées menées par plusieurs membres du programme (JM, HS, ECh et JVP), initiées depuis 2003 dans différentes régions françaises. Ces premières actions, sous forme d'investissements intermittents bénévoles ou comprises dans des programmes de recherche de courte durée, et concernant des régions isolées (sud-est et sud-ouest du Bassin parisien, Dordogne, Hérault, sud de l'Ardèche, nord du Gard, Alpes-Martimes) ont donné non seulement l'occasion de croiser les expériences et les sources documentaires, mais encore avec la contribution des membres de l'équipe formée depuis 2016, de poser les principes fondamentaux et fondateurs de la mise en commun de ces références géologiques et d'harmonisation des modalités d'enregistrement, de caractérisation et de traitement des collections de référence et enfin de leur spatialisation.

Trois collections sont à l'origine de la constitution d'une première base de réflexion et de la mise en commun de matières géologiques géolocalisées et au minimum identifiées :

- La collection de Julien Monney, récoltée de façon systématique autour des sites ornés de la vallée de l'Ardèche du sud de l'Ardèche au nord du Gard sur plusieurs années. Cette collection a été intégralement intégrée à la pigmentothèque et a servi de point de départ pour retourner sur les lieux de prospection.
- La collection de Jean-Victor Pradeau établie lors de sa thèse dans le Var à la fois de façon systématique autour de ses sites d'étude (Castellar-Pendimoun et Nice-Giribaldi) et également de façon thématique en fonction des matières identifiées sur ces sites. Cette collection est conservée et archivée au sein de la base de donnée du CEPAM.
- Hélène Salomon collecte depuis 2003 des matières ferrugineuses et riche en oxyde de manganèse de façon thématique en lien avec les matières qu'elle identifie sur les sites qu'elle étudie. Ces collectes s'étendent de la Belgique au sud de l'Hérault de façon ponctuelle. Sa collection a fini d'être intégrée à la Pigmentothèque durant l'année 2019.

Dans un premier temps, les travaux se sont donc concentrés sur une zone géographique qui fait office de laboratoire pour la mise en place de la Pigmentothèque, à savoir l'aire située autour des gorges de l'Ardèche et du Gardon, étant donnée la collection déjà existante. De plus, une forte concentration de sites paléolithiques, notamment des grottes ornées se situe dans cette aire géographique. Enfin cette aire représente dans un espace resserré, de nombreuses formations géologiques mettant à disposition des roches riches en fer, aux caractéristiques tranchées du fait de la pluralité de leur genèse. Il s'agit donc d'un espace géographique privilégié pour aborder la diversité des ressources de matières colorantes qui ont pu être largement exploitées dans un contexte géologique contrasté.

1.4 Les objectifs à long terme de la Pigmentothèque

Le PCR pigmentothèque a vocation à atteindre plusieurs objectifs en cours de réalisation à l'échéance de plusieurs années :

- l'élaboration d'un **atlas des ressources** riches en oxy(hydroxy)des de fer et de manganèse disponible sous la forme d'une base de données informatisées comportant une documentation

photographique multiscalaire du terrain à l'échelle microscopique, les informations de localisation, de gîtologie, les caractéristiques lithologiques, pétrographiques et physico-chimiques des références géologiques, mais aussi disponible de manière physique en plusieurs lieux de conservation (EDYTEM et Musée d'Orgnac l'Aven),

- **géoréférencer** les formations à matières colorantes à l'échelle du sud de l'Ardèche et du nord du Gard dans un premier temps, une extension géographique sera discutée en fonction des collaborations et des axes proposés selon les années (cf projet 2019)
- **comparer** avec des séries de roches pigmentaires **archéologiques**, voire à des peintures ou dessins sur parois (cf. partie V. Connexion avec les collections archéologiques),
- **diffuser** auprès des acteurs concernés les banques de données de géomatières colorantes de référence, en précisant leurs caractéristiques intrinsèques,
- **former les collègues** et les futurs collègues à la reconnaissance et à la caractérisation des matières colorantes, afin que ce type de vestiges soit traité dans de bonnes conditions dès la fouille de manière à être étudiés,
- **diffuser nos apprentissages méthodologiques** tant en ce qui concerne la caractérisation de ces matières que pour ce qui est de la spatialisation des informations générées afin que les résultats des différentes équipes puissent être comparés et croisés.

Partie 2

État de l'art sur les recherches de provenance

Les matières colorantes sont des matières minérales qui, selon leur couleur, contiennent divers oxydes (hydroxydes) de fer (rouges, bruns, orangés, violacés, noirs) ou de manganèse (bruns et noirs). La grande diversité de ces matières tient autant aux très nombreux contextes de formation possibles qu'à leur nature : minéraux composés d'oxydes de fer ou de manganèse et roches composées ou colorées par les minéraux chromogènes précités. La magnétite (Fe_3O_4), un oxyde de fer noir magnétique, est rarissime parmi les matières colorantes employées durant la Préhistoire. L'hématite, oxyde de fer rouge plus ou moins sombre à violacé (Fe_2O_3), pigmente avec force les roches qui la contiennent. Les jaunes à bruns sont faits de goethite, un hydroxyde de fer (FeO-OH), ou d'un mélange d'hydroxydes de fer plus ou moins hydratés souvent appelé limonite au sens large (dont l'une des formules pourrait être $\text{FeO-OH}, n\text{H}_2\text{O}$). Quant aux composés du manganèse, il existe différentes variétés minéralogiques d'oxyde et d'hydroxyde qui se distinguent selon le degré de valence du manganèse (II, III, IV ou mixte), la composition chimique et la structure cristalline (larges tunnels pour contenir des cations type Ba et des molécules d'eau, en couche ou en spinelle). Plus de 20 minéraux naturels différents d'oxyde de manganèse plus ou moins bien cristallisés ont été identifiés et décrits selon 2 grandes familles : les oxihydroxydes sans cation extérieur (pyrolusite - MnO_2 , haussmannite - Mn_3O_4 , manganite - MnO-OH), et les oxihydroxydes enrichis en Ba et autres cations dans les structures en tunnel (romanéchite- $\text{Ba}_2\text{Mn}_5\text{O}_{10}.x\text{H}_2\text{O}$, hollandite - $\text{BaMn}_8\text{O}_{16}.x\text{H}_2\text{O}$, cryptomelane - $\text{KMn}_8\text{O}_{16}.x\text{H}_2\text{O}$, todorokite - $(\text{Ca}, \text{K}, \text{Na})\text{Mn}_6\text{O}_{12}.x\text{H}_2\text{O}$). Les associations de ces différentes formes minérales sont fréquentes aux sein des matières exploitées durant la Préhistoire. Leurs contextes de formation, qu'ils soient plutoniques, volcaniques, hydrothermaux, sédimentaires (marins et continentaux) ou altérithiques, sont véritablement pluriels. Cette grande diversité génétique fait de ces matières colorantes d'excellents géomarqueurs dans les contextes géologiques diversifiés.

Ces différents minéraux sont naturellement mélangés, entre eux et avec d'autres minéraux au sein de roches. On compte ainsi, parmi les principales matières minérales riches en fer ou en manganèse, 1) les filons métallogéniques formés par des remontées de fluides, 2) les roches sédimentaires parmi lesquelles les oolithes ferrugineuses (oolithic iron stones - OIS), les banded iron formations (BIF) et divers roches formées sous couches d'eau comme les roches volcano-sédimentaires et enfin, 3) les altérites, horizons formés aux dépends des roches préexistantes (par exemple : ocres de Roussillon, bauxites, terra rossa, latérites). Toutes ces roches sont susceptibles de se faire altérer, depuis les corps de filons métallogéniques, les terrains sédimentaires, les roches contenant des carbonates et des sulfures qui présentent alors des zones oxydées (Fig. 2.1 et Fig.2.2). La formation et le transport de ces diverses matières peut aussi affecter les sites de fréquentation humaines préhistoriques (Fig. 2.2 - 2).

Diversité géologique :
Grands types de formations de roches riches en fer

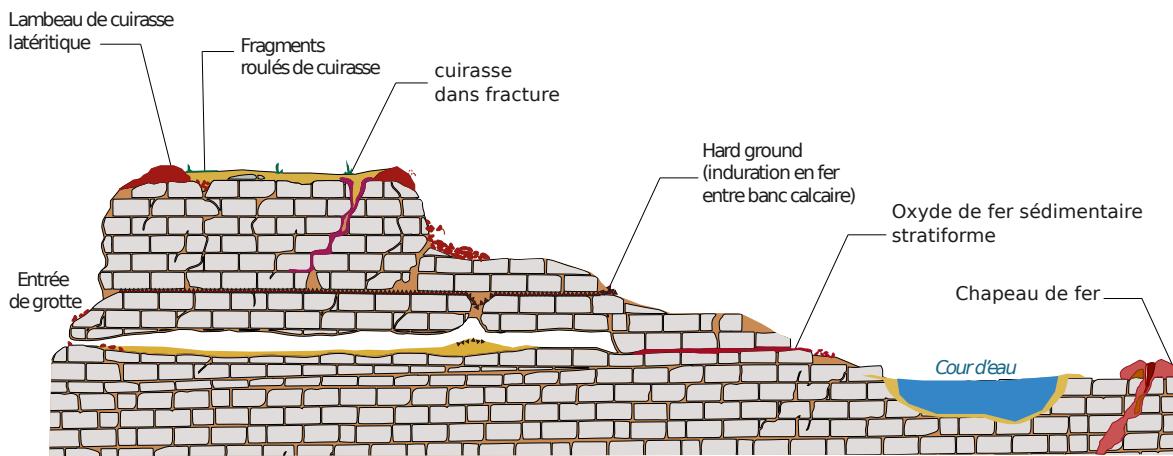


Figure 2.1 : Schéma représentant les principaux contextes de formation des roches riches en fer et manganèse.
 DAO : C. Chanteraud.

Chaîne évolutive : fragments de cuirasse mobilisés dans le bassin versant

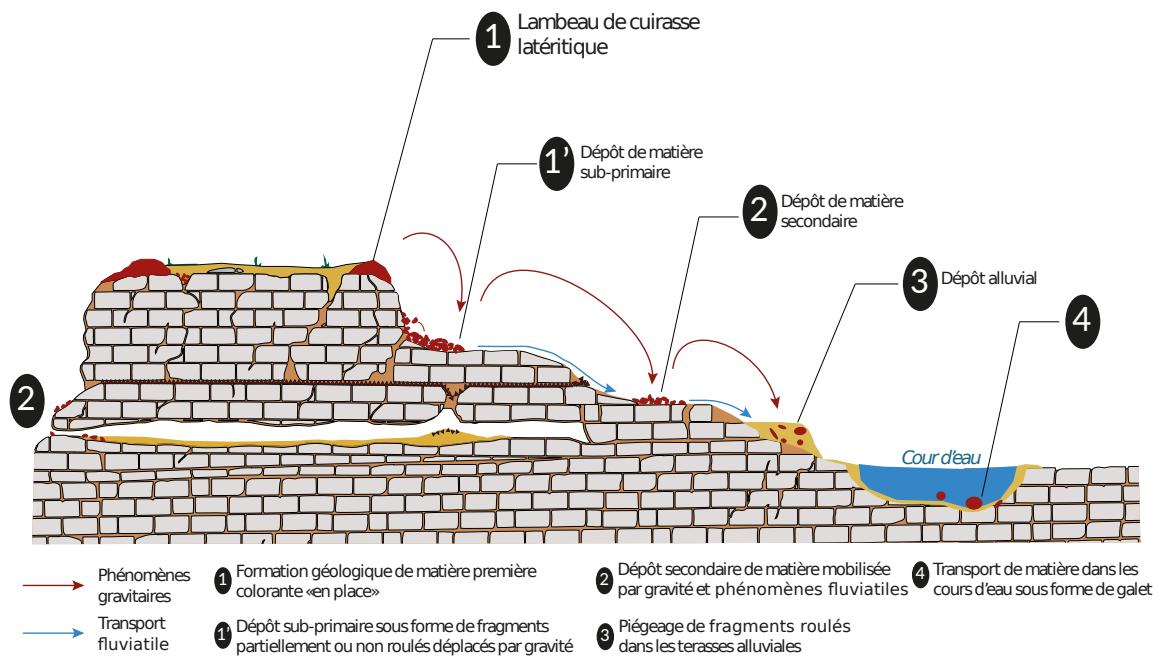


Figure 2.2 : Représentation de l'évolution des matières colorantes issues d'une cuirasse latéritique. DAO : C. Chanteraud.

2.1 Questionner les territoires de la Préhistoire

Alors que les matières colorantes sont nombreuses et se présentent sous différentes formes sur les sites archéologiques, la recherche des ressources n'a pas été développée jusqu'à très récemment. C'est pourtant une riche source d'informations à valeur géographique. Ceci justifie d'étudier plus en détail les stratégies mises en œuvre pour leur exploitation en insérant l'étude des ressources dans l'analyse des chaînes opératoires (figure 2.4). Ceci revient à questionner non seulement les modalités de déplacement des matières colorantes par les groupes humains qui les ont utilisés, mais aussi les modalités d'utilisation, les usages, les goûts et les préférences, c'est-à-dire ce qui nous permet, à nous préhistoriens, de reconnaître les traditions culturelles.

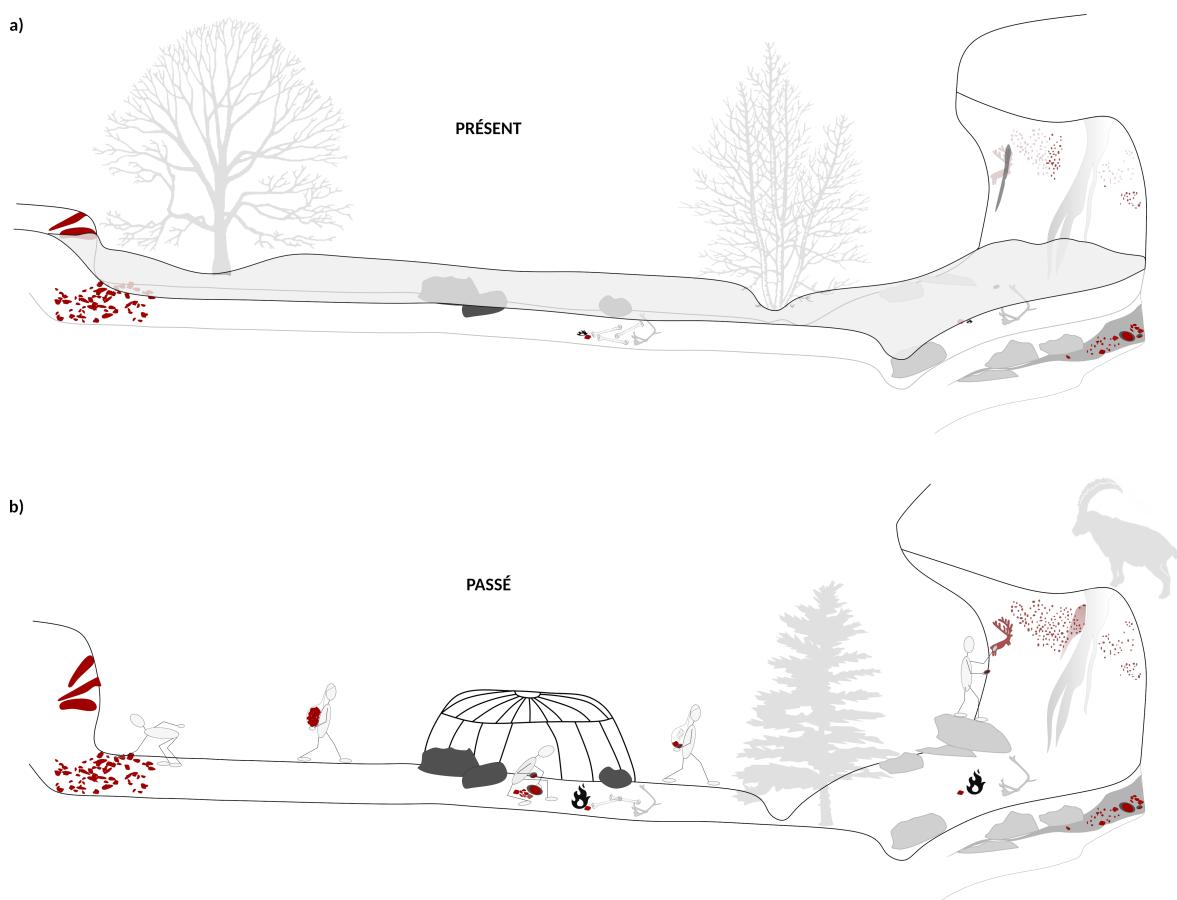


Figure 2.3 : Schémas représentant le champ couvert par la *Pigmentothèque*. La connaissance des matières premières utilisées et des modalités d'approvisionnement renseignent sur l'ensemble des choix opérés dans le passé, sur les temporalités des activités humaines et naturelles et sur les spatialités des groupes humains. Il s'agit de représenter les trajectoires des matières premières et transformées, les installations et déplacements humains et les modifications des implantations humaines sous l'effet d'aménagements anthropiques et d'origine environnementale. En haut (a), illustration des effets du temps sur les lieux fréquentés par les groupes humains, en bas (b), illustration des dynamiques humaines et physiques dans le passé.

Définir les territoires de la Préhistoire repose sur le principe d'identification d'ensembles culturels au sein desquels les codes et les normes sont fondés sur des connaissances partagées. Si la définition de territoire peut varier d'une discipline à l'autre, en archéologie, on tente de définir les territoires

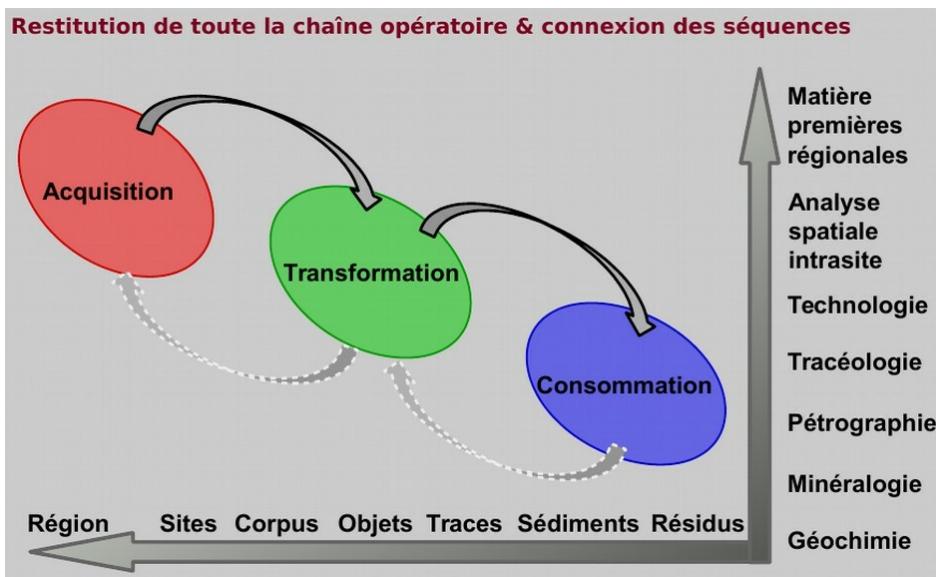


Figure 2.4 : Schéma général positionnant le projet de la pigmentothèque dans l'approche globale de la chaîne opératoire des matières lithiques et colorantes.

comme l'espace investi culturellement, où se transmet la culture et où se reproduisent les sociétés (Godelier (2009)). Pour définir les territoires nomades de la Préhistoire, par métonymie, on considère que le territoire est l'espace dans lequel circulent les matières, car les matières sont déplacées par les hommes qui véhiculent ainsi leurs idées. Il est aussi souvent appelé « espace parcouru » en cherchant à distinguer ce qui relève d'acquisitions directes ou indirectes de matières premières.

Ainsi, la notion de litho-espace permet de tracer l'espace géographique défini par l'extension maximale esquissée par l'origine des matières premières retrouvées sur un habitat individualisé. Pourtant, la simple assimilation du litho-espace à l'espace géographique exploité et au territoire n'est pas suffisante puisqu'elle ne permet pas de considérer les mécanismes sous-jacents à l'acquisition des ressources, en particulier, à savoir si l'acquisition était directe ou non (Delvigne (2016)), dans quelles temporalités s'inscrivaient ces acquisitions et quels critères gouvernaient les choix de matières premières.

L'approche site-centrée donne un point de vue sur la gestion de l'espace très limité et reste une première analyse et représentation qui isole le site des autres lieux de fréquentation humaine. Cette approche permet néanmoins, dans un premier temps d'établir la relation entre les lieux où les ressources ont été prélevées et les lieux de consommation. En revanche, c'est l'ensemble des interconnexions entre lieux qui est porteur de sens dans un espace donné qui est alors considéré comme un territoire.

Pour une compréhension des relations inter-espaces, l'analyse des récurrences dans la fonction des sites et dans l'utilisation des matières premières autorise l'établissement des réseaux de lieux préhistoriques, selon une modélisation des territoires plus proche des données de l'ethnologie et de la géographie. Travailler sur les réseaux de lieux permet donc de représenter le maillage territorial par grande période en raisonnant sur les lieux fréquentés et occupés, d'une part, et les lieux vides de fréquentation, éventuellement évités.

2.2 Contextualisation

La nécessité de mettre en évidence et de déterminer l'origine géologique, voire géographique, des matières premières colorantes qui ont été employées, tant sur les sites d'habitat que dans les sites ornés, n'est pas aussi ancienne que les recherches consacrées à l'étude des provenances de matières premières siliceuses destinées à être taillées.

Pour ces dernières, l'investissement a commencé dès les premières recherches en préhistoire (Damour (1865)). Ce type de démarche a été notamment motivé par la volonté de trouver des correspondances de matières premières entre les équipements taillés de la Préhistoire et des ressources particulières, selon une approche centripète. Cependant, ce type de démarche est resté souvent et longtemps biaisé par la faible connaissance des contextes géologiques favorables à la formation des ressources minérales et du domaine minéral exploité par les populations préhistoriques. En particulier, de nombreuses difficultés se sont révélées lorsqu'il s'est agit de décrire et de caractériser les échantillons de référence, conservés dans différents types de lithothèques. Quant à réaliser des comparaisons à l'échelle suprarégionale, il s'est avéré que ces difficultés devenaient trop nombreuses pour être aisément surmontées. Le besoin d'harmoniser non seulement les méthodes d'échantillonnage des matières siliceuses de référence, mais aussi le vocabulaire employé a donné lieu à la constitution et à la diffusion de bases de données utilisables pour « élaborer un outil fiable au service de la reconstitution des géo-domaines d'approvisionnement » (Fernandes et al. (2013)) et à la mise sur pied de lexiques partagés entre les équipes scientifiques et mis à disposition des contributeurs et des étudiants.

Ainsi, les lithothèques de roches siliceuses ont ouvert la voie sur le plan de la réflexion concernant les principes fondamentaux de l'étude des ressources minérales employées durant la Préhistoire, mais encore, en mettant en place des méthodologies et des lexiques, dont nous pouvons bénéficier en les adaptant à nos objets d'étude. La longue expérience en matière d'étude des ressources siliceuses se traduit par le référencement, la description/caractérisation et la cartographie de très nombreuses ressources de manière systématique et ce dans un réseau suprarégional (Réseau de lithothèques) devenu un réseau national en 2019 avec la naissance du GDR Silex.

Le regard porté par les préhistoriens sur les matières colorantes est assez différent car c'est principalement pour des questions de conservation et de restitution des grottes ornées que se sont posées les questions des ressources colorantes exploitées (Couraud and Laming-Emperaire (1979) à Lascaux ; Cabrera-Garrido (1978) à Altamira, Audouin-Rouzeau and Plisson (1982) pour tester l'intérêt d'étudier les matières colorantes sous forme de résidus et de blocs cohérents, solides ; Chalmin (2003) autour des oxydes manganèse de Lascaux, Ekaïn et Combe Saunière ; Jezequel et al. (2011) sur les matières colorantes de la grotte Blanchard). Puis, ont commencé à se développer une série d'études consacrées principalement à la caractérisation et à l'analyse de vastes corpus de matières non plus appliquées, mais encore cohésives, c'est-à-dire des matières premières brutes, fragmentées et facettées qui ont conservé leur structure pétrographique (Salomon (2009) sur la Grotte du Renne et Combe Saunière ; Beck et al. (2012) sur la Grotte du Renne, Dayet (2012) et Dayet et al. (2015) sur la collection de Diepkloof Rochshelter en Afrique du Sud, Pradeau (2015) sur les matières colorantes employées durant le Néolithique dans le sud-est de la France ; Billard et al. (2016) sur les oolithes ferrugineuses en Belgique et en Normandie). Tous sont partis des sites pour chercher à documenter les ressources qui correspondaient à l'assemblage mis au jour : il s'agit donc, pour commencer, d'une approche centripète. Partageant les mêmes objectifs que nos collègues lithiciens (dont certains sont impliqués dès le commencement de la Pigmentothèque, comme Paul Fernandes et Guillaume Bo-

caccio, et maintenant, Vincent Delvigne et Christophe Tuffery), nous nous inspirons de leur longue expérience afin de rattraper le retard immense qui concerne la connaissance des matières colorantes et de la diversité des ressources qui auraient pu être exploitées durant la Préhistoire.

En vérité, l'identification des ressources est bien au fondement de l'étude des chaînes opératoires et permet de faire le lien entre les séquences en raisonnant sur les qualités des matières exploitées, des choix opérés au fil des modifications jusqu'aux rejets (Figure 2.4) :

- en partant des choix de matières premières pour renseigner tant les espaces minéraux fréquentés que les choix opérés de matières en fonction des critères d'exploitabilité, c'est-à-dire les « goûts », les possibilités techniques et les objectifs de production ;
- en poursuivant avec les méthodes mises en œuvre pour les exploiter en fonction des propriétés intrinsèques des matières premières ;
- en finissant par les applications qui ont laissé des traces d'usure et des résidus sur les matières supports, intentionnels ou accidentels. C'est en effet à la finalité ou aux finalités que l'on pourra accéder pour autant que ces matières auront été reconnues, identifiées et que leurs propriétés auront été mises en évidence.

En confrontant les matières colorantes collectées au sein de la Pigmentothèque avec les vestiges colorants et colorés de différents sites, nous seront en mesure de présenter les propriétés des matières qui ont été recherchées et qui ont orienté la sélection, voire le tri sur les sites habités.

Pour appréhender ces chaînes d'opérations, de choix, d'objectifs et de réalisations, nous croisons deux axes d'échelles d'analyse en nous intéressant aux formations géologiques riches en oxy(hydroxy)des de fer, aux affleurements, à la disponibilité, à l'accessibilité, à la diversité et à la multiplicité de ces nombreuses ressources minérales et aux matières colorantes mises au jour sur les sites en cours d'étude, sous leurs différentes formes : solides et cohésives (blocs et fragments) et résiduelles (résidus sur divers vestiges, imprégnations sédimentaires, matières appliquées volontairement sur divers supports). Ces objets et références géologiques sont déterminés, caractérisés et documentés par leurs caractéristiques visuelles, et mécaniques (résistance), minéralogiques, lithologiques et chimiques pour faire les liens entre la composition et les différentes échelles d'observations.

2.3 Définir les objectifs

La Pigmentothèque est un outil relié à et en support de questions concernant les modalités de gestion des ressources colorantes. Idéalement,

1. il faudrait avoir des références exhaustives en prenant en considération leur diversité et leur variabilité : pour ce qui est des matières colorantes, les références font cruellement défaut ;
2. il faudrait connaître les matières colorantes pour en apprécier les propriétés exploitables (ce pan de la recherche reste encore lacunaire) ;
3. mais aussi les propriétés intrinsèques qui font ces matières, c'est-à-dire les lithologies, leur minéralogie, leur géochimie et leur genèse, ce qui, en revanche s'est beaucoup développé depuis une dizaine d'années.

La *Pigmentothèque* a donc vocation à soutenir les recherches concernant la restitution des ressources exploitées, les sens des déplacements, les espaces minéraux fréquentés, les critères passés de sélection des matières qui éclairent sur les objectifs de productions et des utilisations. Pour ce dernier point, la *Pigmentothèque* sert aussi à renseigner sur les propriétés mécaniques, visuelles et texturales des roches (critères sensibles et d'exploitabilité) afin d'accompagner les expérimentations en cours et à venir (en soutien des mémoires de master de Gauthier Trumel – M2 université de Toulouse Jean-Jaurès 2018/2019 – soutenance en septembre 2019).

L'étude des matières premières colorantes et de leurs provenances se place en effet de manière cruciale au commencement de l'analyse des chaînes opératoires car en documentant les différentes ressources en roches riches en oxydes de fer ou de manganèse il devient possible de définir quelles matières premières avaient été choisies parmi les autres ressources disponibles. Ces ressources documentées sont systématiquement confrontées à des collections archéologiques (qui sont étudiées dans le cadre d'autres projets). En analysant les techniques de transformation des matières colorantes solides mises au jour sur ces nombreux sites archéologiques, il nous est possible d'identifier les savoir-faire propres à des groupes humains et d'apprécier de manière objective leurs connaissances des propriétés visuelles, texturales, mécaniques et chimiques des matières colorantes exploitées (dures, tendres, cassantes, compactes, résistantes, mais aussi leur couleur, leur pouvoir colorant, etc.). Cet aller-retour permet de renseigner sur les propriétés privilégiées selon les procédés d'obtention des produits (diverses poudres) et selon les activités (utilisation de la couleur, traitement d'autres matières), sur l'organisation de la production et sur la transmission des conventions culturelles et sociales.

La documentation de la pluralité et de la diversité des ressources oriente ainsi non seulement notre compréhension des techniques mises en œuvre pour les traiter mais aussi notre compréhension des qualités sensibles (visuelles, texturales, mécaniques) du produit fini recherché pour l'utilisation. Or, comme on le sait désormais, les matières colorantes n'ont pas été utilisées exclusivement dans le domaine des expressions décoratives/esthétiques voire rituelles (grottes ornées, art mobilier et sépultures) mais aussi dans la sphère des activités domestiques. C'est du moins ce que l'on est amené à interpréter en analysant les assemblages très abondants de roches colorantes issues des sites d'habitat (Ormesson, la Grotte du Renne à Arcy-sur-Cure, Régismont-le-Haut, etc.)

En somme, la pigmentothèque en construction est un outil en support des recherches menées sur de nombreuses collections archéologiques. Cet outil ne pourrait exister sans questionner les matières colorantes découvertes sur les sites archéologiques qui révèlent des vestiges de différents types (roches solides brutes, fragmentées, facettées, incisées, raclées, mais aussi des résidus sur différents outils et des applications volontaires sur des objets décorés mobiliers ou sur des parois de grottes). Et inversement, cet outil se nourrit des découvertes archéologiques, de l'étude des assemblages mis au jour sur les sites préhistoriques. En particulier, pour apporter des éléments de réponse aux questions de stratégies d'approvisionnement en matières premières colorantes, nous opérons un aller-retour entre les différents contextes géologiques prospectés et les collections archéologiques qui sont actuellement étudiées par les membres du projet.

2.4 Recherche des sources des matières colorantes

La question de l'origine et la provenance des matières colorantes utilisées pendant la Préhistoire remonte à la reconnaissance d'un art antédiluvien (Cartailhac and Breuil (1903)), dès les premières

analyses cherchant à connaître la nature de ces matériaux, que ceux-ci soient trouvés en contexte archéologique ou sur des parois (Courty (1902), Moissan (1902), Moissan (1903)). Le développement des outils analytiques dans les années 80-90 a permis d'améliorer les connaissances concernant ces matières colorantes, en particulier d'un point de vue structurale (DRX), morphologique (MEB) ainsi que pour accéder à la composition chimique des éléments mineurs et traces (ICP-MS, PIXE, ...) qui peuvent s'avérer être de bons traceurs géologiques (Lorblanchet et al. (1988), Menu and Walter (1992), Weinstein-Evron and Ilani (1994)). Des méthodes isotopiques ont également été mises en œuvre pour tracer les quartz associés aux oxydes de fer (Smith and Pell (1997)). Pourtant l'intérêt pour ces matières colorantes et le potentiel d'information concernant des aspects aussi bien techniques que stratégiques n'a pris de l'ampleur que plus récemment (Salomon (2009), d'Errico et al. (2010), Mathis et al. (2014), Pradeau et al. (2014)). Effectivement, les matières colorantes présentent une grande diversité de natures, de caractéristiques, d'origines et donc de qualités sensibles qui n'ont été que peu interrogées au regard de leurs propriétés chimiques et structurales. Seule une approche complète intégrant la compréhension de ces propriétés sensibles en les comparant avec des matériaux géologiques de référence peut permettre d'aller au-delà de la question de l'origine pour aborder des questions de stratégies et des notions de technico-économie.

Au regard des tentatives (et réussites) d'identification de sources d'approvisionnement des matières colorantes qu'elles soient des roches ferrugineuses ou manganeuses, il est important de comprendre les difficultés méthodologiques qui rendent particulièrement délicates, d'une part, la description des gisements ou affleurements à partir d'une sélection d'échantillons représentatifs pouvant révéler de grandes disparités et, d'autre part, une interprétation fiable de la présence d'éléments chimiques caractéristiques parfois difficiles à quantifier. L'une des méthodes les plus utilisées pour chercher à identifier ces éléments caractéristiques est de chercher les corrélations existantes entre certains éléments et le fer ou le manganèse. Il semble en effet primordial de faire la part des éléments associés à la roche encaissante ou aux minéraux apportés par du détritisme, et les processus de formation des oxydes de fer et de manganèse qui s'enregistrent dans les phases associées parfois à l'état de trace.

La méthode mise en place par l'équipe de Popelka-Filcoff et al. (2008) est fondée sur la recherche des interdépendances de certains éléments avec le fer. De telle sorte qu'en rapportant les teneurs de ces éléments au fer (sous la forme de logarithmes centrés sur le fer), les données ne sont plus tributaires de la grande variabilité de la teneur en fer d'un bloc à l'autre au sein d'une même formation géologique ou d'une zone à l'autre d'un bloc. Ce principe tient au fait que les roches ferrugineuses contiennent des métaux de transition et certaines terres rares, car le «comportement» chimique de ces éléments sont proches, c'est-à-dire qu'ils sont solubilisés et précipitent dans les mêmes conditions physico-chimiques (T, red-ox) (par ex. Beauvais (1999); Blot (2004)).

Les oxydes de fer présentent ainsi une forte affinité chimique avec les métaux de transition, en particulier avec le vanadium, le chrome, le manganèse, le cobalt, le nickel, le cuivre, le zinc, l'arsenic, le molybdène et l'antimoine, ce qui explique que, fréquemment, la teneur de ces éléments est corrélée à la teneur en fer. De plus, dans le cas des altérites ferrugineuses, les rapports de teneurs élémentaires dans la roche-mère sont le plus souvent conservés dans les faciès altérés, mais dépendant aussi des conditions d'altération auxquelles la roche a été exposée (Smith and Pell (1997), Popelka-Filcoff et al. (2012)).

Bien que la constitution de référentiels géologiques soit encore insuffisante, l'accroissement des sources potentielles documentées permet d'appliquer cette démarche à de nombreuses roches colo-

rantes ferrugineuses ou manganeuses prises dans des contextes divers, qu'il s'agisse de références géologiques ou d'objets archéologiques, mais surtout de comparer les roches archéologiques et géologiques avec des poudres appliquées (peintures ou dessins pariétaux ou mobilier, résidus sur les outils qui ont servi à réduire les roches colorantes en poudre et outils mis en contact avec des poudres colorantes lors de diverses activités).

Documentant des formations géologiques à grande extension géographique, nombre de ces travaux ont permis de restituer une carte chimique des roches riches en oxydes de fer à grande échelle. Cependant, dans des contextes géologiques contrastés qui nous intéressent dans le cadre de la Pigmentothèque, renfermant de nombreuses unités stratigraphiques à roches riches en (oxydes de) fer et manganèse (formations, membres, bancs remarquables), le nombre d'échantillons à réaliser et à analyser est alors très élevé. De plus, à l'image de l'environnement minéral, on doit s'attendre à ce que les corpus archéologiques révèlent des matières premières diversifiées, ce qui nécessitera de caractériser de nombreux objets ou échantillons.

Par conséquent, pour identifier les sources de matières premières riches en oxy(hydroxy)des de fer et manganèse, il convient de référencer de nombreuses sources potentielles au sein des formations qui livrent de telles matières en prenant en considération leurs variations verticales et horizontales. Les résultats les plus prometteurs sont donnés par les travaux qui associent l'analyse de la roche elle-même par pétrographie et la caractérisation géochimique en parallèle d'une documentation précise des différentes formations géologiques susceptibles d'avoir été exploitées à l'échelle régionale.

Le choix des analyses est gouverné par une combinaison de facteurs, dont les plus importants sont la gamme d'éléments mesurés et la précision des mesures, d'une part, l'accessibilité et le coût des analyses, d'autre part, et enfin, la possibilité de modifier, voire de détruire partiellement l'échantillon (tableau 2.1).

Pour définir une démarche idoine, ces différentes méthodes, présentant chacune des avantages et des limites analytiques, sont confrontées en fonction de la nature des matières premières à caractériser et de la nature des échantillons (roches solides, poudres, poudres appliquées), en fonction des questions posées et de la diversité des matières premières dans les corpus archéologiques et dans l'environnement géologique.

On comprend bien alors que ces différents ajustements conduisent à utiliser des dispositifs analytiques différents qui rendent absolument indispensable, pour des comparaisons, le recours à des analyses pivots (communes à une sélection d'échantillons) et à l'emploi de standards qui permettent d'apprécier les précisions des différents dispositifs et d'établir si des comparaisons sont justifiées.

2.5 Les limites actuelles

D'après les différentes études cherchant à trouver des correspondances entre des matières colorantes archéologiques et une source d'approvisionnement, la méthode basée sur la corrélation d'éléments traces avec le fer ou le manganèse semble être la plus répandue et la plus prometteuse car elle permet de discriminer des grandes familles de formations de ces roches (Weinstein-Evron and Ilani (1994), O'Neill et al. (2004), Creagh et al. (2007), Jezequel et al. (2011), Beck et al. (2012), Bonneau et al. (2012), Mathis et al. (2014), Scadding et al. (2015), Zipkin et al. (2017)).

Cependant, la robustesse inégale des techniques analytiques utilisées ne permet pas toujours des comparaisons d'une étude à l'autre. En particulier, lorsque les zones de mesure ne sont pas identiques en position et en taille, ou si la préparation de l'échantillon diffère d'une technique à l'autre, ces

Tableau 2.1 : Observations et analyses des roches colorantes : apports et limites de différentes méthodes.

| | Observation à l'œil nu | Observation sous la loupe binoculaire | Microscopie optique en lumière transmise | Diffractométrie de rayons X | Diffractométrie de rayons X sur fraction argileuse | Fluorescence des rayons X (XRF) | Particule Induced X-ray Emission (PIXE) | Laser ablation Inductively Coupled Plasma Mass Spectrometry (LA-ICP-MS) |
|---|--|--|--|---|--|--|--|--|
| Caractéristiques observées ou analysées | Couleur, durétié, homogénéité, inclinaisons remarquables | Minéraux reconnaissables, figures texture | Granulométrie, texture, structure, ciment, matrice, éléments figurés... | Qualitatif, semi-quantitatif phases cristallines | Qualitatif/semi-quantitatif phases argileuses | Analyse élémentaire quantitative | Analyse élémentaire quantitative | Analyse élémentaire quantitative |
| Préparation | Aucune | Aucune | Lame-mince (après imprégnation en résine), couverte ou non, sciage | Réduction en poudre | Réduction en poudre, décantation | Aucune | Aucune | Aucune, mais analyse, possible sur lame-mince non-couverte, micro-destructive |
| Contrainte | Aucune | Aucune | Destruction du bloc lors de la préparation | Destruction du bloc lors de la préparation | Destruction du bloc lors de la préparation | Obtenir l'accès aux appareillages + multiplier le nombre de points | Obtenir un accès à des appareillages + multiplier le nombre de points | Obtenir l'accès à des appareillages |
| Coût | Aucun | Aucun | 15-30 € par lame-mince | ? | ? | Obtenir l'accès aux appareillages | Obtenir un accès à des appareillages | 30-100 € / échantillon |
| Temps | Quelques minutes | Quelques minutes | Observation : quelques heures. Préparation : plusieurs jours | Plusieurs heures + identification | Plusieurs heures + identification | 2-5 point + dépouillement + traitement statistique | 15 min/point + dépouillement + traitement statistique | ? |
| Nombre d'analyses / objet | Toute la surface | Toute la surface | Tranche de 5-6 cm de long par 30 µm d'épaisseur | 0,3 cm ³ de poudre environ | Fonction de la teneur en argiles | Environ 0,5-1 cm ³ | Surface analysées ajustables de 10 µm à 5 mm de diamètre x max 10 µm de profondeur | 100 µm de diamètre |
| Échantillonnage | 1 | 1 | 1 | 1 | 1 | Au moins 3 points | Au moins 3 points | 3 points à plusieurs profondeurs |
| Particularités | Toute la collection | Toute la collection | Quelques pièces brutes | Quelques pièces brutes | Quelques pièces brutes | Vaste corpus dont échantillons préparés et pièces facettées | Sélection dont échantillons préparés et pièces facettées | Petite sélection dont pièces facettées |
| Apports | Qualité des matières premières | Structure des matières premières | Géologie | Phases cristallines | Fraction argileuse | Empreinte chimique moyennée sur 1 cm ³ environ | Empreinte chimique, analyses ponctuelles ou cartographies élémentaires | Empreinte chimique. Quantification des terres rares (REEs). Analyse ponctuelle |
| Limites | Premier tri du corpus | Première détermination des roches | Détermination des roches, de leur genèse, de leur fraîcheur et de leur parenté | Identification des minéraux | Identification des minéraux argileux | Quantification de la plupart des éléments majeurs et mineurs et de quelques traces à partir du calcium | Quantification de la plupart des éléments majeurs et mineurs et de quelques traces ; limites de détection faible | Quantification de tous les éléments, limites de détection très faibles |
| | Premier examen peu informatif | À comparer avec des références géologiques | Limité à peu de pièces | Limité à peu de pièces, difficile de déterminer plusieurs phases ferrugineuses qui cohabitent. Pas d'empreinte pour les OIS | Limité à peu de pièces, difficile de déterminer plusieurs phases argileuses qui cohabitent. Pas d'empreinte pour les OIS | Éléments légers et traces pas ou mal dosés | Dépend de l'appareillage μPIXE très précis ; demande à multiplier le nombre de points sur des roches hétérogènes | Nombre réduit d'échantillons/pièces ; relativement coûteux |

comparaisons nécessitent l'utilisation systématique de protocoles rigoureux et similaires, ainsi que l'utilisation d'échantillons de référence identiques.

En effet, les concentrations élémentaires ne sont pas toutes dosées avec la même précision, certaines n'étant pas mesurées avec certains dispositifs analytiques. De ce fait, le croisement des différentes méthodes est rendu nécessaire et justifie que soient décrites et documentées les caractéristiques pétrographiques, cristallographiques et élémentaires des matières premières. Différentes méthodes d'observation et d'analyses ont été menées ou seront utilisées dans le cadre du PCR et dont les caractéristiques techniques et pratiques d'une part, et d'autre part, les apports et limites, sont synthétisés dans le tableau 2.1. L'étude des sources de matières premières colorantes repose en premier lieu sur une très bonne observation et description du matériel géologique frais et altéré prélevé sur le terrain. Ce type d'examen procure les meilleurs résultats en contrôlant un ensemble de paramètres relatifs à la genèse et à la position stratigraphique des ressources (stratigraphies, effets de site, patine, géomorphologie, documentation géologique, limites analytiques...).

Tous les outils, de l'œil à l'analyse élémentaire, doivent être intégrés pour relier les différentes échelles d'observation et d'analyse. Mais, bien entendu, les résidus, les imprégnations sédimentaires et les poudres appliquées ne peuvent être caractérisés par de simples observations et descriptions. La destructuration de la roche initiale fait perdre l'une des caractéristiques les mieux reconnaissables des matières premières.

Par ailleurs, certains corpus de matières colorantes cohésives mises au jour sur des sites paléolithiques et néolithiques, ne sont composés que de très petits fragments dont les caractéristiques lithologiques sont difficiles à décrire, ou au sujet desquelles nous formulons de nombreux doutes (Castellar et Pendimoun, Régismont-le-Haut, la grotte aux Points, la baume d'Oulens, par exemple). S'agit-il de matières colorantes d'origines différentes ou de variations lithologiques au sein d'une même géomatière qui a autrefois été réduite en poudre ou à l'état de très petits débris ? C'est pourquoi nous complétons les observations par des analyses. Mais toutes ne permettent pas de répondre aux questions d'identification des matières premières ou de provenance.

Les analyses élémentaires par fluorescence des rayons X (XRF) permettent d'analyser de larges corpus, car les temps d'acquisition sont courts et cette méthode ne requiert pas ou peu de préparation des échantillons. Ces faits expliquent que cette méthode soit particulièrement prisée. En revanche, si chaque étude menée avec un appareillage différent dans des conditions expérimentales différentes apporte des données nouvelles et répond à une question ponctuelle (compatibilité chimique des matières premières comparées, discrimination entre certaines matières premières, présence de certains éléments diagnostiques, etc), les résultats de différentes campagnes d'analyses ne peuvent pas être comparés les uns aux autres. C'est pourquoi un gros effort méthodologique doit être consenti pour calibrer les appareils afin qu'ils ne fonctionnent pas comme s'il s'agissait d'analyser des produits normalisés issus de la production industrielle actuelle (contrôle qualité des produits).

Partie 3

La méthodologie

L'ensemble de la méthodologie développée dans le cadre de la Pigmentothèque s'appuie sur l'expérience du réseau des lithothèques ainsi que sur les méthodologies déjà adaptées aux matières colorantes en contexte archéologique par la plupart d'entre nous. Depuis 2016, la méthodologie générale est restée la même et basée sur les grandes étapes de la recherche documentaire, la prospection, la caractérisation et enfin la redistribution spatiale de ces données. En revanche, au sein de chaque grande étape, la méthodologie n'a cessé d'être réajustée et améliorée au vue des verrous rencontrés et suite à des échanges de pratiques au sein de l'équipe grandissante de la Pigmentothèque. En effet, des formulaires ont évolués et ont été ensuite validés par les collègues de disciplines différentes (archéologues, conservateurs, géologues, physico-chimistes, ...).

A partir des différentes étapes de cette méthodologie, il est possible d'alimenter une boîte à outil opérationnelle dans un objectif de partage et pédagogique pouvant ensuite alimenter la réflexion et la comparaison avec le matériel archéologique (Figure 3.1).

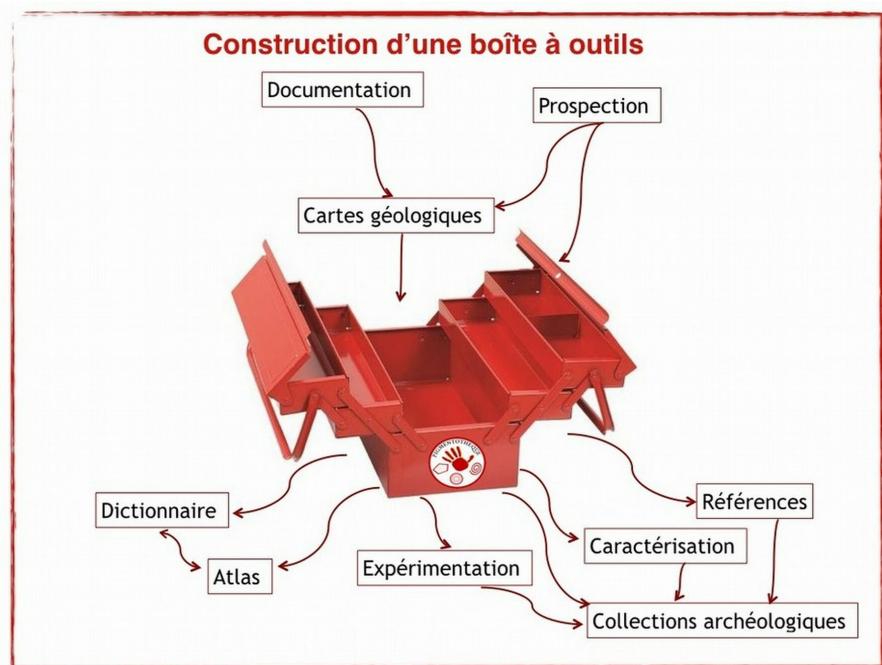


Figure 3.1 : Illustration de la construction de la boîte à outils dédiée à l'étude des matières colorantes.

3.1 Recherche documentaire

La sélection des sites à prospector repose en premier lieu sur une recherche documentaire. Elle s'appuie principalement sur les sources du BRGM (cartes géologiques, notices, mémoires et rapports, Dumas (1876)), les archives minières et les monographiques en géologie auxquelles sont croisées différentes sources d'information telles que la toponymie, les observations des terrains le long des routes avec *Google Street View* et les observations des photos aériennes et satellites à différentes époques disponibles sur le Géoportail et Remonter le temps – remonterletemps.ign.fr (Figure 3.2). Cet ensemble de documents permet de définir les lieux à prospector.

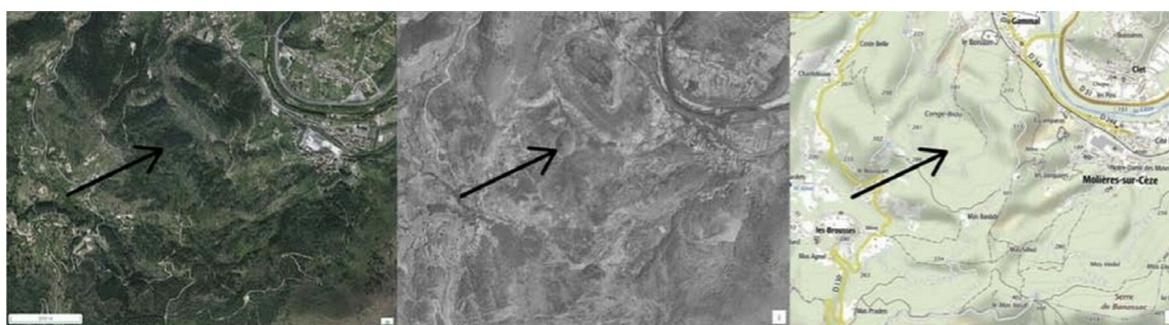


Figure 3.2 : Comparaison de photographies aériennes et satellites à différentes époques entre Molières-sur-Cèze et Saint-Florent-l'Auzonnet (Gard). De gauche à droite : Vue actuelle, photographie des années 50-60, fonds de carte topographique. Sources IGN (Remonter le Temps. Le terril visible il y a 50 ans est actuellement complètement végétalisé et difficile à repérer dans le paysage.)

3.2 Prospection

Sur le terrain la variabilité verticale et horizontale des sources est documentée par un échantillonnage, la description et la couverture photographique des différentes lithologies présentes (Figure 3.3). L'enregistrement des sources de matières colorantes se fait désormais en utilisant l'enquête SILEX_V4 adaptée à la *Pigmentothèque* avec *Survey123forArcGIS* par CT, HS, ACDK et ECh.

Cette application utilisant le support *Survey123* développé par *ArcGIS* se présente sous forme d'une enquête avec 36 champs à compléter (*cf.* annexe 10). Pour l'instant l'application en cours de test est hébergé par le site de l'INRAP. Nous prévoyons de transférer l'application sur le compte *ArcGIS* du laboratoire EDyTeM. L'accès au formulaire et aux résultats nécessitent d'avoir un compte utilisateur. Une fois rempli le formulaire sur le terrain, la validation est réalisée par un modérateur.

Le formulaire est disponible dans une interface Web : <https://survey123.arcgis.com/share/f657397d59a24c8a1>

Une fois le formulaire renseigné et publié (soit avec l'application pour mobile, soit depuis l'interface Web), les résultats sont visibles ici : <https://survey123.arcgis.com/share/f657397d59a24c8ab7a61ee46de95>

Nous avons opté pour l'enregistrement des points d'échantillonnage qui peuvent livrer plusieurs lithologies. L'individu est donc le lieu d'échantillonnage qui regroupe par conséquent plusieurs échantillons classés par lithologie.

Enquête PIGMENTOTHEQUE

Informations administratives sur le lieu de collecte

Auteur-e(s) de la création de la fiche
(Prénom et Nom)

Auteur-e(s) de la modification de la fiche
(Prénom et Nom)

Auteur-e(s) de la collecte
(Prénom et Nom)

Date de prélèvement de l'échantillon
En cas de date inconnue, ne pas renseigner de date

Enquête PIGMENTOTHEQUE_v1

Vue d'ensemble Analyse **Données**

12/09/2019 - 20/12/2019 Filtre Rapport sur les entités Exporter Ouvrir dans la visionneuse de carte Afficher une réponse individuelle

11/11

Enquête PIGMENTOTHEQUE_v1

Envoyé par : helene.salomon_INRAP
Heure d'envoi : 28 nov. 2019 à 17:12:46

Informations administratives sur le lieu de collecte

Auteur-e(s) de la création de la fiche
Claire Chanteraud

Auteur-e(s) de la collecte
HS+CC

Date de prélèvement de l'échantillon
28 nov. 2019

Date de création de la fiche
28 nov. 2019

Contexte de réalisation de la fiche
Terrain

Statut de la collection
Publier

| Auteur-e(s) de la création de la fiche | Auteur-e(s) de la modification de la fiche | Auteur-e(s) de la collecte | Date De Prélèvement De L'échantillon | Date De Création De La Fiche | Date De Modification De La Fiche | Contexte de réalisation de la fiche |
|--|--|----------------------------|--------------------------------------|------------------------------|----------------------------------|-------------------------------------|
| Claire CHANTERAUD | HS + C.C | 28 Nov. 2019 | 28 Nov. 2019 | | | Terrain |
| Claire Chanteraud | HS+CC | 28 Nov. 2019 | 28 Nov. 2019 | | | Terrain |
| Matthieu Lebon | Matthieu Lebon | Matthieu Lebon | 2 Oct. 2019 | 2 Oct. 2019 | 2 Oct. 2019 | Terrain |

1 sur 11 sélectionnés

Figure 3.3 : Liste des champs remplis sur le terrain à partir de l'enquête Pigmentothèque (Survey123forArcGIS, C. Tuffery, H. Salomon, A. Chassin de Kergommeaux, E. Chalmin, C. Chanteraud, M. Rossi, E. Goemaere, D. Gasquet).

Au moment de l'enregistrement du point d'échantillonnage sont documentés les coordonnées GPS affinées par une localisation sur une carte du BRGM au 1 :50000^{ème}, voire une carte IGN au 1 :25000^{ème}. La couche géologique dans laquelle les prélèvements sont réalisés est systématiquement renseignée. Dans la fiche d'enregistrement, un champ renseigne la ou les méthode(s) de géoréférencement (cf. chapitre 10 - annexe 1 : Lexique terrain).

Les informations environnementales sont aussi détaillées pour apporter des éléments de compréhension du contexte des découvertes. Ainsi, la position topographique des affleurements est-elle indiquée (fond de vallée, flanc de colline-pentes, plateau). Les conditions de récolte des géomatières sont indiquées à savoir si les matières sont accessibles en position primaire (dans sa formation d'origine), sub-primaire (à proximité immédiate de sa formation d'origine et toujours en relation avec cette dernière comme un éboulis de la roche d'origine), secondaire (à proximité de sa formation d'origine mais déconnectée de cette dernière, par exemple dans une formation superficielle : colluvions), secondaire issu d'une formation disparue (après transport : alluvions), la roche encaissante, son âge, le types récolte (sélective ou systématique), la taille des modules récoltés.

Nous indiquons aussi si ces matières ont été remaniées par des activités humaines (éléments de maçonnerie, haldes) ou mises au jour par des activités humaines (mines, percement de routes ou tranchées, exploitations souterraines). L'accessibilité actuelle et passée des matières colorantes est évaluée dès le terrain à partir de la documentation géologique et géographique et en fonction de l'anthropisation (aménagement du territoire, exploitations industrielles). Elle sera ensuite affinée par une étude géomorphologique au cas par cas. Pour ce faire, l'utilisation d'outils de géomatique sera privilégiée à différentes échelles de sorte à localiser les différents types de formations (primaire, sub-primaire, secondaire) et leur connexion tout en intégrant la notion de dynamique de ces gisements affleurant (Figure 3.4).



Figure 3.4 : Photo illustrant la collecte d'information sur le terrain.

Les points négatifs visités sont systématiquement enregistrés. Il s'agit des lieux où des matières riches en fer/manganèse sont signalées dans la documentation (comme détaillée plus haut) mais où

aucune ressource ou indice de ressource de matière colorante n'a pu être mis en évidence. Les situations qui expliquent ces absences peuvent être de plusieurs ordres :

1. il n'y a pas de ressource visible/accessible compte tenu d'une forte urbanisation ou de la modification radicale du paysage suite à des exploitations minières (épuisement des ressources, comblement du site minier, destruction complète du site), une modification de l'accessibilité du fait de la profondeur des labours,
2. les ressources indiquées dans la documentation géologique n'existent pas à l'affleurement à l'heure actuelle et n'ont jamais été à l'affleurement (minerais de fer exploités en galeries souterraines à plusieurs mètres voire dizaines de mètres sous le sol et comblées actuellement),
3. les ressources ne sont plus à l'affleurement aux lieux attendus suite à l'érosion ou des recouvrements par des colluvions et des alluvions,
4. ou encore, il y a un couvert végétal trop dense pour permettre l'accès au site ou une bonne visibilité, ce qui induit l'organisation d'une nouvelle visite à une période plus favorable.

Une fiche ID est dressée pour chaque point d'échantillonnage décrivant le point spatial d'échantillonnage, ainsi que la description du(es) différent(s) faciès présent(s) en ce point. Cette fiche est complétée en laboratoire pour renseigner la nature des analyses réalisées, les noms des fichiers attachés à ces analyses, les conditions opératoires et les résultats obtenus.

3.3 Caractérisation des matériaux géologiques

La construction de la méthodologie analytique est basée sur la compréhension des différentes étapes permettant de transformer la matière première en matière transformée, utilisée et conservée. Le degré de transformation induit une certaine perte d'information par rapport à la connaissance de la matière première. La figure 3.5 décrit les liens existant entre les méthodes nécessaires pour accéder à ces différents degrés d'information en fonction de ces étapes de transformation.

Elle représente l'évolution des matières exploitées avant et après leur utilisation (chaîne évolutive) et au cours de leur exploitation (chaîne opératoire). Les vestiges archéologiques cohésifs et les matières premières en position primaire occupent l'essentiel de notre attention pour le moment car ces objets/matières sont les plus riches d'informations. La Pigmentothèque aussi à aborder la chaîne évolutive (dont la taphonomie) pour mieux comprendre les matières colorantes utilisées et réduites en poudre.

3.3.1 Description des faciès de matières colorantes du terrain au laboratoire

Les travaux méthodologiques développés depuis une dizaine d'années par certains d'entre nous (JVP, HS, Ech, LD, LB, ML, EG) et de nombreuses équipes à travers le monde ont démontré que, comme pour de nombreuses autres roches, la signature d'une formation, d'un banc, voire d'un affleurement de matières riches en oxy(hydroxy)des de fer ou de manganèse, pouvait être définie par ses caractéristiques lithologiques et pétrographiques (mises en évidence aux échelles macro-, méso- et microscopiques), minéralogiques (nature et association de minéraux au sein de la roche, degré de cristallinité) et géochimiques (proportion des éléments majeurs, mineurs et en traces). Mais l'expérience montre

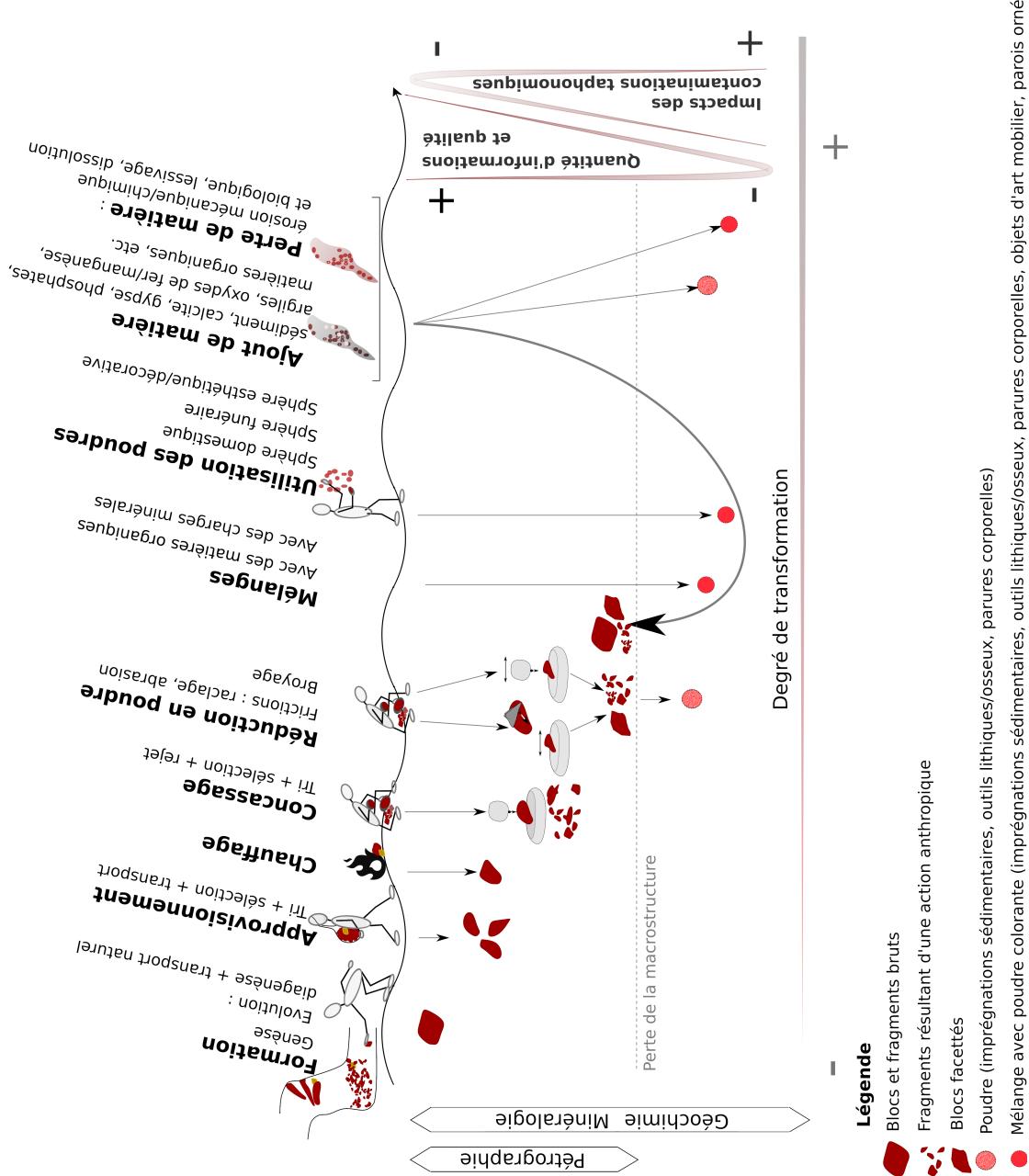


Figure 3.5 : Schéma de synthèse explicitant les différentes trajectoires des matières colorantes de la source à leur usage et abandon, et leur conservation impliquant différents degrés de transformation. Une corrélation entre ce degré de transformation et la perte d'information sur la compréhension de ces matières est proposée.

aussi que le **diagnostic** le plus **fondamental** et le plus **routinier** est une **description des caractéristiques observables à l'échelle mésoscopique** (Pradeau et al. (2014), Pradeau (2015), Salomon (2009); Salomon et al. (2014); Pradeau et al. (2016), Billard et al. (2016)). Les caractéristiques des matières premières sont donc dans un premier temps définies en identifiant le type de roche dont il s'agit. En s'appuyant sur cette expérience collective, nous adaptons la démarche analytique aux échantillons géologiques.

C'est pourquoi nous avons fixé une série de champs de description qui sont remplis dès l'échantillonnage sur le terrain afin de documenter la variabilité des faciès présents au sein d'un même gîte. De plus, dès le terrain, puis en laboratoire, les qualités physico-chimiques sont décrites. Ce sont en effet les qualités sensorielles qui sont les premières reconnaissables et celles qui ont été appréciées durant la Préhistoire (couleur, dureté, compacité, homogénéité, pouvoir colorant).

Ces descriptions sont apportées de manière plus ou moins précise sur le terrain selon les possibilités d'observation et la nature des matières. Elles sont, par ailleurs accompagnées de photographies et souvent de schémas des affleurements et de la disposition des lithologiques au niveau de l'affleurement.

Les descriptions sont reprises, complétées, modifiées et précisées en laboratoire à différents grossissements.

Les observations à l'œil nu, à la loupe binoculaire et au microscope optique polarisant en transmission, mais aussi en réflexion, occupent une place absolument incontournable pour travailler sur tous les types de roches colorantes. Ces trois outils d'observation sont ici utilisés de manière complémentaire car ils permettent de faire le lien entre les différentes échelles d'observation et permettent de guider les analyses sensu stricto, qu'elles soient conduites sur la totalité de l'objet ou sur des parties choisies ou isolées de l'objet. Les références géologiques sont enregistrées en suivant les critères de description et de détermination des roches (décrisées par leur texture, granulométrie, couleur, dureté, fabrique, éléments figurés comme les macro- et microfossiles, minéraux, ciment, matrice, porosité) en se référant à des chartes, telles que celles développées (Dunham (1962); Folk (1962)) et les chartes visuelles d'abondance, de granulométrie, d'orientation, de sphéricité et d'arrondi, de classement granulométrique (*cf.* patrie 10 - annexe 2 : Lexique en cours.)

Une grande partie des caractéristiques intrinsèques quantitatives et qualitatives des roches colorantes sont ainsi restituées. Les roches colorantes sont donc bien définies par leur nature, leur variabilité, leur genèse et leur évolution.

La pétrographie reste l'une des méthodes d'investigation les plus instructives mais la préparation des échantillons présente souvent des contraintes importantes que Fayçal Soufi en tant que lithologue tente de surmonter. En particulier, les matières très poreuses et tendres et les matières riches en argile se désagrègent lors de l'amincissement. La réimpregnation et l'inclusion sous vide ont déjà apporté des solutions satisfaisantes dans certains cas (cf. 3.5 préparation des plots polis et des lames minces).

3.3.2 Analyses : apports et limites

Les analyses élémentaires et structurales sont complémentaires. En premier lieu, les observations et analyses de coupes fraîches et de sections polies en microscopie électronique à balayage permettent de croiser la description des morphologies des amas de cristaux, de la texture de la roche de l'organisation des constituants de la roche, des rapports d'abondance de phases et les analyses des éléments

qui composent les différents constituants de la roche (phases minérales, intraclastes, bioclastes). Ces inspections permettent aussi d'expliquer certaines observations faites en microscopie optique et renseignent sur les relations entre éléments pour mieux interpréter les mesures chimiques (PIXE et ICP).

Vient s'ajouter l'identification semi-quantitative des phases minérales qui renseigne sur la présence/ absence de certaines phases et leur rapport d'abondance approximatif. Cette analyse renseigne aussi sur l'état de cristallinité des phases minérales qui peut se révéler être un très bon indicateur de l'origine géologique de la roche analysée. L'analyse minéralogique repose le plus souvent sur des mesures en diffraction des rayons X (DRX) qui est la méthode la plus utilisée, puisqu'elle permet de mener une analyse globale d'une poudre ou de blocs. Il n'est donc pas nécessaire de prélever ni de réaliser quelques modifications de l'échantillon pour l'adapter à l'analyse. L'identification de ces phases se fait par référence à des bases de données très riches, alimentées depuis plus d'un siècle (ICDD : The International Centre for Diffraction Data). Dans le domaine des analyses élémentaires, une recherche dynamique s'est développée ces dernières années, explorant les potentialités de différentes méthodes de géochimie tant invasives ou requérant la préparation irréversible d'échantillons telles que l'activation neutronique - INAA, la spectrométrie à fluorescence de rayons X dispersive à longueur d'onde - WDXRF et la torche plasma - ICP-AES, ICP-OES, ICP-MS, voire micro- destructives par LA-ICP-MS. Concernant les méthodes non invasives et de surface, les plus employées sont la spectroscopie de fluorescence des rayons X - XRF, de laboratoire ou portable - p-XRF ou encore synchrotron - syn-XRF et l'utilisation de faisceau de particules extrait - PIXE. Le choix de ces techniques dépend de l'accessibilité de celles-ci autant que de la qualité de l'information requise (qualitative, semi-quantitative, quantitative, sensible ou peu sensible aux éléments trace, ...) et de la nécessité de conserver l'échantillon intact (préparation, destruction partielle ou totale). Ces différentes mesures visent à doser les teneurs en éléments ciblés sur les matières que l'on étudie avec plus ou moins de précision selon les équipements et selon les éléments dosés.

En théorie, certains éléments, piégés dans les roches, peuvent se révéler être des indicateurs discriminants.

Dans le cadre des premières analyses réalisées pour la caractérisation des prélèvements de matières colorantes géologiques, deux méthodes d'analyse élémentaire ont été mise en œuvre : la méthode PIXE (quantitatif, non destructif, focalisé) et les méthodes ICP-AES et ICP-MS (quantitatif, destructif, global). L'objectif étant ensuite d'adapter les modalités de comparaison avec des objets archéologiques.

Afin de comparer les données acquises par ces différentes analyses, il semble essentiel de passer par l'élaboration d'une série de standards dont la composition est proche des matières que nous analysons et qui permettront :

- premièrement de connaître avec précision les limites de détection des différents appareillages pour l'étude de ce type de roche,
- et deuxièmement, à terme de réaliser des comparaisons entre les analyses réalisées avec différents équipements.

Ces analyses ont donc été menées pour réaliser les premiers tests de faisabilité et évaluer leur charge informative en ce qui concerne la possibilité d'identifier et de mesurer les éléments traces qui définissent la signature chimique des roches colorantes de la pigmentothèque et avec quel dispositif analytique les signatures auront les résultats suffisants pour répondre aux questions de provenance.

L'élaboration de standards dont les propriétés soient assez proches des échantillons à analyser est donc indispensable pour ajuster les conditions expérimentales. Une sélection de roches de référence provenant d'environnements géologiques contrastés a donc été réalisée et complétée avec des géo-standards certifiés (DR-N diorite, BE-N basalt, MA-N granite, BX-N bauxite et IF-G iron formation). Grace à ces standards et références, il est alors possible de confronter la variabilité des formations géologiques voire de comparer aux dépôts poudreux, aux imprégnations et, de manière générale, aux vestiges non cohésifs de matières riches en oxy(hydr)oxydes de fer afin de les mettre en relation avec les matières colorantes solides. L'utilisation de ces standards est donc indispensable pour :

1. permettre l'intercomparaison d'une méthode analytique à une autre,
2. proposer un modèle prédictif des gammes d'éléments traceurs qui seront à même d'être détectés avec suffisamment de précision pour discriminer des sources,
3. choisir le dispositif analytique le plus susceptible de caractériser les matières colorantes avec la finesse requise.

3.4 Adaptation de la méthodologie aux les objets archéologiques

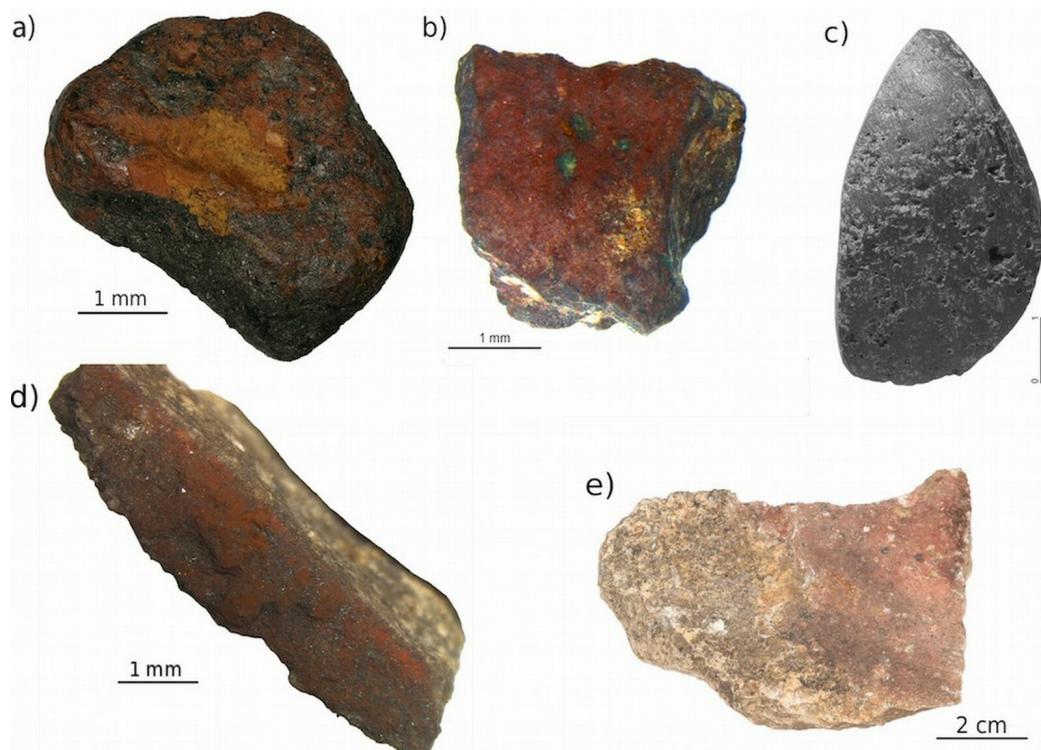


Figure 3.6 : Exemples de matière colorante cohésive sans trace d'utilisation : a) Rocher du Château, (Bessans, E. Chalmin) et b) Grotte aux Points (Ardèche, C. Chanteraud); c) exemple de matière colorante facetée : « Crayon » de Combe Saunière (H. Salomon); exemples de matière colorante déposée sur substrat : d) fragment de galet de gneiss présentant une face colorée (Rocher du Château, E. Chalmin) et e) écaille de paroi présentant un tracé rouge (grotte aux Points, J. Monney).

Les matières colorantes et colorées issues de fouilles archéologiques présentent un certain nombre de contraintes qu'il est nécessaire de prendre en considération pour optimiser la méthodologie d'ana-

lyse de ces objets (Fig. 3.6 et Fig. 3.7). En effet, ceux-ci sont avant tout considérés comme précieux dans la mesure où ils sont des artefacts uniques qui permettent de documenter les pratiques, les usages et les techniques des sociétés du passé. De plus ces matières colorantes de tailles variables (entre quelques millimètres à plusieurs centimètres) peuvent être plus ou moins cohésives et plus ou moins tendres ce qui peut les rendre vulnérables et fragiles, en particulier lors de leur manipulation. Enfin, des matières colorantes présentent des traces d'exploitation se traduisant par des stigmates de percusion, des surfaces nivélées et striées, des incisions, des perforations voire, dans des cas exceptionnels, des gravures. Ces objets ne sont donc pas modifiés par nos analyses, il va de soit.

Concernant les objets présentant des traces de matières colorantes (les objets colorés : divers outils ou éléments de parure corporelle en matières dures animales, macro-outillage en roches non taillées, tels que les outils dormants ou les percuteurs, les outils taillés en roches siliceuses, mais encore des fragments décrochés des parois ornées, les imprégnations sédimentaires, ou enfin les os humains), l'objet lui-même peut présenter des fragilités et une valeur patrimoniale importante.

Pour étudier ces objets tout en conservant leur intégrité, il est important d'établir des critères de description à l'échelle macro et mésoscopique avant de choisir et d'adapter la méthodologie analytique à employer (Fig. 3.8).

Ensuite pour établir une méthodologie d'analyse, les techniques étant nombreuses, le choix de celles-ci dépend principalement de la disponibilité (accès, coût, temps), de la nécessité de préparer des échantillons, ainsi que de l'implication de la destruction partielle ou complète de l'échantillon. Ces choix seront déterminés par les questions motivant ces analyses. L'ensemble des possibilités et des spécificités de ces techniques ne sera pas présenté ici (pour les généralités voir Wilson and Pollard (2008), Malainey (2010); pour les techniques synchrotron voir Bertrand (2007), Cotte et al. (2009), Reiche and Chalmin (2013), mais une proposition de méthodologie générale basée sur les techniques les plus fréquemment utilisées est développée ici.

De façon générale, pour comprendre au mieux la matière colorante, qu'elle soit sous forme de micro-prélèvements de paroi ou de fragments compacts, une première observation sous loupe binoculaire sans aucune préparation est requise. Il est déjà possible d'accéder à une couleur ou un mélange de couleurs, une morphologie générale, une organisation de la matière, une granulométrie et l'identification de certains minéraux caractéristiques (comme le quartz, les micas, ...). Par ailleurs, ces premières observations à faible grossissement (en 6x et 100x), permettent d'appréhender les états de surface, en particulier, il est souvent possible de lister les contributions liées au milieu d'enfouissement à savoir les précipitations post-dépositionnelles, les sédiments, les contacts avec diverses matières dans le milieu d'enfouissement et les effets des manipulations lors ou après la découverte.

Préférentiellement sans préparation, l'observation au microscope électronique à balayage couplé à une sonde à énergie dispersive (MEB-EDS) permet en premier lieu de confirmer l'attribution des dépôts ou modifications dans le milieu d'enfouissement. Ensuite, il est possible d'accéder à la micro-morphologie, à l'organisation structurale ainsi qu'à l'analyse élémentaire de la surface des prélèvements ainsi que des objets de petite taille. L'absence totale de préparation impliquant le dépôt d'un film de matière carbonée ou d'or à la surface de l'objet analysé reste cependant souvent une limite, car des effets de charges dégradent la qualité des observations. L'utilisation d'un microscope électronique à effet de champ (MEB-FEG), ou d'un microscope avec un vide partiel peut permettre également de remédier à ce type de préparation.

En l'absence de préparation des matières colorantes, il est possible d'accéder à des analyses de



Figure 3.7 : Exemples de matière colorante sur des outils et éléments de parure corporelle mis au jour à Régismont-le-Haut (H. Salomon).

surface de façon non-invasive avec des techniques comme la spectroscopie Raman et infrarouge pouvant être couplée à un système optique pour accéder à l'identification de constituants minéraux et organiques (e.g. FTIR (Darchuk et al. (2010), Bonneau et al. (2012), Hunt et al. (2016)); Raman (Hernanz et al. (2016), Rosina et al. (2018))). Ces techniques se révèlent souvent limitées par la formation de concrétion en surface des objets archéologiques (comme c'est le cas à la grotte aux Points). Les techniques de laboratoire de fluorescence (XRF) et de diffraction des rayons X (DRX) ne sont pas

| Pièces cotées | | | | | | | | | | | |
|---------------|-------|-----------------|--------|---------|----------|-----|---------------|----------------------------|--------------------|---------------------------------|------------------------------|
| site | année | ensemble sédim. | couche | section | carré n° | nbr | masse | longueur | largeur | épaisseur | <5mm |
| Tanisage | | | | | | | | | | | <1cm |
| site | année | ensemble sédim. | couche | section | carré n° | nbr | masse | longueur | largeur | épaisseur | <1cm |
| Raccords | | | | | | | usure | description | commun | type litholog | transport |
| site | année | ensemble sédim. | couche | section | carré n° | nbr | remonte sur | remonte sur | remonte sur | remonte sur | remonte sur |
| | | | | | | | traces Anthro | surface naturelle | habitus cortex | anthropique | tapho : tapho : tapho : |
| usure | | | | | | | couleur | com. Couleur | éclat | min. Chromo | Sédim Surface 1 Topo Angles |
| Macro 1 | | | | | | | dureté | cassure | cohésion structure | com. | description |
| Couleur | | | | | | | fracture | fact. Orient | com. Rempliss. | Fracture | Poro. Poro. Com. |
| Macro 1 | | | | | | | liaant | abondance | liaant | liaant | DistributioRempiss; Porosité |
| Couleur | | | | | | | fgt | Roches minéraux | taille tri | distribution abundance | arrondi sphéricité |
| | | | | | | | | bioclastes | taille tri | distribution abundance | arrondi sphéricité |
| | | | | | | | | oïdes | taille tri | distribution abundance | arrondi sphéricité |
| | | | | | | | | commentair contacts grains | | | |
| roche | | | | | | | type | Litholo | Gique | transport | |
| préparation | | | | | | | description | Roche | Inclusion | lame | |
| analyses | | | | | | | | | en résine | poudre tamisage | |
| rangement | | | | | | | | | Loupe | fichmicrosc microscope | MEB DRX DRX_fichi ICP |
| photo | | | | | | | | | salle armoire | caisse rayon | EDYTEM restitué |
| stéréo | | | | | | | n° | appareil | lieu de sauvegarde | | |
| Microscope | | | | | | | n° | appareil | lieu de sauvegarde | cf. fiches | macro1 macro2 macro3 |
| microscope | | | | | | | n° | appareil | lieu de | cf. fiche pétro en construction | |
| MEB-EDS | | | | | | | n° | appareil | lieu de | cf. fiche MEB en construction | |
| DRX | | | | | | | n° | appareil | lieu de | Minéral 1 | Minéral 2 Minéral 3 |
| PXE | | | | | | | n° | appareil | lieu de Traces Fe | Traces Si | Traces Ca traces /Al ppm err |
| ICP | | | | | | | n° | appareil | lieu de % Oxydes | etc. | |

Figure 3.8 : Extractions des tableaux de description de ces objets archéologiques.

toujours faciles à mettre en œuvre pour des objets de très petite taille (quelques centaines de microns) pour accéder à la composition chimique et structurale. Il peut être nécessaire de procéder à des analyses plus spécifiques sur synchrotron pouvant couplées XRF et DRX à une échelle sub-micronique avec une forte sensibilité grâce à l'intensité du faisceau synchrotron (Creagh et al. (2007), Huntley et al. (2014)), Reiche and Chalmin (2013)). Enfin, l'analyse élémentaire quantitative peut être obtenue sans préparation et sans dégradation d'échantillon grâce au faisceau extrait de l'accélérateur Grand Louvre (AGLAE) utilisant la technique d'analyse d'émission de photons X induite par particule (PIXE pour Particle induced X-Ray emission)(Creagh et al. (2007), Pichon et al. (2010), Beck et al. (2012)).

Pour pouvoir « rentrer » plus au cœur de la matière, il existe des techniques « faiblement » invasives comme la spectrométrie de masse à plasma induit couplée à l'ablation laser LA-ICPMS (Resano et al. (2005), Jezequel et al. (2011), Scadding et al. (2015)), ou la spectroscopie sur plasma induit par laser (LIBS) (Bruder et al. (2007), Lofrumento et al. (2011)), qui détruira une portion d'échantillon de quelques microns à plusieurs centaines de microns, mais permettant d'acquérir la variation de la composition chimique sur un profil de la surface de l'extérieur vers l'intérieur de l'objet.

Dans le cas particulier des micro-prélèvements de paroi (mais aussi pour quelques objets archéologiques sélectionnés), il est possible de réaliser des coupes transverses après avoir inclus dans la résine le prélèvement ou l'objet, afin de maintenir sa structure avant la découpe et le polissage. Il est alors possible d'accéder à la stratigraphie ou au cœur de l'objet étudié. Les techniques précédemment présentées peuvent alors être utilisées et la réalisation de cartographie chimique et structurale devient alors très pertinente avec différentes résolutions spatiales possibles. Il devient alors beaucoup plus facile de discriminer la part des différentes contributions entre les pollutions environnementales, les produits d'altération du substrat et la matière colorante proprement dite.

Concernant les objets colorants et colorés étudiés par les membres de l'équipe, une méthodologie commune a pu être mise en place. Ensuite en fonction du nombre de vestiges et des problématiques mises en jeu, cette méthodologie est adaptée soit pour gagner en efficacité lors de l'étude de grand corpus, soit pour gagner en pertinence, en sensibilité ou encore en résolution des résultats.

Description des méthodes pour chaque échelle d'observation :

- **Observation à l'échelle macroscopique en microscopie optique (MO)** : description pétrographique, macro et méso-morphologique des roches. Reconnaissance des contextes géologiques de formation des matières colorantes (Dreesen et al. (2016) ; Pradeau (2015) ; Salomon (2009), pp. 200). Les caractères observés sont décrits et nommés selon un vocabulaire standardisé, reporté dans des fiches individuelles (*cf.* partie 10 - annexe2).
- **Observation et analyse élémentaire à l'échelle microscopique en microscopie électronique à balayage couplée à une sonde d'analyse dispersive en énergie (MED-EDX)**, accès à la micromorphologie : confirmation/infirmation des observations en MO, association morphologie avec la chimie, apport de connaissance sur les conditions de formation et d'altération de la roche. Les observations sont réalisées en mode SE (électrons secondaires) et en mode BSE (contrastes chimiques – électrons rétrodiffusés).
- **Analyse par diffraction des rayons X (DRX et μDRX)** : caractérisation des phases minéralogiques de la matière colorante : accès aux conditions de formation de la roche et de la roche

mère si altération.

- **Analyse par sonde nucléaire PIXE (Particule induced X ray emission, AGLAE C2RMF, Paris)** : caractérisation de la géochimie jusqu'aux éléments traces : identification d'une signature liée à la roche mère et à l'affleurement d'origine. Quatre séries d'analyses ont été réalisées jusqu'à présent (février 2015, juillet 2018 février et avril-mai 2019). Au-delà de la caractérisation des matières colorantes, un aspect méthodologique est adossé à ces analyses. La constitution d'une base de références géologiques permet de comparer les résultats obtenus sur les mêmes roches avec différentes méthodes d'analyses (EDX, pXRF, PIXE, ICP) et sous différentes formes (bloc, coupe poli, poudre). Cette étude méthodologique devrait permettre de tester les effets de matrice liés au fer, d'apporter des arguments solides et quantifiés pour discuter la robustesse de la pXRF, et de développer un fichier de calibration de traitement des spectres bruts obtenus avec AGLAE. Les analyses ont été réalisées et dépouillées en suivant le protocole détaillé dans la littérature (Pichon et al. (2010), Beck et al. (2012), Mathis et al. (2014)). L'acquisition est réalisée avec un faisceau extrait de de 10 µm, le signal est filtré avec un film d'Al de 50 µm placé devant les détecteurs hautes énergies (HE1, HE2 et HE3), un filtre de 200 µm de Cr devant HE3, et un filtre de 100 µm de Be devant HE4 afin de minimiser l'influence de (Al, Si, Ca et Fe). Les limites de détection sont de l'ordre de quelques ppm (Mathis et al. (2014)).

3.5 Préparation des échantillons de matériaux archéologiques : matériaux de pigmentation

Fayçal SOUFI

Matériel

Dessiccateur : équipé d'un robinet et d'un couvercle avec tube de distribution de résine

Pompe à vide : pouvant pousser le vide aux alentours de 1 bar

Moules : Généralement de 3x3x3 cm en PP pour un démoulage aisément ou de bacs en polyéthylène de 5x5x6.

Béchers gradués

Pipettes graduées

Agitateur magnétique

Marqueur indélébile : pour marquer les codes de chaque échantillon et son moule

Scie de débitage : pour les échantillons de gros volumes.

Micro scie mécanique : disque diamanté à couronne continue D=100 épaisseur = 0.5 : pour tailler la forme de l'échantillon en fonction du porte objet pour l'usinage.

Micro scie à main : pour éventuellement ajuster le volume des échantillons.

Rodeuse : pré-usinage de la surface à étudier

E.P.I

Porte-objets en PLA (40x40x2.5) pour le rodage et le polissage

Consommables

Disques abrasifs : pour affiner la surface à étudier

Vaporisateur d'eau : usinage sur disques abrasifs avec de l'eau.

Vaporisateur d'Ethandiol : solution pour matériaux hydrophobes.

Polisseuse automatique : pour un rendu satisfaisant aux analyses.

Solutions suspensions diamantées sans eau ($6 \mu - 3 \mu - 1 \mu - \frac{1}{4} \mu$) : polissage

Résine polyester pré accélérée GBS de chez Brot géologie

Calalyseur NL51 chez Brot géologie

Résine Araldite AR2020.

Acétone

Méthode de préparation

Poser l'échantillon dans le moule préalablement marqué au code du matériau. L'échantillon est posé au fond du moule en PP sur des supports de 0,5 mm au fond du bac afin de faciliter l'introduction de la résine par le bas. Placer le moule dans un dessiccateur Fermer et faire le vide jusqu'à obtenir un vide poussé (0,8 mBar à 0,9 mBar). Laisser ainsi durant 2 à 4 heures.

Préparation de la résine Polyester RGBS : résine qui durci à froid avec un temps long (24 à 72 h)

Volume de la résine : volume du contenant moins ¼ du volume de l'échantillon.

Verser la quantité dans un bécher (ou le volume de l'ensemble des moules dans le dessiccateur). Ajouter 10 à 12 % d'acétone pour obtenir la viscosité attendue en fonction de la perméabilité de l'échantillon. Mélanger à l'aide de l'agitateur magnétique. Ajouter 0.5 % de catalyseur CAM50.

Préparation de la résine Epoxy (ARALDITE AR 2020)

Les dosages se font :

- Soit au poids : composant A – composant B (30 % de A)
- Soit au volume : composant A – composant B (35 % de A)

L'imprégnation est plus délicate de la résine Epoxy du fait de sa rapide induration. Mais elle est convenable pour de petits volume et sa faible viscosité peut être un atout.

Dégazage : applicable sur les deux résines

Cette opération est importante pour obtenir une uniformité du bloc-cube résine-échantillon. Car sous vide, il se forme une multitude de petites bulles susceptibles de perturber l'usinage, l'observation et l'analyse. Ce phénomène est plus perturbant pour les microéchantillons.

Placer le bécher rempli de la solution résine-acétone-catalyseur dans un dessiccateur.

Fermer et mettre sous vide à l'aide de la pompe. Le vide est fait à environ 0.6 mBar car il n'est pas nécessaire de faire un vide plus poussé lors de l'imprégnation proprement dite, du fait que cela pourrait perturber la solution. En quelques minutes (5 à 10 mn selon le volume) les bulles de gaz disparaissent.

Il est temps de procéder à l'imprégnation.

Imprégnation : principe

Dans le dessiccateur (fig. 3.9) contenant le(s) échantillon(s), ramener le vide à une valeur de 0,5 à 0,6 mBar (valeur donnant le meilleur résultat). Plonger le tube venant du couvercle du dessiccateur dans le bécher. L'écoulement de la résine se fait par la différence de pression entre la pression extérieure et le vide. Laisser couler goutte à goutte la résine au fond du moule en PP de 4x4x3 mm³, et, à côté de l'échantillon. L'imprégnation est complète lorsque le niveau de la résine couvre l'échantillon de 1 cm.

Surveiller régulièrement l'écoulement car la viscosité de la résine pourrait obstruer le tube. Une pompe péristaltique avec réglage de débit résoudrait ce problème. Une fois le niveau atteint, couper l'arrivée de la résine. Laisser l'échantillon dans le dessiccateur durant 24 h.

Au bout de cette durée, retirer le moule et le laisser dans la Sorbonne durant 48 h. Ajouter de la résine si le niveau en surface baisse. Lorsque la résine aura un aspect visqueux, voire pâteux, exposer l'échantillon au soleil pour accélérer la polymérisation.

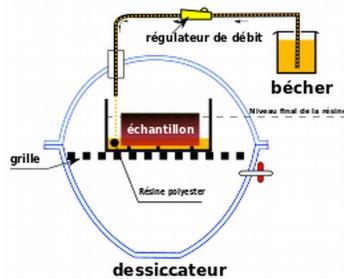


Figure 3.9 : Schéma de principe.

Remarque : la préparation se fait en fonction des analyses auxquelles les échantillons sont destinés ; les analyses pourraient être erronées par les traces de la résine. Pour éviter cet inconvénient, procéder à un enrobage, laissant la surface à analyser exempte de traces de résine.

Par ailleurs, si l'échantillon est « perméable », il sera aisément de faire une préparation plus visqueuse voire en forme de colle et qui formerait un parallélépipède (une coque) pour une stabilité lors de l'usinages et des analyses. Néanmoins, l'échantillon peut être entièrement imprégné si cette solution ne perturbe pas les conditions d'analyses.

Usinage

Coupe :

- On utilise la scie de débitage pour dégrossir les blocs.
- La scie de précision permet d'enlever le surplus de résine et d'affiner le gabarit de l'échantillon à usiner, dans le cas où le matériau est suffisamment cohérent et solide.

Autrement la coupe avec le disque ultra fin de la scie nous permet aussi de tailler les petits échantillons selon le gabarit du porte-objets.

Rodage :

Opération qui consiste à effacer les traces de scies et aplani la surface à étudier pour avoir ultérieurement un polissage satisfaisant.

Il est recommandé de chanfreiner ou arrondir les arêtes des surfaces à polir pour ne pas déchirer les draps de polissage.

Les grains libres d'abrasifs qui roulent sur la rodeuse, s'incrustent dans le matériau et peuvent polluer l'échantillon. Le choix de « roder » sur la polisseuse pallie cet inconvénient.

Le pré-polissage est assuré par des disques à grains d'abrasifs collés sur un support à l'aide d'un liant. Il faut procéder en 2 étapes :

- Pré-polissage Plan (PG=Plan Grinding) avec des disques abrasifs ($D = 250 \text{ mm}$) sur la polisseuse automatique STRUERS en partant des grains de 800 à 1200 :

- 800 (3 mn¹)

1. les durées de pré-polissage et polissage sont à l'appréciation des opérateurs et suivant le rendu des surfaces.

- 1000 (5 mn^2)
- 1200 (10 mn^3)
- Vitesse du pré-polissage 350 tr/mn
- Pré-polissage fin (FG : *Fine Grinding*) avec les étapes suivantes : disque d'abrasif de 4000 ou solution suspension diamantée de 6μ (10 mn) sur un drap MD Dac en soie synthétique tissée (STRUERS)

Nous arrivons à la phase délicate dont dépend le rendu final des échantillons à traiter :
Le polissage se fait sur la polisseuse automatique STRUERS Rotopole-21, équipée d'une tête de polissage PEDEMIN- S muni d'un plateau supportant 3 porte-objets (manuel d'utilisation).

Les draps de polissage qui correspondent au plateau de la machine sont de 250 mm de diamètre.
Les suspensions diamantées sans eau pour le cas des matériaux hydrophobes sont de :

- 3μ (10 mn^4), avec un poids de Force index 0 (3 N^5) sur drap en laine tissée MD Mol, (STRUERS)
- 1μ (20 mn^6), Force index 0 ($3-0 \text{ N}^7$) sur drap flocké velours court MD Floc, (STRUERS)
- $\frac{1}{4} \mu$ (10 mn^8), Force index 0 (0 N^9) sur drap MD Nap, flocké (STRUERS)

Vitesse automatique de polissage 150 tr/mn.

Durant le protocole, il est important de prendre soins de :

- Changer de gants à chaque étape de pré-polissage et de polissage, lors des changements de draps, de suspensions diamantées et après le nettoyage des échantillons.
- Laver minutieusement les échantillons avec une brosse douce (brosse à dents) imbibée d'eau et de très peu de savon de vaisselle. Bien rincer.
- Les déposer dans un bac à ultra son propre (facultatif).

2. Idem à 1

3. Idem à 1

4. Idem à 1

5. La force appliquée sur les échantillons est réglée avec des molettes sur ressorts dont un ergot indique la force selon sa position sur des encoches de 0 à 5 indiquant la pression exercée sur les sabots en contact avec les porte échantillons (voir le manuel d'utilisateur) :

- 0 (0 – 3 N) 1^e encoche en bas

- 1 (5 N)

- 2 (15 N)

- 3 (2 5N)

- 4 (35 N)

- 5 (45-50 N) 5^e encoche en haut

6. Idem à 1

7. Idem à 5

8. Idem à 1

9. Idem à 5

- Les nettoyer à l'éthanol avant l'étape suivante (changement de grains).
- De les déposer sur un support en papier fin propre (mouchoirs) et de le changer à chaque étape.
- Ne jamais toucher à même la peau les surfaces polies (la sudation laisse des traces).
- Ne pas dépasser plus de 10 utilisations sur un même drap de polisseuse.
- De prendre en compte de la possibilité d'une pollution d'un matériau à un autre sur un même drap de polisseuse.

Recommandations :

Tout opérateur/opératrice doit avoir suivi une formation sur les machines et prendre connaissance des règles de sécurité.

Il en est de même pour les préparations pour l'imprégnation (les résines époxy et polyester avec leurs additifs)

Conclusion :

Les méthodes décrites dans ce document peuvent être exhaustives car il y a plusieurs solutions en fonction des matériaux à préparer, des objectifs, du matériel et des opérateurs.

La variété des matériaux nous amène d'abord à une réflexion sur la conduite à prendre pour la préparation des objets, le choix d'une méthode pour optimiser le rendu final, en passant par la concertation avec les demandeurs de prestations.

Si c'est nécessaire, il ne faut pas hésiter à élaborer une nouvelle méthode pour atteindre l'objectif.

Partie 4

Synthèse des apports méthodologiques

4.1 Description pétrographique, raccord avec les lithothèques et adaptation

La mise en place de la méthodologie depuis 2015 nous a conduit à nous questionner sur le choix du vocabulaire descriptif que ce soit à l'échelle du paysage, de la description de l'affleurement, ou encore des descriptions à l'échelle méso- et microscopique des différents types de roches ferrugineux récoltées. L'année 2018 a permis certaines améliorations de la terminologie employée ainsi que de fixer cette terminologie pour aboutir à la réalisation d'un glossaire, d'une fiche descriptive et d'une notice mis à la disposition de tous nos collègues. Cette année, c'est vers une harmonisation avec les descripteurs employés dans le cadre des lithothèques consacrées au silicites que nous nous sommes mobilisés. En effet, désormais, une fiche terrain construite avec les descripteurs employés dans le cadre des lithothèques a été adaptée aux contextes plurielles de récolte des matières colorantes (*cf.* partie 10 - annexe 1). De la même manière, la fiche de description méso- et microscopique est en cours de finalisation et sera éprouvée à *Paléotime* en mars 2020 (*cf.* partie 10 - annexe 2).

Concernant l'**usage du vocabulaire de description des matières colorantes**, nous avons pu ainsi homogénéiser les termes descripteurs et compléter le **lexique et le manuel d'utilisation illustré**. Différents utilisateurs avec différents degrés d'expérience dans le domaine des matières colorantes ont déjà commencé à éprouver ces termes à la fois sur leur propre matériel d'étude (roches de référence, matériel archéologique) et sur une sélection de matériel type provenant des collections de la *Pigmentothèque*.

Les **fiches descriptives** ont été élaborées en respectant la même logique, les mêmes notions et les mêmes termes que ceux qui sont devenus communs et usuels dans la **lithothèque** afin de conserver un niveau de description commun et cohérent entre les matières colorantes et les matériaux siliceux.

Afin de mettre en place un **théâtre** utile à la communauté d'archéomètres, de conservateurs et de restaurateurs, nous avons participé, de plus, à un atelier « théâtre et BDD matériauthèques » organisé le 29 novembre 2018 par le groupe de travail « base de données et matériauthèques » du réseau CAIRN. En amont de cette rencontre, il a été nécessaire de recenser les théâtres existants et de sélectionner les « branches » à compléter. L'ensemble du groupe de travail a ainsi décidé d'employer le théâtre AAT du Getty (<http://www.getty.edu/research/tools/vocabularies/aat/>). Il s'agit donc d'un projet pilote visant à restructurer et adapter un théâtre existant et proposer un schéma conceptuel de base de données de matériauthèques. Ce travail collaboratif associe une dizaine de personnes impliquées dans la gestion et la mise en place de matériauthèques ou de bases de données. À la suite de cette action, l'organisation d'une ANF (action nationale de formation) sera

envisagée pour 2019 afin de restituer ces travaux et former chercheurs, conservateurs du patrimoine et agents de l'INRAP ou des collectivités territoriales à l'usage du vocabulaire de description des matières colorantes. Cette action est un nouveau point de rencontre entre la pigmentothèque (EC, ML) et les autres matériauthèques (A. Pasqualini, M. Lebon, Yona Waksman, Zoï Tsirtsoni, Mickael Guiavarc'h).

Usage des fiches descriptives

Une première confrontation des fiches de matières colorantes naturelles a pu être réalisées avec la description de certains **objets issus de divers contextes archéologiques**. Elle est devenue routinière désormais et est appliquée à chaque collection archéologique prise en charge par les membres de l'équipe (cf. A. Chassin de Kargommeaux – Le Rocher du Château).

4.2 La construction d'une collection de références géochimiques et pédagogiques

Concernant la **caractérisation des matériaux prospectés entre 2015 et 2019**, les priorités ont été données cette année à la **description pétrographique** des échantillons et à l'**analyse élémentaire** (ICP-MS, PIXE) principalement sur une sélection d'objets dont les **références géochimiques** (nos « standards riches en oxydes de fer »). Nous avons pu bénéficier de deux séances d'analyse élémentaire par PIXE (Proton Induced X-Ray Emission) partagées avec d'autres projets en février (5 jours - Projet RED BELGIAN porté par Eric Goemaere) et en mai (3 jours). Lors de ces campagnes, nous avons cherché à mettre en évidence la variabilité géochimique au sein d'une même formation géologique (notamment les calcaires à entroques jurassiques et les nombreuses altérites prélevées dans les niveaux turoniens et éocènes). Afin de tester la robustesse et la répétabilité de la méthode, nous avons vérifié que le mode de préparation des échantillons (lame mince, poudre, bloc poli, fragment brut) ne modifiait pas la possibilité d'identifier la carte d'identité chimique des échantillons ou n'en modifiait pas significativement les caractéristiques.

Les références géochimiques (échantillons dits « standards ») mesurées au SARM de Nancy nous ont permis d'obtenir des mesures quantitatives des éléments majeurs, mineurs et traces. Ces données et échantillons ont été partagés avec trois équipes : AGLAE (C2RMF), GET (M. Henry) et MNHN (M. Lebon). Ils permettent d'évaluer la robustesse de la correspondance entre les différentes méthodes et d'adapter la méthodologie pour les comparaisons entre échantillons naturels et échantillons archéologiques. Ces échantillons ont déjà été analysés par d'autres moyens analytiques et ont été systématiquement utilisés durant les campagnes d'analyse depuis deux ans.

L'utilisation des standards a pour principales motivations :

- de calibrer les différentes mesures qui seront faites sur différents dispositifs,
- d'améliorer les limites de détection et d'en préciser le calcul,
- de faire des comparaisons entre des données acquises dans différentes conditions opératoires.

4.2.1 Présentation des « standards »

Les sept roches sélectionnées pour faire office de standard de la Pigmentothèque présentent des caractéristiques génétiques et intrinsèques tranchées. Elles proviennent de contextes qui se trouvent

dans l'emprise et hors de l'emprise de la Pigmentothèque. Les grès ferrugineux de Fontenaille ont présenté trop de problèmes du fait de la préparation. Ils ont dû être supprimés de notre choix de standards. Nous cherchons donc une nouvelle roche portée principalement par le fer et le silicium pour remplacer cette référence.

Les standards sont présentés en annexes sous forme de fiches et de planches (partie 10 - annexe 5).

4.2.2 Les données géochimiques

Les résultats ICP

Les échantillons dits « standards » ont été envoyés au SARM de Nancy afin d'obtenir une analyse quantitative des éléments majeurs par méthode ICP-AES et des éléments mineurs et traces par méthode ICP-MS. L'ensemble des données acquises est présenté en annexe sous forme de tableaux avec les limites de détection associées (partie 10 - annexe 6).

Le traitement de ces données géochimiques a été réalisé avec Magali Rossi selon 3 objectifs :

- déterminer les pôles d'éléments majeurs visualisés par des diagrammes ternaires afin de pouvoir par la suite positionner l'ensemble des échantillons naturels et archéologiques dans ces pôles (Fig. 4.1) ;
- comparer les teneurs en éléments traces des grands types de formation normalisées avec les teneurs de la croûte continentale (*Upper Crust*, Rudnick and Gao (2003)) afin de comprendre les enrichissements et les appauvrissements lors des altérations, ou, de manière plus générale, de la formation des oxy(hydroxy)des de fer (Fig. 4.2)
- caractériser les profils de terres rares avec différentes références géologiques fréquemment utilisées : chondrites (Evensen et al. (1978)), NASC (*North American shale composite*, Gromet et al. (1984)) et PAAS (*Post Archean Australian Shale*, McLennan (2001)) (Fig. 4.3).

Sur les diagrammes ternaires, nous remarquons qu'il est nécessaire de passer par différents modes de représentation en choisissant différents éléments majeurs pour permettre de distinguer les différents types de roche (Fig. 4.1). On remarque également la disparition quasi-totale du Ca dans le calcaire à entroques de Beauregard, qui a été totalement ferruginisé. Les teneurs en poids d'oxyde de fer semblent bien caractéristiques de chacune de ces roches.

Enfin, la forte teneur en Fe dans toutes les matrices justifie de prendre toutes les précautions nécessaires lors des traitements de données élémentaires acquises par méthode de fluorescence des rayons, en raison des possibles effets de réabsorption conduisant à une mauvaise évaluation d'un point de vue quantitatif (méthodes PIXE, EDX sur le MEB et XRF portable, principalement utilisées pour la caractérisation des objets archéologiques). En particulier, cet effet de réabsorption aura tendance à sous-estimer les teneurs en Fe et modifier les interactions entre les photons réémis par les éléments mineurs et traces.

Nous pouvons remarquer la présence des éléments caractéristiques du grès ferrugineux de Fontenaille comme As, Sb, Ba et W (Fig. 4.2). Pour l'ensemble des autres formations, les éléments As et

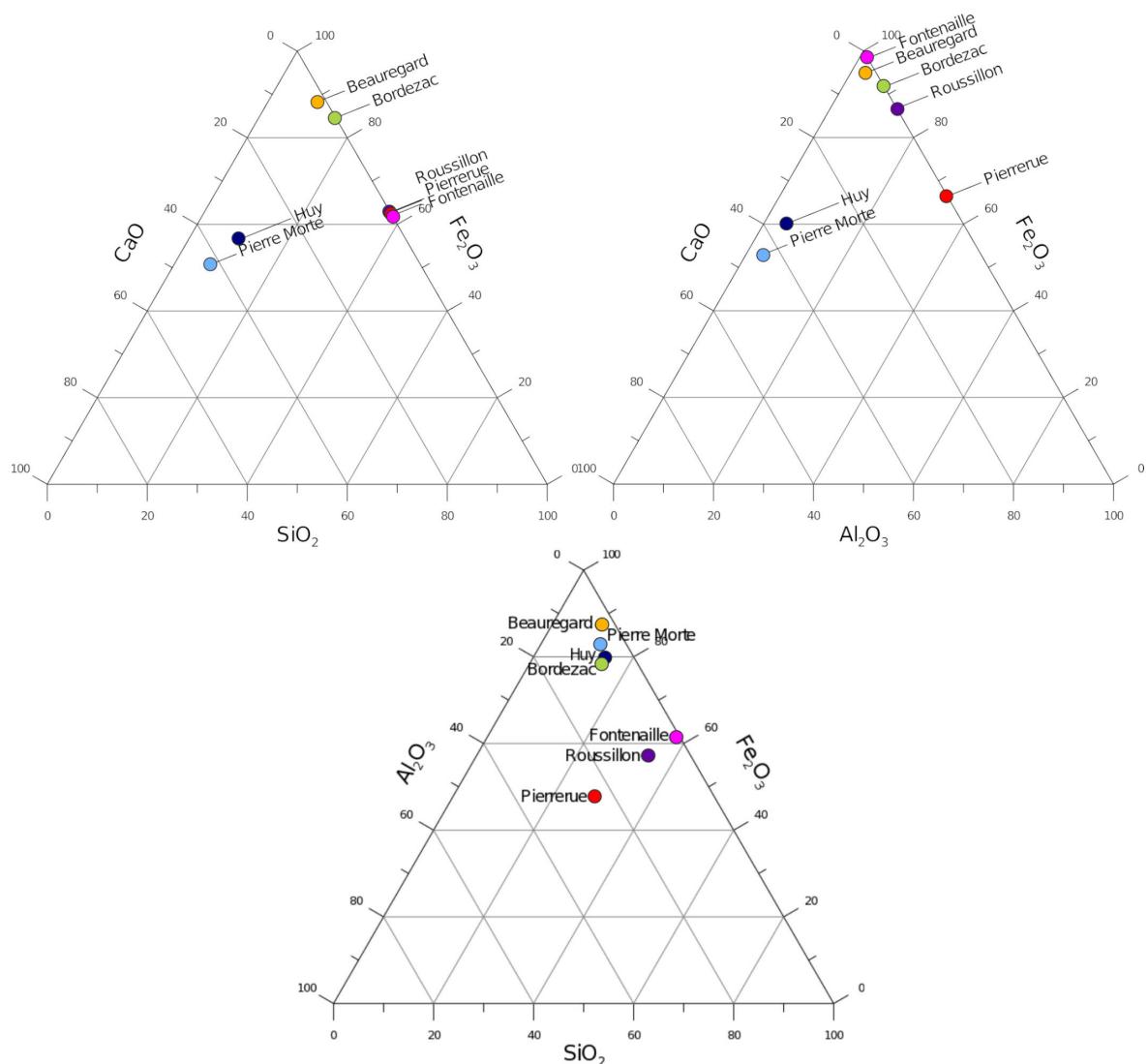


Figure 4.1 : Ternaires présentant les 7 « standards » analysés par ICP AES (SARM), selon les axes : a) CaO, Fe₂O₃, SiO₂; b) CaO, Al₂O₃, Fe₂O₃; c) Al₂O₃, Fe₂O₃, SiO₂.

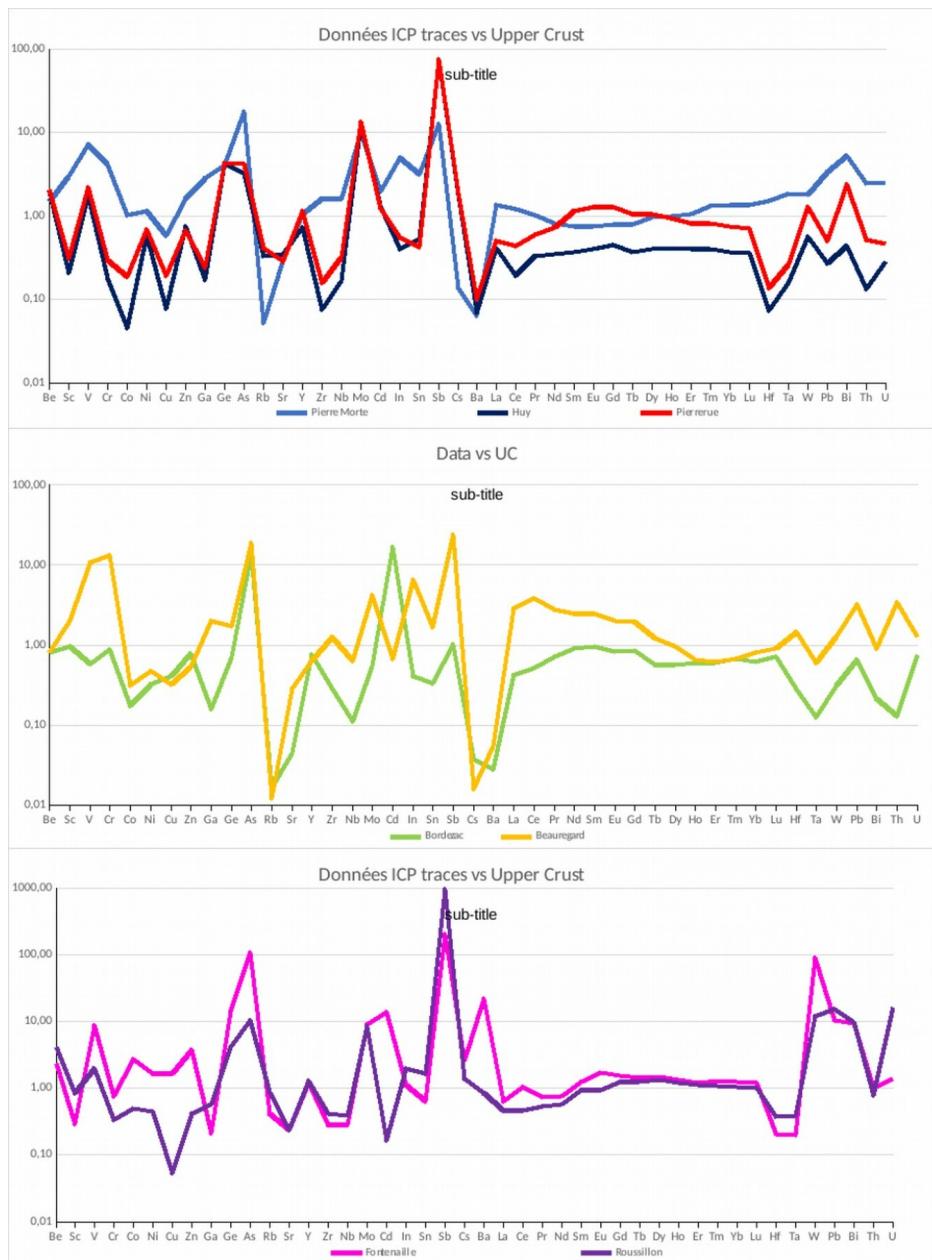


Figure 4.2 : Profils d’éléments traces quantifiés par ICP-AES (SARM) sur les « standards » comparés aux teneurs moyennes dans la croûte continentale (*Upper Crust*, Rudnick and Gao (2003)).

Sb, voire le V semblent être particulièrement intéressants à quantifier pour remonter à un type de formation (Fig 4.2). Il sera plus difficile d’utiliser les appauvrissements en éléments en raison des limites de détection des appareils utilisés. En effet, la preuve par l’absence sera plus difficile à justifier.

Concernant les profils de terres rares (Fig. 4.3), le comportement général de l’ensemble des standards par rapport à une normalisation aux chondrites est similaire pour tous les standards et reste assez classique avec une anomalie positive en Nd. En regardant les normalisations par NASC ou PAAS, on remarque pourtant des comportements plus spécifiques de Huy avec une anomalie négative en Ce et de Fontenaille avec une anomalie positive en Ce plus marquée. Fontenaille et Pierrerue présentent

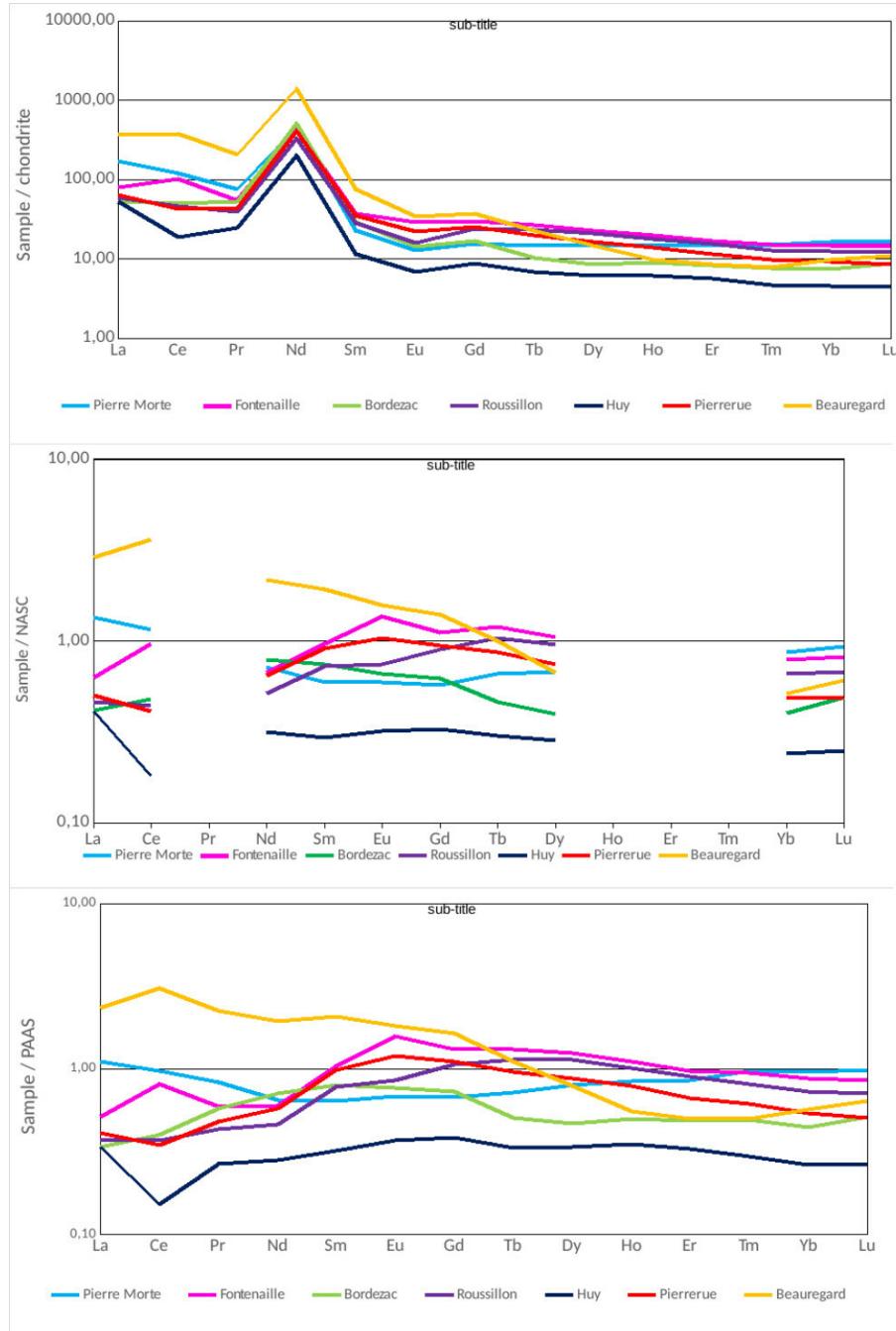


Figure 4.3 : Profils de terres rares (REE) normalisés par rapport : a) aux chondrites (Evensen et al. (1978)), b) NASC (Gromet et al. (1984)) et c) PAAS (McLennan (2001)).

une anomalie positive en Eu.

Il semble nécessaire de réaliser ces mesures de terres rares sur d'autres échantillons géologique déjà prospectés pour vérifier que les tendances obtenues sont suffisamment caractéristiques d'un gisement ou d'un type de formation.

Les résultats PIXE

Nous avons pu poursuivre les analyses élémentaires par PIXE (Proton Induced X-Ray Emission) durant 2 sessions sur l'accélérateur de particules AGLAE (C2RMF) :

- Projet RedBelgian piloté par Eric Goemaere centré sur l'analyse de roches riches en oxydes de fer provenant de prospections dans la moyenne vallée de la Meuse dans les vallées de Lahn-Dill (Allemagne). Ces matières de référence ont été comparées à une vaste palette de vestiges archéologiques issus de différents contextes archéologiques : Moustérien récent (Scaldina, Belgique), LBK (Moselle, France et Hesbaye, Belgique), ainsi que sur des hématites oolithiques provenant de sites paléolithiques et néolithiques belges (grotte de Scaldina, Goyet, Spy). 5 jours obtenus en février 2019.
- Projet Pigmentothèque. 3 jours en avril 2019. Analyses des standards, et analyses visant la finalisation de la documentation des empreintes chimiques des ferricrètes : formations résiduelles à concrétions ferrugineuses de surface et dans les accidents calcaires et horizons altérés par des actions météoriques : formations de Connaux, Cornillon, La Capelle-et-Masmolène, Baron-Foncouverte et ocres de Valaurie et de Saint-Laurent-la-Vernède. La caractérisation des calcaires ferruginisés a été complétée (La Rousse, Les Vans, Les Assions). Une série d'expériences a été mise en place avec l'équipe d'AGLAE pour définir, selon la matrice (la composition en éléments majeurs) les conditions expérimentales les plus adaptées, et définir au mieux la dose minimale pour mesurer les éléments traces d'intérêt. Ce volet est en cours de traitement et implique, de ce fait, nos collègues d'AGLAE qui développent des procédures de traitement qui soient adaptées à nos objectifs et nos contraintes. Enfin, les premières analyses du corpus de matières colorantes de Pincevent (niveaux IV.0 et IV.20) ont été réalisées. Enfin, des compléments d'analyse ont été faits sur la collection de la grotte aux Points.

Lors de ces campagnes, nous avons cherché à mettre en évidence la variabilité géochimique au sein de collection archéologique et d'établir des connections avec des sources potentielles géologiques. Nous avons cherché à accéder à la recherche d'éléments trace associés à certaines minéralogies en utilisant les cartographies chimiques. Une attention particulière a été consacrée à la détermination des limites de détection accessibles en fonction des teneurs en majeurs de plusieurs échantillons. Une poursuite des traitements des données doit encore être faite pour ensuite comparer avec d'autres types d'appareillage et en fonction de l'état de préparation des échantillons (bloc brut, cassure fraîche, section polie, poudre homogénéisée).

L'ensemble des résultats obtenus est présenté en annexe 7 (partie 10 - cartographies élémentaires PIXE pour les éléments majeurs et tableaux d'analyses de 2018). En plus des mesures sur les altérites et les calcaires ferrugineux du jurassique, nous avons analysé, avec de très longs temps d'acquisition, eux plots polis (Bordezac et Pierremorte).

Le traitement des données ainsi acquises a donc été ciblé selon plusieurs objectifs :

- la comparaison entre les mesures en ICP et en PIXE,
- la comparaison des différentes campagnes intraPIXE,
- tester l'effet de la préparation des échantillons sur les mesures PIXE,
- définir la dose minimale en deçà de laquelle les mesures ne sont pas informatives,
- tester la répétabilité des informations exploitable par type de matière première,
- identifier les corrélations entre les éléments trace et le Fe,
- caractériser les différentes formations géologiques et trouver un mode de représentation des données « unique »

Comparaison mesures ICP et PIXE sur les standards

A partir des données acquises sur les standards par ICP-AES et par méthode PIXE, il nous a semblé important de comparer dans un premier temps la quantification des éléments majeurs et mineurs au vue des hétérogénéités potentielles à l'échelle de l'échantillon (variabilité entre poudre/bloc) mais également en raison des effets de matrices possibles (forte teneur en Fe, cf résultats ICP) et des effets de grains, car au PIXE la matière est balayée par un faisceau, alors qu'en ICP, la matière est consommée pour l'analyse, donc entièrement dissoute.

Dans un premier temps, en comparant uniquement les données acquises par les deux méthodes sur les échantillons sous forme de poudre, nous pouvons constater qu'il y a une bonne reproductibilité de la donnée par la méthode du PIXE (excepté pour Fontenaille et Pierremorte), mais qu'il existe un décalage de quantification notable entre les méthodes analytiques et cela pour chaque standard.

Effet de la préparation des échantillons

Pour 6 des 7 standards, il a été possible de faire des tests de répétabilité à partir des échantillons réduits en poudre et tamisé à 160 µm tout au long des 3 jours d'expérimentation (entre 3 et 5 points / standard). Ces mesures présentent une faible variabilité et confirment la robustesse et la stabilité de la mesure que ce soit pour les éléments majeurs, mineurs ou traces.

Ensuite, il a été possible de faire 1 à 3 points de mesure sur des coupes polies de ces mêmes standards. A l'échelle macroscopique, ces coupes sont visiblement hétérogènes (cf. supra présentation des standards). La comparaison avec les mesures réalisées sur les poudres est alors révélatrice de l'écart des valeurs qu'il est possible d'obtenir aussi bien pour les majeurs (Fe_2O_3) que pour les mineurs (Al_2O_3) (Fig. 4.4) selon le mode de préparation.

Bien que cette différence soit prévisible à l'échelle macroscopique, l'observation des cartographies chimiques à plus petite échelle (« pinceau » de 500 µm) est également à souligner (annexe 7, partie 10). Des effets « pépites » sont prévisibles et la présence de larges cristaux d'un ou l'autre des constituants introduit un biais notable lorsqu'il s'agit de mesures ponctuelles (même avec une zone d'analyse de 500 µm). Il est donc important de toujours bien conserver en mémoire ces effets dès l'acquisition des données et de revenir sur les cartographies pour « extraire » les pixels significatifs. La multiplication des points sur une coupe polie n'est donc pas forcément pertinente pour comprendre

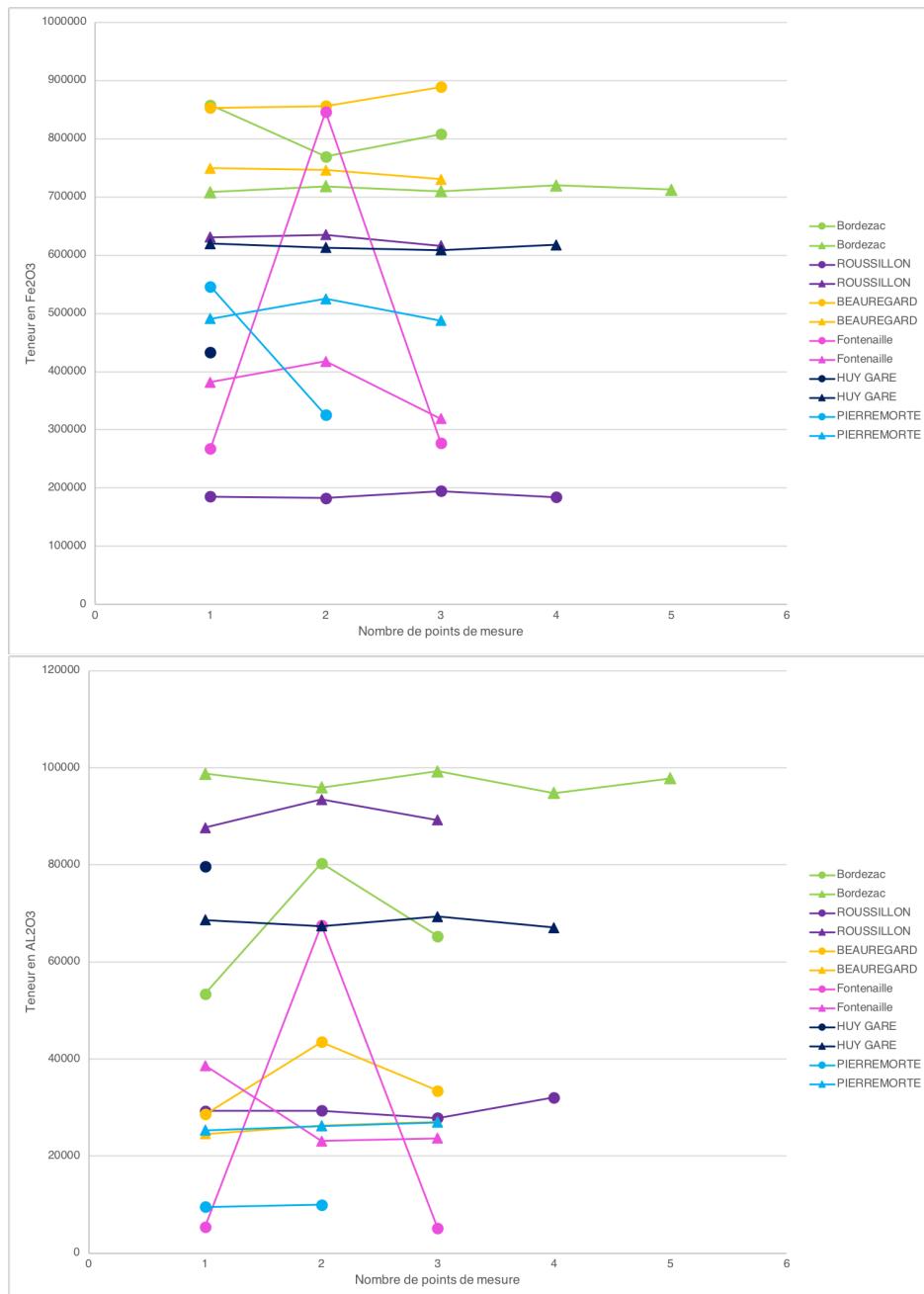


Figure 4.4 : Effet de la préparation des échantillons standards sur la teneur a) en Fe₂O₃ et b) en Al₂O₃ (rond : préparation en coupe polie ; triangle : préparation en poudre tamisée).

la géochimie de la roche. Une approche par cartographie générale par microscopie électronique à balayage ou par micro-sonde complète les attributions élémentaires et permet de reconnaître des phases minérales mal dosées en PIXE (par exemple les composés du Baryum).

Représentation « en étoile »

Recherche une empreinte géochimique repose sur un jeu de relation entre les éléments au sein des différentes phases minérales. Ces associations élémentaires dépendent de l'histoire de la roche, de sa formation, des son évolution au cours du temps, de ces altérations. Pour rendre visibles les mesures chimiques obtenues en PIXE sur les différentes roches colorantes, nous avons représenté les relations sur des étoiles à trois banches. Sur chaque branche nous avons placé les éléments chimiques du tableau périodique par ordre de numéro atomique, du plus léger au centre au plus lourd en périphérie. Sur chaque branche, ont été placés les éléments corrélés au fer (banche verte), les éléments qui ne présentent aucune relation avec la teneur de fer (orange) et les éléments dont la teneur est inversement proportionnelle à celle du fer (en rouge). On dégage ainsi une carte d'identité des relations chimiques élémentaires dans chaque matière. Le cortège d'éléments mineurs et traces associés au fer permet ainsi de différencier les sources de matières premières comme illustré sur la figure 4.5.

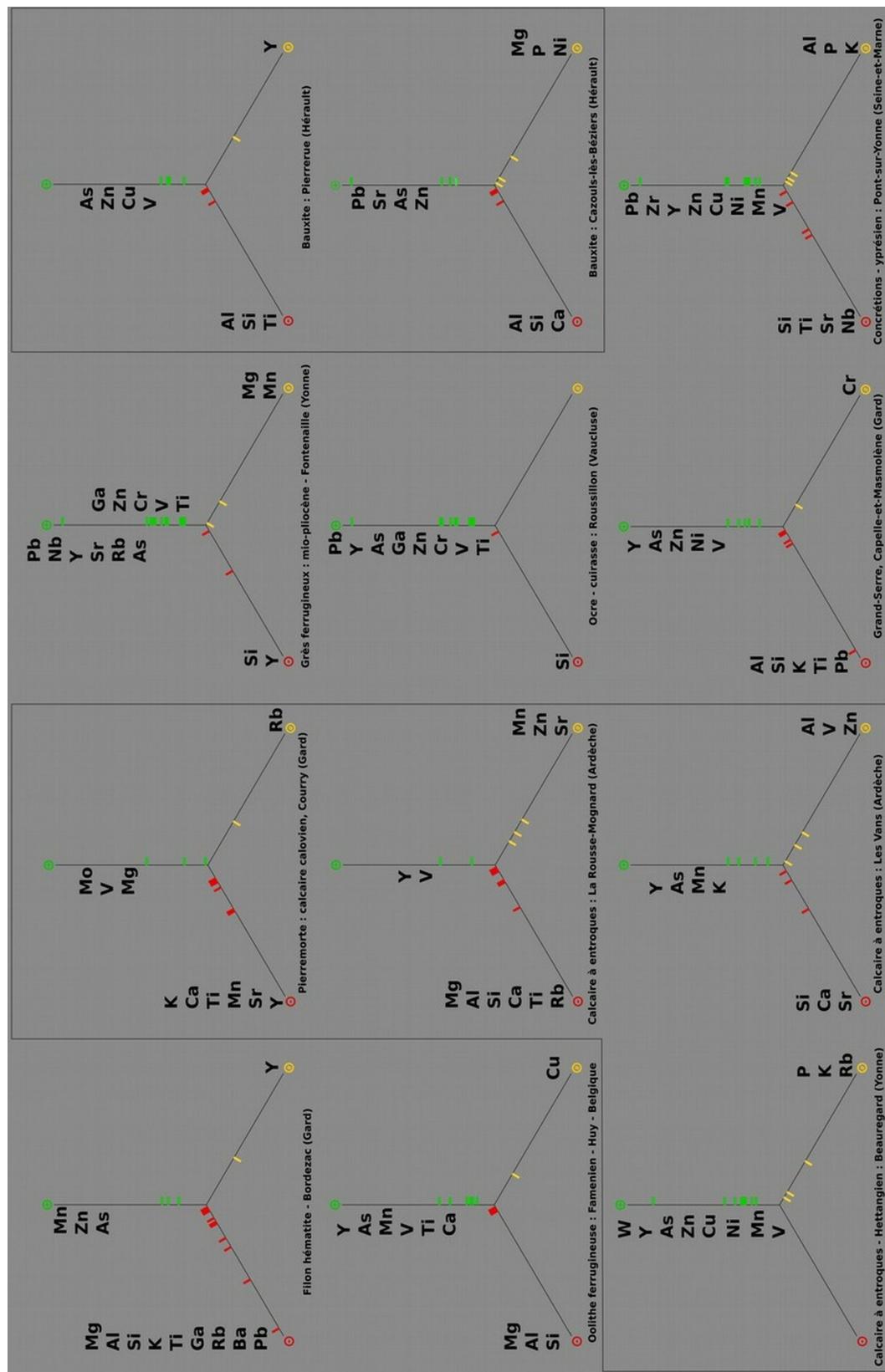


Figure 4.5 : Représentation des corrélations, anticorrélations des éléments trace avec le Fe. Légende après test de Pearson : vert foncé : $\text{test} \geq 0,75$ - vert clair : $0,75 > \text{test} > 0,6$ - orange : pas de relation $0,25 > \text{test} > -0,25$ - rouge : anticorrélation $\text{test} \leq -0,75$.

4.3 Réflectance bidirectionnelle des roches ferrugineuses

Émilie CHALMIN et Bernard SCHMITT

Durant l'année 2019, il nous a été possible d'accéder aux installations de 2 spectro-goniomètres du laboratoire de l'IPAG (Institut de Planétologie et d'Astrophysique de Grenoble, UGA) pour caractériser la réflectance d'une sélection de roches ferrugineuses de la *Pigmentothèque*, présentant des compositions variées et d'une large gamme de teintes de rouges et jaunes. Les mesures ont été réalisées sur une semaine en octobre et un semaine en décembre avec l'aide de Morgane Gerardin (doctorante de l'Institut Néel et du LJK, CDP PATRIMALP) et travaillant sur les propriétés optiques de l'hématite.

Tableau 4.1 : Sélection d'échantillons pour les mesures de réflectance bidirectionnelle (IPAG).

| Numéro de gîte | N° ÉCH. (ANCIEN) | Lieu-dit | Préparation échantillon | Date mesure reflectance | Date mesure reflectance |
|----------------|--|--------------|-------------------------|-------------------------|-------------------------|
| PIG_0173_std | PROS_RhA_OCR_2016_022 | Roussillon | > 160 µm et < 160 µm | 27/09/2019 00:00 | 03/12/2019 |
| PIG_0175_std | PROS_RhA_OCR_2016_024 | Fontenaille | > 160 µm et < 160 µm | 27/09/2019 00:00 | |
| PIG_0160_std | PROS_RhA_OCR_2016_027 | Bordzac | < 160µm | 27/09/2019 00:00 | 03/12/2019 |
| PIG_0176_std | PROS_RhA_OCR_2016_025 | Pierrerue | < 160µm | 27/09/2019 00:00 | 03/12/2019 |
| PIG_0020_std | PROS_RhA_OCR_2016_026 | Pierre Morte | < 160µm | 27/09/2019 00:00 | 03/12/2019 |
| PIG_0174_std | PROS_RhA_OCR_2016_023 | Beauregard | < 160µm | 27/09/2019 00:00 | 03/12/2019 |
| PIG_0172_std | PROS_RhA_OCR_2016_021 | Huy Gare | < 160µm | 27/09/2019 00:00 | 03/12/2019 |
| PIG_0204 | PROS_RhA_OCR2018_001 | Valaurie | < 160µm | 27/09/2019 00:00 | |
| PIG_0205 | PROS_RhA_OCR2018_002 | Valaurie | < 160µm | 27/09/2019 00:00 | 03/12/2019 |
| PIG_0015 | PROS_RhA_OCR_2015_015 | | | 27/09/2019 00:00 | 03/12/2019 |
| PIG_0015 | PROS_RhA_OCR_2015_017 | | | 27/09/2019 00:00 | |
| PIG_0015 | PROS_RhA_OCR_2015_018 | | | 27/09/2019 00:00 | |
| PIG_0129 | PROS_RhA_OCR_2015_134 | | | 27/09/2019 00:00 | 03/12/2019 |
| PIG_0096 | PROS_RhA_OCR_2015_096 | | | 27/09/2019 00:00 | 03/12/2019 |
| PIG_0011 | PROS_RhA_OCR_2015_011 | | | 27/09/2019 00:00 | |
| PIG_0054 | PROS_RhA_OCR_2015_054 | | | 27/09/2019 00:00 | 03/12/2019 |
| PIG_0049 | PROS_RhA_OCR_2015_050 | | | 27/09/2019 00:00 | |
| PIG_0053 | PROS_RhA_OCR_2015_053 | | | 27/09/2019 00:00 | 03/12/2019 |
| PIG_0025 | PROS_RhA_OCR_2015_025 PROS_RhA_OCR_2015_040 | | | 27/09/2019 00:00 | |
| PIG_0029 | PROS_RhA_OCR_2015_031 | | | 27/09/2019 00:00 | |
| PIG_0029 | PROS_RhA_OCR_2015_037 | | | 27/09/2019 00:00 | 03/12/2019 |
| PIG_0029 | PROS_RhA_OCR_2015_030 | | | 27/09/2019 00:00 | |
| PIG_0029 | PROS_RhA_OCR_2015_035 | | | 27/09/2019 00:00 | 03/12/2019 |
| PIG_0029 | PROS_RhA_OCR_2015_033 | | | 27/09/2019 00:00 | |
| PIG_0005 | Pros_RhA_OCR_2015_005 | | | 27/09/2019 00:00 | 03/12/2019 |
| PIG_0152 | PROS_RhA_OCR_2015_152 | | | 27/09/2019 00:00 | 03/12/2019 |
| PIG_0054 | PROS_RhA_OCR_2015_126 | | | 27/09/2019 00:00 | |
| PIG_0038 | PROS_RhA_OCR_2015_038 | | | 27/09/2019 00:00 | |
| PIG_0183 | PROS_RhA_OCR_2017_183 | La Rousse | plot poli | | 03/12/2019 |
| PIG_0027 | PROS_RhA_OCR_2015_027 | La Capette | plot poli | | 03/12/2019 |
| PIG_0029 | PROS_RhA_OCR_2015_029 | La Capette | plot poli | | 03/12/2019 |

Les deux spectro-goniomètres visible-infrarouge de l'IPAG ont été développés pour mesurer en laboratoire la réflectance bidirectionnelle de surfaces naturelles ou artificielles, granulaires ou compactes dans des conditions variées d'illumination et d'observation. Ils permettent de couvrir la quasi-totalité du spectre solaire (0.35-5µm) sur une large gamme d'angles d'éclairement (0-80°) et d'obser-

vation (émergence : 0-80°, azimut 0-180°).

Les mesures ont été prises dans une géométrie 'standard' d'éclairement/observation (incidence 0°, émergence 30°) et sur des gammes spectrales comprises entre 0.36 et 4.8 µm suivant les échantillons. La première campagne de mesures exploratoires début octobre 2019 a été réalisée avec des résolutions comprises entre 10 et 40 nm, alors que la campagne de mesure de Décembre a été réalisée avec une résolution spectrale 2,5 fois meilleure (4-15 nm) et un échantillonnage spectral entre 4 et 8 nm de façon à obtenir un jeu de données compatible avec les instruments portables disponibles actuellement pour de futures mesures sur le terrain.

Les échantillons de poudre de matière colorante sont préparés dans des portes échantillons de taille adaptée à l'instrument et aux quantités de matière disponible. Ils sont ensuite placés sous le faisceau d'éclairement monochromatique et leur spectre de lumière réfléchie est acquis (de 45 min à 3 h suivant la gamme et la résolution spectrale choisie). La mesure a lieu typiquement avec une tâche d'éclairement de 5 à 7 mm de diamètre suivant l'instrument. Les mesures sont étalonnées en 'facteur de réflectance' à l'aide de 2 cibles de référence (Spectralon et Infragold) caractérisées et étalonnées en absolue à l'IPAG. La précision photométrique absolue est meilleure que 1 %.

Quelques mesures complémentaires à plus haute résolution spectrale (1-4 nm) ont été faites sur 5 pigments avec notre spectromètre IRTF en mode réflectance diffuse.

Une trentaine de pigments en poudre ainsi que quelques roches brutes et 3 plots polis ont été mesurés sur ces 2 campagnes.

Les premiers résultats

La diversité de la réflectance des différents échantillons analysés révèle la diversité des associations de phases minérales. En effet, en plus de documenter et mesurer la caractéristiques de la couleur des matières, la réflectance est également sensible à la nature des différentes phases constitutives que ce soit la présence des minéraux chromogènes (hématite, goethite, maghémite, ...) ou la présence d'autres minéraux associés. Une première classification des échantillons a pu être réalisée à partir des différentes structures et signatures spectrales (Fig. 4.3). L'essentiel des regroupements, réalisés en aveugle, pour le moment, est assez cohérent : les classes correspondent le plus souvent à des grandes catégories lithologiques. Les roches contenant des carbonates se distinguent bien des roches contenant d'importantes proportions des phyllosilicates et des roches contenant beaucoup de quartz. L'ensemble des acquisitions de la figure 4.3 ont été réalisées avec le spectre-goniomètre infrarouge-visible de l'IPAG (temps d'acquisition entre 1 et 2h30, résolution entre 4 et 15 nm).

Ces mesures permettent de distinguer les bandes larges dans le visible caractéristiques de l'état d'oxydation du fer, les bandes vers 1400 nm et 1900 nm de l'eau de structure, alors que celles vers 2200 nm et 2700 nm (et aussi 1400 nm) sont typiques des hydroxydes OH. Leur position exacte varie en fonction de la nature de l'ion avec lequel ils sont en interaction (Fe, Al, Mg, ou autre) et leur intensité relative donne qualitativement des proportions. Au-delà de 3 µm il y a aussi les bandes caractéristiques des carbonates, sulfates... (cas des classes 1 et 2). Il y a parfois d'autres bandes plus ou moins marquées qui s'y rajoutent, par exemple vers 1480, 1760 nm pour PIG_0029_037 (La Cappelle-et-Masmolène, altérites sur marno-calcaire gréseux du Cénomanien) qui restent à interpréter.

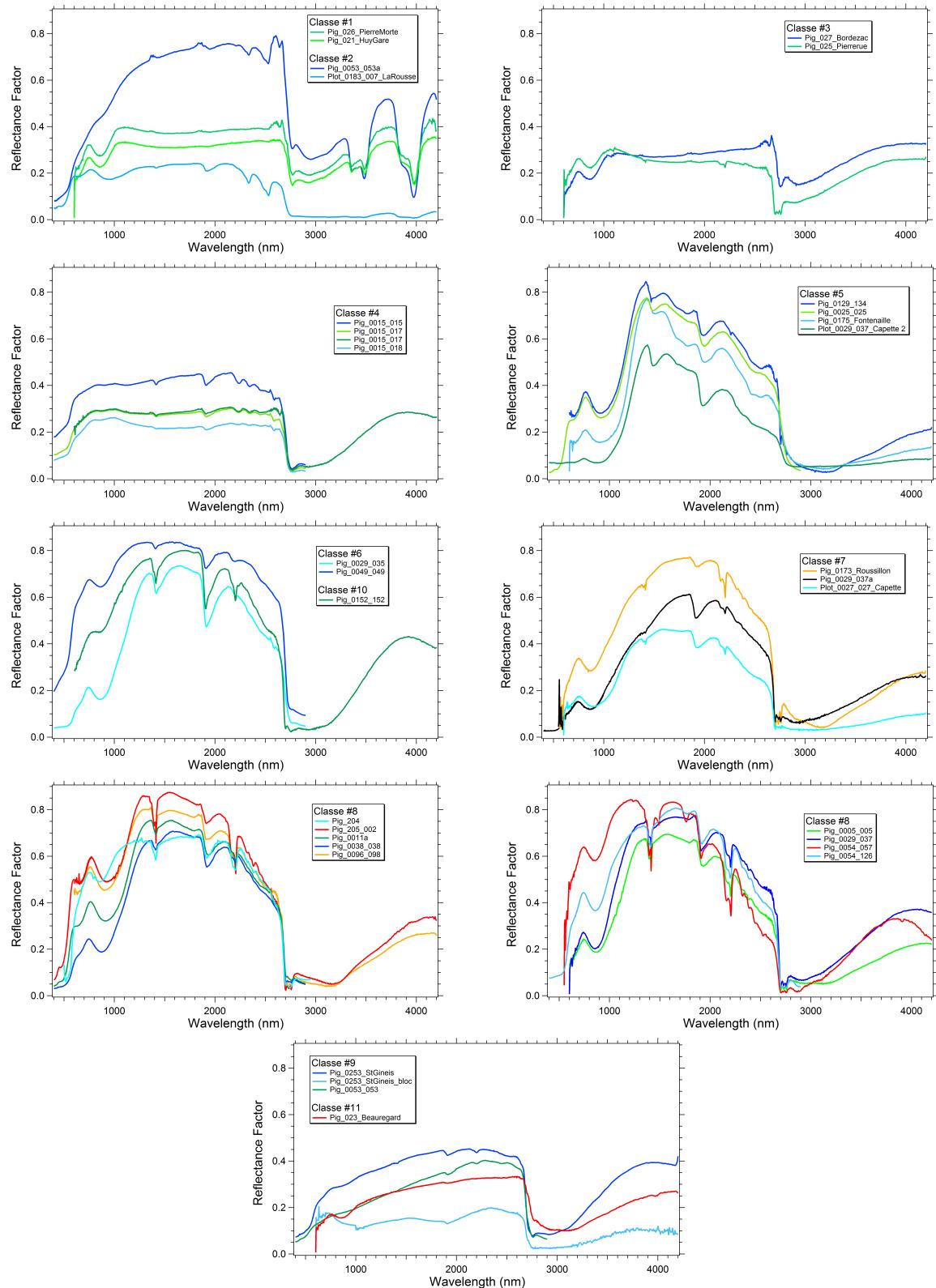


Figure 4.6 : Spectres de réflectance des poudres d'échantillons de la *Pigmentohèque* classés selon des signatures spectrales distinctes. Classes 1 et 2 : oolithe ferrugineuse et calcaires ferruginisés; classe 3 : filon hydrothermal et bauxite (très enrichi en fer et contenant des phyllosilicates); classe 4 : marne ferrugineuse; classe 5 : concrétions gréso-ferrugineuses et polymétalliques; classe 6 : concrétions polymétalliques; classe 7 : grès argilo-ferrugineux; classe 8 : sable ocreux et grès argilo-ferrygineux (jaunes PIG_0204 et rouges pour les autres); classe 9 : basalte altéré et calcaire altéré PIG_0053); classe 10 : altérite sur basalte; classe 11 : hématite de Beauregard (calcaire ferruginisé décarbonaté).

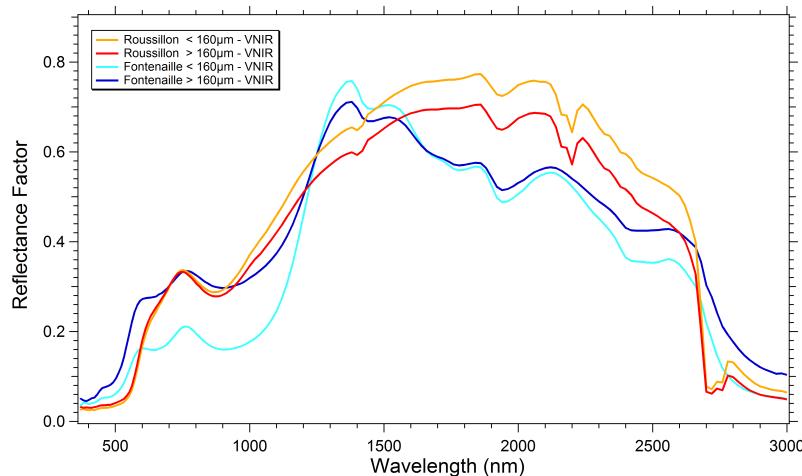


Figure 4.7 : Spectre de réflectance des poudres de Roussillon et de Fontenaille illustrant l’effet de la granulométrie sur la signature spectrale. Acquisition sur le spectre-goniomètre infrarouge-visible de l’IPAG

La figure 4.7 permet de mettre en avant les différences de signature spectrale pouvant être liées à la taille des grains. Dans le cas d'un minéral pur, on devrait observer une absorption plus faible et une réflectance du fond plus élevée lorsque les grains sont de fine granulométrie (ici < à 160 μm). Mais cela est rarement le cas dans les roches ferrugineuses. Ici, Roussillon est une ocre dont la taille majoritaire des constituants est principalement < 100 μm (argile et hématite). Les grains de quartz observés en coupe ont un diamètre compris entre 200 et 400 μm et sont particulièrement altérés, pourtant les deux spectres sont très similaires. Ceci suggère que ces grains de quartz se fracturent lors du broyage avant tamisage.

Concernant l'échantillon provenant de Fontenaille, le tamisage conduit à la ségrégation entre les 2 types de minéraux majeurs présents : d'une part les larges grains de quartz (taille homogène d'environ 200 μm) peu altérés et non réduits lors du broyage et, d'autres part, les fractions fines contenant (les minéraux argileux) et les petits grains de goethite (<160 μm). Cette ségrégation se traduit par une très nette différence de couleur et donc de signature spectrale.

Conclusion et perspectives

Les mesures montrent une grande diversité de signatures spectrales et permettent de classer les matières riches en fer mesurées en une dizaine de classes distinctes facilement reconnaissables, avec des variations significatives à l'intérieur des classes. Un gros travail d'analyse des données et d'identification des minéraux à l'origine des signatures spectrales reste à faire.

Cela offre potentiellement une capacité à reconnaître les matières colorantes appliqués sur la roche grâce à la spectroscopie visible-proche infrarouge en réflectance, technique assez facile d'utilisation sur le terrain. Ce test d'identification fera l'objet de la prochaine campagne de mesure en laboratoire en février 2020 avant une campagne sur le terrain avec un instrument prêté par l'IGE.

Afin d'aller plus loin dans la compréhension de l'effet de la préparation de l'échantillon, des tests ont pu être faits sur cassure fraîche non préparée et sur la surface d'une coupe polie. Une comparaison des spectres reste encore à faire pour comprendre les influences de la structure et de la morphologie. En parallèle de ces expériences, Morgane Gerardin réalise dans le cadre de sa recherche doctorale

des acquisitions d'hématite pure synthétique possédant des morphologies distinctes et des tailles de cristaux différentes pour comprendre les relations entre les propriétés structurales et morphologiques avec les propriétés optiques de l'hématite.

Lors de la prochaine campagne de mesure, des analyses seront également réalisées sur des poudres appliquées sur support pour se rapprocher des conditions de mesure d'objets archéologiques ou de mesure *in situ* sur paroi ornée.

Une valorisation de ce travail pourra être proposée au prochain colloque AIC2020 organisé par le Centre Français de la Couleur (CFC) autour de la thématique « Natural colours-Digital colours » et qui se tiendra à Avignon du 6 au 9 octobre 2020.

4.4 Vers une clef de détermination des matières colorantes géologiques et utilisées

Aurélie CHASSIN DE KARGOMMEAUX

Afin d'interroger la provenance des matières colorantes archéologiques de façon logique, argumentée et systématique, nous proposons de construire un outil fonctionnel définissant un protocole de comparaison entre pièces archéologiques et pièces géologiques, c'est-à-dire une clef de décision et de détermination. Cet outil a été pensé comme une clef de comparaison des matières colorantes archéologiques et géologiques. Cette clef (Figure 4.8) se lit de haut en bas : les traits noirs indiquent que l'on compare l'objet archéologique avec l'objet géologique alors que les traits bleus indiquent une caractérisation de l'objet archéologique, les blocs de couleurs indiquent les échelles d'observation. Elle se base sur les caractérisations morphologiques et physico-chimiques de la matière présentées précédemment dans le protocole.

Pour suivre la clef, il convient de suivre les traits en répondant aux questions au fur et à mesure, à chaque étape, en prenant comme objet de référence l'objet géologique.

De manière cruciale, il est nécessaire de chercher à décrire et à quantifier le rapport liant sur grains, la taille des grains, la nature de la liant, la nature de la porosité de l'objet et d'identifier les possibles lessivages et recristallisations survenus ainsi que la chimie des objets à plusieurs échelles.

Cette clef reste en cours de formulation et sera donc améliorée durant l'année. Un regard critique sur cette première proposition concerne la question de l'homogénéité. En effet, chaque critère (taille des grains, porosité, inclusions spécifiques...) est basé sur le fait que la matière première est homogène et ne présente pas de fortes hétérogénéités ou qu'elles ont été prises en compte. De plus, dans cette proposition, les modifications anthropiques de la matière ne sont presque pas prises en compte car elles ne sont perceptibles et mesurées qu'à l'échelle micronique ou sub-micronique. Seul le tri, la mise en poudre, et l'ajout de phases sont rapidement évoqués.

Enfin, la comparaison de la chimie des matières est délicate. A partir de quel moment peut-on affirmer que des matières ont bien la même chimie ? En effet, deux matières n'auront jamais exactement la même chimie, c'est-à-dire des taux identiques pour chaque élément... Il faut donc faire appel à des outils statistiques (comme ceux développés dans la thèse de G. Mauran, 2019) et qui restent encore à tester sur nos échantillons. Toujours est-il que des proportions similaires (Mathis et al. (2014) ainsi que la présence de mêmes éléments traces indiquent que la chimie des matières étudiées peut être considérée comme identique. Les éléments traces étant souvent plus résistants aux lessivages, ils peuvent être une bonne indication du lieu de provenance.

La comparaison commence avec l'observation du **rapport liant sur grains** car, s'il ne permet pas d'identifier directement la matière, il est un indicateur de tri. La liant est ici définie comme étant la partie qui englobe les grains d'une roche de plus grande taille que les autres. Cette phase liante peut être composée d'éléments très petits ou d'une masse indifférenciée.

La différence entre ciment et matrice n'est pas faite ici, nous parlons bien de liant ou de phase liante. Puis, il est important de regarder la nature des grains et d'établir si les grains sont strictement identiques à ceux de notre référence géologique et la matière archéologique ou bien s'ils sont stric-

tement différents, ou encore identiques avec quelques différences pouvant être liées à une certaine forme de tri, d'altération ou d'ajout.

A l'échelle du grain

S'ils sont identiques avec plus ou moins de grains en plus (qu'il est nécessaire d'identifier), le critère important à regarder est alors la taille des grains. Si les grains de l'objet archéologique sont plus gros que les grains de la matière géologique alors il est impossible que cette dernière soit représentative du gisement d'origine de la matière archéologique : aucun processus de taphonomie et de préparation d'objet autre que d'intenses processus de lessivage et reprécipitation ne pourraient être à l'origine d'une augmentation de la taille des grains. Autrement nous avons un indice sur la possibilité que la matière ait été mise en poudre au cours de la préparation. Il faut ensuite vérifier la nature de la phase liante. Si celle-ci est identique, il faut ensuite interroger la porosité.

La porosité est un paramètre important. Il peut nous renseigner sur la nature de la roche mais également sur son évolution au cours du temps. La porosité étant l'ensemble des volumes de petite taille pouvant être occupés par des fluides (gaz, eau, pétrole) à l'intérieur d'une roche, elle peut être primaire (par exemple celle liée aux espaces intergranulaires dans une roche sédimentaire détritique incomplètement cimentée), ou secondaire (liée p.ex. à une dissolution succédant à une fracturation) » (Foucault et al. (2014)). Ces relations avec la phase liante et avec les autres grains, leur forme, leur taille dépendent du type de roche. Les cavités des pores peuvent être en effet reliées à des processus de déposition, diagenétiques et tectoniques et peuvent avoir été remplis par la suite.

Pour dire que la **porosité** de notre objet archéologique est identique à celle de notre référence géologique, l'abondance des pores n'est pas un critère suffisant. Il faut également vérifier que leur taille et leur répartition dans la roche soit la même. Ici lorsqu'on considère que la porosité est identique, inférieure ou égale, on regarde la quantité de vide en prenant en compte les vides remplis par une cristallisation secondaire par rapport à la roche, en se basant sur le fait que les pores sont de répartitions similaires, sinon la porosité est considérée comme différente. Or, si la répartition des pores est différente nous pouvons en conclure que les objets ne sont pas de même nature car ce sont les processus de déposition, diagenétiques et tectoniques qui contrôlent leur répartition plus que des processus d'altération (à part s'il y a des actions biogéniques qui ont lieu (terriers...)) mais ceci n'aura lieu que dans les objets meubles et pourra être ignoré). Une porosité identique voudra donc dire que les pores sont de mêmes tailles, ont la même répartition et sont aussi abondants dans l'objet archéologique que dans la référence géologique. Une porosité inférieure signifie que l'objet archéologique possède des pores soit moins abondants soit plus petits. Et une porosité supérieure implique que l'objet archéologique possède soit plus de pores soit des pores de plus grande taille.

Pour conclure sur la relation entre l'objet archéologique et la référence géologique, il faut par la suite regarder son **remplissage** et s'il y a des arguments indiquant un quelconque lessivage plus important. Si la porosité est inférieure, il faut se demander s'il y a un remplissage de porosité qui n'a pas été vu, dans ce cas on réinterroge la porosité, sinon nous pouvons considérer que la roche est différente (ou alors biais de d'hétérogénéité de la roche).

Si la porosité est identique, il faut déterminer à quel type de remplissage on a à faire. Si les pores

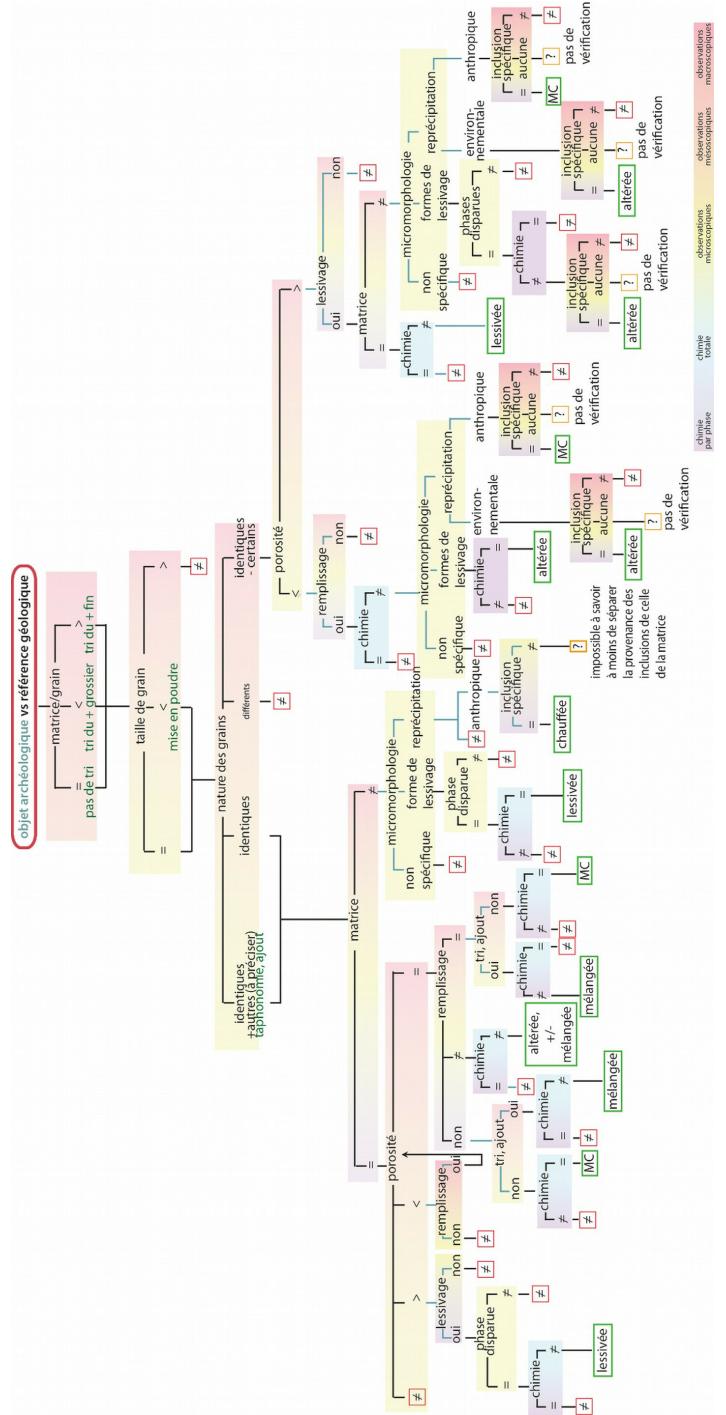


Figure 4.8 : Clef de comparaison de la matière colorante archéologique et d'une matière géologique. Les traits noirs indiquent que l'on compare l'objet archéologique avec l'objet géologique alors que les traits bleus indiquent une caractérisation de l'objet archéologique. Les blocs de couleurs indiquent les échelles d'observation. Les points d'interrogation en fin de ligne signifient que le doute ne peut pas encore être levé concernant la correspondance entre matière archéologique et matière géologique. MC = matière colorante (Chassin de Kergommeaux 2019 - mémoire de master 2).

sont remplis d'un matériel identique à celui qui remplit les pores du matériel de référence alors pour que les deux proviennent du même endroit, les deux objets doivent avoir la même chimie. Si, au contraire, les chimies sont différentes, ils ont bien été formés dans un contexte semblable mais ils ne correspondent pas strictement. Si, au contraire, ils sont remplis d'un matériel différent, il faut s'assurer que cette phase ait pu se former dans les conditions de dépôt de l'objet et alors la chimie doit être différente et la différence doit correspondre à la différence de chimie entre les deux phases de remplissage pour que la relation puisse être établie. Dans ce cas on peut dire que l'objet archéologique provient de cet endroit et qu'il a été altéré (soit par altération dans le milieu de dépôt entraînant la précipitation d'une nouvelle phase, soit par ajout de phase anthropique ou traitement thermique anthropique ou accidentel). Dans le cas où les pores sont identiques et s'il n'y a pas de remplissage, on peut alors directement regarder la chimie. Si elle est identique alors on peut considérer que les matériaux correspondent et que l'objet archéologique a été trié et potentiellement mis en poudre.

Sinon, soit les objets ne correspondent pas du tout, soit dans un contexte de filons hydrothermaux, il est possible que les matières premières proviennent du même filon mais de zones du filon différentes ou alors une altération de la matière nous a échappé.

Si la porosité est plus grande il faut regarder s'il y a des **indications de lessivage** plus tardif lié à l'enfouissement ou au milieu de dépôt de la matière archéologique par rapport à la référence géologique, sinon la roche peut être considérée comme différente. Si des phases minérales ont été lessivées, la différence de chimie doit correspondre à la chimie des phases lessivées sinon nous n'avons pas la bonne source pour ces matières.

Au contraire, si la phase liante est différente il faut regarder la micromorphologie afin de vérifier si le liant est d'origine géologique ou s'il a été modifié dans son nouvel environnement de dépôt (lessivage et recristallisation). Pour cela, il faut s'assurer que ces changements physico-chimiques aient pu se réaliser à de telles conditions ; il faudra des conditions extrêmes pour qu'une phase liante calcaire soit transformée en ciment ferrugineux, ce qui est très peu probable naturellement en subsurface. D'autres modifications de phase liante peuvent cependant être expliquées par l'activité humaine (ajout de liant et/ou charges, chauffage...). Ces processus peuvent alors expliquer la chimie des matériaux. Un objet archéologique ayant subi une forte altération ne pourra plus avoir une chimie identique à sa matière première sans pour autant avoir une chimie totalement différente. La différence de chimie devra être égale à la différence de chimie entre les phases qui ont été modifiées.

4.4.1 Pour les matériaux archéologiques qui présentent des grains identiques en général et l'absence de certains, une autre stratégie peut être développée. On peut directement s'intéresser à la porosité.

En effet, si la porosité est inférieure ou égale à celle de la roche géologique, pour qu'elle reste candidate, il faut soit qu'elle ait été réduite en **poudre** (réarrangement des grains, réduction de la porosité), soit qu'il y ait eu un **remplissage** de la porosité ce qui implique un changement de chimie général correspondant à la chimie de la ou des phase(s) ajoutée(s) et du ou des grains perdus. Si la matière a été réduite en poudre, on peut suivre la même logique que s'il y a eu remplissage, la différence de chimie ne correspond alors qu'à la chimie du ou des minéraux perdus.

Il faut ensuite regarder la **micromorphologie** et vérifier les traces de lessivages et reprécipitations. Le remplissage de la porosité peut avoir eu lieu uniquement par lessivage puis reprécipitation de la matière archéologique après son dépôt ou par précipitation de minéraux et matériel provenant de l'environnement de dépôt (phosphore en grande quantité dans des zones d'agriculture par exemple) ou éventuellement par modification anthropique (recristallisations après ajout de phase liquide (?), traitement thermique créant des micropores et certaines recristallisation ...). La **présence d'inclusions** spécifiques permettra une vérification de cette hypothèse.

Si, comme attendu avec des grains, la porosité est plus importante dans la matière archéologique alors il faut vérifier qu'il y ait des formes typiques de lessivage sinon notre roche ne peut pas être la matière première.

Ensuite la **nature de la phase liante** doit être vérifiée. Si la phase liante est la même, alors la chimie générale doit être identique à la roche de référence (moins la chimie des éléments lessivés). Cette matière archéologique est alors la matière d'origine dont les grains les plus fragiles ont été lessivés.

Si la phase liante est différente, alors il faut vérifier les indices de lessivage et de reprécipitation, en s'assurant que ce changement de phase liante ait pu se produire dans les conditions de dépôts ou par une modification anthropique (selon le même principe que précédemment). S'il n'y a aucun indice de lessivage ou de recristallisation, la phase liante est d'origine géologique ; ce doit être la même que celle du gisement et donc, si elle est différente de la phase liante de l'objet géologique de référence, la source est à trouver ailleurs.

La présence d'inclusions spécifiques communes aux deux objets permettra d'appuyer ces arguments et leur divergence invalidera l'hypothèse (sauf en cas d'ajout anthropique d'autres phases minérales).

Partie 5

Prospections 2019

5.1 Rangement de la Pigmentothèque et intégration d'anciennes collections

Depuis l'acquisition de la première collection de matière colorante de Julien Monney et avec les prospections menées de 2016 à 2019, nous avons acquis plus de 250 échantillons et fait évoluer la numérotation. Certains gîtes et affleurements ont été échantillonnés à plusieurs reprises et il a donc été nécessaire de rassembler les doublons et de renuméroter la totalité des échantillons (Fig. 5.1et 5.2). Cette étape de rangement a permis d'homogénéiser la numérotation, de changer les sachets, d'optimiser le stockage et de remettre au propre l'étiquetage de 256 échantillons comprenant les aussi les échantillons préparés (travail collectif réalisé par H. Salomon, A. Chassin de Kergommeaux et C. Chanteraud).



Figure 5.1 : Rangement de la *Pigmentothèque*

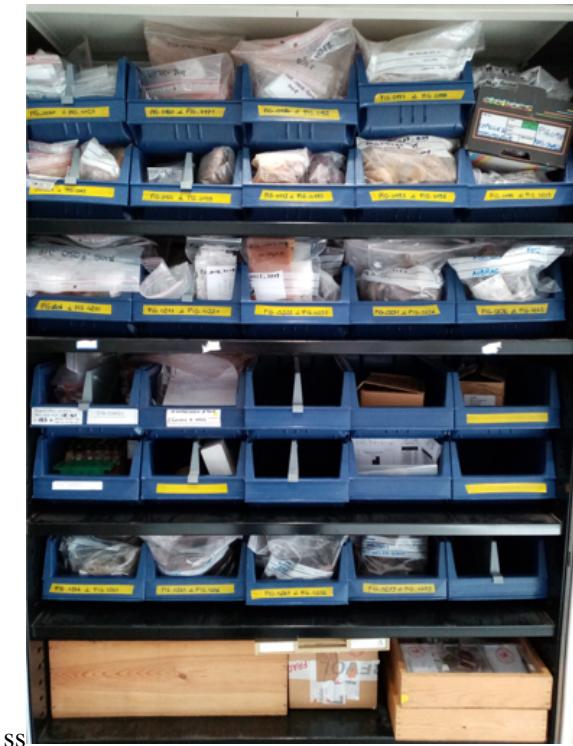


Figure 5.2 : Armoire de la *Pigmentothèque* au laboratoire EDyTeM

5.2 État des lieux des zones prospectées

Des explorations individuelles, des informations communiquées par des amis et collègues, la consultation de nouveaux documents (archives, cartes, traités de géologie et guides) nous ont conduit à collecter, de manière ponctuelle, quelques nouvelles matières premières. Une partie de ce matériel a déjà été mis en commun avec d'autres collègues, en particulier les échantillons « standards ». La liste simplifiée des échantillons prospectés est donnée en annexe 3 (partie 10), avec les fiches de présentation des sites en annexe 4 (partie 10) la localisation des points collectés sur les figures 5.3, 5.4 et 5.5. Les points prospectés « négatifs » n'apparaissent dans la liste, ni sur la carte. Il s'agit des lieux prospectés pour lesquels aucune matière n'a été ramassée. Cette absence à l'affleurement nous conduira à revenir sur ces sites lors que le couvert végétal sera réduit.

Il reste encore à poursuivre l'intégration dans la liste et la collection physique d'autres collections réalisées par certains d'entre nous (J.-V. Pradeau et E. Chalmin) dans différentes régions.

L'ensemble des prospections menées depuis 2016 est repris sous la forme d'un tableau synthétique et de fiches illustrées (partie 10 - annexe 3 et partie 10 - annexe 4) résument, pour chaque zone et série géologique, voire étage géologique, les points échantillonnes. Plus en détails, les prospections menées cette année pour documenter les basaltes altérés et des ressources situées en Maurienne sont présentées dans ce qui suit.

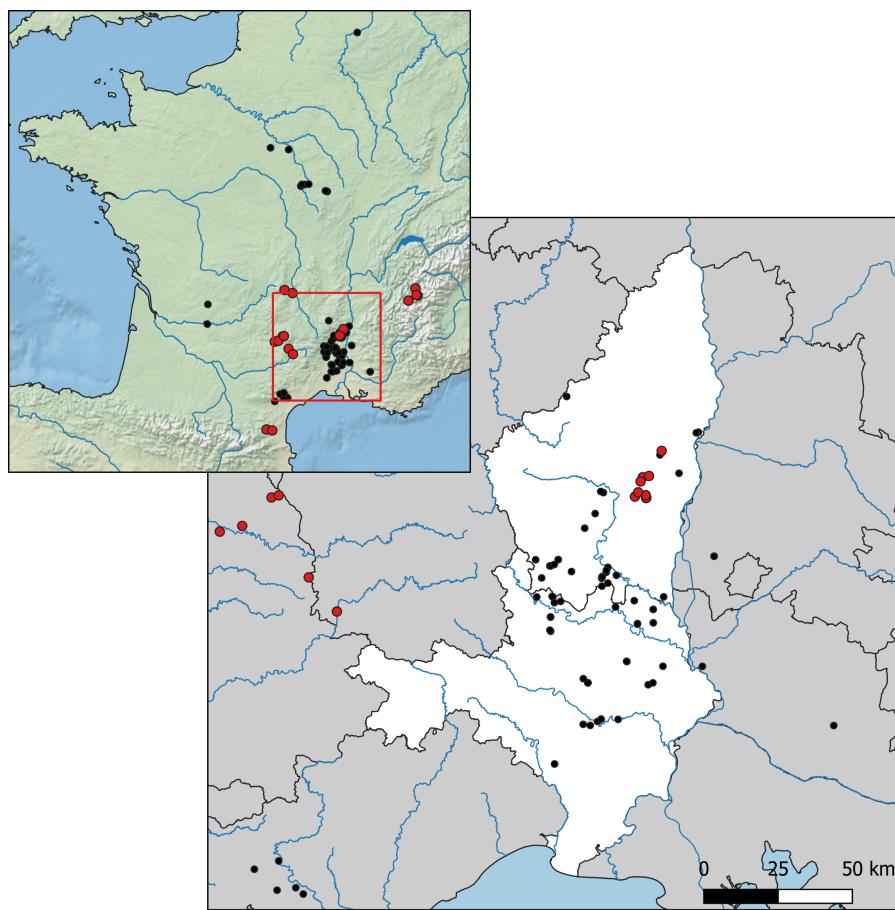


Figure 5.3 : Localisation des zones prospectées depuis 2015 (carte réalisée par E. Camizuli). Points rouges : prospectés en 2019 ; Points noirs : avant 2019.

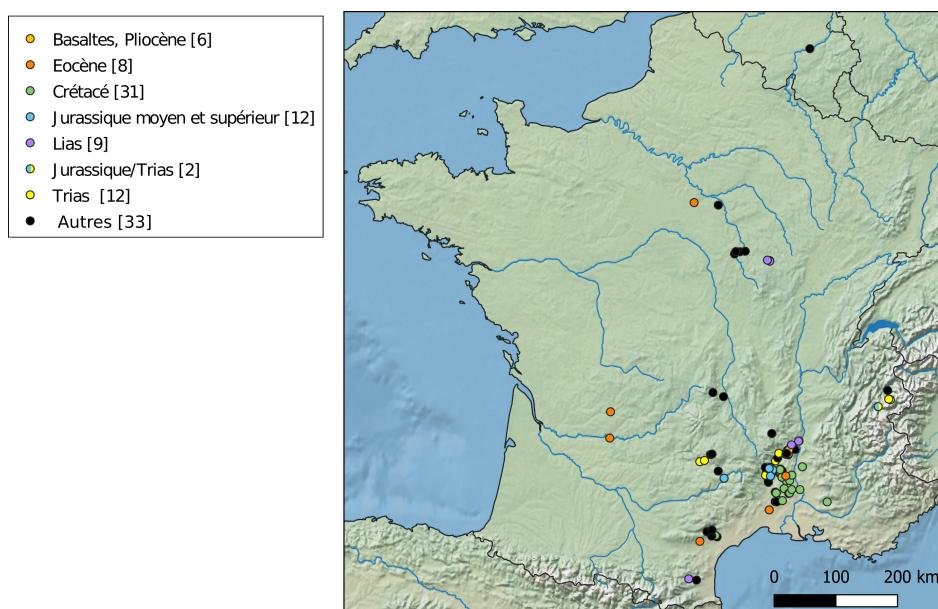


Figure 5.4 : Localisation des zones prospectées depuis 2015 (carte réalisée par E. Camizuli). La couleur des points correspond aux séries géologiques échantillonnées.

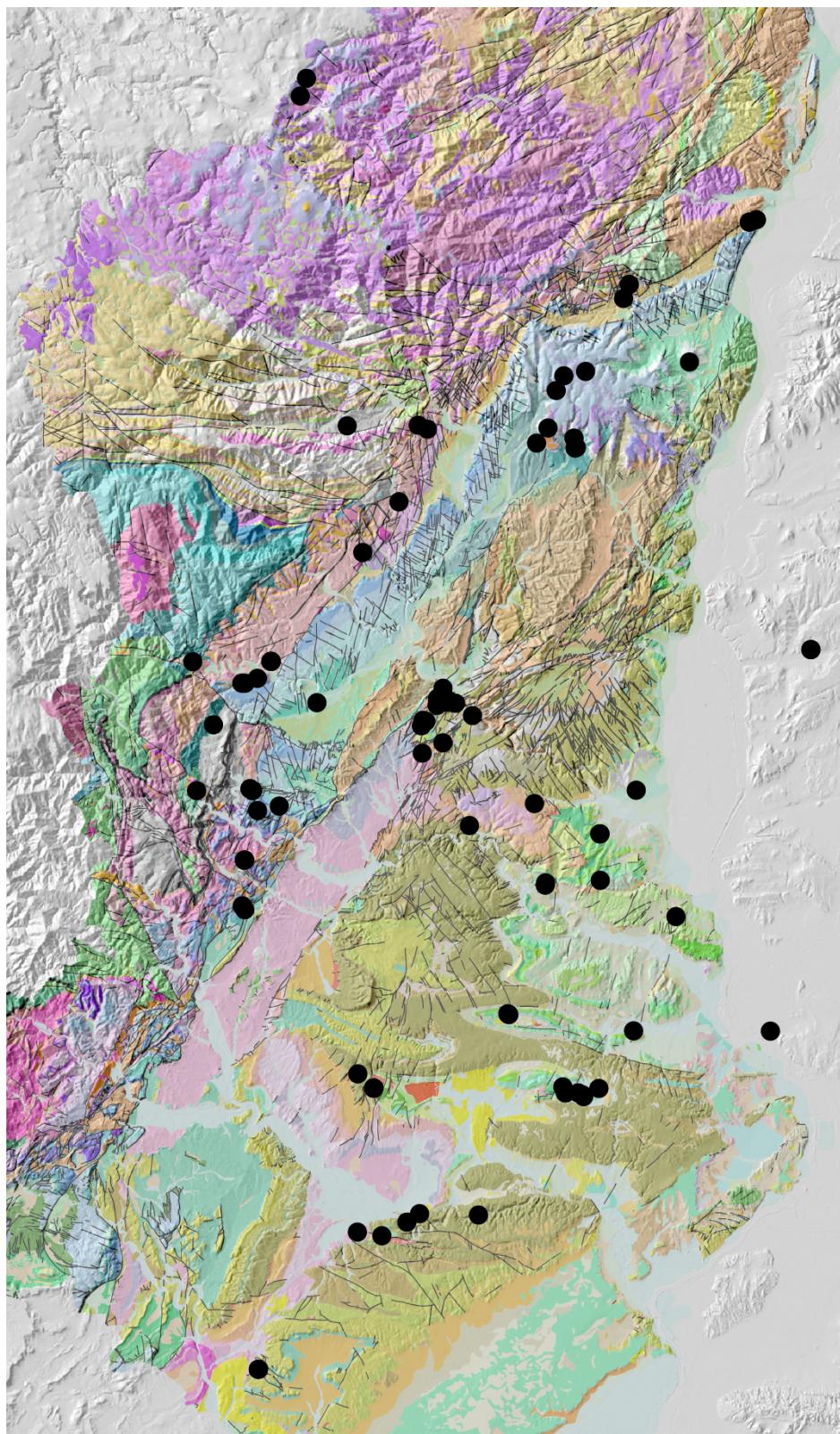


Figure 5.5 : Localisation des zones prospectées depuis 2015 (carte réalisée par K. Genuite) dans les départements du Gard et de l'Ardèche sur fond de carte géologique du BRGM. Hors des altérites crétacés et tertiaires riches en fer, les principaux affleurements se suivent les grandes structures à l'est du Massif central dans les terrains du Lias et du Trias.

5.3 Prospections thématiques des basaltes dans le bassin-versant de l'Ardèche

Claire CHANTERAUD avec la participation d'Hélène SALOMON

5.3.1 Introduction

Les recherches menées sur les matières colorantes mises au jour à la grotte aux Points (Aiguèze, Gard) ont révélé la présence, dans les sédiments archéologiques à l'entrée de la grotte, de roches riches en oxyde de fer qui contiennent de plus une phase minérale trace, particulièrement singulière. Il s'agit d'un phyllosilicate vert qui, d'après la littérature, se forme dans les sédiments volcano-sédimentaires altérés.

Avec cette cavité ornée bien particulière, les dessins et peintures sur les parois peuvent être contextualisés par la mise en relation des matières picturales (entités graphiques), des matières colorantes sélectionnées présentes dans les séquences archéologiques, et des matières premières disponibles dans l'environnement.

En croisant les connaissances sur les vestiges colorants, les ressources disponibles dans le bassin versant de l'Ardèche et les réseaux d'exploitation d'autres types de matières premières sur le site comme les matières siliceuses, il sera possible de tisser un maillage de relations de lieux permettant de restituer un système de pratiques humaines.

5.3.2 La grotte aux Points

Depuis 2015, les matières colorantes découvertes à la grotte aux Points, sont en cours d'étude, qu'elles proviennent des sédiments fouillés jusqu'à 2018, ou qu'elles aient été appliquées sur les parois de la galerie (figure 5.6). Plusieurs dizaines de blocs cohésifs mis au jour dans la séquence archéologique et les matières picturales sur les parois de la grotte ont été analysées en recherchant les marqueurs pertinents pour faire des comparaisons entre ces deux contextes d'utilisation et d'application. Dans ce contexte scientifique la Pigmentothèque apporte un contexte géologique régional.

5.3.3 L'identification d'une matière issue de l'altération d'une roche volcanique

L'observation aux échelles macro et microscopique ont permis d'identifier un marqueur singulier de la genèse géologique de la roche. Il se présente sous la forme d'inclusions vertes de quelques micromètres de diamètre (200 µm maximum). L'analyse chimique par sonde dispersive en énergie couplée à la microscopie électronique à balayage (MEB-EDS) met en évidence une composition chimique alliant aluminosilicate (Al+Si) avec du fer et du potassium (Figure 5.7).

Les aluminosilicates de ce type sont des minéraux argileux, des phyllosilicates de potassium et fer. Pour une telle composition chimique et cette morphologie, il existe deux minéraux correspondant à ces caractéristiques : la céladonite d'origine volcanique et la glauconite issue de l'altération de roches sédimentaires (Figure 5.8).

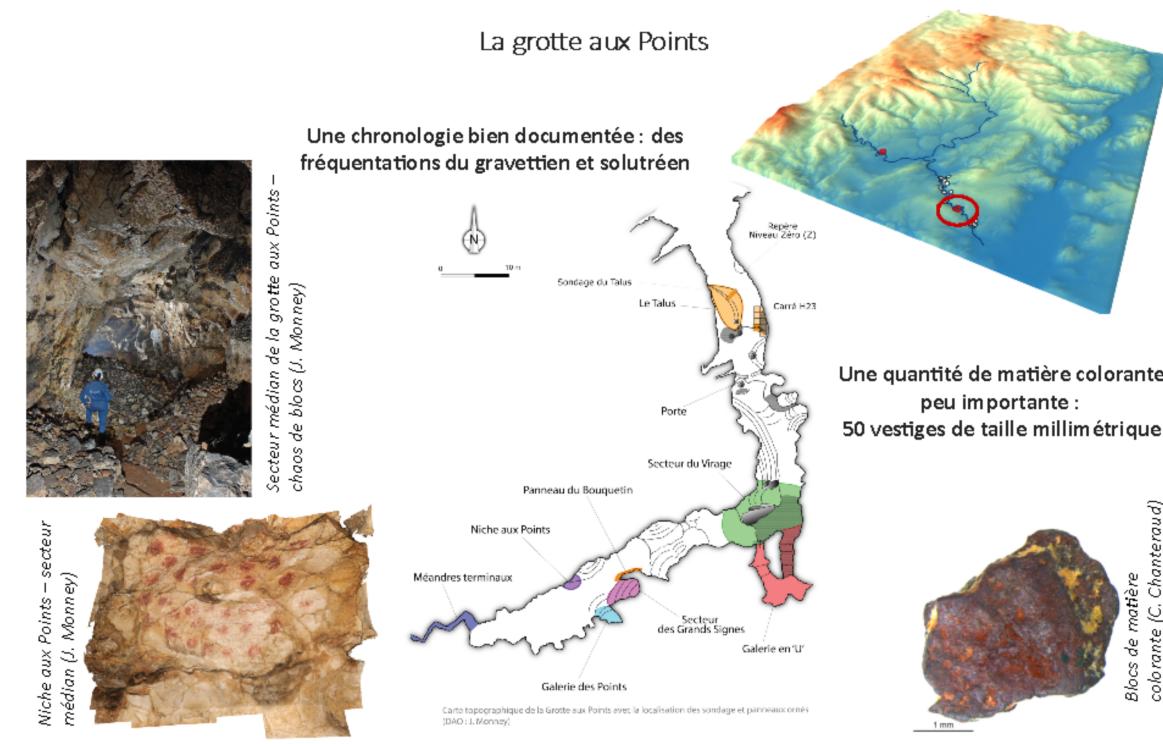


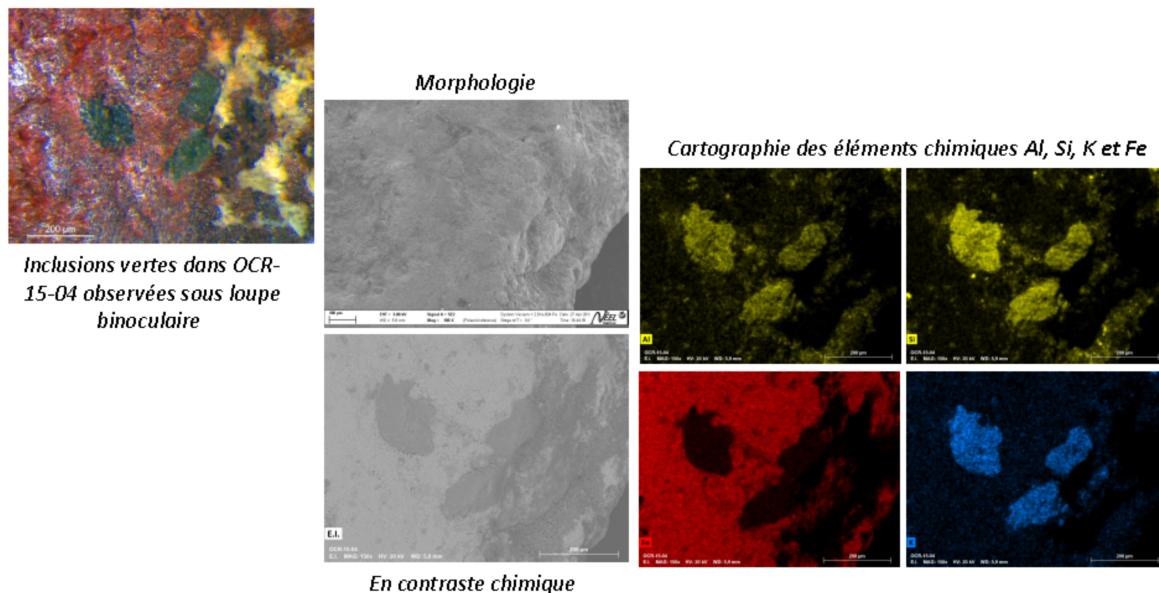
Figure 5.6 : Présentation de la situation de la grotte aux points dans le bassin-versant de l'Ardèche, et des matières colorantes et des entités graphiques identifiées et étudiées. DAO : C. Chanteraud.

La distinction entre ces deux minéraux requiert le recours à des analyses structurales : la diffraction des rayons X et la microspectroscopie Raman. En effet, ces deux minéraux se ressemblent à plusieurs niveaux : couleur, morphologie, chimie, bien qu'ils aient des genèses très différentes. Dans le cas de la céladonite, sa formation est liée au volcanisme sous couche d'eau. Sa structure est plutôt bien cristallisée. La glauconite, quant à elle, est un minéral issu de l'altération ; il en existe donc une infinité de formes cristallines. Son identification avec les méthodes structurales est plus difficile puisqu'il existe de la même manière une multitude de spectres et de diffractogrammes de comparaison, présentant des caractéristiques communes, mais aucune fiche de référence ne correspond strictement à la glauconite.

Pour concentrer l'analyse sur ce minéral en évitant de collecter le signal de la phase argilo-hématitique, nous avons prélevé une inclusion verte. Le diffractogramme et le spectre Raman présentent plus de correspondances avec la céladonite qu'avec la glauconite. Ces analyses soutiennent les observations méso- et microscopiques ainsi que la chimie de ce minéral (figure 5.9 et 5.10).

En conclusion le minéral vert marqueur d'une origine géologique est identifié comme de la céladonite, minéral issu de l'altération de basalte sous l'action de fluide marin (eau de mer) ou hydrothermaux (Odin (1988)). Cette céladonite est le marqueur d'un contexte de formation très particulier. La matrice argilo-ferrugineuse dans laquelle elle est incluse n'est pas une roche mère volcanique, il s'agit plus probablement de l'altération d'une roche volcanique dont les minéraux et les éléments chimiques ont été remobilisés puis ont sédimenté à l'aval de la formation primaire dans le bassin versant.

Une inclusion marquée par l'association de : Al , Si , K et Fe (minoritaire)



Un phyllosilicate Potassium – fer

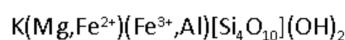
Figure 5.7 : Identification et caractérisation d'inclusions de phyllosilicate potassium-fer dans le bloc OCR-15-04 de l'échelle macroscopique à la cartographie chimique en microscopie électronique à balayage.C. Chanteraud

Céladonite

issue de l'altération de
roche volcanique

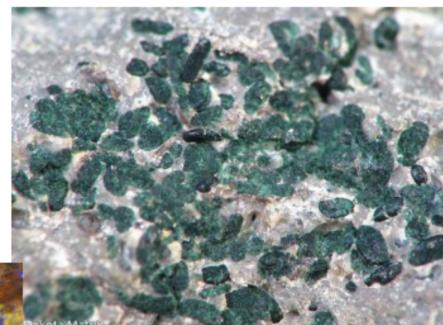


Source : min.dat

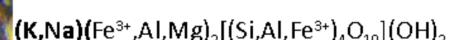


Glaucophane

d'origine sédimentaire



Source : min.dat



OCR-15-04 (C. Chanteraud)

Figure 5.8 : Macromorphologie et chimie élémentaire de la céladonite et de la glaucophane : deux minéraux argileux très proches du point de vue de leur structure et de leur composition malgré des genèses différentes.C. Chanteraud

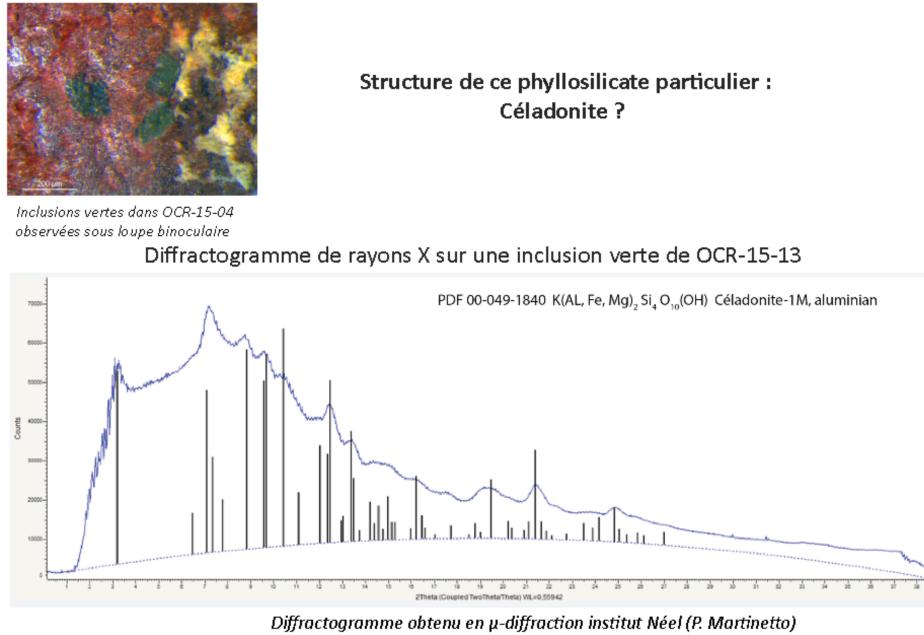


Figure 5.9 : Diffractogramme d'un échantillon d'inclusion verte prélevée sur OCR-15-14 analysé en μ DRX à l'institut Néel : structure polycristalline correspondant à la référence de céladonite.

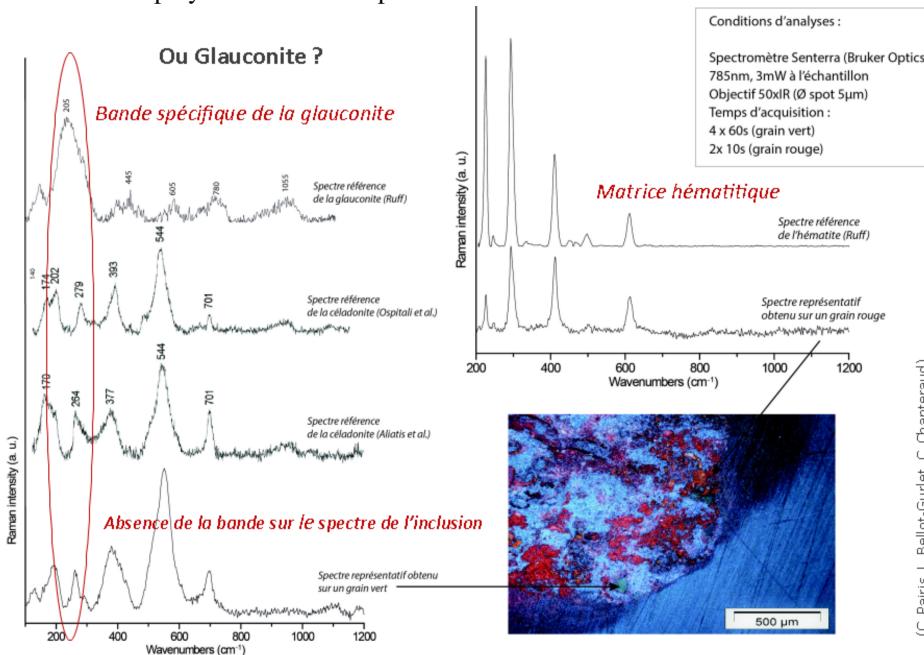


Figure 5.10 : Analyse en spectroscopie Raman de la matrice argiloferugineuse et d'une inclusion verte de OCR-15-04 (non prélevée), identification d'hématite comme minéral chromogène et de la céladonite comme inclusion verte. C. Chanteraud

5.3.4 La prospection thématique des basaltes et de leurs altérations

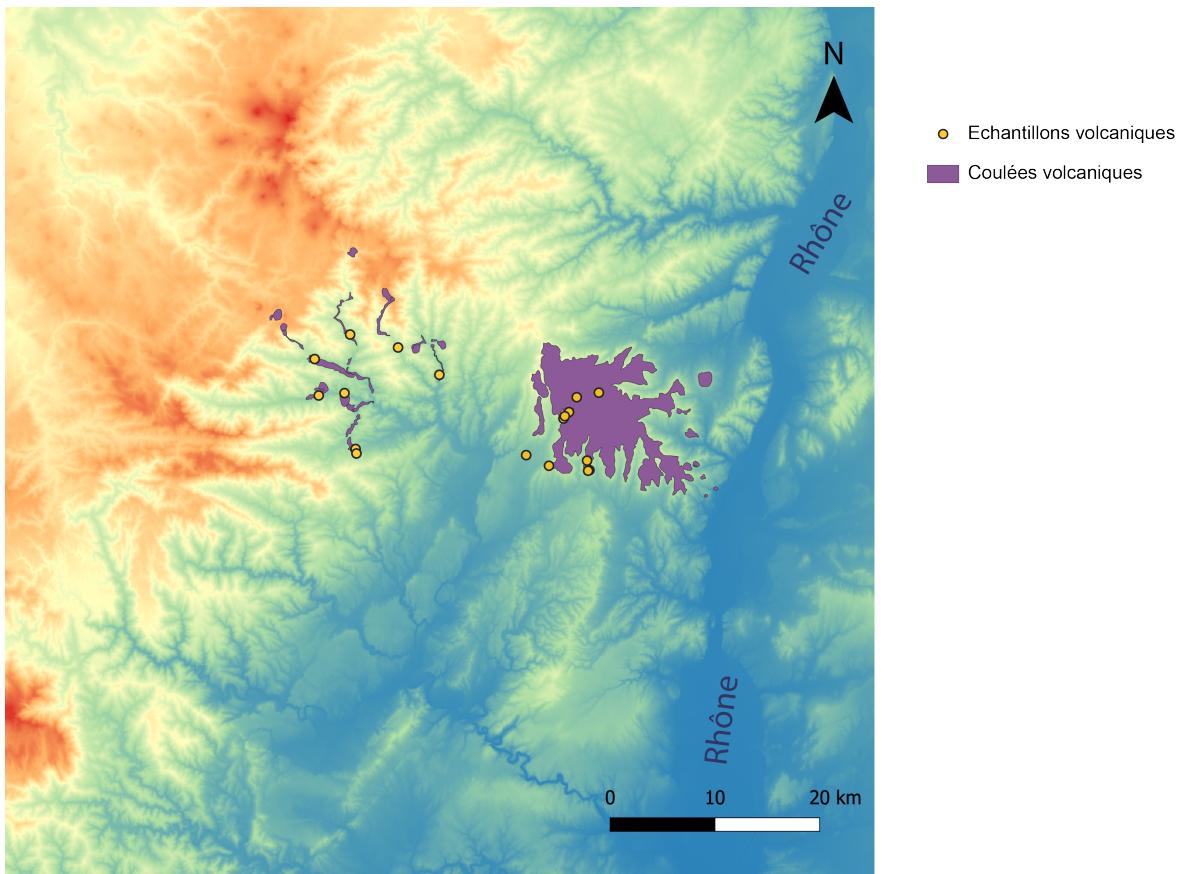


Figure 5.11 : Carte des affleurements prospectés et échantillonnés. C. Chanteraud

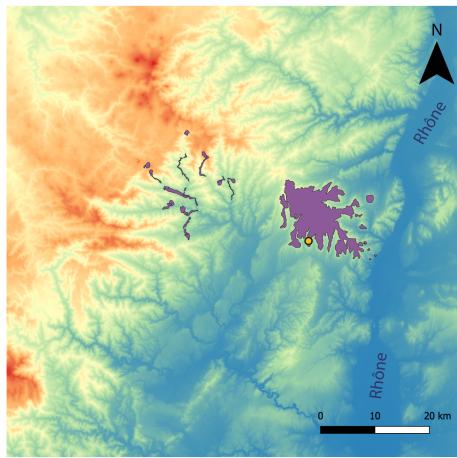
Fort de l'identification de la céladonite et d'une origine volcanique pour une partie des matières colorantes de la grotte aux Points, une prospection thématique des basaltes susceptibles d'être altérés et remobilisés dans le bassin versant de l'Ardèche a été menée (*cf.* partie 10 - annexe 3).

L'exploration des coulées basaltiques du massif des Coirons situé au nord-est de l'Ardèche a été guidée par l'observation de photos satellites, la consultation des cartes géologiques et de la littérature (Camus and Kieffer (1980)).

Les formations primaires ont été documentées, ainsi que les altérations lorsque celles-ci étaient accessibles (Fig. 5.12 et 5.13).

A l'heure actuelle aucune formation documentée ne possède d'inclusions de céladonite. Cela peut être dû à

1. l'absence de ce minéral dans la zone prospectée, supposant une origine plus lointaine, comme la coulée de La Vigne (Lozère), qui est mentionnée dans la carte géologique comme contenant de la céladonite (cette coulée a été échantillonée, les observations et analyses restent encore à faire);
2. Il est aussi envisageable que la documentation concernant les occurrences de céladonite soit très lacunaire. Nous chercherons donc des contextes favorables à la présence de céladonite



- Lieu de collecte
- Coulées volcaniques

Description macromorphologie

Couleur : violacé à gris brun
Dureté : 1
Cohésion : cohésif
Ciment : Fe - Mg ? à déterminer
Porosité : micro et macropore - 70%
Minéraux : à déterminer

Formation Géol :
Position :

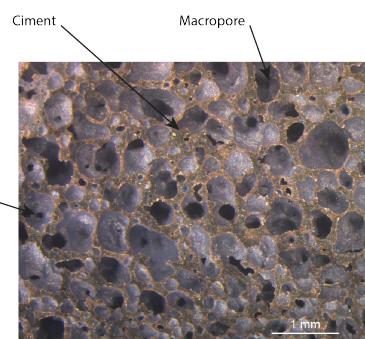
PIG_0253_St Gineis en Coiron



Photo de l'affleurement échantilloné
(Crédit photo : H. salomon, C. Chanteraud)



Sélection d'un fragment de basalte
échantilloné (Crédit photo : C. Chanteraud)



Macromorphologie de l'altération du basalte de
St Gineis en Coirons (Crédit photo : C. Chanteraud)

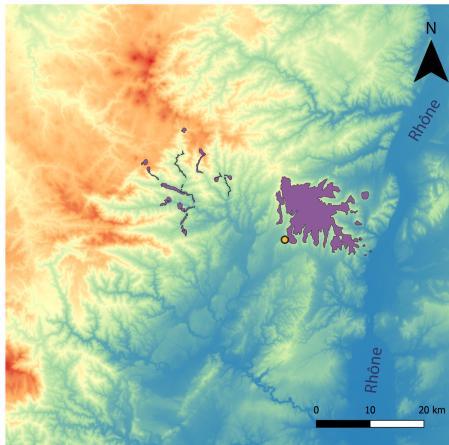
PIG_0249_Mirabel



Photo de l'affleurement échantilloné
(Crédit photo : H. salomon, C. Chanteraud)



Sélection d'un fragment de basalte
échantilloné (Crédit photo : C. Chanteraud)

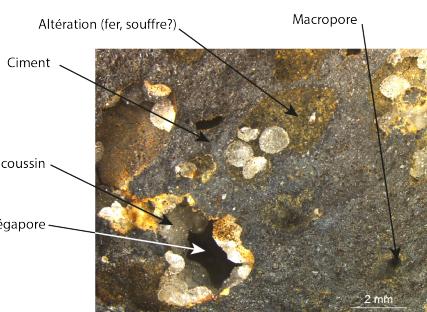


- Lieu de collecte
- Coulées volcaniques

Description macromorphologie

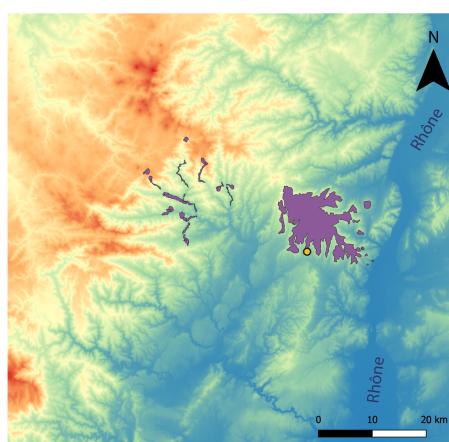
Couleur : de noir à gris
Dureté : 3
Cohésion : cohésif
Ciment : Fe - Mg - Si ? à déterminer
Porosité : macro et mégapore - 50 %
Minéraux : phénocristaux pyroxène,
développement de cristaux blanc translucide ensurface

Formation Géol :
Position :



Macromorphologie de l'altération du basalte de Mirabel
(Crédit photo : C. Chanteraud)

Figure 5.12 : Morphologie et macromorphologie des échantillons de roches collectées lors de la prospection des basaltes. C. Chanteraud



● Lieu de collecte

■ Coulées volcaniques

Description macromorphologie

Couleur : de noir à jaune (altération)

Dureté : 3

Cohésion : cohésif

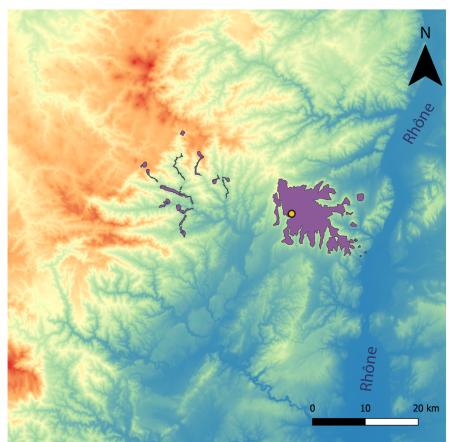
Ciment : Fe-Mg-Si ? à déterminer

Porosité : micropores 30%

Minéraux : divers minéraux - blancs translucide anguleux (?), veine de quartz (?)

Formation Géol :

Position :



● Lieu de collecte

■ Coulées volcaniques

Description macromorphologie

Couleur : de noir à brun - zonation

Dureté : 3

Cohésion : cohésif

Ciment : fe - Mg? à déterminer

Porosité : micro-macro et mégapore - 30%

Minéraux : phénocristaux de pyroxène,

baguettes de plagioclases

Formation Géol :

Position :

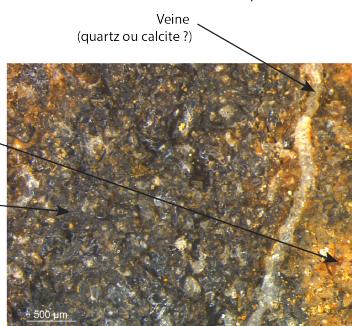
PIG_0251_La Jastre



Photo de l'affleurement échantilloné à la carrière de La Jastre (Crédit photo : H. salomon, C. Chanteraud)



Sélection d'un fragment de basalte échantilloné (Crédit photo : C. Chanteraud)



Macromorphologie de l'altération du basalte de La Jastre (Crédit photo : C. Chanteraud)

PIG_0248_Darbes



Sélection d'un fragment de basalte échantilloné. (Crédit photo : C. Chanteraud)

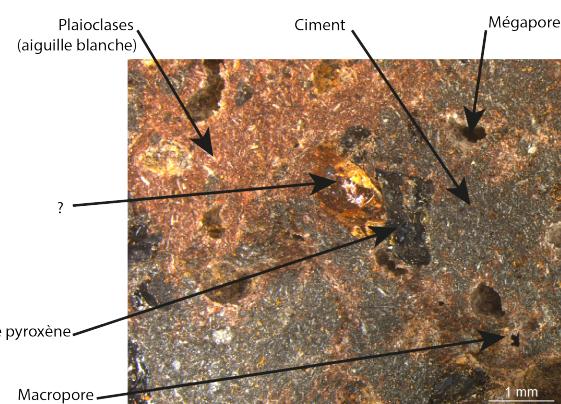


Figure 5.13 : Morphologie et macromorphologie des échantillons de roches collectées lors de la prospection des basaltes. C. Chanteraud

piégée avec des produits de l'altération des basaltes, comme une diaclase piège (placer) dans le massif karstique à l'aval des formations volcaniques.

Cette conclusion demande la poursuite de la prospection thématique dans le bassin versant de l'Ardèche et une ouverture vers les formations basaltiques du Massif Central, localisation possible de basaltes à céladonite. Il est également important de caractériser les signatures chimiques des roches échantillonnées afin de comprendre les conditions de genèse et d'altération (chaîne évolutive) et l'influence de ces processus sur la signature chimique des roches volcaniques.

5.4 Prospection dans les Alpes

Aurélie CHASSIN DE KERGOMMEAUX

Une étude de la localisation et des caractéristiques des gisements et mines de fer disponibles à proximité du Rocher du Château (site néolithique d'art schématique, Bessans, haute Maurienne, 1800 m d'altitude) a été menée afin de connaître le potentiel local en terme de disponibilités de matières colorantes. En effet, ceci est indispensable pour aborder la question du critère de choix et des critères de sélections. Dans l'hypothèse où un choix de matière colorante est avéré, ou que seulement un gisement en particulier a été exploité parmi plusieurs à proximité, il est possible de formuler plusieurs questions : l'accessibilité est-elle un facteur de choix ? ou bien à un choix de couleur, de texture, de morphologie particulière et donc de caractéristiques particulières comme son pouvoir colorant, son pouvoir couvrant ou sa dureté et donc de sa qualité technique comme en témoigne les cahiers des charges imposés à l'industrie lors de synthèse de pigments (Laout (2005); Wyart (2009)) ?

Nous avons donc regardé dans le paysage s'il y avait des indices de présence de matières colorantes, nous avons tenté une recherche sur les photographies aériennes, et nous avons étudié les cartes et notices des cartes géologiques. Nous avons également consulté les sites infoterre et sigmines du BRGM, ainsi que des résumés et publications de colloques sur les mines en Savoie et Alpes du Nord. Une liste de gisements avec leurs coordonnées géographiques a été élaborée et deux sorties de prospection ont été réalisées en fonction de leur accessibilité, de la météo et du temps dont nous disposions : 1^{er} mai 2019 au Mollard (Bessans) et 2 mai 2019 à St Julien Mont Denis (*cf.* partie 10 - annexe 3).

De nombreux gisements et mines métallifères sont disponibles sur le territoire de la Savoie (Rolland-Banès (1871); Société d'histoire et d'archéologie de Maurienne (1902); Durand (2018); Durand (2019)), comme on peut le voir sur la carte suivante (Fig. 5.14a) et suscitent de nombreux intérêts auprès de nombreux acteurs : le BRGM, les DREAL, le SRA, des acteurs locaux de mise en tourisme, Robert Durand... Plusieurs colloques et journées de rencontres ont été menés à leurs sujets comme « Mines de Montagne » (février 2019) ou encore « Exploitations minières passées et présentes : impacts environnementaux et sociaux » (2013) afin de discuter de leur importance dans le paysage actuel.

Depuis 2006, le BRGM s'est vu confié la mission de surveillance et de prévention des pollutions et des risques des anciens sites miniers, il est chargé des fonctions opérationnelles tandis que les DREAL sont chargées des fonctions régaliennes. Pour exercer ces fonctions, ces organismes ont dû réaliser des inventaires des lieux à risque. Ces données sont disponibles sur le site infoterre du BRGM. Le SRA est également chargé de tenir un inventaire de ces sites puisque les mines sont considérées comme des sites archéologiques. Cependant l'accès à la base de données Patriarch n'est pas libre d'accès. Monsieur Robert Durand, spéléologue de renom dans la région a, quant à lui, exploré les galeries de mines et les carrières de la Savoie. Cependant, l'inventaire qu'il a réalisé bien que très complet a surtout été orienté vers la recherche de galeries souterraines, et les gisements de surface ont souvent été survolés sauf dans des cas spécifiques comme au Mont Peney (Durand (2018)).

Dès l'entrée de la vallée de la Maurienne des mines de fer et gisements de fer sont connues, dont les scories de production du Mont Peney, la plus grande mine de fer de Savoie à St-Georges-d'Hurtières (fermée depuis 1930), et de grands dépôts de matières colorantes sont également visibles depuis

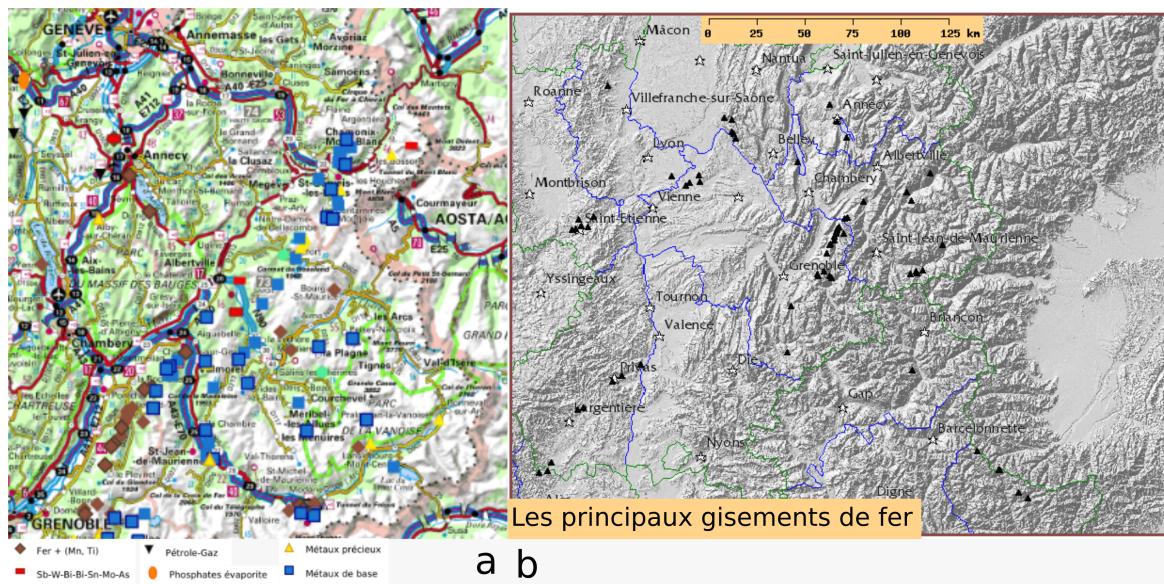


Figure 5.14 : Cartes des gisements et mines a) dans les Alpes du Nord (Infoterre) et b) de Savoie (Rossi and Gasquet (2014)).

l'autoroute à St-Julien-Mont-Denis. Les gisements du Mont Peney ne sont pas nécessairement de bons candidats pour les matières premières utilisées au Rocher du Château dans le sens où ils sont situés à une grande distance de marche et que d'autres gisements plus proches existent. Mais ils peuvent être d'un intérêt particulier pour l'étude des peintures rupestres néolithique du site du Trou de la Féclaz (St-Jean-d'Arvey, Savoie) en contrebas du plateau (Rey (2015); Defrasne et al. (2019)). Pour la même raison, les filons de St-Georges-d'Hurtières semblent bien éloignés.

Les dépôts de fer de St-Julien-Mont-Denis sont connus dans la littérature (Rolland-Banès (1871); Société d'histoire et d'archéologie de Maurienne (1902), p. 95) et ont souvent été catégorisés comme des gisements d'ocre. Ces dépôts se situent sur la rive gauche du ruisseau du Claret dans des gypses et cargneules d'après Favre (1867) (tome 3) et Kilian (1904) précisent que les ocres se trouvent en poches dans des calcaires dolomitiques (notés 'jm' sur la carte géologique). Un second affleurement serait également disponible à quelques mètres dans le torrent voisin le Rieuze, il y aurait des « ocres rouges et jaunes, provenant de l'altération d'hématite » entre la couche de gypse et la couche de schiste liasique et serait un équivalent altéré de l'hématite de Montpascal (Pillet 1861). Cependant ces gisements, bien que de nature assez grande et donc présentant un fort potentiel, restent relativement loin du Rocher du Château à environ 50 km à vol d'oiseau. D'autant que leur nature sédimentaire ne correspond pas à la nature filonienne des matières colorantes retrouvées sur le site. Il a été possible d'accéder à cet affleurement lors de la prospection de terrain et de prélever des échantillons qui restent à caractériser (Figure 5.15).

Un peu plus loin dans la vallée, de nombreuses anciennes mines de fer se trouvent aux alentours de Modane (trentaine de kilomètre à vol d'oiseau). Ce sont d'ailleurs avec les anciennes mines de la dent Parrachée (12 km à vol d'oiseau environ), les mines de fer répertoriées les plus proches du Rocher du Château (Figure 5.16). Les mines de la dent Parrachée sont intéressantes dans la mesure où elles se trouvent de l'autre côté du col de l'Iseran (2760 m d'altitude), un des accès supposés de la vallée de la Maurienne (Thirault (2006)). En effet, seules quelques carrières de pierre à ciment et de chaux



Figure 5.15 : Site du ravin du Claret à St-Julien Mont-Denis lors de la prospection de terrain (2 mai 2019).

sont présentes dans la vallée de l'Arc entre Bonneval-sur-Arc et Bessans d'après Robert Durand, et sur infoterre, des anciennes exploitations d'amiante par R et M Industriels sont répertoriées, une à la hauteur du Rocher du Château mais sur la rive gauche de l'Arc et sans concentration particulière en oxyde de fer, ainsi qu'une autre au Sud de Bessans sans aucune information supplémentaire.

Il ne faut pas pour autant en conclure qu'il n'y a aucun gisement disponible aux alentours directs. En effet, dans la notice de la carte géologique de Lanslebourg (Fudral et al. (1994b)), une ancienne exploitation de magnétite est mentionnée au lieu-dit du Mollard, dans une zone de lambeaux dolomiques ou calcaréo-dolomitiques dilacérés du Trias moyen à supérieur non différencié à cause de la réduction des affleurements et de la cargneulisation de la roche indiquée par le sigle tCD sur la carte géologique (Fudral et al. (1994a)).

Lors d'une présentation du travail réalisé sur le Rocher du Château à Bessans par Émilie Chalmin et Claudia Defrasne, des habitants ont indiqué la présence d'une ancienne exploitation de fer au lieu-dit de Mâchefer qui se situe à quelques mètres du Mollard en contre-haut du Rocher du Château (Figure 5.17). Ces sites sont en fait mentionnés par le BRGM comme étant des sites présentant de l'amiante avec de fortes concentrations en oxydes de fer (principalement de la magnétite). Une membre de l'association Bessans Jadis et Aujourd'hui (BJA), Annie Chazal, nous a fourni un échantillon provenant de l'entrée de la mine de Mâchefer prélevé il y a plusieurs années. Cet échantillon est constitué de magnétite à plus de 90 % et présente de rares blocs d'hématite et limonite (au sens minéralogique : mélange d'oxydes et d'hydroxydes de fer). Les hématites sont sensiblement similaires aux hématites de nos échantillons aux échelles méso- et macroscopiques. Cependant, il est nécessaire de visiter la mine pour être sûr de la représentativité de cet échantillon et en fonction de faire de nouveaux prélèvements si nécessaire.

Ces informations ont pu être complétées par les analyses géochimiques mises à disposition sur le site infoterre du BRGM et une cartographie de l'aléa amiante environnemental. Cette cartographie

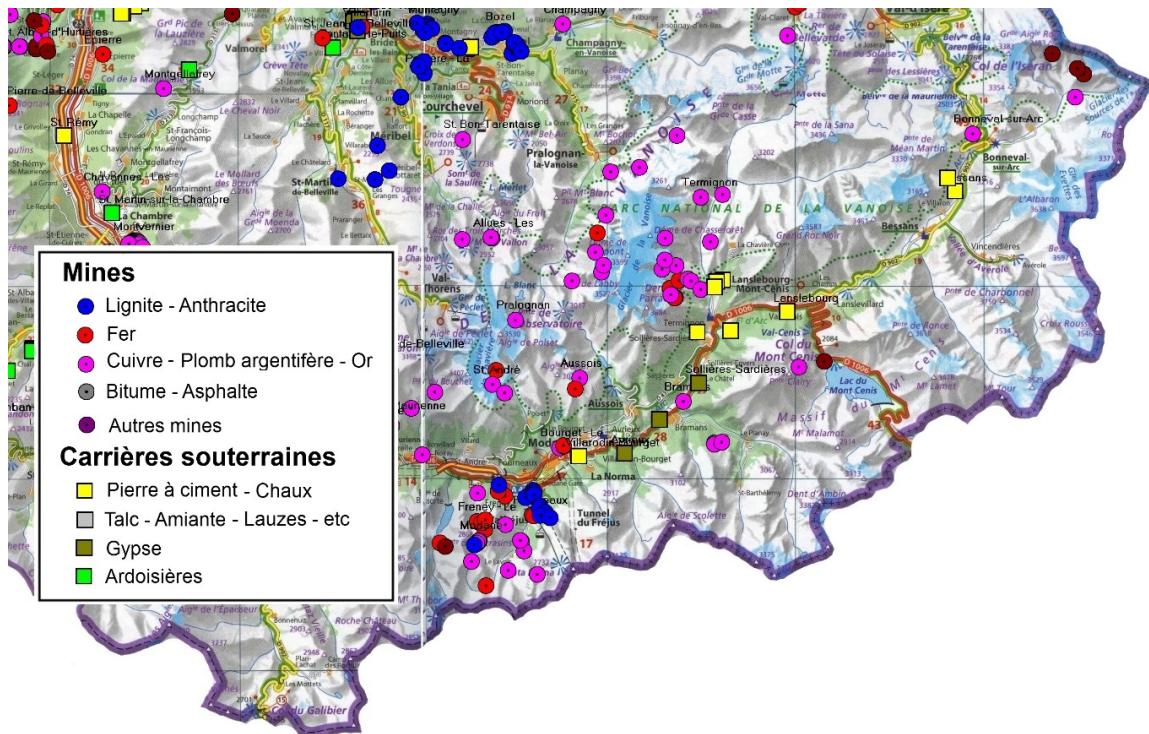


Figure 5.16 : Carte des mines aux alentours de Bessans (Robert Durand).

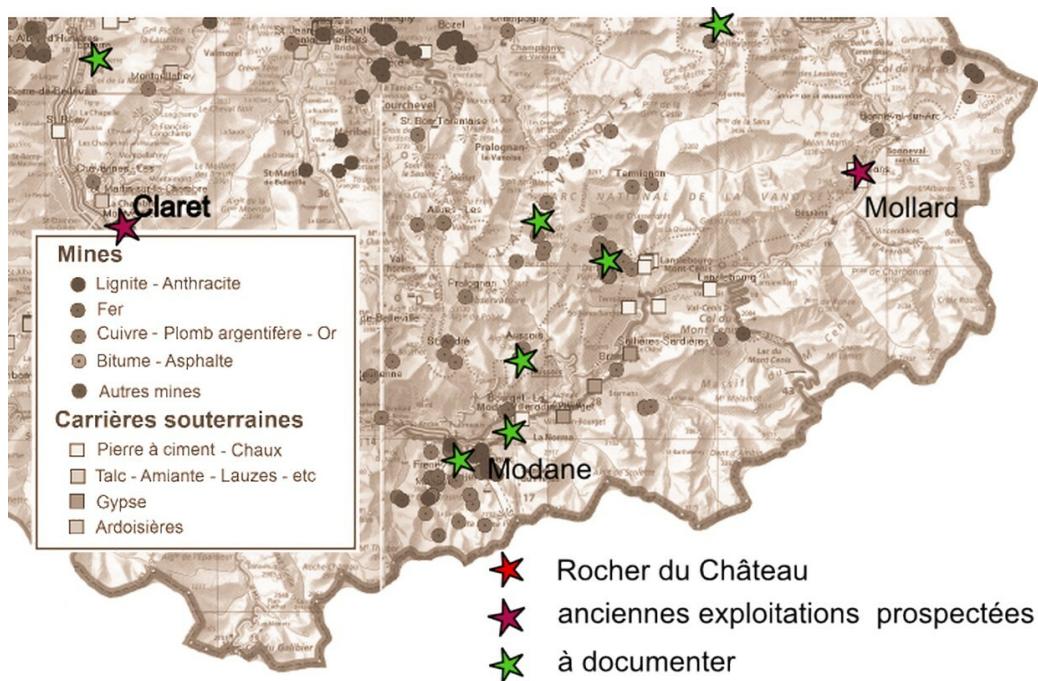


Figure 5.17 : Carte incluant toutes les nouvelles données (Robert Durand, ocres dag, Durand (2018), Favre (1867), Fudral et al. (1994b), Rossi and Gasquet (2014), Kilian (1904)).

a permis d'identifier des zones au Mollard et à Mâchefer notamment riches en amiante et en oxydes de fer. Une analyse systématique des alluvions de l'Arc a été réalisée par le BRGM et la SEDA-DAID sur la commune de Bonneval indiquant des zones riches en fer et phosphore dans les alluvions. Ces concentrations pourraient être dues à la présence d'alluvions provenant de filons riches en fer et phosphore à proximité, indiquant par la même que les fortes concentrations en phosphore dans nos échantillons seraient bien la signature du gisement.

Enfin, des filons de matières rouges ont été trouvés dans la serpentinite formant le Rocher du Château elle-même. Des blocs assez importants ont notamment été retrouvés au niveau de la fracture séparant le Rocher d'un énorme bloc descendu d'une soixantaine de centimètre au niveau des peintures de la zone PeJ (comme défini dans Defrasne (2015)). Ces matières laissent une trace rouge et pourraient également être de bons candidats pour la matière source.

Partie 6

Lien avec les collections de matières colorantes archéologiques

Il est nécessaire de poursuivre les aller-retour entre les collections archéologiques et les différents contextes géologiques prospectés. Pour rappel, la liste des sites présentant des matières colorantes sous diverses formes (roches solides brutes, fragmentées, facettées, incisées, raclées, mais aussi des résidus sur différents outils et des applications volontaires sur des objets décorés mobiliers ou sur des parois de grottes), en cours d'étude par les membres de l'équipe et donc alimentant les questions d'approvisionnement :

- La grotte aux Points (dir. J. Monney) étudiée par C. Chanteraud, E. Chalmin
- Le Rocher du Chateau (dir. C. Desfrane) étudié par E. Chalmin, L. Bellot-Gurlet
- Le Trou de la Féclaz (dir. C. Defrasne) étudié par E. Chalmin, L. Bellot-Gurlet
- Bozel (dir. PJ Rey) étudié par E. Chalmin, H. Salomon
- La Grande Rivoire (dir. P.Y. Nicod) – J.V. Pradeau
- Morschwiller-le-Bas (dir. Héloïse Koehler) et Wolschwiller (Sylvain Griselin) – H. Salomon
- Ormesson (dir. Pierre Bodu) – H. Salomon
- Régismont-le-Haut (dir. François Bon et Romain Mensan) - J.V. Pradeau et H. Salomon
- La Baume d'Oullin (dir. Nicolas Teyssandier) - H. Salomon
- Pincevent (dir. Olivier Bignon-Lau) – H. Salomon
- La Grotte de Cussac (dir. Jacques Jaubert) – H. Salomon
- L'abri des Pêcheurs (conservé au Musée de l'Aven d'Orgnac) – Claire Chanteraud, E. Chalmin, M. Lebon, H. Salomon
- La grotte de Scladina (Belgique)– Eric Goemaere en collaboration avec Aurélie Chassin de Kergommeaux, Emilie Chalmin et Hélène Salomon. Divers sites LBK de Belgique – Eric Goemaere, en collaboration avec Emilie Chalmin, Hélène Salomon, Aurélie Chassin de Ker-gommeaux (pour ces deux ensembles de sites belges, le partage de standards géochimiques a rendu possible un travail collectif sur les analyses élémentaires réalisées en PIXE – AGLAE – C2RMF).

L'ensemble de ces sites fait l'objet d'études intégrées multi- et interdisciplinaires, de même que de projets dirigés et financés par ailleurs.

Les échanges avec les équipes sont l'occasion de mener des prospections et de partager les expériences acquises quant aux méthodes d'enregistrement, de documentation des gîtes et de traitement des échantillons (enregistrement, descriptions et caractérisation physico-chimiques). Nous profitons de ces terrains collectifs pour assurer la formation de nos collègues et des étudiants pour ce qui est des prélèvements et enregistrement des pièces archéologiques sur le terrain, du soin particulier à réservé lors du nettoyage ou reconnaître les pièces qui doivent être écartées du lavage (préconisation d'inspections attentives pour éviter de supprimer des traces d'usure et des résidus), du conditionnement et des modalités de description des pièces archéologiques colorantes et colorées.

Partie 7

Diffusion et valorisation

Avec quatre années de recul et l'action de diffusion des travaux, nous avons constaté que la *Pigmentothèque* suscitait un intérêt auprès de nombreux collègues, à l'échelle de l'Europe. C'est pourquoi nous avons entamé cette année deux articles de fond, presque achevés, qui seront soumis en anglais et en français. Par ailleurs, chaque article en cours, résultant de l'étude d'un site qui a pu s'enrichir de l'apport de la *Pigmentothèque*, devra désormais faire mention de cet apport.

Communications

- Hélène Salomon et Emilie Chalmin. Amphi pour tous : Les humanités anciennes en couleur, conférences de l'Université Savoie Mont-Blanc (05/02 – Chambéry, 07/02 – Annecy, 15/02 – Thonon et 28/03 – Alberville)
- Claire Chanteraud, Émilie Chalmin, Hélène Salomon, Julien Monney, Jean-Jacques Delannoy. Quelles sources de matières colorantes ferrugineuses dans les grottes ornées du canyon de l'Ardèche : Grotte aux Points et Abri des Pêcheurs ? (Gard et Ardèche, France), Session : Matières premières, matériaux et objets : provenance, transformation, utilisation et altération, GMPCA, Montréal, 21 mai 2019.
- Hélène Salomon et Emilie Chalmin. Comment nommer ces rouges ? Pigments ou mineraux de fer... Tout dépend de l'âge et de l'usage, Recherches Interdisciplinaires sur les Métaux (RIMs), Maison d'Archéologie et d'Ethnologie, Nanterre, 24 mars 2019.
- Claudia Defrasne, Emilie Chalmin, Eric Thirault, Ludovic Bellot-Gurlet, Les peintures schématiques néolithiques des Alpes occidentales : étude du site du Rocher du Château (Bessans, Haute Maurienne), Journées Nationales de l'Archéologie, Rencontres archéologiques de Savoie, 17 juin 2019.
- Claudia Defrasne, Olivier Veissière, Emilie Chalmin. Les peintures pariétales préhistoriques du Trou de la Féclaz, Conférence à Saint-Jean d'Arvey, le 4 octobre 2019 (20h) et visite de terrain le 5 octobre.
- Emilie Chalmin et Hélène Salomon. Une collection de référence de roches riches en oxy(hydroxy)des de fer pour identifier les sources d'approvisionnement en matières colorantes utilisées pendant la Préhistoire, AG du PCR Réseau de Lithothèques en AURA, Villars de Lans, 11 juin 2019.
- Participation à la vidéo/cahier de fouille de Régismont-le-Haut (journal de fouille vidéo). Hélène Salomon, entretien mené par Stéphane Kowalczyk, 23/08/2019.

Publications

- Hélène Salomon, sous presse 2019. Les matières colorantes. Partie III - Les activités et leurs témoins. Julien M., David F., Girard M., Roblin-Jouve A. (dirs.), *Le Châtelperronien de la grotte du Renne (Arcy-sur-Cure, Yonne, France). Les fouilles d'André Leroi-Gourhan (1949-1963)*, PALEO, numéro spécial, p. 197-242.
- Claudia Defrasne, Emilie Chalmin, Ludovic Bellot-Gurlet, Eric Thirault et Guy André, 2019. From archeological layers to schematic rock art? Integrated study of the Neolithic pigments and pigmented rocks at the Rocher du Château (Western Alps, Savoie, France). *Archaeological and Anthropological Sciences*, 11(11), p. 6065-6091.

Projets de publications

- Claire Chanteraud, Émilie Chalmin, Matthieu Lebon, Hélène Salomon, Kevin Jacq, Jean-Jacques Delannoy, Julien Monney, soumis, Contribution and limits of portable X-ray fluorescence for studying Palaeolithic rock art : the case of the Grotte aux Points at Aiguèze (Gard, France), prêt à soumettre
- Hélène Salomon, Jean-Victor Pradeau, Julien Monney, Claire Chanteraud et Émilie Chalmin, Qualifier le rouge : d'un obstacle épistémologique à la construction d'une pigmentothèque, Rouge d'abords ! Lectures plurielles, actes de la table ronde organisée par Rouges, Etudes Diachronique, *Archives contemporaines*, soumission prévue en janvier 2020.
- Hélène Salomon, Jean-Victor Pradeau, Julien Monney, Claire Chanteraud et Emilie Chalmin. Desentangle Palaeolithic spatialities and temporalities following the routes of iron rich rocks. *Journal of Lithic Studies*, special issue, The value of lithic raw materials in defining prehistoric social territories. Soumission prévue en janvier 2020.

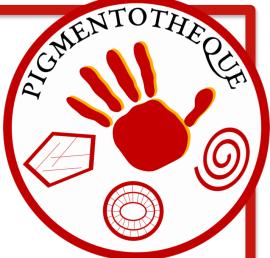
Formations

Le principe de partage des connaissances réunies et générées au sein du projet est valable à plusieurs niveaux d'implication et de formation (adaptée aux étudiants, pour des collègues). Cette opération régulière de transferts des compétences dans les deux sens nous garantit un suivi régulier de notre approche et de notre avancement, de même que la diffusion de nos apprentissages auprès de nos collègues et futurs collègues.

Comme chaque année, nous avons organisé deux journées de travail et d'échange au sujet de la *Pigmentothèque*. Cette formation a rassemblé une partie des participants au projet mais également d'autres collègues ponctuellement impliqués. Cette formation s'est tenue les 10 et 11 septembre sur le Campus du Bourget-du-Lac, Université Savoie Mont-Blanc, au laboratoire EDyTeM. Elle a été consacrée à l'enregistrement de terrain, à la confrontation des champs descripteurs et à leur validation pour être enregistrés dans l'application de terrain. Cette dernière a été opérationnelle à l'issue de ces deux jours de travail, dont le programme est présenté dans le figure 7.1. L'ensemble des participants a pu bénéficier d'une présentation approfondie sur les enjeux et les défis concernant les matières lithiques, sur les méthodes, ainsi que sur le concept de chaîne évolutive. Tout au long de l'année 2019 et à l'occasion de ces journées, nous avons adapté le contenu des fiches descriptives (terrain et macro-mésoscopiques) et la méthodologie d'enregistrement des gîtes et des échantillons.

Formation Pigmentothèque

10 et 11 septembre 2019
EDYTEM – Université Savoie - Mont Blanc



Application et fiche terrain et caractérisation pour la documentation de matières riches en oxydes de fer

Formateurs :

- Christophe Tuffery (IR, Techniques et outils de relevés et d'enregistrement, INRAP)
- Paul Fernandes (Paléotime)

Programme

Mardi 10 septembre

13h30-17h30 - Présentation du GdR Silex
Présentation de la fiche terrain (silex)
Présentation de la fiche caractérisation "silex"

Mercredi 11 septembre

9h00 -12h – Adaptation de la fiche terrain "silex" à la Pigmentothèque
Utilisation de l'application Survey123forArcGIS

14h-17h00 – Présentation de la collection de la Pigmentothèque
Adaptation de la fiche caractérisation "silex" à la Pigmentothèque

La formation est gratuite mais limitée à 7 personnes. Nous vous remercions de bien vouloir vous inscrire auprès de :
emilie.chalmin-aljanabi@univ-smb.fr
Réponse souhaitée pour le 26 août dernier délais.

Figure 7.1 : Programme des journées de la *Pigmentothèque*

La fiche terrain sont maintenant spécifiquement adaptées aux matières colorantes. Quant à la fiche description macro-mésoscopique, elle requiert encore un aller-retour entre les équipes (prévu la première semaine du mois de mars 2020). Concernant les deux fiches, les lexiques ont été augmentés pour intégrer les contextes de formation des matières colorantes. Nous avons donc conjointement adopté une structure interopérable quels que soient les types de roches étudiées.

Encadrement d'étudiants

Cette année nous avons encadré :

- le mémoire de master 2 de Gauthier Trumel – Université de Toulouse Jean-Jaurès 2018/2019 portant sur le mobilier de réduction en poudre mis au jour à la grotte du Renne (Arcy-sur-Cure) et comprenait un important travail expérimental visant la réalisation de traces d'usure résultant du travail de matières colorantes. Les matières colorantes utilisées provenaient en partie de la *Pigmentothèque*.
- le stage de master 2 d'Aurélie Chassin de Kergommeaux (ENS Lyon géologie) sur les questions d'approvisionnement des matières colorantes autour du site du Rocher du Château (Bessans).

Partie 8

Mise en place d'un réseau

Le lien avec le *Réseau des lithothèques*, nous a permis d'avancer sur la structuration d'un réseau à plusieurs niveaux. Comme nous l'avons cité précédemment, cette structuration passe par des échanges méthodologiques (fusion des fiches descriptives et outils de spatialisation), mais également par l'organisation d'opérations de terrain combinées et par une extension géographique par rapport au premier périmètre défini dans le cadre de la *Pigmentothèque*. Cette extension géographique nécessite bien évidemment de poser des jalons et d'argumenter par des questionnements archéologiques communs sur les recherches d'approvisionnement de matière première.

Cette mise en réseau des travaux de recherche concernant les matières premières est rendue véritablement indispensable à ce stade de l'avancée du projet, tant les méthodes à croiser sont diverses et font appel à des compétences interdisciplinaires, mais aussi du fait de la diversité des environnements où l'on peut retrouver les matières colorantes.

La mise en réseau demande aussi d'aborder la deuxième grande dimension du projet qui concerne la qualification des propriétés des matières colorantes. En effet, la diversité et la multiplicité des modalités d'utilisation et des pratiques qui entourent l'emploi de ces matières font encore une fois appel à des connaissances qui se heurtent souvent aux limites disciplinaires (archéologie, anthropologie, esthétique, art, physique des matériaux/optique, cognition, restauration des œuvres). Nous sommes associées au RED (Rouge, Etudes Diachroniques), thème transversal de l'UMR ArScAn (Nanterre), dirigé par Michèle Ballinger. Nous y avons le rôle d'animatrice et de membre du comité scientifique.



Figure 8.1 : État des lieux des collaborations et des mises en réseaux mises en place dans le cadre du PCR.

Partie 9

Projet d'opération pluri-annuelle : 2020-2022

9.1 Rappel de l'objectif général du projet pluriannuel de prospection thématique

Établissement d'un référentiel de matières colorantes provenant des régions des vallées de l'Ardèche et du Gardon destiné à la connaissance des approvisionnements et des déplacements humains au Paléolithique supérieur, et au cours des périodes plus récentes.

Lancé depuis 2016, le projet *Pigmentothèque* bénéficie désormais d'une structure et d'une méthodologie éprouvée qui permet le renforcement d'un objectif scientifique concernant la documentation des matières colorantes naturelles. Basée sur la même organisation que l'année 2019, la *Pigmentothèque* a pour ambition de se poursuivre sur plusieurs années à la fois pour rendre l'utilisation d'une base de données de références géologiques la plus robuste possible, pour permettre de s'étendre spatialement dans le cadre de la prospection géologique mais surtout dans un souci de pérennisation et de transmission. C'est donc dans cette perspective de construction à **long terme** que nous demandons officiellement à être évalué en tant que **projet collectif de recherche pluriannuel**.

En parallèle du rapport annuel fourni par ailleurs, nous nous limiterons dans ce document, à ne présenter que les actions identifiées comme prioritaires pour l'année 2020.

9.2 Le vocabulaire/ les descripteurs

- Suite à une collaboration avec le groupe de travail du réseau CAI-RN piloté par M. Lebon et le collectif Frantiq représenté par B. Nouvel, la formalisation d'un vocabulaire général est en cours de validation pour ensuite être accessible sur le thésaurus Pactols. L'intérêt de participer à la construction de ce thésaurus pour les membres de la Pigmentothèque est particulièrement significatif car nous pouvons autant utiliser et partager vocabulaire permettant de décrire les champs dits obligatoires liés aux formations géologiques documentées que d'alimenter en vocabulaire plus spécifique aux matières colorantes qui n'est pas encore partagé par l'ensemble de la communauté.
- A l'issue de la formation organisée en septembre 2019, les champs descripteurs de terrain et de caractérisation ont été validés pour les matières colorantes et une adaptation de l'application terrain (SILEX_V4 développée pour les prospections de matières siliceuses) a pu être mise en route dès octobre 2019 (cf. description dans le rapport 2019). Il reste encore à la partager et former les potentiels prospecteurs à son utilisation. Les prospections de matières colorantes prévues en 2020 vont donc pouvoir bénéficier de l'usage de cette application.

- La rédaction de la thèse de Claire Chanteraud actuellement en cours (soutenance prévue 1er trimestre 2020) permettra de faire état d'un **glossaire détaillé** qui pourra faire l'objet d'un publication à part entière. Un ouvrage de référence dédié pourrait rassembler ce glossaire ainsi que le **manuel d'utilisation** des champs descripteurs (éditeur non défini).
- La phase finale de mise au point du vocabulaire, des thesaurus et des descriptions et des manuels indispensables pour mettre au point une base de données de toutes les matières riches en oxydes de fer à pouvoir colorant est programmée pour le mois de mars. Ce séjour d'une semaine à *Paléotime*, Villard-de-Lans, dans le Vercors, auprès des équipes de la *lithothèque* (Paul Fernandez et Vincent Delvigne) permettra de comparer et d'utiliser la documentation mise à disposition, d'échanger sur les termes et définitions qui soit complètes, utilisables par tous et offrant une qualité constante. Ainsi il sera possible d'adopter le lexique le plus adapté à une utilisation par des personnes de niveaux de compétence différents.

9.3 Formation/pédagogie

Formation à la Cité de la Préhistoire du Grand Aven d'Orgnac

Suite à la validation des différentes fiches descriptives (présentées dans le rapport 2019), nous considérons avoir les éléments nécessaires et le recul suffisant pour réaliser une formation à destination des conservateurs de la Cité de la Préhistoire du Grand Aven d'Orgnac. Prévue pour le début de l'automne 2020, cette formation sera l'occasion de transmettre les connaissances sur les matières colorantes et de faire prendre conscience des conditions et des précautions à prendre lors de la gestion de collections archéologiques autant que géologiques. Ce sera également l'occasion de déposer un doublon de la *Pigmentothèque* en conservatoire.

Formation étudiante

Comme chaque année, nous accueillerons différents étudiants pour des stages à différents niveaux :

- Un sujet a été déposé pour accueillir un étudiant de 2e année de DUT Mesure physique de Grenoble pour une durée de 2 mois. Le stage sera co-encadré par Anne-Lise Develle et Emilie Chalmin et s'intitule : « Analyse de roches ferrugineuses par spectrométrie de fluorescence X dispersif en longueur d'onde (WD-XRF) : optimisation de protocole ». Recrutement en cours.
- Un sujet de master est proposé sur l'expérimentation dans le cadre du projet TRACOLOR (IDEX UGA). D'une durée de 3 mois, il sera encadré par Hélène Salomon. Recrutement à venir.
- Aurélie Chassin de Kergommeaux sera accueillie à EDYTEM pour un stage de 5 mois dans le cadre de son année de transition entre son master 2 et sa thèse dans le cadre de sa formation à l'ENS (Master de Sciences de la Terre, Planète et Environnement parcours Paléontologie, sédimentologie Paléoenvironnement, co-accrédité Université Lyon 1 et ENS de Lyon, 2019. Sujet de stage : « Validation méthodologique et mise en application de la description et de la caractérisation des références de matières colorantes géologiques. Contribution à la Pigmentothèque ».

- et toujours pour les étudiants en cours de doctorat de divers laboratoires sont accueillis régulièrement au laboratoire EDYTEM pour échanger et consulter la *Pigmentothèque*.
- projet pour les L1-CMI en géosciences.

Journées Pigmentothèque 2020

A l'image des journées organisées depuis 2 ans dans le cadre de la *Pigmentothèque*, nous envisageons d'organiser ces prochaines journées à l'automne 2020 au centre CNRS de la commanderie de Jalès, afin de profiter de l'infrastructure du centre pour inviter les membres de la Pigmentothèque et ouvrir à de futurs collaborateurs. Ce sera l'occasion de réaliser des séances de formations théoriques et des mises en pratique à partir des plateaux pédagogiques existants. L'environnement de Jalès est également propice pour former à l'application de terrain compte tenu de la diversité et de la multiplicité des formations géologiques riches en fer.

9.4 Traitement et analyses élémentaires

PIXE - cartographies chimiques

A partir des données PIXE acquises au cours de 4 sessions sur AGLAE en 2018 et 2019, nous disposons d'un jeu de données conséquent pour réaliser des traitements statistiques et des comparaisons avec des analyses quantitatives obtenues avec d'autres dispositifs (ICP). L'implication de l'équipe d'AGLAЕ est essentielle dans cette étape de validation des paramètres d'analyse quantitative pour permettre d'adapter l'extraction des données en fonction de la teneur en fer de nos matrices. C'est pourquoi, l'équipe développe des fonctionnalités dans le logiciel de traitement des cartographies élémentaires pour faciliter le dépouillement et la mise en forme des résultats des mesures (AGLAЕ-Map, Laurent Pichon, Quentin Lemasson et Claire Pacheco).

Étant donnée la grande hétérogénéité de la teneur en fer dans des matrices (éléments majeurs des échantillons) très contrastées selon les roches et les formations géologiques étudiées, il est primordial de bien connaître les effets des hautes teneurs en fer sur la quantification et la détection des éléments traces, pouvant servir de marqueur spécifique d'une localisation ou d'un type de formation géologique.

L'objectif de ces analyses géochimiques reste également de confronter les résultats obtenus sur des échantillons géologiques à des résultats accessibles sur des objets archéologiques précieux et fragiles. L'utilisation d'un dispositif non invasif et robuste est donc primordial pour préserver l'intégrité de ces objets archéologiques. La méthode PIXE reste donc à ce titre, le meilleur compromis actuel combiné à des observations à différents grossissements et à la microscopie électronique à balayage couplée à une sonde EDX.

Nous avons donc besoin d'identifier les biais afin de les corriger en comparant avec les mesures obtenues par ailleurs (ICP-AES et ICP-MS) sur des matériaux de référence aux propriétés intrinsèques spécifiques et parfaitement connus. C'est dans cet objectif que nous avons développé les standards représentant la diversité des roches ferrugineuses (cf. rapport 2019). Ainsi, nous avons réalisé suffisamment d'analyses pour travailler sur des corpus de mesures statistiquement représentatifs. Pour valider les résultats obtenus sur ces standards par la méthode PIXE, il est nécessaire : 1) de tester

les effets de matrice vis à vis de la teneur en Fe grâce à la robustesse du logiciel GUPIX permettant d'extraire les quantifications ; 2) de vérifier la variabilité d'une expérience à l'autre et en particulier de vérifier les fluctuations d'hydratation pouvant avoir un effet sur la quantification ; 3) de s'affranchir de la préparation des échantillons en exploitant les cartographies chimiques obtenues par PIXE.

La réalisation de cartes élémentaires par PIXE ayant démontré son efficience, il est également prévu de poursuivre l'analyse de lames minces et de plots polis par microscopie électronique à balayage (MEB-EDX) pour permettre d'identifier toutes les minéralogies. Une observation au préalable se fera par pétrographie sur lame mince ou sur plots polis et une comparaison pourra être menée en DRX.

En parallèle, grâce au développement d'outils statistiques spécifiques au traitement de données acquises sur des matières colorantes archéologiques et géologiques dans le cadre de la thèse de Guillaume Mauran (soutenu le 14 novembre 2019, Muséum National d'Histoire Naturel, sous la direction de M. Lebon et JJ Bahain), nous souhaiterions pouvoir appliquer ces outils aux échantillons géologiques de la *Pigmentothèque*. En discriminant des marqueurs chimiques pertinents d'un mode de formation ou d'une localisation, nous serions à même de faire les rapprochements concordants avec des objets archéologiques étudiés par ailleurs.

Données XRF

Le laboratoire EDYTEM venant tout juste de s'équiper d'un spectromètre de fluorescence des rayons X dispersif en longueur d'onde (TIGER, XRF-WDS), la réalisation de mesures systématiques sur les poudres et les coupes polies des collections de la *Pigmentothèque* est planifiée à la suite de la mise au point du développement des outils de calibration et de quantification adaptés aux matrices enrichies en fer (Anne-Lise Develle). Les références internes de la *Pigmentothèque* vont aussi servir à calibrer l'instrument (cf. stage DUT mesure physique).

9.5 Prospections en 2020

Savoie

A la suite, de l'étude bibliographique, de la base de données des mines de fer développée par Robert Durand et le repérage sur géoportail/infoterre /google street view de sites potentiels de matières colorantes dans le Nord-ouest des Alpes (Savoie, Isère), les prospections seront poursuivies à la fin du printemps et pendant l'été (faible accessibilité en hiver). Les matières issues de ces échantillonnages seront comparées aux divers vestiges des sites ornés néolithiques de la région (Rocher du château, Bessans et Trou de la Féclaz, St Jean d'Arvey). Il est prévu de poursuivre la collecte principalement dans le massif des Bauges et dans la vallée de la Maurienne (personnes impliquées : E. Chalmin, A. Chassin de kergommeaux, C. Defrasne, M. Rossi).

Vallée du Rhône

Les formations résiduels tertiaires ou relevant de l'altération de terrains secondaires en climat tropical humide durant le Tertiaire feront l'objet d'une attention combinée pour les roches riches en oxydes de fer et pour les matières siliceuses, qui y sont souvent présentes conjointement. Ces prospections

seront développées sur la rive gauche du Rhône entre le Royans et Avignon et sont programmés en février 2020 avec la collaboration de nos collègues lithiciens (P. Fernandes et V. Delvigne). (Personnes impliquées : H. Salomon, A. Chassin de Kergommeaux, C. Chanteraud, E. Chalmin).

La Voulte-sur-Rhône

Nos visites du secteur de la Voulte-sur-Rhône (Ardèche) nous ont permis d'échantillonner dans les terrils. A l'heure actuelle, les affleurements sont situés dans l'emprise du parc de la Boissine, site protégé et sous administration du département de l'Ardèche. Nous avons obtenu l'autorisation d'échantillonner les affleurements à partir de 2020.

Oolithes ferrugineuses

Nous allons poursuivre la recherche des affleurements d'oolithe ferrugineuse entre l'Isère et la Bresse et dans les marges sud et orientales du Bassin de Paris. Durant l'année 2019, le site de la Verpillière a été prospecté sans succès, les exploitations minières anciennes ayant été effacées du paysage par des comblements des cavités minières ou sont masquées par le couvert végétal. Un retour sur le terrain est prévu. Par ailleurs, si ils sont documentés dans les archives minières, les minerais de fer oolithiques, qui ont été intensément exploités jusqu'au début du 20ème siècle autour de Privas et des Vans en Ardèche (??), restent difficiles à localiser. Nous poursuivrons nos recherches, en particulier en explorant le secteur de Païolive.

Accessibilité des matières colorantes du secteur de Salavas

Les matières colorantes prises dans les terrains crétacés supérieur à éocènes du secteur de Salavas et Vagnas sont les plus proches des sites fréquentés et ornés durant le Paléolithique dans les Gorges de l'Ardèche. Cependant, leur disponibilité actuelle n'est probablement pas l'image de la disponibilité avant le Tardiglaciaire. Une campagne de relevé géologique et topographique sera menée durant l'année 2020 pour établir la temporalité des affleurements et la mise en circulation puis le piégeage dans les terrasses de l'Ardèche de ces matières riches en fer que nous avons pu prélever en plusieurs lieux entre Salavas et Vagnas (Fig. 9.1 et 9.2).

9.6 Base de données et SIG

Data@EDyTeM

Dans le cadre du projet de laboratoire EDyTeM, la mise en place d'une base de données permettant de collecter les données acquises sur le terrain est favorisée par notre implication dans l'échange des besoins et des spécificités des objets de la pigmentothèque pour alimenter la réflexion et l'organisation de l'interface de cette base de données. En cours de développement depuis le début de l'année, une première version pilote devrait pouvoir être testée d'ici le mois de décembre (Fig. 9.3).

Ce développement se fait également en parallèle d'une démarche d'interopérabilité lancée dans le cadre du projet PATRIMALP (piloté par L. Rivière, P. Martinetto et E. Chalmin, financé par l'IDEX UGA, <https://patrimalp.univ-grenoble-alpes.fr>) en collaboration avec Danielle Ziebelin (laboratoire du LIG, UGA). L'objectif du développement d'une plateforme d'interopérabilité vise à collecter l'ensemble des données, et informations liées à un site patrimonial, comme un site archéologique et ensuite interroger les liens pouvant exister avec des sources potentielles de matière

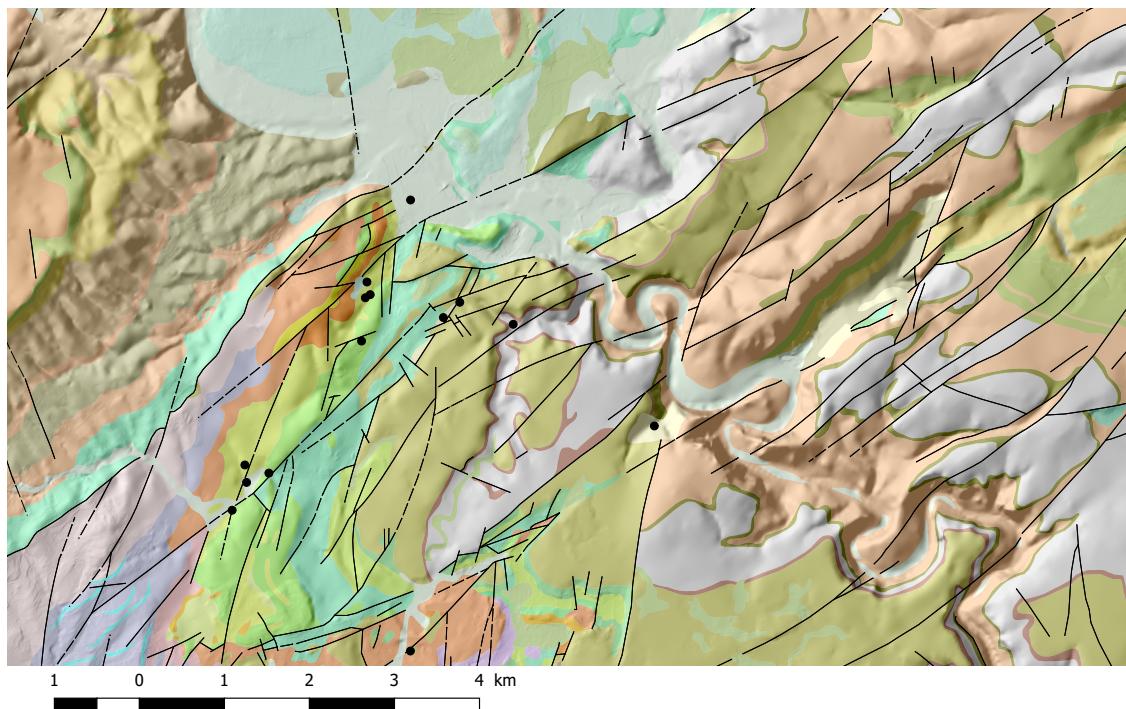


Figure 9.1 : Localisation des zones prospectées depuis 2015 (carte réalisée par K. Genuite) sur fond de carte géologique du BRGM autour de Salavas et de Vallon-Pont-d'Arc (Ardèche). Les métiers colorantes affleurent principalement dans les terrains crétacés inférieurs et éocènes. Ces matières sont disponibles dans les colluvions et les alluvions, en position secondaire.



Figure 9.2 : Coupe naturelle formée par le Rieussec, ruisseau situé entre les communes de Salavas et Vagnas (Ardèche) et mettant au jour des dépôts alluviaux contenant des éléments riches en fer .H. Salomon).

Système d'information Data@Edytem

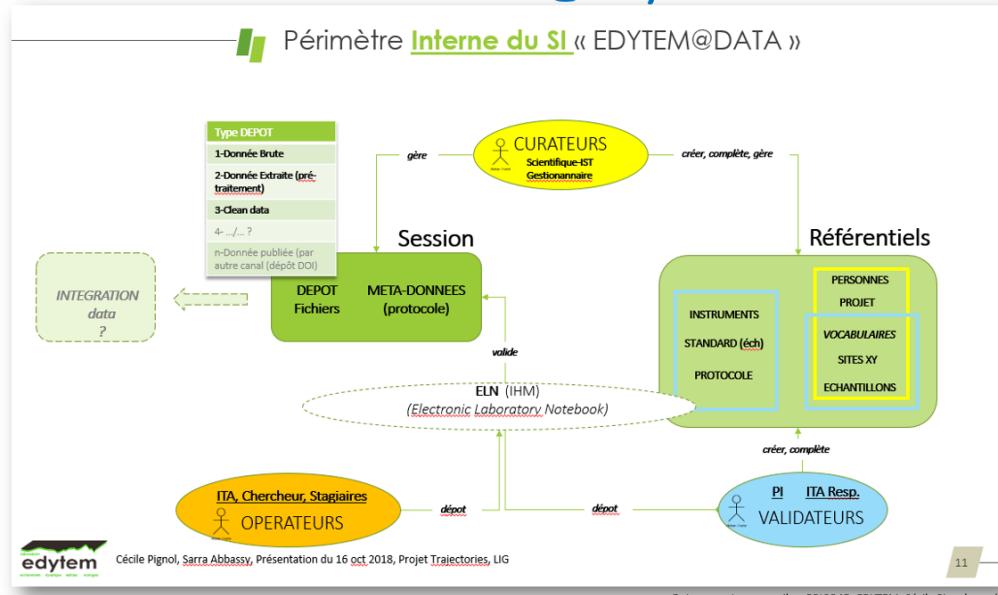


Figure 9.3 : Organisation du système d'information en cours de développement au sein du laboratoire EDyTeM : Data@EDYTEM (source Cécile Pignol et Sarra Abbassy)

première (comme dans le cas des matières colorantes). Le projet PATRIMALP permet de développer une science du patrimoine intégrée et interdisciplinaire et s'ancre dans une diachronie de la préhistoire jusqu'à l'époque médiévale autour de sites d'études localisées dans les Alpes du Nord et dans le couloir Rhodanien.

Étant donné l'état d'avancement du système d'information développé par EDyTeM, nous devrions être en mesure de commencer à rentrer les informations et les données issues de l'analyse des collections de la *Pigmentothèque* avant la fin de l'année 2020. Il reste cependant un gros travail de mise en place de fichiers pour les métadonnées en particulier sur les différents outils analytiques du laboratoire et de la plateforme ASTRE de l'université Savoie-Mont Blanc. La réalisation de ce genre de fichier reste également un enjeu majeur pour les dispositifs et les appareils provenant d'autres laboratoires ou sur des dispositifs spécifiques comme l'accélérateur AGLAE. Il est également essentiel de fournir des fiches protocoles permettant de renseigner sur l'utilisation de chacun des dispositifs instrumentaux, mais également sur la préparation de l'échantillon et sur la démarche générale de l'analyse. (Personnes impliquées : A.L. Develle, C. Pignol, S. Abbassy, E. Chalmin, F. Danash).

Système d'informations géographiques

Spatialiser nos résultats reste un objectif important dans le projet de la *Pigmentothèque*. Cette spatialisation peut se faire à deux échelles :

- associer des coordonnées GPS avec le nom de la formation dans le système d'information Data@EDyTeM.
- produire des cartes permettant de visualiser les gîtes documentés et de pouvoir en donner une description fine dans un SIG.

Ce deuxième point est mené en collaboration avec les PCR des lithothèques et le GDR Silex, qui bénéficient déjà de cette expertise et sera l'objet d'une rencontre en mars à Paléotime, Villars-de-Lans. (Personnes impliqués : H. Salomon, P. fernandes, V. Delvigne, E. Camizulli, A. Chassin de Kergommeaux, stagiaire commun).

9.7 Collections archéologiques

L'étude des collections archéologiques va se poursuivre sur les mêmes sites qu'en 2019 (cf. liste dans partie 6 du rapport). Pour l'instant pas de nouvelles collections ou de nouveaux sites sont prévus pour 2020. Les méthodes de descriptions développées pourront être appliquées de manière systématique à l'ensemble du matériel archéologique. Il est prévu de confronter les descriptions de ce matériel archéologique entre les personnes en charge de ces collections et les personnes ayant développés des champs descripteurs (H. Salomon). Cette confrontation sera un moyen de tester la clé de détermination en cours de construction. Cette clé de détermination dont une première version a été mise au point (master2 Aurélie Chassin de Kergommeaux) a pour objectif de comparer des matières colorantes archéologiques qui ont pu être modifiées par des actions anthropiques ou des effets taphonomiques liés aux conditions d'enfouissement avec les références géologiques. La comparaison morphologique de ces matières à différentes échelles permet donc d'établir non seulement des relations éventuelles entre ces matières, mais également d'appréhender les phénomènes conduisant à une modification de l'une d'entre elle. La comparaison de la composition chimique reste encore un enjeux important pour lequel le développement d'une stratégie analytique et des traitements statistiques sont encore nécessaires et feront l'objet d'une réflexion au cours de l'année.

Personnes impliquées : H. Salomon, J.V. Pradeau, C. Chanteraud, J. Monney, A. Chassin de Kergommeaux, P.J. Rey, E. Chalmin.

9.8 Exploitabilité des matières colorantes

Le projet *TRAcéologie des matières COLORantes préhistoriques : choix, usages et fonctions des roches riches en oxydes de fer de Neandertal à l'Homme anatomiquement moderne (TRACOLOR)* est un projet à l'interface de la mécanique des roches, de la tribologie, de la physico-chimie des matériaux et de la préhistoire pour élucider les choix culturels et techniques qui ont gouverné l'exploitation de nombreuses roches ferrugineuses durant le Paléolithique. Ce projet (dir. Hélène Salomon), financé par l'IDEX UGA - Initiatives de Recherche Stratégiques, a été accepté et se déroulera en complément du PCR *Pigmentothèque* jusqu'à fin 2020. Adossé à la *Pigmentothèque*, il est centré sur l'exploitabilité des roches colorantes ferrugineuses et sur la formation des traces d'exploitation sur les roches elles-mêmes, qu'elle soient la matière consommée ou qu'elles constituent les outils mis en œuvre pour les exploitations. Ce qui rend exploitable les matières colorantes durant la Préhistoire n'est pas encore suffisamment connu. Les principaux problèmes reposent sur la faible connaissance de ces matières, de leurs qualités intrinsèques, des modalités de formation des traces d'usure et des méthodes d'enregistrement des modifications de surface.

De ce fait, ni les descriptions ni les jeux de mesures n'ont été interprétés en regard de la nature des roches mises en présence et de leurs propriétés tant pour ce qui est des vestiges archéologiques que des matières utilisées lors des expérimentations (faisant varier des paramètres très nombreux et

peu maîtrisés).

Or, il est possible de surmonter ces problèmes par la compréhension, l'identification et la quantification des propriétés intrinsèques des roches riches en oxydes de fer et des outils employés (résistance et composition des matériaux mis en présence) et par la caractérisation des produits, c'est-à-dire les poudres. C'est donc là qu'est convoquée la *Pigmentothèque* en ce qu'elle permet de fournir des roches destinées aux expérimentations, tandis que le projet TRACOLOR permet de qualifier les propriétés mécaniques des roches ferrugineuses et des poudres issues des différentes expérimentations.

9.9 Projets de structuration

Pigmentothèque Aquitaine

Au vu des intérêts communs avec les collègues de la communauté travaillant sur les matières colorantes utilisées pendant la préhistoire, il semble important de pouvoir faire bénéficier de notre expérience de PCR *Pigmentothèque* à d'autres régions de France propice à la recherche de gîtes et de matières premières. Etant donnés le contexte archéologique et les collaborations régionales, nous anticipons de pouvoir aider au montage d'un PCR *Pigmentothèque* sur la région Aquitaine pour 2021. Nous sommes en recherche de partenaires pour porter un tel projet.

ANR

En s'appuyant sur le PCR *Pigmentothèque*, un projet ANR *Color-Sources* porté par M. Lebon a été déposé en octobre 2019 dans la section CE27 « Culture, créations, patrimoine ». Ce projet vise le développement des études de provenances de matières colorantes sur le territoire national en renforçant les outils et méthodologies nécessaires à la constitution de collections géologiques de référence, à l'interopérabilité des données collectées, à leur interprétation et à leur partage.

Enquêtes

Dans cette même perspective de coordination nationale, nous mettrons en place une enquête à l'échelle nationale pour référencer l'existence de collections privées ou publiques intégrant des roches colorantes. L'objectif ne serait pas d'absorber ces collections mais plutôt, à l'image de ce qui se fait dans le réseau des *lithothèques* de documenter ces collections et de les mettre en réseau, mais aussi d'évaluer leur exploitabilité sur le plan de la connaissance. Pour ce qui est de certaines collections « oubliées », ce serait alors l'occasion de les rendre opérationnelles et accessibles, ainsi que de permettre leur pérennisation. Une homogénéisation de ces collections ne pourra se faire sans l'accord des différents propriétaires et ce qui implique, de ce fait, de se projeter sur plusieurs années de récollement, d'indexation et de documentation.

Thèses

- Projet de thèse déposé par Aurélie Chassin de Kergommeaux pour un financement par l'ENS, département des sciences de la terre. Sujet : Trajectoires des roches riches en fer durant le Paléolithique dans le bassin versant de l'Yonne et/ou de l'Ardèche : genèse, sélection et altération. Direction de la thèse : E. Chalmin, H. Salomon et M. Rossi. Laboratoire d'accueil EDyTeM. En attente de financement.

- Thèse en co-tutelle avec l'université de Ferrara qui débutera en septembre 2020 avec Georgia Sardelli sur un financement Vinci acquis. La thèse portera sur l'exploitation des matières colorantes durant l'Epigravettien du piémont italien (dir. Federica Fontana et H. Salomon). Giorgia Sardelli viendra effectuer sa recherche doctorale durant un an à EDyTeM, sera utilisatrice de et contributrice à la *Pigmentothèque*.

9.10 Proposition de budget

| BUDGET PREVISIONNEL 2020 | | PROJET PIGMENTOTHEQUE | | |
|---|----------------------|-----------------------|----------------|---------------------------|
| | | Source Financement | | |
| Analyse | €6 864 | | | |
| Préparation 20 lames minces | €264 devis joint | DRAC | | |
| prestation analyses (broyage, géochimie par XRF) | €1 440 devis joint | DRAC | | |
| prestation caractérisation pétrographie (blocs polis, lames minces) | €1 800 devis à venir | DRAC | | |
| MEB pour 10 à 20 échantillons | €360 devis joint | DRAC | | |
| stagiaire | €1 800 3 mois | TRACOLOR, IDEX | | |
| stagiaire | €1 200 2 mois | EDYTEM | | |
| Système d'information géographique | €1 500 | | | |
| prestation externe | €1 500 devis à venir | DRAC | | |
| Consommable | € 1 656 | | | |
| sacs ziploc, matériel terrain, cartes géologiques, divers | € 400 | DRAC | | |
| boîtes de rangement | € 276 devis Frankel | DRAC | | |
| photocopie et frais d'envoi rapport | € 180 | DRAC | | |
| révision et édition articles pour publication en anglais | € 400 | DRAC | | |
| révision et édition articles pour publication en anglais | € 400 | EDYTEM | | |
| Mission | € 5 500 | | | |
| Déplacement terrain | € 1 500 | DRAC | | |
| Organisation de réunion et formations | € 1 500 | DRAC | | |
| Déplacement terrain | € 500 | PATRIMALP | | |
| Participation au colloque EAA | € 2 000 | EDYTEM | | |
| Budget Total | €15 520 | | | |
| FINANCEMENT | | | | |
| Origine | Fonctionnement | Analyse + SIG | Personnel | Demande de soutien |
| ETAT, Ministère de la culture, DRAC, Auvergne-Rhône-Alpes | € 4 256 | € 5 364 | | € 9 620 |
| Apport EDYTEM | € 2 400 | | 1200 | |
| Apport Patrimalp (IDEX UGA) | € 500 | | | |
| Apport Tracolor (IDEX UGA) | | | €1 800 | |
| TOTAUX | € 7 156 | €5 364 | € 3 000 | |
| | | Budget Total | | € 15 520 |

Partie 10

ANNEXES

ANNEXE 1 – Fiche terrain et lexique adaptés à la *Pigmentothèque*

Nous reprenons ici le descriptif de la fiche de terrain mise au point par le *Réseau des lithothèques* avec les définitions adoptées par nos collègues lithiciens (en bleu) et les ajouts pour adapter les contextes et les descriptions des matières riches en fer ou en manganèse. Certains champs, non applicables aux matières colorantes, ont été supprimés. L'essentiel de l'architecture, cependant, est conservé et permet, d'ores et déjà, de faire dialoguer les différents échantillonnages de terrains pour les deux matériauthèques.

1. Lexique des valeurs pour la table des gîtes (récolement / terrain)

1.1. Catégorie : Informations administratives de la lithothèque

1- Numéro de gîte : (champ numérique entier) numéro unique renseigné par l'administrateur ; à ne pas remplir

Gîte : (minéralogie) Gisement de masses minérales comportant un ou plusieurs métaux susceptibles d'une exploitation ; (pétroarchéologie) lieu comportant un ou plusieurs types de roches susceptible d'avoir été exploité par l'Homme préhistorique.

2- Auteur-e-s de la création de la fiche : (champ texte) Prénom + Nom
(p.ex. Hélène Salomon)

3- Auteur-e-s de la modification de la fiche : (champ texte) ; non modifiée : Prénom + Nom
(p. ex. Emilie Chalmin)

4- Auteur-e-s de la collecte : (champ texte) Prénom + Nom ; inconnu
(p. ex. Emilie Chalmin)

5- Date de prélèvement de l'échantillon : (champ date) au format XX/XX/XXXX ; inconnu
(p. ex. 21/02/2018)

6- Date de création de la fiche : (champ date) au format XX/XX/XXXX
(p. ex. 21/02/2018)

7- Date de modification de la fiche : (champ date) au format XX/XX/XXXX ; non modifiée
(p. ex. 23/02/2019)

8- Contexte de réalisation de la fiche : (champ alphanumérique) terrain ; inventaire de lithothèques ; autre (à préciser)

9- Programme de la collecte : (champ alphanumérique) programme dans lequel la collecte a été effectué ; Nom du programme, hors programme (préciser), inconnu
(p. ex. PCR Réseau de lithothèques Auvergne-Rhône-Alpes)

1.2. Catégorie : Informations administratives sur la lithothèque

10- Nom de la lithothèque d'accueil des échantillons : (champ alphanumérique) nom entier de la lithothèque
p.ex. lithothèque de l'Archéo-logis

11-Adresse postale de la lithothèque : (champ alphanumérique) numéro, voie, commune, code postal, pays
p.ex. 27, bois des Coustilles, Laussonne, 43150, France

12- Emplacement dans le lieu de stockage : (champ alphanumérique) en fonction du numéro d'armoire, de caisse, de tiroir...

13- Numéro d'inventaire dans la lithothèque : (champ alphanumérique) en fonction du classement local.

1.3. Catégorie : Informations sur la localisation du gîte

14- Lieu-dit du gîte : (champ texte) nom du lieu-dit

p. ex. La Jarrie

15- Commune du gîte : (champ texte) nom de la commune

p.ex. Le Grand-Pressigny

15BIS : code postal du gîte : (champ numérique entier) code postal

p.ex. 74600

16- Département du gîte : (champ texte) nom du département

p.ex. Indre-et-Loire

17- Pays du gîte : (champ texte) nom du Pays

p. ex. France

18- Coordonnée précise en X du gîte d'après GPS ou carte : (champ numérique à 6 décimales) latitude en degrés décimaux dans le système WGS84 ; non renseigné (si le champ 21 est rempli)

19- Coordonnée précise en Y du gîte d'après GPS ou carte : (champ numérique à 6 décimales) longitude en degrés décimaux dans le système WGS84 ; non renseigné (si le champ 22 est rempli)

19BIS- Précision position GPS : (champs alphanumérique) la précision du gps ou alors la méthode utilisée pour localiser le site (portable, gps, géoportail...)

20- Altitude précise du gîte : (champ numérique entier) en mètres ; inconnu

21- Coordonnée en X du centroïde de la commune du gîte : (champ numérique à 6 décimales) latitude en degrés décimaux dans le système WGS84, si la coordonnée précise en X du gîte n'est pas connue ; non renseigné (si le champ 18 est rempli)

Centroïde : (géomatique) le centroïde correspond à l'intersection des diagonales du polygone entourant l'entité de la carte.

22- Coordonnée en Y du centroïde de la commune du gîte : (champ numérique à 6 décimales) longitude en degrés décimaux, si la coordonnée précise en Y du gîte n'est pas connue ; non renseigné (si le champ 19 est rempli)

Centroïde*

1.4. Catégorie : Informations sur la géologie du gîte

23- Nom et numéro de la carte géologique : (champ alphanumérique) Nom de la carte_n°de la carte

p. ex. Preuilly-sur-Claise_ 542

24- Nom de l'ère géologique à laquelle appartient le gîte : indéterminée ; Cénozoïque ; Mésozoïque ; Paléozoïque ;

25- Nom de l'époque ou du système géologique à laquelle appartient le gîte : indéterminé ; Holocène, Pléistocène ; Pliocène ; Miocène ; Oligocène ; Eocène ; Paléocène ; Crétacé supérieur ; Crétacé inférieur ; Jurassique supérieur ; Jurassique moyen ; Jurassique inférieur ; Trias ; Permien ; Carbonifère ; Dévonien ; Silurien ; Ordovicien ; Cambrien.

26- Nom de l'étage géologique auquel appartient le gîte : indéterminé ; Holocène, Pleistocene supérieur, Pleistocene moyen, Pléistocene inférieur, Gélasien, Plaisancien, Zancléen, Messinien, Tortonien, Serravallien, Langhien, Burdigalien, Aquitanien, Chattien, Rupélien, Priabonien, Bartonien, Lutétien, Yprésien, Thanétien, Selandien, Danien, Maastrichtien, Campanien, Santonien, Coniacien, Turonien, Cénomanien, Albien, Aptien, Barrémien, Hauterivien, Valanginien, Berriasien, Tithonien, Kimméridgien, Oxfordien, Callovien, Bathonien, Bajocien, Aalénien, Toarcien, Pliensbachien, Sinémurien, Hettangien, Rhétien, Norien, Camien, Ladinien, Anisien, Olénékién, Indusien, Changhsingien, Wuchiapingien, Capitanien, Wordien, Roadien, Kungurien, Artinskien, Sakmarien, Assélien, Gzhélien, Kasimovien, Moscovien, Bashkirien, Serpukhovien, Viséen, Tournaisien, Famennien, Frasnien, Givetien, Eifelien, Emsien, Pragien, Lochkovien, Pridolien, Ludfordien, Gorstien, Homerien, Sheinwoodien, Télychien, Aéronien, Rhuddanien, Himantien, Ordovicien VI, Ordovicien V, Darriwilien, Ordovicien III, Arénig, Trémadocien, Cambrien (étage 10), Cambrien (étage 9), Praibien, Cambrien (étage 8), Cambrien (étage 7), Cambrien (étage 6), Cambrien (étage 5), Cambrien (étage 4), Cambrien (étage 3), Cambrien (étage 2), Cambrien (étage 1)

27- Nom de la formation géologique à laquelle appartient le gîte : (champ alphanumérique) nom de la formation en toute lettre ; inconnu ; absent

p.ex. Saint-Felix de Reilhac

28- Commentaire sur le mode de détermination de l'âge du gîte : lecture de la carte géologique ; observations de terrain

29- Lithologie de l'encaissant : indéterminé, roche argileuse, sables, micrite (calcaire fin) ; calcarénite (calcaire grossier), grès, autre roche, absent.

Roche argileuse : (sédimentologie) : Roche sédimentaire ou résiduelle à grain fin (taille < 63 µm) contenant au moins 50 % de minéraux argileux (kaolinite, smectite, illite...) auxquels peuvent s'ajouter d'autres minéraux très diverses, détritique ou non. Les roches argileuses comprennent les argiles vraies (d'une taille inférieure à 3,9 µm) et les silts (ou limons) (d'une taille comprise entre 3,9 µm et 63 µm).

Sables : (sédimentologie) : sédiment détritique meuble de natures diverses dont les grains sont compris entre 63 µm et 2 mm.

Micrite : (pétrographie) calcite finement cristalline constituant tout ou partie de certaines roches carbonatées, dont par extension elles ont pris le nom (une micrite). Le terme de micrite est souvent utilisé comme suffixe auquel on ajoute un préfixe qualifiant la phase cristalline de la roche (p.ex. calci > calcimicrite ; dolo > dolomicrite) et/ou une partie de sa composition (oo > oomicrite ; bio+calci > biocalcimicrite).

Calcarénite : (pétrographie) Roche sédimentaire carbonatée consolidée dont les éléments ont des dimensions comprises entre 63 µm et 2 mm. Comme pour les micrites* ce terme est souvent employé comme un suffixe (p. ex. biocalcarénite)

Grès : (pétrographie) roche sédimentaire détritique, arénite consolidée comportant au moins 75% à 85 % de grains de quartz plus ou moins arrondis de 62 µm à 2 mm (de la classe des siltites à celle des arénites). On note la présence de deux types de classement. Les variétés sont distinguées d'après le grain, et la présence ou non d'éléments particuliers. On distingue les grès à débris de roche (grauwacke) ; les grès micacés (psammite), les grès feldspathiques (arkose) ; les grès titanifères à rutiles ; les grès glauconieux ; les grès coquilliers ; les grès à oolithes souvent ferrugineux. Les variétés sont distinguées aussi d'après la nature du ciment. On distingue des grandes familles, les grès à ciment siliceux (grès siliceux, grès quartzeux, quartzites* : à cassure de plus en plus lisse) ; les grès à ciment calcaire ; les grès calcarifères dont le ciment n'est qu'en partie calcaire ; les grès à ciment dolomitique, argileux, phosphatés, ferrugineux, gypseux, bitumeux.

1.5. Catégorie : informations sur le type de gîte

30- Type I de gîte : primaire ; sub primaire ; secondaire ; inconnu

Gîte*

Gîte primaire : (pétroarchéologie) les gîtes primaires sont caractérisés par la présence de la totalité du volume de la silicate encore dans son encaissant.

Gîte sub primaire : (pétroarchéologie) une silicate est dite dans un gîte sub primaire lorsqu'elle est située dans des formations résiduelles en place (altérites).

Gîte secondaire : (pétroarchéologie) les gîtes secondaires correspondent aux gisements dans lesquels les silicates sont déconnectées de leur roche mère (ou protolith).

Gîte secondaire issu de formation primaire disparue : les gîtes secondaires correspondent aux gisements de matières dont on ne retrouve plus dans le paysage la formation primaire.

31- Type II de gîte : primaire ; dépôt sédimentaire ; sill ; filon ; chapeau de fer ; remplissage de fractures ; roche imprégnée ; horizon altéré ; colluvions ; altérite ; RS (formation résiduelle à silex) ; CA ; CRS (colluvions de formation résiduelle à silex) ; RS ou CRS ; alluvions ; alluvions anciennes ; plage ; cordon marin ; moraine ; inconnu.

Gîte primaire*

Dépôt sédimentaire : accumulation de substances sur un substratum en milieu marin ou continental (dont lacustre). Ex : oolithes ferrugineuses, Lahn Dill, BIF, grès rouge permien...

Sill : filon d'origine magmatique ou hydrothermale dont les parois sont parallèles aux structures de la roche encaissante (filon-couche ou filon stratiforme dans certaines notices de cartes).

Filon : (veine métallifère) injection fluide d'origine magmatique ou hydrothermale qui recoupe les structures en place sans orientation particulière.

Chapeau de fer : (angl. Iron hat, gossan ou gozzan) expression désignant l'altérite riche en fer (sous ses différentes formes) d'un gisement métallifère.

Remplissage de fractures (ou dépressions, failles, karst) : Dépôt sédimentaire recoupant couches ou structures sédimentaires due au remplissage de fissures (dépressions, failles, karst) ouvertes soit en milieu marin soit en milieu continental.

Roche imprégnée : (ou roche métasomatisée) gisement métallifère épigénique c'est-à-dire formé secondairement dans une roche, les apports étant liés par exemple à des solutions hydrothermales.

Horizon altéré : couche individualisable au sein d'une série sédimentaire ou d'un sol qui a subi une altération météorique. Remarque : pour les altérations thermales se référer aux filons ou roches imprégnées.

Colluvions : (pétroarchéologie) les gîtes secondaires des colluvions (éboulis, grèzes, biefs à silex, coulées de solifluxions...) correspondent à des dépôts de versant peu distants de la formation de laquelle ils sont issus. Les moteurs de leur formation, qu'il s'agit d'identifier, sont divers (gravité, alternance gel/dégel, ruissellement...).

Altérite : formation superficielle résultant de l'altération et de la fragmentation sur place de roches antérieures (pour les formations résiduelles à silex mettre RS)

RS (Formation résiduelle à silex ou altérites) : (pétroarchéologie) les gîtes des altérites résultent de la désagrégation en place du protolith, les silicites se trouvant piégées dans les sédiments résiduels.

CA (colluvions d'altérite hors CRS) : dépôts de pentes relatifs à la remobilisation sous l'action de divers agents des formations altéritiques sans silex.

CRS (Colluvions de formation résiduelles à silex) : (pétroarchéologie) dépôts de pentes relatifs à la remobilisation sous l'action de divers agents des formations résiduelles à silex.

Alluvions : (pétroarchéologie) les gîtes secondaires des alluvions intègrent l'ensemble des silicites et matériaux colorants situées dans le lit des cours d'eau actif.

Alluvions anciennes : (pétroarchéologie) les gîtes secondaires des alluvions anciennes sont les formations à silicites et matériaux colorants se trouvant dans les dépôts du lit de cours d'eau fossiles (syn. Terrasses).

Plage : (pétroarchéologie) formation littorale soumise à l'action des vagues et située dans la zone

intertidale (ou zone de marnage) entre les limites hautes et basse des marées (syn. Estran).

Cordon marin : formation de plage* fossilisée.

Moraine : Ensemble de pierres entraînées par un glacier et retrouvé sous forme de dépôt désorganisé (diamicton) sur les flancs et au cœur des vallée glaciaires (syn. Till)

32- Type d'affleurement : (champ texte) falaise ; faille ; escarpement rocheux ; niche de décollement ; coupe artificielle ; mine à ciel ouvert ; mine souterraine, ancienne mine à ciel ouvert ; ancienne mine sous-terrasse ; terril ; carrière à ciel ouvert ; carrière, ancienne carrière, grotte ; champ ; éboulis ; chemin ; élément d'architecture ; labour ; lit de rivière ; chablis ; flanc de colline/montagne non végétalisé ; lentille ; lentille associée à des scories ; rejet de réduction ; autre (préciser) ; inconnu

Affleurement : partie d'un terrain visible à la surface de la Terre.

Mine : Exploitation de ressources minérales utiles. préciser les ressources utiles exploitées dans une mine

Carrière : Exploitation de ressources minérales utiles. préciser les ressources utiles exploitées dans une carrière

Grotte : cavité naturelle souterraine.

Terril : (ou halde, verre, crassier, terrasse) amoncellement artificiel de déchets miniers de différents types : soit minerais moins intéressant, soit minerais non recherché, soit épontes, soit encaissant (et objets de la vie quotidienne des mineurs) (HS)

Élément d'architecture : muret, mur, dallage, voûte, pont, terrassement, calages de pots de fleurs...

Escarpe rocheux : accident vertical comprenant les failles*, les niches de décollement*, une surface d'érosion, talus...

Niche de décollement : cavité sur un versant, limitée par un abrupt à l'amont, et correspondant au départ d'un glissement de terrain (loupe de décollement ou de glissement, niche d'arrachement). (adapté de Foucault et Raoult)

Faille : cassure de terrain avec déplacement relatif des parties séparées. Ce terme désigne le plus souvent des accidents verticaux (ou a pendage fort) et n'impliquant pas de recouvrement important. (adapté de Foucault et Raoult)

Chablis : arbre déraciné et la dépression au sol due à l'arrachement de ses racines. (HS)

Lentille : lentille de minerais de fer, c'est-à-dire un lambeau de sédiment déconnecté de la formation encaissante (discontinuité latérale sédimentaire) souvent dans les formations résiduelles, traduisant un remplissage de dépression (HS).

Lentille associée à des scories : lentille* de minerais de fer en association avec des restes de réduction du minéral (scorie et/ou éléments de fourneaux) (HS)

Rejet de réduction : amas de scories + éventuellement fragments de fourneaux. Selon l'envergure, peut être signalé sur les cartes géologiques (noté amas anthropisé ou ferrier), sinon, voir la carte archéologique. (HS)

33- Position de récolte de l'échantillon : (champ texte) dans l'affleurement ; dans l'éboulis ; dans un pierrier ; dans les labours ; sur le chemin ; dans un muret (architecture) ; dans le lit du cours d'eau ; dans un terril ; sur un front de taille ; dans les remblais ; autre (préciser) ; inconnu
Ce champ peut-être multivaleur

34- Caractère « en danger » du gîte : oui, non, indéterminé

35- Caractère « épuisé » du gîte : oui, non, indéterminé

36- Présence d'un site archéologique associé : oui, non, indéterminé

37- Accessibilité du gîte : (champs texte) accessible sans restriction ; propriété privée ; accessibilité ponctuelle ; accès dangereux ; inaccessible.

Accessibilité ponctuelle : (pétroarchéologie) se dit d'un gîte lorsque son accès est restreint dans le temps (p. ex. lac de barrage)

1.6. Catégorie : informations sur les échantillons

37BIS- cohésion de la matière : meuble, plastique, friable, cohésif.

Meuble : matière non consolidée composée de particules libres (ou non cohésif, ex : sable ocreux)

Plastique : matière qui peut se déformer et reprendre sa forme (ex : argiles)

Friable : se tient d'un seul tenant, mais perd des particules lors des manipulations (peu cohésif, ex : marne).

Cohésif : matière consolidée, qui ne peut pas être déformée (par simple pression) ni perdre de particules par des manipulations habituelles (ex : basalte, granite, marbre, etc.)

37- La nature de l'échantillon (à compléter ici et dans la liste déroulante du fichier xls) : ; granite ; granodiorite ; andésite ; dacite ; basalte ; rhyolite ; trachyte ; pouzzolane ; Lahn Dill ; conglomérat ; grès ; arkose ; siltite ; pélite ; latérite ; bauxite ; terra rossa ; marnes ; calcaire; BIF ; OIS ; fossiles ; *hardground* ; concrétions ; encroûtements ; rubéfaction ; ocres (vraies) ; goethite ; hématite ; magnétite ; pyrite/marcassite ; manganèse ; silicite ; quartz ; silex ; silcrète ; jaspéroïde ; sinter ; chert ; calcaire silicifié ; grès ; quartzite ; autre roche ; indéterminée.

Granite : roche magmatique plutonique très commune, grenue (1mm- 1cm en moyenne), de teinte claire (blanche, grise, rosée, bleutée, rouge). 90% des minéraux sont : quartz (>20%), et feldspath, les minéraux secondaires sont : mica, amphibole, pyroxène, grenat, fayalite, sphène, apatite, zircon, tourmaline, cordiérite, silicate d'alumine...

Granodiorite : roche magmatique plutonique, grenue, voisine des gfranites contenant du quartz (>20%), des feldspaths : orthose<plagioclase, des ferromagnésiens (biotite, amphibole verte, et parfois du pyroxène).

Andésite : roche magmatique effusive. En général gris violacé plus ou moins clair, à texture microlithique fluidale à verre peu abondant, souvent vésiculée et à aspect légèrement scoriacé. Dans les vacuoles, on trouve des cristobalites, de la tridymite, ou secondairement de la calcite blanche. Phénocristaux abondants : plagioclases, titanomagnétite, pyroxène, hornblende ou biotite, PAS d'olivine.

Dacite : roche magmatique effusive en général gris clair, microlithique avec verre abondant et phénocristaux de quartz automorphes, de plagioclases, et de minéraux ferromagnésiens : biotite, amphibole verte, orthopyroxène type montagne Pelée.

Basalte : roche magmatique effusive, très commune, à pâte noire ou gris foncé, à texture microlithique souvent porphyrique (pâte fine avec rares phénocristaux) à verre peu abondant (<5%) peu ou pas vésiculé. Les basaltes contiennent selon le cas de l'olivine, du pyroxène, du plagioclase, des oxydes de fer (magnétite et ilménite) en phénocristaux. Les microcristaux sont formés des mêmes minéraux. Ils contiennent parfois des enclaves (soit d'autre roche magmatique, soit de péridotite (olivine)).

Rhyolite : roche magmatique effusive, riche en verre, de teinte claire grise à rosée ou rouge après rubéfaction et formation d'hématite, à microlithe et phénocristaux rares : quartz, feldspaths, amphibole et biotite. La structure est fluidale.

Trachyte : roche magmatique effusive, blanchâtre, grise, gris verdâtre, microlithique et fluidale, porphyrique ou non, souvent un peu poreuse et donc peu dense constitué de sanidine et d'anorthose à 90% au moins (microlithes et phénocristaux limpides et craquelés), avec biotites, amphiboles (rares), pyroxènes (parfois).

Pouzzolane : (it. *puzzolane*) cendres trachytiques peu consolidées, de couleur claire à rouge brun qui servent à la fabrication de mortier et de ciment.

Lahn Dill : formation volcano-sédimentaire, accumulation de matériaux volcaniques sous couche d'eau (typique de la vallée du Lahn-Dill, Allemagne). (HS< EG)

Conglomérat : roche sédimentaire détritique formée pour 50% au moins de débris de roche de dimension supérieur à 2mm (classe des rudites) liée par un ciment (pouvant contenir des éléments inférieurs à 2mm). Ce terme regroupe les brèches sédimentaires (éléments anguleux) et les poudingues (à éléments arrondis ou galets) et tous leurs intermédiaires. Ils peuvent être monogénique (éléments de même nature) ou polygéniques (élément de natures variées).

Grès : roche sédimentaire détritique terrigène consolidée composée à 85% au moins de grains de quartz plus ou moins arrondis qui font entre 63µm et 2mm (arénite) liée par un ciment.

Arkose : roche sédimentaire détritique siliceuse cimentée à forte composante de feldspaths (5 à 25% de feldspaths)

Siltite : roche sédimentaire détritique consolidée à grain inférieur à 63µm.

Pélite : (ou lutite, argilite) roche finement détritique argileuse et faisant pâte avec l'eau, grain non visible sur le terrain. Elles peuvent être finement laminées et contenir des débris de tests. Elles peuvent être en alternance avec des bancs plus grossiers.

Marne : roche sédimentaire constituée d'un mélange de calcaire et d'argile (35-65%), formant la transition entre les calcaires argileux (calcaire marneux 5-35% d'argile) et les argiles calcareuses (marne argileuse 65-95% d'argile). Les marnes sont moins compactes que les calcaires et moins plastiques que les argiles. Leur grain est fin, elle happe la langue et font effervescence à l'HCL 10%. Cassure plus ou moins conchoïdale, souvent sombre à patine claire blanchâtre , grise, jaune, bleutée. Souvent en association avec le calcaire.

Calcaire : roche sédimentaire carbonatée contenant au moins 50% de calcite pouvant être accompagnée d'un peu d'aragonite, de dolomite et de sidérite. Ils sont de faible dureté (rayé au couteau) et font effervescence à l'HCl 10% (les dolomies ne font pas effervescence). Dans la plupart des cas ils tirent leur origine de l'accumulation de squelettes, de coquilles, de tests calcaires... Ils sont souvent formés en milieu marin ou lacustre.

BIF : Banded Iron Formation : (ou minerais de fer rubané) formation sédimentaire où alternent des couches de quelques centimètres d'épaisseur d'oxyde de fer (hématite, magnétite), parfois de carbonate de fer (sidérite) et de chert. Elles sont connues au Précambrien. Il n'y en a pas en France.

OIS : Oolithique Iron Stone, roche sédimentaires formant souvent des lits intercalés avec ou entre des roches carbonatées, des marnes, des siltites, des grès ou des shales de faible profondeur de zone intertidale. Des couches qui font quelques dizaines de cm d'épaisseur à quelques dizaines de mètres. Roche composée d'oolithes ou oolites (élément sphérique à subsphérique <2mm, qui sont des petites concrétions de couches ferrugineuse (ici) autour d'un nucleus). Deux types : le type Minette (le plus commun, contenant 30-35% de fer : oxy(hydroxy)de sidérite, chamosite avec de l'hématite, magnétite, greenalite, et pyrite qui date du Jurassique, on la retrouve dans des séquences de shales carbonatés, mudstone, marne, et argile) et le type Clinton (on le retrouve dans des shales argileux et carbonatés, dans les calcaires, et dans les dolomites, contenant 40-50% de fer : oxy(hydroxy)de sidérite, chamosite, hématite associées à de la quartz, et calcite, dans des terrains cambrien, dévonien, ordovicien, silurien : ils peuvent être caractérisés par la présence d'oolithes déformées (spastolithes) ou de fossiles (principalement des fragments de squelette, bioclastes, débris de fossiles remplacés ou imprénés et/ou enrobés de minéraux riches en fer).

Latérite : terme désignant plusieurs types de sols tropicaux rouges ferrugineux et durcit (notamment les sols ferralitique). Selon certains les latérites se forment par altération des roches magmatiques.

Bauxite : ensemble de roche sédimentaire ou résiduelle formée au dépens de plusieurs types de roches mères (marnes, basaltes, calcaire...) qui est un minéral d'aluminium (>40% d'alumine) : riche en bohémite, diaspose, gibbsite, s'y ajoute des oxy(hydroxy)de fer, des minéraux argileux (ex : kaolinite), des minéraux titanés (rutile, anatase). La structure est variable souvent pisolithique à zone plus ou moins ferrugineuse (rouge ou jaune). On distingue les bauxites allochtones et parallochtones en fonction de leur contenu en minéraux transportés.

Terra rossa : altérite formée sur un substrat calcaire qui a été déplacée et qui n'est pas en relation avec et qui ne se retrouve pas géographiquement sur sa formation d'origine. Peut-être une bauxite ?

Ocres (vraies) : altération sous climat tropical de sable glauconieux. Le profil comprend une cuirasse (grès ferrugineux kaolinitique), et des horizons plus ou moins riches en goethite, hématite, kaoliniite ou en glauconie. Les ocres sont plus ou moins consolidées.

Hardground : Surface encroûtée et imprégnée d'oxyde de fer et de manganèse parfois accompagnée de glauconie et/ou de phosphates, pouvant être taraudée par des animaux perforants et porter des organismes encroûtants (stromatolites, coraux), et montrant souvent des traces de dissolution. On observe les *hardground* dans les sédiments marins, notamment au sommet des séries calcaires, et on pense qu'ils traduisent un arrêt de la sédimentation avec ou sans érosion (synonyme : fond durci).

Concrétion : épaisseissement par accumulation de matière autour d'un noyau (concrétion globuleuse) ou sur une surface, d'origine biochimique (ex. concrétion algaire) ou chimique (ex. concrétion ferrugineuse). (adapté de Foucault et Raoult)

Encroûtements : dépôt mono ou multi couche induré sur substrat ou intercalé dans des dépôts de remplissage ou dans un profil d'altération. HS ACK

Rubéfaction : coloration en rouge par oxydation du fer contenu dans des roches meubles ou consolidées par la chaleur. Pas utilisé pour l'altération pédologique ou hydrothermale et la diagenèse. (adapté de Foucault et Raoult)

Goethite : hydroxyde FeOOH, système orthorhombique en cristaux tabulaires (à clivage parfait) ou en prismes courts, aiguilles, lamelles, et en masse concrétionnée ; elle est le plus souvent d'un noir brillant mais aussi jaunâtre, rougeâtre ou brune et accompagne les autres oxydes de fer. (termes associés à éviter: limonite, ocre)

Hématite : oxyde de fer Fe₂O₃, système rhomboédrique, de formes variées selon la température de cristallisation, bipyramidée à lenticulaire ou tabulaire, et enfin à lamellaire, à macles fréquentes, avec certaines faces finement striées. Elle est noire à gris acier (poussière rouge en rayant au couteau), avec des variétés écailleuses à reflets violacés, et d'autres compactes grises ou rouges. Elles se forment sous conditions oxydantes en imprégnation, en masse et en filon dans les roches magmatiques alcalines (granite, rhyolite, trachyte, syénite) et dans des roches métamorphiques. (termes associés à éviter : spécularite, oligiste, limonite, ocre)

Magnétite : oxyde de fer Fe₃O₄, système cubique du groupe des spinelles en octaèdres ou en masse granulaire noir de fer ; c'est un minéral ferromagnétique agissant sous l'aiguille aimantée, elle est fréquente dans les roches magmatiques (basiques surtout) et métamorphiques.

Sulfure de fer : marcassite (ou marcasite) sulfure de fer FeS₂, système orthorhombique en prisme allongé à macles répétées à cassures inégales, jaune avec tendance au gris ou au verdâtre. On la trouve dans des veines métallifères (souvent associée à de la pyrite) ou dans des sédiments (ex. craie) et souvent en boule rayonnée à surface brune (limonite par altération). Ou pyrite : sulfure de fer, système cubique en dodécaèdre pentagonaux, à macles fréquentes ; éclat métallique jaune vif, brune par altération (goethite) ; Elle est largement répandue en masses, veines, imprégnations, et cristaux isolés dans les filons hydrothermaux, et diverses roches magmatiques, métamorphiques, sédimentaires (riche en matière organique pour ces dernières). Souvent associés à la chalcopyrite et la galène (+ autres).

Oxydes de manganèse : nombreuses variétés d'oxydes de manganèse avec ou sans substitution (manganite (système monoclinique, pseudo-orthorhombique), pyrolusite (système quadratique), hausmannite (système quadratique) sont des oxydes de manganèses sans substitution : MnO₂, MnOOH, Mn₃O₄). Romanéchite (psiloménane, avec substitution de baryum, système monoclinique), todorokite (système monoclinique, substitution de potassium, magnésium, calcium, sodium), hollandite (avec des substitutions de baryum, système monoclinique) sont les oxydes de manganèse avec substitutions. Il est rare qu'ils aient un habitus reconnaissable macroscopiquement.

Silicite : (pétroarchéologie), terme général qui désigne une roche hyper siliceuse qu'il est utile d'employer uniquement en amont de toute caractérisation précise.

Quartz : tectosilicate de la famille des "minéraux de la silice", de formule SiO₂, rhomboédrique (trigonal). Comme pour tous les tectosilicates, sa structure est une charpente de tétraèdres SiO₄. Il appartient au groupe des oxydes : c'est un dioxyde de silicium.

Silex (1556, R. Leblanc) : terme employé pour les accidents siliceux en milieu carbonaté. Il désigne les roches hyper siliceuses qui résultent en grand partie d'un remplacement des carbonates et des bioclastes par épigénèse. Il se développe dans les formations marines, lacustres et palustres qui permettent leur classification en silex marin, silex lacustre ou silex palustre. Il est constitué de grains fins, à cassure lustrée. Il est dissocié du sédiment d'origine par un cortex* et constitué d'au moins 90 % de silice (le plus souvent de la calcédoine). La phase minérale majeure détermine les variétés : silex à opale CT, silex à quartz microcristallin, ...

Silcrète (pétrographie): roche siliceuse issue de formations continentales superficielles ou sub-superficielles (1902-1907 chez G.W. Lamplugh). Leur origine fait suite à un apport hydrique de silice et à son dépôt dans un sol (silcrète pédogénétique) ou dans une formation située au niveau phréatique (silcrète phréatique).

Jaspéroïde : roche formée par métasomatisme sous l'influence de la circulation hydrothermale près des intrusions magmatiques (chaudes) dans la croûte terrestre. Pour former cette roche, une concentration élevée de silice doit être dissoute dans les fluides hydrothermaux. Lorsque le liquide s'écoule dans le calcaire, les cristaux de dolomite et de calcite sont remplacés par du quartz. Cela peut se produire si parfaitement que la roche conserve même la texture et la couleur originales du protolite. Elles s'accompagnent généralement du dépôt de complexes métalliques tels que la barytine, le fer ou la fluorine (Sizaret, 2002). Le terme est aussi appliqué à des roches altérées composées principalement de silice et qui se sont formées par remplacement. Généralement grise, elles contiennent de la calcédoine ou du quartz cryptocristallin éléments qui ont remplacé les minéraux carbonatés du calcaire ou de la dolomite.

Sinter : Les *sinters* (ou geysérites) résultent de l'arrivée en surface des fluides hydrothermaux (geyser). La précipitation rapide de ces fluides siliceux à haute température entraîne le dépôt de roches généralement peu structurées, opalescentes (opale A) et accompagnées d'un peu d'alumine (Keith *et al.* 1978 ; Rimstidt et Cole 1983 ; Herdianita *et al.* 2000).

Chert : terme anglais d'acception large, les américains utilisent le mot *chert* comme terme générique pour qualifier l'ensemble des roches siliceuses massives à cassure conchoïdale. En Belgique,

on l'utilise uniquement pour les accidents siliceux des roches paléozoïques. En France, il est généralement utilisé pour désigner des roches siliceuses variées en nodules ou en bancs et aux bordures floues dans des roches sédimentaires marines appartenant le plus souvent à la période jurassique Pour certains auteurs comme (Cayeux, 1929) le "*chert est le stade ultime des accidents siliceux en milieux siliceux*" – (pétroarchéologie) Les cherts sont marqués par une augmentation progressive de la teneur en silice (notamment sous la forme d'opale CT ou de calcédonite) de la périphérie vers le cœur de la silicification avec une silicification d'opale CT dans les vides et une épigénie des allochems*.

Calcaire silicifié (pétrographie) : calcaire partiellement imprégné ou remplacé par une ou plusieurs phases siliceuses et contenant de 10 à 50 % de silice.

Grès*

Quartzite : Roche siliceuse d'origine sédimentaire ou métamorphique, compacte, à cassure conchoïdale dont le plan de cassure recoupe les grains. Un quartzite est constitué de cristaux de quartz souvent dentelés.

38- Habitus des échantillons : absent, rognon régulier, rognon irrégulier, nodule, plaquette (< 10 cm), banc (entre 10 cm et 1m), dalle (> 1m), fragment de filon, éclat, galet, pisolith, oncoïde, rhizolithe, microbialite, terrier fossile, betryoïde, fibroradié, concréctions indifférenciées, débris, encroûtement, lamellaire, aciculaire, planaire, sans habitus, indéterminé.

Dans 2019pigmentotheque_meso

39- Variabilité dimensionnelle des formations/blocs : homométrique ; hétérométrique ; inconnue

40- Moyenne des dimensions/étendue des formation/blocs : < 1 cm ; 1 à 5 cm ; 5 à 10 cm ; 10 à 20cm ; 20 à 50 cm ; 50 à 100 cm ; > 100 cm

41- Moyenne des épaisseurs des formation/blocs : < 1 cm ; 1 à 5 cm ; 5 à 10 cm ; 10 à 20cm ; 20 à 50 cm ; 50 à 100 cm ; > 100 cm

42 – Dimension/étendue minimale des formation/blocs : < 1 cm ; 1 à 5 cm ; 5 à 10 cm ; 10 à 20cm ; 20 à 50 cm ; 50 à 100 cm ; > 100 cm

43 - Epaisseur minimale des formation/blocs : < 1 cm ; 1 à 5 cm ; 5 à 10 cm ; 10 à 20cm ; 20 à 50 cm ; 50 à 100 cm ; > 100 cm

44 – Dimension/étendue maximale des formation/blocs : < 1 cm ; 1 à 5 cm ; 5 à 10 cm ; 10 à 20cm ; 20 à 50 cm ; 50 à 100 cm ; > 100 cm

45- Epaisseur maximale des blocs : < 1 cm ; 1 à 5 cm ; 5 à 10 cm ; 10 à 20cm ; 20 à 50 cm ; 50 à 100 cm ; > 100 cm

46- Description des volumes : homogène ; présence de fracturation ; échantillon gélifracté ; présence de géodes ; autre (préciser)

1.7. Catégorie : Informations sur l'échantillonnage

47- Nombre d'échantillons /faciès collectés : (champ numérique entier)

48- Type de collecte : systématique ; sélective par classe de taille ; sélective par couleur ; sélective par type macroscopique ; autre sélective (préciser le critère).

Collecte systématique : (pétroarchéologie) une collecte systématique correspond à un ramassage dans un gîte* de toutes les roches disponibles sans critère de distinction dans un espace de 1m².

Collecte sélective : (pétroarchéologie) une collecte sélective correspond à un ramassage dans un gîte* d'une partie des roches disponibles en fonction de critères subjectifs (la couleur, la taille, le type macroscopique, l'homogénéité des blocs...)

49- Polarité documentée sur l'échantillon : oui ; non.

Polarité : propriété que possèdent en général les roches sédimentaires de présenter deux surfaces qui ont des caractéristiques différentes. Dans le cadre d'une collecte d'échantillons il est nécessaire d'effectuer une marque sur la partie reposante (face posée sur le sol) ; ceci permet de reconnaître les faces exposée et reposante et donc de documenter l'éventuelle polarité gîtologique* des échantillons.

1.8. Catégorie : informations sur les éléments associés

50- Existence d'une fiche descriptive : oui, non

51- Numéro de la fiche descriptive existante : (champ alphanumérique) ; non renseigné (si la valeur de 46 est « non »)

52- Lien hypertexte vers la fiche descriptive : lien hypertexte créé par l'administrateur (si la valeur de 47 est différente de « non renseigné ») ; à ne pas remplir

53- L'existence d'une photographie du gîte : oui, non

54- Le lien vers la photographie du gîte avec sa légende: lien hypertexte créé par l'administrateur (si la valeur de 49 est différente de « non renseigné ») ; à ne pas remplir

55- L'existence d'une photographie de l'échantillon : oui, non

56- Le lien vers la photographie de l'échantillon avec légende : lien hypertexte créé par l'administrateur (si la valeur de 51 est différente de « non renseigné ») ; à ne pas remplir

57- Le type d'échantillon : bloc(s), éclat(s), talon(s), lames mince(s), poudre(s)

Bloc : Habitus* de l'échantillon laissé entier tel qu'affleurant dans le gîte.

Éclat : Fragment d'un bloc*

Talon : déchet de fabrication des lames minces*, souvent de forme parallélépipédique.

Lame mince : type de préparation d'échantillon adapté à l'observation microscopique.

Poudre : type de préparation d'échantillon adapté à certains types d'analyses chimiques et physiques

58- Données exploitables : oui ; non

59- Commentaires : (Champ alphanumériques) texte libre

2. Lexique des valeurs pour la table des formations à silicites (SIG)

1- Numéro de gîte : (champ numérique entier) numéro unique renseigné par l'administrateur ; à ne pas remplir

Gîte : (minéralogie) Gisement de masses minérales comportant un ou plusieurs métaux susceptible d'une exploitation ; (pétroarchéologie) lieu comportant un ou plusieurs types de roches susceptible d'avoir été exploité par l'Homme préhistorique.

2- Auteur-e-s de la création des données attributaires du polygone : (champ texte) prénom et nom entier

(p.ex. Paul Fernandes)

3- Auteur-e-s de la modification des données attributaires du polygone : (champ texte) prénom et nom entier ; non modifiée

(p. ex. Vincent Delvigne)

4- Date de la création des données attributaires du polygone : (champ date) au format XX/XX/XXXX ; inconnu

(p. ex. 21/02/2018)

5- Date de modification des données attributaires du polygone : (champ date) au format XX/XX/XXXX ; non modifiée

(p. ex. 23/02/2019)

6- Nom de l'ère géologique à laquelle appartient la formation à silicites : indéterminée ; Cénozoïque ; Mésozoïque ; Paléozoïque ;

7- Nom de l'époque ou du système géologique à laquelle appartient la formation à silicites : indéterminé ; Holocène, Pléistocène ; Pliocène ; Miocène ; Oligocène ; Eocène ; Paléocène ; Crétacé supérieur ; Crétacé inférieur ; Jurassique supérieur ; Jurassique moyen ; Jurassique inférieur ; Trias ; Permien ; Carbonifère ; Dévonien ; Silurien ; Ordovicien ; Cambrien.

8- Nom de l'étage géologique auquel appartient la formation à silicites : indéterminé ; Holocène, Pleistocène supérieur, Pleistocène moyen, Pléistocène inférieur, Gélasien, Plaisancien, Zanclénien, Messinien, Tortonien, Serravallien, Langhien, Burdigalien, Aquitanien, Chattien, Rupélien, Priabonien, Bartonien, Lutétien, Yprésien, Thanétien, Sélandien, Danien, Maastrichtien, Campanien, Santonien, Coniacien, Turonien, Cénomanien, Albien, Aptien, Barrémien, Hauterivien, Valanginien, Berriasien, Tithonien, Kimméridgien, Oxfordien, Callovien, Bathonien, Bajocien, Aalénien, Toarcien,

Pliensbachien, Sinémurien, Hettangien, Rhétien, Norien, Camien, Ladinien, Anisien, Olénékien, Indusien, Changhsingien, Wuchiapingien, Capitanien, Wordien, Roadien, Kungurien, Artinskien, Sakmarien, Assélien, Gzhélien, Kasimovien, Moscovien, Bashkirien, Serpukhovien, Viséen, Tournaisien, Famennien, Frasnien, Givetien, Eifelian, Emsien, Pragien, Lochkovien, Pridolien, Ludfordien, Gorstien, Homerien, Sheinwoodien, Télychien, Aéronien, Rhuddanien, Himantien, Ordovicien VI, Ordovicien V, Darriwilien, Ordovicien III, Arénig, Trémadocien, Cambrien (étage 10), Cambrien (étage 9), Praibien, Cambrien (étage 8), Cambrien (étage 7), Cambrien (étage 6), Cambrien (étage 5), Cambrien (étage 4) Cambrien (étage 3), Cambrien (étage 2), Cambrien (étage 1)

9- Nom de la formation géologique à laquelle appartient la formation à silicites :(champ alphanumérique) nom de la formation en toute lettre ; inconnu ; absent

p.ex. Saint-Felix de Reilhac

10- Type II de gîte : primaire ; dépôt sédimentaire ; sill ; filon ; chapeau de fer ; remplissage de fractures ; roche imprégnée ; horizon altéré ; colluvions ; altérite ; RS (formation résiduelle à silex) ; CA ; CRS (colluvions de formation résiduelle à silex) ; RS ou CRS ; alluvions ; alluvions anciennes ; plage ; cordon marin ; moraine ; inconnu.

Gîte primaire* (préciser avec la liste qui suit)

Dépôt sédimentaire : accumulation de substances sur un substratum en milieu marin ou continental (dont lacustre). Ex : oolithes ferrugineuses, Lahn Dill, BIF, grès rouge permien...

Sill : filon d'origine magmatique ou hydrothermale dont les parois sont parallèles aux structures de la roche encaissante (filon-couche ou filon stratiforme dans certaines notices de cartes).

Filon : (veine métallifère) injection fluide d'origine magmatique ou hydrothermale qui recoupe les structures en place sans orientation particulière.

Chapeau de fer : (angl. Iron hat, gossan ou gozzan) expression désignant l'altérite riche en fer (sous ses différentes formes) d'un gisement métallifère.

Remplissage de fractures (ou dépressions, failles, karst) : Dépôt sédimentaire recoupant couches ou structures sédimentaires due au remplissage de fissures (dépressions, failles, karst) ouvertes soit en milieu marin soit en milieu continental.

Roche imprégnée : (ou roche métasomatisée) gisement métallifère épigénique c'est-à-dire formé secondairement dans une roche, les apports étant liés par exemple à des solutions hydrothermales.

Horizon altéré : couche individualisable au sein d'une série sédimentaire ou d'un sol qui a subi une altération météorique. Remarque : pour les altérations thermiques se référées aux filons ou roches imprégnées.

Colluvions : (pétroarchéologie) les gîtes secondaires des colluvions (éboulis, grèzes, biefs à silex, coulées de solifluxions...) correspondent à des dépôts de versant peu distants de la formation de laquelle ils sont issus. Les moteurs de leur formation, qu'il s'agit d'identifier, sont divers (gravité, alternance gel/dégel, ruissellement...).

Altérite : formation superficielle résultant de l'altération et de la fragmentation sur place de roches antérieures (pour les formations résiduelles à silex mettre RS)

RS (Formation résiduelle à silex ou altérites) : (pétroarchéologie) les gîtes des altérites résultent de la désagrégation en place du protolith, les silicites se trouvant piégées dans les sédiments résiduels.

CA (colluvions d'altérite hors CRS) : dépôts de pentes relatifs à la remobilisation sous l'action de divers agents des formations altéritiques sans silex.

CRS (Colluvions de formation résiduelles à silex) : (pétroarchéologie) dépôts de pentes relatifs à la remobilisation sous l'action de divers agents des formations résiduelles à silex.

Alluvions : (pétroarchéologie) les gîtes secondaires des alluvions intègrent l'ensemble des silicites et matériaux colorants situées dans le lit des cours d'eau actif.

Alluvions anciennes : (pétroarchéologie) les gîtes secondaires des alluvions anciennes sont les formations à silicites et matériaux colorants se trouvant dans les dépôts du lit de cours d'eau fossiles (syn. Terrasses).

Plage : (pétroarchéologie) formation littorale soumise à l'action des vagues et située dans la zone intertidale (ou zone de marnage) entre les limites hautes et basse des marées (syn. Estran).

Cordon marin : formation de plage* fossilisée.

Moraine : Ensemble de pierres entraînées par un glacier et retrouvé sous forme de dépôt désorganisé (diamicton) sur les flancs et au cœur des vallée glaciaires (syn. Till)

11 - Nom et numéro de la carte géologique :(champ alphanumérique) Nom de la carte_n°de la carte

p. ex. Preuilly-sur-Claise_N542

12- Liste des types de silicites présents :(champ alphanumérique) les valeurs font référence aux noms des type de silicites (voir champs 68 de la table 3 « caractérisation »); en l'absence de fiche de caractérisation renseigner le nom de l'époque ou du système géologique des silicites identifiées (voir liste de valeur au champs n°7); en l'absence de toutes données indiquer « inconnu »
Ce champ peut être multivaleur

p. ex. F0003.1 ; D0014 ; V0016

13- Polygone vérifié sur le terrain : oui ; non

14- Commentaires : (Champ alphanumériques) texte libre

ANNEXE 2 – Fiche observation méso- et microscopique avec lexique et manuel

Nous reprenons ici le descriptif de la fiche de caractérisation par des observations à différentes échelles (du macro- au microscopique) employée et très fortement modifiée à partir de la fiche mise au point par le *Réseau des lithothèques*. La liste des descripteurs et le mode d'emploi sont accompagnés de définitions adoptées par nos collègues lithiciens (en bleu) et les ajouts pour correspondre aux cas de figure des matières riches en fer ou en manganèse. Certains champs, non applicables aux matières colorantes, ont été supprimés. L'essentiel de l'architecture, cependant, est conservé et permet, d'ores et déjà, de faire dialoguer les différents descriptifs pour les deux matériauthèques.

Notice et procédure pour remplir la fiche pétrologique/pétrographique - étude à l'échelle macro- et mésoscopique sur objet archéologique/référence géologique intact ou préparé - PCR PIGMENTOTHEQUE - région AURA

Auteurs : H. Salomon, J.-V. Pradeau, E. Chalmin, C. Chanteraud, M. Rossi, D. Gasquet, E. Goemaere, A. Chassin de Kergommeaux

ID

Numéro d'échantillon : = n° de gîte + lettre correspondant à chaque faciès présent sur le gîte + n°000 coorespondant à un mode de préparation (ex : PIG_0001_A_002)

1-INFO

1.1- Numéro de gîte : repris de la BdD terrain. **NE PAS MODIFIER**

1.2-Date de l'observation : format 20/06/2019

1.3-Auteur de création de la fiche : Prénom + Nom (ex : Hélène Salomon)

1.4-Auteur de la modification de la fiche : Prénom + Nom (ex : Eric Goemaere)

1.5-Type de collection : cf. BdD terrain

1.6-Nom de site ou de lithothèque : cf. BdD terrain

1.7-Coordonnées en X : gîte

1.8-Coordonnées en Y : gîte

1.9-Longueur (mm) : sans décimale

1.10-Largeur (mm) : sans décimale

1.11-Épaisseur (mm) : sans décimale

1.12-Masse (g) : sans décimale (au 1/10ème de g près pour les objets archéologiques).

2-MACRO_0_Cortex

2.1-Couleurs externe de la matière : description simple et limitée aux **couleurs dominantes** de la surface d'origine de la matière, liste fermée, maximum **3 couleurs** parmi : **rouge, rose, violet, orangé, brun, jaune, noir, blanc.**

On peut choisir des combinaisons de couleurs telles que « rouge ET brun », « rouge ET jaune ». Si une matière contient du jaune, de l'orangé, du brun, du blanc, violet, rouge et du bordeaux, alors ne noter que « jaune ET rouge ET blanc » = teintes dominantes. Pour une matière rouge violacée, ne pas cocher rouge ET violet, mais seulement violet.

Commentaires libres sur la couleur externe : couleur sur cassure fraîche éventuellement

2.2-Éclat ou reflet : sur surface d'origine, surtout pas sur cassure fraîche, liste fermée : **mat ou métallique ou gras** ou mat à métallique, non renseigné.

Commentaires libres sur l'éclat

2.3-Sphéricité de l'objet : description du volume de l'échantillon – allongé, suballongé, subsphérique, sphérique ; non pertinent (ex : position primaire d'une veine métallifère ou échantillon qui ne présente pas de surface naturelle, c'est-à-dire qu'il a été fracturé lors du prélèvement).

2.4-Arrondi de l'objet : description du volume de l'échantillon – arrondi, subarrondi, subanguleux, anguleux, non pertinent (ex : position primaire d'une veine métallifère ou échantillon qui ne présente pas de surface naturelle, c'est-à-dire qu'il a été fracturé lors du prélèvement).

2.5-Altération de surface : ajout ou retrait de matière d'origine mécanique ou chimique en surface de l'objet – aucune ; recristallisation ; encroûtement ; corrosion ; dissolution, patine, abrasion, exploitations anthropiques ; non déterminé.

2.6-Autres altérations : Délitage ; fracturations ; dessication ; fissuration ; rubéfaction ; remplissage de pores

Commentaires libres : s'il y a plusieurs types d'altération, les ajouter ici ; indiquer quel type de remplissage de pores (sédiment encaissant par exemple).

Recristallisation : mise en solution des éléments de la matière altérée et qui reprécipitent dans une forme minérale différente, le plus souvent dans les espaces vides (fissures, pores, etc.). ex : S₂Fe qui s'altère en FeOOH + différents sulfate de fer ; apport d'éléments par le contexte environnemental : cristallisation de nouveaux minéraux.

Encroûtement : recristallisation couvrante.

Corrosion : oxydation (ex : limonitisation de la surface d'une marcassite).

Dissolution : érosion chimique qui conduit à la formation de creux à la surface et/ou de fantômes de cristaux (uniquement à la surface)

Patine : modification des premiers millimètres de la matière. Altération superficielle des roches, dont la teinte est souvent très différente de celle de la cassure fraîche.

Abrasion : érosion causée par le frottement des matériaux transportés par les eaux, les glaces ou entraînés par gravité.

Remplissage de pores : Recristallisation ou précipitation d'un ou de plusieurs minéraux dans les pores.

A finir

Délitage

Fracturations

Dessication

Fissuration

Rubéfaction

3-MACRO_1_COULEUR

3.1-Couleur de la trace : Tracé d'un trait sur de la porcelaine dépolie puis utiliser la liste fermée, ne cocher qu'une seule teinte !!!!

Commentaires libres sur la trace :

3.2-Minéraux chromogènes, liste fermée, choix multiples : hématite, goethite, oxydes de manganèse, autres ? (préciser) ; non renseigné.

Indiquer le minéral chromogène le plus abondant dans la liste déroulante.

Commentaires libres : S'il y en a d'autres minéraux chromogènes, les écrire dans le champ commentaires libres min. chromo.

Liste et définitions

3.3-Abondance (%) : **abondance** (cf. charte)

3.4-Distribution : homogène ; hétérogène ; au cœur ; orientations préférentielles ; foliation; alternance de

couches ; 1 couche ; gradient ; taches organisées ; taches non organisées ; zonation ([distribution concentrique](#)) ; remplissages de pores ; remplissage de fracture ; concentration isolée ; encroûtement ([surface](#)) ; corrosion ([surface](#)).

Commentaires libres : pour situer, préciser... etc.

Orientations préférentielles : alignement de grains selon un même axe.

Foliation : structure des roches dont les minéraux sont arrangés ou aplatis selon des plans parallèles. En section, l'aspect est rubané. Ici, appliquée aux minéraux. Ce caractère ne s'acquiert que par un métamorphisme assez fort. De plus, les ferromagnésiens présentent cette organisation lorsqu'ils enregistrent le paléomagnétisme.

Couche : Ensemble de minéraux compris entre de surfaces approximativement parallèles, qui correspondent à des discontinuités ou à de brusques variations pétrographiques permettant de délimiter nettement cet ensemble de ce qui l'entoure.

Gradient : variation progressive de la couleur d'une surface à un autre.

Zonation : Structure concentrique formée de couches d'aspect différent, du fait de la variation de concentrations en éléments lors de la croissance des minéraux ou de la formation de la roche.

Remplissage de pores : Recristallisation ou précipitation d'un ou de plusieurs minéraux dans les pores.

Remplissage de fracture : Recristallisation ou précipitation d'un ou de plusieurs minéraux dans les fractures, c'est-à-dire recoupant couches ou structures.

Alternance de couches : (exemple les BIF) superposition de lits de concentrations variables en minéraux, ou contenant des grains de taille différentes, ou à porosité ou granoclassement différent.

3.5-Morphologie : automorphe ; subautomorphe ; xénomorphe ; auto à subautomorphe ; subautomorphe à xénomorphe ; auto à xénomorphe ; non déterminé (nd)

FAIRE SCHÉMA

finir définitions

Automorphe : Lorsqu'un cristal peut se développer sans entrave, il prend naturellement une forme polyédrique limitée par des faces planes, des arêtes et des sommets.

Xénomorphe : cas contraire de l'automorphe. Sa forme extérieure est quelconque, ce qui ne modifie en rien ses autres propriétés liées à l'état cristallin.

3.6-Taille (µm): taille moyenne

3.7-Tri : cf. charte.

3.8-Altération : dissolution ; fracturation ; corrosion ; déformation ; non visible ; indéterminé.

Commentaires : s'il y a en de plusieurs type, si elles ont des caractéristiques remarquables (intensité, emplacement, par exemple).

Dissolution : érosion chimique qui conduit à la formation de creux à la surface et/ou de fantômes de cristaux (uniquement à la surface)

Fracturation : renvoyant au mécanisme de cassure d'une roche ou de minéraux.

Corrosion : oxydation (ex : limonitisation de la surface d'une marcassite).

Déformation : changement de forme des minéraux suite à des contraintes mécaniques.

3.9-Clivage : 1 plan ; 2 plans orthogonaux ; 2 plans à 120° ;

Commentaire libre : préciser dans quelle dimension a été vu ou déterminé le clivage + s'il y a deux familles de taille différentes.

FAIRE SCHÉMA

Clivage : correspond à des plans de faiblesse dans la structure cristalline. Le minéral va donc se briser facilement le long des plans de clivage. Alors qu'il ne se brisera jamais selon ses faces cristallines.

4-MACRO_2_STRUCTURE

4.1-Habitus des échantillons : absent, rognon régulier, rognon irrégulier, nodule, plaquette (< 10 cm), banc (entre 10 cm et 1m), dalle (> 1m), fragment de filon, éclat, galet, pisolith, oncoïde, rhizolithe, microbialite, terrier fossile, botryoïde, radiale ; concrétions indifférenciées, débris, encroûtement, lamellaire, aciculaire, planaire, sans habitus, indéterminé.

FAIRE SCHÉMA

Habitus : correspond à la morphologie d'un cristal ou d'une roche.

Rognon régulier : masse minérale arrondie de forme régulière, enrobée dans une roche de nature différente.

Rognon irrégulier : masse minérale arrondie de forme irrégulière, enrobée dans une roche de nature différente.

Rognon cérébroïde : qui à l'apparence du cerveau - (pétroarchéologie) rognon qui a une forme ridée comme la surface du cerveau.

Rognon thalassinoides (géologie) le terme a

Nodule : 1) Cayeux (1958) désigne, pour les roches sédimentaires, sous le nom de nodule des rognons de forme générale arrondie, lenticulaire, irrégulière, dispersés, ou concentrés et toujours ordonnés parallèlement à la stratification (ex. : cas des silex de la craie). 2) Perraud (1963) désigne des « concrétions que l'on rencontre dans certains terrains » ; ce sont des masses globuleuses centimétriques à décimétriques se différenciant de la roche porteuse par leur composition ou leur structure (ex.: nodules siliceux ou phosphatés). 3) Clastoïde analogue au péloïde mais de taille supérieure à 2 mm (Slansky, 1992) - (pétroarchéologie) rognon régulier ou irrégulier aplati.

Plaquette : unité ou strate d'une formation sédimentaire limitée au toit et au mur par deux joints de stratification de faible épaisseur - (pétroarchéologie) épaisseur (pluri)-centimétrique.

Banc : unité ou strate d'une formation sédimentaire limitée au toit et au mur par deux joints de stratification - (pétroarchéologie) épaisseur (pluri)-décimétrique.

Dalle : plaque rocheuse monolithique d'une formation sédimentaire limitée au toit et au mur par deux joints de stratification - (pétroarchéologie) épaisseur (pluri)-métrique.

Filon : corps recoupant des roches de nature variée, roches encaissantes (et issu du remplissage d'une fracture ouverte). Le matériel de ce remplissage peut avoir été déposé par des circulations de fluides hydrothermaux (filons hydrothermaux) ou être de nature magmatique.

Éclat : fragment de forme diverse produit par une action mécanique.

Galet : fragment de roche roulé, formé par usure mécanique, dans les lits des cours d'eau (rivière et fleuve) ou sur les plages, ballotté par les courants et les vagues. Les galets sont les éléments les plus gros (> 30 mm), les graviers (entre 2 mm et 30 mm) et les sables (< 2 mm) étant de tailles inférieures.

Pisolithes : concrétion sub-sphérique ou sphérique de diamètre supérieur à 2mm, à structure concentrique.

Oncoïde : concrétion sub-sphérique ou sphérique de diamètre supérieur à quelques millimètres, à structure concentrique

Rhizolithes : concrétions formées à la périphérie des racines, soit générées par des échanges ioniques liés à l'activité biologique de ces racines dans un sol soit la racine sert de support à la concrétion.

Terrier fossile : concrétion de formes diverses qui peut recouper les structures sédimentaires, qui moulent avec des parois plus ou moins épaisses les creusements ou habitats d'animaux.

Microbialites : tapis algaires

Botryoïde : (définition dans Foucault, Raoult insatisfaisante)

Fibroradié : s'applique à des structures montrant des fibres rayonnantes à partir du centre, chaque fibre correspondant soit à un cristal allongé en forme de lame courbe, soit à un empilement linéaire de petits cristaux ayant même orientation cristalline. Cette structure est présente dans les concrétions minérales (par exemple marcassite).

Concrétions indifférenciées : pisolithes pas ou peu régulier

Débris : (d'éboulis ou d'extraction) fragment de roche sans forme particulière aux arêtes plus ou moins émoussées.

Encroûtements : dépôt mono ou multi couche induré sur substrat ou intercalé dans des dépôts de remplissage ou dans un profil d'altération.

Lamellaire : formé de lames superposées constituées par des superpositions de couches qui ont des surfaces planes.

Aciculaire : structure en aiguille.

Planaire : structure orientée qui se débite soit en marche d'escalier soit en plan.

Sans habitus : aucune structure visible (fréquent chez les argiles, les ocres, les matières non consolidées...)

4.2-Polarité génétique : absente ; granoclassement ; stratification oblique ; figure de charge ; terrier(s) ; organismes fixés ; dessication ; *ripple marks* ; non observée ; indéterminable.

Orientation originelle d'une couche géologique par rapport à la gravité, déterminée par différents critères de polarité, avec principalement les organismes fixés restés en position de vie (polypier, rudiste, végétaux, etc.) ou des traces d'organismes (ichnofossile, empreintes de pas ou de reptation + terriers) et des figures sédimentaires très nombreuses géotropes (figures de dessication, marques de relief, structures orientées par rapport à la gravité comme le granoclassement, des stratifications obliques).

Figure de charge : figure généralement préservées à la surface inférieure des couches sableuses, lorsqu'elles sont superposées à des matériaux argileux hydroplastiques.

Ripple marks : rides de courant, construites par les mouvements de l'eau.

4.3-Dureté : La dureté peut être variable à la surface d'un bloc. L'expression de la dureté est adaptée à partir de l'échelle de Mohs - tendre ; moyen ; dur ; tendre à moyen, moyen à dur, tendre à dur.

Commentaires libres sur la dureté :

Tendre : rayable à l'ongle,

Moyen : raye une pièce de 5 centimes ET est rayée par une lame de couteau en acier

Dur : raye une lame de couteau en acier

4.4-Cassure : conchoïdale, irrégulière (**marches d'escalier**) ; en plans ; conchoïdale et irrégulière; irrégulière et en plans ; conchoïdale et en plans ; conchoïdale et irrégulière et en plans ; indéterminée.

Commentaires libres sur la cassure :

La cassure révèle souvent la cohésion et la structure de la roche. La cassure désigne l'aspect de la surface d'une roche

qui, après avoir subi une contrainte, se brise en présentant des surfaces de fracture à géométrie particulière selon la nature de la roche.

FAIRE SCHÉMA

Conchoïdale : en forme de coquille (typiquement : obsidienne).

Cassure irrégulière : sans géométrie particulière.

Écailleuse : cassure intermédiaire entre conchoïdale et irrégulière.

En plans : orientée selon des structures particulières et parallèles de la roche.

4.5-Cohésion : meuble ; moyenne ; cohésive

Commentaires libres sur la cohésion :

Résistance d'une roche à l'usure mécanique

Meuble : pas d'un seul tenant

Moyenne : s'effrite à l'ongle (perte de particules, grains...),

Cohésive : ne change pas de forme sous la pression du pouce (nécessite l'utilisation d'outils pour réduction en poudre).

4.6-Structure : massive ; orientée ; fibroradiée

Commentaires libres sur la structure :

Ce qui décrit l'arrangement relatif des composants de la matière.

Massive : sans organisation particulière,

Orientation (préciser la nature de l'orientation : classement granulométrique variable, alignement des grains, morphologie des grains, nature des grains...etc.)

Fibroradiée : s'applique à des structures montrant des fibres rayonnantes à partir du centre, chaque fibre correspondant soit à un cristal allongé en forme de lame courbe, soit à un empilement linéaire de petits cristaux ayant même orientation cristalline. Cette structure est présente dans les concrétions minérales (par exemple marcassite).

4.7-Fractures : fracture sans remplissage, fracture avec remplissage ; aucune

Structure qui recoupe couches ou structures, liée à une rupture de la masse avec ou sans rejet.

4.8-Orientation de la ou des fractures : suit les structures ; coupe les structures.

4.9-Taille de la ou des fractures (µm) :

4.10-Nature du ou des remplissages : champs libre, aucun ou liste de minéraux reconnaissables s'il y a lieu (ex : calcite, hématite, quartz, etc.)

4.11-Porosité

Espaces entre les grains non comblés, ou comblés dans un deuxième temps

4.12-Abondance : cf. charte

4.13-Taille, on définit la taille à partir du diamètre apparent ou du plus grand axe pour des pores allongés.

- Macropores > 500 µm (0,5 mm) - mésopores compris entre 50 et 500 µm - micropores < 50 µm

4.14-Distribution : homogène ; hétérogène ; au cœur ; orientations préférentielles ; gradient ;

concentration isolée.

Commentaires libres : pour situer, préciser... etc.

Orientations préférentielles : alignement de grains selon un même axe.

Gradient : variation progressive de la couleur d'une surface à un autre.

4.15-Nature des remplissages : champ libre (goethite, hématite, calcite, minéraux argileux, etc.)

4.16-Liant : nature du liant (phase entre les grains)

4.17-Abondance : % cf. charte

4.18-Commentaire sur le liant : libre

En cours de modification

5-MACRO_3_GRAINS_LITHOCLASTES

5.1-LES GRAINS : fragments de roche, minéraux, bioclastes, ooïdes: oolithes, minéraux remarquables, fossiles, minéralisations, grains de sulfure de fer, muscovite, grains de quartz.... **EN SE RÉFÉRANT AUX CHARTES :**

5.1.1-Nommer, id.

5.1.2-taille, on définit la taille à partir du diamètre apparent ou du plus grand axe pour des grains allongés.

- **Grossier** > 2 mm, - **moyen** < 2 mm et > 0,063 mm, - **fin** < 0,063mm.

Pour les roches siliciclastiques (dont la majorité des grains sont du quartz), ces trois catégories de taille des grains correspondent aux rudites/conglomérats (> 2mm), grès + ou - grossiers / arénites, siltites/lutites et pour les plus fins < 0,002 mm on parle d'argilite (cf. charte).

tri granulométrique ou classement granulométrique (cf. charte),

5.1.3-abondance (cf. charte),

5.1.4-morphologie : leurs sphéricité et arrondi (cf. charte),

Commentaires : concernant leur état de conservation (fissurés, dissous...), l'orientation des grains, leur répartition, leur couleur...

5.2-Contact entre les grains : choix multiple : absents, ponctuels (points de contacts), longs (surfaces de contacts), irréguliers, orientation préférentielle...

MACRO_3_GRAINS_BIOCLASTES

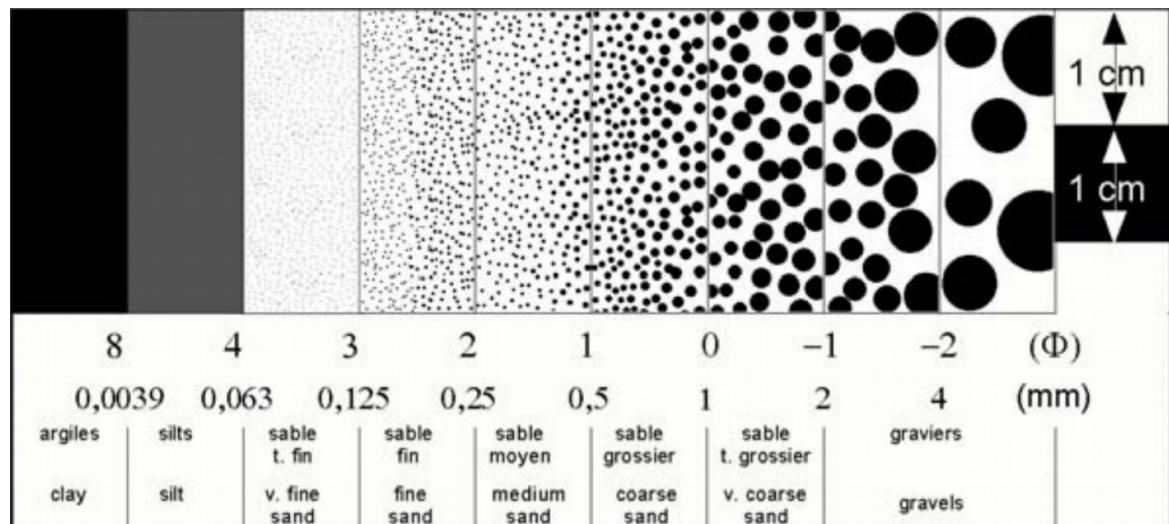
MACRO_3_GRAINS_OOÏDES

MACRO_3_GRAINS_MINERAUX

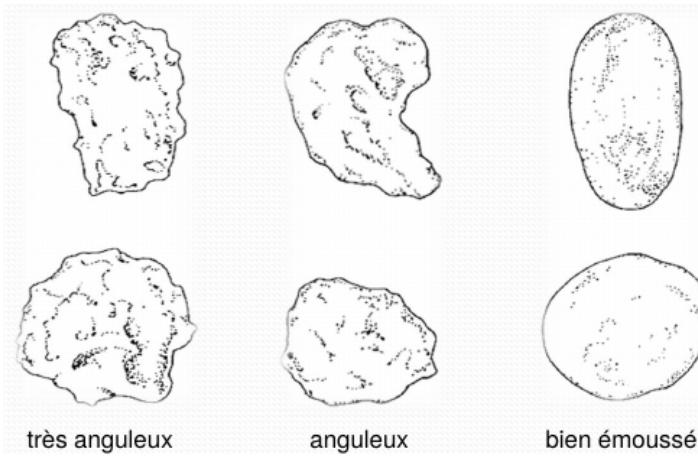
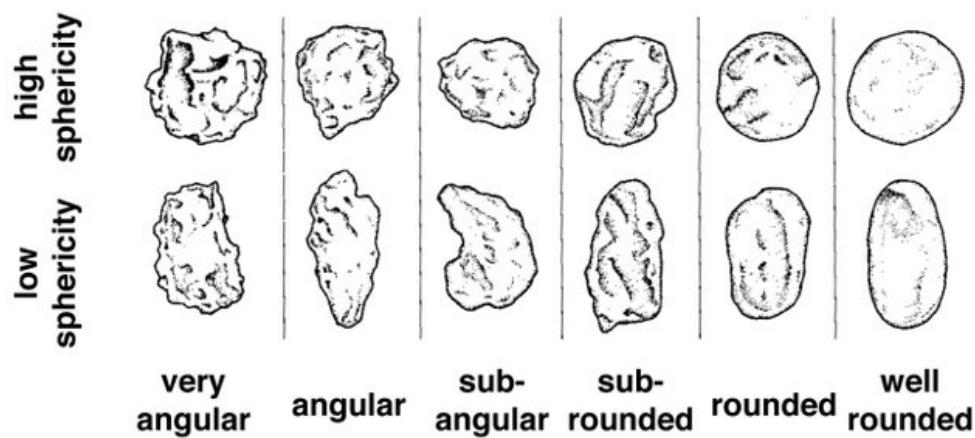
Description sommaire de la matière :

Exemples : concrétion ferrugineuse scoriacée à précipitation centripète, bauxite à dominante argileuse, conglomérats gréseux à silex et pisolithes ferrugineux, grès grossier ferrugineux + ou - riche en hématite, siltite ferrugineux principalement hématitique à lits alternés riches en hématite et goethite et à passé manganeuses, oolithic iron stone Clinton type, calcaire à entroques ferruginisé avec intrusion de barytine hydrothermale...

Petite échelle indicatrice (à l'échelle)

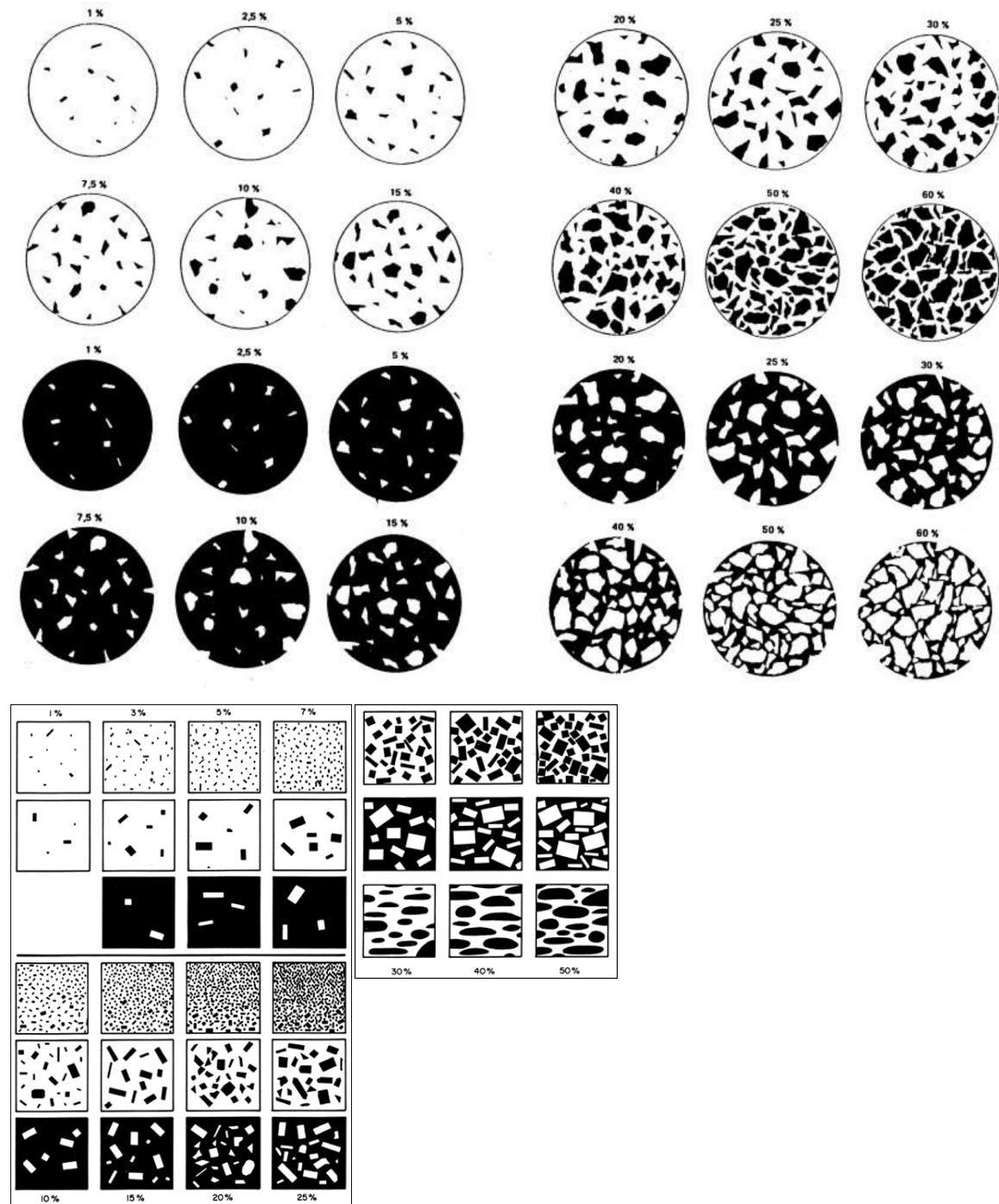


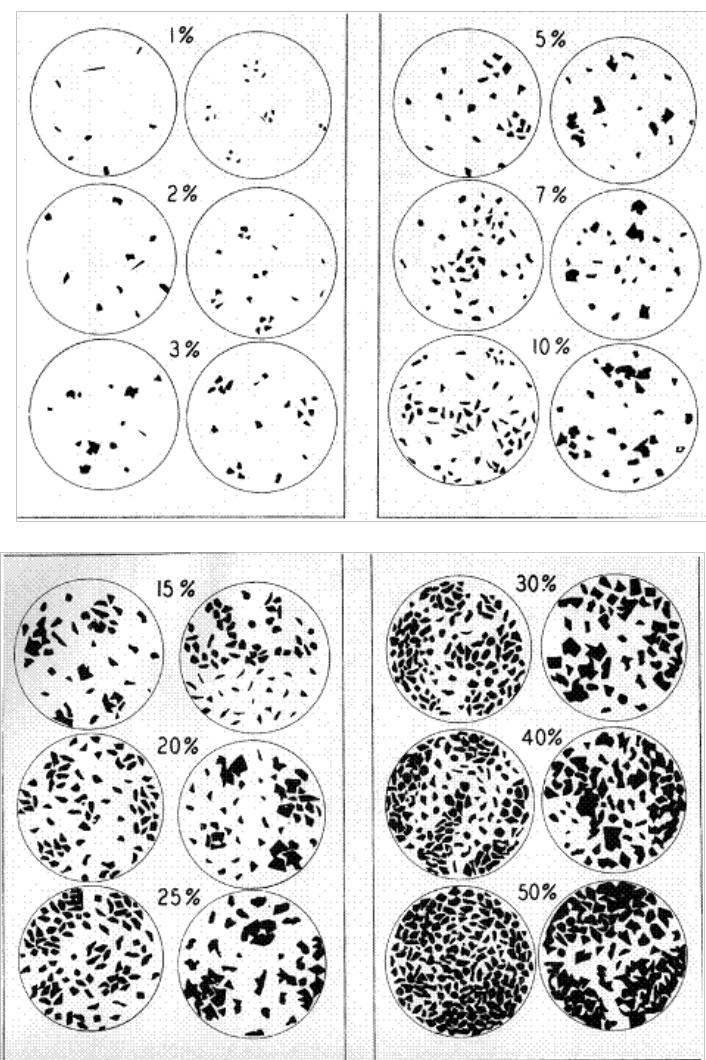
Arrondi et sphéricité en détail



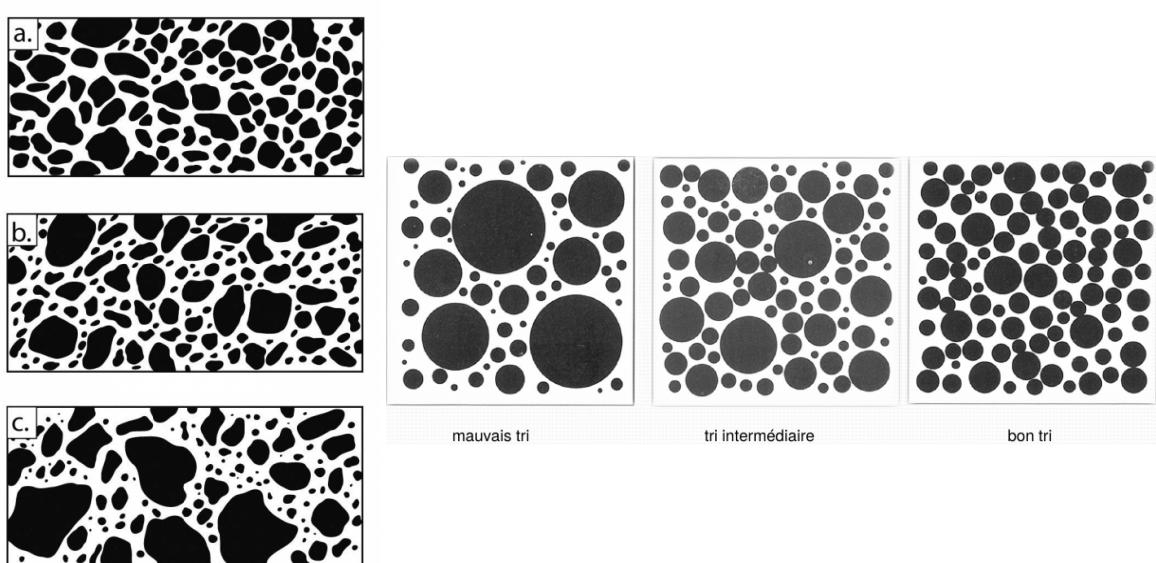
Pettitjohn et al. 1987

Chartes d'abondance

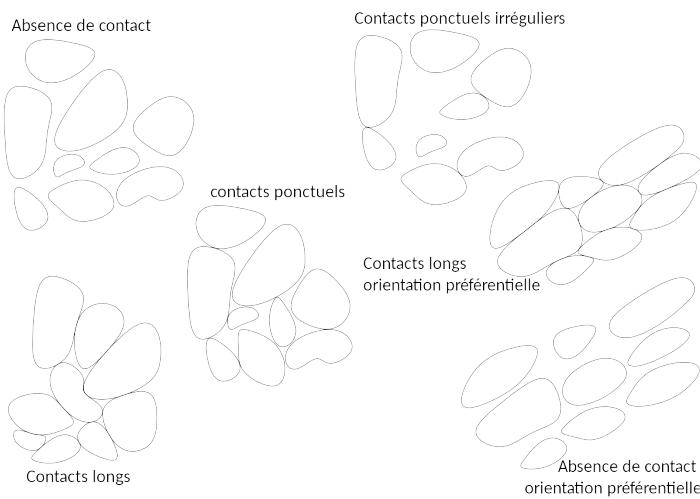




Tri ou classement granulométrique



Types de contacts entre les grains



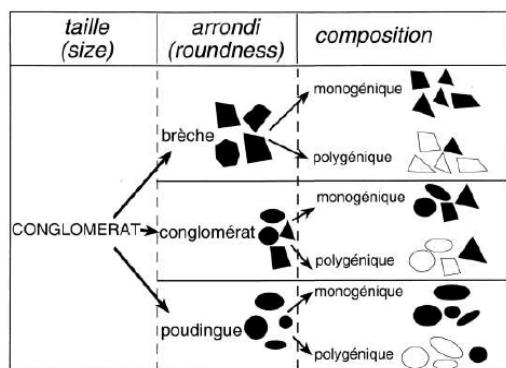
Roches terrigènes - granulométrie et nomenclature

| Taille des grains | Classe granulométrique | Sédiments | Roche | Critère empirique |
|-------------------|------------------------|------------------|-------------|---|
| > 2mm | Rudites | Graviers & blocs | Conglomérat | Grains visibles à l'oeil nu |
| <2mm & > 63µm | Arénites | Sable | Grès | Roche granuleuse au toucher* |
| <63µm | Lutites | Silt | Siltite | Roche douce au toucher*, grains non visibles |
| | | Argile | Argilite | Happe la langue*, roche douce au toucher*, pas de grain visible |

Classification de Udden et Wentworth

*test uniquement sur les références géologiques

Les rudites (conglomérats)



ARENITES

1 - Quartz seul ou dominant ----> grès

Nomenclature simplifiée des grès

| selon taille des éléments | selon nature des éléments autres que le quartz | selon nature du ciment |
|---------------------------|--|---------------------------|
| très fin | feldspathique | à ciment: siliceux (A) |
| fin | micacé | carbonaté |
| moyen | glaconieux | ferrugineux |
| grossier | lithique | argileux |
| très grossier | | |

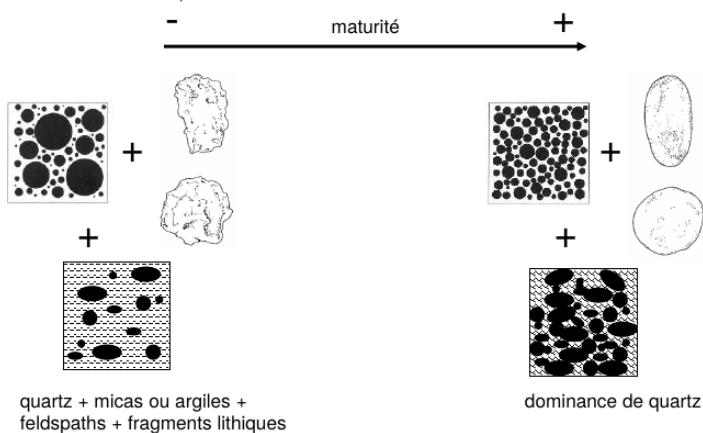
(A) Quartzite sédimentaire (quartz seul et ciment siliceux)

2 - Feldspaths abondants (>25%) ----> feldsparénite (arkose)

3 - Fragments de roche abondants ----> litharénite (grauwacke)

Les arénites (sables/grès)

Critères de description de la **texture** :

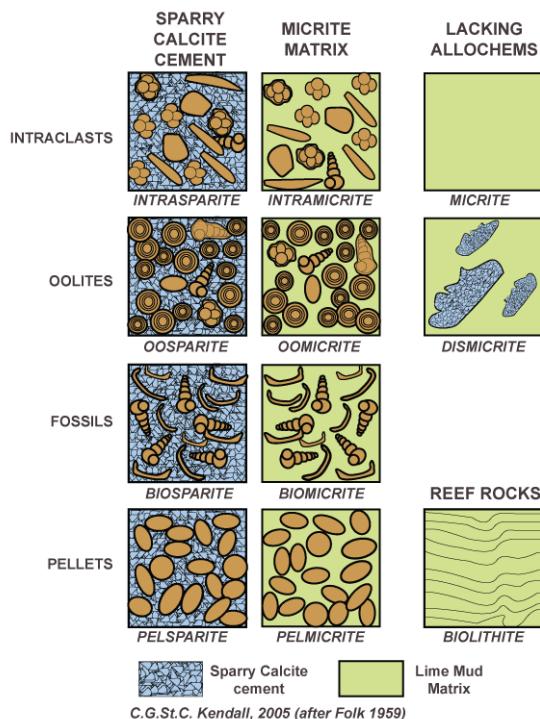


© F. Boulevain - @ULiège

Les lutites (silt/siltite, argiles/argiles)

| Sédiments meubles | Indurés | Faible métamorphisme |
|---|---|---|
| Silt | siltite | |
| Mud | Non laminaire : mudstone – siltite argileuse | Clivage : slate, schiste silto-argileux |
| | Laminaire et fissile (//) : mudshale, siltite argileuse ? | |
| Clay/argile | Non laminaire : claystone, argilite ? | Clivage : slate, schiste argileux |
| | Laminaire et fissile : clayshale | |
| <i>Classification des « mudrocks » selon Lundegard & Samuels (1980)</i> | | |

Les roches bioclastiques - Classifications



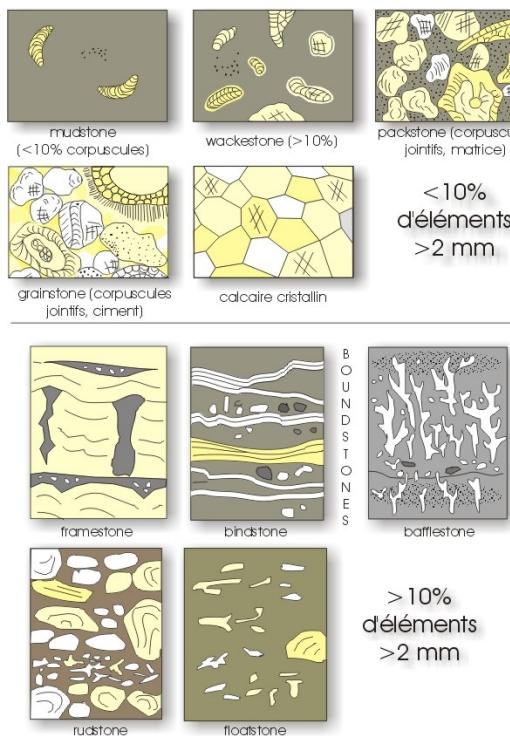
C.G.St.C. Kendall, 2005 (after Folk 1959)

Folk's Textural Classification of Carbonate Sediments

| Percent Allochems | Over 2/3 Micrite Matrix | | | | Subequal Spar & Micrite | Over 2/3 Spar Cement | | |
|----------------------|--|-----------------------------|----------------------|----------------------|---|------------------------|----------------------|-----------------------|
| | 0-1% | 1-10% | 10-50% | Over 50% | | Sorting Poor | Sorting Good | Rounded & Abraded |
| | Quiet Water Deposition ← → Wave/Current Activity | | | | | | | |
| | | | | | ← Matrix Supported Allochems Grain Supported Allochems → | | | |
| Rock Names | Micrite | Fossiliferous Biomicrite | Sparse Biomicrite | Packed Biomicrite | Poorly Washed Biosparite | Unsorted Biosparite | Sorted Biosparite | Rounded Biosparite |
| | | | | | | | | |
| | | | | | | | | |
| | | | | | | | | |
| | | | | | | | | |
| | | | | | | | | |
| | | | | | | | | |
| | | | | | | | | |
| | | | | | | | | |
| | | | | | | | | |
| | | | | | | | | |
| | | | | | | | | |
| | | | | | | | | |
| | | | | | | | | |
| | | | | | | | | |
| | | | | | | | | |
| | | | | | | | | |
| | | | | | | | | |
| | | | | | | | | |
| | | | | | | | | |
| | | | | | | | | |
| | | | | | | | | |
| | | | | | | | | |
| | | | | | | | | |
| | | | | | | | | |
| | | | | | | | | |
| | | | | | | | | |
| | | | | | | | | |
| | | | | | | | | |
| | | | | | | | | |
| | | | | | | | | |
| | | | | | | | | |
| | | | | | | | | |
| | | | | | | | | |
| | | | | | | | | |
| | | | | | | | | |
| | | | | | | | | |
| | | | | | | | | |
| | | | | | | | | |
| | | | | | | | | |
| | | | | | | | | |
| | | | | | | | | |
| | | | | | | | | |
| | | | | | | | | |
| | | | | | | | | |
| | | | | | | | | |
| | | | | | | | | |
| | | | | | | | | |
| | | | | | | | | |
| | | | | | | | | |
| | | | | | | | | |
| | | | | | | | | |
| | | | | | | | | |
| | | | | | | | | |
| | | | | | | | | |
| | | | | | | | | |
| | | | | | | | | |
| | | | | | | | | |
| | | | | | | | | |
| | | | | | | | | |
| | | | | | | | | |
| | | | | | | | | |
| | | | | | | | | |
| | | | | | | | | |
| | | | | | | | | |
| | | | | | | | | |
| | | | | | | | | |
| | | | | | | | | |
| | | | | | | | | |
| | | | | | | | | |
| | | | | | | | | |
| | | | | | | | | |
| | | | | | | | | |
| | | | | | | | | |
| | | | | | | | | |
| | | | | | | | | |
| | | | | | | | | |
| | | | | | | | | |
| | | | | | | | | |
| | | | | | | | | |
| | | | | | | | | |
| | | | | | | | | |
| | | | | | | | | |
| | | | | | | | | |
| | | | | | | | | |
| | | | | | | | | |
| | | | | | | | | |
| | | | | | | | | |
| | | | | | | | | |
| | | | | | | | | |
| | | | | | | | | |
| | | | | | | | | |
| | | | | | | | | |
| | | | | | | | | |
| | | | | | | | | |
| | | | | | | | | |
| | | | | | | | | |
| | | | | | | | | |
| | | | | | | | | |
| | | | | | | | | |
| | | | | | | | | |
| | | | | | | | | |
| | | | | | | | | |
| | | | | | | | | |
| | | | | | | | | |
| | | | | | | | | |

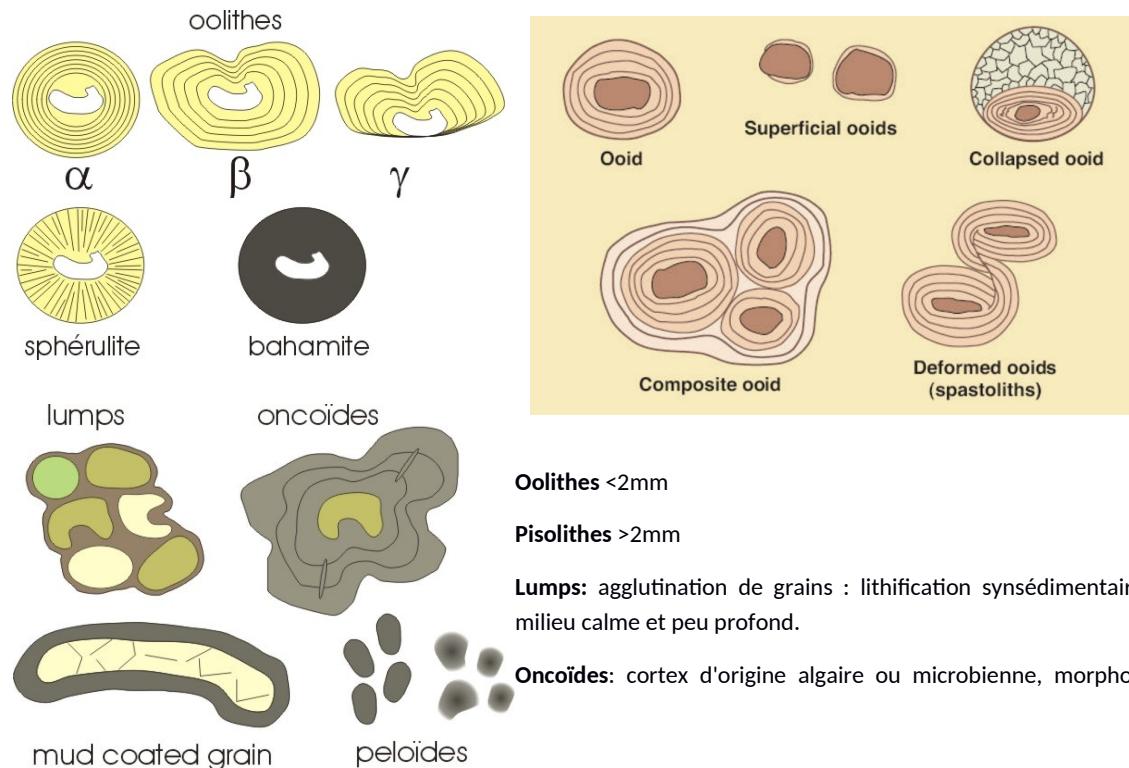
C.G.St.C. Kendall, 2005 (after Folk 1959)

| Original components not bound together at deposition | | | | |
|--|----------------------|-----------------|------------|--|
| Contains mud (particles of clay and fine silt size) | | Lacks Mud | | |
| Mud-supported | | Grain-supported | | |
| Less than 10% Grains | More than 10% Grains | | | Original components bound together at deposition. Intergrown skeletal material, lamination contrary to gravity, or cavities flooded by sediment, roofed over by organic material but too large to be interstices |
| Mudstone | Wackestone | Packstone | Grainstone | Boundstone |



Dunham (1962) + Embry & Klovan (1972) © F. Boulevain - @ULiege

Les ooïdes ou grains vêtus



externe irrégulière, concavités; milieu marin ou fluviatile peu profond, agitation intermittente.

© F. Boulevain - @ULiège

Péloïdes: boules de micrite à morphologie plus ou moins régulière, pas de structure interne. Origine: pelotes fécales, micritisation d'autres grains, fragments de tapis algaires... Milieux peu profonds, souvent protégés. Remarque: on utilise le terme *pellets* uniquement pour les pelotes fécales; tous les autres sont des péloïdes.

Mud coated grains: micritisation de fragments de coquille. Le fragment servant de nucleus est recristallisé ou remplacé par du ciment; milieu très calme (rivage).

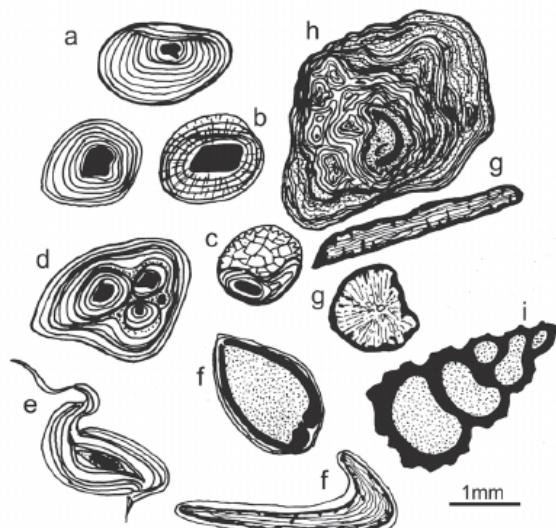


Fig. 1 – Typologie des grains du squelette et des grains revêtus rencontrés dans les OIS. Tous ces grains peuvent être remplacés ou imprégnés et revêtus par des minéraux ferrifères, produisant des allochèmes ferrugineux. Les dessins à l'encre sont basés sur les microphotographies (R. Dreesen).
Légende : a : ooïde tangentielle, b : ooïde radiaire, c : ooïde collapsée, d : ooïde composite (multiple), e : spastolithé (ooïde déformée), f : ooïde superficielle, g : cortoïde (avec enveloppe micritique), h : oncoïde, i : bioclaste (grain du squelette).

Dreesen et al. 2016

Porosité en détail :

| FABRIC SELECTIVE | | NOT FABRIC SELECTIVE | | |
|--|---------------------|----------------------|-----------|--------------|
| PRIMARY | INTERPARTICLE BP | | | |
| | INTRAPARTICLE WP | | | |
| | FENESTRAL FE | | | |
| | SHELTER SH | | | |
| | GROWTH-FRAMEWORK GF | | | |
| | INTERCRYSTAL BC | | | |
| | MOLDIC MO | | | |
| SECONDARY | | FRACTURE FR | | |
| | | CHANNEL* CH | | |
| | | VUG* VUG | | |
| | | CAVERN* CV | | |
| *Cavern applies to man-sized or larger pores of channel or vug shapes. | | | | |
| FABRIC SELECTIVE OR NOT | | | | |
| BRECCIA BR | | BORING BO | BURROW BU | SHRINKAGE SK |

Porosité : Classification de Chouquette et Pray (1970), Moore (2001)

Plan d'étude d'une roche sédimentaire

CARACTÈRES GÉNÉRAUX

- * couleur
- * porosité
- * cohésion
- * structure d'ensemble (massive, litée)
- * texture (isogranulaire, hétérogranulaire...)

CARACTÈRES DES CONSTITUANTS

1/ Grains

- * taille
- * forme
- * proportion
- * critères d'identification (dureté, test HCl*)
- * si bioclastes (classe, genre)
- * si lithoclastes (description complète)

2/ Liant

- * matrices ou ciments
- * proportion
- * critère d'identification (dureté, test HCl*)

* uniquement sur les références géologiques

NOM DE LA ROCHE grès grossier feldspathique à ciment hématitique et à porosités comblées par de la goethite.

Documents complémentaires

- *Atlas de pétrologie*, Dunod
- Clef d'identification des roches (fichier fait à EDYTEM en cours de construction)
- guide d'identification des fossiles (fichier complémentaire)
- *Dictionnaire de géologie* (Foucault et Raoult)

ANNEXE 3 – Liste des formations géologiques échantillonnées

| Nom du gite | Lieu-dit du gite | Commune du site | Auteur-e-s de la collecte | Date de prélevement de l'échantillon | CODE POSTAL | Département du gite | Pays du gite | X | Y | Carte géologique | Ere | Série | Etage | Type de gite |
|-------------|---------------------------------------|-------------------------|--|--------------------------------------|-------------|---------------------|--------------|---------|-----------|---------------------|----------------------|-------------------|---|---|
| PIG_0001 | Foucouverte | St-Julien-de-Peyrolas | Hélène Salomon Emilie Chalmin Claire Chanteraud | 15/06/15 | 30760 | Gard | France | 4,5667 | 44,2667 | PONT-ST-ESPRIT_913 | Mésozoïque | Crétacé supérieur | Cénomanien | Cénomanien moyen (Crétacé sup.) |
| PIG_0002 | Combe du Barry - nîche forestière | Courry | Hélène Salomon Emilie Chalmin Claire Chanteraud | 14/06/15 | 30500 | Gard | France | 4,1500 | 44,2922 | BESSEGES_888 | Mésozoïque | Crétacé supérieur | Cénomanien | 2a: Calcaires argileux et lignite. Il s'agit d'une série marron de couleur marron dendrée ou d'une série sablonneuse blanche fauveâtre, renfermant des niveaux de lignite et d'argiles. |
| PIG_0003 | La Bastide-d'Engras (entrée sud) | La Bastide-d'Engras | Hélène Salomon Emilie Chalmin Claire Chanteraud | 15/06/15 | 30330 | Gard | France | 4,7689 | 44,0909 | UZES_939 | Mésozoïque | Crétacé supérieur | Cénomanien | 2b: Calcaires argileux et cherts (roche sédimentaire très siliceuse). |
| PIG_0013 | Corillon 1a | Corillon | Hélène Salomon Emilie Chalmin Claire Chanteraud | 14/06/15 | 30630 | Gard | France | 4,4994 | 44,2248 | PONT-ST-ESPRIT_913 | Mésozoïque | Crétacé supérieur | Turonien | Domérien (Jurassique inf.) |
| PIG_0015 | Col des Brousses - couche 1. | St-Florent-sur-Auzonnet | Hélène Salomon Emilie Chalmin Claire Chanteraud | 14/06/15 | 30960 | Gard | France | 4,1333 | 44,2490 | ALES_912 | Mésozoïque | Crétacé supérieur | Turonien | 16 : Calcaires à grains de quartz et silice; calcaires gris-bleus à entonnoirs fossiles; calcaires gris-bleus à entonnoirs fossiles; types de crinoides. |
| PIG_0024 | Tremousses - sur de la Croix de Branc | Malbos | Hélène Salomon Emilie Chalmin Claire Chanteraud | 14/06/15 | 07140 | Ardèche | France | 4,0978 | 44,3678 | BESSEGES_888 | Paleozoïque | Carbonifère | Stéphanien | Cénomanien inférieur (Crétacé sup.) |
| PIG_0025 | Fauve de (Préhistoria) | Rousson | Hélène Salomon Emilie Chalmin Claire Chanteraud | 14/06/15 | 30340 | Gard | France | 4,1327 | 44,2056 | ALES_912 | Mésozoïque | Crétacé supérieur | Kimméridgien (?) | 2a: Sables à facies Ugonien; blancs, sub primaire |
| PIG_0039 | Entre St-Cirgue-des-Prades et Jaujac | Vénéjan sud | Vénéjan | 15/06/15 | 30200 | Gard | France | 4,6570 | 44,1929 | PONT-ST-ESPRIT_913 | Mésozoïque | Crétacé supérieur | Santonien | Sanctonien (Crétacé sup.) |
| PIG_0047 | Chemin de Roumanie | Vagnas | Hélène Salomon | 19/06/15 | 07380 | Ardèche | France | 4,2667 | 44,3277 | LARGENTIERE_864 | Indéterminée | Pliostocène | Inconnu | 2b: Sables ferrugineux et argiles bariolées à goethite et kaolinite. |
| PIG_0051 | Rieusec Fabrèges | Montreal | Hélène Salomon | 19/06/15 | 07150 | Ardèche | France | 4,3569 | 44,3680 | BOURG-ST-ANDEOL_889 | Mésozoïque | Crétacé supérieur | Turonien ? | 3a: Sables à lignites, calcaires marnes à huîtres. Turonien moyen à huîtres alternance irrégulière de bancs sableux, bigarrés et d'argiles versicolores à nodules pyritiques et lignites. |
| PIG_0052 | Gîte de Brousse Les Plantades | Montreal | Hélène Salomon | 19/06/15 | 07110 | Ardèche | France | 4,2833 | 44,5167 | LARGENTIERE_864 | Mésozoïque | Crétacé supérieur | Turonien | Keuper (Trias sup.) |
| PIG_0053 | La Vernade | Chassiers | Hélène Salomon | 19/06/15 | 07110 | Ardèche | France | 4,3287 | 44,5605 | AUBENAS_865 | Mésozoïque | Crétacé supérieur | Hettangien-Sinemurien (Jurassique inf.) | 3b: Calcaire noduleux cendrés et marnes. |
| PIG_0152 | Carrière CEA | Saint-Bauzile | Julien Monney | 07210 | Ardèche | France | 4,6879 | 44,6779 | CREST_842 | Cénozoïque | Miocène | Inconnu | 12-3: Montagne d'Andance | |
| PIG_0153 | La Voulte-sur-Rhône | Hélène Salomon | 23/06/16 | 07800 | Ardèche | France | 4,7740 | 44,8012 | CREST_842 | Mésozoïque | Jurassique inférieur | secondaire | Callovien inférieur (sommet) et Callovien moyen | |
| PIG_0157 | Camping de St-Sauvire | Vagnas | Hélène Salomon Emilie Chalmin Eva Fabro | 20/06/16 | 07150 | Ardèche | France | 4,3774 | 44,3489 | BOURG-ST-ANDEOL_889 | Cénozoïque | Éocène | secondaire | 13a-b: à la Voulte : minerais de fer (partie principale) |
| PIG_0159 | Pierre Morte | Courry | Hélène Salomon Emilie Chalmin Claire Chanteraud Eva Fabro | 21/06/16 | 30500 | Gard | France | 4,1411 | 44,3114 | BESSEGES_888 | Mésozoïque | Jurassique moyen | primaire | 13: Calcaire (couches des Asions?) |

| Numéro de gîte | Lieu-dit du gîte | Commune du site | Auteur-e-s de la collecte | Date de prélevement de l'échantillon | CODE POSTAL | Département du gîte | Pays du gîte | X | Y | Carte géologique | Ere | Série | Etage | Nom de la formation géologique | Type de gîte |
|----------------|--------------------------|------------------------|---|--------------------------------------|-------------|---------------------|--------------|------------|---------|---------------------------|------------|-------------------------|-------------------------|--|---|
| PIG_0160 | Bordezac | Bordezac | Hélène Salomon Emilie Chalmin Claire Chanteraud Eva Fabro | 21/06/16 | 30160 | Gard | France | 4,0761 | 44,3104 | BESSEGES_888 | Mésozoïque | Trias | inférieur ? et moyen | Trias inf ? et moyen Ht. Grès inférieurs : -poudingues, arkoses, grès | primaire |
| PIG_0162 | Monteil (1) | Montclus | Hélène Salomon Emilie Chalmin Claire Chanteraud | 21/06/16 | 30630 | Gard | France | 4,4079 | 44,2761 | PONT-ST-ESPRIT_913 | Mésozoïque | Crétacé inférieur | Barriérian inférieur | Altérite dans calcaire barriéen | primaire |
| PIG_0163 | La Tullière, Lounet | Salavas | Hélène Salomon Emilie Chalmin Claire Chanteraud | 22/06/16 | 07150 | Ardèche | France | 4,3717 | 44,3864 | BOURG-ST-ANDEOL_889 | Mésozoïque | Crétacé supérieur | Turonien ? | Turonien moyen ? (Crétacé sup.) cabc-Sabins à lignites, calcaires, marnes à huîtres. Turonien moyen à supérieur à facies océan. Aux environs des Salavas, alternance irrégulière de bancs sablo-siliceux organiques et d'argiles verticales à nodules pyritueux et lignite. | secondaire |
| PIG_0164 | Mine d'ocre | St-Laurent-la-Vernière | Hélène Salomon Emilie Chalmin Claire Chanteraud | 22/06/16 | 30330 | Gard | France | 4,45047222 | 44,1108 | PONT-ST-ESPRIT_913 | Mésozoïque | Crétacé supérieur | Turonien | Turonien supérieur cabc: Grès et sables siliceux. Sables grossiers, blancs et rouges avec niveaux ligniteux, argileux ferrugineux ou ocreux. | primaire |
| PIG_0165 | Le Gardon (ou Gard) | Russan | Hélène Salomon Emilie Chalmin Claire Chanteraud | 22/06/16 | 30190 | Gard | France | 4,3236 | 43,9300 | UZES_939 | Cénozoïque | inconnu | inconnu | Carrién-Norien (Trias sup.) ts: Formation barrière d'Ircel ». Grès arkosiques très grossiers, argiles sabieuses, siltites, verticales (grises, vertes, rouges) et dolomies jaunes ou beige. La formation est stratocroissante et grandcroissante jusqu'à des bancs de grès grossiers. | secondaire |
| PIG_0171 | Entre Aubenas | Aubenas | Claire Chanteraud Hélène Salomon | 23/06/16 | 07200 | Ardèche | France | 4,3539 | 44,6272 | AUBENAS_865 | Mésozoïque | Trias | Carnien-Norien | Famennien Shale et shistis à passées d'hémataïte oolithique | primaire |
| PIG_0172_std | Huy Care | Huy | Hélène Salomon | 06/02/13 | 4500 | Province de Liège | Belgique | 5,2220 | 50,5220 | ? | | Paléozoïque | Dévonien | Famennien | primaire |
| PIG_0173_std | Roussillon | Roussillon | Hélène Salomon | 25/03/04 | 84220 | Vaucluse | France | 5,3140 | 43,9012 | CAVAILLON_967 | Mésozoïque | Crétacé supérieur | Albien | Albien | primaire |
| PIG_0174_std | Beauregard | Thoste | Yvan Couinot Lucie Beck Hélène Salomon | 10/2010 | 21460 | Côte d'Or | France | 4,2285 | 47,4433 | QUARRE-LES-TOMBES_467 | Mésozoïque | Jurassique inférieur | Hettangien | Hettangien ferrugineux 12,3: lamachelle épigénésée par les oxydes de fer | secondaire, issu de formation primaire disparue |
| PIG_0175 | Fontenaille | Fontenaille | Yvan Couinot Lucie Beck Hélène Salomon | 10/2010 | 89560 | Yonne | France | 3,4719 | 47,5466 | COURSON-LES-CARRIERES_434 | Cénozoïque | indéterminé | Albien | B Couvert par limoneuse sur turrisique blocs de grès ferrugineux parfois très abondants dans les terres limoneuses situées à l'ouest de Courson-les-Carrières. | secondaire, issu de formation primaire disparue |
| PIG_0177 | La Jonade sud | St-Julien-de-Peyrols | Jean-Victor Pradeau Hélène Salomon Emilie Chalmin Margo Demange | 02/04/17 | 30760 | Gard | France | 4,6120 | 44,3042 | BOURG-ST-ANDEOL_889 | Mésozoïque | Crétacé inférieur | Albien | Vraconien. Sables, grès à ciment calcaire, poudingues | secondaire, issu de formation primaire disparue |
| PIG_0178 | Aiguèze | Aiguèze | Jean-Victor Pradeau Hélène Salomon Emilie Chalmin Margo Demange | 02/04/17 | 30760 | Gard | France | 4,4876 | 44,2942 | BOURG-ST-ANDEOL_889 | Cénozoïque | Éocène supérieur | Ludivien | Ludivien basal marnes versicolores à gypse, marnes sabieuses | primaire |
| PIG_0180 | Le Puech de St Appolinie | Les Assions | Pradeau Hélène Salomon Margo Demange | 02/04/17 | 07140 | Ardèche | France | 4,1688 | 44,4226 | BESSEGES_888 | Mésozoïque | Jurassique moyen | Bajocien sup | Calcaire à entroques des Buisseries | primaire |
| PIG_0183 | La Rousse | Gravières | Jean-Victor Pradeau Hélène Salomon Emilie Chalmin Estelle Canzilzi Claire Chanteraud | 03/04/17 | 07140 | Ardèche | France | 4,2244 | 44,3858 | BESSEGES_888 | Mésozoïque | Jurassique moyen | Bajocien | Bajocien sup. Calcaire à entroques des Buisseries - Calcaire de la Rousse | primaire |
| PIG_0187 | Assise du cimetière | Les Vans | Jean-Victor Pradeau Hélène Salomon Emilie Chalmin Estelle Canzilzi Claire Chanteraud | 03/04/17 | 07140 | Gard | France | 4,1522 | 44,4079 | BESSEGES_888 | Mésozoïque | Jurassique moyen | Bajocien | Bajocien sup. Calcaire à entroques des Buisseries | primaire |
| PIG_0188 | Carrière de Fontanisse | Serviers-et-Labaume | Jean-Victor Pradeau Hélène Salomon Emilie Chalmin Estelle Canzilzi Claire Chanteraud | 04/04/17 | 30700 | Gard | France | 4,2861 | 44,0477 | UZES_939 | Mésozoïque | Crétacé terminal-Eocène | Crétacé terminal-Eocène | | |

| Numéro de gîte | Lieu-dit du gîte | Commune du site | Autre(s) de la collecte | Date de prélèvement de l'échantillon | CODE POSTAL | Département du gîte | Pays du gîte | X | Y | Carte géologique | Ere | Série | Etage | Nom de la formation géologique | Type de gîte | |
|----------------|-----------------------------------|------------------------|--|--------------------------------------|-------------|---------------------|--------------|--------|-----------|-----------------------------|-------------|----------------------------|---------------------|---|--|----------|
| | | | | | | | | | | | | | | | | |
| PIG_0190 | Déchetterie | Garrigues | Jean-Victor Pradou Hélène Salomon Emilie Chalmin Estelle Camzuli Claire Chanteraud | 04/04/17 | 34160 | Hérault | France | 42635 | 43,9220 | ANDUZE_938 | Cénozoïque | Oligocène inférieur | indéterminé | Oligocène inf. | primaire | |
| PIG_0194 | Foncouverte | Baron | Jean-Victor Pradou Hélène Salomon Emilie Chalmin Estelle Camzuli Claire Chanteraud | 04/04/17 | 30700 | Gard | France | 42861 | 44,0477 | ANDUZE_938 | Mésozoïque | Crétacé supérieur | Cénomanien-turonien | Cénomanien-Turonien Cuirasse d'altération dans les fissures du calcaire | primaire | |
| PIG_0196 | Fougeras | Dions | Jean-Victor Pradou Hélène Salomon Emilie Chalmin Estelle Camzuli Claire Chanteraud | 05/04/17 | 30190 | Gard | France | 42930 | 43,9185 | SOMMIERS_964 | Cénozoïque | Paléocène-éocène inférieur | inconnu | Paléocène et Eocène inférieur é1-4 Sables rouges, grès, marnes rutilantes | primaire | |
| PIG_0197 | Les Condamnes table des chasseurs | Sanilhac | Jean-Victor Pradou Hélène Salomon Emilie Chalmin Estelle Camzuli Claire Chanteraud | 05/04/17 | 07110 | Gard | France | 44105 | 43,9352 | UZES_939 | Mésozoïque | Crétacé inférieur | Barrémien | Barremien sup. (Crétacé Inf.) - Facies Urgonien. | secondaire | |
| PIG_0198 | Mas Cavalle | La Capelle-et-Mamolène | Jean-Victor Pradou Hélène Salomon Emilie Chalmin Estelle Camzuli Claire Chanteraud | 05/04/17 | 30700 | Gard | France | 45394 | 44,0386 | UZES_939 | Mésozoïque | Crétacé supérieur | Cénomanien | Cénomanien moyen (Crétacé sup.) C2b: Ces sont des couches marne-calcaires gréseuses. On trouve de nombreux bancs de marnes à lignite. | primaire | |
| PIG_0200 | Intersection D279/D962 | Pouzilhac | Jean-Victor Pradou Hélène Salomon Emilie Chalmin Estelle Camzuli Claire Chanteraud | 06/04/17 | 30210 | Gard | France | 45593 | 44,0439 | UZES_939 | Mésozoïque | Crétacé supérieur | Cénomanien | Cénomanien inférieur (Crétacé sup.) Sables avec niveaux de grès-squaniites purs ou ferrugineux, de couleur rougeâtre. | primaire | |
| PIG_0201 | Dôme de Sarsin | Connaux | Jean-Victor Pradou Hélène Salomon Emilie Chalmin Estelle Camzuli Claire Chanteraud | 06/04/17 | 30330 | Gard | France | 46028 | 44,0937 | UZES_939 | Mésozoïque | Crétacé inférieur | Barrémien | Barremien sup. (Crétacé Inf.) - Facies Urgonien | secondaire issu de formations superfcielles, purclosâtre et formations superficielles, éocène ? Sables rouges et blancs (Crétacé supérieur autre ? Eocène ?) | primaire |
| PIG_0204 | Serre Rouge | Valaurie | Valentin Lafont | 18/10/18 | 26230 | Drome | France | 48288 | 44,4239 | VALREAS_890 | Cénozoïque | Crétacé supérieur | altéré | Sable - Résidu d'altération | primaire disparue | |
| PIG_0206 | Vialard (site A) | La Rochette | Gilles Ménard | 18/10/18 | 07310 | Ardèche | France | 42235 | 44,932400 | LE MONASTIER-SUR-GAELLE_816 | indéterminé | indéterminé | indéterminé | CB: FORMATIONS VOLCANIQUES - Proclastiques et formations associées - Projets et sonnes des cônes stratomolens et rebondies voisines-sablates atelés | primaire | |
| PIG_0207 | Chauvy - Brousson (site B) | La Rochette | Gilles Ménard | 18/10/18 | 07310 | Ardèche | France | 42155 | 44,9170 | LE MONASTIER-SUR-GAELLE_816 | Cénozoïque | Miocène | indéterminé | FORMATIONS VOLCANIQUES - Magmatisme effusif - VOLCANISME DU VELAY OCCIDENTAL (MIOCÈNE SUPÉRIEUR). Trachytes et phonolites - basaltes aphyres | primaire | |
| PIG_0209 | Puech de Caudis-lès-Béziers | Caudis-lès-Béziers | Hélène Salomon Jean-Victor Pradeau Romain Mensan | 09/08/18 | 34370 | Hérault | France | 3,0887 | 43,4149 | SAINT-CHINIAN_1042 | Mésozoïque | indéterminé | indéterminé | Al Bauxite et argile bauxitique à grillon ferrugineux | primaire | |
| PIG_0210 | Mas du Puech Long - aux Bruyères | Aujargues | Hélène Salomon | 18/02/18 | 30250 | Gard | France | 41412 | 43,8033 | SOMMIERS_964 | Cénozoïque | Eocène inférieur | inconnu | éocène inf. | primaire et indé | |
| PIG_0211 | La Fontunelle | Courtry-St-Briés | Emilie Chalmin Magali Rossi et Aurélie Chassin de Kergronneaux | 21/02/18 | 30500 | Gard | France | 41766 | 44,2958 | BESSEGES_888 | Mésozoïque | Jurassique supérieur | Oxfordien | Oxfordien sup.: calcaire à nodules pyritueux, très altérés | primaire | |
| PIG_0215 | Ravin du Claret | St-Julien-Montdenier | Hélène Salomon | 01/05/19 | 73870 | Savoie | France | 64276 | 45,2643 | ST-JEAN-DE-MAURINNE_774 | Mésozoïque | Jurassique/ trias | indéterminé | Secondaire (alluvion) | primaire | |
| PIG_0217 | Terres Rouges | Pont-sur-Yonne | | 02/07/05 | 89140 | Yonne | France | 3,1229 | 48,2666 | MONTEREAU-FAUT-YONNE_294 | Cénozoïque | Eocène inférieur | Yprésien | e2) Yprésien : ensemble d'argiles, sables et grès | primaire | |

Localisation des « standards »

| | N° éch. | évolution numérotation | Date de prélèvement | Site | Commune | Latitude N | Longitude E | Position | Prélevé par | Carte géologique | Code légende | Formation géologique | Observations paysage | Observations à l'affleurement | Observations échantillon (macroscopique) |
|----------|-----------------------|------------------------|---------------------|--|------------|------------|-------------|--------------|-------------|--------------------------|--------------|---|----------------------|---|--|
| PMOR_REF | PROS_Rba_OCR_2015_021 | | | Pierremorte 1 - Mine à l'ouest du hameau | Courry | 44 21 36 | 4 5 44 | primaire | H. Salomon | Bessèges | hsos | Stéphanien moyen (Carbonifère supérieur) Conglomérats, grès, psammites (i.e. roche sédimentaire détritique riche en quartz et micaschiste), schistes métamorphiques. Au sein même de cette formation, la lithologie change en fonction de la localisation (c.f. notice de la carte pour plus de précision). | — | — | Reflets métalliques |
| BOR_REF | PROS_Rba_OCR_2016_007 | PROS_Rba_OCR_2016_027 | 22/06/2016 | Route D51 (SE de Bordezac) | Bordezac | | | primaire | E. Chalmin | Bessèges | ii | Trias inférieur ? - Pouddingues, arkoses, grès. | — | Affleurement en place le long de la route | Il y a 3 faciès au total (voir CR Ardèche 2016) |
| HUY_REF | PROS_Rba_OCR_2017_01 | PROS_Rba_OCR_2016_021 | 02/03/2017 | Gare de Huy | Huy | 50 531543 | 4.2411243 | primaire | H. Salomon | Belgique | XX | Famenien | coupe route | synclinorium de Namur | feuilleté schisteux |
| ROU_REF | PROS_Rba_OCR_2017_02 | PROS_Rba_OCR_2016_022 | 02/03/2017 | Roussillon | Roussillon | 43.898329 | 5.26648 | sub-primaire | H. Salomon | Cavallion(9 67) | c1b | Ocre glauconieux | mine d'ocre | pente abrupte front de talus | croulure sommitale gréseuse compacte à hématite |
| BEAU_REF | PROS_Rba_OCR_2017_03 | PROS_Rba_OCR_2016_023 | 02/03/2017 | Beauregard | Thoste | 47.438163 | 4.232478 | sub-primaire | H. Salomon | Carrière-Tourelles (467) | iz-1 | Hettangien ferrugineux : calcaire à entroques ferrugineuses + filon de fluorite et baryline, fer natif | terrils | dans les terrils | tendre en surface cassant à intérieur, pâle |
| FON_REF | PROS_Rba_OCR_2017_04 | PROS_Rba_OCR_2016_024 | 02/03/2017 | Fontenalle | Fontenalle | 47.546041 | 3.470891 | primaire | H. Salomon | Courson-les-carrières | B | Moi-pliocène : formation superficielle de plateau à lentille de grès ferrugineux | champ | terrils proto-historiques | grès grossier ferrugineux goethitique, surface naturelle assez horizontale, pavillons durs à reflet métallique à mat avec marbrures blanches |
| PRUE_REF | PROS_Rba_OCR_2017_05 | PROS_Rba_OCR_2016_025 | 02/03/2017 | Pierrue | Pierrue | 43.426545 | 2.979592 | primaire | H. Salomon | Saint-Chinian (1014) | j | Bauxite de l'Hérault | coupe route | niveau de plusieurs mètres d'épaisseur | microfossiles horizontaux, pavillons durs à reflet métallique à mat avec marbrures blanches |

ANNEXE 4 – Planches des formations géologiques échantillonnées

PIG_0024

**Les Trémousses**

Brahic

h5b

Stéphanien - Houiller (Primaire)

grès, psammite, schiste,

Position primaire

Grès fin ferrugineux

Tendre

Se casse et se broie facilement

Poudre très fine rouge-marron claire

Faible teneur en fer

PIG_0002

**Sous Ferrière**

Courry

I6

Domérien (Jurassique inf.)

I6 : Calcaires à grains de quartz et silex, calcaires gris-bleus à entroques (fossiles: tiges de crinoïdes)

Position primaire

Argile ferrugineuse : Altération calcaire gréseux

Tendre

Meuble

Couvant, colorant

Rouge-orange

Faible teneur en fer

PIG_005

**Petit Brahic**

Banne

16 ?

Domérien (Lias) Calcaire gréseux ?

Position secondaire, allochtone ?

Calcaire ferrugineux avec entroques arrondis, légèrement lité. Ciment d'hématite

Dur

Couvant, colorant

Rouge

Pas de prélèvement

PIG_0160

**Bordezac**

Bordezac

ti

Trias inférieur ? Et moyen - Grès arkosique

Position primaire

3 faciès :

- a) Hématite violacée, homogène, friable, grains fins, pailletés
- b) Hématite violacée, homogène, à grains très fins et pailletés
- c) Très riche en hématite. Lits de goethite

PIG_00052**Gîte de Brousse**

Montréal

tc

Keuper (Trias sup.) Rudites, arénites, argilites et dolomies
Position secondaire**Grès ferrugineux** grossier à fragments pluri-millimétriques
de quartz, peu de rubéfaction

Dur

Compact

Pas colorant

Abrasif

PIG_0053**La Vernade**

Chassiers

I2-3

Hettangien-Sinémurien (Jurassique inf.)

Calcaire noduleux cendrés et marnes secondaire

3 faciès :

- a) siltite rouge très compacte, trace rouge-brun clair
- b) croûte métallique brun-noir, peu colorant
- c) grès quartzeux avec encroûtement, peu colorant

Dur

Compact

PIG_0015**Vers Molières**

Saint-Florent-sur-Auzonnet

n1

Berriasien (Crétacé inf.) Calcaire argileux gris cendré,
noduleux. Quelques lits de marnes grises feuillettées.

Position primaire

3 couches

Roche tendre et gréseuse, rose, peu cohérente

PIG_0171



Mercuer

Mercuer
Mercuer-Aubenas
ts

Ca

Carmen-Norien (rias sup.) Gres très grossiers, argillites, sableuses et dolomies
Position primaire

Position primaire
Merneux lité ne

Merneux, lité, peu coherent
Tendre, se casse et se broie

Lendre, se casse et se broie très facilement (à la main).
Poudre fine et homogène brun claire.

Poudre fine et homogène brun claire

PIG_0025



Croix de Fauvie

: Croix de

j7

: Kimméridgien (Crétacé inf.)

Calcaires à faciès Urgonien: blancs, massifs, à rudistes et ici, localement crayeux.

• localisation ci-
• sub-primaire

: 2 faciès :

- E) Taches :**

 - a) Goethite scoriacée
 - b) Goethite et hématite

Trace épaisse, très soutenue. Très colorant, totalement couvrant. Se casse et se broie facilement. Poudre épaisse et brune.

PIG_0153**Chemin de Roumanie**

La Voulte-sur-Rhône

j3a-b

Callovien inférieur (sommet) et Callovien moyen (Jurassique moyen)

Marnes - minerai de fer (partie principale)

Position secondaire

6 faciès :

- a) rouge violacé. Dureté < 5. Agrégats de sédiments fins, à éclat terreux, légèrement gras.
- b) Noir. Dureté < 5. Eclat très métallique. Texture fine et structure homogène.
- c) Rouge violacé. Dureté entre 5 et 7. Eclat terreux à légèrement gras. Quelques échantillons sont micassés.
- d) Violet. Dureté > 7. Eclat terreux. Lité et gréseux.
- e) Rouge à rouge violacé. Dureté < 5. Très gras, un peu métallique. Fin mais peu homogène.
- f) Rouge violacé. Dureté < 5. Texture très fine, argileux, homogène. Aspect mat en patine et un peu gras à la cassure. Présence de micas très fins.

PIG_0159**Pierre Morte**

Courry

j3

Callovien

Calcaire (couche des Assions ?)

Transformé à Pierremorte en oxydes de fer le long de la faille de la Ganière

Position primaire

7 faciès

- a) Roche à grains fins. Peu de quartz, peu de micas. Homogène, compétent, de couleur rouge.
- b) Filon de goethite.
- c) Hématite très compacte.
- d) Rouge argileux, tendre.
- e) Rouge. Dur. Reflets métalliques. Gréseux. Friable
- f) Rouge. Dur. Reflets métalliques. Homogène. Dense.
- g) Brun sombre. Dur. Terreux. Aimanté (magnétite ou maghémite).

PIG_0162

**Monteil 1**

Monclus
n4-5U ?

Barrémien inférieur-Crétacé

Calcaire à faciès urgonien non subdivisés
Altérite remplissant les fractures dans n4-5 U2
Position primaire ?

1 faciès

Faciès résiduel de l'altération du substrat. Très abrasif,
non colorant.

PIG_0163

**Monteil 2**

Monclus
n4-5 U2 ?

Barrémien inférieur-Crétacé

Calcaire à faciès urgonien non subdivisés
Altérite remplissant les fractures dans n4-5 U2
Position primaire ?

1 faciès

Friable, très fin, argileux et homogène et de couleur
brun orangé

PIG_0003

**Labastide-d'Engras**

Sortie à l'ouest

c2a

Cénomanien moyen (Crétacé sup.)

Calcaires argileux, série marneuse et cherts.

Position primaire

1 faciès

Goethite gréseuse litée

PIG_0198



PIG_0001

**Mézérac ou les Mines Fontcouverte**

Saint-Julien-de-Peyrolas

c2a et b

Cénomanien moyen (Crétacé sup.) Calcaires argileux, série marneuse et cherts.

Position primaire

1 faciès

Silt/grès ferrugineux, poreux, brun

**Mas Cavalle**

La Capelle et Masmolène

c2b

Cénomanien moyen (Crétacé sup.) Marno-calcaire grès Profil d'altération dans le Cénomanien moyen, cuirasse métallique position primaire**3 faciès**

- a) Hématite et goethite litées
- b) Hématite à reflets métalliques
- c) Hématite gréseuse

PIG_0013

**Cornillon**

Cornillon

c3c

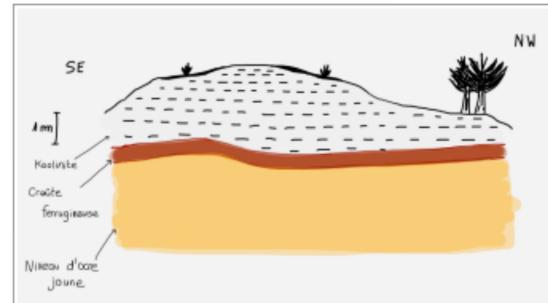
Turonien supérieur (Crétacé sup.) Grès et sables siliceux, argileux, ferrugineux ou ocreux.

Position primaire et sub-primaire

2 faciès

- Grès ferrugineux à hématite et goethite.
- Argile ferrugineuse. Très friable, poudreuse.

PIG_0164

**Mine d'ocre**

Saint-Laurent-la-Vernède

c3c

Turonien supérieur (Crétacé sup.) Grès et sables siliceux, argileux, ferrugineux ou ocreux.

Position primaire et sub-primaire

4 faciès

- Encroûtement multi-couches. Alternance de niveaux d'hématite et de goethite. Présence de quartz.
 - Grès siliceux jaune. Micas blanc, quartz, goethite.
 - Couleur violacée, grains fins. Homogène en couleur et en texture. Quartz fins et gradient de micas blancs.
 - Géseux, hétérogène en couleur et en structure (zone à concentration d'hématite).
- Présence de quartz et de quelques petits micas.

PIG_0039

**Vénéjan**

Vénéjan sud

c5a

Santonien (Crétacé sup.) Grès ferrugineux et argiles à goethite et kaolinite.

Position secondaire

1 faciès

Encroûtement goethitique multi-couches très gréseux

PIG_0201

**Dôme de Sarsin**

Connaux

Barrémien sup. (Crétacé inf.) - Faciès Urgonien. formation résiduelle : fragments d'altérite sur calcaire urgonien

Sub-primaire

3 faciès

1/ Encroûtement goethitique multi-couches très gréseux

2/ Concrétion scoriacée multicouche polymétallique

3/ Concrétion ferrugineuse riche hématite et minéraux argileux

PIG_0196

**Fougeras**

Dions

Paléocène et Eocène inférieur

e1-4 Sables rouges, grès, marnes rutilantes primaire

4 faciès

1/ grès ferrugineux (hématite)

2/ grès ferrugineux (goethite)

3/ galets (au sommet) riches en hématite

4/ sables non cohésifs rouges à jaunes

PIG_0183

**La Rousse**

Gravières

Bajocien sup. Calcaire à entroques des Buissières-
Calcaire de la Rousse
Rouge à jaune
Par veines en remplissage de fractures +- concentré en
fer. Glauconite observée ponctuellement.

PIG_0187

**Cimetière des Vans**

Les Vans

Bajocien sup. Calcaire à entroques des Buissières
Position primaire

1 faciès
Calcaire à entroques peu ferruginisé par passées.

PIG_0194

**Foncouverte**

Baron

Cénomanien-Turonien

Cuirasse d'altération dans les fissures du calcaire
Rouge et jaune
concrétions polymétalliques scoriacées, multicouches
emballées dans une argile d'altération du clacaire à rudistes

PIG_0178

**Aiguèze**

Aiguèze

Eocène

Ludien basal marnes versicolores à gypse, marnes sableuses
Position allochtone
Fragments roulés de concrétions ferrugineuses, dents de requin ferruginisées, altérite (argile ferrugineuse).

PIG_0051

**Rieussec - Fabrègue**

Vagnas
c3b-c

Turonien moyen ? (Crétacé sup.) Sables à lignites, calcaires, marnes à huîtres.

Turonien moyen à supérieur à faciès ucétien.

Aux environs de Salavas, alternance irrégulière de bancs sableux bigarrés et d'argiles versicolores à nodules pyriteux et lignites.

Position secondaire

13 faciès

croncrétions +- gréseuses riches en hématite

Galets roulés ferrugineux riches en hématite

Grès micacés ferrugineux (hématite)

Concrétions métalliques multicouches scoriacées

PIG_0163

**La Tuilière et Loumet**

Salavas

c3b-c

Turonien moyen ? (Crétacé sup.)

Sables à lignites, calcaires, marnes à huîtres.

Turonien moyen à supérieur à faciès ucétien.

Aux environs de Salavas, alternance irrégulière de bancs sableux bigarrés et d'argiles versicolores à nodules pyriteux et lignites.

poudingues.

Position secondaire

8 faciès

a) Faciès gréseux à grains fins, extrêmement micassé.

b) Concrétions multi-couches, jaunes, noires et rouges.

Les niveaux noirs sont riches en quartz, et les niveaux jaunes en contiennent peu.

c) Homogène, fin et riche en hématite. Polymétallique à la casse. Un peu de goethite en surface.

d) Grès grossier partiellement ferruginisé, avec hématite et goethite.

e) Grès homogène à granulométrie moyenne. Ciment hématitique.

f) Argilite hématitique, homogène, très fins. Gradient de micas: de pas du tout de micas à très micassé.

g) Concrétions ferrugineuses multi-couches (« mille-feuille ») riche en hématite avec quelques lits de goethite noire. Lits d'hématite argileuse violacée tendre (grasse).

h) Granulométrie très fine. Très tâchant (argiles fines). Pas de quartz. Rouge intense, avec tâches jaunes très nettes. Pas de micas. Texturalement très homogène.

ANNEXE 5 – fiches standards et description du macro- au microscopique

Fiche pétrologique – observations à l'échelle macro- et mésoscopique

Nom de l'échantillon : BEAUREGARD – YONNE- HETTANGIEN

Opérateur : HS

Validée par : EC

Date : 02/2018

Date : 02/2018

fiche validée

***Couleur(s) géomatière (3 maximum) :**

Rouge Bordeaux Violet Orange Jaune Brun Noir Blanc Autren

***Couleur trace (poudre) :** Rouge Bordeaux Violet Orangé Jaune Brun Noir

Blanc

Commentaire couleurs : zoné

***Éclat :** Métallique Mat Gras **Commentaires :** variable _____

***Dureté :** Tendre (rayé à l'ongle) Moyen (raie 5cts) Dur (raie acier/Opinel)

Commentaires : partiellement silicifié, surface tendre, interne dur

***Cassure :** Conchoïdale En plans Irrégulière

Commentaires :

***Cohésion :** Meuble Moyen X Cohésif X **Commentaires :** externe moyen, interne résistant à très résistant _____

***Structure :** Orientée (nature de l'orientation) Massive Fibroradiée Autre (préciser)

Commentaires : induration par zones _____

***Fractures :** Aucune Fissures sans remplissage Veine/ veinule (taille)

orientation, taille, nature minéralogique du remplissage

***Porosité :** taille des pores, abondance, répartition dans la roche, nature du remplissage des pores
oui (préciser) non méso-macropores, 40 %, distribution homogène, tapissage ou remplissage partiel avec hématite, un peu manganèse et minéraux argileux

***Composition 1 : minéraux chromogènes (description/morphologie/abondance)**

Hématite Goethite Autre minéral riche en Fer Ox Manganèse Autres (préciser)

Description : rare oxyde de manganèse secondaire

***Composition 2 : description des inclusions reconnaissables (grains) :**

minéraux id_hématite cristalline_taille/_tri/_abondance/_arr/sphér /distribution

ciment/substitution

id_quartz_taille_arénite_tri_isolés_abondance_<5 %_arr/sphér arr/ang distribution_isolé

id_fer natif_taille/_tri/_abondance/_arr/sphér /distribution_ponctuel

id_fluorite_taille_100-200µm_tri_isolé_abondance_<5 %_arr/sphér /distribution_ponctuel

id_baryte_taille_100-200µm_tri_isolé_abondance_<5 %_arr/sphér /distribution_ponctuel

bioclastes id entroques taille variable tri mauvais abondance 60 % arr/sph arr/sph distribution homogène

Commentaire : état de conservation/orientation des grains, répartition dans la roche les carbonates ont été dissous. L'hématite a remplacé les carbonates dans les fossiles : architecture conservée. Plus de carbonate.

***Contacts entre les grains :** Absents Ponctuels Longs/concavo-convexes Irréguliers

Commentaires : _____

***Composition 3 : liant entre les grains(nom/proportion)**

Siliceux Carbonaté Argileux Ferrugineux Manganeux

Commentaires : ferrugineux omniprésent : hématite, rares zones silicifiées

Description sommaire de la géomatière : nom de la roche

calcaire à entroques ferruginisé, altéré par des fluides hydrothermaux (fer natif, fluorite et barytine)

fiche à vérifier

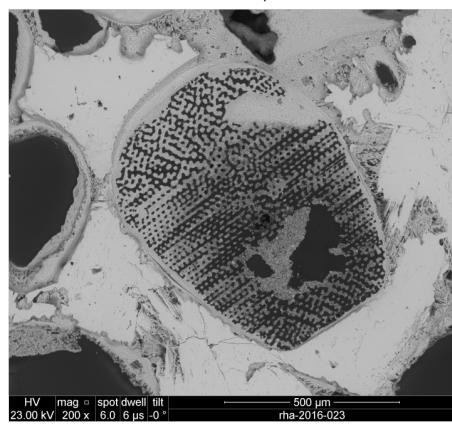
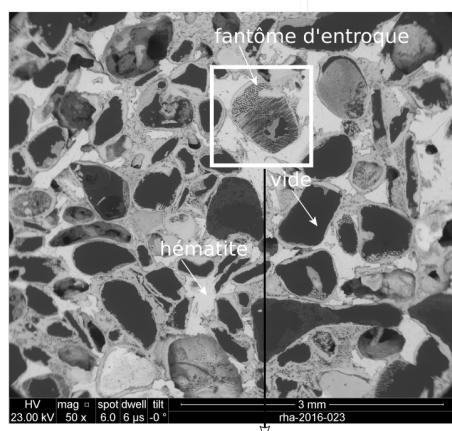
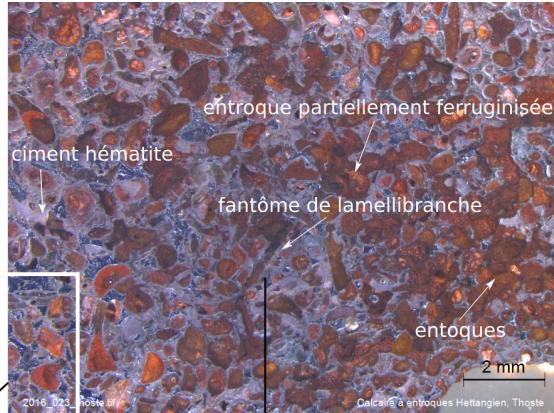
Beauregard-Thoste - calcaire ferruginisé

Fragment d'hématite pseudomorphosant un calcaire à entroques, Hettangien, Yonne. Ancien calcaire biogénique (wackstone-packstone dominé par les entroques) dont les bioclastes ont été roulés. Faciès où les carbonates ont été dissous. Habitus sans forme particulière. Surface peu résistante. Cristaux gris métalliques et négatifs d'organismes benthiques (entroques) visibles à l'oeil nu. Ces négatifs sont vides, tapissés d'oxydes de fer et de manganèse.

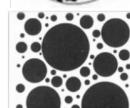


Coupe polie faisant apparaître différents types de grains dont l'architecture a été remplacée par des oxydes de fer: lamellibranches, articles de crinoïdes, rares grains de quartz. Pas de carbonate

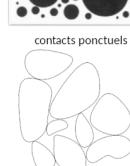
ciment: hématite et peu minéraux argileux (tapissage des pores).



Granulométrie : 60% grains



Classement : mauvais
comprise entre 100 et 500 μm



Distribution : intermédiaire

Micrographie MEB en imagerie chimique.
Fantôme d'entroque, vêtu d'oxyde de fer et emballé dans un ciment d'hématite (2 générations de ciment).

© H. Salomon et C. Chanteraud

Fiche pétrologique – observations à l'échelle macro- et mésoscopique**Nom de l'échantillon : 2016-007 faciès D BORDEZAC – GARD**

Opérateur : CC

Validée par : HS

Date : 02/2018

Date : 02/2018

fiche validée ***Couleur(s) géomatière (3 maximum) :**Rouge Bordeaux Violet Orange Jaune Brun Noir Blanc Autren ***Couleur trace (poudre) :** Rouge Bordeaux Violet Orangé Jaune Brun Noir Blanc **Commentaire couleurs :** uniforme***Éclat :** Métallique Mat Gras **Commentaires :*****Dureté :** Tendre (rayé à l'ongle) Moyen (raie 5cts) Dur (raie acier/Opinel)**Commentaires :** surface tendre, cœur très dur (contient de grains de quartz)***Cassure :** Conchoïdale En plans Irrégulière **Commentaires :*****Cohésion :** Meuble Moyen Cohésif **Commentaires :** surface pulvérulente, cœur très résistant***Structure :** Orientée (nature de l'orientation) Massive Fibroradiée Autre (préciser)**Commentaires :** habitus : rognon, couches superposées d'hématite***Fractures :** Aucune Fissures sans remplissage Veine/ veinule (taille)

orientation, taille, nature minéralogique du remplissage pas orientation

Porosité :** taille des pores, abondance, répartition dans la roche, nature du remplissage des pores oui (préciser) non non visibleComposition 1 : minéraux chromogènes (description/morphologie/abondance)**Hématite Goethite Autre minéral riche en Fer Ox Manganèse Autres (préciser)**Description :** rouge à violacée au centre***Composition 2 : description des inclusions reconnaissables (grains) :**

minéraux id_quartz taille <100µm tri_intermédiaire abondance 5 %

arr/sphér_ang/sph_distribution long des fissures

id feldspaths taille 200µm tri_abondance <5 % arr/sphér_plaquettes_distribution fissures

id Xénotime taille 5µm tri_abondance <1 % arr/sphér/_distribution fissures

Commentaire : état de conservation/orientation des grains, répartition dans la roche grains de quartz, entre la gamme des arénites et des siltites, brillants de tri intermédiaire anguleux sphériques répartis le plus souvent le long des fissures, ponctuellement observation de grains isolés. Xénotime (PY + terres rares : Yb)***Contacts entre les grains :** Absents Ponctuels Longs/concavo-convexes Irréguliers **Commentaires :*****Composition 3 : liant entre les grains(nom/proportion)**Siliceux Carbonaté Argileux Ferrugineux Manganeux **Commentaires :** hématite de densité variable : nano à micro-porosité**Description sommaire de la géomatière : nom de la roche**

Minéralisation hydrothermale dans un banc de grès arkosique, c'est-à-dire dans une roche sédimentaire détritique terrigène composée de quartz (jusqu'à 60%) de feldspaths (au moins 25%), avec un ciment surtout composé d'argiles (Foucault et al. 2009). Ici, on retrouve dans la veine le matériel de la roche encaissante qui est légèrement stratifiée. Le faciès D est le plus compact des trois faciès reconnus + roche encaissante (A)

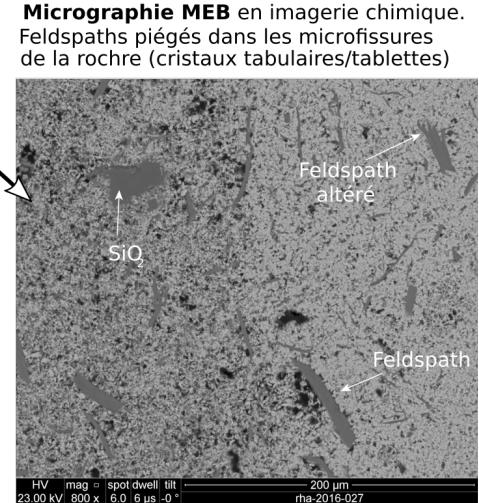
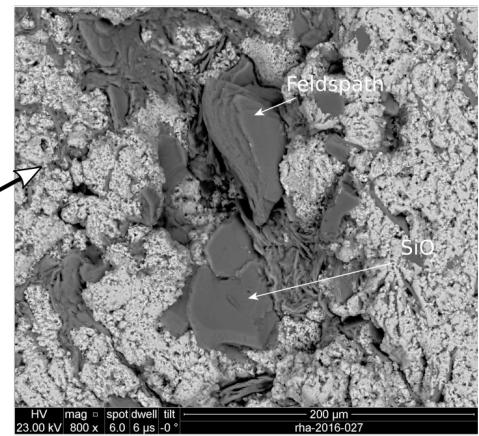
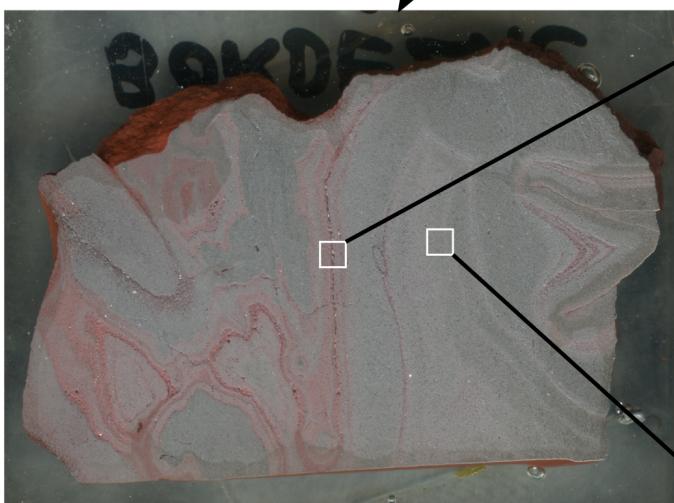
fiche à vérifier

Bordezac

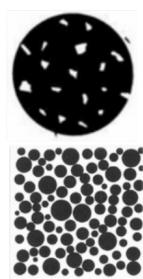
Fragment de veine riche en hématite. Habitus en rognon ou plaquettes. Extérieur pulvérulent, tachant. Partie interne très compacte et résistante. La veine coupe la roche encaissante (arkose). Partie centrale plus riche en fer et diffusion du fer dans la roche encaissante (aux épontes). Les fluides hydrothermaux imprègnent la roche arkosique et altèrent les minéraux (quartz et feldspaths).

Roche encaissante bancs de grès arkosique du Trias, c'est-à-dire un grès avec env. 25% de feldspaths résultant de l'arénitisation

ciment : surtout argiles peu évoluées

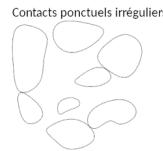


Coupe polie : hématite, grains de quartz flottants et fractures riches en feldspaths. Les alternances de gris métallique et de rouge traduisent la compacité variable de la matière : lorsque la roche est poreuse, elle apparaît rouge, lorsque la matière est compacte, le polissage la fait apparaître gris métallique à reflets rouges-violacés. La différence de compacité fait apparaître des lits irréguliers résultant de l'apport d'oxydes de fer dans l'encaissant



Granulométrie :

5% grains de quartz
et ~ 5% feldspaths



Classement : bon à très bon - taille des grains de quartz <100µm, feldspaths environ 100µm

Distribution : irrégulière, surtout dans les fissures

Tablettes de feldspaths ponctuels, plus ou moins altérés

Fiche pétrologique – observations à l'échelle macro- et mésoscopique**Nom de l'échantillon : 2016-021 HUY GARE – BELGIQUE - FAMENNIEN**

Opérateur : HS

Validée par : EG

Date : 02/2018

Date : 02/2018

fiche validée ***Couleur(s) géomatière (3 maximum) :**Rouge Bordeaux Violet Orange Jaune Brun Noir Blanc Autren ***Couleur trace (poudre) :** Rouge Bordeaux Violet Orangé Jaune Brun Noir Blanc **Commentaire couleurs :** uniforme***Éclat :** Métallique Mat Gras **Commentaires :*****Dureté :** Tendre (rayé à l'ongle) Moyen (raie 5cts) Dur (raie acier/Opinel)**Commentaires :** les oolithes sont plus dures que le ciment/matrice***Cassure :** Conchoïdale En plans Irrégulière **Commentaires :*****Cohésion :** Meuble Moyen Cohésif **Commentaires :*****Structure :** Orientée (nature de l'orientation) Massive Fibroradiée Autre (préciser)**Commentaires :** par zones, orientation des grains***Fractures :** Aucune Fissures sans remplissage Veine/ veinule (taille)

orientation, taille, nature minéralogique du remplissage pas orientation, rempli. hématite, calcite

***Porosité :** taille des pores, abondance, répartition dans la roche, nature du remplissage des pores
oui (préciser) non non visible***Composition 1 : minéraux chromogènes (description/morphologie/abondance)**Hématite Goethite Autre minéral riche en Fer Ox Manganèse Autres (préciser)**Description :*****Composition 2 : description des inclusions reconnaissables (grains) :**fgt roches id grès taille_1mm tri_isolés abondance rares arr/sphér_arr/allongé_distribution_isolés
intraclaste : grès Feminéraux id_calcite taille tri abondance arr/sphér distribution
id chlorite taille tri abondance arr/sphér distribution

id dolomite taille tri abondance arr/sphér distribution

bioclastes id_entroques taille tri mauvais abondance 10 % distribution_hétérogène
id taille tri abondance distribution

id taille tri abondance distribution

ooïdes id ooïdes ++taille variable mm_tri_mauvais_abondance 60 % arr/sphér_variable_

distribution_mauvaise

Commentaire : état de conservation/orientation des grains, répartition dans la roche bioclastes partiellement ferruginisés, roulés, revêtus, ooïdes : spastolithes, oncoïdes, pseudo-oolithes, pelloïdes***Contacts entre les grains :** Absents Ponctuels Longs/concavo-convexes Irréguliers **Commentaires :** grains déformés***Composition 3 : liant entre les grains(nom/proportion)**Siliceux Carbonaté Argileux Ferrugineux Manganeux **Commentaires :** ciment : hématite, chlorite, sidérite, dolomite, matrice : siliciclastique, carbonatée**Description sommaire de la géomatière : nom de la roche**

hématite oolithique du Famennien au toit des schistes famenniens – formation d'Hodimont, faciès proximal

fiche à vérifier

Huy - oolithe ferrugineuse

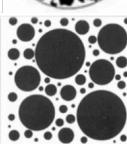
Hématite oolithique - groupe des schistes du Famennien, Belgique.

Grainstone ferrifère oolithique - Formation d'Hodimont
Habitus en plaques à cassure irrégulière. Surface peu résistante. Oolites visibles à l'oeil nu.

Facès mixte oolithique-pseudo-oolithique avec ooïde hématitiques (dominants), grains allongés et revêtus imprégnés d'hématite. Oolites ellipsoïdales dont le grand axe est orienté satiststiquement.



Granulométrie : 60% grains

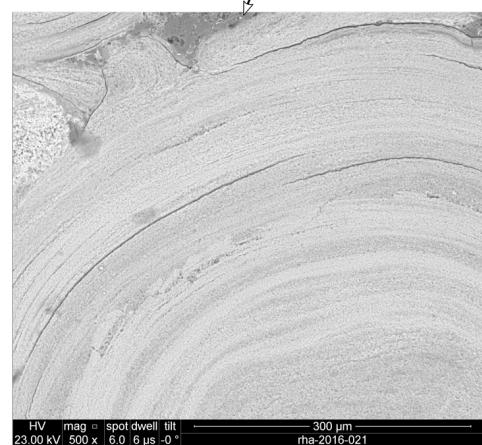
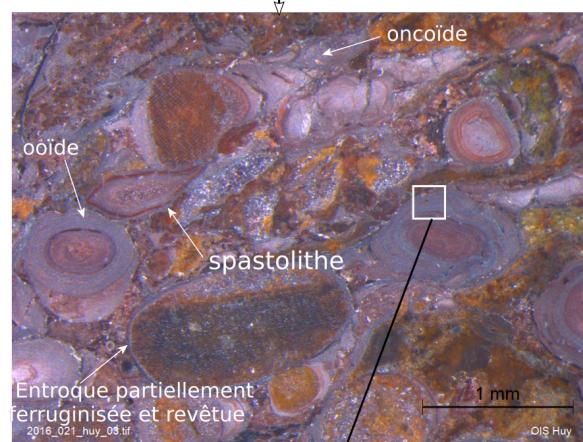
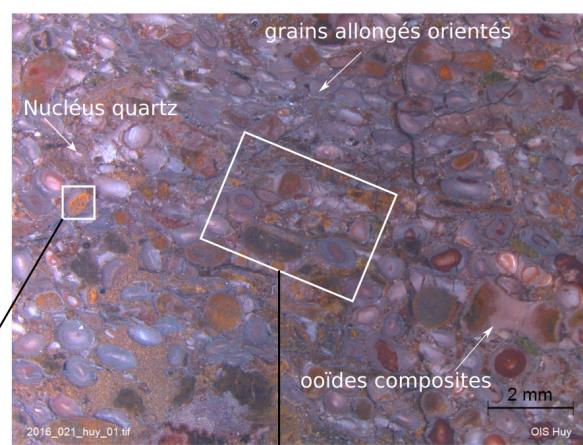


Classement : mauvais
comprise entre 200 et 400 µm

Distribution : hétérogène

Coupe polie faisant apparaître différents types d'ooïdes vêtus : ooïdes, spastolithes, ooïdes composites ooïdes superficielles sur pelloïdes, bioclastes, oncoïdes ferruginisés, grains squelettiques compactés

ciment : hématite, chlorite, sidérite, dolomite, calcite Fe
matrice : siliciclastique, carbonate



© H. Salomon et C. Chanteraud

Fiche pétrologique – observations à l'échelle macro- et mésoscopique**Nom de l'échantillon : PIERREMORTE – GARD- CALOVIEN (probablement)**

Opérateur : HS

Validée par : EG

Date : 02/2018

Date : 02/2018

fiche validée x

Couleur(s) géomatière (3 maximum) :**Rouge Bordeaux Violet Orange Jaune Brun Noir Blanc Autren ***Couleur trace (poudre) :** Rouge Bordeaux Violet Orangé Jaune Brun Noir Blanc **Commentaire couleurs :** zonéÉclat :** Métallique Mat Gras **Commentaires :** _____***Dureté :** Tendre (rayé à l'ongle) Moyen (raie 5cts) Dur (raie acier/Opinel)**Commentaires :** partiellement silicifié, surface tendre, interne dur***Cassure :** Conchoïdale En plans Irrégulière **Commentaires :** _____***Cohésion :** Meuble Moyen X Cohésif X **Commentaires :** externe moyen, interne résistant***Structure :** Orientée (nature de l'orientation) Massive Fibroradiée Autre (préciser)**Commentaires :** colorantions par zones, lits horizontaux // banc calcaire***Fractures :** Aucune Fissures sans remplissage Veine/ veinule (taille)

orientation, taille, nature minéralogique du remplissage hématite,

***Porosité :** taille des pores, abondance, répartition dans la roche, nature du remplissage des pores
oui (préciser) non non visibles***Composition 1 : minéraux chromogènes (description/morphologie/abondance)**Hématite Goethite Autre minéral riche en Fer Ox Manganèse Autres (préciser)**Description :** imprégnation du calcaire et ferruginisation des fossiles, revêtement surface et remplissage de fissure***Composition 2 : description des inclusions reconnaissables (grains) :**

minéraux id quartz taille arénite tri isolés abondance <5 % arr/sphér arr/ang distribution isolé

bioclastes id entroques taille variable tri mauvais abondance 60 % arr/sph arr/sph distribution homogène

id lamellibranches taille variable tri mauvais abondance 7-10 % arr/sph arr/sph distribution hétérogène

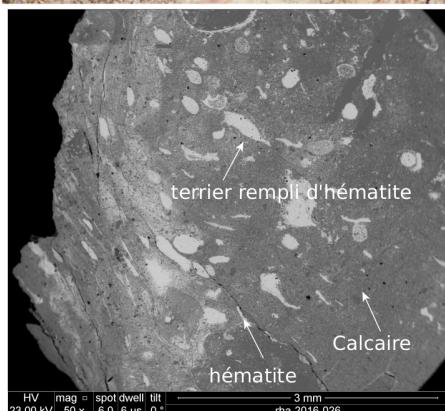
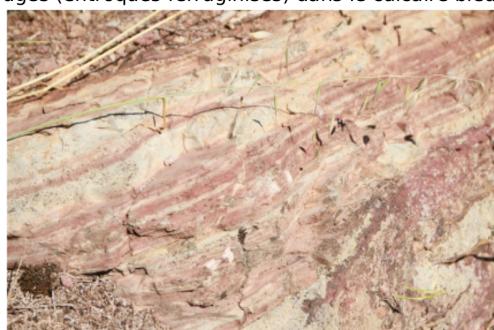
Commentaire : état de conservation/orientation des grains, répartition dans la roche les carbonates ont été dissous. L'hématite a remplacé les carbonates dans les fossiles : architecture conservée. Plus de carbonate.***Contacts entre les grains :** Absents Ponctuels Longs/concavo-convexes Irréguliers **Commentaires :** _____***Composition 3 : liant entre les grains(nom/proportion)**Siliceux Carbonaté Argileux Ferrugineux Manganeux **Commentaires :** imprégnation de la matrice par les oxydes de fer**Description sommaire de la géomatière : nom de la roche**

calcaire à entroques ferruginisé, altéré par pédogenèse et probablement des fluides hydrothermaux le long de la faille de Gagnière.

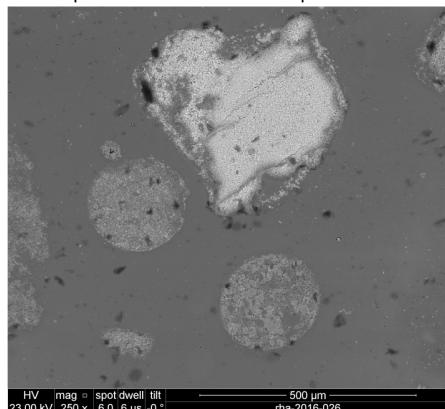
fiche à vérifier

Pierremorte-Courry - calcaire ferruginisé

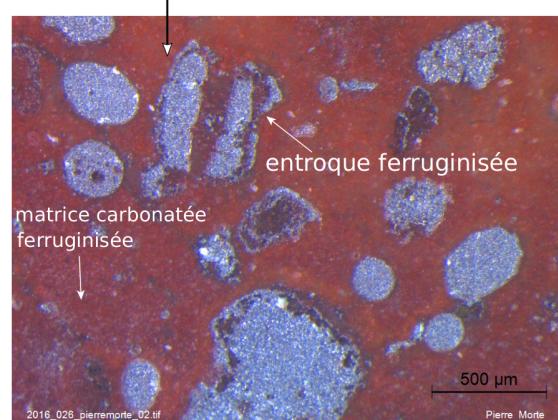
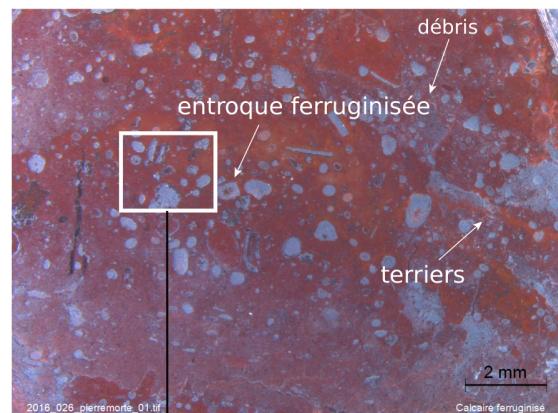
Fragment de calcaire feruginisé à entroques
Calovien, Gard.
Faciès variable selon le degré d'imprégnation
des oxydes de fer dans le calcaire
Roche résistance, parcourue de veine d'hématite
Les organismes benthiques sont difficiles à voir à l'œil
nu. Ils apparaissent sous forme de mouchetures
rouges (entroques ferruginisées) dans le calcaire bleuté.



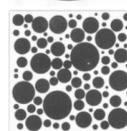
Micrographie MEB en imagerie chimique.
Organismes benthiques ferruginisés
matrice calcaire +- imprégnée d'oxyde de fer
fissure partiellement comblée par l'hématite



Coupe polie faisant apparaître différents types de grains
dont l'architecture a été remplacée par des oxydes de fer:
entroques principalement et spicules d'éponge.
L'architecture interne des entroques n'est pas conservée.
Les entroques sont inégalement ferruginisées. La matrice
carbonatée est irrégulièrement imprégnée d'oxydes de fer.



Granulométrie : 7-10% grains



Classement : intermédiaire



Distribution : irrégulière

Fiche pétrologique – observations à l'échelle macro- et mésoscopique

Nom de l'échantillon : PIERRERUE – HERAULT- JURASSIQUE MOYEN

Opérateur : HS

Validée par : EC

Date : 02/2018

Date : 02/2018

fiche validée x

***Couleur(s) géomatière (3 maximum) :**

Rouge Bordeaux Violet Orange Jaune Brun Noir Blanc Autren

***Couleur trace (poudre) :** Rouge Bordeaux Violet Orangé Jaune Brun Noir Blanc

Commentaire couleurs : zoné

***Éclat :** Métallique Mat Gras **Commentaires :** variable _____

***Dureté :** Tendre (rayé à l'ongle) Moyen (raie 5cts) Dur (raie acier/Opinel)

Commentaires : silicifié

***Cassure :** Conchoïdale En plans Irrégulière

Commentaires : _____

***Cohésion :** Meuble Moyen Cohésif **Commentaires :** zones _____

***Structure :** Orientée (nature de l'orientation) Massive Fibroradiée Autre (préciser)

Commentaires : _____par zones silicifications (induration)

***Fractures :** Aucune Fissures sans remplissage Veine/ veinule (taille)

orientation, taille, nature minéralogique du remplissage divers Al_2O_3 + calcite + kaolinite

***Porosité :** taille des pores, abondance, répartition dans la roche, nature du remplissage des pores
oui (préciser) non non visible

***Composition 1 : minéraux chromogènes (description/morphologie/abondance)**

Hématite Goethite Autre minéral riche en Fer Ox Manganèse Autres (préciser)

Description : surtout hématite sous forme de pisolithes irréguliers

***Composition 2 : description des inclusions reconnaissables (grains) :**

minéraux id kaolinite taille / tri / abondance / arr/sphér / distribution zonée

id calcite taille / tri / abondance / arr/sphér / distribution zonée

id Al_2O_3 taille / tri / abondance / arr/sphér / distribution zonée

Commentaire : état de conservation/orientation des grains, répartition dans la roche

principalement en remplissage de fracture

***Contacts entre les grains :** Absents Ponctuels Longs/concavo-convexes Irréguliers

Commentaires : pas de grain visible _____

***Composition 3 : liant entre les grains(nom/proportion)**

Siliceux Carbonaté Argileux Ferrugineux Manganeux

Commentaires : matrice siliciclastique + argilo-ferrugineux + alumine

Description sommaire de la géomatière : nom de la roche

bauxite de l'Hérault, silicifiée, ferruginisée, très altérée (présence de kaolinite). Les oxydes de fer se présentent souvent en pisolithes irréguliers.

fiche à vérifier

Pierrerue - Bauxite - Jurassique moyen

Fragment de bauxite, de Pierrerue, Hérault.

Habitus sans forme particulière, à cassure irrégulière à planaire. Résistante variable. Pisolithes ferrugineux visibles à l'oeil nu. On distingue des taches argilo-ferriques, des taches argileuses (kaolinite) et des taches ferrugineuses (rouges) emballées dans des argiles ferrugineuses.

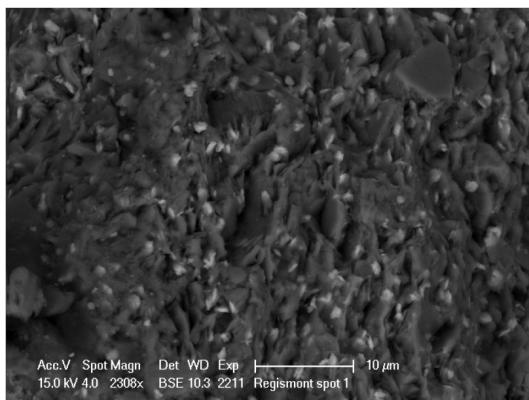
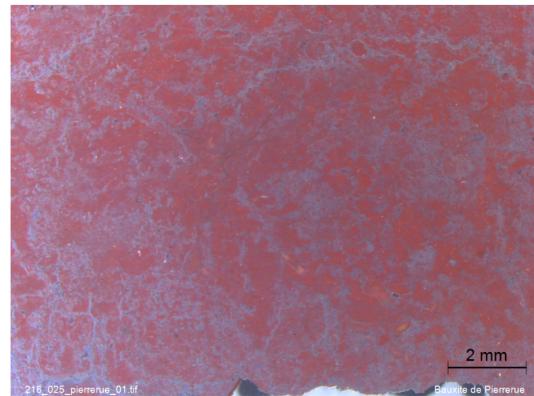
Hématite dominante, zones riches en goethite jaune.



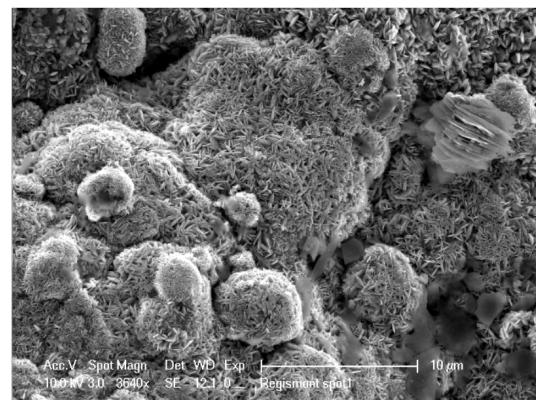
Coupe polie faisant apparaître des zones riches en hématite (gris métallique) et en argile riche en aluminium ferrugineuse rouge.

En périphérie, des vermicules en accordéons de kaolinite (blancs)

matrice : ferrugineuse, alumineuse, argileuse



Micrographie MEB en imagerie chimique.
Grains de fer (blancs) dans la matrice alumineuse (sombre).



Micrographie MEB en électron secondaire.
Pelotes d'hématite en plaquettes hexagonales en vermicule de kaolinite (à droite)

Granulométrie : pas de grain

Fiche pétrologique – observations à l'échelle macro- et mésoscopique

Nom de l'échantillon : ROUSSILLON – VAUCLUSE - CENOMANIEN

Opérateur : HS

Validée par : EC

Date : 02/2018

Date : 02/2018

fiche validée x

***Couleur(s) géomatière (3 maximum) :**

Rouge Bordeaux Violet Orange Jaune Brun Noir Blanc Autren

***Couleur trace (poudre) :** Rouge Bordeaux Violet Orangé Jaune Brun Noir Blanc

Commentaire couleurs : uniforme

***Éclat :** Métallique Mat Gras **Commentaires :** _____

***Dureté :** Tendre (rayé à l'ongle) Moyen (raie 5cts) Dur (raie acier/Opinel)

Commentaires : grains de quartz

***Cassure :** Conchoïdale En plans Irrégulière

Commentaires : _____

***Cohésion :** Meuble Moyen Cohésif **Commentaires :** zones _____

***Structure :** Orientée (nature de l'orientation) Massive Fibroradiée Autre (préciser)

Commentaires : par zones, concrétion indurée (métalliques)

***Fractures :** Aucune Fissures sans remplissage Veine/ veinule (taille)

orientation, taille, nature minéralogique du remplissage

***Porosité :** taille des pores, abondance, répartition dans la roche, nature du remplissage des pores
oui (préciser) non micro à méso poreux

***Composition 1 : minéraux chromogènes (description/morphologie/abondance)**

Hématite Goethite Autre minéral riche en Fer Ox Manganèse Autres (préciser)

Description : surtout hématite, mêlée à la kaolinite, pas possible de distinguer, rares grains _____

***Composition 2 : description des inclusions reconnaissables (grains) :**

minéraux id quartz taille 200-400µm tri bon abondance 60% arr/sphér arr/ang/sph distribution homogène

Commentaire : état de conservation/orientation des grains, répartition dans la roche quartz plus ou moins altérés, fissurés, golfs de dissolution, certains éclatés colonisés par des oxydes de fer

***Contacts entre les grains :** Absents Ponctuels Longs/concavo-convexes Irréguliers

Commentaires : _____

***Composition 3 : liant entre les grains (nom/proportion)**

Siliceux Carbonaté Argileux Ferrugineux Manganeux

Commentaires : ciment : hématite (goethite) mêlée à la kaolinite

Description sommaire de la géomatière : nom de la roche

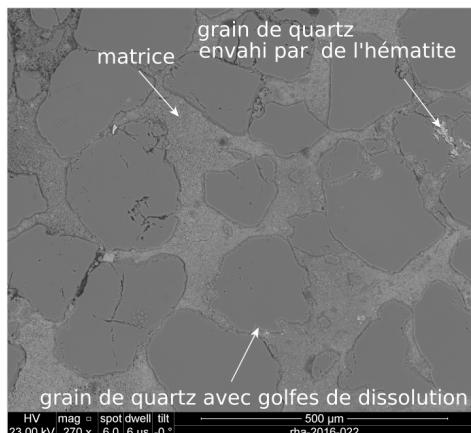
grès argilo-ferrugineux. Altérite d'un sable-grès glauconieux marin du Cénomanien (c1). Cuirasse au sommet du profil pédologique.

fiche à vérifier

Ocre - Roussillon

Fragment de cuirasse prélevé au sommet de la séquence des ocres de Roussillon.

Grès glauconieux altéré - dont l'altération est poussée car il ne reste plus de glauconite. La cuirasse est riche en hématite (rouge) et grains de quartz altérés, avec quelques zones de goethite (jaune). Les oxydes et hydroxydes de fer sont le plus souvent mêlés à la kaolinite, en concentrations variables (zonations sombres d'aspect cuirassé et métallique).

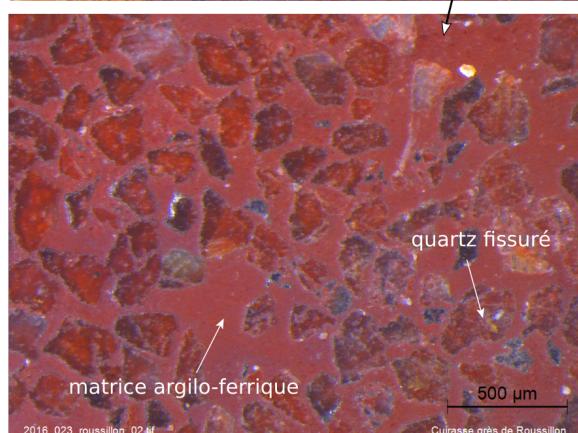
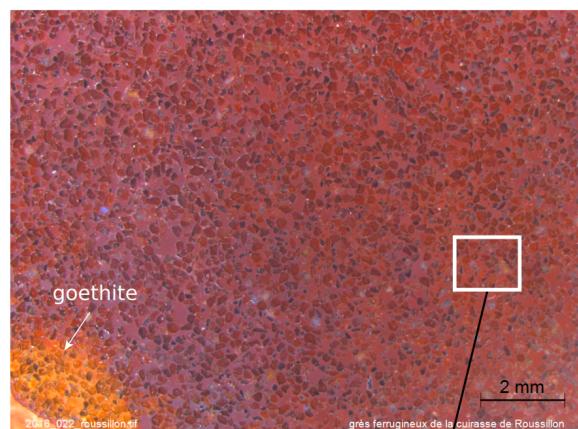


Micrographie MEB en imagerie chimique.
Grains de quartz plus ou moins corrodés
Matrice faite d'un mélange de kaolinite et d'hématite.
Quelques grains d'hématite (blancs sur le cliché).

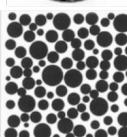
Matière peu cohésive (les grains se détachent à l'ongle) et très colorante : les sachets sont fortement tachés

Coupe polie faisant apparaître les grains de quartz plus ou moins corrodés, fissurés et colonisés par l'argile ferrugineuse et des oxydes de fer.

matrice : argilo-ferrique - hématite (goethite) et kaolinite
grains : quartz

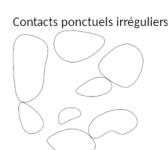


Granulométrie : 50% grains de quartz



Classement : bon à très bon - taille des grains comprise entre 200 et 400 µm

Distribution : homogène



ANNEXE 6 – Analyses ICP des standards

| No CRPG | 1808186 PIG-2016-025 Pierre rive Bauxite | 1808187 PIG-2016-023 Beauregard calcaire à entroque | 1808188 PIG-2016-024 Fontenaille grès ferrugineux | 1808189 PIG-2016-027 Bordezac filon | 1808190 PIG-2016-026 Pierre Morte calcaire | 1808191 PIG-2016-021 Huy fer oolithique | 1808192 PIG-2016-022 Roussillon Ocre | | |
|--------------------------------|---|--|--|--|---|--|---|--------------|-------------|
| SiO ₂ | % | 24.79 | 8.51 | 33.75 | 13.56 | 5.21 | 7.32 | 31.48 | |
| Al ₂ O ₃ | % | 21.12 | 2.48 | 0.89 | 6.73 | 2.28 | 3.02 | 8.09 | |
| Fe ₂ O ₃ | % | 41.99 | 75.94 | 55.18 | 74.79 | 35.92 | 41.16 | 52.88 | |
| MnO | % | 0.022 | 2.82 | 0.018 | 0.083 | 0.24 | 0.24 | 0.01125 | |
| MgO | % | 0.06 | 0.07 | 0.0225 | 0.34 | 0.47 | 0.65 | 0.02 | |
| CaO | % | 0.21 | 1.54 | 0.08 | 0.07 | 29.58 | 24.42 | 0.0225 | |
| Na ₂ O | % | 0.02 | 0.015 | 0.015 | 0.015 | 0.03 | 0.03 | 0.015 | |
| K ₂ O | % | 0.09 | 0.32 | 0.02 | 1.96 | 0.48 | 0.64 | 0.06 | |
| TiO ₂ | % | 1.03 | 0.10 | 0.057 | 0.18 | 0.081 | 0.11 | 0.23 | |
| P ₂ O ₅ | % | 0.10 | 0.46 | 0.14 | 0.14 | 0.060 | 0.26 | 0.56 | |
| PF | % | 9.20 | 5.66 | 8.60 | 2.30 | 24.93 | 21.06 | 5.92 | |
| Total | % | 98.63 | 97.90 | 98.74 | 100.14 | 99.27 | 98.91 | 99.23 | |
| CO ₂ total | (%) | | 0.31 | 1.57 | 1.30 | 21.68 | 18.69 | 0.67 | |
| H ₂ O total | (%) | | 8.83 | 4.01 | 8.00 | 2.15 | 1.34 | 1.65 | |
| FeO | (%) | | 0.18 | ND | 0.41 | 0.53 | 0.54 | 0.20 | |
| S total | (%) | | 0.01 | 0.23 | 0.02 | 0.02 | 0.03 | 0.02 | |
| N° Atomique | | | | | | | | | |
| Be | µg/g | 4 | 3.08 | 4.98 | 1.68 | 8.59 | 4.21 | 4.33 | 1.71 |
| Sc | µg/g | 21 | 41.74 | 4.05 | 13.44 | 11.86 | 2.95 | 4.38 | 27.70 |
| V | µg/g | 23 | 689 | 831 | 56.0 | 192 | 169 | 213 | 1060 |
| Cr | µg/g | 24 | 373 | 71.0 | 81.6 | 31.6 | 16.3 | 27.0 | 1213 |
| Co | µg/g | 27 | 17.5 | 46.5 | 3.02 | 8.72 | 0.79 | 3.28 | 5.44 |
| Ni | µg/g | 28 | 53.6 | 77.1 | 15.1 | 21.0 | 27.7 | 32.3 | 22.2 |
| Cu | µg/g | 29 | 16.5 | 46.3 | 11.5 | 1.5 | 2.2 | 5.4 | 9.0 |
| Zn | µg/g | 30 | 106 | 252 | 51.7 | 27.7 | 50.2 | 45.2 | 35.2 |
| Ga | µg/g | 31 | 49.4 | 3.77 | 2.80 | 9.91 | 3.00 | 4.22 | 34.8 |
| Ge | µg/g | 32 | 5.80 | 19.9 | 1.01 | 5.87 | 5.95 | 6.02 | 2.43 |
| As | µg/g | 33 | 86.2 | 507 | 65.1 | 49.4 | 15.8 | 20.4 | 90.4 |
| Rb | µg/g | 37 | 4.28 | 34.1 | 1.34 | 72.2 | 27.1 | 33.9 | 1.01 |
| Sr | µg/g | 38 | 95.3 | 76.4 | 14.3 | 74.8 | 111 | 92.7 | 90.9 |
| Y | µg/g | 39 | 22.0 | 25.1 | 15.7 | 27.3 | 15.4 | 24.1 | 13.2 |
| Zr | µg/g | 40 | 309 | 54.8 | 55.5 | 81.7 | 14.6 | 30.5 | 241 |
| Nb | µg/g | 41 | 19.4 | 3.39 | 1.32 | 4.71 | 1.99 | 3.87 | 7.59 |
| Mo | µg/g | 42 | 11.0 | 9.86 | 0.60 | 9.23 | 13.8 | 14.6 | 4.65 |
| Cd | µg/g | 48 | 0.18 | 1.22 | 1.49 | 0.015 | 0.12 | 0.11 | 0.06 |
| In | µg/g | 49 | 0.28 | 0.06 | 0.0225 | 0.11 | 0.0225 | 0.03 | 0.37 |
| Sn | µg/g | 50 | 6.64 | 1.35 | 0.70 | 3.49 | 1.14 | 0.90 | 3.47 |
| Sb | µg/g | 51 | 5.03 | 81.5 | 0.41 | 377 | 29.2 | 30.0 | 9.59 |
| Cs | µg/g | 55 | 0.67 | 12.7 | 0.18 | 6.78 | 8.95 | 9.33 | 0.08 |
| Ba | µg/g | 56 | 40.2 | 13670 | 17.3 | 524 | 44.2 | 63.4 | 34.8 |
| La | µg/g | 57 | 42.0 | 19.7 | 12.9 | 14.4 | 12.8 | 15.7 | 89.6 |
| Ce | µg/g | 58 | 77.5 | 64.8 | 32.0 | 29.5 | 12.1 | 27.5 | 243 |
| Pr | µg/g | 59 | 7.29 | 5.21 | 5.09 | 3.81 | 2.37 | 4.22 | 19.7 |
| Nd | µg/g | 60 | 21.9 | 20.3 | 24.0 | 15.7 | 9.57 | 19.6 | 66.2 |
| Sm | µg/g | 62 | 3.55 | 5.76 | 4.46 | 4.34 | 1.77 | 5.46 | 11.6 |
| Eu | µg/g | 63 | 0.742 | 1.71 | 0.826 | 0.927 | 0.400 | 1.30 | 1.97 |
| Gd | µg/g | 64 | 3.16 | 6.10 | 3.42 | 4.93 | 1.79 | 5.16 | 7.67 |
| Tb | µg/g | 65 | 0.559 | 1.02 | 0.393 | 0.878 | 0.256 | 0.742 | 0.854 |
| Dy | µg/g | 66 | 3.76 | 5.83 | 2.20 | 5.30 | 1.58 | 4.12 | 3.70 |
| Ho | µg/g | 67 | 0.834 | 1.10 | 0.496 | 1.00 | 0.347 | 0.784 | 0.549 |
| Er | µg/g | 68 | 2.43 | 2.77 | 1.38 | 2.57 | 0.937 | 1.89 | 1.41 |
| Tm | µg/g | 69 | 0.391 | 0.386 | 0.199 | 0.330 | 0.121 | 0.249 | 0.202 |
| Yb | µg/g | 70 | 2.71 | 2.45 | 1.24 | 2.06 | 0.745 | 1.51 | 1.61 |
| Lu | µg/g | 71 | 0.424 | 0.371 | 0.223 | 0.309 | 0.113 | 0.220 | 0.278 |
| Hf | µg/g | 72 | 8.10 | 1.08 | 1.45 | 1.96 | 0.40 | 0.72 | 7.56 |
| Ta | µg/g | 73 | 1.67 | 0.18 | 0.11 | 0.35 | 0.14 | 0.24 | 0.53 |
| W | µg/g | 74 | 3.46 | 168 | 0.6 | 22.9 | 1.07 | 2.47 | 2.42 |
| Pb | µg/g | 82 | 56.9 | 173 | 11.1 | 258 | 4.59 | 8.69 | 54.3 |
| Bi | µg/g | 83 | 0.84 | 1.47 | 0.03375 | 1.55 | 0.07 | 0.38 | 0.14 |
| Th | µg/g | 90 | 25.6 | 10.7 | 1.34 | 8.24 | 1.42 | 5.49 | 36.1 |
| U | µg/g | 92 | 6.74 | 3.69 | 2.03 | 43.8 | 0.79 | 1.24 | 3.39 |

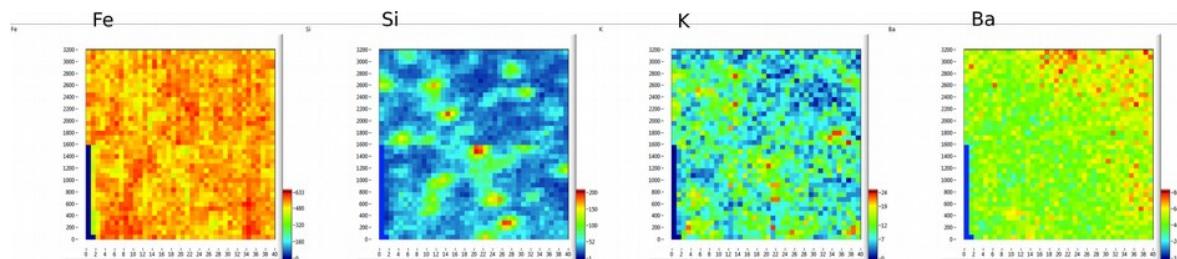
| ICP-OES iCap6500 | SiO ₂ | Al ₂ O ₃ | Fe ₂ O ₃ | MnO | MgO | CaO | Na ₂ O | K ₂ O | TiO ₂ | P ₂ O ₅ |
|------------------|------------------|--------------------------------|--------------------------------|-------|------|------|-------------------|------------------|------------------|-------------------------------|
| >10 % | <2% | <2% | <2% | | | <2% | | | | |
| >5 % | | <10% | | | <2% | <5% | <5% | <5% | <5% | |
| >1 % | | <15% | <10% | <5% | <10% | | <10% | <10% | <10% | <5% |
| >0.5 % | <10% | | <15% | <15% | <15% | <15% | <15% | <20% | <20% | <15% |
| >0.1 % | <20% | <20% | | | | | | | | ** |
| >0.05 % | ** | ** | <20% | <20% | <20% | <25% | <25% | <25% | <25% | |
| >0.01 % | | | ** | ** | ** | ** | ** | ** | ** | ** |
| L.D. % | 0.05 | 0.04 | 0.015 | 0.015 | 0.03 | 0.03 | 0.02 | 0.03 | 0.02 | 0.10 |

| ICP-MS iCapQ et ICP-OES iCap6500 (Sc uniquement) | Incertitudes (%) en fonction de la teneur | | | | | | Limites de détermination |
|---|--|----------|---------|-----------|-----------|------------|--------------------------|
| | >50 µg/g | >10 µg/g | >1 µg/g | >0.5 µg/g | >0.1 µg/g | >0.01 µg/g | |
| As | <5% | <15% | <20% | | ** | | 0.50 |
| Ba | <5% | <15% | ** | | | | 5.5 |
| Be | <5% | <15% | | | <20% | ** | 0.05 |
| Bi | | <5% | <10% | | <20% | ** | 0.045 |
| Cd | <10% | <15% | | | <20% | ** | 0.02 |
| Co | <5% | <10% | <20% | | ** | | 0.08 |
| Cr | | <5% | <10% | | ** | | 0.50 |
| Cs | | <5% | <15% | | <20% | ** | 0.02 |
| Cu | <8% | <20% | ** | | | | 2.0 |
| Ga | | <5% | <10% | | <20% | ** | 0.02 |
| Ge | <5% | | <10% | | <20% | ** | 0.04 |
| Hf | | <5% | <10% | | <15% | ** | 0.03 |
| In | <5% | | <15% | | <20% | ** | 0.03 |
| Mo | <5% | <15% | <20% | | ** | | 0.50 |
| Nb | <5% | | <10% | | <20% | ** | 0.015 |
| Ni | | <5% | ** | | | | 2.0 |
| Pb | <10% | | <20% | | ** | | 0.45 |
| Rb | <5% | <15% | <20% | | ** | | 0.15 |
| Sb | | <5% | <10% | | <20% | ** | 0.06 |
| Sc | <5% | <10% | <15% | ** | | | 0.6 |
| Sn | <5% | <15% | <20% | | ** | | 0.30 |
| Sr | <5% | <10% | <20% | | ** | | 0.70 |
| Ta | <5% | | <10% | | <20% | ** | 0.004 |
| Th | <5% | | <10% | | <20% | ** | 0.015 |
| U | <5% | <10% | <15% | | <20% | ** | 0.01 |
| V | <5% | <10% | <15% | | ** | | 0.85 |
| W | <5% | <10% | <20% | | ** | | 0.80 |
| Y | <5% | | <15% | | <20% | ** | 0.02 |
| Zn | <10% | <20% | ** | | | | 7.0 |
| Zr | <5% | <15% | ** | | | | 1.50 |
| La | | <5% | <15% | | <20% | ** | 0.02 |
| Ce | <5% | <10% | <15% | | <20% | ** | 0.03 |
| Pr | <5% | <10% | | | <20% | ** | 0.004 |
| Nd | <5% | <15% | | | <20% | ** | 0.016 |
| Sm | | <5% | <15% | | <20% | ** | 0.005 |
| Eu | | | <5% | | <10% | ** | 0.002 |
| Gd | | <5% | <10% | | <20% | ** | 0.005 |
| Tb | <5% | <10% | <15% | | <20% | ** | 0.001 |
| Dy | | <5% | <10% | | <15% | ** | 0.004 |
| Ho | <5% | | <10% | | <20% | ** | 0.001 |
| Er | | | <5% | | <10% | ** | 0.002 |
| Tm | <5% | | <10% | | <20% | ** | 0.001 |
| Yb | <5% | <10% | <15% | | <20% | ** | 0.002 |
| Lu | | <5% | <10% | | <20% | ** | 0.001 |

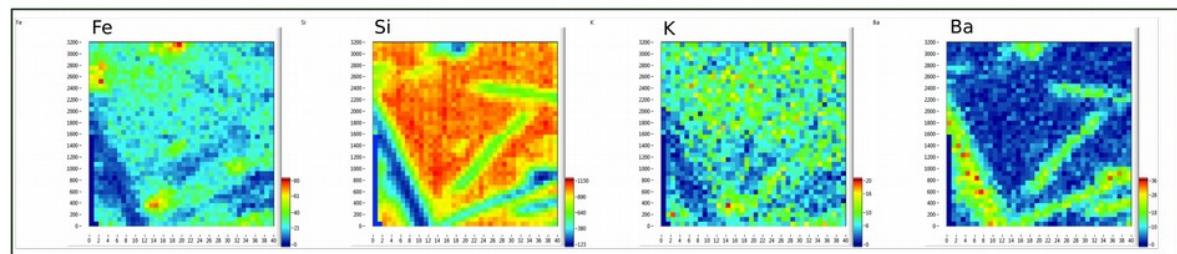
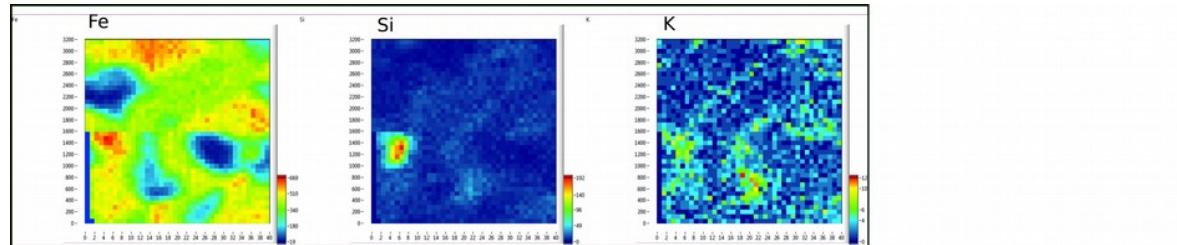
** L'incertitude sur la mesure est calculée pour 200mg d'échantillon préparé.

Elle devient importante (>25%) sur une plage de concentration située entre la limite de détermination et la plus faible concentration pour laquelle un pourcentage d'erreur est indiqué.

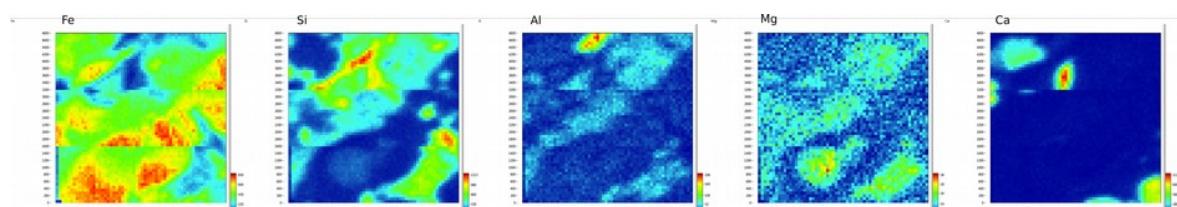
ANNEXE 7 – Tableau des résultats PIXE et cartographiques élémentaires des éléments majeurs



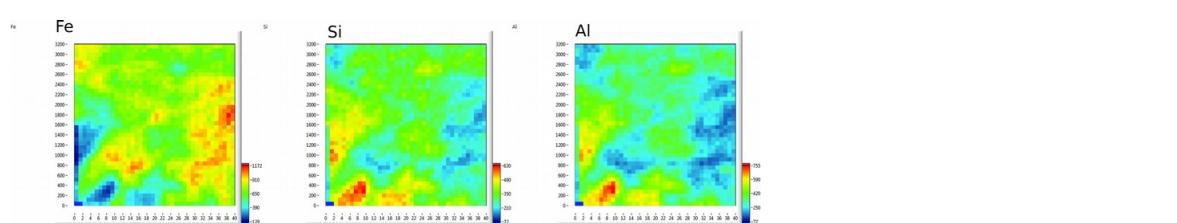
Hématite de Bordezac (Gard)



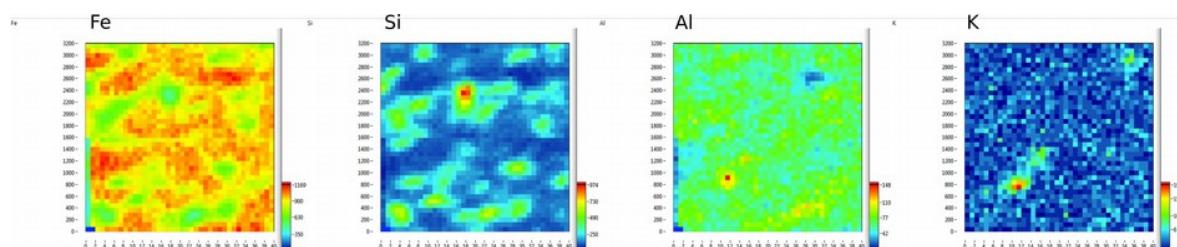
Calcaire ferrugineux de Beauregard-Thostie (Côte d'Or)



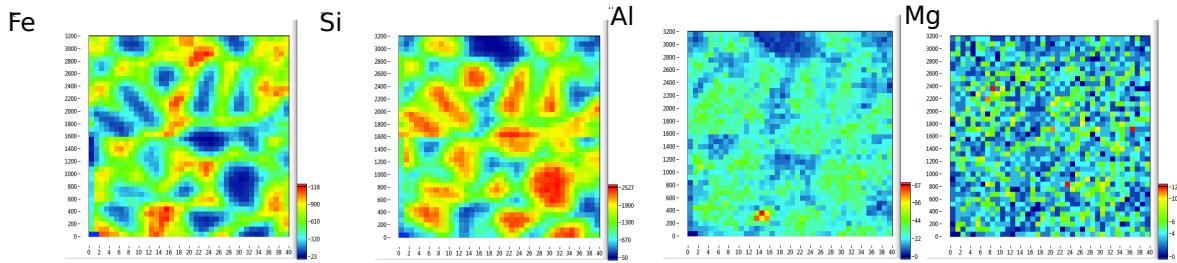
Hématite oolithique de Huy (Province de Liège, Belgique)



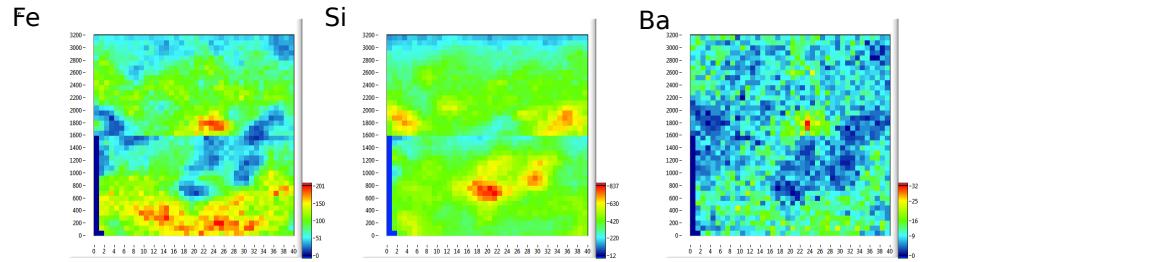
Bauxite de Pierrerue - Cessenon/Orb (Hérault)



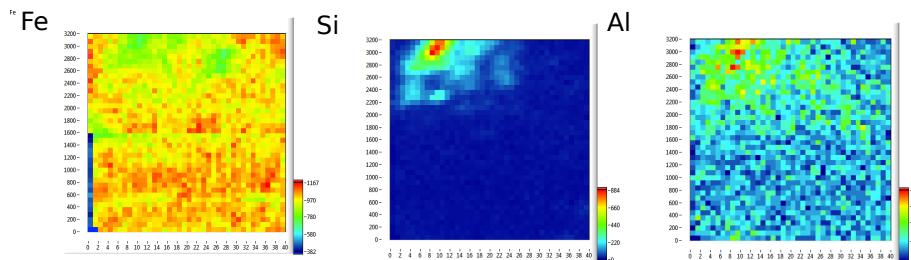
Ocre de Roussillon (Vaucluse)



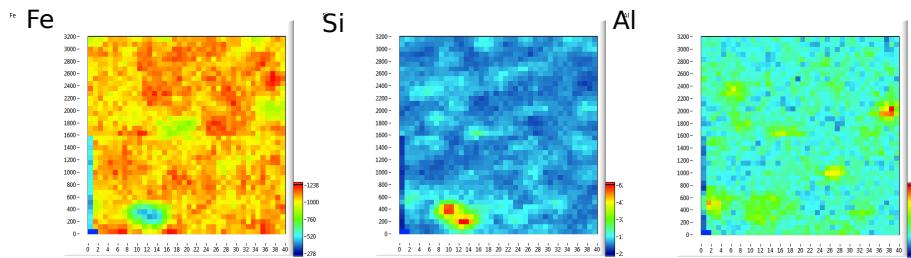
Grès des plateaux, Fontenaille (*Courson-les-Carrières, Yonne*)



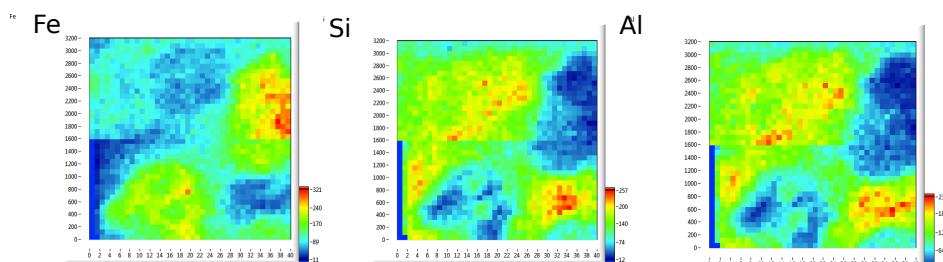
Grès éocène - formation résiduelle (Yprésien) (*Pont-sur-Yonne, Yonne*)



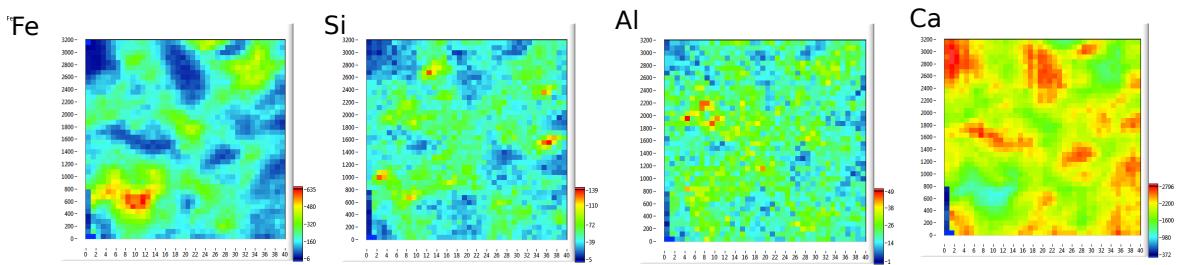
Concrétion métallique éocène - formation résiduelle (Yprésien) (*Pont-sur-Yonne, Yonne*)



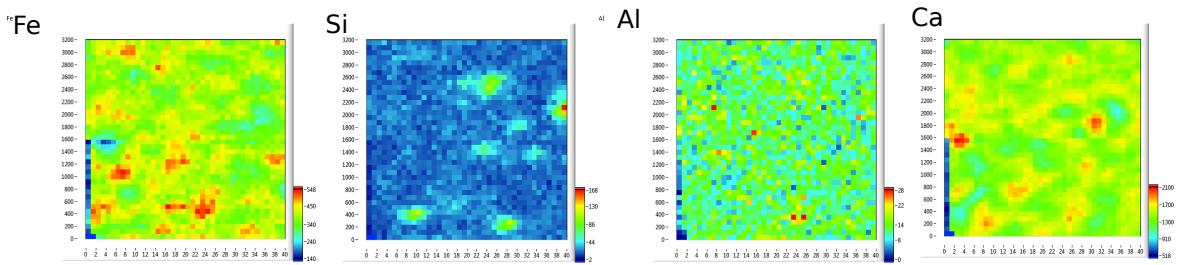
Concrétion métallique dans les calcaires à rudiste du Cénomanien-Turonien (*Baron, Gard*)



Bauxite du Jurassique (*Cazouls-lès-Béziers, Hérault*)



La Rousse, calcaire à entroques du Bajocien supérieur (Gravières, Ardèche)



Les Vans, calcaire à entroques du Bajocien supérieur (Les Vans, Ardèche)

Références bibliographiques

- F. Audouin-Rouzeau and H. Plisson. Les ocres et leurs témoins au Paléolithique en France : enquête et expériences sur leur validité archéologique. *Cahiers du Centre de Recherches Préhistoriques*, 8 :33–80, 1982.
- A. Beauvais. Geochemical balance of lateritization processes and climatic signatures in weathering profiles overlain by ferricretes in central africa. *Geochimica et Cosmochimica Acta*, 63(23) :3939–3957, 1999.
- L. Beck, H. Salomon, S. Lahilil, M. Lebon, G. Odin, Y. Coquinot, and L. Pichon. Non-destructive provenance differentiation of prehistoric pigments by external PIXE. *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research Section B : Beam Interactions with Materials and Atoms*, 273 :173–177, Feb. 2012. ISSN 0168583X. doi : 10.1016/j.nimb.2011.07.068. URL <http://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/S0168583X11007129>.
- L. Bertrand. Synchrotron imaging for archaeology, art history, conservation, and palaeontology. In *Physical techniques in the study of art, archaeology and Cultural Heritage*, volume 2, pages 97–114. Elsevier, 2007.
- C. Billard, D. Bosquet, R. Dreesen, É. Goemaere, C. Hamon, I. Jadin, H. Salomon, and X. Savary. *About haematite. Procurement and transformation during Recent Prehistory / Acts of the international Round Table, 7-8/02/2013, Namur (Jambes)*, volume 125,126 of *Anthropologica et prae-historica*. 2016. URL <https://hal-univ-rennes1.archives-ouvertes.fr/hal-01932878>. Etudes et recherches archéologiques de l’Université de Liège (ERAUL), 143.
- A. Blot. Caractérisation des chapeaux de fer en milieu latéritique cuirassé. *Comptes Rendus Geoscience*, 336(16) :1473–1480, 2004.
- A. Bonneau, D. Pearce, and A. Pollard. A multi-technique characterization and provenance study of the pigments used in San rock art, South Africa. *Journal of Archaeological Science*, 39(2) :287–294, Feb. 2012. ISSN 03054403. doi : 10.1016/j.jas.2011.09.011. URL <http://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/S0305440311003293>.
- C. Bressy and P. Bintz. Inventaire des ressources siliceuses et projet de mise en réseau des lithothèques du quart sud-est de la france. *Les industries lithiques taillées holocènes du bassin rhodanien : problèmes et actualités*, pages 69–77, 2002.
- R. Bruder, D. Menut, and V. Detalle. Effects of libs measurement parameters on wall paintings pigments alteration and detection. In *Lasers in the Conservation of Artworks*, pages 367–375. Springer, 2007.

- J. M. Cabrera-Garrido. Les matériaux des peintures de la grotte d'Altamira. In *Actes de la 5eme réunion internationale de l'ICOM*, pages 1–9, 1978.
- G. Camus and G. Kieffer. Les couches rouges ("red partings") du massif volcanique des Coirons (Ardèche, France). *Géologie Méditerranéenne*, 7(2) :193–197, 1980.
- E. Cartailhac and H. Breuil. Les peintures préhistoriques de la grotte d'Altamira à Santillana (Espagne). *Comptes-rendus des séances de l'année - Académie des inscriptions et belles-lettres*, 47 (3) :256–264, 1903. doi : 10.3406/crai.1903.19403.
- E. Chalmin. *Caractérisations des oxydes de manganèse et usage des pigments noirs au Paléolithique supérieur*. phdthesis, Université de Marne-La-Vallée, nov. 2003.
- M. Cotte, P. Dumas, Y. Taniguchi, E. Checroun, P. Walter, and J. Susini. Recent applications and current trends in cultural heritage science using synchrotron-based fourier transform infrared micro-spectroscopy. *Comptes Rendus Physique*, 10(7) :590–600, 2009.
- C. Couraud and A. Laming-Emperaire. Les colorants. In *Lascaux inconnu : XIIe supplément à Gallia Préhistoire*, pages 159–171. 1979.
- G. Courty. Examen chimique de deux matières colorantes trouvées dans des stations préhistoriques du Périgord. *Bulletins de la Société d'anthropologie de Paris*, 3(1) :840, 1902. ISSN 0301-8644. doi : 10.3406/bmsap.1902.6102. URL http://www.persee.fr/web/revues/home/prescript/article/bmsap_0301-8644_1902_num_3_1_6102.
- D. Creagh, M. Kubik, and M. Sterns. On the feasibility of establishing the provenance of Australian Aboriginal artefacts using synchrotron radiation X-ray diffraction and pproton-induced X-ray emission. *Nucl. Instrum. Methods Phys. Res., Sect. A*, 580 :721–724, 2007.
- A. Damour. Sur la composition des haches en pierre trouvées dans les monuments celtiques et chez les sauvages. *Comptes rendus de l'Académie des sciences*, 61 :1–13, 1865.
- L. Darchuk, Z. Tsybrii, A. Worobiec, C. Vázquez, O. Palacios, E. Stefaniak, G. Gatto Rotondo, F. Sizov, and R. Van Grieken. Argentinean prehistoric pigments' study by combined SEM/EDX and molecular spectroscopy. *Spectrochimica Acta Part A : Molecular and Biomolecular Spectroscopy*, 75(5) :1398–1402, May 2010. ISSN 13861425. doi : 10.1016/j.saa.2010.01.006. URL <http://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/S1386142510000508>.
- L. Dayet. *Raw material, processing and function of ochre remains during the MSA : the case study of Diepkloof Rock Shelter in southern Africa*. Theses, Université Michel de Montaigne - Bordeaux III, Dec. 2012. URL <https://tel.archives-ouvertes.fr/tel-00814875>.
- L. Dayet, F.-X. L. Bourdonnec, F. Daniel, G. Porraz, and P.-J. Texier. Ochre Provenance and Procurement Strategies During The Middle Stone Age at Diepkloof Rock Shelter, South Africa. *Archaeometry*, 58(5) :807–829, July 2015. doi : 10.1111/arcm.12202.
- C. Defrasne. Le rocher du château (alt. 1750 m.), bessans, savoie, 2015.

- C. Defrasne, E. Chalmin, L. Bellot-Gurlet, E. Thirault, and G. André. From archeological layers to schematic rock art? integrated study of the neolithic pigments and pigmented rocks at the rocher du château (western alps, savoie, france). *Archaeological and Anthropological Sciences*, 11(11) : 6065–6091, 2019.
- V. Delvigne. *Georessources and techno cultural expressions in the South of the French Massif Central during the Upper Palaeolithic : determinism and choices*. Theses, Université de Bordeaux, Feb. 2016. URL <https://tel.archives-ouvertes.fr/tel-01326945>.
- R. Dreesen, X. Savary, and E. Goemaere. Definition, classification and microfacies characteristics of oolitic ironstones, used in the manufacturing of red ochre-a comparative petrographical analysis of Palaeozoic samples from France, Belgium and Germany. *C. Billard et al*, pages 7–8, 2016.
- E. Dumas. *Statistique géologique, minéralogique, métallurgique et paléontologique du département du Gard*. Bertrand, 1876.
- R. J. Dunham. Classification of carbonate rocks according to depositional textures. 1962.
- R. Durand. *Le fer du Mont Peney et de la forêt du Nivolet. Les Déserts Saint-Jean-d'Arvey*. Extra Bleu Ciel ed., Aix-les-Bains, 2018.
- R. Durand. Les mines en savoie. Mines de Montagne, Journée de rencontre, 2019.
- F. d'Errico, H. Salomon, C. Vignaud, and C. Stringer. Pigments from the Middle Palaeolithic levels of Es-Skhul (Mount Carmel, Israel). *Journal of Archaeological Science*, 37(12) :3099–3110, Dec. 2010. ISSN 03054403. doi : 10.1016/j.jas.2010.07.011. URL <http://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/S0305440310002438>.
- N. Evensen, P. Hamilton, and R. O'nions. Rare-earth abundances in chondritic meteorites. *Geochimica et Cosmochimica Acta*, 42(8) :1199–1212, 1978.
- A. Favre. *Recherches géologiques dans les parties de la Savoie, du Piémont et de la Suisse voisines du Mont-Blanc : 3*, volume 3. Masson, 1867.
- P. Fernandes. *Itinéraires et transformations du silex : une pétroarchéologie refondée, application au Paléolithique moyen*. PhD Thesis, 2012. URL <http://www.theses.fr/2012BOR14533/document>.
- P. Fernandes. Pcr réseau de lithothèques en rhône-alpes. *ADLF. Archéologie de la France-Informations. une revue Gallia*, 2015.
- P. Fernandes, J.-P. Raynal, P. Tallet, C. Tuffery, M. Piboule, M. Séronie-Vivien, M.-R. Séronie-Vivien, A. Turq, A. Morala, J. Affolter, et al. A map and a database for flint-bearing formations in southern france : A tool for petroarchaeology. *PALEO. Revue d'archéologie préhistorique*, (24) :219–228, 2013.
- R. L. Folk. Spectral subdivision of limestone types. 1962.
- A. Foucault, J.-F. Raoult, F. Cecca, and B. Platevoet. *Dictionnaire de Géologie-8e éd. : Tout en couleur-5000 définitions-Français/Anglais*. Dunod, 2014.

- S. Fudral, E. Deville, G. Nicoud, U. Pognante, P. Guillot, and E. Jaillard. Carte géologique de la france a 1 : 50.000-feuille lanslebourg-mont d'ambin 1 : 50.000, 1994a.
- S. Fudral, E. Deville, G. Nicoud, U. Pognante, P. Guillot, and E. Jaillard. Note explicative, carte géologique de la france (1/50.000), feuille lanslebourg-mont d'ambin (776). *Orléans, BRGM*, 1994b.
- M. Godelier. *Au fondement des sociétés humaines : ce que nous apprend l'anthropologie*. Albin Michel, 2009.
- L. P. Gromet, L. A. Haskin, R. L. Korotev, and R. F. Dymek. The “north american shale composite” : Its compilation, major and trace element characteristics. *Geochimica et Cosmochimica Acta*, 48 (12) :2469–2482, 1984.
- A. Hernanz, J. Chang, M. Iriarte, J. M. Gavira-Vallejo, R. D. Balbin-Behrmann, P. Bueno-Ramirez, and A. Maroto-Valiente. Raman microscopy of hand stencils rock art from the Yabrai Mountain, Inner Mongolia Autonomous Region, China. *Applied Physics A*, 7 :1–8, 2016.
- A. Hunt, P. Thomas, D. James, B. David, J.-M. Geneste, J.-J. Delannoy, and B. Stuart. The characterisation of pigments used in X-ray rock art at Dalakngalarr 1, central-western Arnhem Land. *Microchem. J.*, 126 :524–529, May 2016. doi : 10.1016/j.microc.2016.01.016.
- J. Huntley, H. Braud, M. Aubert, and M. Morwood. The first Australian Synchrotron powder diffraction analysis of pigment from a Wandjina motif in the Kimberley, Western Australia. *Australian archaeology*, 78 :33–38, 2014.
- P. Jezequel, G. Wille, C. Beny, F. Delorme, V. Jean-Prost, R. Cottier, J. Breton, F. Dure, and J. Despriee. Characterization and origin of black and red Magdalenian pigments from Grottes de la Garenne (Vallée moyenne de la Creuse-France) : a mineralogical and geochemical approach of the study of prehistorical paintings. *J. Archaeolog. Sci.*, 38(6) :1165–1172, jun 2011. doi : 10.1016/j.jas.2010.12.014.
- W. Kilian. *Études géologiques dans les Alpes occidentales : Contributions à la géologie des chaînes intérieures des Alpes françaises*, volume 1. Imprimerie nationale, 1904.
- J.-C. Laout. Formulation des peintures : Pigments et colorants. *Techniques de l'ingénieur. Génie des procédés*, (J2271), 2005.
- C. Lofrumento, M. Ricci, L. Bachechi, D. D. Feo, and E. M. Castellucci. The first spectroscopic analysis of Ethiopian prehistoric rock painting. *J. Raman Spectrosc.*, 43(6) :809–816, Nov. 2011. doi : 10.1002/jrs.3096.
- M. Lorblanchet, M. Labeau, and J.-L. VERNET. Première étude des pigments des grottes ornées quercinoises. *Préhistoire Quercynoise*, (3) :79–94, 1988.
- M. E. Malainey. *A consumer's guide to archaeological science : analytical techniques*. Springer Science & Business Media, 2010.

- F. Mathis, P. Bodu, O. Dubreuil, and H. Salomon. Pixe identification of the provenance of ferruginous rocks used by neanderthals. *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research Section B : Beam Interactions with Materials and Atoms*, 331 :275–279, 2014.
- S. M. McLennan. Relationships between the trace element composition of sedimentary rocks and upper continental crust. *Geochemistry, Geophysics, Geosystems*, 2(4), 2001.
- M. Menu and P. Walter. Prehistoric cave painting PIXE analysis for the identification of paint "pots". *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research B*, 64 :547–552, 1992.
- H. Moissan. Sur les matières colorantes des figures de la grotte de Font-de-Gaume. *C.R. Hebd. Séances Acad. Sci.*, pages 1539–1540, 1902.
- H. Moissan. Sur une matière colorante des figures de la grotte de La Mouthe. *C.R. Hebd. Séances Acad. Sci.*, pages 144–146, 1903.
- G. S. Odin. *Green Marine Clays : Oolitic Ironstone Facies, Verdine Facies, Glaucony Facies and Celadonite-Bearing Rock Facies-A Comparative Study*, volume 45. Elsevier, 1988.
- P. O'Neill, D. Creagh, and M. Sterns. Studies of the composition of pigments used traditionally in australian aboriginal bark paintings. *Radiation Physics and Chemistry*, 71(3) :841–842, 2004.
- L. Pichon, L. Beck, P. Walter, B. Moignard, and T. Guillou. A new mapping acquisition and processing system for simultaneous PIXE-RBS analysis with external beam. *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research Section B : Beam Interactions with Materials and Atoms*, 268 (11-12) :2028–2033, 2010.
- R. S. Popelka-Filcoff, E. J. Miksa, J. D. Robertson, M. D. Glascock, and H. Wallace. Elemental analysis and characterization of ochre sources from southern arizona. *Journal of Archaeological Science*, 35(3) :752–762, 2008.
- R. S. Popelka-Filcoff, C. E. Lenehan, M. D. Glascock, J. W. Bennett, A. Stopic, J. S. Quinton, A. Pring, and K. Walshe. Evaluation of relative comparator and k 0-naa for characterization of aboriginal australian ochre. *Journal of Radioanalytical and Nuclear Chemistry*, 291(1) :19–24, 2012.
- J.-V. Pradeau. *Les matières colorantes au sein des systèmes techniques et symboliques au Néolithique (VIe et Ve millénaires BCE) dans l'arc liguro-provençal*. phdthesis, Sociologie, Université Nice Sophia Antipolis, June 2015.
- J.-V. Pradeau, H. Salomon, F. Bon, R. Mensan, M. Lejay, and M. Regert. Les matières colorantes sur le site aurignacien de plein air de régismont-le-haut (poilhes, hérault). *Bulletin de la Société préhistorique française*, 111(4) :631–658, 2014.
- J.-V. Pradeau, D. Binder, C. Verati, J.-M. Lardeaux, S. Dubernet, Y. Lefrais, and M. Regert. Procurement strategies of Neolithic colouring materials : Territoriality and networks from 6th to 5th millennia in North-Western Mediterranean. *J. Archaeolog. Sci.*, 71 :10–23, July 2016. doi : 10.1016/j.jas.2016.05.007.
- I. Reiche and E. Chalmin. Synchrotron methods : Color in paints and minerals, 2013.

- M. Resano, J. Pérez-Arantegui, E. Garcia-Ruiz, and F. Vanhaecke. Laser ablation-inductively coupled plasma mass spectrometry for the fast and direct characterization of antique glazed ceramics. *J. Anal. At. Spectrom.*, 20(6) :508, 2005. doi : 10.1039/b500691k.
- P.-J. Rey. Archéologie du massif des bauges du néolithique à l'âge du bronze. *Les Dossiers du Musée Savoisien, revue en ligne*, (1), 2015.
- L. Rolland-Banès. Notice sur les grandes formations géologiques des Alpes de la Maurienne et du percement du tunnel entre Modane en France, et Bardonnèche en Italie. In *Recueil des Publications de la Société Nationale Havraise d'études diverses*, pages 5–57. 1871.
- P. Rosina, H. Gomes, H. Collado, M. Nicoli, L. Volpe, and C. Vaccaro. Micro-raman spectroscopy for the characterization of rock-art pigments from abrigo del águila (badajoz–spain). *Optics & Laser Technology*, 102 :274–281, 2018.
- M. Rossi and D. Gasquet. Panorama géologique des exploitations minières dans les alpes françaises. *Collection EDYTEM. Cahiers de géographie*, 17(1) :23–40, 2014.
- R. L. Rudnick and S. Gao. Composition of the continental crust. *Treatise on geochemistry*, 3 :659, 2003.
- H. Salomon. *Les matières colorantes au début du Paléolithique supérieur : sources, transformations et fonctions*. phdthesis, Université Bordeaux 1, Dec. 2009.
- H. Salomon, Y. Coquinot, L. Beck, C. Vignaud, M. Lebon, G. P. Odin, F. Mathis, and M. Julien. Stratégies spécialisées d’acquisition de pigments rouges durant le châtelperronien de la grotte du renne à arcy-sur-cure (yonne, france). *Paléo*, pages 125–133, 2014.
- H. Salomon, E. Goemaere, C. Billard, R. Dreesen, D. Bosquet, C. Hamon, and I. Jadin. Analyse critique du protocole de caractérisation des hématites oolithiques mis en place dans le cadre du projet collectif de recherche sur l’origine des hématites oolithiques exploitées durant la préhistoire récente entre l’eifel (de) et la normandie (fr). *Anthropologica et Præhistorica*, (125), 2016.
- R. Scadding, V. Winton, and V. Brown. An LA-ICP-MS trace element classification of ochres in the Weld Range environ, Mid West region, Western Australia. *Journal of Archaeological Science*, 54 :300–312, Feb. 2015. ISSN 03054403. doi : 10.1016/j.jas.2014.11.017. URL <http://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/S0305440314004245>.
- M. Smith and S. Pell. Oxygen-isotope ratios in quartz as indicators of the provenance of archaeological ochres. *Journal of archaeological science*, 24(9) :773–778, 1997.
- S. Société d’histoire et d’archéologie de Maurienne. Travaux de la société d’histoire et d’archéologie de la province de maurienne : bulletin. 1902.
- E. Thirault. Bessans/la teha (savoie) : présence néolithique à haute altitude (2250 m) sur les itinéraires transalpins. *Bulletin de la Société préhistorique française*, 103(4) :797–799, 2006.
- A. Tomasso, D. Binder, G. Martino, G. Porraz, P. Simon, and N. Naudinot. Ressources lithiques, productions et transferts entre alpes et méditerranée. 2013.

- M. Weinstein-Evron and S. Ilani. Provenance of ochre in the Natufian layers of el-Wad Cave, Mount Carmel, Israel. *J. Archaeolog. Sci.*, 21 :461–467, 1994.
- L. Wilson and A. M. Pollard. Handbook of Archaeological Sciences. pages 507–517. London Wiley, 2008.
- D. Wyart. *Colorants liquides à base de dispersions pigmentaires*. Ed. Techniques Ingénieur, 2009.
- A. M. Zipkin, S. H. Ambrose, J. M. Hanchar, P. M. Piccoli, A. S. Brooks, and E. Y. Anthony. Elemental fingerprinting of kenya rift valley ochre deposits for provenance studies of rock art and archaeological pigments. *Quaternary International*, 430 :42–59, 2017.