



HAL
open science

Constitution d'une "pigmentotheque": un outil pour comprendre l'approvisionnement en matériaux colorants durant la Préhistoire: rapport intermédiaire 2020

Emilie Chalmin, Hélène Salomon, Claire Chanteraud, Aurélie Chassin de Kergommeaux, B Schmitt, Vincent Delvigne, Anne-Lise Develle-Vincent, Olivier Dubreuil, Paul Fernandes, Dominique Gasquet, et al.

► To cite this version:

Emilie Chalmin, Hélène Salomon, Claire Chanteraud, Aurélie Chassin de Kergommeaux, B Schmitt, et al.. Constitution d'une "pigmentotheque": un outil pour comprendre l'approvisionnement en matériaux colorants durant la Préhistoire: rapport intermédiaire 2020. [Rapport de recherche] DRAC/SRA Auvergne Rhône Alpes. 2021. hal-03161478

HAL Id: hal-03161478

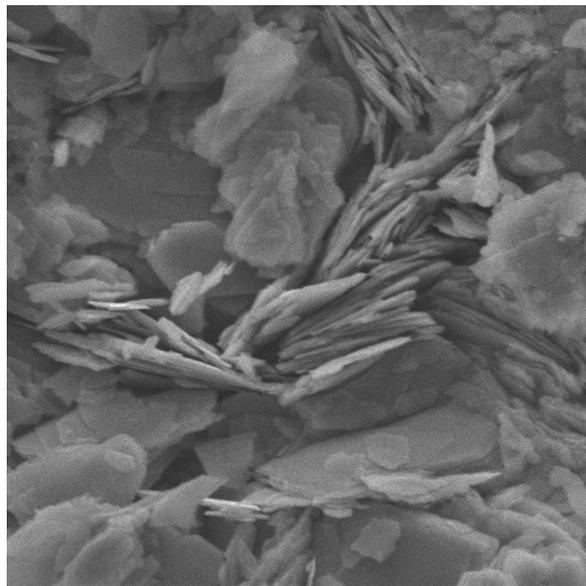
<https://hal.science/hal-03161478v1>

Submitted on 6 Mar 2021

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

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

**CONSTITUTION D'UNE « PIGMENTOTHÈQUE » : UN OUTIL POUR
COMPRENDRE L'APPROVISIONNEMENT EN MATÉRIAUX COLORANTS DURANT
LA PRÉHISTOIRE
RAPPORT INTERMÉDIAIRE 2020**



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 : Émilie Chalmin, Hélène Salomon, Claire Chanteraud, Aurélie Chassin de Kergommeaux, Bernard Schmitt

Avec la collaboration de : Aurélie Chassin de Kergommeaux, Claire Chanteraud, Vincent Delvigne, Anne-Lise Develle, Olivier Dubreuil, Paul Fernandes, Dominique Gasquet, Kim Genuite, Eric Goemaere, Quentin Lemasson, Claire Pacheco, Laurent Pichon, Cécile Pignol, Magali Rossi, Bernard Schmitt, Fayçal Soufi, Christophe Tuffery

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 : 2020

Mots clés du thésaurus : 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



PRÉFET DE LA RÉGION AUVERGNE-RHÔNE-ALPES

Arrêté n° 2020/444 du 25 MAI 2020
portant autorisation de projet collectif de recherches.

Le Préfet de région ;
Officier de la Légion d'honneur ;
Commandeur de l'ordre national du Mérite

Vu le code du patrimoine et notamment son livre V ;

Vu l'arrêté préfectoral n° 2020-39 du 6 février 2020, portant délégation de signature à Monsieur François MARIE, chargé de l'intérim des fonctions de directeur régional des affaires culturelles Auvergne-Rhône-Alpes en matière d'attributions générales ;

Vu l'arrêté 2020-03 du 2 mars 2020, du Directeur Régional des Affaires Culturelles par interim de la région Auvergne-Rhône-Alpes, portant subdélégation de signature en matière d'administration générale ;

Vu le dossier, enregistré sous le n° PGR84202000006, de demande d'opération archéologique arrivé le 6 janvier 2020 ;

Vu l'avis de la commission territoriale de la recherche archéologique (CTRA), Commission Sud-Est en date du 4 février 2020 ;

ARRÊTE

Article 1 - Madame Emilie CHALMIN est autorisée, en qualité de responsable scientifique, à conduire une opération de projet collectif de recherches à partir de la date de notification du présent arrêté jusqu'au 31 décembre 2022, sise en :

- RÉGION : AUVERGNE-RHONE-ALPES
- DEPARTEMENT : ARDECHE

 - DEPARTEMENT : SAVOIE

Intitulé de l'opération : constitution d'une pigmentothèque.

Programme de recherche : Axe 3. Les expressions graphiques préhistoriques : approches intégrées des milieux et des cultures.

Code de l'opération : **2213729**

Article 2 - prescriptions générales

Les recherches sont effectuées sous la surveillance du conservateur régional de l'archéologie territorialement compétent et conformément aux prescriptions imposées pour assurer le bon déroulement scientifique de l'opération.

Le responsable scientifique de l'opération informe régulièrement le conservateur régional de l'archéologie de ses travaux et découvertes. Il lui signale immédiatement toute découverte importante de caractère mobilier ou immobilier. Il revient au préfet de région de statuer sur les mesures définitives à prendre à l'égard des découvertes.

À la fin de l'année civile, le responsable scientifique de l'opération adresse au conservateur régional de l'archéologie, en triple exemplaire papier plus un exemplaire au format pdf, un rapport accompagné des plans et coupes précis des structures découvertes et des photographies nécessaires à la compréhension du texte. L'inventaire de l'ensemble du mobilier recueilli est annexé au rapport d'opération. Il signale les objets d'importance notable. Il indique les études complémentaires envisagées et, le cas échéant, le délai prévu pour la publication.

Article 3 - destination du matériel archéologique découvert

Le responsable prend les dispositions nécessaires à la sécurité des objets mobiliers. Le mobilier archéologique est mis en état pour étude, classé, marqué et inventorié. Son conditionnement est adapté par type de matériaux et organisé en fonction des unités d'enregistrement. Le statut juridique et le lieu de dépôt du matériel archéologique découvert au cours de l'opération sont fixés conformément aux dispositions légales et réglementaires et aux termes des conventions passées avec les propriétaires des terrains concernés.

Article 4 - versement des archives de fouilles

L'intégralité des archives accompagnée d'une notice explicitant son mode de classement et de conditionnement et fournissant la liste des codes utilisés avec leur signification, fait l'objet de la part du responsable de l'opération d'un versement unique. Ce versement est détaillé sur un bordereau récapitulatif établi par le responsable de l'opération, dont le visa par le préfet de région vaut acceptation et décharge. Le lieu de conservation est désigné par le préfet de région.

Article 5 - prescriptions particulières

Article 6 - le Directeur régional des affaires culturelles par intérim est chargé de l'exécution du présent arrêté, qui sera notifié à Madame Emilie CHALMIN.

Fait à Lyon, le

25 MAI 2020

Pour le Préfet de Région, et par délégation,
le Directeur régional des affaires culturelles par intérim
et par subdélégation
Le Conservateur régional de l'archéologie



Karim GERNIGON

COPIES A :

[Préfet(s) du(des) département(s) concerné(s)] Mairie(s) Gendarmerie Propriétaire(s) du(des) terrain(s)

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 vu 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 cinq 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 MASCARA 2 et TRAnSFeRT) et la plateforme ASTRE pour l'accès aux instruments de mesure (DRX, MEB-EDS, en particulier).

Merci aux membres de la CTRA, qui ont évalué le dossier et ont ainsi permis de donner une existence scientifique à ce programme de recherche.

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), Esther Lopez-Montalvo et François Bon (TRACES - Université de Toulouse Jean-Jaurès).

Et enfin, un immense merci à la famille Genuite pour son accueil généreux et chaleureux !

Listes des spécialistes, participants et des étudiants

Émilie Chalmin / USMB - EDyTeM : direction de projet, prospections, analyses physico-chimiques, encadrement d'étudiants, lexique, BdD, thésaurus, rédaction du rapport

Hélène Salomon / CNRS - EDyTeM : direction du projet, prospection, documentation, analyses physico-chimiques, pétrographique, BdD, lexique, thésaurus, encadrement d'étudiants, rédaction et mise en page du rapport

Lucile Beck / CEA : mesures PIXE

Estelle Camizuli / indépendante : Géologie minière, SIG

Aurélie Chassin de Kergommeaux / USMB - EDyTeM : prospection, pétrographie, analyses physico-chimiques, lexique, BdD, préparations d'échantillons, contribution au rapport

Claire Chanteraud / USMB - EDyTeM : prospection, pétrographie, analyses physico-chimiques, lexique, BdD, contribution au rapport

Laure Dayet / TRACES : méthodologie

Vincent Delvigne / ULg - PACEA : matériauthèque (BdD géomatères), formations, prospection, lexique

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

Olivier Dubreuil / CEA : traitement de mesures chimiques et aide à la mise en page

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

Dominique Gasquet / USMB - EDyTeM : pétrographie, lexique

Kim Genuite / USMB - EDyTeM : géomorphologie

Eric Goemaere / IRScNB : prospection, pétrographie, physico-chimie, lexique

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 Lemasson / C2RMF : mesures PIXE et traitement mesures chimiques

Esther López Montalvo / CNRS TRACES : prospection

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 / collaborateur : prospection, pétrographie, lexique

Magali Rossi / USMB - EDyTeM : pétrographie, lexique

Bernard Schmitt / CNRS - IPAG : spectroscopie de réflectance diffuse (analyse et traitement de données), création du PIG@SSHADE, contribution au rapport

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. Thèse soutenue le 18 septembre 2020

Aurélien Chassin de Kergommeaux - master géologie 2018/2019 : prospections, pétrographie et analyses physico-chimiques. Projet long de fin d'étude (ENS Lyon) 2020 : prospection, pétrographie, analyses physico-chimiques Doctorante USMB depuis le 1 septembre 2020

Giorgia Sardelli - doctorante Université de Ferrara et USMB (co-tutelle Vinci) depuis le 1 octobre 2020 : prospections, pétrographie et analyses physico-chimiques.

Gauthier Trumel – master préhistoire université de Toulouse Jean-Jaurès 2018/2019 – soutenance en septembre 2019

Margot Demange : master géologie 2016/2017

Florent Betsch : master enseignement physique chimie 2016/2017

Claire Shang : master enseignement physique chimie 2016/2017

Eva Fabro : master géologie 2015/2016

Laura Guenoden : licence, analyses physico-chimiques 2015/2016

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 définies pour qu'ils puissent être suivis et repris d'une intervention à l'autre, d'une campagne à l'autre avec les mêmes caractéristiques descriptives et le même vocabulaire. Leur évolution a été suivie d'année en année avec un retour aux premiers enregistrements.

Préambule

L'année 2020 marque le démarrage du projet pluriannuel 2020-2022 de la *Pigmento-thèque*, pour lequel nous avons explicité les différents objectifs généraux et les différentes actions à mener au titre de ces trois prochaines années dans le rapport de 2019. L'objectif de ce rapport intermédiaire est bien de rendre compte des actions menées et des avancées du projet.

Les évaluations des rapports précédents ont déjà souligné la robustesse et l'efficacité de la méthodologie mise en place pour l'étude des matières ferrugineuses. Cette année, nous détaillons l'intérêt de cette méthodologie en se focalisant principalement sur les contextes géologiques (*cf.* partie 3) et les analyses spectroscopiques afin d'en partager les divers aspects concrets : gestion des données analytiques, mise à disposition de ces données, traitement des mesures. Nous présenterons donc les nouveaux apports méthodologiques de l'année (*cf.* partie 5). Bien qu'ancrée initialement dans le département de l'Ardèche, les prospections ont depuis été élargies géographiquement de manière à encadrer les recherches menées sur d'autres sites et contextes archéologiques et en fonction de la recherche (*cf.* partie 7) thématique de certains types de formations géologiques. Nous ne présenterons dans ce rapport que les prospections menées en 2020 (*cf.* partie 6). Ne pouvant cependant s'étendre sur toute la France, d'autres pigmentothèques devront se développer en développant une stratégie de structuration à l'échelle de la France (*cf.* partie 9).

Dans les conditions particulières de cette année 2020, les objectifs initiaux ont dû être réajustés. En effet, en plus d'une période de confinement contraignant la possibilité de se déplacer pour faire du terrain et de poursuivre les descriptions et les analyses des collections géologiques et archéologiques, ils nous a été imposé à l'université de poursuivre le télétravail jusqu'au début du mois de juillet. La fermeture annuelle de l'université du 28 juillet au 24 août n'a également pas permis d'avancer sur certaines tâches envisagées.

Pour autant, cette période a été profitable pour la rédaction et la réflexion et a permis de formaliser les enjeux et des concepts clés. C'est durant cette période imposant le travail de synthèse et de rédaction qu'a été construit un lexique exhaustif permettant la description des différentes roches ferrugineuses (*cf.* partie 10, annexes 1 et 2). Ainsi quatre articles ont été soumis ou sont en cours de finalisation (*cf.* partie 8, partie 10 - annexes 5 à 8).

L'année 2020 est également marquée par trois événements : la soutenance de la thèse de Claire Chanteraud (18 septembre 2020, partie 10 - annexe 9), le démarrage de la thèse d'Aurélié Chassin de Kergommeaux, qui ont toutes deux déjà participé activement au développement de la *Pigmento-thèque*, et le démarrage de la thèse de Georgia Sardelli en co-tutelle avec l'université de Ferrara.

De manière synthétique, nous reprenons dans les tableaux suivants les différents objectifs que

Objectifs à court terme < 1 an	Activités en 2020	Avancée
Lexique gîtes*	travail sur les formations géologiques et les descripteurs	80%
Lexique macro- méso- microscopie*	travail sur la hiérarchie des descripteurs terminologie et remise à plat de nombreuses définitions, restructuration du pas à pas (notice)	80%
Application de terrain	à modifier en fonction des modifications du lexique gîte	50%
Numérotation des échantillons	reprise complète des numéros d'échantillons avec un système normé : gîte_faciès_préparation_n°	100%
Nourrir le thésaurus PACTOLS*	début d'engagement dans la structuration	5%
Formation à l'utilisation de l'application terrain*	très peu d'opportunités durant l'année 2020	10%
Dépôt de la <i>Pigmentothèque</i> au Musée de l'Aven d'Orgnac*	reporté	0%
Formation à l'utilisation de la <i>Pigmentothèque</i> au Musée de l'Aven d'Orgnac*	reporté	0%
Formation étudiante (WD-XRF)*	difficultés d'encadrement compte tenu de l'accès restreint au laboratoire durant la période du stage	50%
Formation étudiante (tracéologie des matières Colorantes)*	Stage non télétravaillable reporté en 2021 (janvier-mai)	0%
Formation étudiante (PLR - ENS) : Validation méthodologique et mise en application de la description et de la caractérisation des références de matières colorantes géologiques. Contribution à la <i>Pigmentothèque</i> *	Le stage n'a pas pu comprendre d'analyses. Il a été presque exclusivement consacré au travail sur les lexiques. Trois articles ont été écrits durant cette période. Un financement de thèse a été obtenu par l'étudiante (Aurélien Chassin de Kergommeaux)	80%
Journée <i>Pigmentothèque</i> 2020 prévue à Jalès*	La modification de lieu et de thématique était rendue nécessaire par le contexte	100%
Traitement de analyses PIXE*	Une partie des standards a fait l'objet de nombreux pré-traitements des spectres et des cartographies élémentaires (thèse de Claire Chanteraud). Mais il reste encore une grande quantité de données à traiter. Le protocole de Pré-traitement développé par CC est solide et peut être réutilisé à l'envi	50%
Approche statistique des mesures géochimiques obtenues en PIXE*	Approche mise en œuvre par CC sur une sélection références pour en éprouver la pertinence, la cohérence avec les autres observations et analyses et pour mettre en place la procédure la plus prometteuse	50%
Nouvelle campagne pour l'ICP	échantillonnage	10%
Ardèche*	report de la visite de la Voulte, retour prévu à Soyons complément basalts altérés (2 spots) et Salavas/Vallon -Pont-d'Arc (3 spots)	20%
Vallée du Rhône*	terrains tertiaires du Royans 4 spots	20%
Prospections en Savoie (Bauges et Maurienne)*	Deux spots	
Prospections thématiques : oolithes ferrugineuses Ardèche et Yonne*	Non réalisée	0%
Vocabulaire des traces anthropique catalogue de traces et méthodes de Documentation *	reporté à 2021	20%
Structuration : PCR <i>Pigmentothèque</i> en Aquitaine* ANR Color-Sources*	Projet PIGMENT-HO (dir. L. Dayet et M. Lebon) déposé dir. M. Lebon, redéposée	en attente
Enquête sur les lithothèques	reportée à 2021. Une déclaration spontanée	0%

Objectifs à long terme : 3 ans	Activités en 2020	Avancée
Référentiel de matières vallées Ardèche et Gardon : Production d'un atlas des matières colorantes*	Prospection dans le secteur de Salavas, augmentation de la couverture photographique sur le terrain, microscopie optique et électronique, préparation d'échantillons (coupes polies et poudres)	80%
Adaptation de méthodes portables du laboratoire vers l' <i>in situ</i>	Référentiel de spectres de réflectance diffuse en laboratoire : différenciation des types génétiques de matières ferrugineuses sous forme cohésive et en poudre. Certaines poudres appliquées correspondent aux références	40%
Construction de la base de données	Hiérarchisation des descripteurs Précision des descripteurs et de leur relation	50%
Cartographie des gîtes / SIG*	Aucun apport	10%
Préparation de la publication bilingue (français/anglais) des lexiques gîtes et macro- méso- micro*	Complément de références, de termes, Traduction des descripteurs	50%
Comparaison des analyses ICP/PIXE et WD-XRF*	non amorcé	0%
Recherche des biais analytiques entre appareils selon les échantillons (effets de matrice, etc.)*	programmé en 2021 avec l'équipe d'AGLAE	0%
Extension de la <i>Pigmentothèque</i>	Ouverture aux collections d'Italie du nord (U. Ferrara)	amorcé

nous nous étions fixés pour cette triennale 2020-2022 avec une indication du degré d'avancement des tâches. Certaines d'entre elles, prévues pour l'année 2020, sont naturellement reportées à une période plus favorable pour leur réalisation.

Table des matières

Documents administratifs	3
Remerciements	5
Listes des spécialistes, participants et des étudiants	6
Préambule	9
Table des matières	13
1 Problématique	17
1.1 Résumé	17
1.2 Objectifs	19
1.3 À l'origine du projet	20
1.4 Les objectifs à long terme de la <i>Pigmentoθήque</i>	21
2 Recherches de provenance de matières colorantes : état des lieux et positionnement	23
2.1 Questionner les territoires de la Préhistoire	23
2.2 Contextualisation	26
2.3 Recherche des sources des matières colorantes	27
2.4 Les limites actuelles	29
2.5 Définir les objectifs des exploitations de matières colorantes	31
3 Point sur les matières minérales colorantes riches en fer	33
3.1 Type I : formations riches en fer sédimentaire	34
3.2 Type II : formations riches en fer associées à des minéralisations	37
3.3 Type III : fer concentré par l'altération météorique de roche préexistante	37
3.3.1 Type IIIA : fer dans les profils d'altération	39
3.3.2 Type IIIB : minéralisations altérées	40
3.3.3 Type IIIC : accumulation de fer par piégeage	44
3.4 Autres formations combinant plusieurs mécanisme génétiques et évolutifs	44
3.5 Formations riches en fer non oxydé et magnétite	46
4 La méthodologie	47
4.1 Recherche documentaire	48
4.2 Prospection	48
4.3 Caractérisation des matières géologiques	51

4.3.1	Description des faciès de matières colorantes du terrain au laboratoire	51
4.3.2	Analyses : apports et limites	52
4.4	Adaptation de la méthodologie aux objets archéologiques	54
5	Synthèse des apports méthodologiques	59
5.1	Description pétrographique, adaptation à partir des lithothèques	59
5.1.1	Formation	60
5.1.2	Travail confiné sur le lexique, la notice macro à microscopique et la notice gîtologique	61
5.1.3	Présentation des « standards »	64
5.2	Les données géochimiques	65
5.2.1	Paramètres analytiques	66
5.2.2	Traitement des cartographies chimiques	66
5.2.3	Quantification et détermination de signatures géochimiques	68
5.2.4	Résultats des cartographies chimiques PIXE sur les références géologiques	69
5.2.4.1	Statistique univariée sur les références géologiques	69
5.2.4.2	Statistique multivariée sur les références	73
5.2.5	Application de la méthode de traitement des données aux matières colorantes archéologiques	79
5.2.5.1	Statistique univariée	79
5.2.5.2	Statistique multivariée	85
5.3	Réflectance bidirectionnelle des roches ferrugineuses	91
5.3.1	Validation des mesures et vaste échantillonnage de la <i>Pigmentotheque</i>	91
5.3.2	Perspectives en lien avec la spectroscopie de réflectance diffuse	91
5.4	La base de données PIG@SSHADE	94
6	Prospections 2020	99
6.1	État des lieux des zones prospectées	99
6.2	Prospections dans le Royans (Fig. 6.1)	99
6.3	Le secteur de Salavas - Ardèche (Fig. 6.6)	102
6.4	Machefer, Bessans - Savoie	104
6.5	Le Trou de la Fléclaz, Saint-Jean-d'Arvey - Savoie	107
7	Lien avec les collections de matières colorantes archéologiques	109
8	Diffusion et valorisation	111
9	Développement du réseau	117
	Références bibliographiques	121
10	ANNEXES	133
	ANNEXE 1 – Fiche terrain et lexique	135
	ANNEXE 2 – Fiche observation avec lexique et manuel	157

ANNEXE 3 – Liste des formations géologiques échantillonnées	211
ANNEXE 4 – Fiches standards et description du macro- au microscopique	223
ANNEXE 5 – Article : Ardèche Archéologie, 38	231
ANNEXE 6 – Article : Color Research and Application	243
ANNEXE 7 – Article : Journal of Archaeological Science Reports	291
ANNEXE 8 – Article : Journal of Lithic Studies	329
ANNEXE 9 – Thèse de Claire Chanteraud	361

Partie 1

Problématique

1.1 Résumé

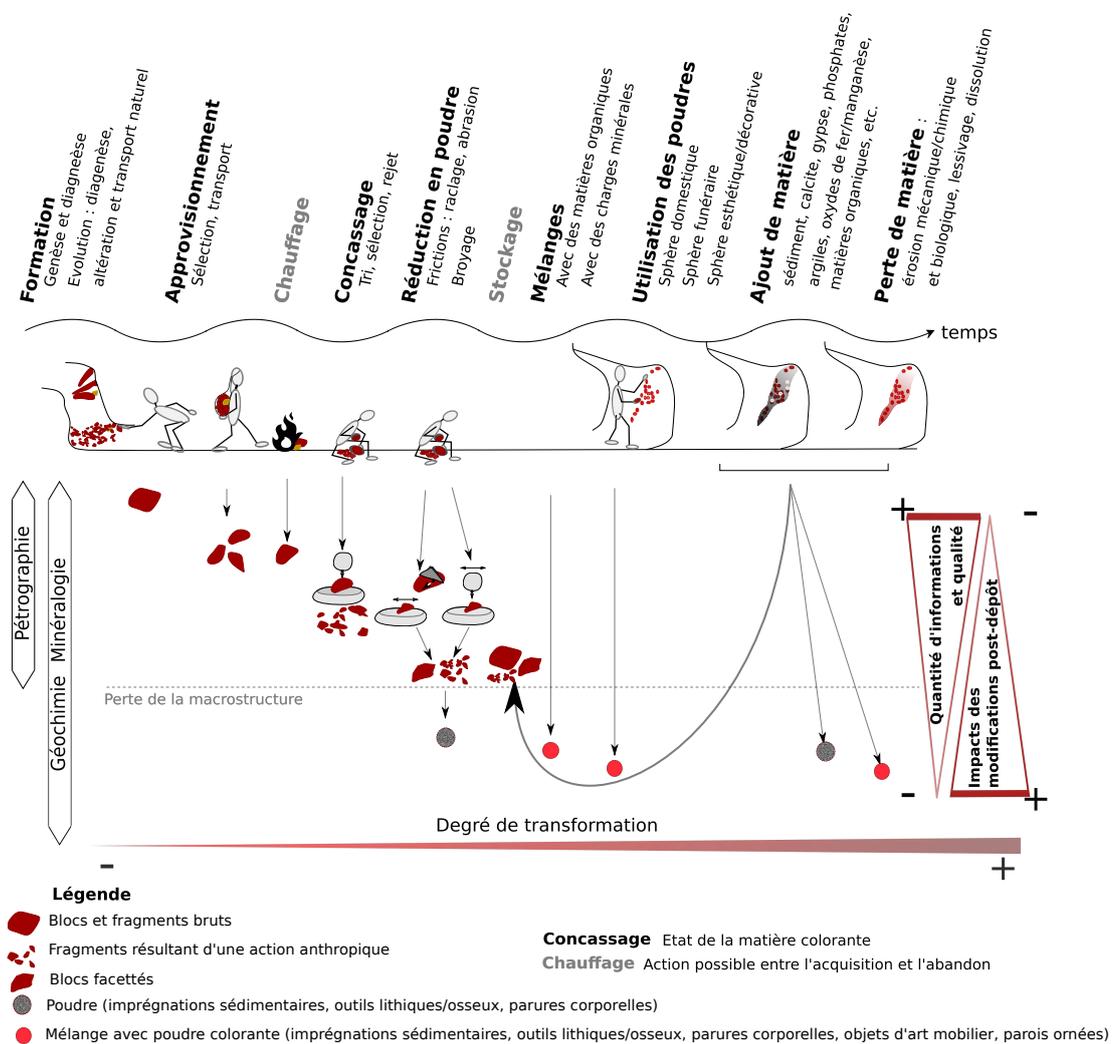


Figure 1.1 : Schéma récapitulatif des méthodes d'analyse, des chaînes opératoires, des évolutions des matières, des modifications qu'elles ont enregistrées et des pertes d'information. DAO : H. Salomon.

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 façonner, 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 (Fig. 1.1).

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 matières minérales (matières siliceuses destinées à être taillées, fossiles), ce type d'analyse requiert au préalable de bien connaître les matières dont il est question, ce qui implique d'appréhender leur mode de formation et d'évolution de même que les contextes dans lesquels elles peuvent être retrouvées en s'intéressant aux 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 différents 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 *Pigmentoθήque*, 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 *Pigmentoθήque*, il est alors possible de renforcer la connaissance des ressources minérales ferrugineuses par un aller-retour entre les collections archéologiques 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 *Pigmentoθήque* est bien de s'intéresser à la diversité et à la pluralité des matières naturelles présentant des caractéristiques re-



Figure 1.2 : 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. Photo : H. Salomon.

connaissables 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. 1.2). 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 (Fig. 1.1).

1.2 Objectifs

L'objectif principal de l'édification de la *Pigmentoθήque* réside dans la mise en place d'un outil dynamique en lien avec les autres matériauthèques, en particulier le *Réseau des lithothèques* (Bressy & 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 la Préhistoire. 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 de la *Pigmentoθήque* 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 *Pigmentoθήque* sert donc aussi à mettre à disposition des échantillons pour ces développements analytiques.

1.3 À l'origine du projet

La construction de la *Pigmentoθήque* 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 *Pigmentothonèque* 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 *Pigmentothonèque* 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 *Pigmentothonèque*, 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 *Pigmentothonèque*

Le PCR *Pigmentothonèque* 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 multiscalair 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'Ornac 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 2021)
- **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 géomatériaux 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

Recherches de provenance de matières colorantes : état des lieux et positionnement

L'exploitation des matières colorantes constitue un champ de pratiques qui suscite l'intérêt de la communauté scientifique depuis les commencements des recherches en Préhistoire (par ex. Lartet & Christy (1865); Rivière (1887), p. 196; (de Mortillet & de Mortillet 1910), p. 555; Moissan (1902b), (Moissan 1903b)) mais elles n'ont été étudiées sous l'angle des chaînes opératoires que depuis une dizaine d'années. Ces matières, riches en manganèse pour les noires et en fer pour les rouges, les orangées et les jaunes, sont fréquemment appelées « ocres ». Terme, dont la polysémie est remarquablement riche et plurielle, « ocre » renvoie à de très nombreuses réalités et représentations, parfois opposées. L'ambiguïté tient en partie à son étymologie (du grec *ωχρα* issu de *ωχροσ* signifiant alternativement : pâle, couleur instable, jaune de l'œuf...). Mais plus encore, à l'échelle de l'histoire de ce terme, c'est entre la désignation de la couleur, de la matière ou de la matière transformée (matériau) que se crée une diversité grandissante de ses acceptions, généralisant parfois jusqu'à la contradiction (Triat (2010) : 16; Salomon (2009) : 41-52; Tromeur (1998)). Le glissement de la matière à la couleur et inversement est omniprésent, mais n'informe ni sur la couleur (jaune, orange, rouge, brun, pâle, sombre, etc.) ni sur la matière elle-même (naturelle ou transformée par des actions anthropiques, minéraux chromogènes, roches enrichies en minéraux chromogènes) et rend difficile la compréhension des objectifs des exploitations auxquelles les matières colorantes ont donné lieu dans les différents contextes d'enregistrement.

2.1 Questionner les territoires de la Préhistoire

Les matières colorantes se présentent par ailleurs sous différentes formes, blocs et fragments bruts ou modifiées par des actions techniques, et le plus souvent réduites à l'état de poudre ou de petits débris. Les poudres et mélanges, que l'on retrouve sur divers vestiges ou imprégnées dans les sédiments, sont plus ou moins bien conservées. Ces dépôts sont fréquemment observés sur des outils lithiques taillés et non taillés, des outils en matière dure animale, des éléments de parures corporelles, des objets d'art mobilier, couvrant les squelettes dans certaines sépultures, appliqués sur les parois.

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 2.2). 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.

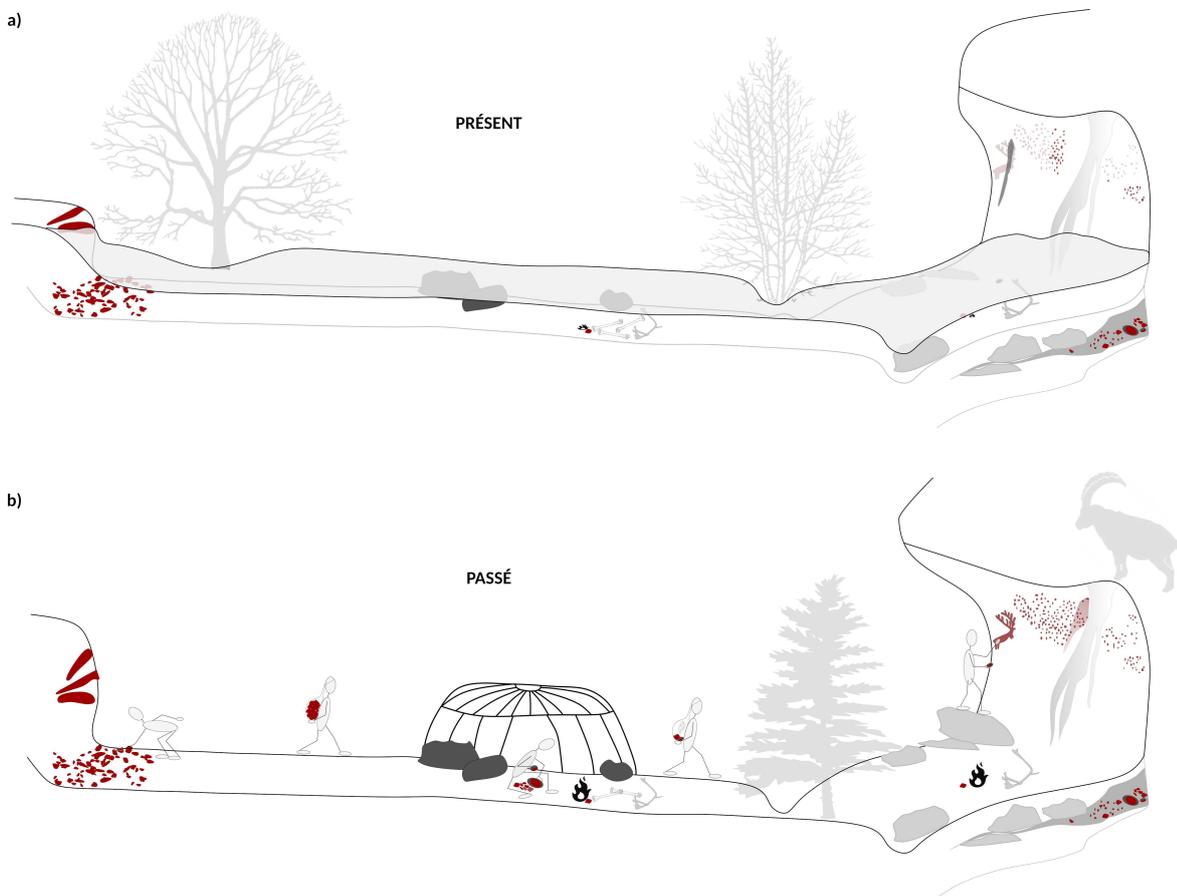


Figure 2.1 : Schémas représentant le champ couvert par la *Pigmentoθήque*. La connaissance des matières premières utilisées et des modalités d'approvisionnement renseignent sur l'ensemble des choix opérés dans le passé, sur les temporalités des activités humaines et naturelles et sur les spatialités 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. DAO : H. Salomon

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 (Aubry (2005) ; Bon (2009) : 250). Si la définition de territoire peut varier d'une discipline à l'autre, en archéologie préhistorique, on tente de définir les territoires comme l'espace investi culturellement (reconnu par les groupes qui l'habitent comme par les groupes extérieurs), exploité économiquement, où se transmet la culture et où se reproduit la société (Binford (1979) : 259 ; Godelier (2009) : 97). En s'assurant l'accès à des ressources minérales et vivantes, ces groupes humains ont délimité des territoires, construits et déconstruits au cours du temps, qui peuvent être reconnus comme des réseaux de lieux faits de relations entre matières, humains, installations et déplacements (Binford (1980) ; Bon (2009) : 254 ; Delvigne, sous presse ; Gould & Saggers (1985)). L'étude des sociétés de la Préhistoire s'appuie donc sur la mise en évidence des systèmes d'exploitation des ressources au sein de réseaux de lieux

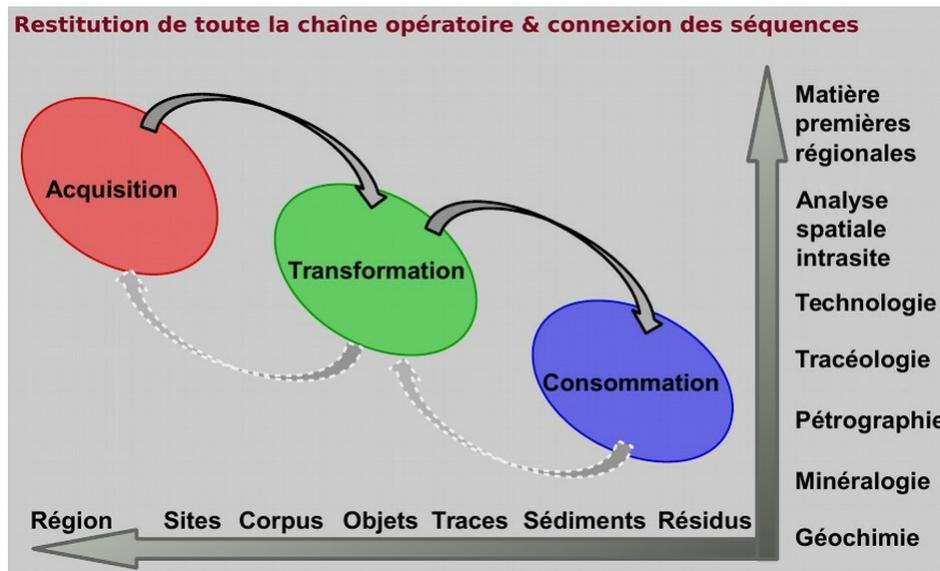


Figure 2.2 : Schéma général positionnant le projet de la *Pigmentoθήque* dans l'approche globale de la chaîne opératoire des matières lithiques et colorantes. DAO : H. Salomon

qui peuvent alors être compris comme un territoire (par ex : entre plusieurs installations humaines, gîtes de matières premières minérales, sites ornés ; Bourdier (2013)).

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 sito-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, dont image s'approche 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 (REF. Delvigne RESEAUX).

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 agi 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 & Laming-Emperaire (1979) à Lascaux ; Cabrera-Garrido (1978) à Altamira, Audouin-Rouzeau & 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 *Pigmentotheque*, comme Paul Fernandes et Guillaume Bocaccio, et main-

tenant, 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 2.2) :

- 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 *Pigmentotheque* avec les vestiges colorants et colorés de différents sites, nous serons 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 déstructurées (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, les propriétés physico-chimiques (couleur, résistance, texture, etc.) et les différentes échelles d'observations.

2.3 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 & 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 (1902a), Moissan (1903a)). 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 & Walter (1992), Weinstein-Evron & Ilani (1994)). Des méthodes isotopiques ont également été mises en œuvre pour tracer les quartz associés aux oxydes de fer (Smith & 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 techno-économie.

Au regard des tentatives (et réussites) d'identification de sources d'approvisionnement des matières colorantes qu'elles soient des roches ferrugineuses ou manganéuses, 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 & 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 colorantes ferrugineuses ou manganéuses 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 *Pigmentothonèque*, 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.

2.4 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 & 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 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

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

	Observation à l'oeil nu	Observation sous la loupe binoculaire	Microscopie optique en lumière transmise	Diffraction des rayons X	Diffraction des rayons X sur fraction argileuse	Fluorescence des rayons X (XRF)	Particule Induce X-ray Emission (PIXE)	Laser ablation Inductively Coupled Plasma Mass Spectrometry (LA-ICP-MS)
Caractéristiques observées ou analysées	Couleur, dureté, homogénéité, inclusions 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	?
Surface/volume analysé/observé	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 ²	Surface analysées ajustables de 10 µm à 5 mm de diamètre x max 10 µm de profondeur	100 µm de diamètre
Nombre d'analyses / objet	1	1	1	1	1	Au moins 3 points	Au moins 3 points	3 points à plusieurs profondeurs
Échantillonnage	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
Particularités	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
Apports	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
Limites	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

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 destruction 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).

2.5 Définir les objectifs des exploitations de matières colorantes

Au vu de ces nombreuses limites, *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 *Pigmentoθήque* 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.

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 cohésives 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 *Pigmentoθήque* 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.

Partie 3

Point sur les matières minérales colorantes riches en fer

Cette partie de synthèse est intégrée à l'article acceptée dans le *Journal of Lithic Studies*, (Salomon et al. accepté, cf. partie 10 - annexe 8). Nous avons choisi de présenter ici la version française et en annexe la version anglaise pour faciliter l'utilisation et la reconnaissance, par nos collègues, des différents types de matières riches en fer qui y sont exposés.

Les matières colorantes contiennent un pigment minéral. La poudre extraite peut transmettre sa couleur à une autre matière, soit en recouvrant la couleur initiale, soit en la transformant dans la masse (Pradeau (2015), p. 35-36). La grande diversité des matières utilisées durant la Préhistoire (Onoratini (2002)) tient autant à leur nature qu'aux très nombreux contextes de formation : oxy(hydroxy)des de fer (rouges, bruns, orangés, violacés, noirs) ou de manganèse (bruns et noirs) et roches composées ou colorées par ces minéraux. L'hématite (Fe_2O_3) rouge plus ou moins sombre à violacée, la goethite (FeO-OH) jaune à brune et divers mélanges d'oxy(hydroxy)des de fer plus ou moins hydratés et cristallisés (anciennement appelés limonite) sont fréquemment associés (Cornell & Schwertmann (2003)). Quant aux composés du manganèse, noirs, ils se déclinent sous forme de nombreuses variétés minéralogiques d'oxydes et d'hydroxydes purs ou enrichis en baryum et autres cations (Chalmin (2003)). Même si les couleurs principales sont peu nombreuses, il existe un large éventail de nuances dues à la cristallinité des minéraux, leur granulométrie, leurs proportions relatives, la porosité et à des mélanges avec d'autres phases minérales au sein des roches (Rouhtier (1963); Triat (2010); Cornell & Schwertmann (2003); Salomon (2019)). Le terme d'ocre est souvent utilisé dans un sens très étendu pour désigner toutes les matières minérales colorantes riches en oxy(hydroxy)des de fer (voire manganèse, ou kaolin pour certains) quelle que soit leur couleur (Brooks *et al.* (2018); David *et al.* (2019); Mackay & Welz (2008); Watts (2002); Wreschner (2002)). Ou bien elles sont définies dans un sens plus restreint, comme un mélange naturel de minéraux argileux et d'ox(hydroxy)des de fer, contenant éventuellement du quartz (Bar-Yosef Mayer *et al.* (2009); Cavallo *et al.* (2017); Cuenca-Solana *et al.* (2016); d'Errico *et al.* (2012); Dayet *et al.* (2017); Eiselt *et al.* (2011); Glavenchuk (2012); Henshilwood *et al.* (2011); Hodgskiss & Wadley (2017); Hovers *et al.* (2003); Iriarte *et al.* (2009); MacDonald *et al.* (2018); Popelka-Filcoff & Charrison (2012); Rifkin (2012); Rosso *et al.* (2014); Sajó *et al.* (2015); Velliky *et al.* (2018); Wadley (2013); Zipkin *et al.* (2017)). Cependant, les contextes de formation des matières colorantes, qu'ils soient sédimentaires (marin, continental ou altéritique), associés à une activité magmatique, métamorphique ou hydrothermale, voire combinés, sont véritablement pluriels impliquant des cortèges minéraux différents. C'est pourquoi ce terme d'ocre ne permet pas de décrire l'ensemble des matières minérales colorantes riches en fer, pas plus qu'il ne renseigne sur leur couleur. Il ne peut donc pas se substituer à des termes plus précis. La grande diversité génétique et évolutive des matières colorantes en fait d'excellents géomarqueurs

(Blot (2004); Dayet *et al.* (2017); Denayer (2016); Goemaere *et al.* (2016); Jébrak & Marcoux (2008); Pradeau *et al.* (2016); Rossi & Gasquet (2014); Thiry *et al.* (2006)).

Les formations riches en fer peuvent être classées en trois grands types fondés sur les mécanismes à l'origine de la ségrégation du fer (Fig. 3.1) :

3.1 Type I : formations riches en fer sédimentaire

Le type I regroupe le fer sédimentaire : dans les *formations sédimentaires* (Fig. 3.1 n°1), le fer s'est déposé en même temps que le sédiment ou a été mobilisé lors de la diagenèse (Denayer (2016); Jébrak & Marcoux (2008); Rossi & Gasquet (2014)).

- Le **fer rubané** (Banded-Iron Formation BIF) est une roche du Précambrien formée par précipitation chimique du fer et de la silice, faite d'une succession répétitive de lamines d'oxydes de fer (hématite ou magnétite) souvent noires à argentées, de shales carbonatés et de cherts rouges (Fig. 3.2 a et b). Le fer peut également se trouver sous la forme de carbonate (sidérite), silicates (greenalite ou minnesotaite), ou de sulfures (pyrite). C'est le minerai de fer le plus exploité au monde notamment dans les affleurements australiens, canadiens et africains (Cornell & Schwertmann (2003); Jébrak & Marcoux (2008); Robb (2005)).

- Les **oolithes ferrugineuses** (Fig. 3.2 c et d), ou minerais de fer oolithique, sont des roches sédimentaires typiquement d'âge phanérozoïque contenant du fer issu de l'altération continentale. Elles forment fréquemment des unités lenticulaires rouges à brunes riches en oolithes interstratifiées avec des roches carbonatées, argileuses ou gréseuses déposées dans des environnements marins peu profonds et très rarement en milieu lacustre (Cornell & Schwertmann (2003); Denayer (2016); Dreesen *et al.* (2016); Robb (2005)). Les oolithes sont des grains revêtus de moins de 2 mm dont le cortex ou le nucleus est composé d'oxydes ferriques (goethite, hématite), de carbonate de fer (sidérite), de silicates de fer (berthiérine) ou de chlorites ferrifères (chamosite). Les oolithes ferrugineuses sont divisées en deux types (Clinton et Minette) en fonction de leur composition et de leur mode de formation (Dreesen *et al.* (2016); Evans (1993)). Par exemple : Ordovicien en Normandie (Goemaere *et al.* (2016); Dreesen *et al.* (2016)), Dévonien dans l'Eifel et en Belgique (Billard *et al.* (2016); Goemaere *et al.* (2016); Dreesen *et al.* (2016); Denayer (2016); FIGURE), dans l'Hettangien (Ardèche, Cayeux (1909)), dans le Toarcien où l'on peut trouver des oolithes à ammonites (Galbrun *et al.* (1994)), dans le Bajocien supérieur en Normandie (Pavia *et al.* (2002)), et dans l'Aalénien et le Bajocien où l'on rencontre de la Minette (Waterlot *et al.* (1973); Dreesen *et al.* (2016)).

- Les **marnes, argilites, siltites et grès ferrugineux** (Fig. 3.2 e et f) sont des formations sédimentaires continentales ou marines rouge ou jaune significativement visibles dans le paysage. Ces roches se sont formées principalement au Paléozoïque supérieur, au Mésozoïque inférieur, et au Cénozoïque supérieur. Le fer, d'origine détritique et diagénétique, cimente les grains et imprègne le sédiment. Les oxy(hydroxy)des de fer diagénétiques, authigènes et automorphes, se forment par oxydation de minéraux préexistants comme la magnétite, la biotite, l'ilménite ou par pseudomorphose de goethite, biotite ou pyrite (Cornell & Schwertmann (2003); Vinchon (1984)).

Geological diversity
of iron-rich formations

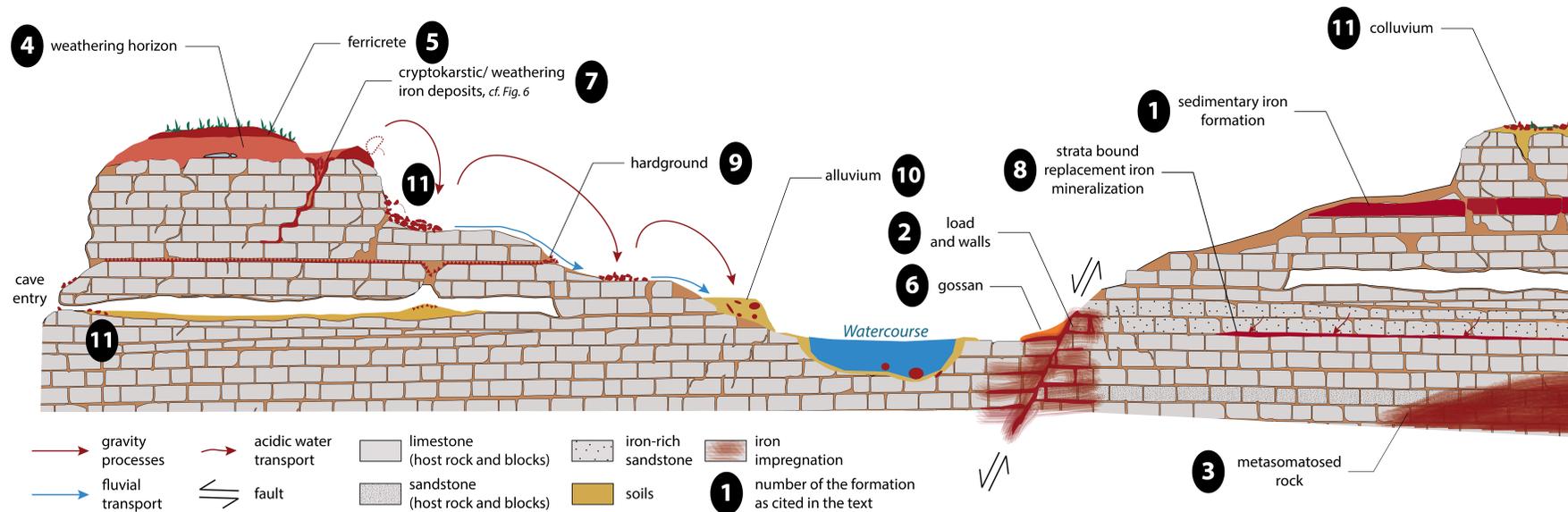


Figure 3.1 : Schéma représentant la diversité des formations riche en fer et leur évolution. Sans prétendre à l'exhaustivité, ce schéma illustre les principaux types de formation et de processus d'altération en prenant en compte la notion de chaîne évolutive (Fernandes & Raynal (2006)). DAO : C. Chanteraud et A. Chassin de Kergommeaux, modifié d'après Chanteraud (2020).

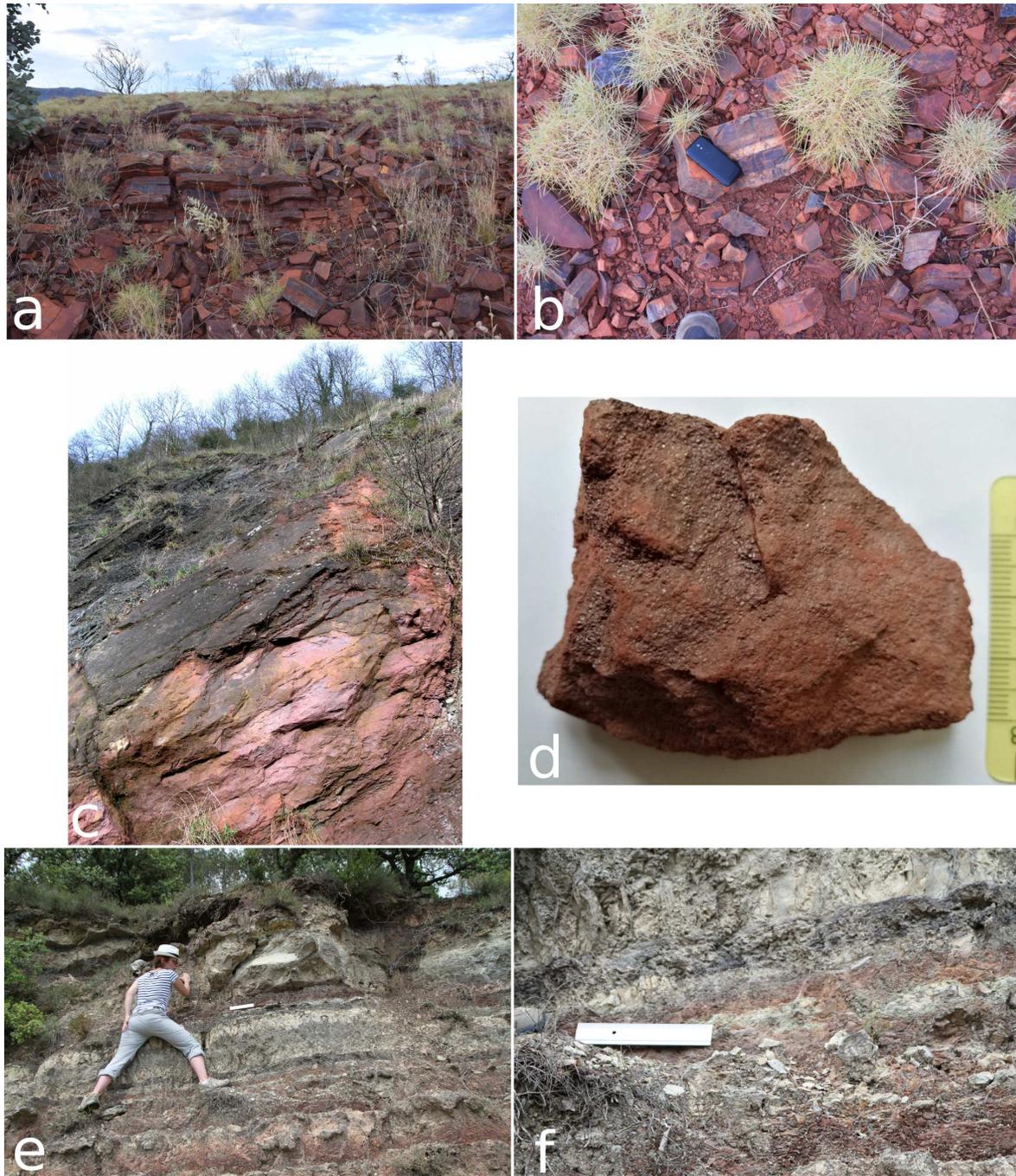


Figure 3.2 : a-b) Banded Iron Formation, Rio Tinto's Marandoo mine, Western Australia, c-d) Oolitic ironstone (hématite oolithique) intercalée entre des bancs de shales du Frasnien et du Famenien, Huy, Belgique, e-f) Marnes ferrugineuses et calcaire du Lias interstratifiés, Molière, Gard, France. Photos : a & b : A. Chassin de Kergommeaux, c - f : H. Salomon.

- D'autres formations **sédimentaires** plus ponctuelles, principalement **continentales**, voient la genèse de matières riches en oxy(hydroxy)des de fer. Les fers des marais (bog iron stone; Denayer *et al.* (2011); Thelemann *et al.* (2017)) sont le résultat de précipitations de fer récentes voire sub-actuelles suite à des réactions d'oxydo-réduction dans les lacs ou les marais de l'hémisphère nord (Stanton (1972)).

3.2 Type II : formations riches en fer associées à des minéralisations

Le type II réunit les formations associées à des **minéralisations**. Elles correspondent à un remplissage de fracture ouverte (diacalse, faille...) par des minéraux précipités à partir de fluides aqueux chauds (filon hydrothermal, Fig. 3.1 n°2 et 3, Fig. 3.3 a - d), même si les dépôts syndiagenétiques peuvent être stratiformes. Le fer y est souvent associé aux Pb, Zn, Ag, Sb, Ba, Au, Cu... (Blot (2002); Jébrak & Marcoux (2008); Kholodov *et al.* (2012); Rossi & Gasquet (2014)). Les gîtes sont de faible extension géographique, d'ampleur hectométrique, et leur localisation sur les cartes géologiques n'est pas toujours précisée sauf en cas d'exploitation minière bien documentée. C'est alors la matière extraite, plutôt que la composition minéralogique du corps métallogénique qui est indiquée.

Il en existe différents types, comprenant les minéralisations de fer-plomb-zinc et les Iron-Oxyde-Copper-Gold-Deposites (IOCG), essentiellement composés d'oxyde et de sulfure de fer (Rossi & Gasquet (2014)). Par métamorphisme de contact, les fluides minéralisateurs imprègnent sur quelques centimètres la roche encaissante aux épontes (Fig. 3.1 n°2).

Des roches peuvent également être imprégnées par des oxydes de fer à plus ou moins grande échelle, ce qui est dû à de la métasomatose par percolation ou diffusion comme les calcaires ferruginisés de Pierremorte (Gard, Fig. 3.1 n°3 et Fig. 3.3 e et f). Le fer peut soit provenir d'apports extérieurs soit de minéraux préexistants dans la roche encaissante (Jébrak & Marcoux (2008)).

Les minerais de fer des sources, ou sources ferrugineuses (Denayer *et al.* (2011)) apportent à la surface du fer mobile qui s'oxyde et précipite en formant des encroûtements. Des bactéries contribuent à l'oxydation et la minéralisation du fer présent en forte concentration dans l'eau (James & Ferris (2004); Mustoe (1981)).

3.3 Type III : fer concentré par l'altération météorique de roche préexistante

Type III : Dans ces formations, le fer est concentré suite à l'altération continentale de roches pré-existantes selon le processus suivant favorisé et amplifié sous climat chaud et humide (Beauvais & Colin (1993); Triat (2010); Kholodov *et al.* (2012); Widdowson (2007); Fig. 3.1 n°4, 5 et 7, Fig. 3.4) :

- 1- infiltration d'eaux météoriques, activité biologique et hydrolyse induisant le lessivage des sols et des roches;
- 2- dissolution des minéraux riches en fer (glauconite, pyrite, chlorite, phyllosilicates...) et transport

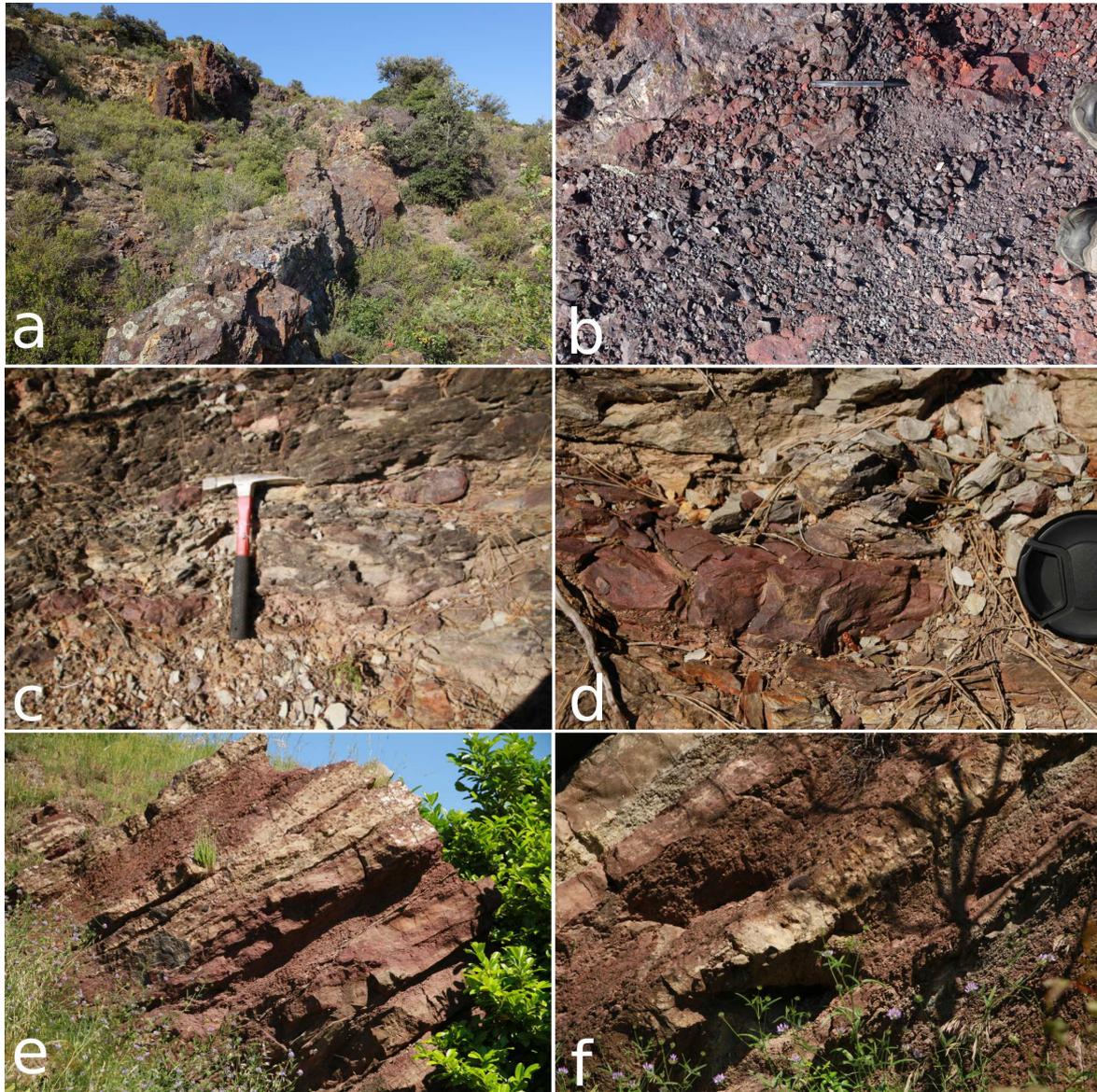


Figure 3.3 : a-b) Veine hydrothermale d'hématite et quartz au contact entre les marnes-gypse dur Trias et diverses formations carbonatées du Jurassique inférieur, Lesquerde, France, c-d) Veine d'hématite hydrothermale dans un grès arkosique du Trias, Bordezac, France, e-f) Veine d'hématite stratiforme et calcaire calovien métasomatisé, Pierremorte, France. Photos : H. Salomon.

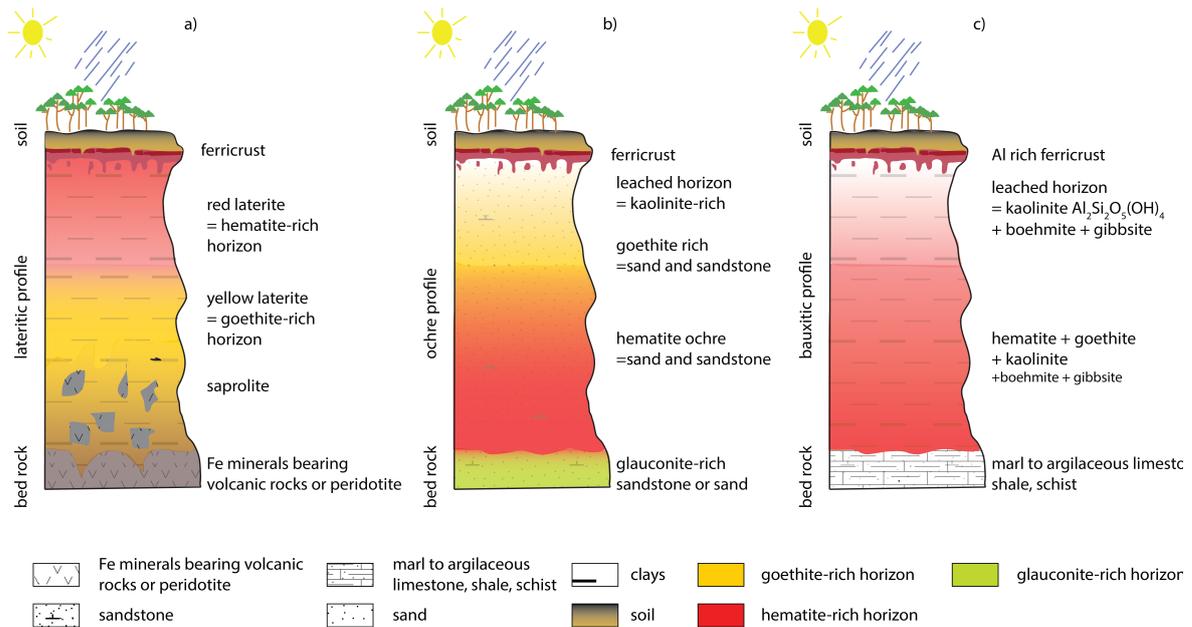


Figure 3.4 : Profils d'altération : a) latérite, b) ocre, c) bauxite. DAO : A. Chassin de Kergommeaux (d'après Coquinot & Salomon (2013); Triat (2010)).

des ions fer ;

3- dépôt, concentration, piégeage du fer lorsque les conditions Eh/pH changent, au contact soit de roches carbonatées (calcaire, dolomie), soit de lithologies différentes et précipitations du fer sous forme de sulfures et carbonates qui s'oxydent (goethite, hématite).

Ces modifications laissent place à des formations constituées de superpositions d'horizons lessivés et d'horizons plus ou moins enrichis en fer, avec des cuirasses ou ferricrètes (ou croûtes) indurées riches en fer, des horizons à pisolithes et lithoclastes ferrugineux, des horizons argilo-ferrugineux et des horizons mobilisant des fragments de roche mère altérés (Fig. 3.4).

3.3.1 Type IIIA : fer dans les profils d'altération

Les profils d'altération (Triat (2010) : Fig. 10 p. 123) sont souvent appelés indifféremment latérites ou altérites, voire sols ferrallitiques (Fig. 3.4).

- **Altérite** (Beauvais & Colin (1993); Gourdon-Platel *et al.* (2000)) : horizons d'altérations en place sur la roche mère dont ils sont issus, conservant l'architecture et contenant souvent des fragments de la roche mère remaniée avec des minéraux hérités, des minéraux néoformés dont des oxy(hydroxy)des de fer et diverses concrétions (Lozet & Mathieu (2002)).

- **Ferricrête** : synonyme de « cuirasse ferrugineuse » au sein de profils d'altération plus ou moins développés (Fig. 3.5 c et d; Widdowson (2007)).

- **Latérite** (Fig. 3.1 n°4, Fig. 3.4 a) : Il s'agit d'une roche d'altération superficielle de roches magmatiques riches en minéraux ferromagnésiens, fortement évoluées dans un contexte tropical humide ou équatorial, et ayant subi une altération chimique intense. Elle est caractérisée par un profil pédologique composé d'horizons superposés enrichis en aluminium et en fer sous forme de gibbsite,

kaolinite, oxydes et hydroxydes de fer. A la base du profil, les fragments de roche mère sont nombreux (saproлите). Le profil est surmonté par une cuirasse ferrugineuse lorsqu'il est exposé à des alternances d'humectation et dessiccation (Beauvais & Colin (1993); Beauvais (1999); Lozet & Mathieu (2002); Pavia *et al.* (1971); Triat (2010)).

- **Ocres** (Fig. 3.4 b, Fig. 3.5 e et f) : Les ocres sont un faciès de sable/grès glauconieux (donc d'origine marine), altéré en contexte continental sous un climat chaud et humide lors d'un processus de latéritisation. Le fer provient principalement de l'hydrolyse de la glauconite en kaolinite. Cette altération a profondément changé la minéralogie et la composition de la roche d'origine ; enrichissement en kaolinite (et autres minéraux riches en alumine) mais aussi en différents oxydes et hydroxydes de fer (Guendon & Parron (1985); Onoratini (2002); Triat (2010)).

- **Terra rossa** (Fig. 3.1 n°4, Fig. 3.5 g et h) : Terme peu usité, désignant des argiles rouges, résidus de la dissolution des calcaires et dolomies (décarbonatation), avec appauvrissement en SiO₂, et enrichissement en Fe₂O₃. Les terra rossa se développent au sommet de bancs carbonatés. Cette altération (fersiallisation) est caractéristique des climats sub-tropicaux ou méditerranéens, chauds à saisons contrastées (Lozet & Mathieu (2002)).

- **Amas à affinité karstique** (Fig. 3.6 a) : altération directe des calcaires en argiles riches en fer et croûtes ferrugineuses présentes en surface ou sous forme de placage au fond des dépressions et cavités karstiques (Salomon & Pomel (2005)). La structure bréchique résulte de la fragmentation des dépôts ferrugineux accumulés dans le karst (Fig. 3.6 a-4).

- **Bauxite** (Fig. 3.7 a et b) : Roche sédimentaire ou résiduelle composée d'oxy(hydroxy)des d'aluminium, accompagné d'oxy(hydroxy)des de fer, de minéraux argileux (kaolinite), et titanés (rutile, anatase). De structure variable souvent pisolithique, elles ont deux origines : autochtone (primaire) issue de l'altération de type latéritique en place de la roche mère (marne/calcaire argileux et argilite/schiste), ou allochtone (resédimentée) issue du transport des éléments de couches d'altération ferrallitique, redéposés à l'aval du bassin-versant souvent dans les karsts et altérés de nouveau (de Laparent (1930); Guendon & Parron (1985); Nicolas (1968); Valetton (1996)).

- **Fer sidérolitique** ou Böhnerz : le terme « sidérolitique » renvoie à la fois à un découpage stratigraphique abandonné depuis plusieurs dizaines d'années, correspondant à une période marquée par de fortes altérations continentales remontant à l'Eo-Oligocène, et aux produits de cette altération (cuirasses latéritiques) plus ou moins remaniés, et éventuellement stockés dans des poches karstiques (*cf.* type III C : amas cryptokarstiques). Il s'agit de pisolithes de goethite et d'hématite emballés dans des argiles souvent ferrugineuses (Gourdon-Platel & Lambert (1986); Gourdon-Platel *et al.* (2000); Gourdon-Platel *et al.* (1996); Rosenthal (1991); Simon-Coinçon *et al.* (2000); Thiry *et al.* (2006)).

3.3.2 Type IIIB : minéralisations altérées

Les roches et minéraux formés dans les situations précédemment exposées peuvent ensuite évoluer et être significativement modifiées par des altérations météoriques. Ils sont appelés **chapeaux de fer** ou *gossan* (Fig. 3.1 n°6) : Lorsque les filons atteignent la surface, des chapeaux de fer se forment, sièges d'altération météorique favorisant l'oxydation des sulfures en oxy(hydroxy)des de fer au contact de l'eau atmosphérique. Dans les niveaux inférieurs les conditions d'oxydo-réduction deviennent réductrices entraînant la précipitation massive des éléments lessivés (Pb, Zn, Cu) dans les couches supérieures créant une zone de cémentation caractéristique (Rossi & Gasquet (2014); Blot (2004); Jébrak & Marcoux (2008); Kholodov *et al.* (2012)).

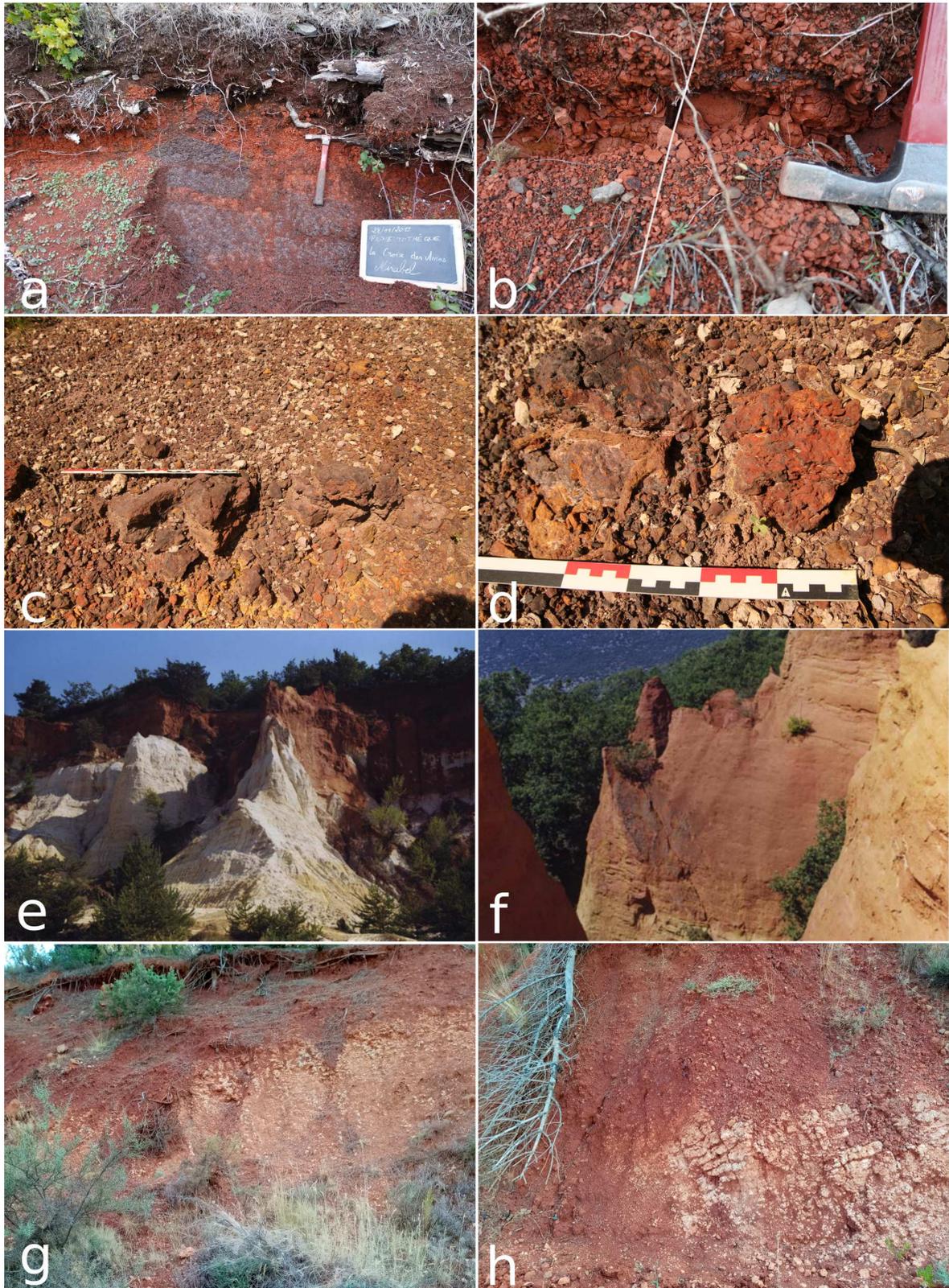
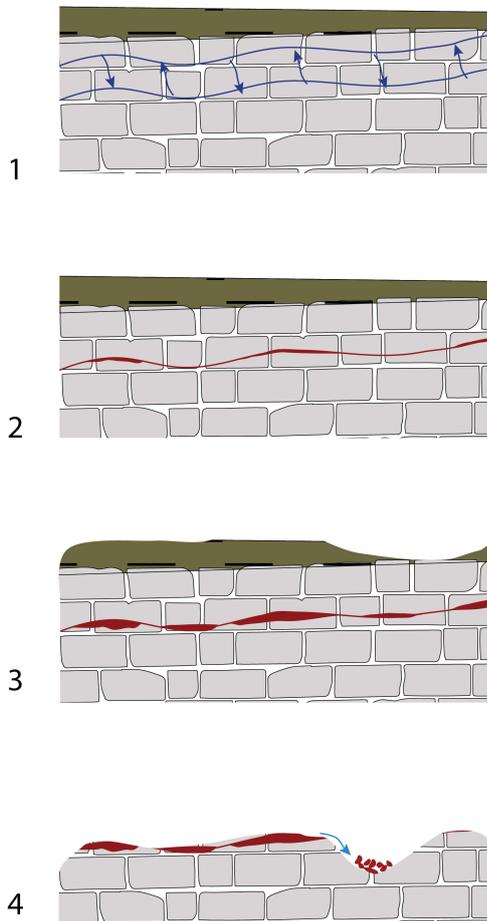


Figure 3.5 : Formation d'oxydes de fer dans des profils d'altération : a-b) Paléosol formés sur une coulée basaltique, Mirabel, Ardèche, France, c-d) Cuirasse ferrugineuse formée dans les dépôts sableux du Cenomanien. Le profil contient des horizons riches en kaolinite et des horizons de sable et grès ferrugineux, La Capelle-et-Masmolène, France, e-f) Profil des ocres issues de l'altération de sables glauconieux de l'Albien et du Cenomanien, Roussillon, Vaucluse, France, e) en haut : cuirasse ferrugineuse sous laquelle apparaît un horizon de sable argileux riche en hématite; en bas : horizon lessivé de sable kaoliniteux, f) horizons jaunes riches en goéthite et rouges riches en hématite, g-h) Terra Rossa formée sur un banc de marne calcaire du Gargasien-Clansayésien supérieur, Maury, Pyrénées-orientales, France. Photos : H. Salomon.

a) weathering iron deposit



b) cryptokarstic formation

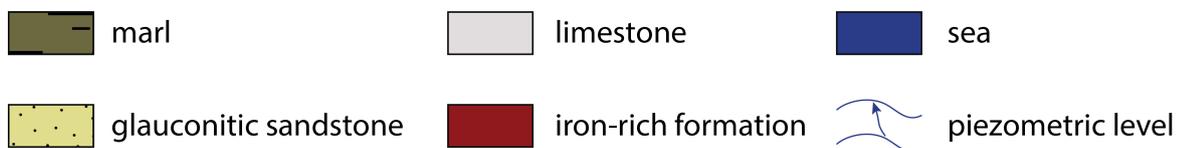
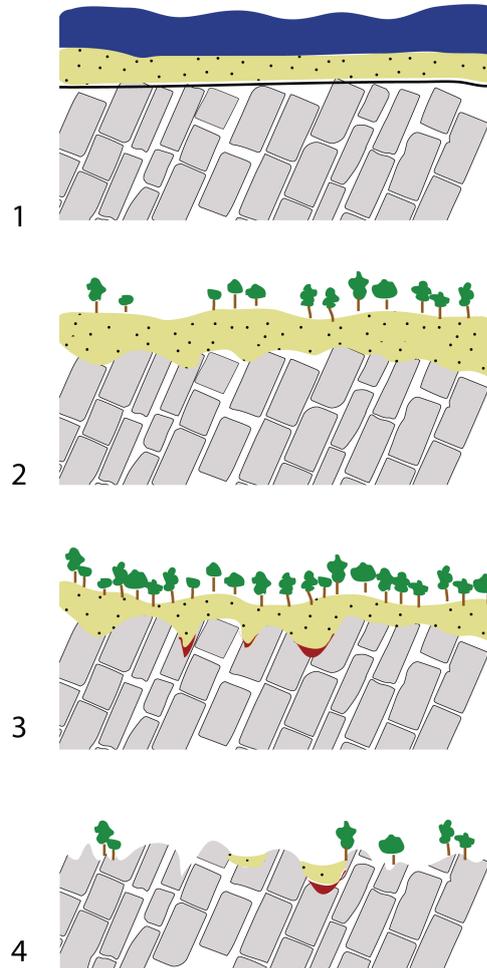


Figure 3.6 : Formation de a) dépôts ferrugineux issus de l'altération dans un karst : 1-2) altération directe de calcaire en minéraux argileux riches en fer, 3) lessivage et précipitation de fer au contact de strates ou dans les karsts, 4) érosion de la partie supérieure des strates, précipitation et accumulation du fer dans les dépressions karstiques ; b) dépôts cryptokarstiques de fer : 1) dépôt de sable riche en glauconite sur une strate calcaire, 2) croissance d'une végétation tropicale – lessivage du fer par percolation d'eau acides, altération du calcaire et formation de cryptokarsts, 3) le climat tropical humide accélère la karstification et la précipitation du fer au contact entre le grès glauconieux et le calcaire, 4) érosion quaternaire et altération de formations riches en fer. DAO : A. Chassin de Kergommeaux (after Quinif (1993)).

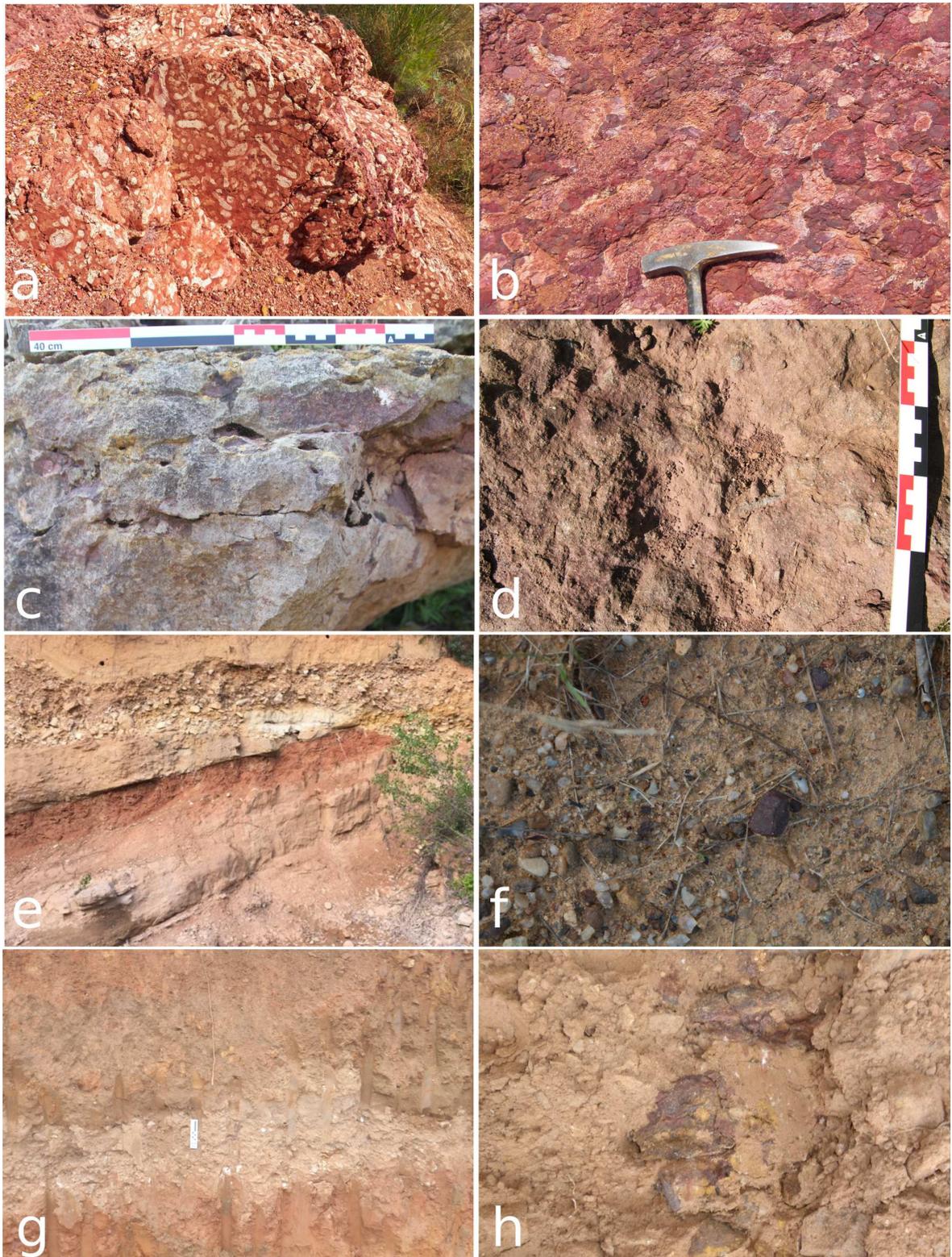


Figure 3.7 : a-b) Bauxite allochtone piégée dans un karst du Jurassique moyen, Cazouls-lès-Béziers, Héault, France, c-d) Calcaire ferruginisé, Aalénien, La Rouse, Ardèche, France, e-f) Galet riche en fer dans des alluvions récentes et du Crétacé, Vagnas, Ardèche, France, g-h) Colluvions contenant des fragments de croûte ferrugineuses de l'Eocène, Cussac, Dordogne, France. Photos : a & b : J.-V. Pradeau, c-h : H. Salomon.

3.3.3 Type IIC : accumulation de fer par piégeage

- **Amas cryptokarstique** (Fig. 3.1 n°7 et 3.6 b) : Remplissage de karst par des matières altérées sous l'effet du climat tropical humide (sables glauconieux oxydés/altérés) et formation de croûtes au contact avec la roche encaissante : éponte, mur. Les eaux de percolation non seulement attaquent les calcaires, ce qui accélère la karstification, mais aussi lessivent les sables sus-jacents entraînant un dépôt de fer issu des glauconies au contact calcaire-sable, sous forme de placages et de croûte (Quinif (1993); Salomon & Pomel (2005)).

- **Amas couchés** (d'après Rouhtier (1963)). Dépôt stratiforme de fer (principalement goethite et assemblage d'hydroxydes de fer plus ou moins hydratés) au contact de deux roches de lithologie différente (ex. calcaire et shale) et suivant les bancs sédimentaires (parallèles aux bancs et strates) suite à l'altération météorique des couches sus-jacentes (Fig. 3.1 n°8).

3.4 Autres formations combinant plusieurs mécanisme génétiques et évolutifs

- **Lahn Dill** : Minerai de fer essentiellement d'hématite et de quartz identifié dans les vallées de la Dill et de la Lahn en Allemagne. Il résulte de la combinaison de processus volcano-sédimentaires, diagénétiques et hydrothermaux tardifs (Flick & Nesbor (1988); Flick *et al.* (1990); Nesbor (2007)).

- **Calcaires ferrugineux et ferruginisés** (Fig. 3.7 c et d) : roches calcaires, dans lesquelles la calcite a été entièrement ou en partie remplacée par des oxy(hydroxy)des de fer lors de la sédimentation, de la diagenèse, voire d'injections hydrothermales (ex. calcaires à entroques de l'Hettangien de Thoste, Yonne, Salomon (2019), Cayeux (1909)).

- **Hardground ferrugineux** (Fig. 3.1 n°9) : encroûtement de la partie supérieure d'un banc carbonaté (Préat *et al.* (1999)).

- **Les gisements alluvionnaires** (Fig. 3.1 n°10, 3.7 e et f) et **colluvionnaires** (Fig. 3.1 n°11, 3.7 g et h) : matières allochtones transportées dans les alluvions et les colluvions formant de vastes nappes de cailloutis ferrugineux et parfois consolidées sous la forme de poudingues (Fig. 3.8 a et b). Il s'agit principalement de concrétions ferrugineuses (Fig. 3.8 b; genèse par altération, *cf.* gisements d'altération) et de galets. Les dépôts colluvionnaires forment des nappes discontinues de fragments plus ou moins roulés d'épaisseur variable à flanc de colline ou en pied de versant (Denayer *et al.* (2011)).

Les roches et minéraux formés dans les situations précédemment exposées peuvent ensuite évoluer et être significativement modifiés par des altérations météoriques (Fig. 3.1, 3.8 c et d).



Figure 3.8 : Figure 8 : a) Poudingue contenant des galets riches en hématite et en goéthite, Campanien, La MoulINETTE, Hérault France, b) Concrétions (pisolithes) riches en oxydes de fer, Les Vans, Ardèche, France, c-d) Profil d'altération d'une séquence fluvio-lacustre de l'Eocène inférieur : sable et grès ferrugineux, e-f) Fossiles pyritisés puis oxydés (principalement des ammonites) dans des marnes du Lias, Les Assions, France, c) moules d'ammonites avec colorations jaune orangé résultant de l'oxydation des fossiles pyriteux, d) ammonite pyritisée et oxydée dans les dépôts de marnes. Photos : H. Salomon.

3.5 Formations riches en fer non oxydé et magnétite

Le fer contenu dans les sulfures (pyrite, marcassite, mispickel, Fig. 3.8 e et f), sulfates (jarosite), carbonates (sidérite), phosphates (vivianite) et silicates (chlorites, glauconite) de fer peut, par altération et chauffage, s'oxyder pour donner de l'hématite et de la goéthite voire de la magnétite transformant des matières non colorantes en matières colorantes. La magnétite noire peut aussi s'oxyder en hématite.

Rendre compte non seulement de cette diversité génétique, mais aussi de la variabilité horizontale et verticale à l'échelle des gîtes et de chaque formation géologique demande donc de mettre en place une stratégie d'échantillonnage adaptée à chaque situation. C'est bien en évaluant et en documentant les nombreuses ressources, en décrivant leurs propriétés et leur accessibilité qu'il devient possible d'appréhender les critères qui ont guidé les choix passés. La sélection des matières premières ne peut être établie qu'au regard des caractéristiques des ressources, comparées entre elles, mais encore, au regard des fonctions qui leur étaient réservées dans le cadre de leur utilisation (Pradeau *et al.* (2016); Salomon (2019)).

Partie 4

La méthodologie

L'ensemble de la méthodologie développée dans le cadre de la *Pigmentoθήque* 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 *Pigmentoθήque*. 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 4.1).

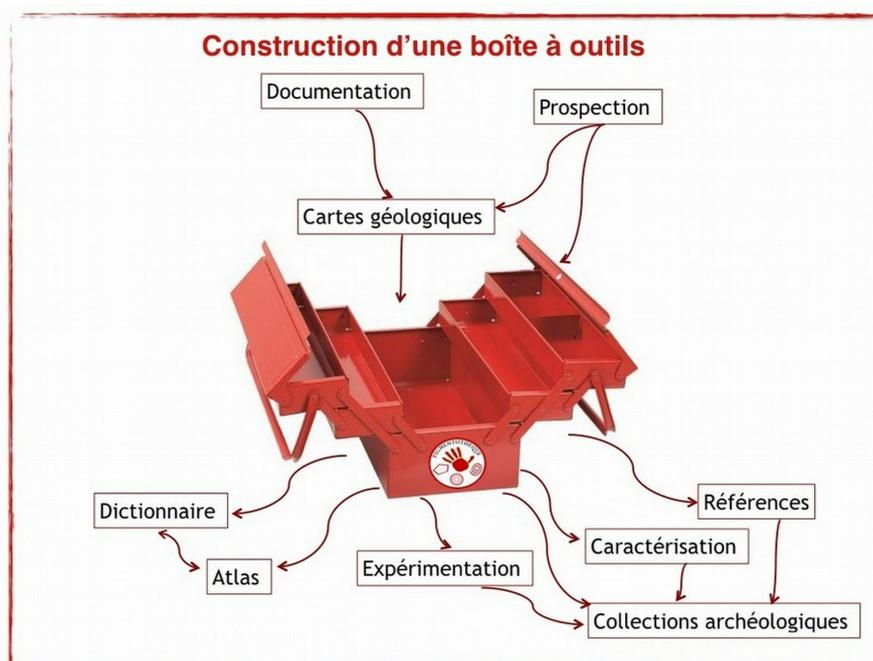


Figure 4.1 : Illustration de la construction de la boîte à outils dédiée à l'étude des matières colorantes.

4.1 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 4.2). Cet ensemble de documents permet de définir les lieux à prospector.

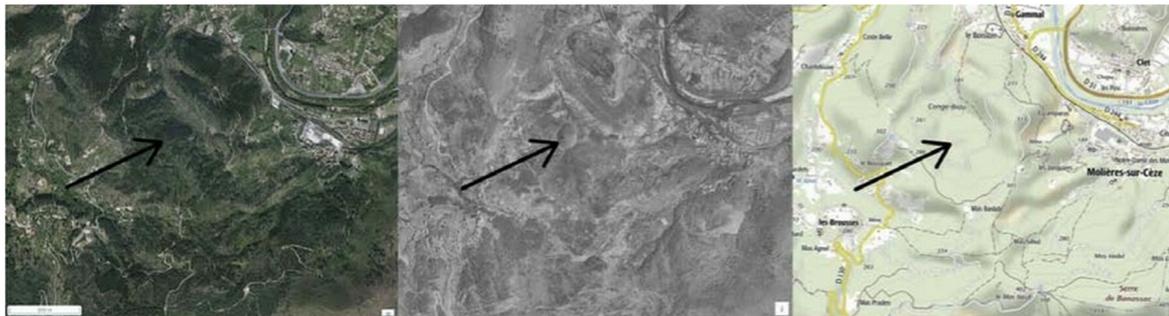


Figure 4.2 : Comparaison de photographies aériennes et satellites à différentes époques entre Molières-sur-Cèze et Saint-Florent-l'Auzonnet (Gard). De gauche à droite : Vue actuelle, photographie des années 50-60, fonds de carte topographique. Sources IGN (Remonter le Temps). Le terroir visible il y a 50 ans est actuellement complètement végétalisé et difficile à repérer dans le paysage.)

4.2 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 4.3). L'enregistrement des sources de matières colorantes se fait désormais en utilisant l'enquête SILEX_V4 adaptée à la *Pigmentotheque* avec *Survey123forArcGIS* par CC, 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/f657397d59a24c8ab7a61ee46de956fd>

Mise en place d'un

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/f657397d59a24c8ab7a61ee46de956fd/result/data>

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)

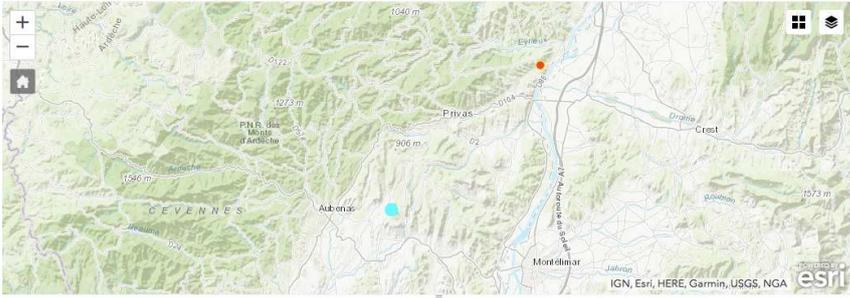
Auteur-e(s) de la modification de la fiche
(Prénom et Nom)

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
Publié

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		H.S + 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 4.3 : 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.* partie 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 type de 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 4.4).



Figure 4.4 : Photo illustrant la collecte d'information sur le terrain. Photos : H. Salomon

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.

4.3 Caractérisation des matières 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 ?? 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 *Pigmentothonne* aussi à aborder la chaîne évolutive (dont la taphonomie) pour mieux comprendre les matières colorantes utilisées et réduites en poudre.

4.3.1 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

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 (décrites 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 litholameleur tente de surmonter. En particulier, les matières très poreuses et tendres et les matières riches en argile se désagrègent lors de l'amincissement. La réimprégnation et l'inclusion sous vide ont déjà apporté des solutions satisfaisantes dans certains cas (*cf.* rapport 2019).

4.3.2 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, éléments figurés, 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 *Pigmentothonne* 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). Grâce 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.

4.4 Adaptation de la méthodologie aux objets archéologiques

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'analyse de ces objets (Fig. 4.5). 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 percussion, des surfaces nivelées 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 (*cf.* partie 5).

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 & Pollard (2008), Malainey (2010); pour les techniques synchrotron voir Bertrand (2007), Cotte *et al.* (2009), Reiche & Chalmin (2013), mais une proposition de méthodologie générale basée sur les techniques les plus fréquemment utilisées est développée ici.

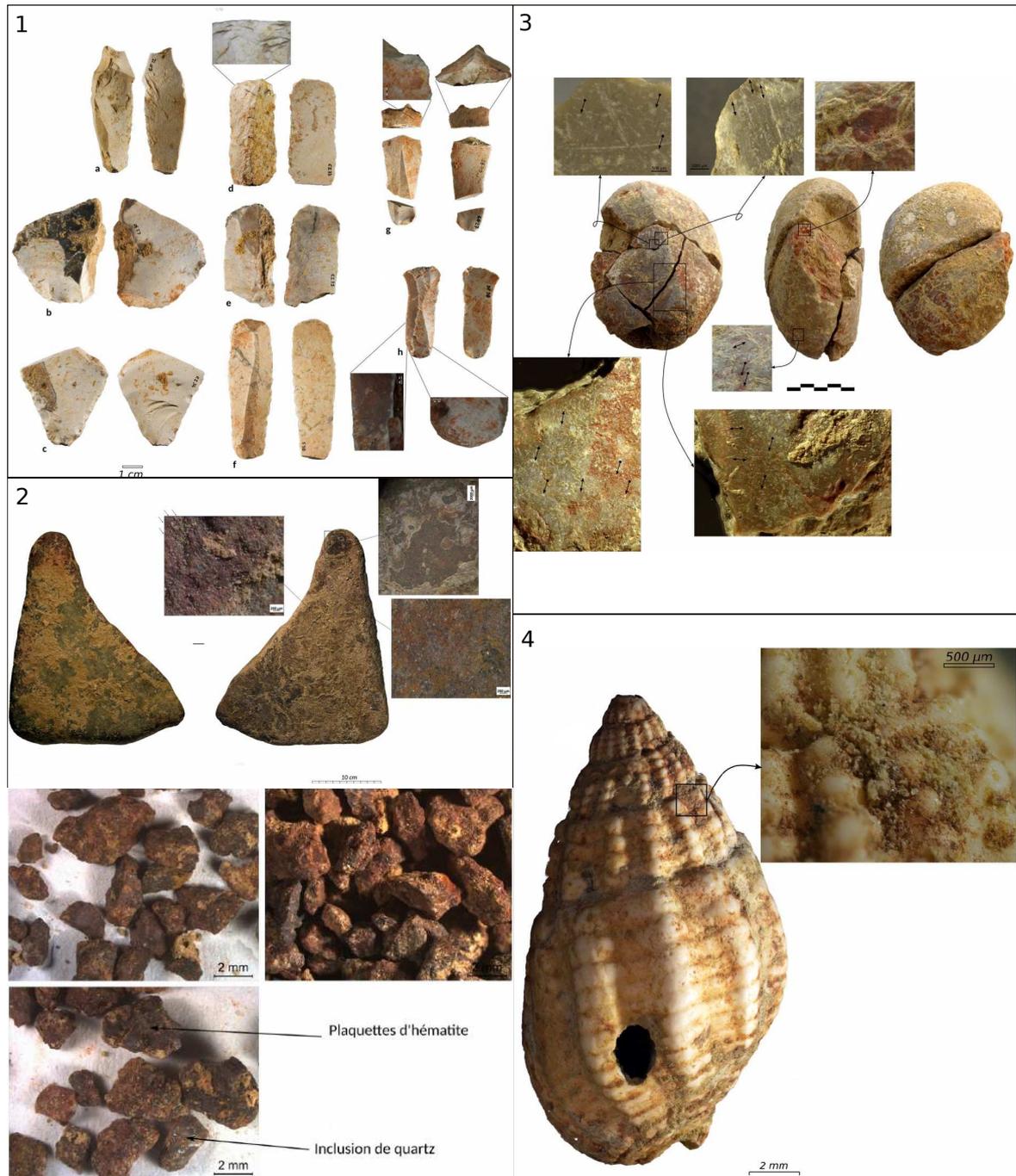


Figure 4.5 : Exemples de matières colorantes sur des outils et éléments de parure corporelle mis au jour à Régismont-le-Haut. Photos : H. Salomon.

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-moyen grossissement (en 6x et 150x), 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. Afin d'améliorer les conditions d'observation et de prise de vue, nous procédons à des reconstitutions d'image en focus stacking à partir de plusieurs clichés.

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 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 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 & 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 nommer 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/infirmer 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 μ DRX)** : 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 μ m, le signal est filtré avec un film d'Al de 50 μ m placé devant les détecteurs hautes énergies (HE1, HE2 et HE3), un filtre de 200 μ m de Cr devant HE3, et un filtre de 100 μ m 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)).

Partie 5

Synthèse des apports méthodologiques

5.1 Description pétrographique, adaptation à partir des lithothèques

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 ferrugineuses récoltées.

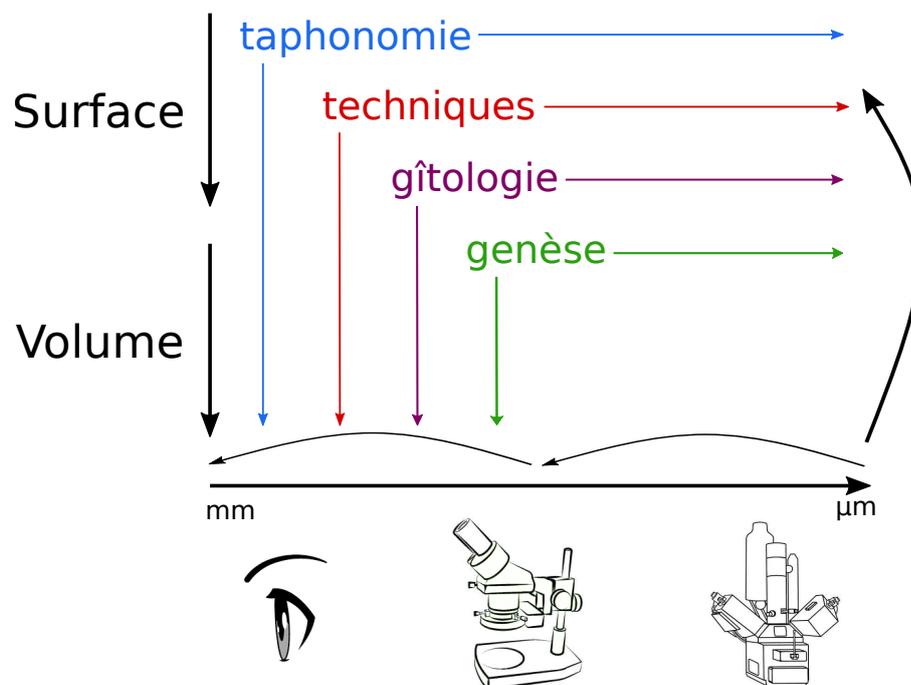


Figure 5.1 : Schéma rappelant le principe méthodologique de l'étude des matières premières minérales. DAO : H. Salomon

Le référencement des formations géologiques mettant à disposition des matières riches en fer (et en manganèse) et les descriptions des matières échantillonnées sont fondés sur les mêmes principes méthodologiques que ceux qui ont été développés dans le cadre du PCR *Réseau de lithothèques en AuRA* (Fig. 5.1). Cependant, d'importants aménagements ont été opérés pour renseigner la très grande diversité et pluralité de ressources concernées, mais aussi pour s'adapter aux cadres géologiques différents, aux contextes archéologiques d'utilisation et aux divers types de vestiges pris en compte (vestiges cohésifs, restes déstructurés sur divers objets de la vie quotidienne, piégés dans les

sédiments, matières réduites en poudre et appliquées sur des supports mobiles et immobiles). L'établissement d'une base de données (sous forme d'un tableur en l'état) permettant de décrire de manière homogène les matières colorantes quelle que soit l'origine disciplinaire ou le niveau de compétence des utilisateurs et des informateurs (étudiant ou chercheur en archéologie, géologie, chimie, etc.) et surtout qu'elle qu'en soit la nature, nécessite la mise en place de fiches de description des gîtes, des prélèvements et des vestiges archéologiques sur le modèle des fiches conçues pour les silicites. Elles sont construites de telle sorte qu'elles renseignent les caractéristiques primaires et acquises des matières au cours de leur histoire (chaîne évolutive et chaîne opératoire) en prenant en compte les effets de la taphonomie. Les deux fiches ont été pensées pour retracer le déroulement de l'observation et de la description, sur l'affleurement puis en laboratoire, des échantillons géologiques et archéologiques de matières colorantes. Nous avons intégré la description des caractéristiques physico-chimiques qui permettent d'aborder les critères sensibles, techniques et pratiques de la sélection de matières minérales dans le passé (couleur, résistance, homogénéité, texture, exploitabilité).

La nécessité d'adapter les fiches (champs descripteurs et définitions) aux matières riches en fer et en manganèse tient en particulier à la pluralité des contextes de formation et de dépôt, à la diversité des lithologies à prendre en compte (Fig. 3.1) et au souci d'exprimer les qualités d'exploitabilité des matières en évitant des a priori concernant les modalités d'exploitation. Décrire les qualités de ces matières permet d'appréhender ce qui en fait des ressources choisies parmi les autres matières utilisées ou disponibles au cours du temps, autrement dit, de reconnaître les critères d'exploitabilité retenus par les populations qui en ont fait l'usage. Les descriptions se veulent donc factuelles, sans interprétation avant la synthèse des données enregistrées et adaptées à la diversité des matières et des vestiges archéologiques en matière colorante ou piégés à la surface d'autres vestiges et dans les sédiments archéologiques. Il a donc été nécessaire d'adapter aussi le concept de chaîne évolutive en prenant en compte le fait que l'évolution des matières tient tant au mode de formation, de transport, de dépôt secondaire et post-dépositionnels, qu'aux matières elles-mêmes, c'est-à-dire aux lithologies (Fig. 3.1). Cependant, nous avons gardé des points d'accroche à même de faire dialoguer les bases de données de différents types de matières premières, en particulier des silicites. Ces points d'accroche sont essentiellement l'enregistrement des gîtes et un vocabulaire commun pour les faits observables et quantifiables et en utilisant les mêmes chartes de description qualitatives et quantitatives. De telle sorte qu'il devient possible d'interroger conjointement les ressources minérales de plusieurs types sans gommer les caractéristiques spécifiques des matières colorantes et de leurs contextes de formation, de découverte et d'utilisation.

L'année 2020 a permis de s'investir dans un gros travail de fond sur le fonctionnement des fiches descriptives (terrain et laboratoire) avec un retour sur les définitions des termes employés. Ces deux fiches descriptives sont associées à une notice et à un lexique. Nous avons donc poursuivi et complété le travail sur les fiches de description sur le terrain et en laboratoire (descriptions macro-mésomicroscopiques).

5.1.1 Formation

Afin d'adapter ces fiches et lexiques de la manière la plus cohérente et partageable, et afin que les enregistrements des gîtes, des échantillons et des vestiges archéologiques puissent dialoguer avec les référencements et études conduites sur d'autres matières premières, nous avons suivi une formation

de 5 jours auprès de Paul Fernandes en février 2020 à *Paléotime* (Fig 5.2).



Figure 5.2 : Séance de formation à Paléotime avec Paul Fernandes et Aurélie Chassin de Kergommeaux. Photo : H. Salomon

A partir de l'observation des silex turotiens du secteur de Périgueux, nous avons pu appréhender la documentation de la chaîne évolutive, depuis les états de surface jusqu'aux caractéristiques génétiques dans le volume du silex. Les matières observées proviennent des collections de la lithothèque conservée à Paléotime et déclinent les silex en position primaire, dans les altérites, dans les alluvions. Des pièces archéologiques ont aussi été conjointement observées. Les observations communes ont concerné majoritairement les états de surface qui informent sur la gîtologie et la taphonomie, domaines encore laissés de côté dans les études portant sur les matières colorantes. Cette formation a été l'occasion de prendre en compte les nombreux paramètres de description des états de surface et de discuter de certains termes plus spécifiquement, d'échanger sur certains termes (encroûtement et revêtement, par exemple) et de partager divers documents de travail : articles, chartes de description qualitative et quantitative, supports de présentations orales, rapports, mémoires et thèses, etc. Paul a présenté les échelles d'observation, de description et de documentation (photographies) qui permettent de réaliser des comparaisons homogènes et pertinentes. Enfin, une attention particulière a été accordée à la pseudomorphose de la pyrite en silice, en glauconite et oxyde-hydroxydes de fer.

5.1.2 Travail confiné sur le lexique, la notice macro à microscopique et la notice gîtologique

A peine une semaine après cette formation, le confinement nous a bloquées entre nos murs où devaient se dérouler conjointement (mais chacune entre ses murs) l'encadrement du stage d'Aurélie, les enseignements et réunions à distance, l'enseignement primaire et secondaire, la cantine, etc. Dans cette ambiance des plus studieuses et chaotique à la fois, la reprise systématique du lexique, presque tous les matins (activité qui s'est poursuivie jusqu'au 25 juin) a permis de refondre une grande partie

des définitions, de réorganiser le cheminement des descriptions et de préparer un article sur les formations riches en fer documentées dans le cadre du PCR *Pigmento-thèque* (Chassin de Kergommeaux *et al.* (2021)) et un article introductif à l'étude des matières colorantes pour aborder les territoires paléolithiques (Salomon *et al.* (2021)). C'est principalement au sujet des lithologies et des états de surface que les descriptions et caractérisations méritaient d'être modifiées. Il a en effet fallu revoir à la hausse le nombre de termes descripteurs et aménager certaines définitions pour qu'elles puissent correspondre aux matières riches en fer ou en manganèse. Il a ainsi été nécessaire de reconceptualiser les critères de description et leurs définitions, pour qu'il n'y ait aucun recouvrement entre différentes notions, donc entre différents termes (valeurs dans le tableur). Cette notice adossée au lexique donne lieu à un nouveau document de travail beaucoup plus complet et cohérent, adapté à la *Pigmento-thèque* qui concerne tant les objets archéologiques que géologiques. Il en est à l'étape la première lecture de Vincent Delvigne et Paul Fernandes puis fera un nouveau tour des co-auteurs (H. Salomon, A. Chassin de Kergommeaux, M. Rossi, J.-V. Pradeau, C. Chanteraud, D. Gasquet, E. Goemaere, Y. Coquinot, P. Fernandes, V. Delvigne, J.-P. Piboule, E. Chalmin.).

Cette année, c'est sur un enrichissement des champs et des descripteurs employés dans le cadre des lithothèques consacrées aux silicites que nous nous sommes mobilisés. Nous avons aussi précisé les définitions des termes (les descripteurs retenus pour remplir les champs) de telle sorte que les définitions soient hiérarchisées et ne risquent pas de recouvrir plusieurs notions. Par ailleurs, nous avons amorcé un lexique connexe contenant les termes associés aux descripteurs afin d'enrichir les définitions. Cette logique, qui est celle des thésaurus, est fondamentale pour que les travaux menés dans le cadre de la *Pigmento-thèque* puisse être aisément réutilisables et versé vers des thésaurus (*cf. infra* travail sur le thésaurus PACTOLS). A partir de janvier 2020, différents utilisateurs avec différents degrés d'expérience dans le domaine des matières colorantes pourront 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 *Pigmento-thèque*.

Afin de **mettre en place un thésaurus** utile à la communauté d'archéomètres, de conservateurs et de restaurateurs, nous avons participé, de plus, à un atelier « thésaurus et BDD matériauthèques » organisé par le groupe de travail « base de données et matériauthèques » du réseau CAIRN. Diverses thésaurus existants ont été recensés pour sélectionner les « branches » à compléter. L'ensemble du groupe de travail a ainsi décidé d'employer le thésaurus 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 thésaurus 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. Cette action est un nouveau point de rencontre entre la *Pigmento-thèque* (EC, ML) et les autres matériauthèques (A. Pasqualini, M. Lebon, Y. Waksman, Z. Tsirtsoni, M. Guiavarc'h).

Par ailleurs, à la suite de nos collègues lithiciens, nous verserons le lexique de la *Pigmento-thèque* au thésaurus PACTOLS. C'est pourquoi, nous participons d'ores et déjà aux travaux de structuration (en collaboration avec Vincent Delvigne, Paul Fernandes, Blandine Novel et Stéphane Renault) du thésaurus PACTOLS afin d'intégrer au plus tôt la structure et éviter des remaniements.

5.1.3 Présentation des « standards »

Les sept roches sélectionnées pour faire office de standard de la *Pigmentotheque* présentent des caractéristiques génétiques et intrinsèques tranchées. Elles proviennent de contextes qui se trouvent dans l'emprise et hors de l'emprise de la *Pigmentotheque*. 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 4).

Les premiers résultats analytiques concernant les standards ont été publiés (Chalmin *et al.* (2021), partie 10 - annexe 6) et un article consacré à la pétrographie et la géochimie des standards est en préparation, reprenant les résultats exposés ci-après.

5.2 Les données géochimiques

Claire CHANTERAUD

Un des objectifs de de la *Pigmentoθήque* est de restituer les liens entre les différentes matières colorantes situées en différents lieux : formations géologiques/gîtes de matières premières, sites archéologiques (vestiges enfouis, vestiges cohésifs, matières appliquées ou piégées sur divers supports).

Afin d'établir de telles relations en tenant compte des limites instrumentales et des limites inhérentes à la nature des vestiges archéologiques pris en compte (cohésifs et déstructurés), l'étude et l'analyse fines des caractéristiques des matières demande de se concentrer sur leurs empreintes chimiques, hérités de la formation et de leur évolution. Ici seront présentés les développements récents consacrés à la détermination des signatures géochimiques des matières colorantes par la technique d'émission de photons X induite par particules (PIXE pour Particule Induced X-ray Emission, réalisé sur l'accélérateur AGLAE, C2RMF), en complément des informations macro et micro-morphologiques. L'objectif est d'estimer leur efficacité et de comparer ces références aux matières colorantes de la Grotte aux Points, Aiguèze - Gard - et de l'Abri des Pêcheurs, Casteljaloux - Ardèche (cette recherche a été développée dans le cadre de la thèse de Chanteraud (2020), partie 10 - annexe 9). L'étude multiscale des vestiges colorants de la grotte aux Points et de l'abri des Pêcheurs a permis de déterminer cinq classes lithologiques de matières colorantes. Cela a également permis de distinguer les apports de l'environnement (croûte de calcite, revêtement d'opale, présence de sédiment) afin de les prendre en compte dans l'étude des vestiges colorants et des mesures chimiques réalisées en PIXE pour concentrer notre attention sur les mesures les plus pertinentes. Les caractéristiques pétrographiques des matières colorantes de la Grotte aux Points et de l'Abri des Pêcheurs pointent vers une origine altéritique des matières riches en fer mises au jour dans les deux sites.

L'approche géochimique interroge les propriétés des roches à enregistrer des signatures composées d'éléments chimiques marqueurs de leur histoire : formation, altération, diagenèse, etc. Elle est largement utilisée dans l'étude des matériaux du patrimoine et plus particulièrement des matières colorantes (Mauran, 2019b; Lebon et al., 2018; Beck et al., 2011; David et al., 1993; Menu and Walter, 1992). La technique PIXE permet d'accéder à une quantification précise et reproductible des éléments chimiques qui composent la matière sans contact et sans destruction de l'échantillon analysé, avec une très grande sensibilité aux éléments traces (Beck *et al.* (2012)). Malgré les résultats déjà obtenus grâce à cette méthode, certaines précautions doivent être mises en œuvre. Les standards riches en fer ont d'ores et déjà permis de calibrer l'instrument et les outils informatiques d'extraction des données quantitatives. Il a alors été démontré l'absolue nécessité de disposer d'un lot de standards différemment enrichis en fer avec une large représentation des éléments traces (éléments de transition dans la classification périodique de Mendeleïev) pour obtenir une quantification robuste représentative des différentes matières analysées et comparées entre elles (cf. Rapports 2018 et 2019). Par ailleurs les études déjà réalisées et présentées sur des recherches de provenance de matières colorantes n'ont jamais pris en compte des références géologiques permettant de contrôler à la fois l'acquisition analytique des quantifications géochimiques et de comparer la géochimie des matières colorantes archéologiques avec un référentiel de roches ferrugineuses représentant la diversité géologique locale.

L'élément majoritaire des matrices chimiques étudiées ici est le fer (les matrices chimiques sont l'ensemble des éléments majeurs d'une roche), il est également le composant chimique responsable des propriétés colorantes des vestiges étudiés (Pradeau, 2015 ; Salomon, 2009). Il est par conséquent l'élément commun aux différentes matières que l'on essaye de caractériser et de comparer : blocs de matières colorantes cohésives et matières colorantes appliquées. Pour remonter vers l'origine géologique de cet élément, la détermination des éléments traces qui lui sont associés et qui marquent son processus de formation est essentielle (Glascok et al., 2007 ; Popelka-Filcoff, 2006). Nous détaillons dans ce qui suit la méthodologie contrôlée d'acquisition, d'extraction et d'exploitation des données géochimiques sur les standards de la *Pigmentoθήque* et sur les vestiges colorants et colorés de la grotte aux Points et de l'abri des Pêcheurs afin de déterminer leur origine géologique.

5.2.1 Paramètres analytiques

Les données utilisées ont été extraites de cartographies chimiques acquises lors de trois campagnes d'analyses de deux jours entre 2015 et 2019 sur l'accélérateur Grand Louvre d'Analyse Élémentaire (AGLAE) au C2RMF (Tabl 5.4). Les paramètres expérimentaux sont les mêmes que ceux présentés dans le partie 4.

Camapgne 2015									
Dose en coups	Temps d'analyse en sec	Taille cartographie μm	Taille cartographie pixel	Filtres					
				LEO	HE1	HE2	HE3	HE4	
500000	300	1000 x 1000	50 x 50	-	13 μm CR + 50 μm Al	RBS	13 μm CR + 50 μm Al	13 μm CR + 50 μm Al	

Camapgne 2018									
Dose en coups	Temps d'analyse en sec	Taille cartographie μm	Taille cartographie pixel	Filtres					
				LEO	HE1	HE2	HE3	HE4	
500000	480	500 x 500 ou 1000 x 1000	25 x 25 ou 50 x 50	-	13 μm CR + 50 μm Al	RBS	13 μm CR + 50 μm Al	13 μm CR + 50 μm Al	

Camapgne 2019									
Dose en coups	Temps d'analyse en sec	Taille cartographie μm	Taille cartographie pixel	Filtres					
				LEO	HE1	HE2	HE3	HE4	
500000	480	500 x 500 ou 1000 x 1000	25 x 25 ou 50 x 50	-	13 μm CR + 50 μm Al	RBS	13 μm CR + 50 μm Al	13 μm CR + 50 μm Al	

Figure 5.4 : Tableau récapitulatif des paramètres d'analyse en PIXE à AGLAE. C. Chanteraud).

5.2.2 Traitement des cartographies chimiques

Les roches sont des mélanges naturels de minéraux issus d'un même processus de formation ou de la diagenèse de la roche initiale. Afin de parvenir à l'identification de la signature géochimique de la phase minérale portant l'élément chromogène (fer), il est nécessaire de prendre en compte les spécificités de la roche, composée de différentes phases minérales à la géochimie distincte. Ainsi les cartographies chimiques acquises ont été dépouillées en cohérence avec cette réalité minéralogique.

Prétraitement

Dans un premier temps, les différentes phases minérales des roches sont identifiées par observation visuelle de la cartographie du fer où elles sont représentées par une variation de couleur allant du rouge (la plus forte concentration de fer) à bleu (la plus faible concentration de fer) (Fig. 5.5a). Les spectres d'analyse des phases minérales sont ensuite extraits à partir de la sélection des pixels (20 x

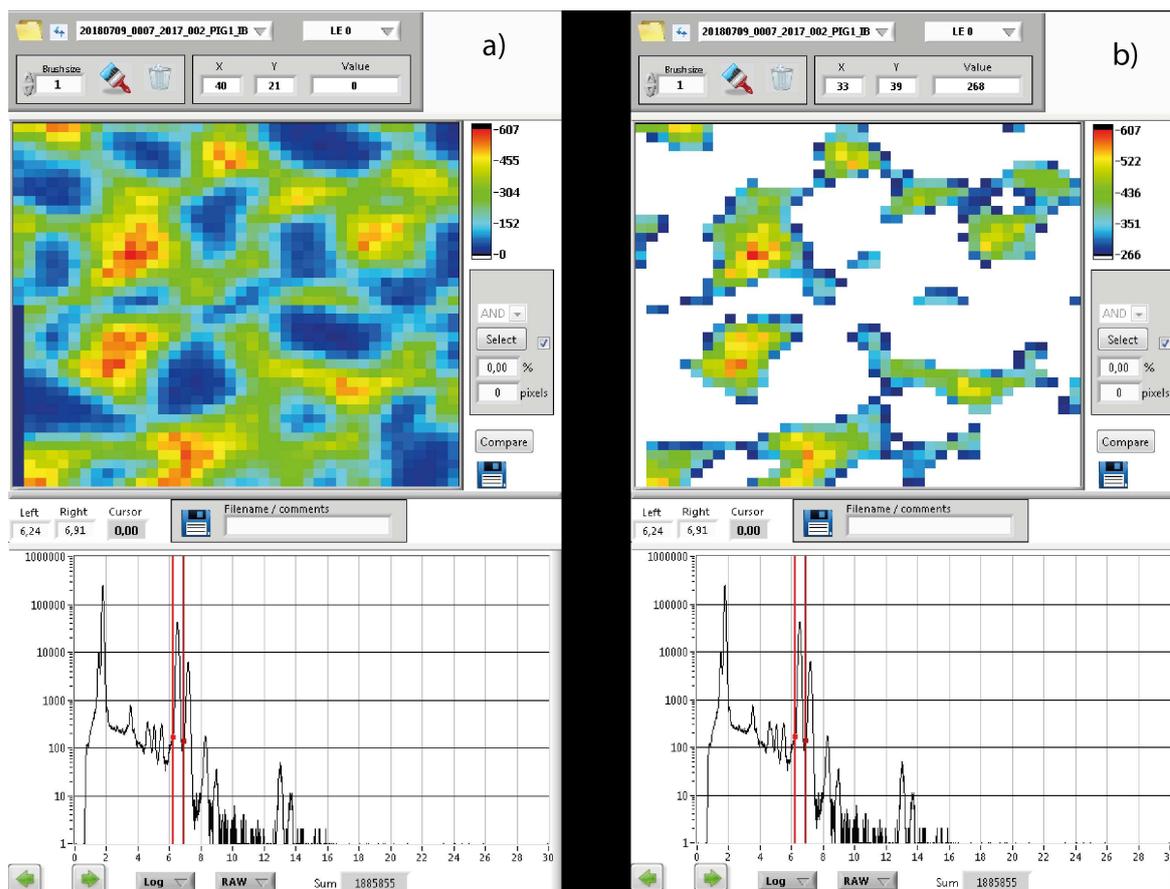


Figure 5.5 : Exemple de traitement d'une cartographie chimique acquise en PIXE sur la référence de Rousillon : (a) observation des différentes phases minérales par échelle de couleur (température) correspondant à la teneur en fer exprimé en nombre de coups, (b) sélection des pixels (20 μm) par phase minérale identifiée et extraction du spectre correspondant. C. Chanteraud).

20 μm) présentant les différentes concentrations de fer, en accord avec la minéralogie observée (Fig. 5.5b). Ainsi les cartographies chimiques acquises sur les six références géologiques, sur les blocs de matières colorantes cohésives, sur les μ -prélèvements de matières colorantes appliquées, sur les clastes calcaires et sur le sédiment archéologique ont été traitées individuellement.

Extraction des données quantitatives

C'est à partir des spectres ainsi extraits qu'ont été calculées les concentrations d'éléments chimiques en suivant le protocole de modélisation de spectre et d'extraction d'aire sous les pics via le logiciel Traupix et GUPIX (Beck et al., 2012 ; Pichon et al., 2015, 2010). Un fichier de configuration a été développé pour les matières colorantes ferrugineuses afin de réaliser la quantification souhaitée sous le logiciel GOPIX (Mathis et al., 2014). La base de ce fichier de configuration est globalement le même que celui utilisé dans Beck et al. (2012), avec quelques adaptations pour l'extraction des aires sous les pics dans le processus de quantification des éléments. Ces adaptations reposent majoritairement sur la prise en compte de matrice riche en fer dans le processus itératif de calcul de matrice théorique dans GUPIX, et la recherche ciblée d'éléments traces particuliers (As, Ba, Sb, Pb) dont la

présence est probable (H. Salomon et Y. Coquinot, com personnelles). Enfin, un filtre mathématique a été appliqué sur les données de quantification afin de gommer les teneurs dont l'erreur de calcul est jugée trop importante (en moyenne au-dessus de 27 %). Ainsi les teneurs quantifiées utilisées sont considérées comme satisfaisantes dans la comparaison des roches sur la base de leur signature géochimique. À partir de l'erreur en pourcent du calcul de teneur (fit error) et des limites de détection de la machine (LOD), un seuil d'acceptabilité de la donnée a été fixé, il est donné par la fonction suivante :

- $[elem]$ est la teneur en élément calculée ;
- $\Delta [elem]$ est l'erreur sur le calcul de la teneur ;
- LOD est la limite de détection sur la mesure.

Cette méthode de « détournage » permet d'obtenir la signature géochimique des phases minérales riches en fer des matières que l'on cherche à reconnaître et à comparer. Au total, 269 spectres ont été obtenus : 172 sur les matières colorantes archéologiques et 97 sur les références géologiques.

5.2.3 Quantification et détermination de signatures géochimiques

		Fe	As	Br	Rb	Pb
Emission de rayon X en keV	K α 1	6,40	10,54	11,92	13,39	74,96
	K α 2	6,39	10,5	11,87	13,33	72,8
	K β 1	7,05	11,72	13,29	14,96	84,93
	L α 1	-	1,28	1,48	1,69	10,55
	L α 2	-	1,28	1,48	1,69	10,44

Figure 5.6 : Tableau des énergies d'émission de rayons X.

Dans le but d'identifier l'empreinte géochimique de la phase minérale portant le fer, les quantités d'éléments traces détectés et dosés dans les limites de quantification permises par le logiciel ont été comparées aux teneurs en fer. L'identification de covariance ou d'antivariance de ces éléments traces avec le fer permet de déterminer des éléments qui lui sont associés et sur lesquels il est pertinent de travailler. L'identification de cortège d'éléments traces associés au fer permet la discrimination de groupes lithologiques et l'identification de processus de formation géologique autorisant l'identification d'une origine possible (Popelka-Filcoff, 2006). Les différentes contraintes analytiques liées à la physique des particules ainsi qu'aux spécificités de l'appareil (filtre de Cr) ont été prises en compte dans le choix des éléments marqueurs. Les teneurs en chrome et en vanadium ont été exploitées à partir de la détection en basse énergie des photons correspondant, pour éviter le masque induit par le filtre de chrome sur la détection en haute énergie. Une attention particulière a été portée à l'effet de pile-up (empilement des photons X sur le détecteur), observable sur les spectres autour de 13 keV connu pour la raie très énergétique d'excitation K α 1 à 6,4 keV du fer qui crée une superposition ou une possibilité de confusion avec plusieurs sur les raies K et L d'autres éléments (Tabl. 5.6). Cet empilement peut engendrer de fausse reconnaissance d'éléments par le logiciel d'attribution des pics, ce qui est particulièrement vrai pour la raie K β 1 du brome à 13,2 keV, la K α 1 du rubidium à 13,37 keV et L β du plomb à 12,6 keV. Cette fausse reconnaissance peut à son tour générer des erreurs de

quantification sur la raie $K\beta 1$ de l'arsenic à 11,72 keV qui peut être confondu avec la $K\alpha 1$ du brome à 11,9 keV.

5.2.4 Résultats des cartographies chimiques PIXE sur les références géologiques

5.2.4.1 Statistique univariée sur les références géologiques

Les caractéristiques connues des références géologiques permettent d'évaluer pas à pas les choix méthodologiques quant à l'exploitation des données de quantification et leur pertinence avant application à un corpus de matières issu de contexte archéologique, dont l'origine géologique n'est pas connue. Dans un premier temps, les comportements des teneurs en éléments majeurs (>5%) et mineur entre 0,005% et 5%) par rapport au fer dans les références ont été explicités. Il s'agit de mettre en évidence les types de roches qui constituent le corpus de référence pour en comprendre les phases minérales.

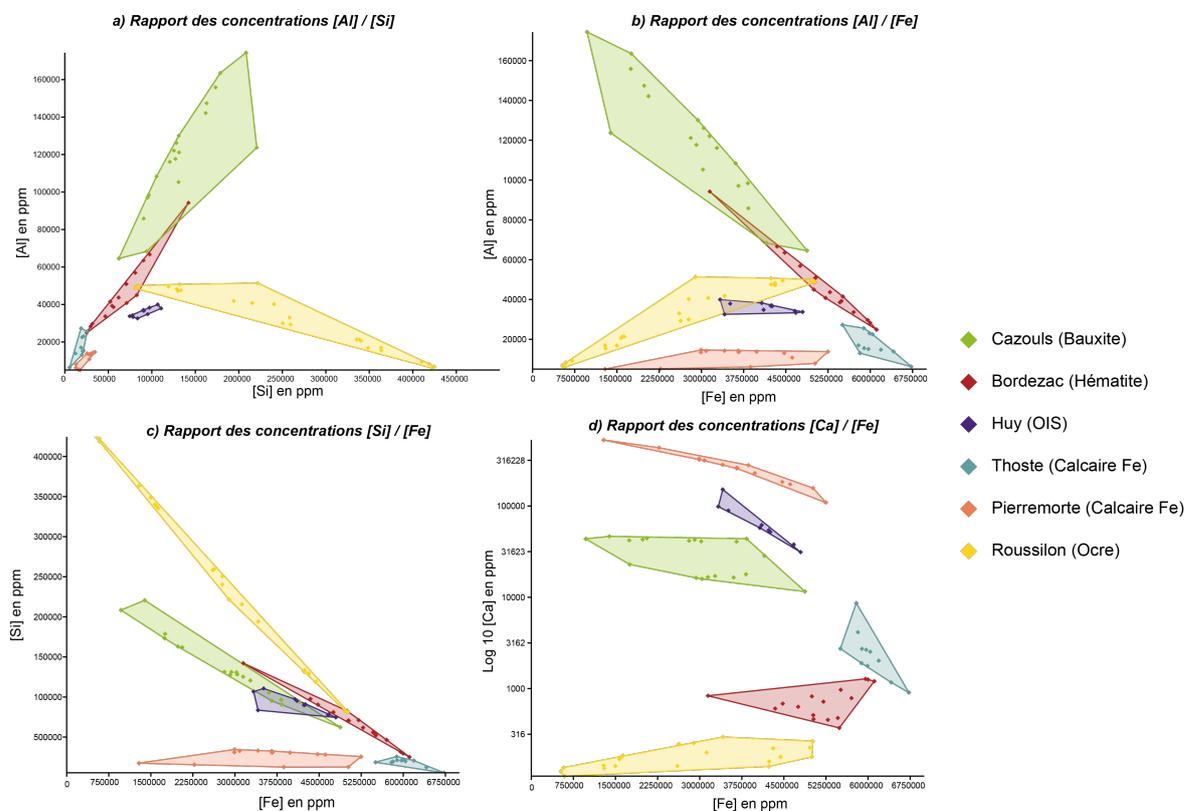


Figure 5.7 : Diagramme des rapports de concentration de l'aluminium avec le silicium (a), de l'aluminium avec le fer (b), du silicium avec le fer (c) et du calcium avec le fer (d) pour les 6 références géologiques Cazouls, Bordezac, Huy, Thoste, Pierremorte et Roussillon. Graphiques : C. Chanteraud).

L'étude des rapports d'éléments majeurs met en évidence les grandes familles de roches :

- Le rapport aluminium silicium renseigne sur la présence de minéraux argileux (kaolinite, smectite, etc.) issus de l'altération des roches et de feldspaths minéraux présents dans les roches continentales comme le granite et des roches qui en dérive comme les grès arkosique (Foucault et al., 2014). Les rapports $[Al]/[Si]$ présentés dans la Figure 5.7a montrent une corrélation positive de ces deux éléments dans les références de Bordezac (hématite filonienne),

de Thoste (calcaire ferruginisé), de Pierremorte (calcaire ferruginisé), de Huy (oolithe ferrugineuse) et particulièrement de Cazouls (bauxite en formation). Cette corrélation indique la présence de minéraux de type argileux : kaolinite pour la bauxite, feldspaths pour Bordezac, et divers minéraux argileux pour les calcaires ferruginisés de Thoste et Pierremorte (Salomon et al., 2019). Seule la référence de l'ocre de Roussillon présente un profil d'anti-corrélation du rapport $[Al]/[Si]$ cela s'explique par la présence de micrograins de quartz corrodés ($\pm 200 \mu m$) dans la matrice argilo-ferrugineuse de l'espace inter-granulaire dérivant des grains jointifs plus gros ($\pm 1 mm$), celle-ci est constituée d'oxy(hydroxy)de de fer et de kaolinite, dont est extrait le spectre de quantification PIXE.

- Pour la référence de Roussillon les rapports des concentrations $[Al]/[Fe]$ et $[Si]/[Fe]$ indiquent un rapport positivement corrélé au fer pour $[Al]$ et anti-corrélé pour $[Si]$ (Fig. 5.7b et c), cela s'explique par la présence d'une composante argileuse dans la matrice riche en fer entre les grains de quartz corrodés.

Ces rapports montrent également pour les autres références (Cazouls, Huy, Thoste, Pierremorte, Bordezac) que plus il y a de fer moins il y a de minéraux de type argileux et de feldspaths. Cela est dû aux minéralisations de fer qui remplace les minéraux emportés par l'altération pour Cazouls, Huy, Thoste et Pierremorte. Dans le cas des minéralisations hydrothermales, les feldspaths et les grains de quartz (Bordezac, Pierremorte) sont une trace de la roche encaissante qui n'a pas de lien génétique avec la minéralisation de fer (Pirajno, 2009) (Fig. 5.7b et c). Enfin le rapport $[Ca]/[Fe]$ n'est significatif que pour les roches sédimentaires marines ou issues de l'altération de ces roches : Pierremorte, Huy et Thoste, l'anti-corrélation du calcium et du fer observé pour ces trois références témoignent du remplacement des carbonates de calcium par des oxydes de fer dans ces roches (Fig. 5.7c). Les rapports d'éléments majeurs par rapport au fer sont cohérents avec la nature des roches choisies comme références dans notre étude. Ces relations d'éléments mettent bien en évidence les différences de formation des grandes familles de roches. A l'échelle des éléments majeur et mineur, les résultats livrés par l'analyse PIXE sont cohérents avec les connaissances minéralogiques et géologiques des roches de références (partie 10 - annexe 4). L'étude des éléments traces en rapport au fer constitue une deuxième étape vers la caractérisation d'une empreinte géochimique des roches colorantes. Pour les références géologiques, les teneurs en éléments traces : V, Cr, Mn, Zn, As, Sr, Y, Zr, Ba, Pb ont été significativement dosés dans toutes les références, c'est-à-dire que les concentrations obtenues sont au-dessus des limites de détection et de quantification. L'antimoine n'a été dosé significativement que dans le bloc poli de Bordezac et le germanium a été dosé dans Cazouls, Bordezac, Thoste, Huy et Pierremorte de manière très ponctuelle il est détectable dans seulement 15 spectres. Les teneurs en éléments traces ont été comparées à celles du fer afin de caractériser les éléments liés au fer pour chaque référence bien connue (Fig. 5.8). Cazouls (bauxite) : les analyses sur la référence de bauxite mettent en évidence une corrélation du manganèse, du zinc, de l'arsenic et du plomb avec le fer. Le zirconium est présent en quantité importante dans la bauxite de Cazouls (entre 150 et 650 ppm), sans rapport apparent avec le fer. Le Zr contenu dans les zircons est concentré dans la bauxite par lessivage des autres minéraux composés d'éléments chimiques plus légers (Deer et al., 2013).

- **Bordezac (Hématite hydrothermale)** : cette référence ne présente pas de vraie corrélation entre éléments traces avec le fer. Sa particularité réside dans les teneurs importantes en antimoine (entre 250 et 550 ppm), seule référence dans laquelle il est dosé, et en plomb (entre 100

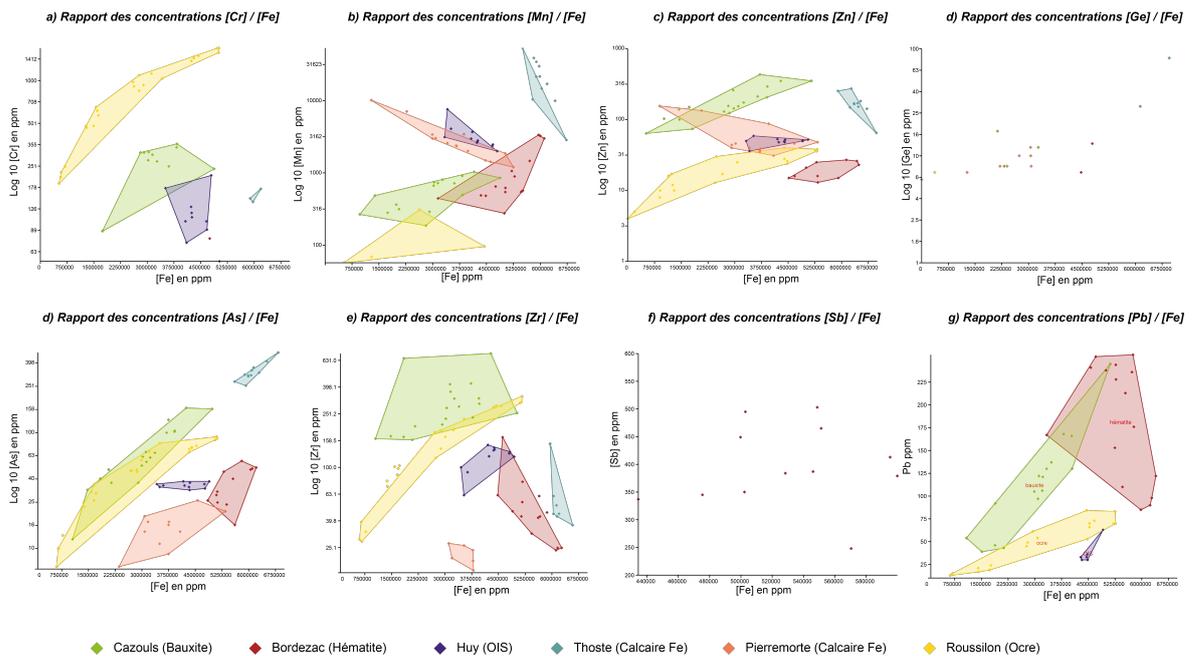


Figure 5.8 : Comparaison des teneurs en chrome (a), manganèse (b), zinc (c), germanium (d), arsenic (e), zirconium (f), antimoine (g) et plomb (h), par rapport au fer dans les références géologiques. Graphiques : C. Chanteraud).

et 250 ppm). Ces éléments métalliques lourds sont remontés à la surface et associés au fer par les fluides hydrothermaux provenant du manteau terrestre (Pirajno, 2009).

- **Huy (oolithe ferrugineuse)** : cette référence ne présente pas non plus de corrélation évidente entre le fer et d'autres éléments, bien qu'il semble exister une relation ténue entre le zirconium et le fer et entre le plomb et le fer, ainsi qu'une anti-corrélation du manganèse avec le fer. Le nombre de points d'analyse sur cette référence ne permet pas de trancher sur des éléments connectés au fer sur la base de l'observation de diagramme $[trace]/[Fe]$.
- **Thoste (calcaire ferruginisé)** : l'observation des diagrammes met en évidence une forte teneur en arsenic (entre 251 et 400 ppm) corrélée avec fer. Par ailleurs elle possède les teneurs parmi les plus importantes en manganèse (> 2000 ppm) et zinc (> 100 ppm) anti-corrélées à celle du fer. Ces éléments proviennent de la roche calcaire qui a été ferruginisée (Salomon (2019)).
- **Pierremorte (calcaire ferruginisé)** : pour cette roche il n'est pas possible d'identifier de corrélation positive entre les compositions d'éléments traces et celle du fer. Le manganèse est le zinc anti-corrélés au fer proviennent de la roche calcaire. Le rapport $[As]/[Fe]$ affiche un profil similaire à celui de Bordezac, cohérent avec la ferruginisation d'origine hydrothermale du calcaire de Pierremorte (Salomon et al., 2019).
- **Roussillon (ocre)** : l'ocre analysée présente une diversité d'éléments traces en proportion importante : Cr, Zn, As, Zr et Pb dans une moindre mesure, toutes corrélées à la teneur en fer. La matrice argilo-ferrugineuse de cette référence est enrichie en éléments métalliques par le lessivage de la roche qui emporte les éléments moins résistants car plus léger. Le chrome, le zinc, l'arsenic et le zirconium sont des éléments métalliques proches du fer dans le tableau

périodique des éléments et au comportement chimique similaire, pour cette raison on retrouve des teneurs corrélées au fer dans ce type de formation (Triat (2010)). À ce titre la référence de Roussillon est tout à fait particulière puisqu'elle présente une signature géochimique avec cinq éléments traces bien dosés corrélés avec le fer.

Sur la base des observations des diagrammes de la Figure 5.8, on peut également identifier des comportements similaires entre différentes références. En effet les roches sédimentaires marines : Huy, Thoste et Pierremorte présentent toutes trois une anti-corrélation manganèse-fer et zinc-fer dans des proportions différentes. Les deux références Bordezac et Pierremorte présentent une minéralisation de fer d'origine hydrothermale qui propose des signatures très caractéristiques et relativement proches. Bordezac présente de fortes teneurs en Sb et Pb (200 et 550 ppm pour Sb et entre 80 et 300 ppm pour Pb) avec absence de chrome. Tandis que Pierremorte n'est pas enrichie en plomb. Les roches dites « altérites » : Cazouls et Roussillon présentent des rapports d'éléments traces avec le fer tout à fait particulier qui les distinguent clairement du reste de références.

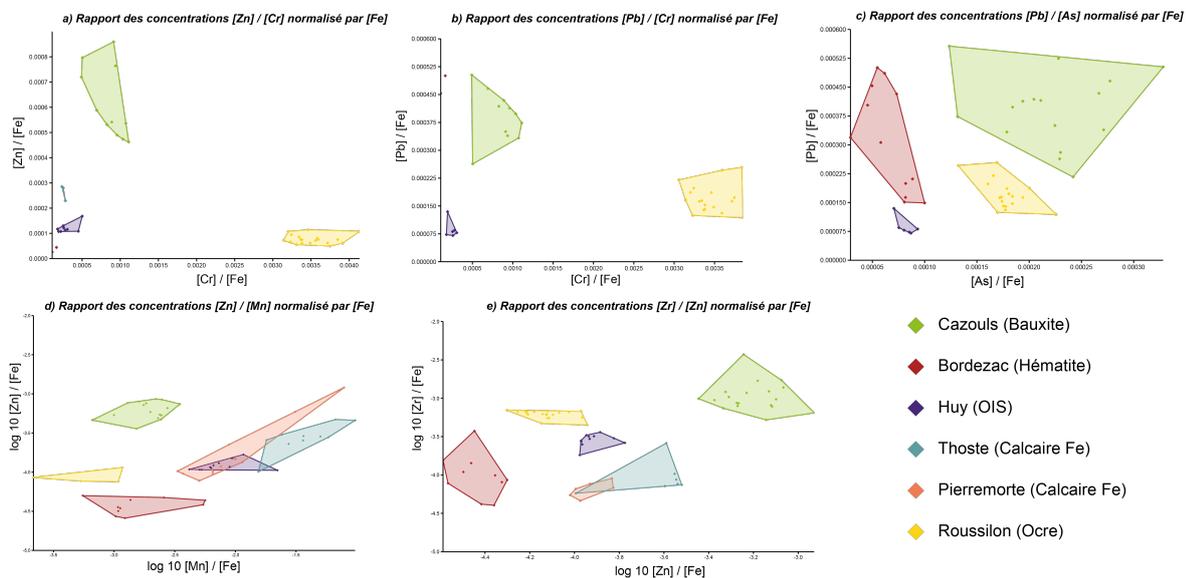


Figure 5.9 : Rapports $[Cr]/[Zn]$ (a), $[Cr]/[Pb]$ (b), $[As]/[Pb]$ (c), $[Mn]/[Zn]$ (d) et $[Zr]/[Zn]$ normalisés par le fer. Mise en évidence d'empreintes spécifiques pour chaque référence. Graphiques : C. Chanteraud.

L'observation de concentration en éléments traces par rapport au fer a permis d'identifier six éléments traces (Cr, Mn, Zn, As, Zr et Pb) pertinents pour la distinction des roches de références. Afin d'évaluer s'il est possible de distinguer chaque référence géologique par leur rapport d'éléments traces normalisé par le fer, ceux-ci ont été représentés dans des diagrammes (Fig. 5.9). Les rapports $[Cr]/[Zn]$, $[Cr]/[Pb]$, et $[As]/[Pb]$ normalisés par le fer permettent de distinguer chaque référence géologique (Fig. 5.9a-c). Le rapport $[Mn]/[Zn]$ normalisé par le fer met en évidence la proximité des roches marines ferruginisées : calcaire de Pierremorte et de Thoste et oolithe de Huy. Le manganèse apparaît ici comme un marqueur des roches carbonatées. Le rapport $[Zr]/[Zn]$ normalisé par le fer ne permet pas de distinguer les deux calcaires de Pierremorte et de Thoste. Au vu des résultats fournis par ces rapports d'éléments normalisés par le fer on peut identifier : le chrome, l'arsenic et le plomb comme des éléments permettant de distinguer les différentes références quelle que soit leur

origine géologique. Par ailleurs le manganèse, le zinc et le zirconium signent l'origine géologique des roches carbonatées marines (oolithe et calcaire). Ainsi l'observation deux à deux des rapports de concentration des éléments majeurs, mineurs et traces, non normalisés et normalisés par le fer est une méthode efficace pour comprendre le comportement des éléments chimiques dans les différents types de roches et interpréter leurs rôles dans la distinction des roches sur la base de leur géochimie. L'étude de la géochimie à l'aide des outils de la statistique univariée est une méthode efficace, néanmoins fastidieuse puisqu'elle demande d'étudier chaque élément un à un dans le détail. Il a été montré par cette méthode que chaque élément est porteur d'une information précise sur la formation de la roche analysée. Afin de poursuivre dans l'exploration des méthodes permettant de reconnaître ou du moins de distinguer des roches sur la base de leur géochimie, une seconde méthode de traitement des données a été employée.

5.2.4.2 Statistique multivariée sur les références

L'utilisation des outils statistiques multivariés est très répandue dans la recherche de provenance des matières découvertes en contexte archéologique (Baxter, 2008, 2001, 1995 ; Aitchison, 1982), il permet de traiter un grand volume de données en un temps réduit. Ceux-ci s'appuient sur la projection dans un espace géométrique de la variabilité des objets analysés de manière à estimer visuellement leur ressemblance ou dissemblance, et mesurer la distance qu'il existe entre ces objets (Aitchison, 1982 ; Pearson, 1901). Appliquée aux matières colorantes, cette approche aux nombreux outils, permet de distinguer des groupes d'objets sur la base de leur variabilité géochimique. Dans cette sous-partie est posée la question de l'efficacité de la méthode statistique multivariée : est-il possible de distinguer les références géologiques par l'étude multivariée de leur composition chimique ? Est-il possible d'interpréter ces résultats au regard de leur processus de formation ? Au vu de ces résultats est-il pertinent d'appliquer cette méthode aux matières colorantes archéologiques dont on ne connaît ni l'origine ni les caractéristiques pétrographiques détaillées ?

Ainsi deux méthodes d'analyse multivariées ont été employées :

- l'analyse des correspondances (AC) pour comprendre les covariations d'éléments dans les matrices ferrugineuses afin de remonter à l'information sur la géologie des roches ainsi que pour estimer les éléments les plus représentatifs pour distinguer les roches.
- l'analyse discriminante linéaire (ADL) qui permet de prédire l'appartenance d'un point d'analyse à un groupe aux caractéristiques définies en s'appuyant sur le maximum de différence (variance) entre les objets analysés. Elle est employée ici pour évaluer la capacité à reconnaître les références géologiques aux caractéristiques connues à partir de la comparaison de leur composition géochimique. Pour les deux types d'analyse l'ensemble des données géochimiques ont été normalisées par le fer (Popelka-Filcoff et al., 2007).

L'analyse des correspondances (AC) prenant l'ensemble des éléments traces bien dosés : V, Cr, Mn, Ni, Cu, Zn, Ga, Ge, As, Rb, Sr, Y, Zr, Nb, Mo, Sb, Ba, Pb comme variables de comparaison a ainsi été réalisée (Fig. 5.10). Sur cette première analyse des correspondances, qui explique 54 % de la différence entre les références (variance), cinq ensembles d'éléments chimiques expliquant la correspondance des références sont identifiables (Fig. 5.10) :

- Un premier ensemble associe le manganèse, le baryum et l'arsenic. Le baryum et l'arsenic sont des éléments traces lourds provenant du manteau terrestre qui portent la variance des

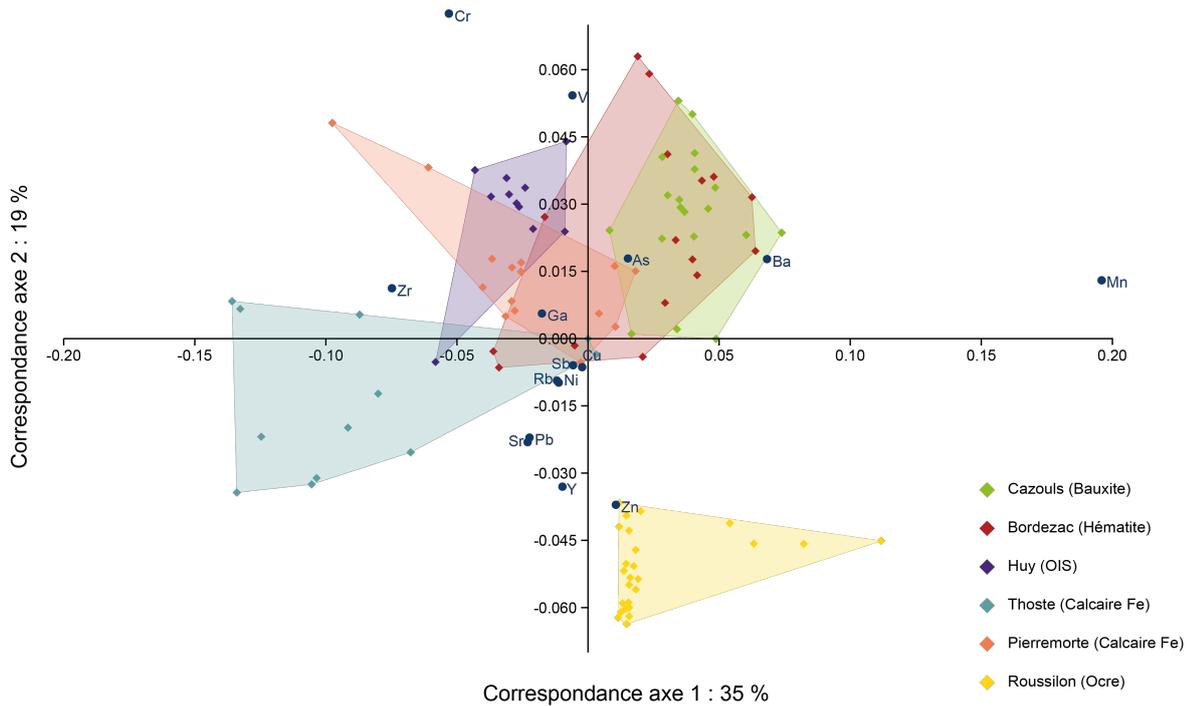


Figure 5.10 : Résultats de l'AC sur l'ensemble des log ratio des éléments traces quantifiés pour les références géologiques représentation des associations d'éléments chimiques et identification des pôles minéralogiques portés par les éléments chimiques ; variance totale expliquée à 54 % sur les deux axes. Graphique : C. Chanteraud.

minéralisations de fer sous forme de filon hydrothermaux (Bordezac, Pierremorte, Thoste). Le manganèse quant à lui est le marqueur du calcaire de Pierremorte dont Bordezac est presque exempt. À ce titre le manganèse porte le maximum de différence (variance) entre ces deux références, pour les distinguer il est possible de le réduire les variables à Mn.

- Le zirconium contenu dans les grains de zircon de la bauxite de Cazouls et de Roussillon (Salomon et al., 2019) est présent en très faible quantité (<150 ppm) dans les matrices ferrugineuses de Pierremorte, Huy et de Thoste ce qui permet de distinguer très nettement les carbonates ferruginisés (Pierremorte, Huy, Thoste) des altérations continentales (Cazouls, Roussillon).
- le nickel, le cuivre, le rubidium et l'antimoine ne sont pas présents dans des proportions suffisamment différentes dans les références de Cazouls, Bordezac, Huy, et Pierremorte, pour les distinguer les unes des autres. Ce qui est étonnant pour l'antimoine qui n'est dosé que dans Bordezac, cela veut dire que sa teneur en antimoine ne suffit pas à le distinguer des autres références. Cet ensemble d'éléments (Ni, Cu, Rb, Sb) bien dosés présents dans l'ocre de Roussillon permet de la différencier très nettement des autres références. La roche collectée à Roussillon possède un grand nombre d'éléments traces lourds concentrés par lessivage. Ainsi le cuivre et l'antimoine semblent pertinents pour réaliser une seconde analyse des correspondances au nombre de variables réduites.
- le strontium, l'yttrium, et le plomb forment un autre ensemble d'éléments qui explique le regroupement des références. Le strontium est un élément chimique marqueur des roches carbonatées marines (calcaire) (Boulvain, 2010). Ici il s'agit des références de Huy, Pierremorte et

Thoste. L'yttrium est un élément abondant dans la croûte terrestre et présent dans l'eau de mer, sa présence peut également marquer la composition d'une roche marine carbonatée. Le plomb, élément chimique lourd, est abondant dans l'environnement, il se retrouve dans une diversité de roches ; les concentrations importantes de plomb se retrouvent dans les minéralisations hydrothermales (Pirajno, 2009 ; Rossi and Gasquet, 2014). Cette association est donc ici cohérente avec les types de minéralisation ferrugineuse de Pierremorte et Thoste. Dans une deuxième analyse des correspondances, il convient de conserver l'yttrium qui porte le signal des roches carbonatées et le plomb, marqueur de l'hydrothermalisme comme pour les références Bordezac, Pierremorte et Thoste.

- le chrome et le zinc sont caractéristiques des références de Roussillon et de Cazouls. Même s'ils n'ont pas le même rôle dans le graphique et qu'ils apparaissent distants (Fig. 5.10), ils permettent de distinguer très efficacement ces deux références l'une de l'autre et des autres références (Fig. 5.8). Dans une seconde analyse des correspondances il est donc possible d'utiliser le zinc comme élément représentatif de ces deux formations.
- le rôle des éléments gallium et vanadium est plus difficilement identifiable. Les teneurs de ces éléments dans les références ne semblent pas déterminantes dans leur distinction.

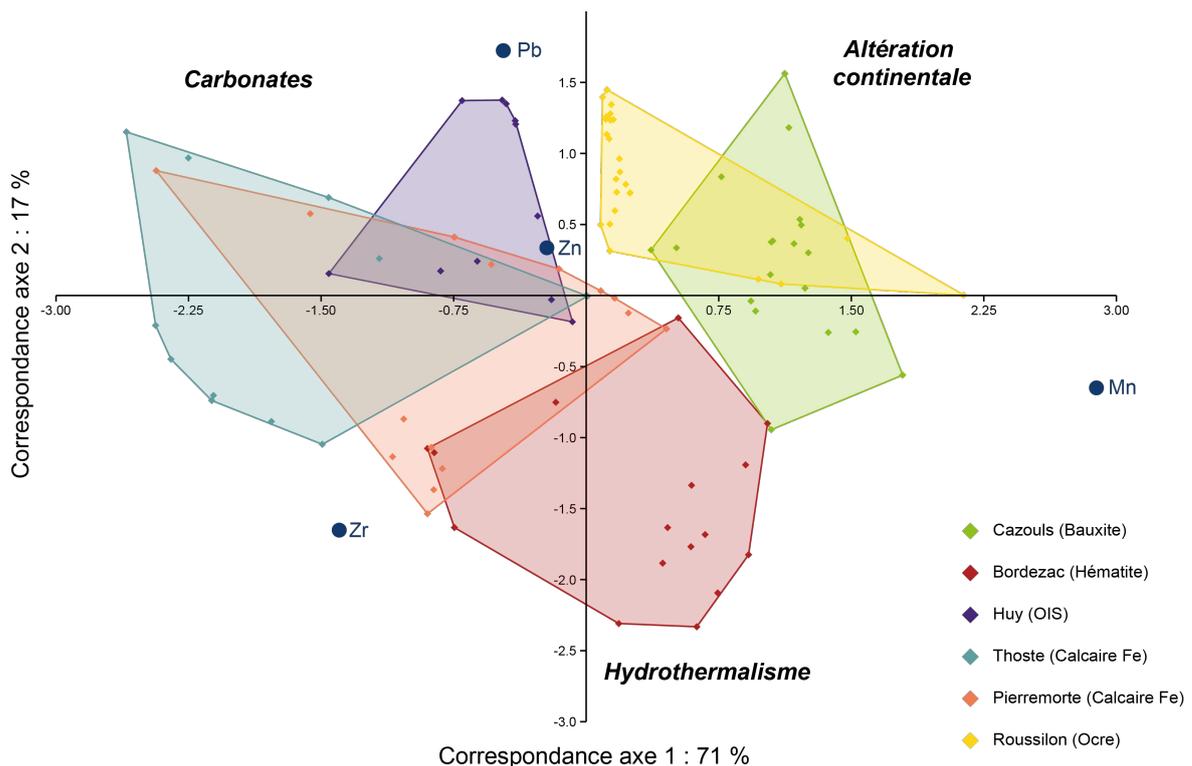


Figure 5.11 : Résultats de la deuxième AC sur les log ratio de Cr, Mn, Zn, Sr et Zr dans les références géologiques représentation des associations d'éléments chimiques et identification des pôles minéralogiques portés par les éléments chimiques ; variance totale expliquée à 85 % sur les deux axes. Graphique : C. Chanteraud.

Cette analyse des correspondances met en évidence la difficulté d'interprétation des données géochimiques. Il est apparu comme indispensable de disposer des informations quant à la minéralogie

et la gîtologie des références pour comprendre la répartition graphique des points d'analyse et des variables de comparaison. Cette étude détaillée des concentrations en éléments traces en lien avec les types de formations géologiques a permis d'identifier les éléments représentatifs de chaque référence géologique. Une seconde analyse des correspondances a été réalisée afin de vérifier si les éléments identifiés permettent bien d'expliquer les ressemblances et dissemblances géochimiques des six références géologiques (Fig. 5.11). Cette seconde analyse des correspondances sur les données géochimiques PIXE des références géologiques a porté sur les concentrations en manganèse, zirconium, zinc et plomb. Le cuivre, l'yttrium et l'antimoine ont été retirés du calcul après une itération en raison de leur redondance avec l'un ou l'autre des éléments choisis et de leur faible importance dans la discrimination du signal des roches. Ainsi la Figure 5.11 présente une organisation des points d'analyse de chaque roche en fonction de son type géologique : roches issues de l'altération continentale (Cazouls, Roussillon), roches sédimentaires carbonatées (Huy, Thoste, Pierremorte), minéralisation hydrothermale (Bordezac, Pierremorte, Thoste). La répartition observée ici est totalement cohérente avec les connaissances obtenues par ailleurs sur les références (Salomon et al., 2019). De plus, la variabilité entre les roches de référence est expliquée avec un score de 88 % indiquant la robustesse de la comparaison.

L'analyse des correspondances permet de retenir quatre éléments pertinents pour classer les roches en fonction de leur type géologique (roche issue d'altération, roche sédimentaire carbonatée, minéralisation hydrothermale). Ces résultats sont particulièrement robustes car les six références utilisées proviennent de contextes géologiques très différents : sud-est de la France (Bordezac, Pierremorte, Roussillon), Bourgogne (Thoste), Belgique (Huy), il ne s'agit donc pas là d'une classification uniquement adaptée à des références locales.

Ce premier outil d'analyse multivariée permet donc de classer les roches grâce à la géochimie, toutefois ces résultats n'auraient pu être obtenus sans une connaissance approfondie des roches de manière générale et des références utilisées plus spécifiquement. Pour cette raison un deuxième outil multivarié permettant de distinguer (discriminer) les objets à partir de données géochimiques a été employé. Une analyse discriminante linéaire (ADL) a été réalisée sur l'ensemble des concentrations d'éléments traces mesurées en PIXE : V, Cr, Mn, Ni, Cu, Zn, Ga, Ge, As, Nb, Sr, Y, Zr, Sb, Ba et Pb, comme variables de comparaison (Fig. 5.12).

L'ADL permet une relative distinction des 6 références géologiques. Avec des pôles correspondants aux différents types de roches : l'ocre de Roussillon et la bauxite de Cazouls se différencient très bien l'une de l'autre et du reste des références : la première étant tirée en majorité par le signal du chrome et du vanadium, et la seconde par le zinc et le zirconium. La référence de Thoste est également portée par ces éléments en moindre proportion. Les points d'analyse sur Huy se distinguent sur l'axe manganèse – rubidium. Enfin, les références de Bordezac et de Pierremorte se retrouvent dans un même pôle porté par l'antimoine dans un rapport très faible.

Si cette ADL permet d'observer des groupes distincts avec une variance totale expliquée à 68 %, il reste encore impossible de discriminer deux minéralisations en fer de type hydrothermal comme Bordezac et Pierremorte. Il est possible que la référence de Bordezac possède trop peu d'éléments traces bien dosés : soit parce que le fer joue un rôle trop important dans la détection des photons et en réabsorbe en trop grand nombre dans la matrice, soit parce que cette formation d'origine filonienne

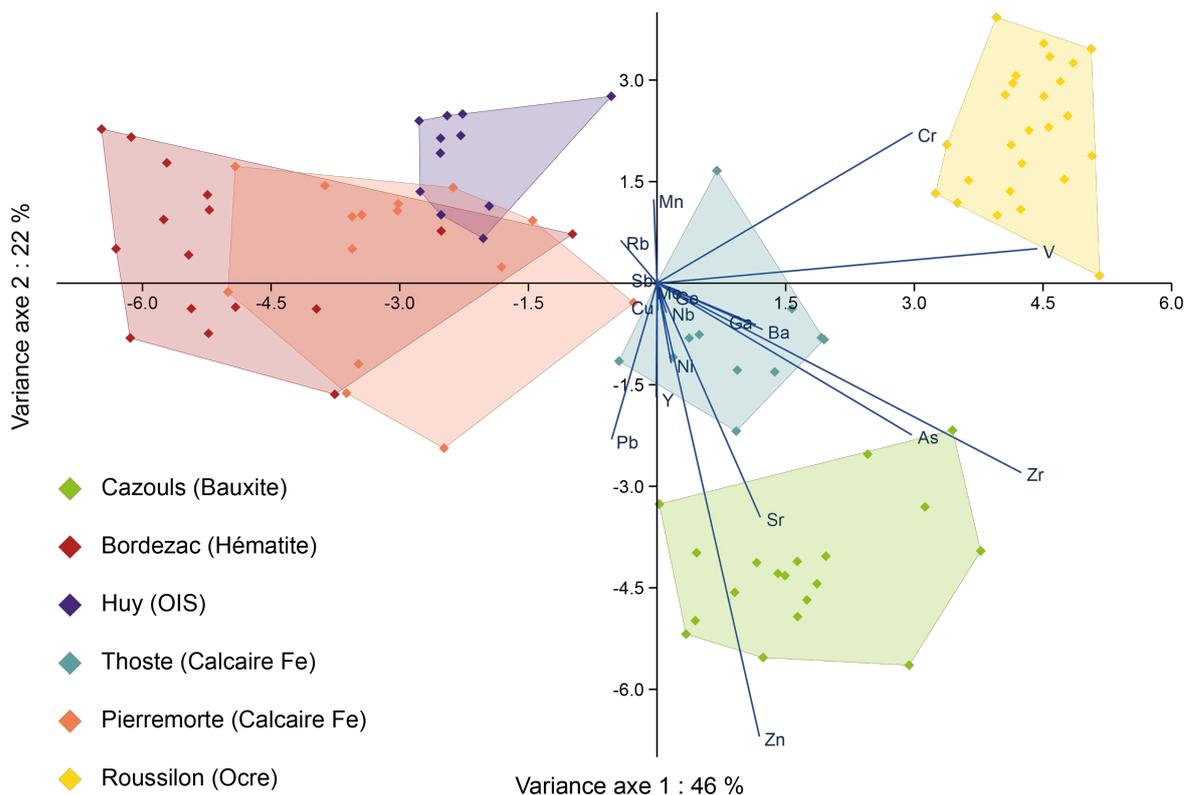


Figure 5.12 : Résultats de la deuxième AC sur les log ratio de Cr, Mn, Zn, Sr et Zr dans les références géologiques représentation des associations d'éléments chimiques et identification des pôles minéralogiques portés par les éléments chimiques ; variance totale expliquée à 85 % sur les deux axes. Graphique : C. Chanteraud.

est trop « pure » et ne possède effectivement qu'un nombre limité d'éléments traces. Il est également possible que Bordezac et Pierremorte soient issus du même type de fluide hydrothermal car localisés dans la même région et présentent très peu de variation géochimique. Pour cette raison, la référence de Bordezac a été retirée d'une seconde analyse discriminante (Fig. 5.13). Les résultats de cette seconde ADL permettent de mieux discriminer chacune des références ; on constate une augmentation de 10 % de la variabilité inter-références sur les deux axes représentés. Le retrait des points d'analyse de Bordezac a permis de mieux discriminer les références géologiques. Bordezac et Pierremorte présentent des différences qu'il n'est pas possible de représenter lorsque l'analyse est menée sur un corpus de références géologiques trop différentes.

Une troisième analyse des correspondances a été menée sur Bordezac, Pierremorte et Thoste dont le fer provient de minéralisation hydrothermale (Fig. 5.14). Cette dernière analyse des correspondances met très clairement en évidence l'efficacité de la méthode et du raisonnement. En effet il est possible de discriminer sans aucun doute les trois références avec un taux d'explication de la variance de 99 %. Ainsi en comparant des références riches en fer dont le processus de concentration du fer est comparable, il est possible de les distinguer.

Cette étude pas à pas de la composition géochimique des six roches de référence permet de comprendre les écueils de l'analyse géochimique et du traitement statistique des données acquises sur des matières riches en fer. Ainsi pour entreprendre l'analyse et le dépouillement des données géochi-

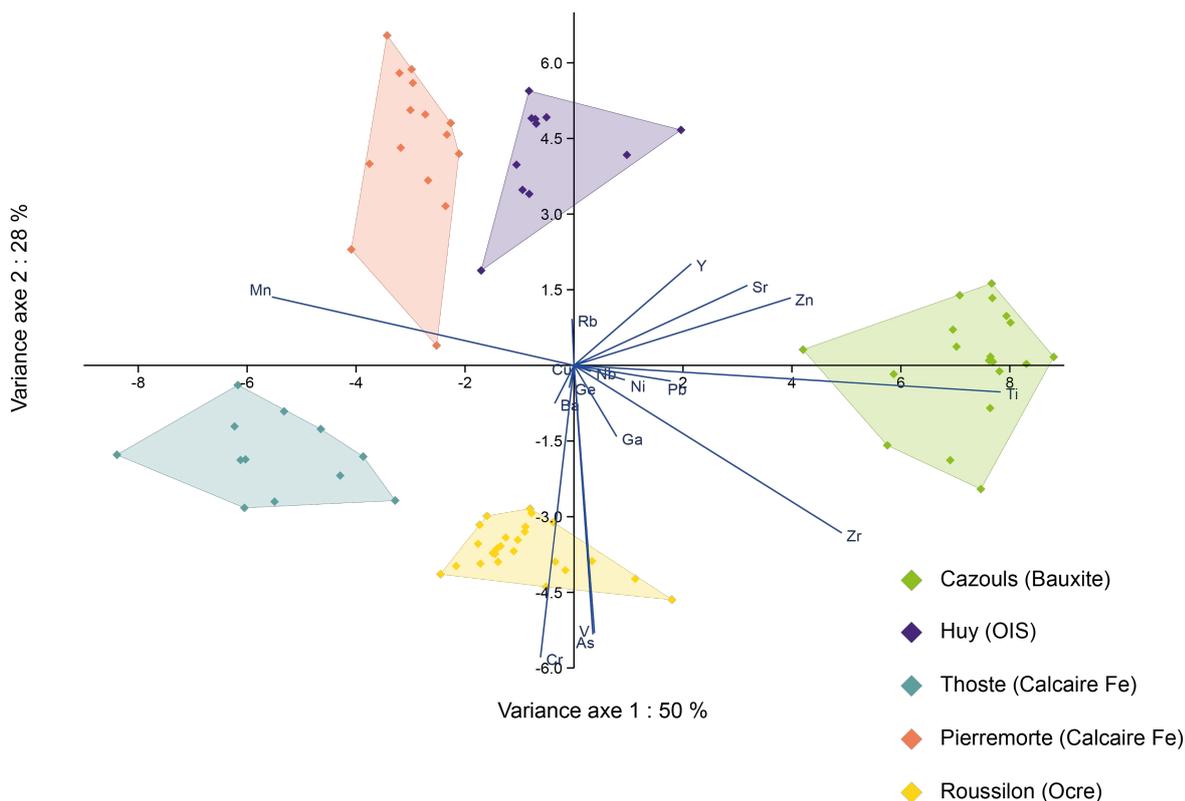


Figure 5.13 : Résultats de l'ADL sur l'ensemble des log ratio des éléments traces quantifiés pour les références Cazouls, Huy, Pierremorte, Thoste et Roussillon. Représentation des log ratio des éléments traces sur le fer sur les deux axes expliquant le maximum de variance. Les différentes références se distinguent les unes des autres sur deux axes, représentant 78 % de la variance. Graphique : C. Chanteraud.

miques sur de telles matières issues de contextes archéologiques, il apparaît comme indispensable de disposer d'un référentiel de matières variées et adaptées aux objets étudiés :

- afin de calibrer les différents dispositifs instrumentaux pour correspondre aux contraintes physiques liées à l'analyse des matières riches en fer,
- afin de comprendre les mécanismes géologiques cachés derrière la composition géochimique des matières colorantes,
- et afin de comparer les analyses géochimiques menées sur des matières archéologiques avec des références géologiques non seulement locales mais aussi compatibles d'un point de vue géologique. Il s'agit ici de comparer ce qui est comparable, c'est-à-dire des formations hydrothermales avec des formations de même nature, de même pour la bauxite, les roches carbonatées, etc.

Le développement mené sur les références présentées ici met en évidence l'importance de l'exploitation pas à pas des données de géochimie : depuis la comparaison deux à deux des concentrations en éléments majeurs, mineurs et traces jusqu'à l'analyse multivariée des concentrations normalisées par le fer.

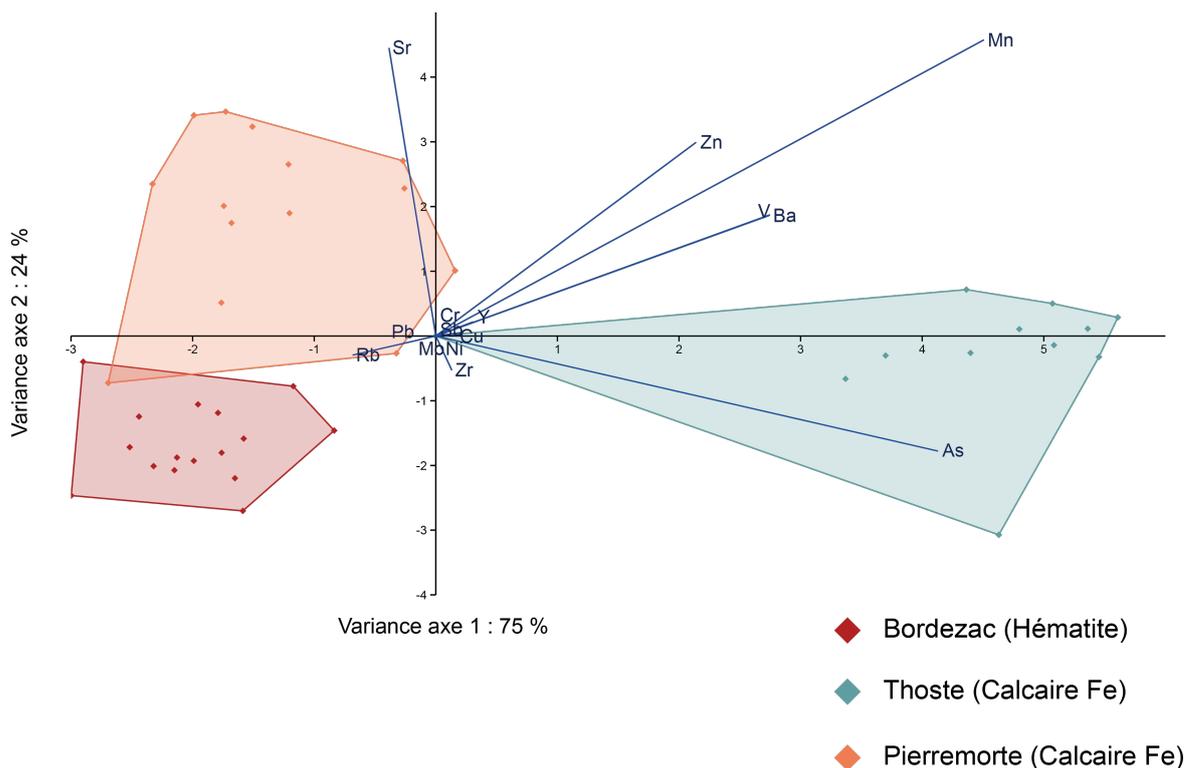


Figure 5.14 : Résultats de l'ADL sur l'ensemble des log ratio des éléments traces quantifiés pour les références Bordezac, Pierremorte et Thoste. Représentation des log ratio des éléments traces sur le fer sur les deux axes expliquant le maximum de variance. Les différentes références se distinguent les unes des autres sur deux axes, représentant 78 % de la variance. Graphique : C. Chanteraud.

5.2.5 Application de la méthode de traitement des données aux matières colorantes archéologiques

La démarche analytique présentée dans la partie précédente propose d'étudier la composition géochimique des matières colorantes archéologiques en suivant un protocole « multi-échelle ». Dans le cas de la géochimie, il s'agit d'étudier les rapports d'éléments majeurs, mineurs et traces avec le fer en préalable à la comparaison des matières colorantes avec des références géologiques locales. C'est donc la même démarche que celle adoptée sur les références géologiques qui a été suivie ici pour les matières colorantes et colorées de la grotte aux Points et de l'abri des Pêcheurs. Afin de travailler sur le signal géochimique de la matière colorante, du sédiment de la grotte aux Points et le calcaire support des représentations pariétales a été introduit dans l'étude.

5.2.5.1 Statistique univariée

Étude des éléments majeurs

En premier lieu l'examen détaillé des rapports de concentration des éléments majeurs a été effectué dans le but d'identifier la ou les grandes familles de roche auxquelles appartiennent les matières colorantes archéologiques. Le signal des minéraux argileux et des feldspaths porté par l'aluminium et le silicium a été comparé à celui du fer (Fig. 5.15). La quasi-totalité des matières analysées présente une corrélation $[Al]-[Si]$ indiquant la présence d'aluminosilicate qu'il s'agisse de blocs de matière

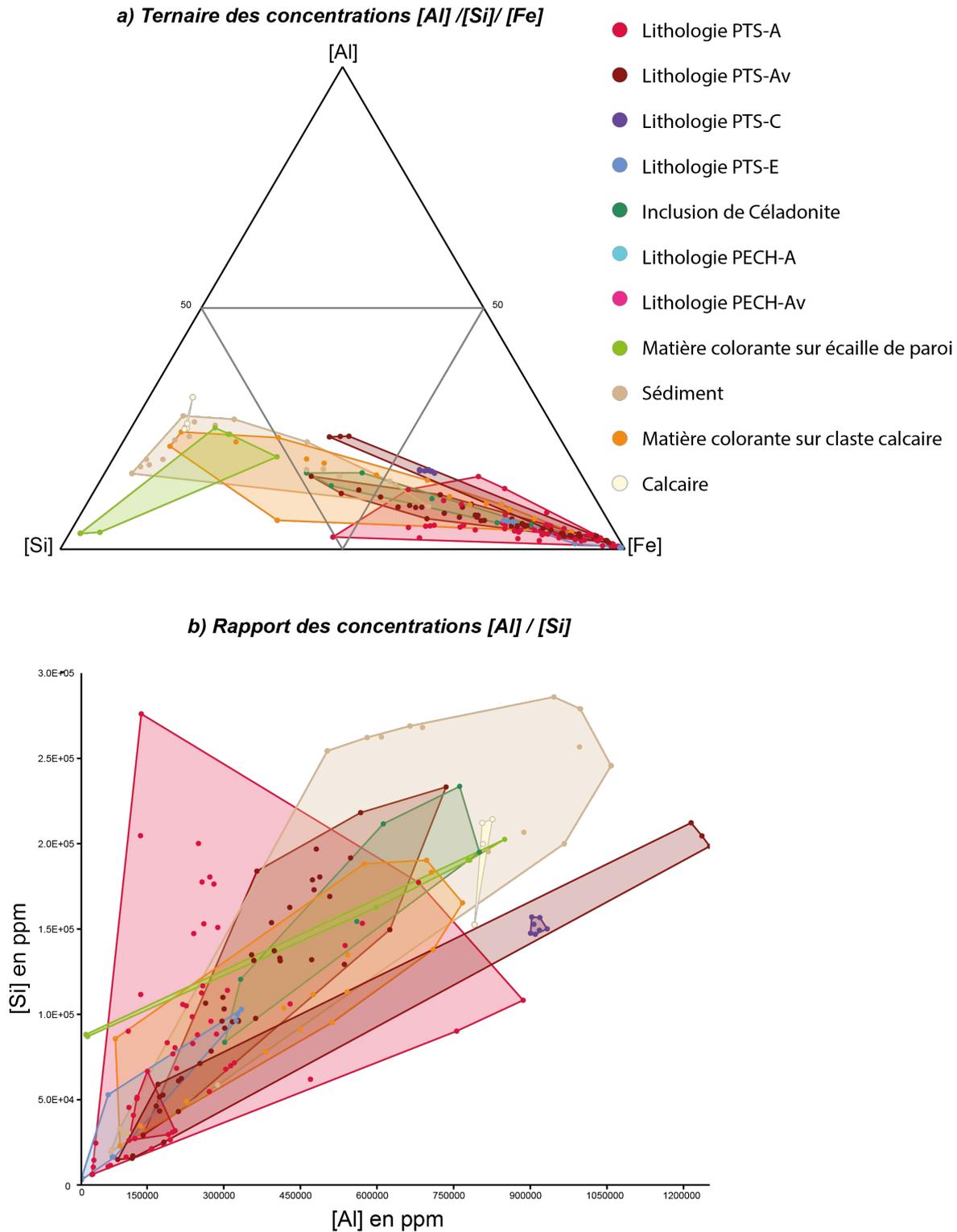


Figure 5.15 : Graphique ternaire des teneurs en aluminium, silicium et fer pour les analyses des objets archéologiques de la grotte aux Points et de l'abri des Pêcheurs (a) et diagramme du rapport de concentration $[Al]/[Si]$ (b). Graphiques : C. Chanteraud.

colorante cohésive, de sédiment, et des matières appliquées sur support (Fig. 5.15). Ces minéraux argileux et feldspaths sont corrélés à la teneur en fer (Fig. 5.15a). La première exception est la lithologie PTS-C (hématite silteuse) avec un rapport proche de 1 pour la comparaison Al/Si indiquant la possible présence de kaolinite dans la matrice argilo-ferrugineuse inter-granulaire (Boulvain, 2010; Foucault and Raoult, 2010).

Les points d'analyse sur le calcaire ne montrent également pas de corrélation $[Al]-[Si]$ (Fig. 5.15b) indiquant que celui-ci est peu altéré et a libéré peu d'argile de décarbonatation (Boulvain, 2010). Il est déjà possible d'identifier une matière différente sur la comparaison de la teneur en aluminium et silicium.

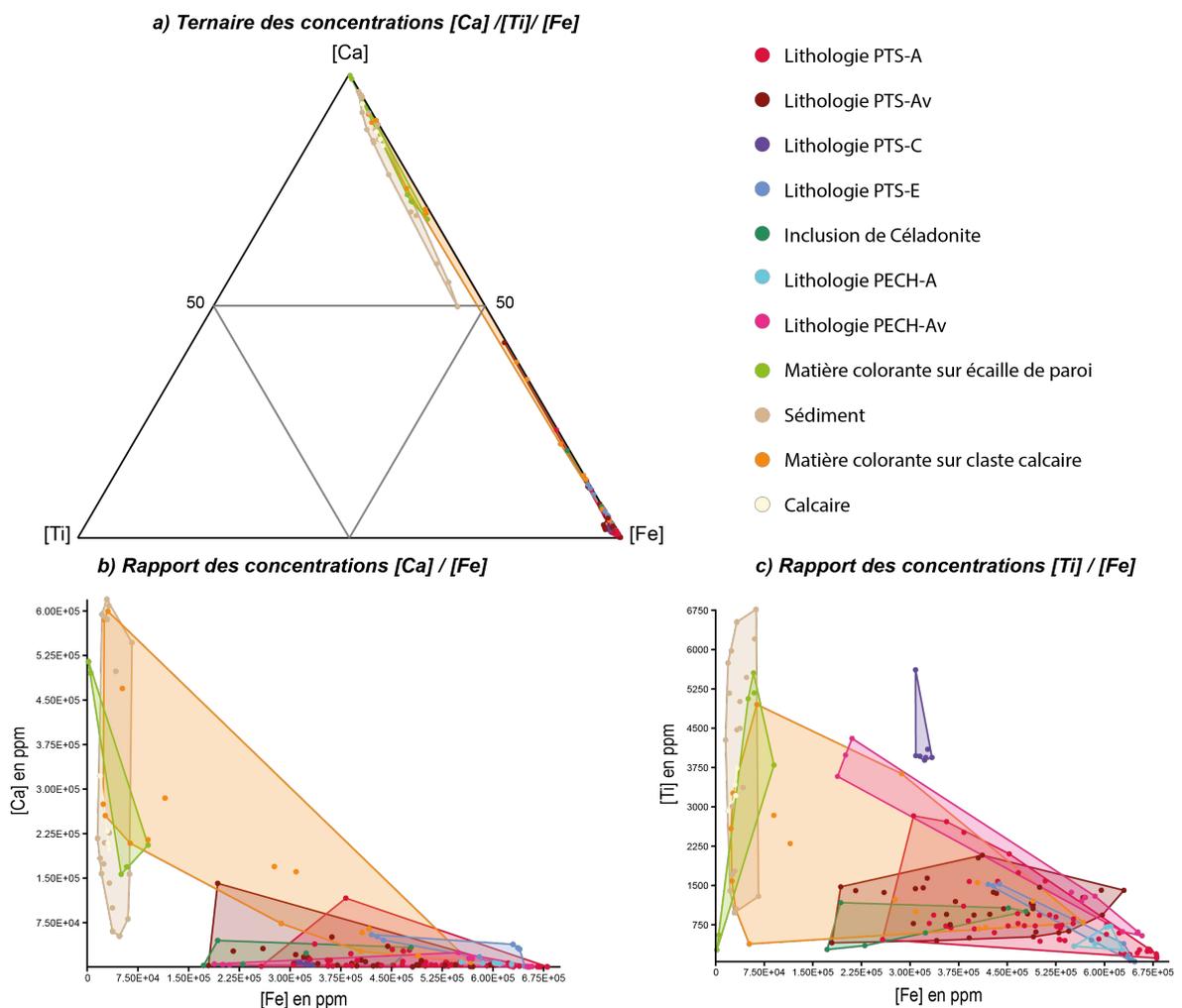


Figure 5.16 : Graphique ternaire des teneurs en calcium, titane et fer pour les analyses des objets archéologiques de la grotte aux Points et de l'abri des Pêcheurs et diagramme des rapports de concentration $[Ca]/[Fe]$ et $[Ti]/[Fe]$. Graphiques : C. Chanteraud.

Un second graphique ternaire met en évidence la différence entre le signal de l'encaissant calcaire, porté par le calcium et le titane, par rapport aux matières colorantes portées par le fer (Fig. 5.16).

La composition géochimique des matières colorantes est peu voire pas du tout impactée par le signal du calcaire encaissant. En effet les points d'analyses sur les blocs cohésifs se concentrent sur le pôle du fer. À l'inverse les matières appliquées sur support calcaire type claste ou écaïlle de paroi se regroupent sur le pôle du calcium. Effectivement c'est le résultat de l'analyse de ces 7 points qui montre que la composition de ces matières colorantes se rapproche du pôle « fer » dans le graphique ternaire (Fig. 5.15a). Le sédiment est également très influencé par la roche encaissante car les points d'analyse montrent une composition riche en calcium (>7,5.105 ppm) et pauvre en fer (< 7,5.105 ppm) (Fig. 5.15a et b). Le titane est marqueur de la roche encaissante puisqu'il contribue au signal géochimique du calcaire, du sédiment et des matières colorantes sur support calcaire de la même manière que le calcium (Fig. 5.15b et c). Par ailleurs, la teneur en plus importante en titane (entre 3700 et 6000 ppm) souligne la différence de la lithologie PTS-C par rapport aux autres lithologies de la grotte aux Points et de l'abri des Pêcheurs.

Étude des éléments mineurs et traces

Dans un deuxième temps les rapports d'éléments mineurs et traces par rapport au fer ont été observés afin d'identifier lesquels sont pertinents pour discriminer les différentes matières analysées : sédiment, clastes calcaires, matière colorante cohésive et appliquée, et inclusions vertes (céladonite) (Fig. 5.17 et 5.18).

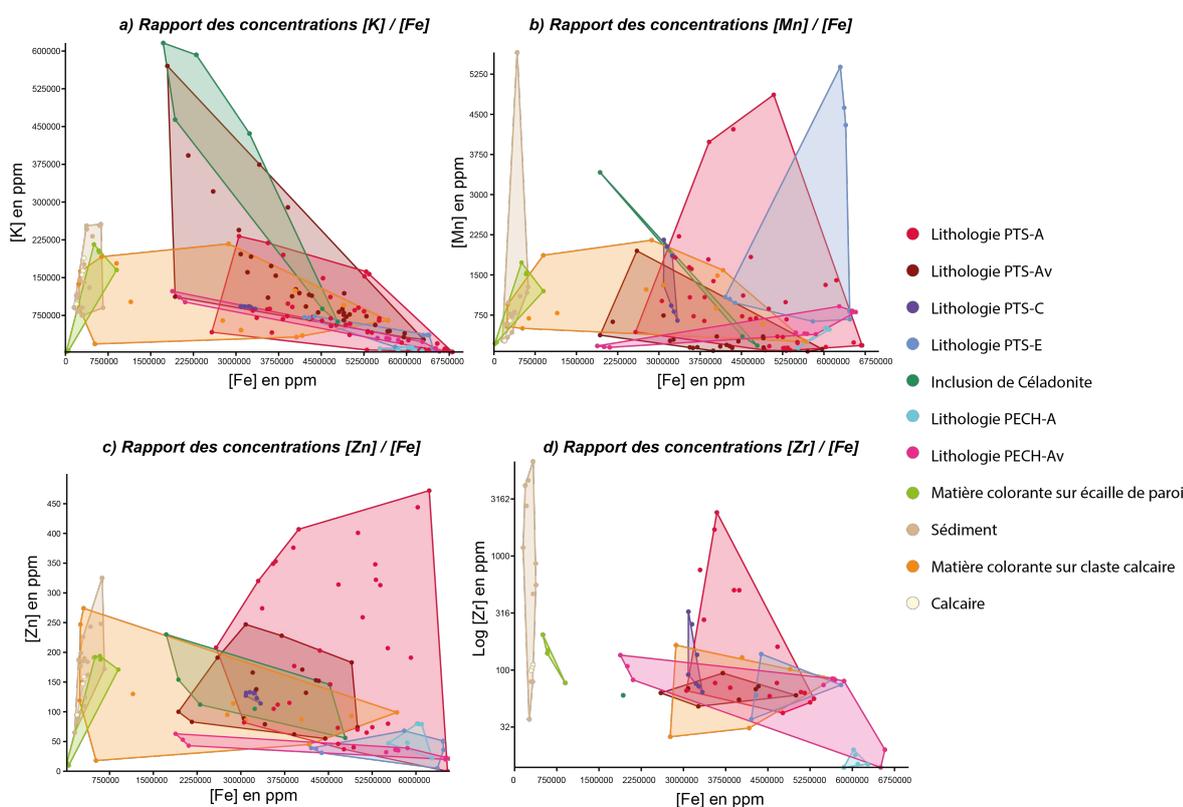


Figure 5.17 : Comparaison des teneurs en potassium (a), manganèse (b), zinc (c) et zirconium (d) par rapport au fer dans les objets de la grotte aux Points et de l'abri des pêcheurs. Graphique : C. Chanteraud.

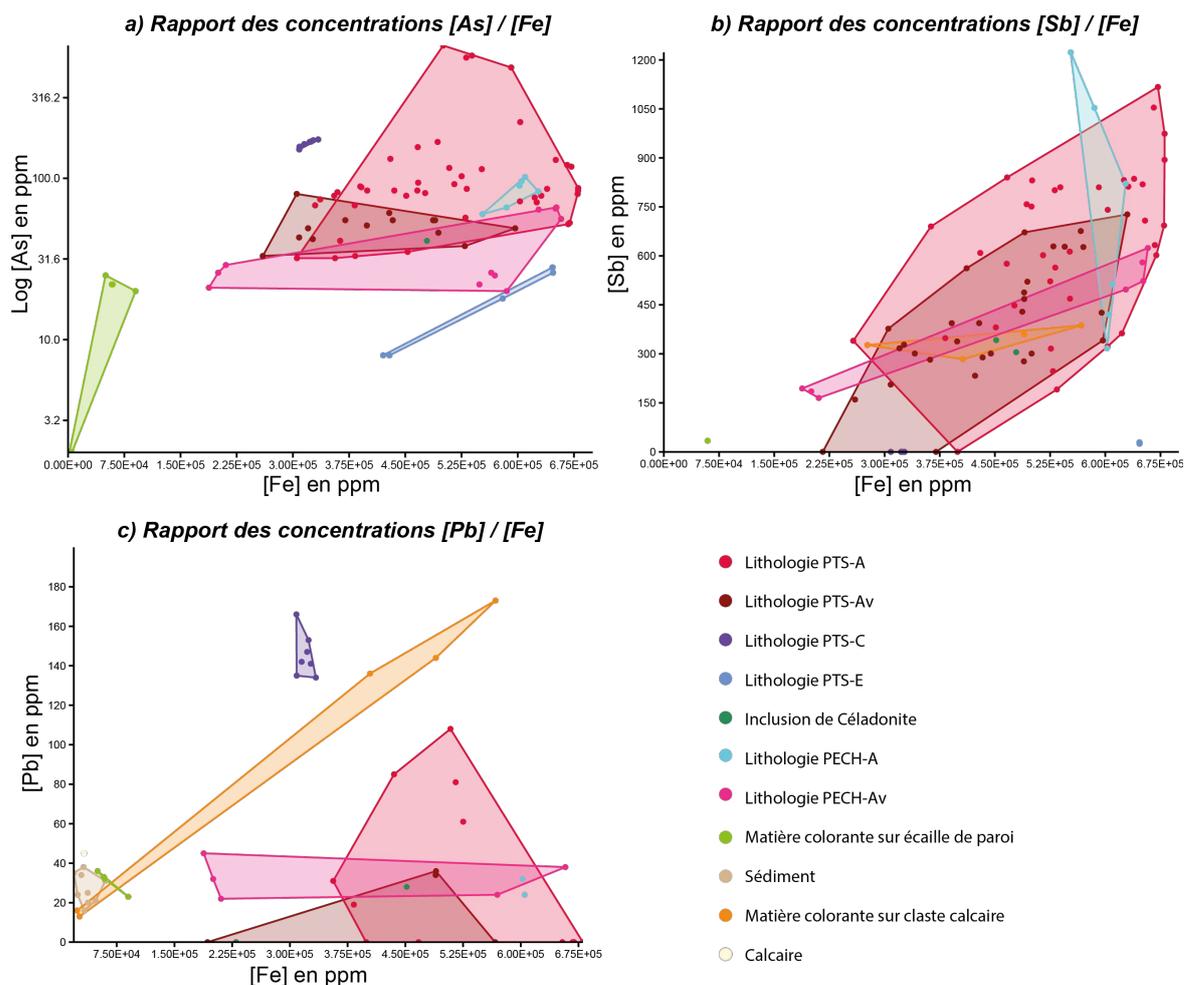


Figure 5.18 : Comparaison des teneurs en arsenic (a), antimoine(b) et plomb (c), par rapport au fer dans les objets de la grotte aux Points et de l'abri des pêcheurs. Graphiques : C. Chanteraud).

Dans le cas de l'analyse des objets appartenant à la lithologie Av, contenant les inclusions vertes, on constate que le rapport K-Fe présente la même anti-corrélation quelle que soit la zone étudiée (sur l'inclusion elle-même ou dans la matrice ferrugineuse). Pour rappel, la céladonite est de formule : $K(Mg,Fe)(Fe,Al)(Si_4O_{10})(OH)_2$, il semble donc cohérent de trouver un lien entre la présence de K au détriment du Fe dans les inclusions vertes. Cette relation peut être expliquée par un processus de ferruginisation d'un basalte par intrusion de fluide hydrothermal provoquant l'altération de celui-ci et la libération de potassium et de fer qui se minéralise sous la forme de céladonite (Odin et al., 1988).

Le diagramme de comparaison de la teneur en manganèse par rapport à celle du fer met en évidence une corrélation entre ces deux éléments pour les points d'analyse ayant une faible concentration en fer (<1,5. 105 ppm). Ces points correspondent aux analyses réalisées sur le calcaire vierge et sur 6 points acquis sur des micro-prélèvements de matières colorées des clastes et des écailles de paroi colorées (2 μ -prélèvements), ainsi que sur le sédiment de la grotte aux Points. Le signal du milieu de dépôt (parois et sédiments) est ainsi mis en évidence par la relation manganèse – fer (Fig. 5.17b). Pour les points d'analyse effectuée sur les blocs de matières colorantes, la teneur en fer est supérieure à 2.106 ppm et aucune corrélation n'est visible entre le fer et le manganèse, quelle que soit la litholo-

gie. Tout comme le comportement du manganèse, le comportement de la teneur en zinc vis à vis du fer est clairement différent d'une part pour les matières faiblement concentrées en fer (le sédiment, les clastes et les écailles calcaires) et d'autre part pour les matières riches en fer (blocs de matière colorantes et matière appliquées sur écailles et sur clastes) (Fig. 5.17c).

L'empreinte du zirconium est particulièrement pertinente pour distinguer les matières colorantes sous forme de blocs cohésifs et de poudre sur les clastes calcaires, du calcaire et du sédiment environnant. Les points d'analyse sur les μ -prélèvements de matière colorante sur écaïlle de paroi se distinguent du calcaire mais ne se joignent pas aux groupes des matières colorantes cohésives. Il se peut ici que la géochimie de l'opale qui n'est pas précisément caractérisée influence l'analyse de la matière colorante appliquée sur les écailles de paroi (Fig. 5.17d). Les rapports de concentrations de l'arsenic de l'antimoine et du plomb mettent en évidence la faible concentration en éléments traces dans le calcaire urgonien puisque les points d'analyse sur le calcaire et le sédiment n'apparaissent pas dans ces rapports, sauf dans le cas du plomb où le sédiment présente des teneurs inférieures à 40 ppm (Fig. 5.18c).

Le rapport $[As]/[Fe]$ permet de distinguer les lithologies PTS-C et PTS-E des autres blocs cohésifs. En effet, ces lithologies possèdent des rapports corrélés et des teneurs en arsenic particulières : au-dessus de 100 ppm pour la lithologie PTS-C et en dessous de 32 ppm pour la lithologie PTS-E (Fig. 5.18a). L'antimoine est présent dans toutes les analyses de matières colorantes (blocs et μ -prélèvements) dans des teneurs comprises entre 150 et 1200 ppm (Fig. 5.18b). Il n'est pourtant pas détecté dans les μ -prélèvements de matière picturale effectués sur les écailles de paroi. L'antimoine indique ici un lien entre blocs cohésifs de matière colorante et poudre sur les clastes.

L'utilisation des rapports de concentration en éléments mineurs et traces par rapport au fer permet de distinguer des marqueurs pour les différents objets étudiés :

- Le sédiment et le calcaire encaissant de la grotte aux Points sont marqués par la corrélation entre la faible concentration en fer et celle du titane, du manganèse, et du zinc.
- le potassium est le marqueur des inclusions vertes (céladonite) en accord avec la composition élémentaire de la céladonite (Hendricks and Ross, 1941 ; Odin, 1988).
- Pour les matrices ferrugineuses (matière colorante appliquée ou sous forme de blocs cohésifs), les éléments discriminants sont le zirconium, l'arsenic, l'antimoine et le plomb.

Les quantifications des éléments : Rb, Sr, Sb et Pb n'ont pas été utilisées car la détection et la quantification de ces éléments n'ont pas permis d'obtenir suffisamment de données de quantifications sur les différents objets analysés. L'analyse deux à deux des rapports d'éléments avec le fer s'avère ici très efficace pour identifier les différentes matières. Cela a permis d'identifier les éléments marqueurs de la matière colorante y compris lorsqu'elles sont très fortement marquées par la géochimie de leur support. Ces rapports mettent en évidence (i) l'homogénéité des signatures géochimiques de la grotte aux Points et (ii) un lien géochimique entre les blocs cohésifs de la grotte aux Points et de l'abri de Pêcheurs.

Fort de ces résultats obtenus avec l'analyse univariée, le protocole d'analyse statistique multivarié développé sur les références géologiques peut être appliqué pour retrouver l'origine géologique des matières colorantes archéologiques.

5.2.5.2 Statistique multivariée

De la même manière que pour les références géologiques, une analyse des correspondances (AC) ainsi qu'une analyse discriminante linéaire (ADL) ont été menées sur les objets archéologiques. Pour ces analyses statistiques les teneurs en éléments traces détectés dans les blocs de matière colorante et dans les matières colorantes appliquées sur support ont été normalisées par le fer puis transformées par logarithme décimal afin de réduire les écarts entre les valeurs extrêmes et pouvoir comparer les rapports variables d'éléments traces sur le fer : Ti, Cr, V, Mn, Zn, As, Rb, Sr, Y, Zr, Sb, Ba, Pb (Fig. 5.19).

L'analyse discriminante (Fig. 5.19) distingue nettement le signal de l'environnement : sédiment et calcaire porté par le titane, le manganèse et le zinc comme observé sur les diagrammes (*supra* partie univariée), des matières colorantes de toutes les lithologies.

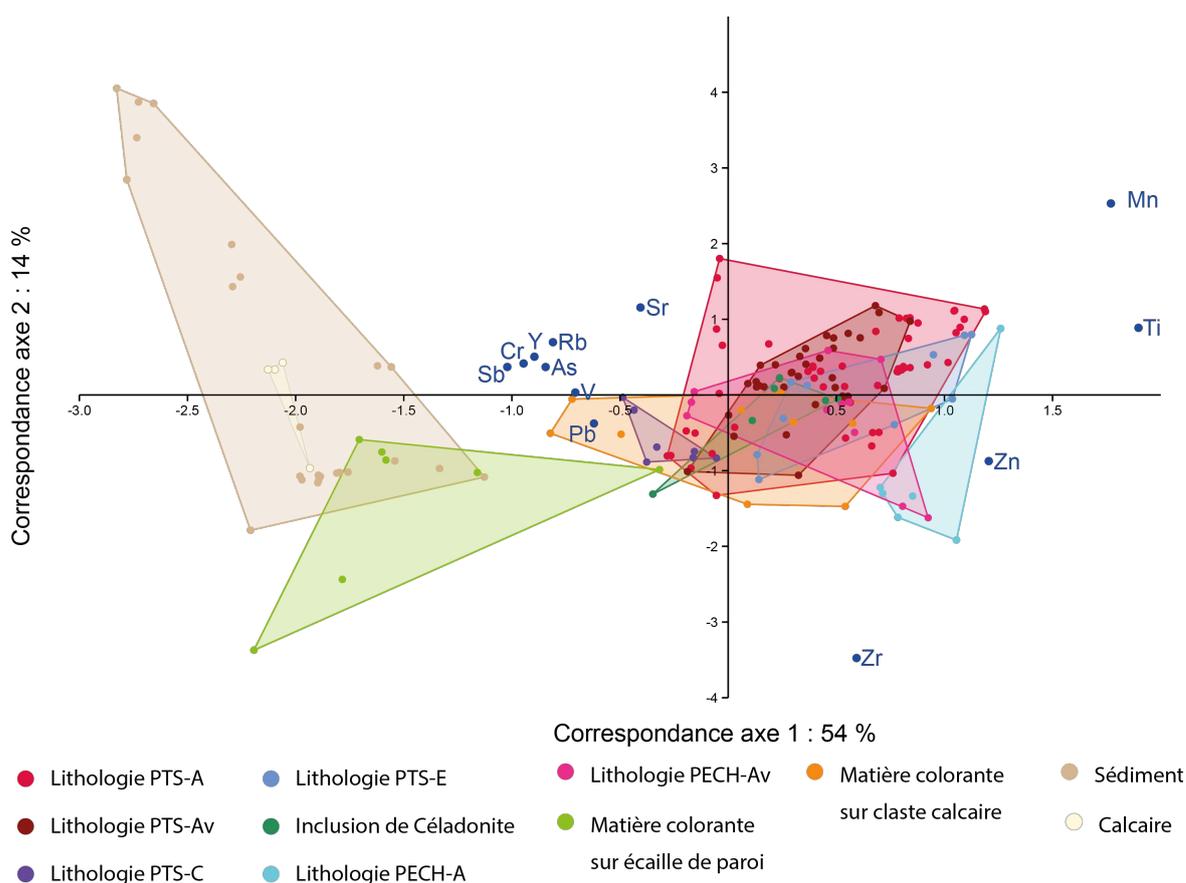


Figure 5.19 : Résultats de l'analyse discriminante sur logarithme des teneurs en éléments traces normalisées par le fer quantifiés pour les matières des deux sites archéologiques ainsi que le calcaire et le sédiment de la grotte aux Points. Représentation des associations d'éléments chimiques et identification des pôles minéralogiques portés par les éléments chimiques : la correspondance entre les différentes matières est expliquée à 68 % sur les deux axes. Graphique : C. Chanteraud.

Le groupe de matières colorantes est porté très fortement par le signal du zirconium identifié précédemment comme marqueur des matières colorantes (Fig. 5.17d), ce qui explique son importance dans l'analyse des correspondances. Les autres éléments chimiques permettant de discriminer les matières colorantes du signal environnemental sont l'arsenic, l'antimoine et le plomb. Ces éléments restent toute fois moins significatifs que le zirconium qui est présent dans des proportions identiques dans chaque lithologie analysée (Fig. 5.19).

Cette analyse des correspondances met en évidence la possibilité de distinguer sur la base de différents éléments traces les matières colorantes, sous forme de blocs ou de poudre appliquée, du signal de l'environnement : calcaire et sédiment. Dans cette analyse des correspondances, les matières colorantes constituent un groupe homogène. Afin de vérifier la représentativité des éléments traces qui caractérisent ce groupe, une seconde analyse des correspondances a été réalisée. Les points d'analyses sur le sédiment et le calcaire ont été retirés du calcul et celui-ci n'a porté que sur les éléments jugés représentatifs de la matière colorante (Fig. 5.20).

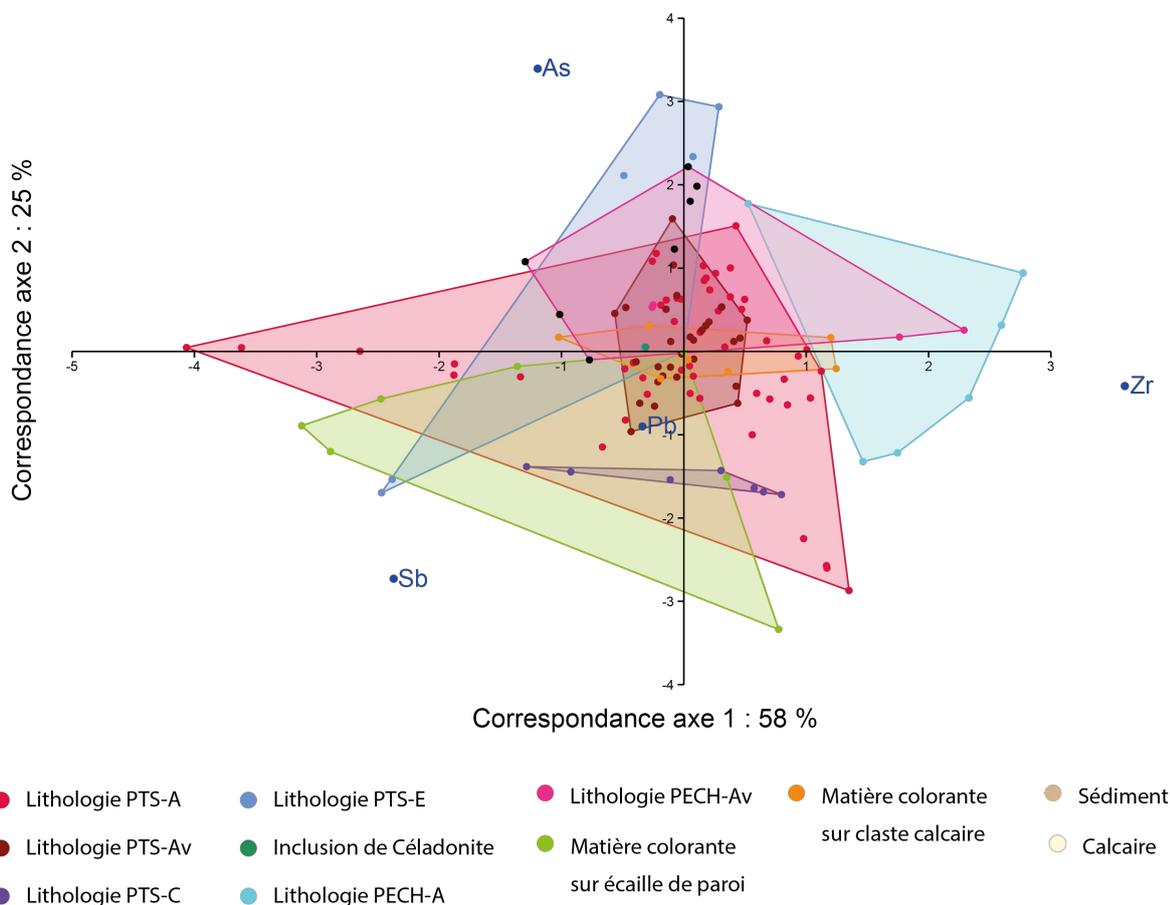


Figure 5.20 : Résultats de l'analyse discriminante sur logarithme des teneurs en arsenic, zirconium, antimoine et plomb normalisées par le fer quantifiés pour les matières colorante de la grotte aux Points et de l'abri des Pêcheurs. Représentation des associations d'éléments chimiques et identification des pôles minéralogiques portés par les éléments chimiques : la correspondance entre les différentes matières et expliquée à 85 % sur les deux axes. Graphique : C. Chanteraud.

Cette seconde analyse des correspondances met en évidence la pertinence des éléments choisis (As, Zr, Sb et Pb) pour comparer les matières colorantes de la grotte aux Points et de l'abri des Pêcheurs. En effet les points d'analyse sur l'ensemble des lithologies et des poudres appliquées sur support sont regroupés au centre du graphique avec un taux de correspondance de 88 %. Cela indique que le signal du support calcaire n'est pas pris en compte dans la comparaison des μ -échantillons de matière colorante sur les écailles de paroi et sur les clastes.

Il est donc possible de s'affranchir statistiquement du signal environnemental en sélectionnant les éléments traces qui ne sont présents que dans les matières colorantes. Afin de vérifier l'homogénéité de matière colorante mise en avant par la première analyse des correspondances (Fig. 5.19) et d'identifier le type de matière géologique auxquelles appartiennent les matières archéologiques, les quantifications d'éléments traces ont été comparées dans une analyse discriminante linéaire. La première analyse discriminante (ADL) a porté sur les logarithmes des teneurs en arsenic, zirconium, antimoine et plomb normalisées par le fer des matières colorantes archéologiques de la grotte aux Points et de l'abri des pêcheurs (Fig. 5.21).

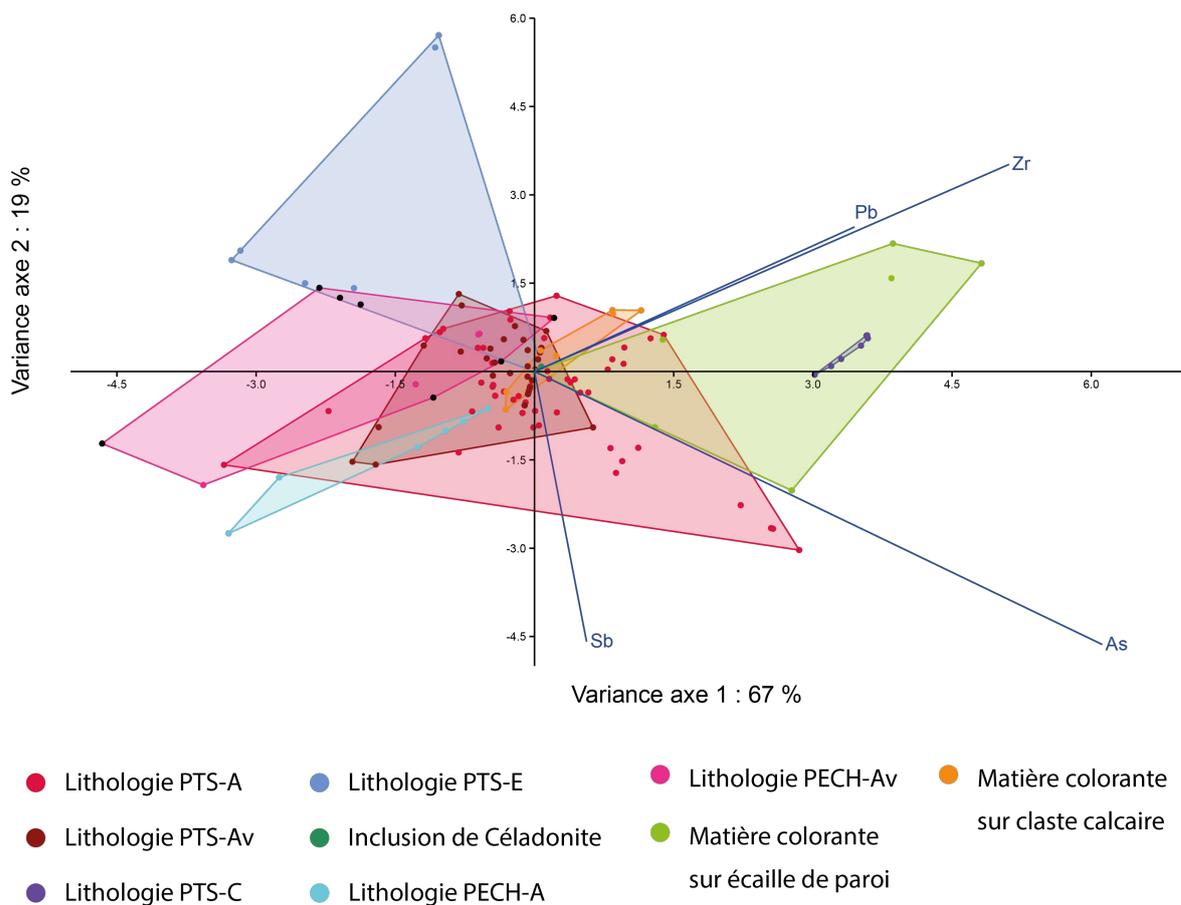


Figure 5.21 : Résultats de l'analyse discriminante (ADL) sur les log ratio de l'arsenic, du zirconium, de l'antimoine et du plomb pour les matières colorantes (blocs et poudres appliquées) de la grotte aux Points et de l'abri des Pêcheurs. Représentation des log ratio des éléments traces sur le fer sur les deux axes expliquant le maximum de variance : 86 %. Graphique : C. Chanteraud.

L'analyse discriminante présentée dans la Figure 5.21 met en évidence l'homogénéité des matières colorantes archéologiques. En effet la différence entre les points est expliquée à 88 % et les points d'analyse restent regroupés sans possibilité de distinguer véritablement les lithologies observées à l'échelle macroscopique ou les matières appliquées sur support calcaire. Seule la lithologie PTS-C semble se détacher du groupe des blocs de colorant cohésifs en raison de sa teneur en zirconium et en plomb.

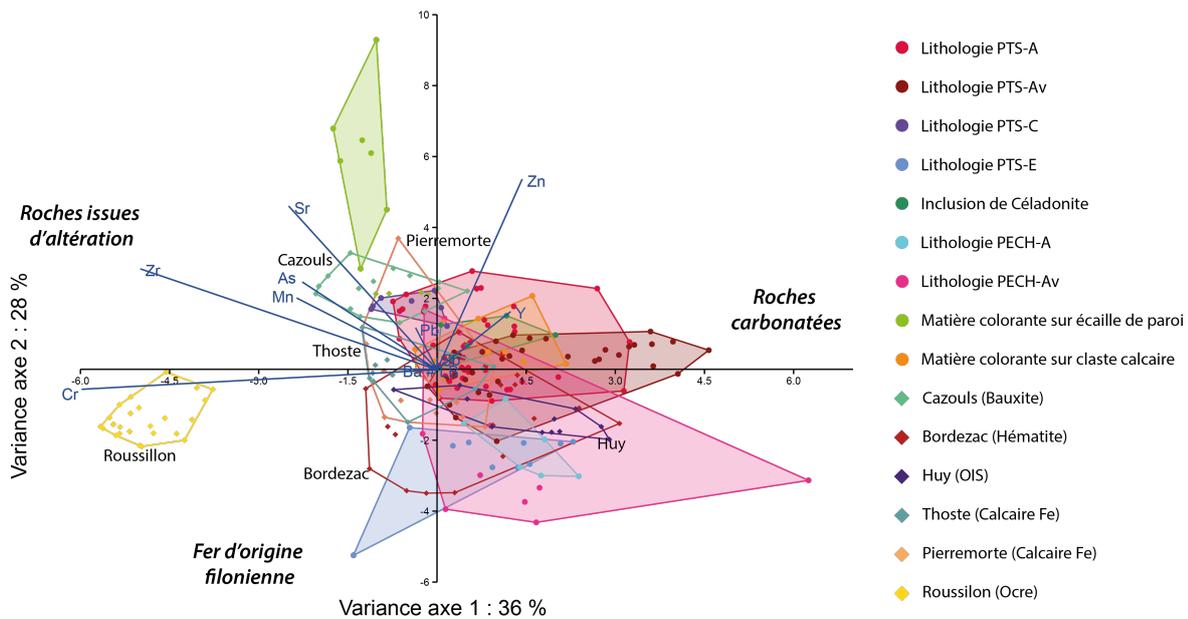


Figure 5.22 : Résultats de l'analyse discriminante (ADL) sur les log ratio : Cr, Mn, Zn, As, Sr, Y, Zr, Sb, Ba et Pb d pour les matières colorantes (blocs et poudres appliquées) de la grotte aux Points et de l'abri des Pêcheurs et les références de géologie. Représentation des log ratio des éléments traces sur le fer sur les deux axes expliquant le maximum de variance : 86 %. Graphique : C. Chanteraud.

Pour vérifier (i) que cette homogénéité n'est pas liée à un facteur d'échelle les points d'analyses sur les matières colorantes de la grotte aux Points et de l'abri des Pêcheurs et (ii) pour comprendre le type de roche dont elles proviennent, les références géologiques ont été intégrées à l'analyse discriminante (Fig. 5.22). Cette analyse discriminante a été calculée sur les éléments traces caractéristiques des références géologiques identifiées précédemment (*supra*. Cr, Mn, Zn, As, Sr, Y, Zr, Sb, Ba et Pb).

L'intégration des références géologiques dans l'analyse des correspondances ne permet pas de disperser le groupe de points des matières archéologiques, appuyant l'homogénéité de la géochimie de ces matières. La variance n'est ici pas très représentative puisque sont comparées des roches très différentes (de l'ocre à de l'hématite filonienne). Cependant il est possible d'identifier une tendance dans les points représentant les matières colorantes de la grotte aux Points et de l'abri des Pêcheurs qui tendent vers le pôle porté par les roches ferruginisées par hydrothermalisme : Bordezac, Thoste et Pierremorte (Fig. 5.22).

L'étude de la géochimie des roches de références démontre l'importance de comparer des types de roches similaires (même type de formation géologique) afin de pouvoir les distinguer les unes

des autres. Ainsi les roches issues de l'altération continentale : la bauxite de Cazouls et l'ocre de Roussillon ont été retirées de l'analyse discriminante. Les matières colorantes archéologiques (blocs et poudres appliquées) ont été comparées aux références de Bordezac, Pierremorte et Thoste sur la base des éléments traces qui les représentent le mieux : As, Zr, Sb et Pb (Fig. 5.23).

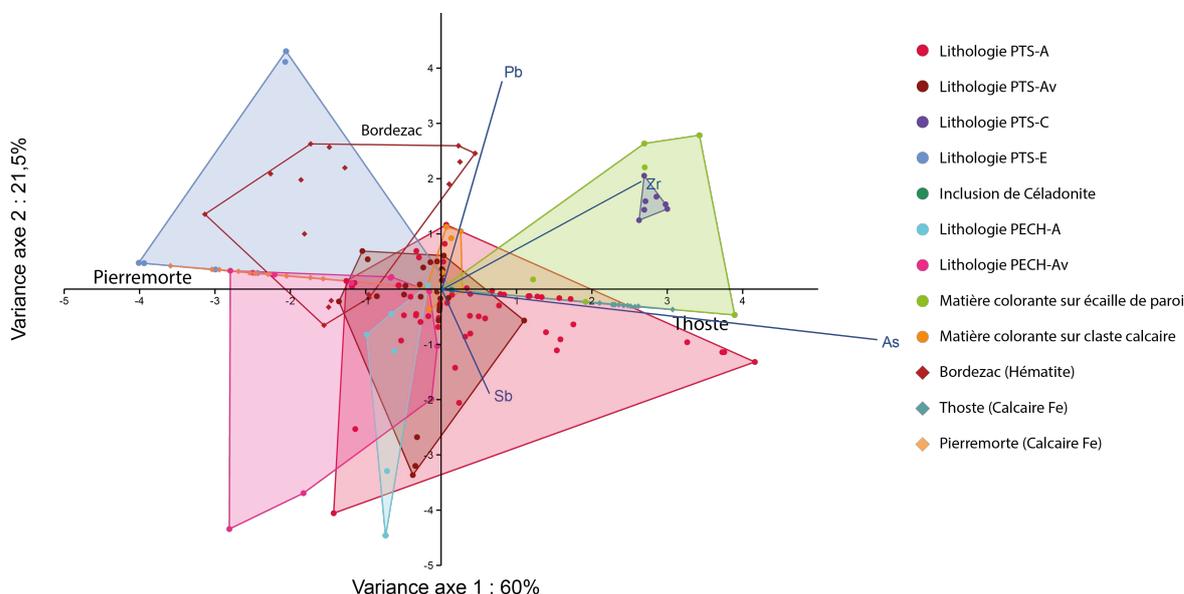


Figure 5.23 : Résultats de l'analyse discriminante (ADL) sur les log ratio de l'arsenic, du zirconium, de l'antimoine et du plomb pour les matières colorantes (blocs et poudres appliquées) de la grotte aux Points et de l'abri des Pêcheurs et les références de Bordezac, Pierremorte et Thoste. Représentation des log ratio des éléments traces sur le fer sur les deux axes expliquant le maximum de variance : 81,5 %. Graphique : C. Chanteraud.

Cette dernière analyse discriminante montre la très grande ressemblance de la géochimie des matières colorantes archéologiques avec la référence de Bordezac. Les références de Pierremorte et de Thoste sont presque invisibles dans l'analyse en raison de leur faible teneur en zirconium antimoine et plomb (Fig. 5.22). Les matières colorantes de la grotte aux Points ont donc une signature géochimique en élément trace très particulière qui se rapproche de celle de Bordezac. Cette ressemblance peut s'expliquer par un hydrothermalisme régional dont la signature géochimique est proche. Pour déterminer la provenance exacte des matières colorantes découvertes à la grotte aux Points et à l'abri des Pêcheurs, il est nécessaire désormais de les comparer à des références de filons hydrothermaux locaux. Il est également important d'intégrer des références extra-régionales permettant de contrôler la comparaison, et dont les prélèvements analysés proviennent de différents endroits de la ferruginisation : cœur de veine, éponte, roche encaissante.

Il ressort donc de cette analyse que les matières colorantes cohésives de la grotte aux Points et de l'abri des Pêcheurs sont similaires du point de vue de leur géochimie en plus de leur correspondance morphologique (Chanteraud et al. 2019 ; rapports 2018 et 2019), et ont toutes pour origine une formation de fer par hydrothermalisme.

Les résultats présentés ici ont permis la mise en relation des différentes matières colorantes de la grotte aux Points. Il a également été possible de déterminer les empreintes géochimiques d'au moins deux matières colorantes distinctes à la grotte aux Points : groupe des lithologies argilo-ferrugineuses hématitiques (PTS-A) et silto goethitique (PTS-E) d'une part, et la lithologie à quartz cimenté par

de l'hématite violacée bien cristallisée (PTS-C) d'autre part. Il existe une relation géochimique entre les poudres sur les clastes calcaires de l'entrée et les blocs cohésifs qui ne dépend pas du signal de l'environnement. Ceci laisse supposer que les blocs de matière colorante ont pu être utilisés dans un processus de préparation de matière picturale au cours duquel les clastes calcaires ont enregistré des traces, possiblement sous forme de dépôt de goutte tombée lors de cette préparation sous le porche d'entrée.

Par ailleurs, les analyses mettent en évidence une signature géochimique identique entre les blocs colorants de la grotte aux Points et de l'abri des Pêcheurs indiquant qu'il s'agit bien de la même matière. L'identification de quatre éléments traces marqueurs de la matière colorante a permis de rapprocher la matière appliquée sur les écailles de parois des blocs de matière colorante cohésive. Ainsi la matière découverte dans la séquence archéologique de l'entrée a bien été employée pour réaliser les dessins et peintures du secteur profond de la grotte.

Enfin l'origine des matières colorantes de la grotte aux Points et de l'abri des Pêcheurs apparaît être une minéralisation hydrothermale. La formation dont ont été extraits les blocs de la grottes aux Points et de l'abri de Pêcheurs n'est pas encore identifiée, pourtant cette origine hydrothermale ouvre la réflexion sur une exploitation préférentielle d'une ressource minérale particulière.

5.3 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 pour caractériser la réflectance d'une sélection de roches ferrugineuses de la *Pigmentoθήque*, présentant des compositions variées et d'une large gamme de teintes de rouges et jaunes.

5.3.1 Validation des mesures et vaste échantillonnage de la *Pigmentoθήque*

Depuis plusieurs campagnes ont pu être menées permettant l'analyse de 374 échantillons sur 55 gîtes différents :

- Une semaine en octobre 2019
- Quelques jours en décembre 2019
- du 10 février au 1er mars 2020
- Mai 2020
- du 8 au 19 juin 2020
- du 12 au 23 octobre 2020

Ce travail a fait l'objet d'une première communication orale lors du colloque AIC2020 organisé par le Centre Français de la Couleur (CFC) autour de la thématique « Natural colours-Digital colours » (Novembre 2020). Un article a été soumis et accepté avec révisions mineures au *Journal of Color research and application* (cf. partie 10 - annexe 6). Il illustre les résultats obtenus sur les standards et présente les différents paramètres pris en considération pour la validation de la méthode (préparations des échantillons, angles d'illumination).

5.3.2 Perspectives en lien avec la spectroscopie de réflectance diffuse

Test de réflectance diffuse *in situ*

Suite à aux campagnes de mesure en laboratoire sur des échantillons bruts, en poudre et déposés sur support, il nous a paru essentiel de faire des tests sur de vrais peintures afin d'évaluer la potentialité de la méthode dans les conditions réelles (collaboration Bernard Schmitt, IPAG, UGA). Ces tests ont été réalisés sur le site orné du Trou de la Féclaz (St Jean d'Arvey), lors d'une mission en juin 2020. Nous avons pu adapter un spectromètre de réflectance diffuse de terrain SVC HR1024 (450-2500 nm, OSUG, habituellement utilisé lors des missions dans l'Antarctique). Il a fallu trouver un support pour la fiche optique permettant de viser le point de mesure en évitant le contact (Figure EC). Des tests de différentes sources lumineuses ont été effectués :

- lampe halogène 20W - 12v, montée directement sur le pistolet avec la fibre optique, pour un éclairage ciblé

- spot halogène 300W - 220v
- halogène de 35W - 220V disposé sur trépied

Deux points de mesures ont été mesurés assez systématiquement sur chaque point pour vérifier la reproductibilité. Des points sur des zones ornées et des zones vierges ont été réalisés (42 points au total).

Optimisation du dispositif portable

Après avoir testé un spectromètre de terrain SVC HR1024 habituellement utilisé pour des mesures dans l'Antarctique sur des matériaux bruts ne nécessitant pas l'usage d'une source lumineuse ni d'une résolution spatiale, nous avons pu établir une liste des recommandations pour l'optimisation de la mesure de peinture sur paroi. Suite aux tests directement sur le terrain de différentes lampes (halogène 20W, 12V ; 300W, 220V, 35W, 220V) et connaissant les différentes contraintes rencontrées (groupe électrogène, problème de pointage, fixation, stabilité, accessibilité, etc.), un cahier des charges a pu être établi afin d'optimiser la réalisation d'un prototype (Fig. 5.24). D'autres mesures et tests sont encore à poursuivre pour permettre la mise au point d'un tel dispositif inexistant dans le commerce.

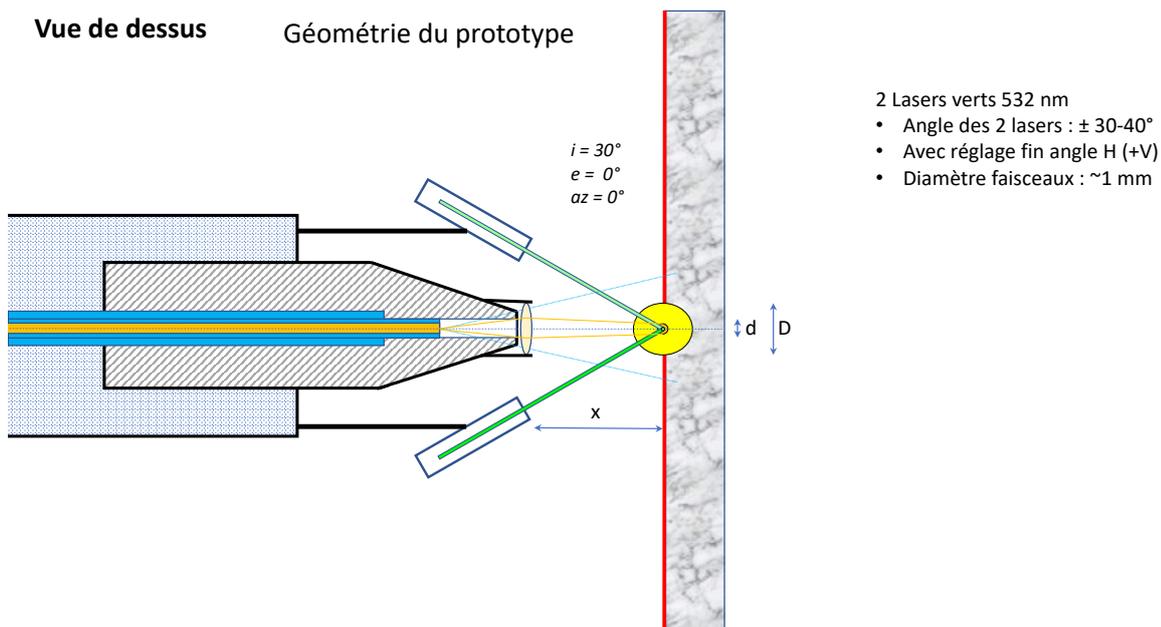


Figure 5.24 : Schéma du dispositif portable de réflectance diffuse. DAO : B. Schmitt.

Poursuite des mesures en laboratoire

Une nouvelle campagne est programmée pour la première semaine de mars 2021 sur le dispositif SHINE SHADOW (IPAG). Il sera alors question de reprendre certaines données pour compléter des gammes de longueurs d'onde ou pour améliorer la résolution spectrale sur des échantillons déjà analysés. De nouveaux échantillons pourront également être mesurés.

Il reste également plusieurs résultats qui restent à traiter. Ce traitement nécessite également l'acquisition de spectres de minéraux de référence (déjà débutée) afin de pouvoir poursuivre l'identifica-

tion et l'interprétation de toutes les bandes spectrales caractéristiques. Une fois le traitement optimisé et finalisé, il sera alors possible de proposer des méthodes statistiques pour comparer les spectres des échantillons entre eux et pouvoir proposer des classifications.

5.4 La base de données PIG@SSHADE

Bernard SCHMITT

PIG: Pigmentoθήque

Search spectra in PIG

About PIG

The 'Pigmentoθήque' is a database of natural ferruginous minerals, which could be used as coloring matter in rock art. Geological prospections combined with physicochemical characterization are firstly conducted in the Ardèche and Gard departments. This database @SSHADE store the visible and near-infrared spectra of the materials.

How to cite PIG

Chalmin, Emilie; Salomon, H  l  ne (2019). SSHADE/PIG: Pigmentoθήque. SSHADE (OSUG Data Center). Service/Database.

Who is behind PIG?

Creators

- Chalmin, Emilie (EDYTEM)
- Salomon, H  l  ne (EDYTEM)

Scientific managers

- Chalmin-Aljanabi, Emilie (EDYTEM / USMB - CNRS)

Database managers

- Salomon, H  l  ne (EDYTEM / USMB - CNRS)
- Schmitt, Bernard (IPAG / UGA - CNRS)

Organizations

- Universit   Savoie Mont Blanc (USMB)
- Centre National de la Recherche Scientifique (CNRS)

Laboratories

- Environnements, Dynamiques et Territoires de la Montagne (EDYTEM)

Funders

- Service R  gional d'Arch  ologie des r  gions Auvergne-Rh  ne-Alpes et Languedoc Roussillon
- Universit   Grenoble Alpes, Patrimalp (award: Idex)

Database content statistics

- Samples: 38
- Experiments: 8
- Spectra: 45
- Content keywords: database, visible spectra, infrared spectra, ferruginous minerals, pigment, coloring matter, rock art

Links related to PIG

- PIG @ SSHADE Wiki
- Research Gate: Pigmentoθήque

Figure 5.25 : Page d'entr  e de la base 'PIG'. Trois des jeux de donn  es pr  sents dans la base. DAO : B. Schmitt.

Une nouvelle base de donn  es spectrales 'PIG' a   t   cr  e en Juin 2020 dans l'infrastructure de donn  es th  matique de spectroscopie de solides SSHADE (www.sshade.eu) pour y stocker et mettre    disposition de la communaut   sous forme num  rique l'ensemble des donn  es spectrales de la *Pig-*

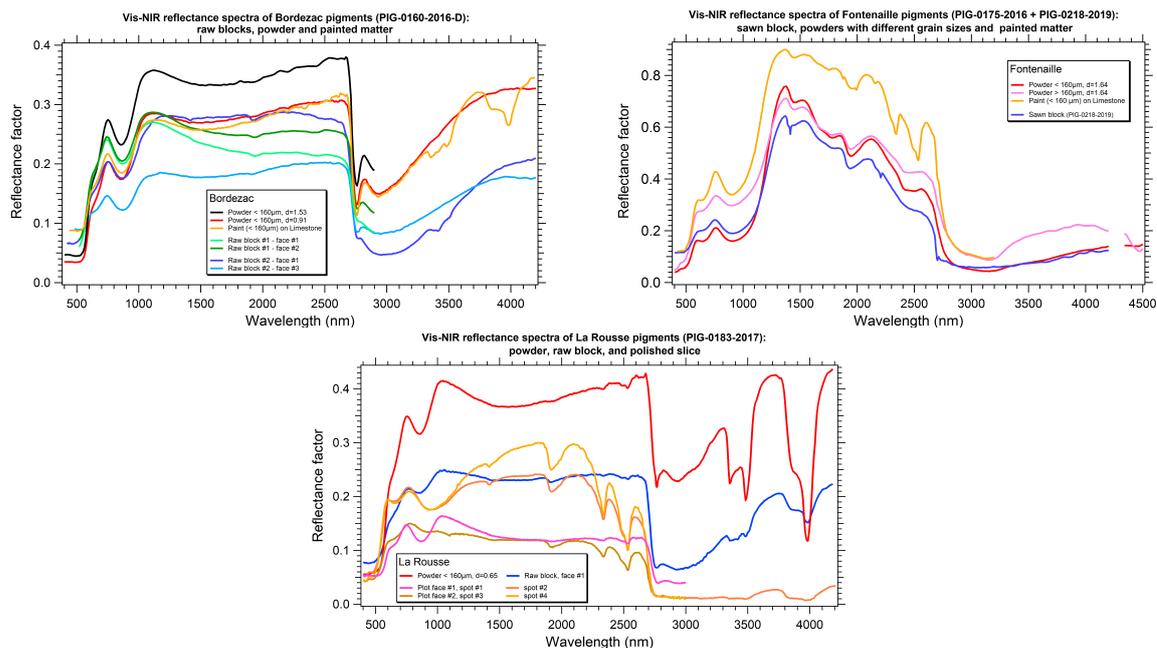


Figure 5.26 : Trois des jeux de données présents dans la base. DAO : B. Schmitt.

menthothèque. Elle sera à terme liée à la base de données centrale de la *Pigmentoθήque*.

Cette infrastructure de données SSHADE est développée par l'IPAG (Institut de Planétologie et d'Astrophysique de Grenoble) dans le cadre du programme européen Europlanet-2024 RI et est hébergée à l'OSUG Data Center. Elle contient un ensemble de bases de données spectrales d'une vingtaine de groupes de recherche, principalement français et européens, regroupant des mesures de laboratoire ou de terrain obtenues par diverses techniques (réflectance visible-infrarouge, transmission infrarouge, Raman, etc.) sur divers types de solides (roches, minéraux, glaces, matière carbonée, météorites, etc.). Elle suit les préceptes de la science ouverte et des principes FAIR. Elle fournit à l'utilisateur un ensemble d'outils pour rechercher, visualiser et exporter les données.

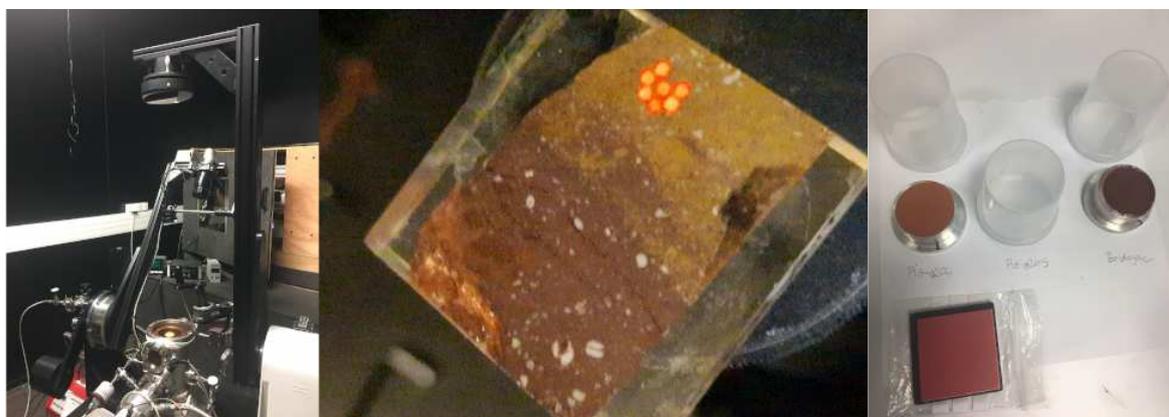


Figure 5.27 : Dispositif analytique, plot poli (La Rousse) et poudres tamisées. Photos : B. Schmitt et E. Chalmin.

Nous avons déjà intégré la base PIG (www.sshade.eu/db/pig) l'ensemble des mesures de réflectance visible proche-infrarouge (0.4 - 4.8 μm) obtenues entre septembre 2019 et Mai 2020 sur les 6 pigments standards (Roussillon, Beauregard, Bordezac, Huy Gare, Pierremorte, Pierrerie) ainsi que sur deux autres (Fontenaille, La Rousse). Ces mesures ont été effectuées avec les deux spectro-gonio radiomètres de l'IPAG (SHINE et SHADOWS) sur ces pigments sous différents états (roche brute, roche sciée, poudres, ...) et textures (taille de grains, densité), ainsi que sous forme de peintures sur bloc calcaire. Une seconde série de mesures effectuée en octobre 2020 sur ces standards, en particulier sur des plots polis et des peintures sur substrats calcaire et serpentine, ainsi que des séries de mesures sur d'autres pigments de la *Pigmentoθήque* seront ajoutée à la base en 2021 (Fig. 5.25, 5.4 et 5.27).

Le modèle de données des bases de SSHADE permet de décrire très en détail les jeux de données, les matières et échantillons mesurés et les spectres acquis et sont de plus accompagnés d'un riche ensemble de métadonnées et de liens (publications, sites web de référence, etc.). Il décrit en particulier les échantillons en hiérarchisant l'information qualitative et quantitative en termes de couches (si existantes, par exemple peinture sur calcaire, croûte, etc.), de matériaux (matrice, veines, inclusions, etc.) et de constituants : les minéraux élémentaires (Fig. 5.28, 5.29).

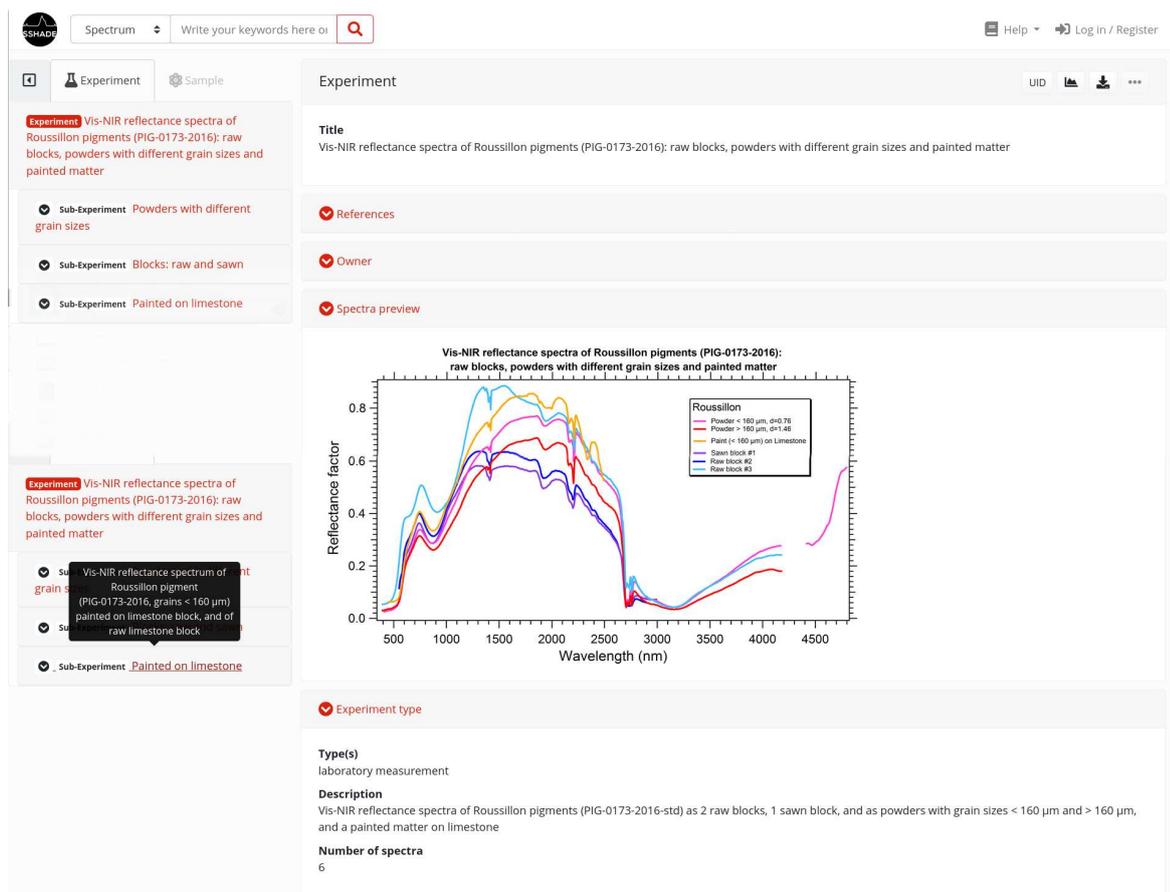


Figure 5.28 : Copie d'écran de la base PIG : Présentation du jeu de données (Roussillon). DAO : B. Schmitt.

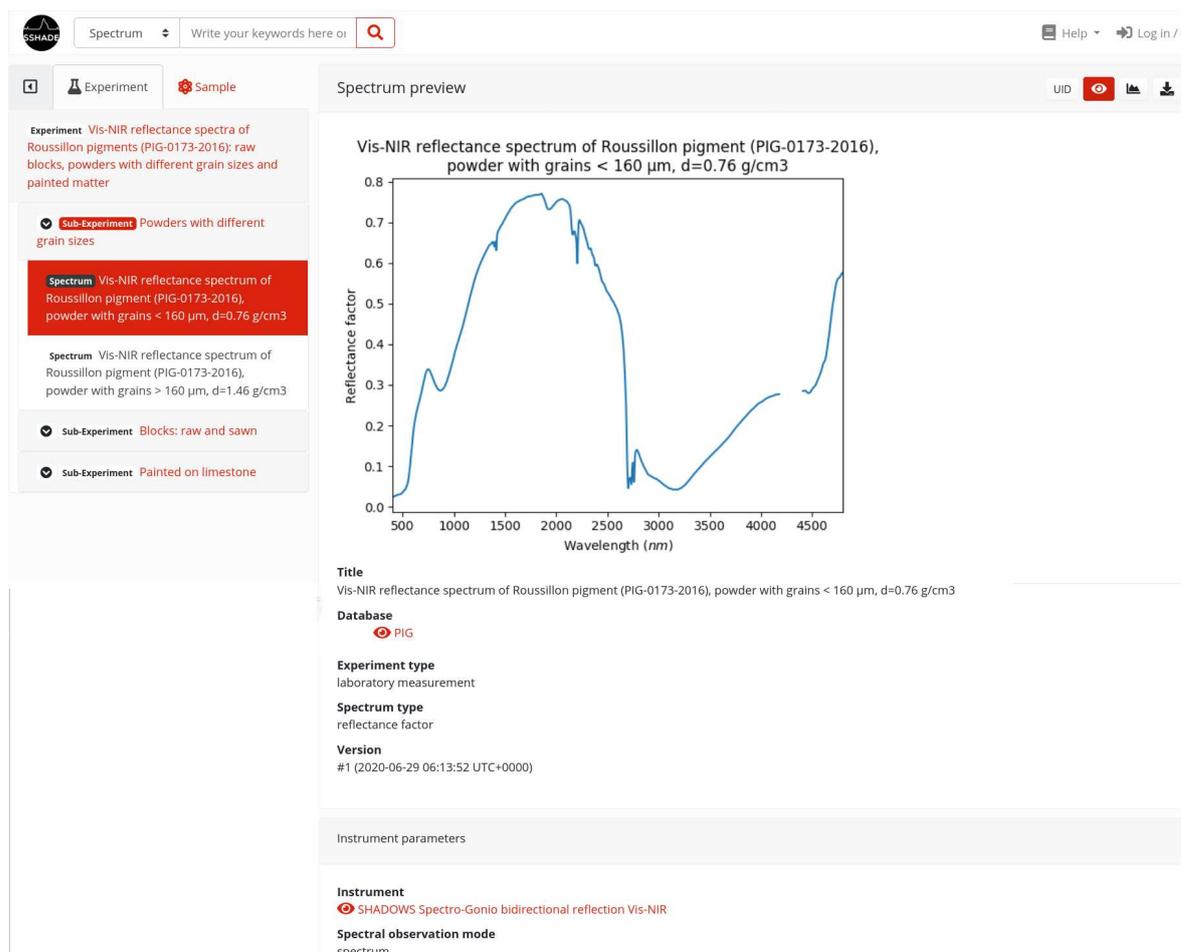


Figure 5.29 : Copie d'écran de la base PIG : Présentation d'un spectre (Roussillon). DAO : B. Schmitt.

A chaque jeu de données pour un pigment est associé une 'data reference' et un 'DOI' (Digital Object Identifier) permettant d'identifier de façon unique et d'accéder directement au jeu de données dans la base PIG. Exemple de data reference + DOI : Schmitt, Bernard; Chalmin-Aljanabi, Emilie (2019) : Vis-NIR reflectance spectra of Roussillon pigments (PIG-0173-2016) : raw blocks, powders with different grain sizes and painted matter. SSHADE/PIG (OSUG Data Center). Dataset/Spectral Data. https://doi.org/10.26302/SSHADE/EXPERIMENT_BS_20191012_400 (Fig. 5.28).

Partie 6

Prospections 2020

6.1 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. La liste simplifiée des échantillons prospectés est donnée en annexe 3 (partie 10). Les points prospectés « négatifs » n'apparaissent pas dans la liste. Il s'agit des lieux prospectés pour lesquels aucune matière n'a été trouvée et ramassée. Cette absence à l'affleurement nous conduira à revenir sur ces sites lorsque le couvert végétal sera réduit.

Les collections physiques de Jean-Victor Pradeau et Emilie Chalmin ont été inventoriées cette année. Celles de Jean-Victor concernent différents types de bauxites et de grès collectés dans le cadre de sa thèse dans le Alpes-Maritimes, le Var et le Vaucluse (Pradeau (2015)). Les échantillons d'Emilie concernent des matières riches en manganèse du Périgord engrangés lors de sa thèse (Chalmin (2003)).

L'ensemble des prospections menées depuis 2016 est repris sous la forme d'un tableau synthétique (partie 10) résumant, pour chaque zone et série géologique, voire étage géologique, les points échantillonnés. Plus en détails, les prospections menées cette année pour documenter les formations riches en fer issues de l'altération de terrains durant l'ère Tertiaire (Isère et Drôme), les matières du secteur de Salavas (Ardèche) et des ressources situées en Maurienne sont présentées dans ce qui suit.

6.2 Prospections dans le Royans (Fig. 6.1)

Les prospections menées conjointement avec Vincent Delvigne, Aurélie Chassin de Kergommeaux et Hélène Salomon dans le Royans (26) visaient à documenter les matières riches en fer des formations issues de l'altération du substrat (altérite géologique), partager nos méthodes de prospections et montrer les particularités des affleurements de matières colorantes à un collègue spécialisé dans l'étude des roches siliceuses. Les terrains concernés se trouvent autour de Saint-Nazaire. Il s'agit principalement de formations détritiques terrigènes tertiaires, éocènes et oligocènes, qui ont subi d'importantes altérations pédogénétiques. Les prospections ont été préparées avec les cartes géologiques du BRGM au 1 :50 000^e (795_ROMANS/ISÈRE et 819_CHARPET).

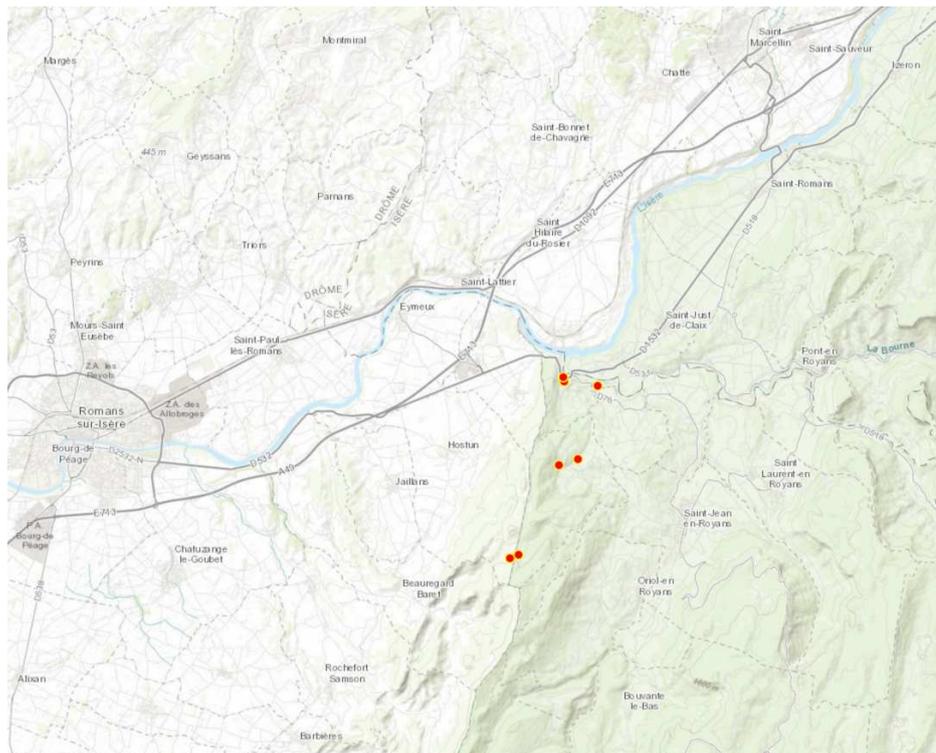


Figure 6.1 : Carte des prospections dans le Royans. Fond de carte IGN.



Figure 6.2 : Les sables siliceux rouges de l'Eocène à Saint-Nazaire. Photo : H. Salomon.

Les sables siliceux rouges de l'Eocène à Saint-Nazaire : e (Fig. 6.2)

Appartenant à la formation des sables siliceux blancs et rouges dont le développement est particulièrement épais à Saint-Nazaire, ces sables sont homogènes et apparaissent surtout au contact des formations du Sénonien et, comme à Saint-Nazaire, au contact de l'Urgonien. Ces sables sont actuellement exploités. Les sables rouges affleurent dans les coupes de bord des routes. Leur épaisseur décroît vers le Sud et l'Est, où ils apparaissent en affleurements réduits (Pont-en-Royans) et en poches isolées sur les reliefs calcaires (Rochechinard et Bois Savoyards).

Sables rouges de l'Oligocène : g2 Stampien (Fig. 6.3)

L'Oligocène existe dans le Royans et le long de l'Isère à Saint-Nazaire. Nous avons échantillonné les sables fins rouges bariolés du Stampien. Ces sables calcaires présentent des intercalations versicolores et un banc de calcaire lacustre siliceux à empreintes de *Potamides lamarki*, *Hydrobia sandbergeri*, *Sphaerium gibbosum*, Characées. Ils ravinent les sables éocènes et les remanient. Souvent stratifiés, ils se terminent par une cinquantaine de mètres de sables roses se décolorant de plus en plus vers le sommet.



Figure 6.3 : Sables rouges de l'Oligocène : g2 Stampien. Photo : H. Salomon.

Les concentrations de fer

Les minerais de fer, exploités il y a deux siècles probablement, sont mentionnés par la carte géologique et signalés par des toponymes (comme l'association des « Rochers des Mines » avec la « Source des Fourneaux » au-dessus de Saint-Laurent-en-Royans). D'après la carte géologique, ces anciennes exploitations n'ont pas laissé de traces. Nous avons réussi néanmoins à retrouver les restes d'une exploitation de dépôts résiduels piégés dans les dépressions karstiques de la montagne de Musan (carte de 795_ROMANS/ISÈRE). Il s'agit d'après la notice de la carte, de dépôts formés durant la période continentale fini-crétacé-éocène, sous forme de poches dites « limoneuses » (supposées contenir d'importantes proportions de minéraux argileux et un mélange d'oxy(hydroxy)des de fer plus ou moins hydratés) dont la teneur en fer semble avoir été faible (25 % environ). Souvent appelé « Sidérolithique » et contenant par ailleurs des concrétions et pisolithes ferrugineux, ces formations

ont fait l'objet d'exploitations souvent à ciel ouvert consistant au curage parfois complet des poches karstiques. Sur la montagne de Mussan, c'était le cas. Des déblais miniers couvraient un vaste secteur. Ces déblais consistaient en blocs de calcaire. Une mine à ciel ouvert a été retrouvée avec de rares indices des matières qui étaient exploitées dans cette dépression (Fig. ?? et 6.2).



Figure 6.4 : A gauche : vue générale de la mine de la montagne de Mussan, Laragnolle, Rochechinard, Drôme. A droite : Déblais miniers en calcaire Urgonien sur lesquels des plaquages grésio-ferrugineux sont encore rarement visibles. Photo : H. Salomon

Au contact de certains blocs de calcaire, il était possible de retrouver le matériau de remplissage de la poche. En l'occurrence des sédiments continentaux très grossiers, contenant des matériaux roulés, principalement siliceux et ponctuellement ferrugineux. Les témoins de ces remplissages karstiques sont donc tenus car l'exploitation a entièrement curé les minerais.

6.3 Le secteur de Salavas - Ardèche (Fig. 6.6)

Retour dans le Rieussec



Figure 6.5 : a) vue générale de l'affleurement naturel dans le Rieussec le long d'une faille, mettant au jour les niveaux marnes rouges et beiges basculés du Campanien (C6) et surmontés par des alluvions contenant, de manière éparse, des matières ferrugineuses. b) Vue rapprochée de la séquence. Photo : H. Salomon

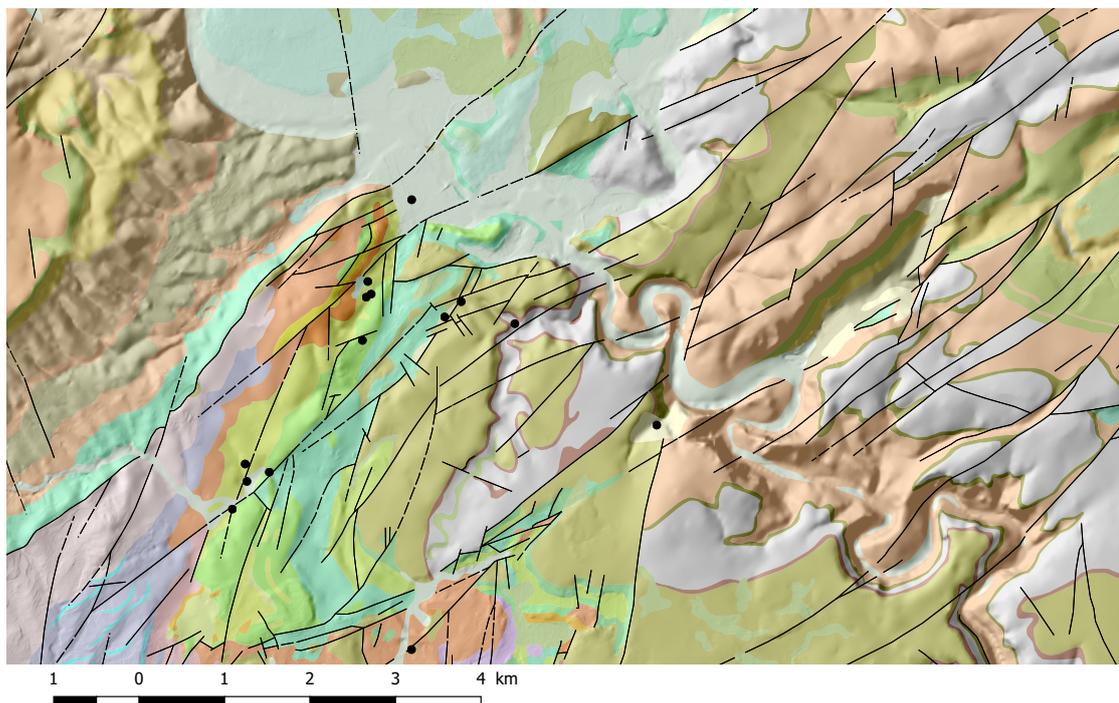


Figure 6.6 : Carte géologique sur fond MNT avec points de prospection le long du Rieussec et à Salavas. Carte : K. Genuite, d'après carte géologique harmonisée 1 :50000_e BRGM

Le Rieussec, petit affluent de l'Ardèche sur la rive droite de la rivière, traverse les terrains crétacés et éocène au sud de Salavas et se jette dans l'ardèche à l'est de la commune. En chemin, ce ruisseau épisodiquement en eau, draine des matériaux issus des différents terrains entaillés. Ne première explorations du secteur de Salavas, barré de failles, nous avait permis de découvrir de très nombreuses matières colorantes riches en fer (*cf.* rapport 2019), mais leur position primaire n'avait pas pu être définie et retrouvée. C'est pourquoi, nous avons profité de l'hiver pour retourner dans ce secteur et avoir une meilleure lisibilité sur le terrain. Dans ces conditions favorables, nous avons pu retrouver de nombreux galets riches en oxydes de fer dans le lit du Rieussec. Ces alluvions récentes contiennent principalement des sables, graviers, cailloutis et limons de débordement. On les retrouve reposant sur des niveaux marneux du Campagnien (C6) et pouvant contenir des débris de matières colorantes peu roulées : oolithe ferrugineuses goethitique, matière riche hématite, etc. (Fig. 6.3. Les matières que l'on retrouve dans les alluvions sont probablement issues du Turonien moyen-supérieur C3c (*cf.* ci-après). elles sont fortement affectées par le déplacement, les surfaces externes sont émoussées.

Retour à Salavas - Loumet

De retour dans le secteur de la ferme de Loumet, au sud de Salavas, nous avons pu retrouver une belle séquence turonienne altérée, présentant un profil pédologique développé. Comme décrit dans la carte géologique n°889 (BOURG-St-ANDEOL), le Turonien (C3b-c : Sables à lignites, calcaires,



Figure 6.7 : a) vue de l'affleurement à l'est de la colline qui surplombe la ferme du Loumet. Les strates obliques et l'altération qui affectent les sédiments sableux sont bien visibles dans la partie sommitale de l'affleurement. b) Vue rapprochée de la séquence avec horizons indurés (riches en oxydes de fer au sommet et sous l'horizon rouge) qui résistent mieux à l'érosion, horizons argilo-hématitique (rouges) et horizons lessivés (clairs). Photos : H. Salomon

marnes à huîtres) à faciès "ucétien" est représenté par des dépôts à affinité deltaïque. Au-dessus de la ferme de Loumet, la séquence révèle des sables hétérométriques à stratifications obliques (dans la carte sont mentionnées des argiles à lignites que nous n'avons pas observées).

Selon Parron et Triât (1977), ce faciès dit "ucétien" correspond à un faciès d'altération continentale affectant en discordance les divers termes marins du Turonien ; ce processus d'évolution géochimique, avec mise en place de cuirasses ferrugineuses qui prennent place avant les dépôts de calcaires coniaciens à rudistes et se placeraient alors au Turonien supérieur, comme à Roussillon (Parron et Triât, 1977).

Nos observations vont dans le même sens. Le matériel déposé contient bien des sables avec des galets épars et, dans le profil d'altération, des fragments de cuirasse ferrugineuse ont été nettement observés. Nous avons donc échantillonné les différents types de matières ferrugineuses, les allochtones et les fragments de cuirasses altéritique (Fig. 6.3).

6.4 Machefer, Bessans - Savoie

Machefer : Le Mollard ou Machefer (commune de Bessans)

Type de gîte : primaire (filon hydrothermal)

Description générale : affleurement dans une ancienne mine d'un filon de magnétite riche minéraux

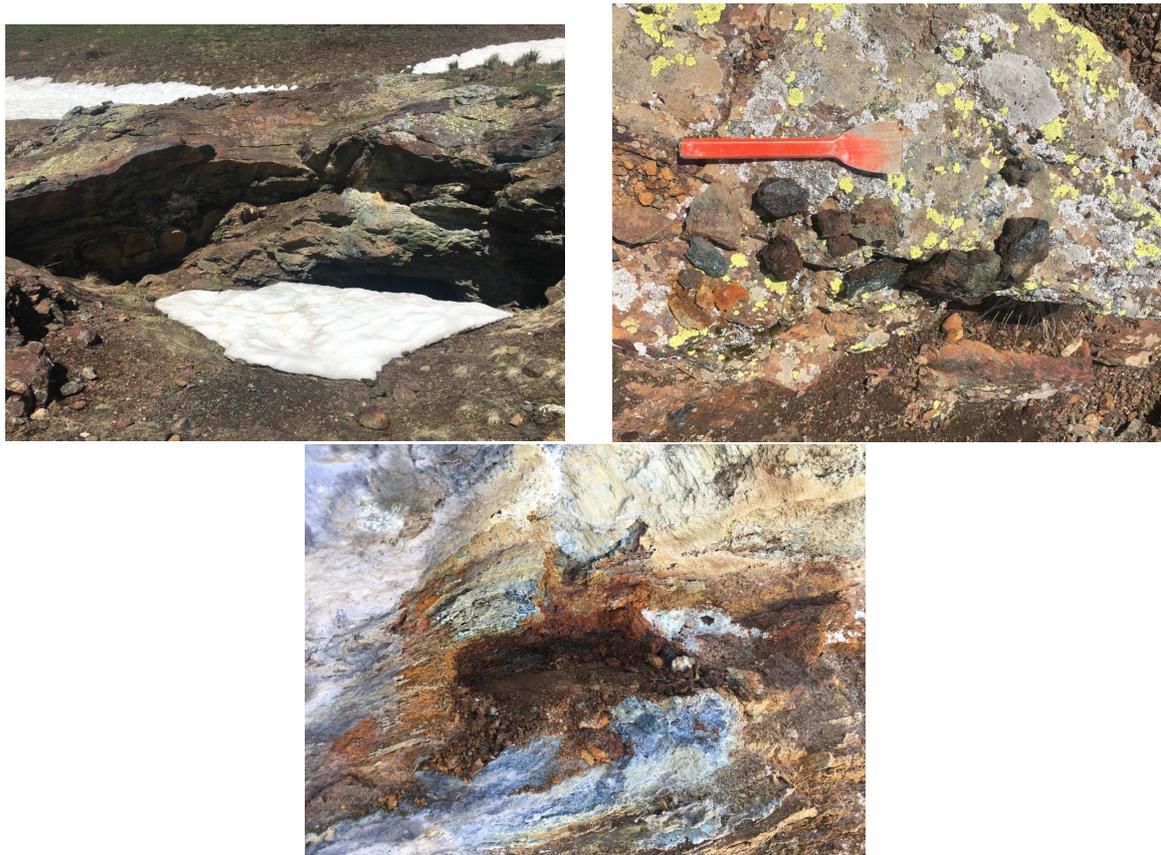


Figure 6.8 : a) vue générale de la mine du site de Machefer, b) de différents des faciès identifiés sur place, c) de la zone de prélèvement du faciès A et B, fibreux (type amiante) et friable. Photos : E. Chalmin

fibreux et localement, les oxydes de fer sont sous forme de goethite et d'hématite.

Le site de Mollard-Machefer a été documenté grâce à une indication fournie par des habitants de la commune de Bessans s'interrogeant sur la possible origine des matières colorantes du site du Rocher du Château. Le site du Rocher du Château est l'un des 136 sites à peintures rupestres schématiques connus en France méridionale et dans les Alpes occidentales. Ce site est actuellement étudié sous la direction scientifique de Claudia Defrasne. Des analyses ont été menées sur les matières colorantes issues de niveaux archéologiques datés de la seconde moitié du V^e millénaire BC, période à laquelle sont rapportées les peintures sur les parois.

L'ancienne mine est mentionnée dans la notice de la carte géologique de Lanslebourg comme une ancienne exploitation de magnétite dans une zone de lambeaux dolomitiques ou clacaro-dolomitiques dilacérés du Trias moyen à supérieur (indication TCD sur la carte). Ces informations ont été complétées par les analyses géochimiques mises à disposition sur le site inforterre du BRGM et une cartographie de l'aléa amiante environnemental a aussi révélé que des zones au Mollard et à Machefer sont riches en amiante et en oxydes de fer (Fig. 6.4).

Le minerai de fer du Mollard se trouve dans une matrice de radiolarite comme indiqué sur la carte

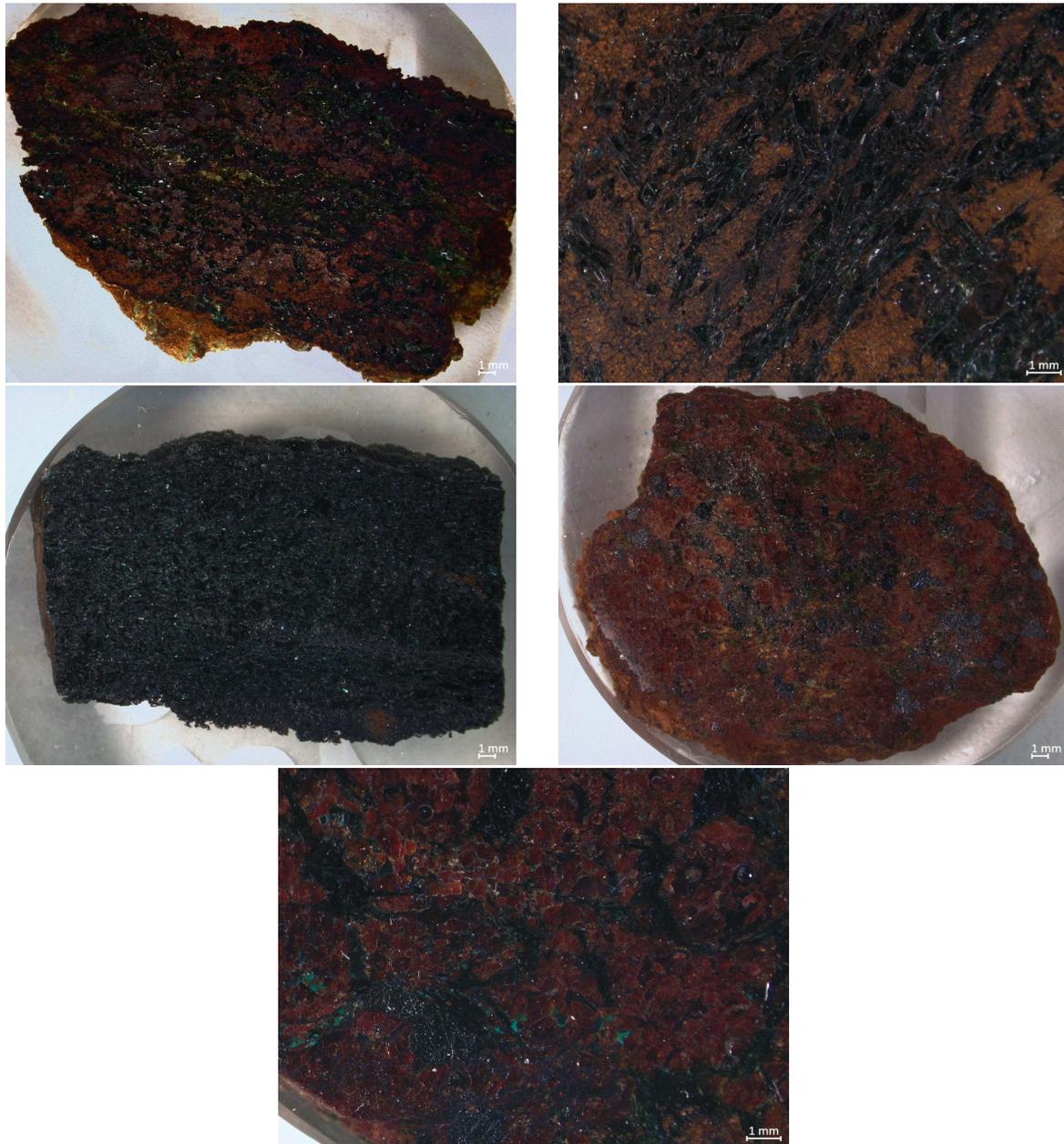


Figure 6.9 : Observation à la loupe binoculaire des plots polis PIG-0257 faciès A (haut), C (milieu gauche), D (milieu droite) et E (bas). Photos : E. Chalmin

géologique dans laquelle des concentrations de minéraux noirs opaques ont été observées.

Sept faciès différents ont été documentés (A à G). Nous disposons également de prélèvements de la roche encaissante. La description complète de ces faciès est actuellement en cours. Des plots polis et des poudres homogénéisées ont été préparés pour chaque faciès. Des plots polis (Fig. ??) ont été réalisés par Fayçal Soufi (plateforme ASTRE). Ces échantillons sont destinés aux analyses et observations qui seront réalisées dans le cadre du stage de Master 2 de Marianne Le Turnier (stage M2 janvier-juin 2021, EDYTEM).

Contre les radiolarites, les cristaux d'oxydes de fer sont cubiques ou en forme de baguettes de 1 cm de long mélangés à des cristaux de serpentine vert sombre en baguettes. On note également la présence de baguettes d'amiante, d'amas de cristaux octaédriques d'environ 2 mm de couleur noire de magnétite, des minéraux d'hématite bien cristallisée (3 mm) rouge violet, quelques pépites de sulfate de cuivre turquoise et quelques rares olivines et pyroxènes.

Analyses déjà réalisées : spectroscopie de réflectance diffuse sur les poudres A et B.

Analyses prévues pour 2021 : MEB sur poudre, carte chimique MEB, DRX, géochimie par PIXE, XRF quantitative et ICP.

6.5 Le Trou de la Fléclaz, Saint-Jean-d'Arvey - Savoie

Type de gîte : primaire (calcaire Urgonien ferruginisé)

Description générale : Directement au pied de la paroi ornée du site orné néolithique du Trou de la Féclaz (étude en cours porté par Claudia Defrasne), le calcaire encaissant jaunâtre présente des colorations plus marquées rouges à jaunes. Un banc marneux vert clair est également présent au fond de l'abri. Deux échantillons de couleur contrastées (faciès A - rouge et B - jaune) ont été récoltés dans l'affleurement à quelques mètres au pied de l'escarpement rocheux (Fig 6.5 et 6.5).



Figure 6.10 : A gauche : Photo lors du prélèvement au pied de l'escarpement calcaire du Trou de la Féclaz. A droite : Observation à la loupe binoculaire du plot poli PIG_0232_A_401 : matrice calcaire complètement ferruginisée (veine de quartz et de baryte ?). Photos : E. Chalmin.

Partie 7

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, facettés, 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, B. Schmitt. Campagne de prélèvement de microprélèvement de paroi en juin 2020, test de spectroscopie de réflectance diffuse sur site, étude en laboratoire des microprélèvements en cours par Marianne le Turnier
- 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 Kergommeaux (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 réserver 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 8

Diffusion et valorisation

Communications

- Chalmin, E., Schmitt B., Chanteraud, C., Chassin de Kergommeaux, A., Soufi, F., Salomon H. « The contribution of diffuse reflectance spectroscopy on the knowledge of prehistoric red coloring matter » AIC2020. Avignon Novembre 2020
- 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.

Communications à des colloques acceptées (2021)

- Aurélie Chassin de Kergommeaux, Claudia Defrasne, Quentin Lemasson, Florian Kergourlay, Pauline Martinetto, Eric Goemaere, Emilie Chalmin. Comparer les rouges. L’étude taphonomique des parois, un pré-requis de l’analyse des matières colorantes liées à l’art rupestre. Session 1A : Chaîne opératoire des ressources minérales, animales et végétales, Colloque du GMPCA, Chambéry, 19-23/04/2021.
- Aurélie Chassin de Kergommeaux, Magali Rossi, Hélène Salomon, Emilie Chalmin, Jean-Jacques Delannoy. Trajectoires des roches riches en fer au Paléolithique : genèse, sélection et altération. Session 1A : Chaîne opératoire des ressources minérales, animales et végétales, Colloque du GMPCA, Chambéry, 19-23/04/2021.
- Emilie Chalmin, Bernard Schmitt, Ludovic Bellot-Gurlet, Marianne Le Turnier, Emmanuel Malet, Claudia Defrasne. Combinaison des approches analytiques in situ et en laboratoire : vers une compréhension des peintures schématiques néolithiques. Session 3A : Accéder à la matière, de l’in situ au laboratoire. Colloque du GMPCA, Chambéry, 19-23/04/2021.
- Claire Chanteraud, Marine Quiers, Andréa Maris-Froelich, Emilie Chalmin, Hélène Salomon, Yves Perrette, Julien Monney. Lumière dans la grotte : stimulation UV et détection de films d’opale en contexte d’art pariétal paléolithique. Session 3A : Accéder à la matière, de l’in situ au laboratoire. Colloque du GMPCA, Chambéry, 19-23/04/2021.

Organisation de colloque et de session de colloque (2021)

- Chalmin et al. : Colloque du GMPCA - Archéométrie 2021, Chambéry (USMB, EDYTEM, PATRIMALP) 19-23 avril 2021

- Pierre-Antoine Beauvais, Guilhem Constans, Alexandre Lefebvre, H  l  ne Salomon, Antonin Tomasso. Session A - R  seaux de transferts mat  riels, aires chronoculturelles : le visible et l'invisible. Congr  s pr  historique de France. Toulouse, 31 mai-4 juin 2021.

Publications

- Claire Chanteraud,   milie Chalmin, Matthieu Lebon, H  l  ne Salomon, Kevin Jacq, Jean-Jacques Delannoy, Julien Monney, sous presse, Contribution and limits of portable X-ray fluorescence for studying Palaeolithic rock art : the case of the Grotte aux Points at Aigu  ze (Gard, France), *Journal of Archaeological Science Reports* (partie 10 - annexe 7).
- Aur  lie Chassin de Kergommeaux, H  l  ne Salomon, Julien Monney, Claire Chanteraud, Pradeau Jean-Victor, Goemaere Eric, Leduc Thierry, Chalmin Emilie, 2021. R  f  rencement g  ologique des ressources en mati  res colorantes entre l'Ard  che et le Gardon. Un outil pour appr  hender les paysages v  cus au cours du Pal  olithique sup  rieur, *Ard  che Arch  ologie*, 38 (partie 10 - annexe 5).
- Emilie Chalmin, B Schmitt, Aur  lie Chassin de Kergommeaux, Claire Chanteraud, Fay  al Soufi et H  l  ne Salomon, 2021. How to distinguish red coloring matter used in prehistoric time? The contribution of visible near-infrared diffuse reflectance spectroscopy. *Color Research and Application*, Wiley (partie 10 - annexe 6).
- H  l  ne Salomon, Claire Chanteraud, Chassin de Kergommeaux Aur  lie, Julien Monney, Jean-Victor Pradeau et Emilie Chalmin, accept  . A Geological Collection and Methodology for Tracing the Provenance of Palaeolithic Colouring Matter. *Journal of Lithic Studies*, special issue, The value of lithic raw materials in defining prehistoric social territories (partie 10 - annexe 8).

Projets de publications

- Chanteraud C., Salomon H., Pichon L., Lemasson Q., Moignard B., Pacheco C., Goemaere E., Develle A.-L., Chassin de Kergommeaux A., Chalmin E. Non-invasive analysis of iron-rich rocks by PIXE : standards quantification and data treatment. support en cours de r  flexion.

Journ  e de la *Pigmento  theque*

Le principe de partage des connaissances r  unies et g  n  r  es au sein du projet est valable    plusieurs niveaux d'implication et de formation (adapt  e aux   tudiants, pour des coll  gues). Cette op  ration r  guli  re de transferts des comp  tences dans les deux sens nous garantit un suivi r  gulier de notre approche et de notre avancement, de m  me que la diffusion de nos apprentissages aupr  s de nos coll  gues et futurs coll  gues.

Comme chaque ann  e, nous avons organis   deux journ  es d'  change au sujet de la *Pigmento  theque*. Cette ann  e, une journ  e de pr  sentations et discussion pr  c  dait la soutenance de th  se de Claire Chanteraud (17 et 18 septembre 2020) sur le Campus du Bourget-du-Lac, Universit   Savoie Mont-Blanc, au laboratoire EDyTeM (partie 10 - annexe 9). Le programme est pr  sent   dans le figure 8.1 et la liste des participants : Fig. 8.3.



Journées de la Pigmentothèque

Des yeux aux isotopes...

Jeudi 17 septembre

9h30 : Accueil et café
 10h00 : Bilan de la Pigmentothèque : H. Salomon & E. Chalmin
 10h30 : Notices et lexiques : A. Chassin, H. Salomon, M. Rossi
 11h00 : Présentation du projet de PCR Pigmentothèque Aquitaine. L. Dayet & M. Lebon
 11h30 : Base de données PIG-SSHADE : apport de la spectroscopie de ré ectance : E. Chalmin & B. Schmitt
 12-14h : Déjeuner
 14h00 : Propriété oxyde de fer et modélisation : M. Gerardin
 14h30 : Les matières colorantes de La Marche (Magdalénien, Vienne) Y. Coquinot
 15h00 : Datation des phases de fracturation par (U-Th-Sm)/He sur hématite. A. Bilau
 15h30 : Visite de la Pigmentothèque
 19h30 : Dîner (à Chambéry)

Vendredi 18 septembre

9h30 : soutenance de thèse de Claire Chanteraud : *Provenance des matières colorantes dans le contexte des grottes ornées des Gorges de l'Ardèche. Stratégie d'approvisionnement et liens culturels au Paléolithique supérieur : le cas de la grotte aux Points (Aiguèze, Gard, France)*

Nous vous remercions de bien vouloir vous inscrire auprès de: helene.salomon@univ-smb.fr
Réponse souhaitée pour le 7 septembre dernier délais
 (limitation des places pour causes sanitaires)

17 et 18 septembre 2020
 EDYTEM – Université Savoie - Mont Blanc

Figure 8.1 : Programme des journées de la Pigmentothèque



Figure 8.2 : Participants à la première journée. Photo : E. Chalmin

NOM	PRÉNOM	Institution
SALOMON	Hélène	CNRS EDYTEM
CHALMIN	Emilie	USMB EDYTEM
CHANTERAUD	Claire	USMB EDYTEM
CHASSIN de KERGOMMEAUX	Aurélie	USMB EDYTEM
SCHMITT	Bernard	CNRS IPAG
DAYET	Laure	IRAMAT CRP2A
FLOSS	Harald	U-Tübingen
RÖSCH	Anna	U-Tübingen
BILAU	Antonin	UGA ISTerre
GIRARDIN	Morgane	UGA Institut Néel
BRESSY-LEANDRI	Céline	DRAC Corse TRACES
QUERENET ONFROY de BREVILLE	Iris	U-Paris 1
ROSSI	Magali	USMB EDYTEM
ARNAUD	Fabien	CNRS EDYTEM
DEFRASNE	Claudia	CNRS EDYTEM
PIGNOL	Cécile	USMB EDYTEM
FERNANDES	Paul	PALEOTIME PACEA
COQUINOT	Yvan	MCC C2RMF
BECK	Lucile	CEA
MONNEY	Julien	EDYTEM
DEVELLE	Anne-Lise	EDYTEM
DELANNOY	Jean-Jacques	EDYTEM

Figure 8.3 : liste des participants à la journée de la *Pigmentoθήque*

Encadrement d'étudiants

Premier et deuxième cycles

Cette année nous avons encadré :

- le stage du projet long de recherche d'Aurélie Chassin de Kergommeaux (ENS Lyon géologie) sur la pétrographie des matières colorantes (lexiques, prospections) – sujet remanié pour que le stage puisse avoir lieu en télétravail : l'essentiel du stage a été consacré aux lexiques. Deux sessions de prospection ont néanmoins pu avoir lieu (mars-août 2020).
- Maxime Verove (DUT mesures physiques Grenoble, 1 mois-Mai-juin 2020) sous la responsabilité d'Anne-Lise Develle : « l'analyse de roches ferrugineuses par spectrométrie de fluorescence X dispersif en longueur d'onde (WD-XRF) : optimisation de protocole ».

Doctorats

- Soutenance de thèse de Claire Chanteraud (2016-2020, partie 10 – annexe 9) – Financement USMB.
- Thèse débutée le 1er septembre 2020 par Aurélie Chassin de Kergommeaux (financement ministère). Sujet : Trajectoires des roches riches en fer durant le Paléolithique : genèse, sélection et altération. Direction de la thèse : J.-J. Delannoy, E. Chalmin, H. Salomon, M. Rossi. Laboratoire d'accueil : EDyTeM.
- Thèse en co-tutelle avec l'université de Ferrara, débutée en octobre 2020 par Giorgia Sardelli (Financement Vinci). Sujet : Les matières colorantes dans les systèmes techniques des chasseurs-collecteurs du Paléolithique final en Europe sud-occidentale. Direction : Federica Fontana et Hélène Salomon. Laboratoires d'accueil : Service de Préhistoire de l'université de Ferrara et EDyTeM (6 mois par an). Giorgia utilise les référence la *Pigmentotheque* et les enrichit.

Partie 9

Développement du réseau

Lien avec les réseaux de lithothèques

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, formations), 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 *Pigmentotheque*. 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 année, la *Pigmentotheque* a été intégrée au GdR SILEX, en tant que matériauthèque connexe. Héritière des méthodes développées pour la recherche de provenances des silicites, la *Pigmentotheque* partage les principes fondamentaux d'inventaire et de caractérisation des matières premières de référence et archéologiques. Ses spécificités ont demandé une révision complète du vocabulaire de description multiscalair. Pour autant, les terrains prospectés et concernés par les échantillonnages sont communs dans certains contextes d'évolution des matières premières minérales (altérites, alluvions, colluvions, par exemple). C'est pourquoi, les différents projets de recherche trouvent leur intérêt au partage des méthodes, du gîte au laboratoire.

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, Études 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.

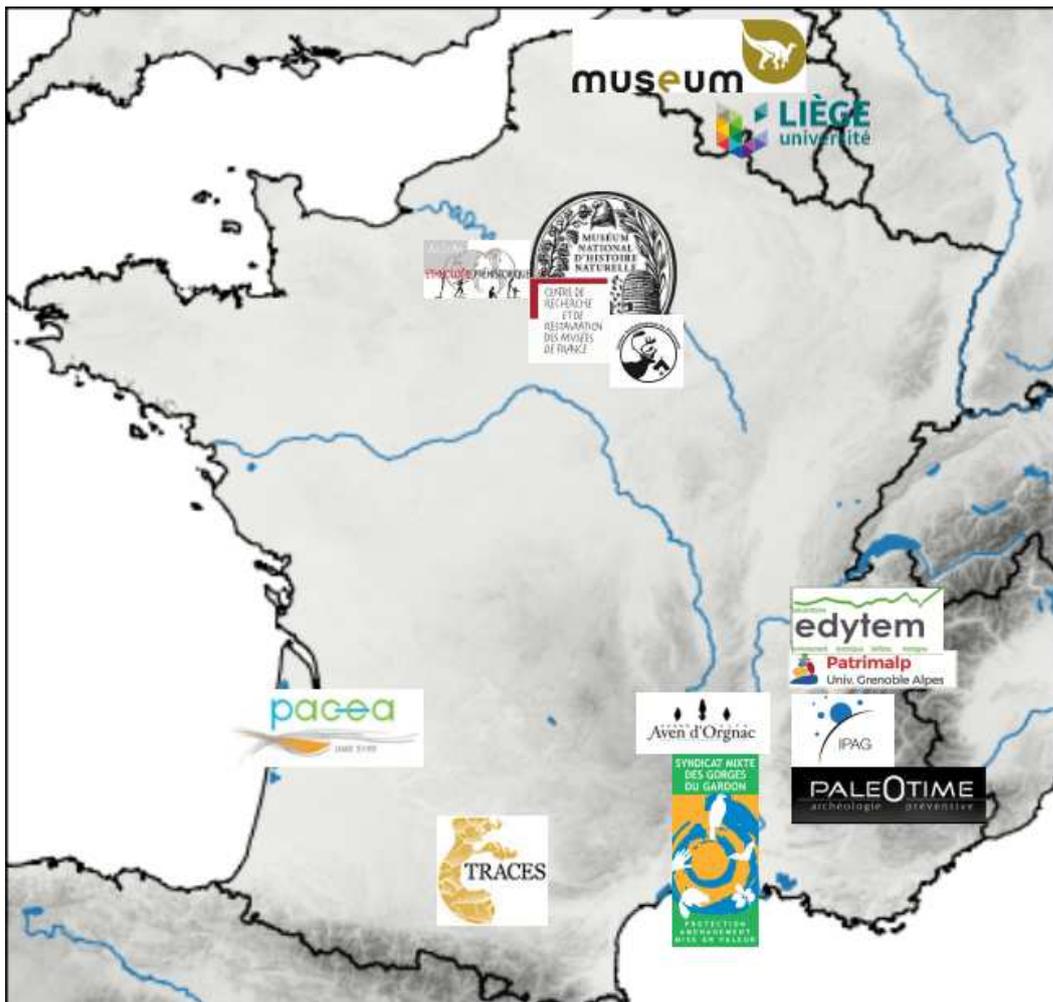


Figure 9.1 : État des lieux des collaborations et des mises en réseaux en place dans le cadre du PCR. DAO : E. Chalmin

Pigmentoθήque Aquitaine

Au vu des intérêts communs partagé avec les collègues de la communauté travaillant sur les matières colorantes utilisées pendant la Préhistoire, nous avons pu faire bénéficier de notre expérience dans le cadre du PCR Pigmentoθήque pour le montage d'un nouveau PCR du même type en région Aquitaine. Ce projet, porté par Laure Dayet et Matthieu Lebon, a été soumis en 2020. Il sera, dans un premier temps, centré sur la Dordogne et le Lot en 2021. Nous avons donc prévu pour 2021 de continuer à épauler et à accompagner nos collègues pour quelques missions de terrains et pour la mise en place de la gestion de la collection.

ANR Color-Sources

Le projet Color-Sources, porté par Matthieu Lebon, a été déposé le 01/12/2020 dans la section CE27 "Culture, créations, patrimoine". L'objectif principal du projet est d'accompagner les études de provenances de matières colorantes à l'échelle nationale et internationale en renforçant et en mutualisant les outils et les méthodologies nécessaires à la constitution de collections géologiques de référence, à l'interopérabilité des données collectées, à leur interprétation et à leur partage. Color-Sources est structuré par quatre axes qui définissent les tâches à réaliser (WP) et les outils méthodologiques devant être développés afin de lever les verrous identifiés :

- WP1 - Développement de référentiels géologiques robustes,
- WP2 - Développement d'une base de données et d'un système d'information géographique,
- WP3 - Développement de protocoles interopérables d'acquisition et de traitement des données,
- WP4 - Établissement de méthodologies d'analyses des résidus.

Le projet a été admis pour la deuxième étape d'évaluation. Le projet étendu sera déposé avant le 14/04/2021.

Références bibliographiques

- Aubry, Thierry. 2005. Étude de l'approvisionnement en matières premières lithiques d'ensembles archéologiques. *Pages 87–99 of : Actes du Colloque du GDR 1945 du CNRS : Comportements des hommes du Paléolithique moyen et supérieur en Europe : territoires et milieux*. ERAUL 111.
- Audouin-Rouzeau, F., & Plisson, H. 1982. 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.
- Bar-Yosef Mayer, D., Vandermeersch, Bernard, & Bar-Yosef, Ofer. 2009. Shells and ochre in Middle Paleolithic Qafzeh Cave, Israel : indications for modern behavior. *Journal of Human Evolution*, **56**(3), 307.
- Beauvais, Anicet. 1999. 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.
- Beauvais, Anicet, & Colin, F. 1993. Formation and transformation processes of iron duricrust systems in tropical humid environment. *Chemical Geology*, **106**, 77–101.
- Beck, Lucile, Salomon, Héléne, Lahlil, Sophie, Lebon, Matthieu, Odin, Giliane P., Coquinot, Yvan, & Pichon, Laurent. 2012. 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**(Feb.), 173–177.
- Bertrand, L. 2007. Synchrotron imaging for archaeology, art history, conservation, and palaeontology. *Pages 97–114 of : Physical techniques in the study of art, archaeology and Cultural Heritage*, vol. 2. Elsevier.
- Billard, Cyrille, Bosquet, Dominique, Dreesen, Roland, Goemaere, Éric, Hamon, Caroline, Jadin, Ivan, Salomon, Héléne, & Savary, Xavier. 2016. *About haematite. Procurement and transformation during Recent Prehistory / Acts of the international Round Table, 7-8/02/2013, Namur (Jambes)*. *Anthropologica et praehistorica*, vol. 125,126. Etudes et recherches archéologiques de l'Université de Liège (ERAUL), 143.
- Binford, Lewis Roberts. 1979. Organization and formation processes : looking at curated technologies. *Journal of anthropological research*, **35**(3), 255–273.
- Binford, Lewis Roberts. 1980. Willow smoke and dog's tails : hunter-gatherer settlement systems and archaeological site formation. *American Antiquity*, **45**(1), 4–20.

- Blot, Alain. 2002. Signification des ferruginisations des formations néoprotérozoïques du Nord-Burkina Faso (Afrique de l'Ouest). *Comptes Rendus Geoscience*, **334**(12), 909–915.
- Blot, Alain. 2004. Caractérisation des chapeaux de fer en milieu latéritique cuirassé. *Comptes Rendus Geoscience*, **336**(16), 1473–1480.
- Bon, François. 2009. *Préhistoire. La fabrique de l'homme*. L'univers historique, Seuil, Paris.
- Bonneau, A., Pearce, D.G., & Pollard, A.M. 2012. A multi-technique characterization and provenance study of the pigments used in San rock art, South Africa. *Journal of Archaeological Science*, **39**(2), 287–294.
- Bourdier, Camille. 2013. Rock art and social geography in the Upper Paleolithic. Contribution to the socio-cultural function of the Roc-aux-Sorciers rock-shelter (Angles-sur-l'Anglin, France) from the viewpoint of its sculpted frieze. *Journal of Anthropological Archaeology*, **32**, 368–382.
- Bressy, Céline, & Bintz, Pierre. 2002. 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*, 69–77.
- Brooks, A.S., Yellen, J.E. and Potts, R., Behrensmeier, A.K., Deino, A.L., Leslie, D.E., Ambrose, S.H., Ferguson, J.R., d'Errico, F., Zipkin, A.M., Whittaker, S., Post, S., Veatch, E.G., Foecke, K., & Clark, J.B. 2018. Long-distance stone transport and pigment use in the earliest Middle Stone Age. *Science*, **360**(6384), 90–94.
- Bruder, R, Menut, D, & Detalle, V. 2007. Effects of LIBS measurement parameters on wall paintings pigments alteration and detection. *Pages 367–375 of : Lasers in the Conservation of Artworks*. Springer.
- Cabrera-Garrido, J. M. 1978. Les matériaux des peintures de la grotte d'Altamira. *Pages 1–9 of : Actes de la 5eme réunion internationale de l'ICOM*.
- Cartailhac, Émile, & Breuil, Henri. 1903. 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.
- Cavallo, Giovanni, Fontana, Federica, Gonzato, Federica, Guerreschi, Antonio, Riccardi, Maria Pia, Sardelli, Giorgia, & Zorzin, Roberto. 2017. Sourcing and processing of ochre during the late upper Palaeolithic at Tagliente rock-shelter (NE Italy) based on conventional X-ray powder diffraction analysis. *Archaeological and Anthropological Sciences*, **9**(5), 763–775.
- Cayeux, Lucien. 1909. *Les minerais de fer oolithique de France. Fascicule 2 : minerais de fer secondaire. études de gîtes minéraux de la France*. Ministère des travaux publics, Imprimerie nationale, Paris.
- Chalmin, Émilie. 2003 (nov.). *Caractérisations des oxydes de manganèse et usage des pigments noirs au Paléolithique supérieur*. phdthesis, Université de Marne-La-Vallée.

- Chalmin, Emilie, Schmitt, B, Chassin de Kergommeaux, Aurélie, CHANTERAUD, Claire, Soufi, Fayçal, & Salomon, Hélène. 2021. How to distinguish red coloring matter used in prehistoric time? The contribution of visible near-infrared diffuse reflectance spectroscopy. *Color Research and Application*.
- Chanteraud, Claire. 2020 (sept.). *Provenance des matières colorantes dans le contexte des grottes ornées des Gorges de l'Ardèche. Stratégie d'approvisionnement et liens culturels au Paléolithique supérieur : le cas de la grotte aux Points (Aiguèze, Gard, France)*. phdthesis, Université Savoie Mont Blanc.
- Chassin de Kergommeaux, Aurélie, Salomon, Hélène, Monney, Julien, CHANTERAUD, Claire, Jean-Victor, Pradeau, Goemaere, Éric, Leduc, Thierry, & Chalmin, Emilie. 2021. Référencement géologique des ressources en matières colorantes entre l'Ardèche et le Gardon. Un outil pour appréhender les paysages vécus au cours du Paléolithique supérieur. *Ardèche archéologie*.
- Coquinot, Yvan, & Salomon, Hélène. 2013. Les “matériaux” ferrugineux géologiques et transformés. *In : Interdisciplinary thematic school of the CNRS ArFeMa, 9-14 juin 2013*.
- Cornell, R. M., & Schwertmann, U. 2003. *The iron oxides : structure, properties, reactions, occurrences and uses*. John Wiley & Sons.
- Cotte, Marine, Dumas, Paul, Taniguchi, Yoko, Checroun, Emilie, Walter, Philippe, & Susini, Jean. 2009. Recent applications and current trends in Cultural Heritage Science using synchrotron-based Fourier transform infrared micro-spectroscopy. *Comptes Rendus Physique*, **10**(7), 590–600.
- Couraud, Claude, & Laming-Emperaire, Annette. 1979. Les colorants. *Pages 159–171 of : Lascaux inconnu : XIIe supplément à Gallia Préhistoire*.
- Courty, Georges. 1902. Examen chimique de deux matières colorantes trouvées dans des stations préhistoriques du Périgord. *Bulletins de la Société d'anthropologie de Paris*, **3**(1), 840.
- Creagh, D.C., Kubik, M.E., & Sterns, M. 2007. On the feasibility of establishing the provenance of Australian Aboriginal artefacts using synchrotron radiation X-ray diffraction and proton-induced X-ray emission. *Nucl. Instrum. Methods Phys. Res., Sect. A*, **580**, 721–724.
- Cuenca-Solana, D., Gutiérrez-Zugasti, I., Ruiz-Redondo, A., Gonzalez-Morales, M. R., Setién, J., Ruiz-Martínez, E., Palacio-Pérez, E., de las Heras-Martin, C., & Prada-Freixedo, A. nd Lasheras-Corruchaga, J. A. 2016. Painting Altamira Cave? Shell tools for ochre-processing in the Upper Palaeolithic in northern Iberia. *Journal Archaeological Science*, **74**, 135–151.
- Damour, A. 1865. 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.
- Darchuk, L., Tsybrii, Z., Worobiec, A., Vázquez, C., Palacios, O.M., Stefaniak, E.A., Gatto Rotondo, G., Sizov, F., & Van Grieken, R. 2010. Argentinean prehistoric pigments' study by combined SEM/EDX and molecular spectroscopy. *Spectrochimica Acta Part A : Molecular and Biomolecular Spectroscopy*, **75**(5), 1398–1402.

- David, B., Delannoy, J.-J., Mialanes, J., Clarkson, C., Petchey, F., Geneste, J.-M., Manne, T., Bird, M.I., Barker, B., Richards, T., Chalmin, E., & Castets, G. 2019. Dating painting events through by-products of ochre processing : Borologa 1 Rockshelter. *85*(1), 57–94.
- Dayet, L., Bourdonnec, F.-X. Le, Daniel, F., Porraz, G., & Texier, P.-J. 2015. Ochre Provenance and Procurement Strategies During The Middle Stone Age at Diepkloof Rock Shelter, South Africa. *Archaeometry*, **58**(5), 807–829.
- Dayet, L., Wurz, S., & Daniel, F. 2017. Ochre Resources, Behavioural Complexity and Regional Patterns in the Howiesons Poort : New Insights From Klasies River Main Site, South Africa. *Journal of African Archaeology*, **15**(1), 20–41.
- Dayet, Laure. 2012 (Dec). *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.
- de Lapparent, J. 1930. *Les bauxites de la France méridionale*. Imprimerie nationale, 211 p.
- de Mortillet, Gabriel, & de Mortillet, Adrien. 1910. *La Préhistoire. Origine et antiquité de l'Homme*. Bibliothèque des Sciences contemporaines, Schleicher Frères, Paris, 709 p.
- Delvigne, Vincent. 2016 (Feb.). *Georessources and techno cultural expressions in the South of the French Massif Central during the Upper Palaeolithic : determinism and choices*. Theses, Université de Bordeaux.
- Denayer, J., Pacyna, D., & F., Boulvain. 2011. *Le minerai de fer en Wallonie : cartographie, historique et géologie*. Ed. de la Région Wallonne.
- Denayer, Julien. 2016. Iron ores of Southern Belgium : much more than hematite. *Pages 39–49 of : Billard, Cyrille, Bosquet, Dominique, Dreesen, Rolland, Goemaere, Éric, Hamon, Caroline, Jadin, Ivan, Salomon, Hélène, & Savary, Xavier (eds), About haematite. Procurement and transformation during Recent Prehistory. Proceedings of the international Round Table, 7-8/02/2013, Namur (Jambes)*. *Anthropologica et Praehistorica*.
- Dreesen, Roland, Savary, Xavier, & Goemaere, Éric. 2016. 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*, 7–8.
- Dumas, Emilien. 1876. *Statistique géologique, minéralogique, métallurgique et paléontologique du département du Gard*. Bertrand.
- Dunham, Robert J. 1962. Classification of carbonate rocks according to depositional textures.
- d'Errico, Francesco, Salomon, Hélène, Vignaud, Colette, & Stringer, Chris. 2010. Pigments from the Middle Palaeolithic levels of Es-Skhal (Mount Carmel, Israel). *Journal of Archaeological Science*, **37**(12), 3099–3110.

- d'Errico, Francesco, Garcia Moreno, Renata, & Rifkin, Riian F. 2012. Technological, elemental and colorimetric analysis of an engraved ochre fragment from the Middle Stone Age levels of Klasies River Cave 1, South Africa. *Journal of Archaeological Science*, **39**(4), 942–952.
- Eiselt, B. Sunday, Popelka-Filcoff, Rachel S., Darling, J. Andrew, & Glascock, Michael D. 2011. Hematite sources and archaeological ochres from Hohokam and O'odham sites in central Arizona : an experiment in type identification and characterization. *Journal of Archaeological Science*, **38**(11), 3019–3028.
- Evans, A. M. 1993. *Ore geology and industrial minerals an introduction*. UK, Blackwell Scientific Publications, 3d edition : 400 p.
- Fernandes, P., & Raynal, J.-P. 2006. Pétroarchéologie du silex : un retour aux sources. *Comptes rendus Palevol*, **5**, 829–837.
- Fernandes, Paul. 2012. *Itinéraires et transformations du silex : une pétroarchéologie refondée, application au Paléolithique moyen*. PhD Thesis.
- Fernandes, Paul. 2015. PCR Réseau de lithothèques en Rhône-Alpes. *ADLFI. Archéologie de la France-Informations. une revue Gallia*.
- Fernandes, Paul, Raynal, Jean-Paul, Tallet, Pascal, Tuffery, Christophe, Piboule, Michel, Séronie-Vivien, Micheline, Séronie-Vivien, Marie-Roger, Turq, Alain, Morala, André, Affolter, Jehanne, *et al.* . 2013. A map and a database for flint-bearing formations in Southern France : A tool for Petroarchaeology. *PALEO. Revue d'archéologie préhistorique*, 219–228.
- Flick, H., & Nesbor, H. D. 1988. Der Vulkanismus in der Lahnmulde. *Jahresberichte und Mitteilungen des Oberrheinischen Geologischen Vereins*, **70**, 411–475.
- Flick, H., Nesbor, H. D., & Behnisch, R. 1990. Iron ore of the Lahn-Dill type formed by diagenetic seeping of pyroclastic sequences – a case study on the Schalstein section at Gänsberg (Weilburg). *Geologische Rundschau*, **79**(2), 401–415.
- Folk, Robert L. 1962. Spectral subdivision of limestone types.
- Galbrun, B., Baudin, F., Bassoullet, J. P., Depeche, F., Emmanuel, L., Lachkar, G., Renard, M., Riveline, J., Gabilly, J., Hantzpergue, P., Manivit, H., & Ruget, C. 1994. Stratigraphie intégrée du Toarcien stratotypique (coupes de Thouars et Airvault, Deux-Sèvres, France). *Geobios*, **27**, 575–595.
- Glavenchuk, A. V. 2012. The Use of Pigment Ochre at the Late Palaeolithic Site of Anetovka II. *Stratum Plus Journal*, **138**.
- Godelier, Maurice. 2009. *Au fondement des sociétés humaines : ce que nous apprend l'anthropologie*. Albin Michel.
- Goemaere, E., A., Katsch, Eschghi, I., & Dreesen, R. 2016. Geological record and depositional setting of Palaeozoic oolitic ironstones in Western Europa. *Pages 23–43 of : Billard, Cyrille, Bosquet, Dominique, Dreesen, Rolland, Goemaere, Éric, Hamon, Caroline, Jadin, Ivan, Salomon,*

- Hélène, & Savary, Xavier (eds), *About haematite. Procurement and transformation during Recent Prehistory. Proceedings of the international Round Table, 7-8/02/2013, Namur (Jambes)*, vol. 125. Anthropologica et Praehistorica, Bruxelles.
- Gould, R.A., & Saggers, S. 1985. Lithic procurement in Central Australia : a closer look at Binford's idea of embeddedness in archaeology. *American Antiquity*, **5**(1), 117–136.
- Gourdon-Platel, N., & Lambert, P. 1986. Microstructures et répartition de trois éléments majeurs (Fe, Al, Si) au sein des pisolites de fer nord-aquitains. *Travaux du Laboratoire de Géographie Physique Appliquée*, **10**(1), 5–22.
- Gourdon-Platel, N., Platel, J.-P., & Astruc, J.-G. 1996. Karst et mines en France et en Europe : gîtes, grottes-mines et géotechnique. *Karstologia*, **27**(1), 1–20.
- Gourdon-Platel, N., Platel, J.-P., & Astruc, J.-G. 2000. La Formation de Rouffignac, témoin d'une paléoaaltéritecuirassée intra-éocène en Périgord-Quercy. *Géologie de la France*, **1**, 65–67.
- Guendon, J.-L., & Parron, C. 1985. Les phénomènes karstiques dans les processus de la bauxitisation sur substrat carbonaté. Exemples des gisements du sud-est de la France. *Annales de la Société Géologique de Belgique*, **108**, 85–92.
- Henshilwood, Christopher S., d'Errico, Francesco, Van Niekerk, K. L., Coquinot, Yvan, Jacobs, Zenobia, Lauritzen, S. E., Menu, Michel, & García-Moreno, Renata. 2011. A 100,000-year-old ochre-processing workshop at Blombos Cave, South Africa. *Science*, **334**(6053), 219–222.
- Hernanz, A., Chang, J., Iriarte, M., Gavira-Vallejo, J. M., Balbin-Behrmann, R. De, Bueno-Ramirez, P., & Maroto-Valiente, A. 2016. Raman microscopy of hand stencils rock art from the Yabrai Mountain, Inner Mongolia Autonomous Region, China. *Applied Physics A*, **7**, 1–8.
- Hodgskiss, Tammy, & Wadley, Lyne. 2017. How people used ochre at Rose Cottage Cave, South Africa : Sixty thousand years of evidence from the Middle Stone Age. *PloS one*, **12**(4), e0176317.
- Hovers, Erella, Ilani, Shimon, Bar-Yosef, Ofer, & Vandermeersch, Bernard. 2003. An early case of color symbolism : ochre use by modern humans in Qafzeh Cave. *Current anthropology*, **44**(4), 491–522.
- Hunt, Alexandria, Thomas, Paul, James, Daniel, David, Bruno, Geneste, Jean-Michel, Delannoy, Jean-Jacques, & Stuart, Barbara. 2016. The characterisation of pigments used in X-ray rock art at Dalakngalarr 1, central-western Arnhem Land. *Microchem. J.*, **126**(May), 524–529.
- Huntley, Jillian, Braud, Helen, Aubert, Maxime, & Morwood, Michael. 2014. The first Australian Synchrotron powder diffraction analysis of pigment from a Wandjina motif in the Kimberley, Western Australia. *Australian archaeology*, **78**, 33–38.
- Iriarte, E., Foyo, A., Sanchez, M.A., Tomillo, C., & Setien, J. 2009. The origin and geochemical characterization of red ochres from the Tito Bustillo and Monte Castillo caves, Northern Spain. *Archaeometry*, **51**(2), 231–251.
- James, R. E., & Ferris, F. G. 2004. Evidence for microbial-mediated iron oxidation at a neutrophilic groundwater spring. *Chemical Geology*, **212**(3-4), 301–311.

- Jébrak, M., & Marcoux, É. 2008. *Géologie des ressources minérales*. Ministère des ressources naturelles et de la faune, Québec, 668 p.
- Jezequel, Pierre, Wille, Guillaume, Beny, Claire, Delorme, Fabian, Jean-Prost, Veronique, Cottier, Roger, Breton, Jean, Dure, Frederic, & Desprée, Jacky. 2011. Characterization and origin of black and red Magdalenian pigments from Grottes de la Garenne (Vallée moyenne de la Creuse-France) : a mineralogical and geochemical approach of the study of prehistorical paintings. *Journal of Archaeological Science*, **38**(6), 1165–1172.
- Kholodov, V. N., Nedumov, R. I., & Golubovskaya, E. V. 2012. Facies Types of Sedimentary Iron Ore Deposits and Their Geochemical Features : Communication 1. Facies Groups of Sedimentary Ores, Their Lithology, and Genesis. *Lithology and Mineral Resources*, **47**(6), 447–472.
- Lartet, E., & Christy, H. 1865. *Reliquiae Aquitanicae, being contributions to the archaeology and palaeontology of Perigord and the adjoining provinces of Southern France*. William and Norgate, London, 506 p.
- Lofrumento, Cristiana, Ricci, Marilena, Bachechi, Luca, Feo, Denise De, & Castellucci, Emilio Mario. 2011. The first spectroscopic analysis of Ethiopian prehistoric rock painting. *J. Raman Spectrosc.*, **43**(6), 809–816.
- Lorblanchet, M, Labeau, M, & VERNET, J-L. 1988. Première étude des pigments des grottes ornées quercynaises. *Préhistoire Quercynaise*, 79–94.
- Lozet, J., & Mathieu, C. 2002. *Dictionnaire des sciences du sol*. Éditions TEC & DOC, Paris, 574 p.
- MacDonald, Brandi Lee, Fox, William, Dubreuil, Laure, Beddard, Jazmin, & Pidruczny, Alice. 2018. Iron oxide geochemistry in the Great Lakes Region (North America) : Implications for ochre provenance studies. *Journal of Archaeological Science : Reports*, **19**(June), 476–490.
- Mackay, A., & Welz, A. 2008. Engraved ochre from a middle stone age context at Klein Kliphuis in the Western Cape of South Africa. *Journal of Archaeological Science*, **35**(6), 1521–1532.
- Malainey, Mary E. 2010. *A consumer's guide to archaeological science : analytical techniques*. Springer Science & Business Media.
- Mathis, François, Bodu, Pierre, Dubreuil, Olivier, & Salomon, Hélène. 2014. PIXE identification of the provenance of ferruginous rocks used by Neanderthals. *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research Section B : Beam Interactions with Materials and Atoms*, **331**, 275–279.
- Menu, M, & Walter, Ph. 1992. Prehistoric cave painting PIXE analysis for the identification of paint "pots". *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research B*, **64**, 547–552.
- Moissan, H. 1902a. Sur les matières colorantes des figures de la grotte de Font-de-Gaume. *C.R. Hebd. Seances Acad. Sci.*, 1539–1540.
- Moissan, H. 1903a. Sur une matière colorante des figures de la grotte de La Mouthe. *C.R. Hebd. Seances Acad. Sci.*, 144–146.

- Moissan, Henri. 1902b. Sur les matières colorantes des figures de la grotte de Font-de-Gaume. *Comptes Rendus de l'Académie des sciences*, **134**, 1539–1540.
- Moissan, Henri. 1903b. Sur une matière colorante des figures de la Grotte de la Mouthe. *Comptes Rendus de l'Académie des sciences*, **135**, 144–145.
- Mustoe, G. E. 1981. Bacterial oxidation of manganese and iron in a modern cold spring. *Geological Society of America Bulletin*, **92**(3), 147–153.
- Nesbor, H. D. 2007. Paläozoischer Vulkanismus im Lahn-Dill-Gebiet – südöstliches Rheinisches Schiefergebirge (Exkursion E am 12. April 2007). *Jahresberichte und Mitteilungen des Oberrheinischen Geologischen Vereins*, 93–216.
- Nicolas, J. 1968. Nouvelles données sur la genèse des bauxites à mur karstiques du Sud-Est de la France. Leur origine latéritique, leur transport et leur dépôt en milieu aqueux sous forme de bauxite déjà constituée. *Mineralium Deposita*, **3**, 18–33.
- O'Neill, P., Creagh, Dudley, & Sterns, Meta. 2004. Studies of the composition of pigments used traditionally in Australian Aboriginal bark paintings. *Radiation Physics and Chemistry*, **71**(3), 841–842.
- Onoratini, Gérard. 2002. Diversité minérale et origine des matériaux colorants utilisés dès le Paléolithique supérieur en Provence. *Bulletin du Musée d'Histoire Naturelle de Marseille*, **45**.
- Pavia, G., Corbin, L., Defaveri, A., Maerten, L., & Olivero, D. 1971. Laterite and bauxite formation). *Economic Geology*, **66**(7), 1070–1071.
- Pavia, G., Corbin, L., Defaveri, A., Maerten, L., & Olivero, D. 2002. La formation de l'oolithe ferrugineuse de Bayeux du Bajocien (Jurassique moyen) au lieu-dit "Les fours à chaux" entre Croisilles et les Moutiers-en-Cinglais (Calvados, NW France). *Geologie de la France*, **2**, 5–17.
- Pichon, L., Beck, Lucile, Walter, Ph, Moignard, B., & Guillou, Th. 2010. 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.
- Popelka-Filcoff, Rachel S., Miksa, Elizabeth J., Robertson, J. David, Glascock, Michael D., & Wallace, Henry. 2008. Elemental analysis and characterization of ochre sources from southern Arizona. *Journal of Archaeological Science*, **35**(3), 752–762.
- Popelka-Filcoff, Rachel S., Lenehan, Claire E., Glascock, Michael D., Bennett, John W., Stopic, Attila, Quinton, Jamie S., Pring, Allan, & Walshe, Keryn. 2012. Evaluation of relative comparator and k 0-NAA for characterization of Aboriginal Australian ochre. *Journal of Radioanalytical and Nuclear Chemistry*, **291**(1), 19–24.
- Popelka-Filcoff, R.S., & Charrison, E. 2012. Chemical archaeology : On the trail of aboriginal ochre. *Chemistry in Australia*, **20**.

- Pradeau, J.-V. 2015 (June). *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.
- Pradeau, Jean-Victor, Salomon, Hélène, Bon, François, Mensan, Romain, Lejay, Mathieu, & Regert, Martine. 2014. 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.
- Pradeau, Jean-Victor, Binder, Didier, Verati, Chrystele, Lardeaux, Jean-Marc, Dubernet, Stephan, Le-frais, Yannick, & Regert, Martine. 2016. Procurement strategies of Neolithic colouring materials : Territoriality and networks from 6th to 5th millennia in North-Western Mediterranean. *Journal of Archaeological Science*, **71**(July), 10–23.
- Préat, A., Mamet, B., Bernard, A., & Gillan, D. 1999. Bacterial mediation, red matrices diagenesis, Devonian, Montagne Noire (southern France). *Sedimentary Geology*, **126**, 223–242.
- Quinif, Y. 1993. Les phénomènes karstiques en Calectienne. *De la Meuse à l'Ardenne*, **16**, 55–75.
- Reiche, Ina, & Chalmin, Emilie. 2013. *Synchrotron Methods : Color in Paints and Minerals*.
- Resano, M., Pérez-Arantegui, J., Garcia-Ruiz, E., & Vanhaecke, Frank. 2005. Laser ablation-inductively coupled plasma mass spectrometry for the fast and direct characterization of antique glazed ceramics. *J. Anal. At. Spectrom.*, **20**(6), 508.
- Rifkin, Riaan F. 2012. Processing ochre in the Middle Stone Age : Testing the inference of prehistoric behaviours from actualistically derived experimental data. *Journal of Anthropological Archaeology*, **31**(2), 174–195.
- Rivière, E. 1887. *Paleoethnologie. De l'antiquité de l'Homme dans les Alpes maritimes*. J.-B. Baillière & Fils Editeurs, Paris, 82 p.
- Robb, L. J. 2005. *Introduction to ore-forming processes*. Blackwell Pub, Malden, MA, 373 p.
- Rosenthal, P. 1991. Les minerais de fer de France-Comté. *Bulletin de la Société d'Histoire naturelle du Doubs*, 25–62.
- Rosina, P, Gomes, H, Collado, H, Nicoli, M, Volpe, L, & Vaccaro, C. 2018. Micro-Raman spectroscopy for the characterization of rock-art pigments from Abrigo del Águila (Badajoz–Spain). *Optics & Laser Technology*, **102**, 274–281.
- Rossi, Magali, & Gasquet, Dominique. 2014. Panorama géologique des exploitations minières dans les Alpes françaises. *Collection EDYTEM. Cahiers de géographie*, **17**(1), 23–40.
- Rosso, Daniela Eugenia, dtextquotesingleErrico, Francesco, & Zilhão, João. 2014. Stratigraphic and spatial distribution of ochre and ochre processing tools at Porc-Epic Cave, Dire Dawa, Ethiopia. *Quaternary International*, **343**(Sept.), 85–99.
- Rouhtier, P. 1963. *Les gisements métallifères*. Éd. Masson, Paris, 1282 p.

- Sajó, I.E., Kovács, J., Fitzsimmons, K. E., Jáger, V., Lengyel, G., Viola, B., Talamo, S., & Hublin, J. J. 2015. Core-Shell processing of natural pigment : upper Palaeolithic red ochre from Lovas, Hungary. *PloS one*, **10**(7), e0131762.
- Salomon, Hélène. 2009 (Dec.). *Les matières colorantes au début du Paléolithique supérieur : sources, transformations et fonctions*. phdthesis, Université Bordeaux 1.
- Salomon, Hélène. 2019. Les matières colorantes. *Pages 213–258 of* : Julien, Michèle, David, Francine, Girard, Michel, & Roblin-Jouve, Annie (eds), *Le Châtelperronien de la grotte du Renne (Arcy-sur-Cure, Yonne, France). Les fouilles d'André Leroi-Gourhan (1949-1963)*. PALÉO, Numéro spécial. Musée National de la Préhistoire.
- Salomon, Hélène, Coquinot, Yvan, Beck, Lucile, Vignaud, Colette, Lebon, Matthieu, Odin, Giliane P, Mathis, François, & Julien, Michèle. 2014. Stratégies spécialisées d'acquisition de pigments rouges durant le Châtelperronien de la grotte du Renne à Arcy-sur-Cure (Yonne, France). *Pages 125–133 of* : Paillet, Patrick (ed), *Les arts de la Préhistoire : micro-analyses, mises en contextes et conservation* ». *Ouvrage collectif de synthèse du programme ANR MADAPCA 2007-2012*. PALÉO, no. Numéro spécial. Paris : Musée national de la Préhistoire.
- Salomon, Hélène, Goemaere, Éric, Billard, Cyrille, Dreesen, Roland, Bosquet, Dominique, Hamon, Caroline, & Jadin, Ivan. 2016. 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*.
- Salomon, Hélène, CHANTERAUD, Claire, Chassin de Kergommeaux, Aurélie, Monney, Julien, Pradeau, Jean-Victor, & Chalmin, Emilie. 2021. A Geological Collection and Methodology for Tracing the Provenance of Palaeolithic Colouring Matter. *Journal of lithic studies*.
- Salomon, J.-N., & Pomel, S. 2005. Karst et mines. Accumulations et gisements de fer dans les terrains karstiques : exemple du Périgord et du Jura Franconnien. *Travaux du Laboratoire de Géographie Physique Appliquée*, **23**, 11–20.
- Scadding, Rachel, Winton, Vicky, & Brown, Vivienne. 2015. An LA-ICP-MS trace element classification of ochres in the Weld Range environ, Mid West region, Western Australia. *Journal of Archaeological Science*, **54**(Feb.), 300–312.
- Simon-Coinçon, R., Thiry, M., & Quesnel, F. 2000. Paléopaysages et paléoenvironnements sidérolithiques du Nord du Massif central (France). *Comptes Rendus de l'Académie des Sciences-Series IIA-Earth and Planetary Science*, **330**(10), 693–700.
- Smith, MA, & Pell, S. 1997. Oxygen-isotope ratios in quartz as indicators of the provenance of archaeological ochres. *Journal of archaeological science*, **24**(9), 773–778.
- Stanton, R.L. 1972. *Ore Petrology*. McGraw-Hill, 771 p.
- Thelemann, M., Bebermeier, W., Hoelzmann, P., & Lehnhardt, E. 2017. Bog iron ore as a resource for prehistoric iron production in Central Europe — A case study of the Widawa catchment area in eastern Silesia, Poland. *CATENA*, **149**, 474–490.

- Thiry, M., Quesnel, F., Yans, J., Wyns, R., Vergari, A., Théveniaut, H., Simon-Coninçon, R., Ricordel, C., Moreau, M.-G., Giot, D., Dupuis, C., Bruxelles, L., Barabrand, J., & Baele, J.-M. 2006. Continental France and Belgium during the Early Cretaceous : paleoweatherings and paleolandforms. *Bulletin de la société géologique de France*, **177**(3), 155–175.
- Tomasso, Antonin, Binder, Didier, Martino, Gabriele, Porraz, Guillaume, Simon, Patrick, & Naudinot, Nicolas. 2013. Ressources lithiques, productions et transferts entre Alpes et Méditerranée.
- Triat, Jean-Marie. 2010. *Les ocres*. CNRS Éditions, Paris, 198 p.
- Tromeur, R. 1998. *L'ocre, exactement*. Cahiers Terres et Couleurs Editeurs, 24 p.
- Valeton, I. 1996. *Bauxites*. Elsevier, Amsterdam, 226 p.
- Velliky, E. C., Porr, M., & Conard, N. J. 2018. Ochre and pigment use at Hohle Fels cave : Results of the first systematic review of ochre and ochre-related artefacts from the Upper Palaeolithic in Germany. *PloS one*, **13**(12), e0209874.
- Vinchon, C. 1984. *Sédimentogenèse et métallogenèse du Permien du Dôme du Barrot : Alpes-Maritimes, France*. Edition du Bureau de recherches géologiques et minières, Orléans, 445 p.
- Wadley, Lyne. 2013. Recognizing complex cognition through innovative technology in Stone Age and Palaeolithic sites. *Cambridge Archaeological Journal*, **23**(2), 163.
- Waterlot, G., Beugnies, A., & Bintz, J. 1973. *Ardenne - Luxembourg. Guides géologiques régionaux*. Masson, Paris, 206 p.
- Watts, Ian. 2002. Ochre in the Middle Stone Age of southern Africa : ritualised display or hide preservative ? *The South African Archaeological Bulletin*, 1–4.
- Weinstein-Evron, M., & Ilani, S. 1994. Provenance of ochre in the Natufian layers of el-Wad Cave, Mount Carmel, Israel. *Journal of Archaeological Science*, **21**, 461–467.
- Widdowson, M. 2007. Geochemical Sediments and Landscapes. *Pages 45–94 of : Nash, D.J., & McLaren, S.J. (eds), Geochemical Sediments and Landscapes*. Wiley-Blackwell.
- Wilson, L., & Pollard, A. M. 2008. *Handbook of Archaeological Sciences*. London Wiley.
- Wreschner, E.E. 2002. Red ochre and human evolution : a case for discussion [and comments and reply]. *Current Anthropology*, **21**(5), 631–644.
- Zipkin, Andrew M, Ambrose, Stanley H, Hanchar, John M, Piccoli, Philip M., Brooks, Alison S., & Anthony, Elizabeth Y. 2017. Elemental fingerprinting of Kenya Rift Valley ochre deposits for provenance studies of rock art and archaeological pigments. *Quaternary International*, **430**, 42–59.

Partie 10

ANNEXES

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

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 ; (pétraarchéologie) lieu comportant un ou plusieurs types de roches susceptible(s) d'avoir été exploité(s) par l'Homme préhistorique.

2- Numéro d'inventaire dans la lithothèque : (champ alphanumérique) **en fonction du classement local : Dans la pigmentotheque :** (champ alphanumérique) **PIG_XXXX à 4 chiffres**

3- N° échantillon ancien ou provisoire : (champs alphanumérique) **Si nécessaire soit un numéro dans une ancienne lithothèque, soit si nécessaire un numéro attribué sur le terrain à titre provisoire**

4- Nom donné au gîte : (champ texte) **lieu-dit ou commune**

5- Date de la collecte : (champ date) au format XX/XX/XXXX ; année ; **inconnu**
(p. ex. 21/02/2018 ; si jour et mois ne sont pas connus, indiquer l'année ex : 1998)

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

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

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

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

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

11- Contexte de réalisation de la fiche : (champ alphanumérique) terrain ; reprise de lithothèques anciennes ; autre (à préciser)

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

1.2. Catégorie : Informations administratives sur la lithothèque

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

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

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

1.3. Catégorie : Informations sur la localisation du gîte

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

p. ex. La Jarrie

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

p.ex. Le Grand-Pressigny

17BIS- code postal du gîte : (champ numérique entier) code postal

p.ex. 74600

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

p.ex. Indre-et-Loire

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

p. ex. France

20- 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)

21- 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)

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

23- Coordonnées anciennes ou autre système de coordonnées : en cas de récupération ou d'inventaire d'une lithothèque (champ libre)

23BIS- Méthode d'acquisition : (champs alphanumérique) la précision du gps ou alors la méthode utilisée pour localiser le site (portable, gps, géoportail...)

24- 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.

23- 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

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

p. ex. Preuilly-sur-Claise_ 542

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

26- Nom de l'époque ou du système (série) 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 ; Néoprotérozoïque ; Mésoptérozoïque ; Paléoprotérozoïque ; Néo-archéen ; Méso-archéen ; Paléo-archéen ; Eoarchéen.

27- Nom de l'étage géologique auquel appartient le gîte : indéterminé ; Holocène ; Pleistocène supérieur ; Pleistocène moyen ; Pléistocène inférieur ; Gélasién ; Plaisancien ; Zancéen ; Messinien ; Tortonien ; Serravallien ; Langhien ; Burdigalien ; Aquitanién ; Chattien ; Rupélien ; Priabonien ; Bartonien ; Lutétien ; Yprésien ; Thanétien ; Sélandien ; Danien ; Maastrichtien ; Campanien ; Santonien ; Coniacien ; Turonien ; Cénomanién ; Albien ; Aptien ; Barrémien ; Hauterivién ; Valanginién ; Berriasien ; Tithonien ; Kimméridgien ; Oxfordien ; Callovién ; Bathonien ; Bajocién ; Aalénién ; Toarcién ; Pliensbachien ; Sinémurién ; Hettangien ; Rhétien ; Norien ; Camien ; Ladinien ; Anisien ; Olénékien ; Indusien ; Changhsingien ; Wuchiapingien ; Capitanién ; Wordien ; Roadien ; Kungurién ; Artinskien ; Sakmarién ; Assélién ; Gzhélién ; Kasimovién ; Moscovien ; Bashkirién ; Serpukhovién ; Viséen ; Tournaisien ; Famennien ; Frasnien ; Givetien ; Eifelien ; Emsien ; Pragien ; Lochkovién ; Pridolien ; Ludfordien ; Gorstien ; Homerien ; Sheinwoodien ; Télychien ; Aéronien ; Rhuddanién ; Himantien ; Ordovicien VI ; Ordovicien V ; Darrivilien ; Ordovicien II I ; Arénién ; Trémadocién ; 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) ; Ediacarién ; Cryogénién ; Tonien ; Sténién ; Ectasién ; Calymmién ; Statherien ; Orosirién ; Rhyacién ; Sidérién.

27bis- Autre nom de l'étage : champ libre

28- Nom de la formation géologique à laquelle appartient le gîte : (champ alphanumérique) nom de la formation en toute lettre avec description sommaire éventuellement ; inconnu ; absent

p.ex. calcaire d'Estampe, grès de Fontainebleau, formation des Assions, ou encore « l1a argile barriolée, sable arkosique argileux, argile sableuse, sable blanc, 15-60 m d'épaisseur »

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

30- Lithologie de l'encaissant : (rapporter un fragment de l'encaissant si difficulté à décrire) indéterminé ; roche sédimentaire ; roche argileuse ; siltite ; argilite ; marne ; sables ; micrite (calcaire fin) ; calcarénite (calcaire grossier) ; grès ; silcrète ; conglomérat ; poudingue ; brèche sédimentaire ; roche siliceuse ; silex ; radiolarite ; roche métamorphique ; serpentinite ; marbre ; gneiss ; granulite ; migmatite ; schiste ; roche plutonique ; granite ; granodiorite ; diorite ; syénite ; monzonite ; gabbro ; roche volcanique ; andésite ; dacite ; basalte ; rhyolite ; trachyte ; trachy-andésite ; trachy-andésite basaltique ; phonolite ; scories ; scories soudées ; pouzzolane ; ponces ; autre roche ; absent.

Roche sédimentaire, *sedimentary rock* : Ensemble de roches exogènes, c'est-à-dire formées à la surface de la Terre, et qui représentent 5 % en volume de la croûte terrestre (continentale et océanique) et en couvrent 75 % de la surface. Les roches sédimentaires font partie inhérente du cycle géologique, puisque leurs constituants (**grains*** ou ions solubles) résultent de l'**altération*** (impliquant **lessivage***, **désagrégation***, arénisation - cf. **arène*** -, **dissolution***, **érosion***, etc.) de roches ou de sédiments préexistants de nature variée. De plus, leurs constituants ont subi un transport (vent, eau, glace, gravité) et sont déposés, ont été précipités ou bioprécipités dans un bassin de sédimentation. L'évolution post-dépositionnelle de ces sédiments (**diagenèse***) les transforme en roche sédimentaire (consolidation - cf. **consolidé*** - par **cimentation***, par **compaction***). Ces roches sédimentaires sont très variées car leur genèse dépend de nombreux facteurs et processus précédemment listés. Elles constituent le plus souvent des dépôts stratifiés en lits superposés (**strates***). Il est possible de classer les roches sédimentaires en quatre grandes classes génétiques : les **roches détritiques***, les roches biogéniques, biochimiques ou organiques, les roches d'origine chimique et les "autres roches sédimentaires" dont l'origine n'est pas liée à l'altération (pyroclastites, cataclastiques...). Ces roches peuvent subir un métamorphisme et être à leur tour soumises à l'altération lors de leur **passage à la**

surface des continents. Seuls les dépôts volcano-sédimentaires échappent à ce schéma (modifié de Foucault et al. 2014, Boulvain 2010).

Roche détritique, *detritial or clastic rocks* : Roche sédimentaire composée pour 50 % au moins de débris (**clastes*** et **grains***). Les plus fréquentes (80 % à 90 % des roches sédimentaires) sont les roches composées de constituants minéraux. On distingue deux types de roches détritiques :

- 1- Les **roches détritiques terrigènes** (aussi appelées roches détritiques s.s.) qui sont issues de l'altération de roches continentales préexistantes. Les constituants, transportés par l'eau, la glace, le vent, des courants de gravité, se déposent lorsque la vitesse de l'agent de transport diminue (ou lors de la fonte de la glace). Les roches détritiques terrigènes sont divisées en trois classes granulométriques selon la taille de la majorité des débris : les **rudites*** à débris > 2 mm, les **arénites***, à débris **de taille comprise entre 1/16 mm (63 µm) à 2 mm**, les **lutites***, à débris < 63 µm, ces limites, variant selon les auteurs des classifications granulométriques (cf. **granulométrie***). Il existe plusieurs nomenclatures de ces roches qui s'appuient toutes sur des critères génétiques ; **elles** prennent en compte la provenance et le transport des constituants de la roche, ainsi que leur évolution. Elles s'appuient sur la nature des débris, leur taille, leur morphologie, les proportions relatives des différents types de débris, la présence d'un ciment et sa nature. Lorsque ces roches contiennent quasi exclusivement des fragments et grains de quartz, elles peuvent aussi être appelées roches siliciclastiques. Nous n'emploierons pas ce terme dans le lexique.
- 2- D'autres roches détritiques, en général calcaires, sont dites **bioclastiques** (ou biodétritiques, ou organodétritiques) car formées pour l'essentiel de débris issus de squelettes et de tests d'organismes vivants. Nous utiliserons pour ces roches le terme "bioclastique" (modifié de Foucault et al. **2014** **Boulvain 2010**).

‡Roche argileuse (ou lutite), *argilaceous rocks (or clayey rocks)* : (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, détritiques 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). Sur le terrain, il est souvent difficile de trancher entre **siltite*** et **argilite***. Le terme "roche argileuse" permet ainsi d'englober les deux avant une détermination plus précise en laboratoire.

//Siltite, *siltite ou siltstone* : roche sédimentaire détritique consolidée dérivant d'un silt donc à grains de taille comprise entre 1/256 mm (3.9 µm) et 1/16 mm (63 µm). Selon les auteurs, le mot pélite peut être employé dans ce sens ou indifféremment pour désigner des **siltite*** et **argilite*** (modifié d'après Foucault et al. 2014, classification granulométrique **USDA**).

//‡**Argilite**, *argilite* : (ou lutite, pélite, ou *rock clay, claystone*) roche finement détritique argileuse et faisant pâte avec l'eau, grain non visible sur le terrain **et inférieurs à 63 µm**. Elles peuvent être finement laminées et contenir des débris de tests. Elles peuvent être en alternance avec des bancs plus grossiers (**REF**).

Marne, *marl* : 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 calcaires (marne argileuse 65-95 % d'argile). Les marnes sont moins compactes que les **calcaires*** et moins **plastiques*** que les argilites. 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 ou bleutée. Souvent en association avec le calcaire (modifié de Foucault et al. 2014).

‡Sables, *sand* : (sédimentologie) : sédiment détritique meuble de natures diverses dont les grains sont compris entre 63 µm et 2 mm, **classe des arénites*** (extrait de Foucault et al. 2014).

//Micrite, *micrite* : micrite est la contraction de l'anglais *micro-crystalline calcite*, c'est une boue de calcite en particules de 1 à 4 µm, impliquant une formation en eau très calme (extrait de l'article "carbonatées (roches -)" de Foucault et al. 2014). ‡(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) (d'après Foucault et al. 2014).

‡Calcarénite, *calcarenite* : (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) (modifié d'après Foucault et al. 2014).

//‡Grès, *sandstone* : (pétrographie) roche sédimentaire détritique **ferrugène**, **arénite*** consolidée, comportant au moins 75 % à 85 % de **grains*** de **quartz*** plus ou moins arrondis de 63 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 **la nature des grains***, et la présence ou non **de constituants** particuliers. On distingue les grès à débris de roche (grauwacke) ; les grès micacés (psammite), les grès feldspathiques (arkose) ; les grès titanifères à rutilés ; 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 silcrète*** : **respectivement** à cassure **de moins en moins irrégulière***) ; 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. **Roches communes, elles se rencontrent en bancs* ou en lentilles*** (modifié d'après Foucault et al. 2014).

//‡Silcrète (pétrographie): roche siliceuse d'origine sédimentaire, compacte, à cassure conchoïdale dont le plan de cassure recoupe les grains. Une silcrète est constituée de cristaux de **quartz*** présentant une couronne de recristallisation. Roche siliceuse issue de formations continentales superficielles ou sub-superficielles (1902-1907 chez G.W. Lamplugh). Leur origine fait suite à un apport hydrique vadose de silice et à sa précipitation dans un sol (silcrète pédogénétique) ou dans une formation située dans la zone phréatique (silcrète phréatique).

Conglomérat, *conglomerate* : roche sédimentaire détritique formée pour 50 % au moins de débris de roches de dimension supérieure à 2 mm (classe des **rudites***) liés par un ciment. Ce terme regroupe des brèches sédimentaires (à éléments à majorité anguleux), les poudingues (à éléments arrondis ou galets), et tous leurs intermédiaires (extrait de Foucault et al. 2014).

Brèche sédimentaire, *breccia* : toute roche détritique du groupe des **conglomérats*** dont les éléments sont anguleux ; toute roche formée pour 50% au moins d'éléments anguleux de roches de dimension > 2mm (cf. **rudite***) pris dans un **ciment*** (microbrèche pour les éléments de 1/16 mm à 2 mm). La brèche est monogénique si tous les éléments sont de même nature, polygénique dans le cas contraire (adapté de Foucault et al. 2014).

Poudingue, *pudding stone* : roche sédimentaire détritique formée pour 50 % au moins d'éléments arrondis (**galets***) de diamètre supérieur à 2mm (classe des **rudites***), liés par un **ciment***. L'arrondi des galets est dû à une **altération physique*** (transport fluvial assez long, agitation dans les vagues,). Le poudingue est monogénique si tous les éléments sont de même nature, polygénique dans le cas contraire (Foucault et al. 2014).

Roche siliceuse, *siliciclastic rocks* : roches sédimentaires riches en silice (> 50 %) d'origine chimique, biologique ou biochimique (à distinguer des roches sédimentaires détritiques siliceuses). Le plus souvent, la silice provient de la dissolution d'organismes siliceux en certains points du sédiment, et de sa précipitation en d'autres points, dans le même sédiment ou dans des sédiments voisins (Foucault et al. 2014).

‡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, ...

Radiolarite, *radiolarite* : roche sédimentaire siliceuse à radiolaires, colorée en général en rouge ou rouge-violacé par des oxydes de fer, se présentant en bancs réguliers de 5-15cm, à interlits argileux rouges, l'ensemble pouvant atteindre plusieurs dizaines ou centaines de mètres d'épaisseur. Ce terme ne s'applique pas aux roches dans lesquelles les radiolaires ont été calcitisées (Foucault et Raoult, 2005).

//Roche métamorphique, *metamorphic rock* : les roches métamorphiques correspondent à d'anciens protolithes (roches sédimentaires, magmatiques voire métamorphiques) dont les assemblages minéralogiques se sont rééquilibrés dans de nouvelles conditions de pression, températures, déformation, fluides....(TP ACK)

Serpentinite, *serpentinite* : roche dérivant par altération et/ou métamorphisme, de roches magmatiques basiques et ultra basiques, et composée en totalité ou presque de chrysotile et/ou d'antigorite, ces deux minéraux étant regroupés sous le nom de serpentine, accompagnés d'oxydes de fer, et parfois de résidus des minéraux originels. La roche est compacte, assez tendre, vertes avec des tons variés, sombres et clairs en plages irrégulières rappelant une peau de serpent, d'où son nom. Elle est parfois porphyrique lorsque les traces des anciens phénocristaux d'olivine ou de pyroxène sont conservées. (extrait de Foucault et Raoult, 2005)

Marbre, *marble* : (pétrographie) roche métamorphique dérivant de calcaires ou de dolomies, par métamorphisme général ou de contact. Un calcaire pur se transforme en marbre blanc à grands cristaux engrenés de calcite. Une dolomie pure recristallise en plus grands cristaux pour un faible degré de métamorphisme, puis à degré croissant subit une dédolomitisation avec apparition de calcite et d'autres minéraux (p.ex. périclase, brucite, ...). Les calcaires et les dolomies impurs donnent des marbres variés et colorés, souvent veinés (les veines correspondent à d'anciens horizons plus argileux ou plus riches en oxydes métalliques, et elles dessinent souvent des plis symmétamorphiques accusés). Par fort métamorphisme de contact avec métagéotaxite, ces roches s'enrichissent en minéraux (marnes à minéraux). (extrait de Foucault et Raoult, 2005)

Gneiss, *gneiss* : roches métamorphiques du métamorphisme général, très commune, à grain moyen ou grossier (du mm au cm), à foliation souvent nette caractérisée par des lits généralement de teintes sombre, riches en minéraux ferromagnésiens (micas, amphiboles...) alternant avec des lits clairs (blancs, gris, rosés) de quartz et de feldspaths, ces derniers nombreux et visibles à l'œil nu (différence avec les micaschistes). La structure est lépido- à nématoblastique pour les lits sombres, et granoblastiques pour les lits clairs. Les minéraux autres que quartz, feldspath, et mica peuvent être très variés, et on les mentionne dans la dénomination des gneiss : gneiss à grenat, à sillimanite, à cordiérite, à jadéite... (Extrait de Foucault et Raoult, 2005).

//Roche plutonique, *plutonic rock* : roche magmatique entièrement cristallisée (TP ACK).

Granite, *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... (adapté de Foucault et Raoult, 2005)

Granodiorite, *granodiorite* : roche magmatique plutonique, grenue, voisine des granites contenant du quartz (>10%), des feldspaths : orthose<plagioclase (souvent zonés), des ferromagnésiens (biotite, amphibole, et parfois du pyroxène) (adapté de Foucault et Raoult, 2005).

Diorite, *diorite* : roche magmatique plutonique grenue, à éléments blanchâtres et verdâtres ou noirâtres (leucocrate), essentiellement composée de plagioclases blanchâtres subautomorphes et d'amphiboles vertes (hornblende en prismes ou en aiguilles), avec un peu de biotite. Le quartz est absent ou très rare, le pyroxène est absent ou rare. (équivalent plutonique de la dacite).

Syénite, *syenite* : roche magmatique plutonique (roche effusive équivalente : trachyte) grenue, blanchâtre, plus souvent rosée à rouge (hololeucocrate à leucocrate), avec comme minéral essentiel (> 60 %) du feldspath alcalin (orthose, anorthose, microcline en général perthitique) qu'accompagnent un peu de

biotite et de hornblende. Les variétés très alcalines sont à amphibole et pyroxène sodiques ; les variétés très alumineuses à corindon, les variétés calco-alcalines avec un peu de plagioclase et d'avantage d'amphibole. (extrait Foucault et Raoult, 2005)

Monzonite, *monzonite* : granite se caractérisant par un pourcentage d'orthose égal à celui des plagioclases (souvent oligoclase) ; de teintes rosées ou bleutées, ils sont souvent assez riches en biotite. Chimiquement, ils sont plus riches en Ca, Fe et Mg sur les granites au sens strict. (extrait Foucault et Raoult, 2005)

Gabbro, *gabbro* : roche magmatique plutonique (roche effusive équivalente : basalte), grenue, de teinte générale vert noirâtre, plus ou moins mouchetée de blanc (mésos à mélanocrate), composée de plagioclase subautomorphe et de pyroxène interstitiel, secondairement de hornblende brune, d'olivine, de biotite. (extrait Foucault et Raoult, 2005)

//Roche volcanique, *volcanic rock* : roche magmatique partiellement cristallisée composée de phénocristaux visibles à l'œil nu noyés dans une "pâte" microcristalline, la mésostase (les minéraux, microlites, ne sont pas visibles à l'œil nu) et/ou vitreuse (absence de microlites, phase amorphe) (TP ACK).

Andésite, *andesite* : roche magmatique effusive. En général gris violacé plus ou moins clair (leucocrate), à texture microlithique fluidale à verre peu abondant, souvent vésiculée et à aspect légèrement scoriacée. Dans les vacuoles, on trouve des cristobalites, de la tridymite, ou secondairement de la calcite blanche. Phénocristaux sont rares : plagioclases, titano-magnétite, pyroxène, hornblende ou biotite, PAS d'olivine. (adapté de Foucault et Raoult, 2005)

Dacite, *dacite* : roche magmatique effusive en général gris clair (leucocrate), microlithique avec verre abondant et phénocristaux de quartz automorphes, de plagioclases, et de minéraux ferromagnésiens : biotite, amphibole verte, orthopyroxène type hypersthène (ex: montagne Pelée). (Foucault et Raoult, 2005)

Basalte, *basalt* : roche magmatique effusive, très commune, à pâte noire ou gris foncé (mésocrate à mélanocrate), 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)). (modifié de Foucault et Raoult, 2005)

Rhyolite, *rhyolite* : roche magmatique effusive, riche en verre, de teinte claire (leucocrate), à microlithe et phénocristaux rares : quartz souvent bipyramidé et corrodé, feldspaths, amphibole et biotite. La structure est fluidale, plus ou moins sphérolitique par dévitrification. Les teintes sont grises à rosées ou rouge après rubéfaction et formation d'hématite dans les faciès paléovolcaniques.

Trachyte, *trachyte* : roche magmatique effusive, blanchâtre, grise, gris verdâtre, microlithique et fluidale, peu ou pas porphyrique, 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) et d'une mésostase vitreuse ou cryptocristalline peu abondante. (extrait de Foucault et Raoult, 2005)

Trachyandésite, *trachyandesite* : Roche de couleur gris clair à gris foncé (leucocrate) et structure microlithique fluidale et peu ou pas porphyrique, c'est un intermédiaire entre le trachyte et l'andésite. Elle comporte de fines bulles ainsi que des phénocristaux de feldspaths alcalins et plagioclase avec suivant les cas : biotite ou hypersthène, amphibole ou augite, quartz ou olivine. (extrait de Foucault et Raoult, 2005) (ex: pierre de Volvic)

Phonolite, *phonolite* : roche magmatique effusive (roche grenue équivalente : syénite néphélinique), grise à verdâtre (leucocrate), à structure microlithique fluidale, à verre peu abondant, à débit en dalles sonores, à patine blanchâtre et cassure à éclat gras, avec feldspaths et feldspathoïdes : néphéline en petits cristaux seulement, parfois haüyne bleue, noséane jaunâtre ou leucite en phénocristaux ; les

ferromagnésiens sont l'ægyrine et l'augite ægyrinique, parois des amphiboles; sphènes, apatite et zircon sont fréquents. (Foucault et Raoult, 2005)

Pouzzolane ou lapilli, *lapilli* : (it. *puzzolane*) cendres trachytiques peu consolidées, de couleur claire à rouge brun qui servent à la fabrication de mortier et de ciment. Accumulation donnant le plus souvent des dépôts meubles de fragments de lave (éléments pyroclastiques) projeté par les volcans. Ces fragments sont à surface scoriacé ou non, et leur taille est comprise entre 2 et 30mm, ou entre 2 et 64mm, selon la classification granulométrique retenue (complétée de Foucault et Raoult, 2005).

Ponces, *pumice* : roche volcanique de teinte claire, friable, vitreuse, très poreuse, d'où une faible densité (elle flotte sur l'eau). Elle se forme à partir de magma visqueux (rhyolitique, dacitique ou andésitique) qui, projetés en l'air par un volcan, subissent une brutale chute de pression, ce qui produit un dégazage et la formation de bulles séparées par de minces parois de verre volcanique. (modifié de Foucault et Raoult, 2005)

Tuf, *tuff* : roche tendre résultant de la consolidation de fragments de quelques millimètres de projections volcaniques (poussières, cendres, lapilli et/ou blocs (en moindre quantité)) généralement de taille inférieure à 4mm et consolidée sous l'action de l'eau. Ils peuvent varier du rouge au noir selon leur proximité avec la cheminée et du cratère du volcan strombolien, ce sont souvent des niveaux bien stratifiés pouvant montrer un granoclassement normal vertical et horizontal. (modifiée de Foucault et Raoult, 2005).

1.5. Catégorie : informations sur le gîte

31- Position du prélèvement : primaire ; subprimaire ; secondaire ; inconnu

Gîte*

‡Gîte primaire : (pétoarchéologie) les gîtes primaires sont caractérisés par la présence de la totalité du volume de la matière prélevée dans son encaissant. lieu de leur **formation**

‡Gîte subprimaire : (pétoarchéologie) une matière est prélevée dans un gîte subprimaire lorsqu'elle est située dans des formations résiduelles en place (altérites) ou .

‡Gîte secondaire : (pétoarchéologie) les gîtes secondaires correspondent aux gisements dans lesquels les matières prélevées sont déconnectées de leur roche mère (ou protolithe).
déposées dans un nouveau milieu

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.

31bis- si subprimaire = colluvions, alluvions, éboulis.

31ter- si secondaire : colluvions, colluvions anciens, alluvions, alluvions anciennes, plage, cordon marin, moraine, éboulis, anthropiques, indéterminé.

34- Lithologie de la roche : précision sur la lithologie de la roche

- si sédimentaire = conglomérat, poudingue, brèche, grès grossier, grès fin, grès micassé, siltite, argilite, calcaire, calcaire bioclastique, calcaire oolithique, **oolithe ferrugineuse**, calcaire argileux, grès calcaire, calcaire gréseux, marne, argile, ocre, bauxite, latérites, indéterminé.

- Si magmatique = basalte, gabbro, rhyolite, granite, andésite, trachyte...

- si métamorphique = schistes, métasomatique, filonien

32-

II de gîte : primaire ; dépôt sédimentaire ; filon ; sill ; dyke ; 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, *sedimentary deposit* : accumulation de substances sur un substratum en milieu marin ou continental (dont lacustre). Ex : oolithes ferrugineuses, Lahn Dill, BIF, grès rouge permien...

//*Filon, *lode* : injection fluide d'origine magmatique (dyke), métamorphique, hydrothermale (filons hydrothermaux) voire superficielle en général dans une fracture* ouverte (diaclyse, faille) de l'encaissant et qui recoupe les structures* en place sans orientation particulière (modifié de Foucault et al 2014 et lexique de la *Lithothèque*).

Sill, *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).

Dyke ou dike, *dyke* ou *dike* : filon d'origine magmatique ou hydrothermale recoupant les structures de l'encaissant. Du fait de l'érosion, elle peut donner un relief en forme de mur.

Chapeau de fer, *gossan* : (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), *cracking infillings* : 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, *weathered horizon* : 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, *colluvium* : (pétoarchéologie) 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, *regolith* : 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) : (pétoarchéologie) les gîtes des altérites résultent de la désagrégation en place du protolithe, 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) : (pétoarchéologie) dépôts de pentes relatifs à la remobilisation sous l'action de divers agents des formations résiduelles à silex.

‡Alluvions, *alluvium* : (pétoarchéologie) les gîtes secondaires des alluvions intègrent l'ensemble des silicites et matériaux colorants situés dans le lit des cours d'eau actif.

‡Alluvions anciennes, *old alluvium* : (pétoarchéologie) 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, *beach* : (pétoarchéologie) 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, *moraine* : Ensemble de pierres entraînées par un glacier et retrouvé sous forme de dépôt désorganisé (diamicton) sur les flancs et au cœur des vallées 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-terrainne ; 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, *outcrop* : partie d'un terrain visible à la surface de la Terre.

Mine, *mine* : Exploitation de ressources minérales utiles. Préciser les ressources utiles exploitées dans une mine

Carrière, *quarry* : Exploitation de ressources minérales utiles. Préciser les ressources utiles exploitées dans une carrière

Grotte, *cave* : cavité naturelle souterraine.

Terril, *mine dump* : (ou halde, verse, crassier, terrasse ou *heap*, *spoil heap*, *waste heap*) amoncellement artificiel de déchets miniers de différents types : soit minerais moins intéressants, soit minerais non recherchés, soit épontes, soit encaissant (et objets de la vie quotidienne des mineurs) (HS)

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

Escarpement rocheux, *scarp ou rocky escarpment* : accident vertical comprenant les failles*, les niches de décollement*, une surface d'érosion, talus...

Niche de décollement, *scar of an earthflow* : 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, *fault* : cassure de terrain avec déplacement relatif des parties séparées. Ce terme désigne le plus souvent des accidents verticaux (ou à pendage fort) et n'impliquant pas de recouvrement important. (adapté de Foucault et Raoult)

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

Lentille de minerais de fer, *lens* : 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, *slag associated lens* : **lentille de minerais de fer*** en association avec des restes de réduction du minerai (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, *limited availability* : (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, friable, plastique, cohésif.

//Cohésion (ou cohésivité), *cohesion* : propriété d'une roche permettant à ses composants de rester solidaires. La résistance aux frottements et à la pression traduit la cohésion de la roche (modifié d'après CNRTL et Boulvain 2010).

//Consolidé, *consolidated* : roche dont les éléments sont reliés par une matière interstitielle que l'on appelle **liant*** (**matrice*/ciment*/verre**). Par exemple, les **grès*** sont les équivalents consolidés des sables, les **argilites*** des argiles (modifié d'après CNRTL, Boulvain 2010).

//Meuble (ou non consolidé), *loose* : matière dont les éléments ne sont pas liés entre eux, ne sont pas consolidés; matière qui est composée de particules libres (ou non cohésive, ex : sable ocreux, poudre, sable, matière pulvérulente...) (modifié d'après CNRTL, Boulvain 2010).

//Friable, *friable* : matière peu voire moyennement **cohésive*** qui a tendance à s'effriter (perte de particules, grains...) notamment lors des manipulations, ou par grattage à l'ongle (peu cohésif, ex : marne) (modifié d'après CNRTL, Boulvain 2010).

//Plastique : matière cohésive mais non consolidée qui peut se déformer et reprendre sa forme (ex : argiles) (modifié d'après CNRTL, Boulvain 2010).

//Cohésive, *cohesive* : Matière consolidée, qui ne peut pas être déformée (par simple pression, mais nécessite l'utilisation d'outil pour la réduction en poudre) ni perdre de particules par des manipulations habituelles (ex : basalte, granite, marbre, etc.) (modifié d'après CNRTL, Boulvain 2010).

37- La nature de l'échantillon (à compléter ici et dans la liste déroulante du fichier xls) : ; granite ; arène; 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 ; sillex ; silicrète ; jaspéroïde ; sinter ; chert ; calcaire silicifié ; grès ; quartzite ; autre roche ; indéterminée.

Granite, *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... (adapté de Foucault et Raoult, 2005)

Arène, *arena* (ou *sea gravel*, ou *sandy regolith*) : sable grossier, résultant de l'altération sur place de roches magmatiques ou métamorphiques riches en quartz et feldspath (en particulier granite ou gneiss)

Granodiorite, *granodiorite* : roche magmatique plutonique, grenue, voisine des granites contenant du quartz (>10%), des feldspaths : orthose<plagioclase (souvent zonés), des ferromagnésiens (biotite, amphibole verte, et parfois du pyroxène). (adapté de Foucault et Raoult, 2005)

Andésite, *andesite* : roche magmatique effusive. En général gris violacé plus ou moins clair (leucocrate), à texture microlithique fluidale à verre peu abondant, souvent vésiculée et à aspect légèrement scoriacée. Dans les vacuoles, on trouve des cristobalites, de la tridymite, ou secondairement de la calcite blanche. Phénocristaux rares ~~abondants~~ : plagioclases, titanomagnétite, pyroxène, hornblende ou biotite, PAS d'olivine. (adapté de Foucault et Raoult, 2005)

Dacite, *dacite* : roche magmatique effusive en général gris clair (leucocrate), microlithique avec verre abondant et phénocristaux de quartz automorphes, de plagioclases, et de minéraux ferromagnésiens : biotite, amphibole verte, orthopyroxène type hypersthène (ex: montagne Pelée). (Foucault et Raoult, 2005)
~~montagne Pelée.~~

Basalte, *basalt* : 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, *rhyolite* : roche magmatique effusive, riche en verre, de teinte claire grise (leucocrate) ~~à rosée ou rouge après rubéfaction et formation d'hématite~~, à microlithes et phénocristaux rares : quartz souvent bipyramidé et corrodé, feldspaths, amphibole et biotite. La structure est fluidale, plus ou moins sphérolitique par dévitrification. Les teintes sont grises à rosée ou rouge après rubéfaction et formation d'hématite dans les faciès paléovolcaniques.

Trachyte, *trachyte* : roche magmatique effusive, blanchâtre, grise, gris verdâtre, microlithique et fluidale, peu ou pas 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) et d'une mésostase vitreuse ou cryptocristalline peu abondante. (extrait de Foucault et Raoult, 2005).

Trachy-andésite, *trachyandesite* : Roche de couleur gris clair à gris foncé (leucocrate) et structure microlithique fluidale et peu ou pas porphyrique, c'est un intermédiaire entre le trachyte et l'andésite. Elle comporte de fines bulles ainsi que des phénocristaux de feldspaths alcalins et plagioclase avec suivant les cas : biotite ou hypersthène, amphibole ou augite, quartz ou olivine. (extrait de Foucault et Raoult, 2005) (ex: pierre de Volvic)

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

Pouzzolane ou lapilli, *lapilli* : (it. *puzzolane*) cenres trachytiques peu consolidées, de couleur claire à rouge brun qui servent à la fabrication de mortier et de ciment. Accumulation donnant le plus souvent des dépôts meubles de fragments de lave (éléments pyroclastiques) projeté par les volcans, à surface scoriacé ou non, et dont la taille est comprise entre 2 et 30mm, ou entre 2 et 64mm, selon la classification granulométrique retenue. (complétée de Foucault et Raoult, 2005)

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

Conglomérat, *conglomerate* *

Grès, *sandstone* *

Arkose, *arkose* *

//Siltite, *siltite* ou *siltstone* : roche sédimentaire détritique consolidée dérivant d'un silt donc à grains de taille compris entre 1/256 mm (3.9 µm) et 1/16 mm (63 µm). Selon les auteurs, le mot *pélite* peut être employé dans ce sens ou indifféremment pour désigner des **siltite*** et **argilite*** (modifié d'après Foucault et al. , 2014, classification granulométrique USDA).

//**Argilite**, *argilite* : (ou *lutite*, *pélite* , ou *rock clay*, *claystone*) 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(REF).

~~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.~~

//Marne, *marl* : 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. (modifié de Foucault et Raoult, 2005)

//Calcaire, *limestone* : roche sédimentaire carbonatée contenant au moins 50% de **calcite*** CaCO₃ pouvant être accompagnée d'un peu de **dolomite***, d'aragonite 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... Une petite part résulte de précipitations chimiques ou biochimiques. Ils sont souvent formés en milieu marin ou lacustre (extrait de Foucault et Raoult, 2005).

BIF : Banded Iron Formation : (ou minerais de fer rubané) formation sédimentaire où alternent des couches lits 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 : Oolitic 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 géologiques 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 d'accumulation de couches ferrugineuses (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 imprégnés et/ou enrobés de minéraux riches en fer).

Latérite, *laterite* : 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, *bauxite* ou *beauxite* : ensemble de roche sédimentaire ou résiduelle formée aux dépens de plusieurs types de roches mères (marnes, basaltes, calcaire...) qui est un minerais d'aluminium (>40% d'alumine) : riche en bohémite, diaspore, gibbsite, s'y ajoute des oxy(hydroxy)de de fer, des minéraux argileux (ex : kaolinite), des minéraux titanés (rutil, anatase). La structure est variable souvent pisolitique 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, *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, qui se trouve généralement dans les régions karstiques (gdt). Peut-être une bauxite ?

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

Hardground : Surface encroûtée qu'on retrouve sur des roches d'origine marine, notamment sur des **calcaires***, et souvent imprégnée d'oxydes de fer et de manganèse parfois accompagnés de **glauconite*** et/ou de **phosphates***. Les hardgrounds sont des horizons de **cimentation*** syn-sédimentaire qui ont eu lieu à la surface du sédiment ou juste en dessous. On pense que ce sont des dépôts condensés qui traduisent un arrêt de la sédimentation avec ou sans **érosion*** (synonyme : fond durci) (adapté de Foucault et al. 2014).

Croûte, *crust* : horizon pédologique de nature chimique et minéralogique différente du reste du profil de sol, souvent enrichie en oxydes de fer et/ou de manganèse qui peut être plus ou moins **fragmenté*** (modifié de Lozet et Mathieu, 2002).

//Concrétions (indifférenciées), *concretion* : épaissement par accumulation de matière autour d'un noyau (concrétion ovoïdes, subsphérique à sphérique (cf.pisolithes), globuleuse) ou sur une surface, d'origine biochimique (exemple concrétion algale, cf.microbialite) ou chimique (exemple concrétion ferrugineuse). Préciser si elle est globuleuse, ou de type rhizolithes, remplissage de terrier... (modifié d'après Foucault et al. 2014).

//Rubéfaction, *rubification or rubefaction, reddening* : coloration en rouge des sols, ou de la surface de certaines roches, due à la cristallisation d'oxydes de fer (hématite surtout) libérés par l'altération qu'elle soit d'origine météorique ou thermique (modifié d'après Foucault et al. 2014).

//Goéthite, *goethite* : hydroxyde FeOOH, système orthorhombique en cristaux **tabulaires*** (à clivage parfait), **aciculaires***, **lamellaires***, ou en prismes courts, 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) (modifiée de Foucault et al. 2014).

//Hématite, *hematite ou haematite* : 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) (modifié de Foucault et al. 2014).

//Magnétite, *magnetite* : oxyde de fer, Fe²⁺Fe³⁺₂O₄, système cubique du groupe des spinelles ; octaèdres, moins souvent en dodécaèdre, très rarement cubique, granulaire, massive ; striée ; noir grisâtre ou noir métallique, éclat métallique à submétallique ; opaque ; dureté 5.5-6.5 ; cassure irrégulière ; clivage sur (111) ; fortement magnétique. Minéral accessoire commun des roches métamorphiques et magmatiques, dans lesquelles la ségrégation magmatique ou le métamorphisme de contact peuvent produire des dépôts d'intérêt économique. Dépôts extensifs dans les formations sédimentaires de type BIF ; produit biogénique ; important dépôts détritiques. LPA/LPnA: Isotropique. En lumière réfléchie : gris à nuance brune, non pléochroïque (Mindat, *Handbook of Mineralogy*).

Sulfure de fer, *ferrous sulphide* : marcassite (ou marcasite) sulfure de fer FeS_2 , 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 et goethite 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, en boule rayonnée 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).

//Sulfure de fer, *ferrous sulphide* : FeS_2 marcassite ou pyrite, dureté de 6-6.5, jaune avec tendance au gris ou verdâtre, éclat métallique jaune vif, noirs quand finement cristallisés. Opaque en lame mince.

Marcassite (ou marcasite) sulfure de fer, 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 et goethite par altération).

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, en boule rayonnée 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, *manganese oxide* : nombreuses variétés d'oxy(hydroxy)des de manganèse avec ou sans substitution (manganite (système monoclinique, pseudo-orthorhombique), pyrolusite (système quadratique), hausmannite (système quadratique) sont des oxydes de manganèses sans substitution : MnO_2 , MnOOH , Mn_3O_4 . ; Romanéchite (psilométhane, 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. Les oxydes de manganèse présentent des états de cristallinité différents qui influencent fortement leur couleur (gris métallique pour les mieux cristallisés, noir à brun pour les plus tendres et meubles) (modifié d'après Chalmin 2003)

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

‡Quartz, *quartz* : tectosilicate de la famille des "minéraux de la silice", de formule SiO_2 , rhomboédrique (trigonal). Comme pour tous les tectosilicates, sa structure est une charpente de tétraèdres SiO_4 . 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, *silcrete* (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 milieu 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), *silicious limestone* : calcaire partiellement imprégné ou remplacé par une ou plusieurs phases siliceuses et contenant de 10 à 50 % de silice.

Grès*

//‡Quartzite, *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 (REF).

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 géoliffracté ; 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 : (pétraarchéologie) 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, *separate collection* : (pétraarchéologie) 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, *polarity* : 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, *thin section* : type de préparation d'échantillon adapté à l'observation microscopique.

‡Poudre, *powder* : 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)

A corriger à la fin de l'établissement des données 1.

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 ; (pétoarchéologie) 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, Gélasién, Plaisancien, Zancéen, Messinien, Tortonien, Serravallien, Langhien, Burdigalien, Aquitanien, Chattien, Rupélien, Priabonien, Bartonien, Lutétien, Yprésien, Thanétien, Sélandien, Danien, Maastrichtien, Campanien, Santonien, Coniacien, Turonien, Cénomanién, 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, 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)

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 thermales se référées aux filons ou roches imprégnées.

Colluvions : (pétoarchéologie) 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) : (pétoarchéologie) les gîtes des altérites résultent de la désagrégation en place du protolithe, 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) : (pétoarchéologie) dépôts de pentes relatifs à la remobilisation sous l'action de divers agents des formations résiduelles à silex.

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

Alluvions anciennes : (pétoarchéologie) 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 : (pétoarchéologie) 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 vallées 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 références 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 méso-microscopique 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, P.Fernandes, V. Delvigne, J.-P. Piboule

Légende:

‡ provenant directement des fiches de la lithothèque, **sans modification**, placé devant la phrase

‡‡ développée **AVEC** la lithothèque

‡ **modifiée** de la lithothèque

écrit par les lithiciens

non résolu (soit pour que les lithiciens complètent leur définition ; soit pour nous à retravailler)

écrit/modifié par nous et accepté

écrit/modifié par nous et en cours de révision

Derniers ajouts à vérifier (anglais)

changements HS ACdK le 18/11/2020

modifié par Magali

A faire

Cette base de données est adossée à deux notices explicatives construites à partir des notices réalisées et utilisées pour les silicites. Ces deux notices, l'une consacrée au prélèvement sur le terrain (caractérisation des gîtes échantillonnés et description macroscopique des matières prélevées) et l'autre consacrée aux descriptions multi-échelles des échantillons prélevés (méso- et microscopiques), contiennent une liste complète du vocabulaire associé aux descriptions organisées dans les tableurs. Ce vocabulaire a dû respecter 3 critères qui nous semblent fondamentaux, à savoir :

- que chaque terme soit précisément défini de telle sorte que sa définition ne recouvre pas la définition d'un autre terme, ce qui évitera les approximations voire les contre-sens,
- qu'il reprenne l'idée principale de la discipline qui l'a créé, ou qu'il s'approche de son étymologie, ce qui évite les incompréhensions disciplinaires avec des dérives de sens, voire le recours à des néologismes et
- que les champs contraints par des listes fermées soient accompagnés de champs pour les commentaires libres afin qu'un utilisateur ne reste pas coincé par des termes qui ne lui évoqueraient rien de comparable à ce qu'il observe.

Ces notices sont adossées à 1) un lexique des termes figurant dans les champs contraints de la base de données (à l'heure actuelle, il s'agit d'un simple tableur contenant plusieurs feuilles), 2) des explications concernant les différents champs à renseigner et les modalités de remplissage des champs (liste fermée, commentaire libre, nombre de termes maximum acceptés, par ex.) et 3) des documents d'accompagnement (photographiques, schémas, chartes visuelles, etc.). La notice contient donc les termes employés pour la caractérisation (principalement visuelle) de l'ensemble de la chaîne évolutive des matières colorantes riches en fer et en manganèse depuis leur genèse jusqu'à leur prélèvement (fiche gîte et fiche méso-microscopie) afin de reconstituer leurs trajectoires spatiales et compositionnelles.

Ces descriptions guidées permettent d'accéder aux états de surface et aux potentielles modifications minéralogiques, physiques et géochimiques des matières en fonction de leur place dans la chaîne évolutive tout en gardant un vocabulaire juste, précis et homogène tout au long de la description et à différentes échelles. Les notices associées se veulent compréhensibles par des géologues en charge

des descriptions pétrologiques et des prospections, mais aussi par des archéologues qui peuvent être amenés à décrire de telles pièces dans leur collection ou à effectuer des prospections sur le terrain, ou des chimistes lors de leurs analyses et ce quel que soit leur niveau. C'est pourquoi les définitions se veulent complètes, faciles à comprendre avec du vocabulaire commun à tous. Elles impliquent aussi que les termes à définitions différentes selon les sphères scientifiques sont redéfinis. Ces définitions seront dans un deuxième temps illustrées afin de rendre encore plus pédagogique son utilisation avec notamment un référencement des marques d'altération physique sur ces matières particulières et plurielles.

L'architecture de la fiche de description suit une logique de description de la surface vers le cœur et du plus gros au plus fin. En effet, de par la diversité de nature géologique et pétrochimique des matières colorantes, il est impossible de conserver l'architecture en trois volets (génétique, pétrologique, taphonomique) de la lithothèque des silicites.

1_ID

1.1.1_Numéro d'échantillon : = n° de gîte + lettre correspondant à chaque faciès présent sur le gîte + n°000 correspondant à un mode de préparation (ex : PIG_0001_A_002)

_100 : brut

_200 : cassure fraîche

_300 : coupe non polie

_400 : coupe polie (préciser si enrésinée)

_500 : lame mince (préciser si couverte ou non)

_600 : poudre non tamisée ou tamisée (indiquer la maille du tamisage)

_700 : objets expérimentaux, volumes modifiés dans leur morphologie par des actions techniques expérimentales : ex : blocs abrasés

_800 : pastille (préciser le diamètre, le mode de préparation, l'épaisseur)

_900 : poudre appliquée (préciser les modalités d'application)

_000 : autre (à préciser)

1.1.2_Numéro d'échantillon alpha-numérique : renseigner l'ancien nom de l'échantillon

1.2_#Numéro de gîte : repris de la BdD terrain.

1.3.1_Date de l'observation : format 20/06/2019

1.3.2_#Auteur de création de la fiche : Prénom + Nom (ex : Hélène Salomon)

1.4.1_Date de la modification de la fiche : format 20/06/2019

1.4.2_#Auteur de la modification de la fiche : Prénom + Nom (ex : Eric Goemaere)

1.6_#Type de collection : cf. BdD terrain

1.7_#Nom de site ou de lithothèque de conservation : cf. BdD terrain

1.8_# Coordonnées en X : lié à la fiche gîte ou à la fiche d'inventaire du site archéologique

1.9_# Coordonnées en Y : lié à la fiche gîte ou à la fiche d'inventaire du site archéologique

1.9.2_Coordonnées en Z : lié à la fiche gîte ou à la fiche d'inventaire du site archéologique

1.10_ Longueur (mm) : sans décimale

1.11_ Largeur (mm) : sans décimale

1.12_ Épaisseur (mm) : sans décimale

1.13_ Masse de l'échantillon (g) : sans décimale, masse totale de l'échantillon (au 1/10ème de g près pour les objets archéologiques).

1.14_ Densité (sans unité) : au 1/10^{ème} près pour les objets archéologiques. A calculer avec la masse du bloc mesuré et les colonnes 1.9, 1.10, 1.11 selon : densité = $d = \frac{\rho_{obj}}{\rho_{eau}} = \frac{masse}{\frac{longueur \times largeur \times épaisseur}{0.001}}$

1.15.1_ Usure : préciser s'il y a des traces d'usure anthropique : oui, non, indéterminé, non observé

1.15.2_ Commentaires libres usure

1.16.1_ Chauffage : préciser s'il y a des indices de chauffe : oui, non, indéterminé, non observé

1.16.2_ Commentaires libres chauffage

1.17.1_ Résidus : préciser s'il s'agit de résidus à la surface d'un autre objet : oui, non, indéterminé, non observé

1.17.2_ Commentaires libres résidus

Les colonnes suivantes (à partir des colonnes jaunes et vers la droite de la feuilles) sont des colonnes de rappel d'informations venant des pages suivantes ; elles se remplissent automatiquement, merci donc de NE RIEN écrire dans ces colonnes.

2_SURFACE

2.12_ Sphéricité de l'objet (cf. charte) : *sphericity*, description du volume de l'échantillon (cf. charte) : sphérique ; pseudo-sphérique ; sub-sphérique ; aplati ; plat ; non observé ; indéterminé ; 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). Sphérique : uniquement pour les objets complètement sphériques ET arrondis (ex : boule de marcassite), sinon mettre pseudo-sphérique.

2.13_ Arrondi de l'objet : *roundness*, description du volume de l'échantillon (cf. charte) – arrondi ; subarrondi ; subanguleux ; anguleux ; non observé ; indéterminé ; 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).

2.1 Présence d'une surface naturelle : oui ; non ; indéterminé ; non observé

Surface naturelle : à définir

2.1.1 Localisation des surfaces naturelles : champ texte libre : par exemple : généralisée, sur des surfaces délimitées, et préciser quelles surfaces (grandes, tranches...) et si correspondance avec polarités (généétique, gîtologique et post-dépositionnelle : cf. revenir de la fin ou des enfers...).

2.2.1 Présence de surfaces anthropiques anciennes : oui ; non ; indéterminé ; non observé

2.2.2 Localisation des surfaces anthropiques anciennes : champ texte libre

2.3 SURFACE NATURELLE

2.3.1 Couleurs de la surface naturelle : Détermination de la couleur à "l'œil nu" sur la surface externe. Description simple et limitée aux couleurs dominantes de la surface d'origine de la matière, liste fermée, maximum 3 couleurs parmi : aucune ; rouge ; rose ; violet ; orangé ; brun ; jaune ; noir ; blanc ; gris.

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.

2.2_ Commentaires libres sur la couleur externe : couleur sur cassure fraîche éventuellement

Couleur, *colour* : Qualité de la lumière que renvoie un objet et qui permet à l'œil de le distinguer des autres objets, indépendamment de sa nature et de sa forme (CNRTL, CNRS). Définition reprise de JV Pradeau (2015) :

L'appréciation « à l'œil nu » de la couleur, ou sensation colorée (Perraudeau, 2004, p. 5), est conditionnée par des caractères physiologiques (daltonisme par exemple), culturels et des habiletés personnelles résultant de la pratique d'un art ou artisanat, ou d'une occupation en relation avec l'usage des couleurs (peintre par exemple).

La couleur d'un objet peut être décrite par trois critères (Perraudeau, 2004) :

- la *teinte (hue)* est associée à une (alors qualifiée de dominante) ou deux longueurs d'onde : bleu, jaune, rouge, vert ;
- la *saturation* (ou intensité, *chroma*) est la proportion de blanc et de noir de la teinte ;
- la *clarté* (ou luminosité, *brightness*) est le rapport entre blanc et noir.

La saturation et la clarté permettent de qualifier la teinte :

		Saturation		
		Faible	Moyenne	Élevée
Clarté	Élevée	Pâle	Clair	Lumineux
	Moyenne	Gris	Moyen	Vif
	Faible	Sombre	Foncé	Profond

Tableau Qualification des teintes en fonction de la saturation et de la clarté

Il faut prendre en considération le métamérisme, phénomène par lequel différentes couleurs peuvent être perçues comme identiques, ou l'inverse. Le métamérisme est imputable à l'illuminant ou à l'observateur, c'est-à-dire aux capacités physiologiques ou acquises de ce dernier à distinguer les teintes et les couleurs (Perraudeau, 2004). C'est pourquoi la comparaison entre deux objets nécessite des conditions de comparaison identiques (illuminant, état de surface, etc.) et que nous n'aurons pas recours à la charte Munsell. Ainsi nous limiterons la description des couleurs à des termes simples et peu nombreux pour ne pas ajouter de l'erreur dans la description.

2.3_ Reflet de la surface naturelle, luster : observé à la surface, excepté sur cassure fraîche, liste fermée : mat ; métallique ; gras ; mat à métallique ; mat à gras ; gras à métallique ; indéterminé ; non observé ; non pertinent.

2.4_ Commentaires libres sur le reflet

Éclat, *luster* : caractérise le pouvoir réflecteur d'un minéral/cristal ; décrit l'apparence que peut prendre une surface cristalline lorsqu'elle réfléchit la lumière (pouvoir réflecteur) (modifié d'après le CNRTL).

Mat, *dull* : qui n'a pas d'éclat ; qui n'a aucun pouvoir réflecteur.

Métallique, *metallic* : se dit de l'éclat brillant des roches opaques qui renvoient presque intégralement la lumière ; il décrit le pouvoir réflecteur maximal. C'est l'éclat des métaux natifs (or, platine, argent), de certains sulfures (galène, pyrite) ... (modifiée de Montel et Martin 2014).

Gras, *greasy* : éclat dont l'aspect évoque une surface enduite d'huile ou de graisse. La halite, par exemple, a un éclat gras typique (ACK HS, modifié de Montel et Martin 2014).

2.5_ Traces d'altérations physiques sur la surface naturelle, *traces of physical weathering*

– fragilisation ou diminution du volume de la roche sous l'action physique d'agents atmosphériques : aucune ; fragment ; fracture ; délitage ; choc en V ; cupule de choc ; racine de coup d'ongle ; coup d'ongle ; cônes de pression ; stries d'abrasion ; galet impressionné ; impression, traces anthropiques ; non observée ; indéterminé ; fouille. Ce champs peut être multivaleurs

☞ Altération, *weathering* (Géologie et pédologie) - traduction en anglais selon le contexte (cf. dans la définition) : Processus physique, chimique ou biologique se traduisant par une transformation voire une **dégradation*** de roches, de **minéraux***, de sols ou de sédiments **meubles*** superficiels. Ces transformations peuvent être partielles ou complètes, isovolumiques ou non, et peuvent être ou non accompagnées par des changements de leur **couleur***, **texture***, **dureté***, résistance ou forme. Ces changements s'opèrent par une disparition partielle ou complète d'une partie ou de la totalité des minéraux originels et par leur remplacement éventuel par un **matériau** secondaire, cristallisé ou amorphe, **autochtone*** ou partiellement **allochtone***. L'altération peut être d'origine hydrothermale, atmosphérique ou hydrologique, c'est-à-dire résultant de l'action des eaux superficielles puis souterraines. On parle aussi de météorisation (*weathering*) quand l'altération est d'origine atmosphérique ou hydrologique tandis qu'on parle d'altération hydrothermale (*alteration*) lorsque la composition des roches est modifiée suite à des remontées de fluides chargés en minéraux dissous. L'altération de la roche-mère, des sols, des minéraux... est souvent de nature biogéochimique car, au cours de la pédogenèse, les végétaux et les micro-organismes jouent un rôle déterminant (modifié d'après Ramade, 2008, p. 22 ; Lozet et Mathieu 2002 ; Lexique de la *Lithothèque*). Nous séparerons les **altérations physiques*** (transport et **érosion***, **abrasion***, vent : **éolisation*** ; changement de température : **thermoclastie*** et **cryoclastie***...) des **altérations biologiques et chimiques*** (infiltration, **dissolution*** : **hydrolyse***, **lessivage***, oxydation et réduction, **recristallisation***; changement d'humidité : **dessiccation***...).

☞ Altération physique, *physical weathering* : ensemble des mécanismes de dégradation physique d'une matière ou d'un matériau conduisant à la diminution et à la fragilisation, voire à la **désagrégation***, du volume. Plusieurs processus sont susceptibles d'intervenir, à savoir l'**érosion*** (principalement **usure*** mécanique par des grains détritiques transportés par les fluides) et la **fragmentation*** (la fracturation tectonique, la **cryoclastie***, la **thermoclastie***, l'**haloclastie***, l'hydroclastie, la décompression). Ces différents processus d'**altération*** modifient les rapports surface/volume ; la **fragmentation*** facilite l'altération biologique et chimique car elle augmente la surface réactive (ACK, HS, modifié d'après Boulvain, 2010 et d'après "usure" dans le lexique de la *Lithothèque*).

Usure, *wear* : **altération physique*** ou **mécanique***. Détérioration progressive par frottement, friction, **érosion***, utilisation (modifié d'après *Larousse*). Comme le terme "usure" désigne un mécanisme tant lié à des processus naturels qu'à des actions anthropiques, on privilégiera l'emploi d'**érosion***, **altérations mécaniques*** ou **physiques*** pour décrire les usures d'origine naturelle.

Fragment, *fragment* : élément séparé d'un bloc suite à une cassure (modifié d'après le lexique de la *Lithothèque*).

Fracture, *fracture, crack* : cassure de terrain, de roche ou de minéraux, sous l'effet de pressions, de chocs ou de variations de température (cf. **thermoclastie***), avec ou sans rejet. On observe alors une rupture de la matière selon une surface, appelée **cassure*** (qui présente des particularités géométriques). Cette fracture peut être vide ou comblée (modifiée d'après Foucault et al. 2014). Il existe trois types de fractures : les **joints*** (*joint*) qui désignent les fractures sans déplacement, les **cisaillements*** (ou **failles***, *shear fracture/faults*) qui désignent les fractures dont le déplacement se fait dans le plan, et les veines (**fissuré**) qui désignent les fractures en extension. Il existe différents types de failles. Les failles d'effondrement sont divisées en failles inverses (raccourcissement, plan incliné à 60°), failles chevauchantes

(raccourcissement, plan incliné à <math><60^\circ</math>), et failles normales (allongement, plan à 60°). Les failles de décrochement peuvent être sénestre ou dextre. Les failles obliques sont des combinaisons des failles citées précédemment : elles peuvent être inverse et sénestre ou normale et dextre (cf. schéma).

‡Trace de chocs en V : stigmatte en forme de V à bords anguleux le plus souvent caractéristique de chocs éoliens (REF).

‡Cupule de choc (exoscopie, pétroarchéologie) : choc formant une cavité en forme d'éventail à figure de cisaillement sous forme de lignes subparallèles (Le Ribault, 1975).

‡Racine de coup d'ongle : marque en forme de croissant quasiment effacée par l'altération physique* ultérieure. La base des coups d'ongle qui, le plus souvent est émoussée* et visible à la surface des roches dures, est le résultat de l'association de processus mécaniques évolués liée au transport dans le réseau hydrographique ou en domaine marin (REF).

‡Coup d'ongle (pétroarchéologie, exoscopie) : (Le Ribault, 1975), marque en forme de croissant typique de chocs liés au transport hydrographique ou marin (synonyme croissant de choc). Liée au transport dans le réseau hydrographique ou en domaine marin.

‡Cône de pression : qualifie un type de stigmatte présentant une succession de marques en V ou sub-sphériques emboîtées de manière plus ou moins rectiligne fermée dans le sens du frottement (en chevron). Cette association de chocs est contrôlée par le frottement entre deux roches dures (Stapert, 1976).

Stries d'abrasion, *abrasion striations* : (géologie) stries résultant de l'érosion* de la roche causée par le frottement des matériaux transportés par les eaux, les glaces ou entraînés par gravité (Foucault et al. 2014).

Galet impressionné, *pitted pebble/cobble* : Galet présentant à sa surface des creux arrondis correspondant aux empreintes de galets voisins. Cet aspect résulte d'une dissolution* sous pression et s'observe en particulier dans des conglomérats* soumis à un certain aplatissement tectonique (Foucault et al. 2014).

Impression, *impression or imprint* : Empreintes de grains ou d'amas de grains, quelle que soit leur taille, à la surface d'une matière, sous l'effet de la pression des sédiments (HS, ACK).

Traces anthropiques (modification ou trace) - *anthropogenic (modification/trace/mark ?)* : modification liée à l'action humaine, intentionnelle ou non, ayant pour effet une modification intrinsèque des propriétés de la roche (thermoaltération ou chauffe...) ou une diminution et une modification du volume de matière (par exemple suite à diverses actions de mise en poudre, d'usure ou de modelage...). Pigment : c'est surtout sous forme de poudre qu'il est exploitable (mélange et application) donc description des principaux procédés de réduction en poudre. A FINIR. Les deux principales techniques de réduction en poudre comprennent les percussions entre deux outils avec des outils lancés ou posés (fragmentation*, concassage, pilonnage, écrasement, broyage) et les frottements avec un outil mobile ou sur un outil posé (abrasion, raclage, incision) (HS, ACK).

Fouille : pour toutes les actions lors ou après la fouille qui ont laissé des traces ou qui ont effacé des traces anciennes : traces d'outils de fouille, traces de brosses, érosion des surface liée au tamisage et au lavage, encre, blanco et vernis à ongle, frottement dans les sachets, entre les pièces et avec les étiquettes.

2.6_ Commentaires libres : s'il y a différentes traces....

2.7_ Type d'altérations physiques* de la surface naturelle, *physical weathering type* : aucune ; érosion ; fragmentation ; fracturation ; délitage ; désagrégation ; rubéfaction ; thermoclastie ; haloclastie ; éolisation ; action anthropique ; abrasion ; autres (à préciser) ; non observé ; indéterminé ; fouille. Ce champs peut être multi valeurs.

‡Érosion, *erosion* : (à l'échelle du bloc) L'érosion est la perte de matière en surface d'un volume par un ensemble de facteurs physiques et chimiques souvent causés par le contact d'un fluide (eau, glace, vent...)

ou d'un solide en mouvement contenant des particules solides, ou bien par la gravité (modifié de OCDE, 1969). Ici, le terme **érosion** sera utilisé dans son sens restreint d'**érosion physique**. L'érosion est provoquée par le transport de matière d'un lieu d'origine vers un lieu de dépôt (par le vent, les eaux, les glaces ou par gravité : glissement de terrain, saltation, écoulement gravitaire, charriage...). L'intensité de ce processus d'**altération physique*** est influencée par l'énergie cinétique des particules mobilisées, c'est-à-dire leur vitesse de déplacement. Ces **altérations physiques*** comprennent, à des degrés divers, les chocs (formant des **cupules de choc*** à la surface des volumes, ou les **fracturant*** voire les **fragmentant***), les frottements (cf. **abrasion***) subies par la matière. Les frottements nivellent les surfaces, **émoussent les arêtes*** et favorisent la formation de **stries*** (modifié d'après Boulvain, 2010 et d'après le lexique de la *Lithothèque*).

Fragmentation, *fragmentation* : renvoyant aux mécanismes entraînant la séparation d'un bloc en **fragments***. Elle peut avoir des causes variées : glissements de terrains, jeux de petites failles et de séismes, **dessiccations*** successives de sédiments à fleur d'eau, chocs thermiques (cf. **thermoclastie***)... (modifiée de l'article "brèche" in : Foucault et al., 2014). Ainsi, la fragmentation décrit-elle l'ultime étape de la **fracturation***.

Fracturation, *cracking, fracturing* : renvoyant au mécanisme de **fracture*** d'une roche ou de minéraux (modifiée d'après Foucault et al. 2014), l'ultime étape de la fracturation est la **fragmentation***.

Délitage, *cleavage*: fait pour une roche sédimentaire de se fendre selon ses plans de stratification, ou pour un schiste selon ses plans de schistosité (Foucault et al., 2014).

Désagrégation, *crumbling/disaggregation* : dissociation des éléments constitutifs d'une roche sous l'effet de la météorisation (**altération*** par les agents atmosphériques) libérant des débris de taille variée ; séparation des grains d'une roche p.ex. du fait de ruptures produites par des dilatations différentielles des grains soumis au gel et dégel (cf. **thermoclastie ***), ou encore, et plus souvent, par hydrolyse de certains minéraux qui se transforment en argiles, ce qui détruit la cohésion de la roche. Si les grains obtenus restent sur place, on obtient, p. ex., une arène ou un sable (modifiée et complétée d'après Foucault et al. 2014).

Rubéfaction, *rubifaction (or rubefaction, rubification, reddening)* : coloration en rouge des sols, ou de la surface de certaines roches, due à la cristallisation d'oxydes de fer (hématite surtout) libérés par l'**altération*** qu'elle soit d'origine météorique ou thermique (modifié d'après Foucault et al. 2014).

‡Thermoclastie, *thermal weathering* : mécanisme physique induit par de forts écarts thermiques qui conduit à la **fracturation*** et à la **fragmentation*** des roches. Les alternances de gel-dégel, les écarts thermiques importants (exposition au feu, ensoleillement, saisons) fragilisent voire fragmentent les roches de manière inégale (REF; modifié d'après le lexique de la *Lithothèque*).

‡Haloclastie, *salt weathering* : processus participant à l'élargissement des fissures et donc à la **fragmentation *** de la roche lié à la cristallisation de solutions salines dans les fractures préexistantes. Ce processus de **météorisation*** est particulièrement efficace dans les zones côtières, ainsi que dans les déserts (REF, modifié d'après Foucault et al. 2014).

‡Éolisation, *eoliation* : processus d'**érosion*** de la roche par l'action du vent chargé de grains de sable donnant un aspect satiné et piqueté. Cette érosion peut émousser les arêtes et dans les cas ultimes elle peut amener à la **désagrégation*** des roches (modifié d'après le lexique de la *Lithothèque*).

Action anthropique

Abrasion, *abrasion* : (géologie) **érosion*** de la roche causée par le frottement des matériaux transportés par les eaux, les glaces, le vent ou entraînés par gravité (Foucault et al. 2014).

2.8_ Commentaires libres : s'il y a plusieurs érosions...

2.9_ ‡ **Degré d'altérations physiques de la surface naturelle, degree of physical weathering** : absent ; faible (sur moins de 10 % de la surface) ; moyen (sur 10 à 25 % de la surface) ; fort (sur 25 à

50 % de la surface) ; très fort à total (sur plus de 50 % jusqu'à 100 % de la surface) ; non observé ; indéterminé.

2.10_ Commentaires libres : si les érosions sont d'intensité différentes....

2.11.1_ ‡Degré d'émoussé de la surface naturelle (cf. charte), *degree of roundness* : absent ; léger (sur moins de 10% de la surface) ; moyen (sur 10 à 25 % de la surface) ; fort (sur 25 à 50 % de la surface) ; très fort à total (sur plus de 50 % jusqu'à 100 % de la surface) ; non observé ; indéterminé.

‡ Émoussé, *roundness* : qualifie la surface d'un grain ou d'une roche usée (cf. **usure***) par les frottements de particules diverses au cours de leur transport par l'eau, la glace ou le vent. On remarque, en particulier, le développement de l'émoussé sur les arêtes ou les angles, qui, de saillants ou vifs sont devenus arrondis (modifié d'après Foucault et al. 2014 et le lexique de la *Lithothèque*).

2.14_ Rugosité de la surface naturelle, *surface roughness* : absente (la surface est totalement lisse) ; faible (les grains sont à peine mis en relief), moyenne (les grains ou des groupes de grains sont mis en relief) ; forte (les grains sont très bien mis en relief individuellement, au toucher la peau est retenue par la roche) ; non observée ; indéterminée ; non pertinent.

‡ **Rugosité**, *roughness* : caractéristique physique, relatif à l'état microgéométrique d'une surface inégale. Cette surface se décrit par ses creux et ses reliefs positifs, ainsi que par la régularité, la fréquence et l'amplitude des reliefs (maximum et minimum) (modifié d'après le lexique de la *Lithothèque*). **Techniques de l'ingénieur** -> On désigne par rugosité les aspérités et les creux d'une surface mesurés par rapport à la surface moyenne assimilée localement à un plan. La caractérisation géométrique de ce paramètre est délicate parce qu'il s'agit d'un paramètre statistique qui ne peut être défini par une seule mesure, et parce qu'il s'agit d'une variable dépendant de deux dimensions, en général analysée suivant une seule dimension. (**Techniques de l'ingénieur Métrologie des surfaces**, Auteur(s) : Patrick BOUCHARINE, Date de publication : 10 sept. 1999)

2.15_ Angularité des arêtes associées aux surfaces naturelles, *edge angularity* : absente ; aiguës ; obtuse ; aiguës et obtuse ; non observée ; indéterminée ; non pertinent.

SCHEMA uniquement pour les objets anguleux.

2.18_ Émoussé des arêtes associées aux surfaces naturelles , *edge roundness* : absent ; léger (sur moins de 10% de l'arête) ; moyen (sur 10 à 25 % de la surface) ; fort (sur 25 à 50 % de la surface) ; très fort à total (sur plus de 50% jusqu'à 100% de la surface) ; indéterminé ; non observé ; non pertinent.

2.19_ ‡Emoussé du cortex, *cortex roundness* : pas de néocortex ; émoussé absent ; émoussé léger (sur moins de 10% de la surface) ; émoussé moyen (sur 10 à 25 % de la surface) ; émoussé fort (sur 25 à 50 % de la surface) ; émoussé très fort à total (sur plus de 50% jusqu'à 100% de la surface) ; indéterminé ; non observé.

‡ Néocortex, **secondary cortex**: (pétraarchéologie) zone périphérique d'une roche, résultant d'un ensemble de transformations mécaniques et physico-chimiques localisées à sa surface après sa séparation/son détachement de la roche mère et avant son abandon dans le site archéologique. Les transformations mécaniques résultent de la **fracturation*** et des impacts - discrets ou majeurs - générés en particulier par les modalités du transport liées à l'**érosion***. Les transformations physico-chimiques sont dépendantes des mécanismes de **dissolution*** et de dépôt à l'interface eau-roche (modifié d'après le lexique de la *Lithothèque*).

Commentaires libres : description du cortex, si le cortex est partiellement imprégné, s'il présente des couleurs différentes, etc.

*****A SUPPRIMER*****

2.12_ ‡Cimentation néocorticale, **cortex cementation** : non observé ; indéterminé ; absent ; faible (sur moins de 10% de la surface) ; moyen (sur 10 à 25 % de la surface) ; forte (sur 25 à 50 % de la surface), très fort à total (sur plus de 50% jusqu'à 100% de la surface).

Ciment, *cement* : phase minérale précipitée dans la porosité du sédiment lors de la **diagenèse***, c'est-à-dire après le dépôt. Liant entre eux des éléments figurés, le ciment remplit les espaces intergranulaires ce qui consolide les sédiments. Il résulte en général d'une **précipitation*** chimique, finement à largement cristallisée : il s'agit le plus souvent de calcite, de silice, d'oxyde de fer, ou de divers carbonates, silicates, oxydes, phosphates ou encore sulfates. La matière le composant vient souvent en partie des sédiments environnants, des clastes et des débris **fossiles*** eux-mêmes qui se dissolvent préférentiellement à leurs points de contact (processus de dissolution sous contrainte lors de la **diagenèse***) (modifié de Boulvain, 2010 et Foucault et al. 2014) (cf. **cimentation***).

‡Cimentation, *cementation* : processus diagénétique (cf. **diagenèse***) qui soude les éléments figurés lors de la circulation, de la **précipitation*** d'un soluté à travers la **porosité*** ou en surface de la roche, et de l'accroissement progressif des cristaux ainsi formés. Le matériel précipité peut être issu de la **dissolution*** d'une partie des **clastes*** et **fossiles*** et du sédiment environnant. La cimentation a pour conséquence la disparition progressive de la porosité. Ce mécanisme rend donc la roche sédimentaire plus compacte (modifié d'après Boulvain 2010 et Foucault et al. 2014).

Commentaires libres : pour le néocortex

2.20_ Altération biologique ou chimique de surface **naturelle** : *biological or chemical weathering*, ajout ou retrait de matière d'origine biologique ou chimique en surface de l'objet – aucune ; encroûtement ; revêtement ; **hydrolyse** ; dissolution ; dissolution différentielle ; golfes de dissolution ; dissolution couvrante ; plage de dissolution ; patine ; **remplacement minéral** ; recristallisation ; **épigénie** ; **authigénie** ; pseudomorphose ; **reprécipitation** ; **précipitation** ; **oxydation** ; **réduction** ; **oxydo-réduction** ; poronécrose par colmatage ; poronécrose par tapissage ; dessic(c)ation ; indéterminée ; non observée ; non pertinent. Champs qui peut être multi valeurs.

‡ Altération biologique ou chimique, *biological or chemical weathering* : Transformations de roches, de minéraux, de sols ou de sédiments meubles superficiels par des processus chimiques ou biologiques. On distinguera les ajouts (**encroûtement***, **revêtement***, **recristallisation***, **poronécrose***), les retraits de matière (**dissolution***, **hydrolyse***, **oxydo-réduction***) et les substitutions (**épigénie***, **pseudomorphose***). Ces processus peuvent être contrôlés par la présence d'eau (**lessivage***, **hydrolyse***, **dissolution***, **précipitation***, **reprécipitations***, dépôts de matières favorisant le développement d'**encroûtements*** et de **revêtements***), par des différences de pH (acidité des eaux ou des sols; lessivage, **précipitation*** de certains minéraux), par des différences de conditions rédox (battements de nappes... entraînant l'oxydation ou la réduction de certains éléments chimiques dans la roche ou la dégradation des matières organiques), par la présence de bactéries ou champignons (**dissolution*/reprécipitation***, **encroûtement***, **revêtement***, dégradation de matière organique, éventuellement **fracturation***) (modifié et complété d'après Ramade, 2008, p. 22, d'après Lozet et Mathieu 2002 et Lexique de la *Lithothèque*).

‡‡**Revêtement**, *coating* : enduit ou tapissage ou film mince secondaire – d'**épaisseur** uniforme -, de nature variée, formé à partir d'une matière **allochtone*** (venue d'ailleurs) précipitée ou déposée à la surface d'une roche. Le revêtement est couvrant, il est conforme, c'est-à-dire qu'il suit et conserve la topographie de la surface de la roche, **qu'il croît en s'étalant le long de la surface** et sa composition est **homogène*** (PF, ACK, HS, CC). Les revêtements peuvent être classés par type selon leur composition : argile = argilane, carbonate = calcane, calcite = calcitane, calcédoine = chaldecane, oxydes ou hydroxydes de fer et les minéraux argileux = ferri-argilane, argilo-ferrane, goethite = goethane, hématite = hématane, oxydes de manganèse = mangane, kaolinite = kaolinane, quartz = quartzane, substance humique =

humicane ou organane... ou selon leur processus de formation : revêtement de diffusion, d'illuviation... (modifié de Lozet et Matthieu 2002). Couvrant de manière homogène.

‡‡ **Encroûtement**, *encrustation* : **concrétion*** secondaire d'**étendue**, épaisseur et nature variables formée à partir de matières **allochtones*** (venues d'ailleurs) à la surface d'une roche (**concrétion*** ferrugineuse, carbonatée ou autre). Autrement dit une **concrétion*** qui croît en épaisseur à la surface ou autour d'un substrat et se révèle souvent **hétérogène*** voire multicouches, les minéraux ont tendance à croître dans toutes les directions de l'espace selon leur forme propre - **automorphe***, l'épaisseur de cette **concrétion** n'est pas égale en tout point (modifié d'après l'article "concrétion" de Foucault et al. 2014). **La différence entre revêtement et encroûtement est la répartition d'un côté homogène et continue et de l'autre hétérogène. Ne couvrant pas de manière homogène, et avec une croissance non continu et non uniforme ; hétérogène**

Hydrolyse, *hydrolysis* : Décomposition chimique d'une substance par l'action directe ou indirecte de l'eau, conduisant à la formation de nouvelles molécules (CNRTL). Appliquée à un minéral, l'hydrolyse peut être partielle ou totale et conduit à la formation d'une solution de lessivage chargée en cations et ce qui reste est alors un minéral secondaire qui est appauvri par rapport au minéral d'origine. L'hydrolyse génère une chaîne de filiation entre des minéraux : minéraux primaires -> conduit principalement à la formation de minéraux secondaires plus petits de type hydroxydes (ex gibbsite, cas d'hydrolyse totale) ou composés silicatés, ou argiles (ex kaolinite, smectite, cas d'hydrolyse partielle selon les conditions du milieu). La nature de la roche mère, le climat et la topographie sont les trois principaux facteurs influençant la nature des argiles formées par hydrolyse. (adapté de Eduterre, Institut français de l'Education)

Hydrolyse : ce n'est pas une décomposition totale car une partie des éléments chimiques sont partis, donc modification de la nature du minéral.

‡ **Dissolution**, *dissolution* (géologie, géochimie) : processus chimique entraînant la mise en solution dans l'eau de l'ensemble des éléments chimiques appartenant à un solide et qui aboutit à la création de vides : le minéral dissout a complètement disparu. On distingue la dissolution congruente (homogène) qui s'étale sur une partie importante de la surface (**plage de dissolution*** ou **couvrante***) de la dissolution incongruente (ou sélective) qui ne dissout qu'une partie des éléments (**dissolution différentielle***). Un processus de dissolution implique toujours le passage par une étape où existe un vide : ce vide peut être ensuite comblé, c'est-à-dire rempli par des sédiments ou une néoformation de phase(s) minérale(s). L'augmentation de la porosité induite par la dissolution est donc masquée (d'après le lexique de la *Lithothèque*, Boulvain 2010, REF). Tous les minéraux ne sont pas affectés de la même manière selon les propriétés des eaux (composition chimique, conditions rédox et pH). Par conséquent, en fonction de la nature de la roche, certains minéraux sont plus susceptibles d'être dissous : tels que les sels et carbonates à l'inverse des silicates (principalement, les tectosilicates).

‡ **Dissolution différentielle**, *differential dissolution* : On parle de dissolution différentielle, dans une roche polyminérale ou stratifiée, lorsque seul des minéraux solubles subissent la dissolution en fonction de la nature du minéral. Cette dissolution différentielle forme un microrelief significatif suivant la nature des phases et l'orientation cristallines. A l'échelle minéralogique, le vide qui est créé conserve en général la forme du minéral disparu (modifié d'après le lexique de la *Lithothèque*).

‡ **Golfe de dissolution**, *scallop*, *solution pan* : zone concave à la surface d'un cristal ou d'une roche, qui est généralement due à une dissolution (REF).

‡ **Dissolution couvrante** : type de dissolution non préférentielle qui impacte la totalité de la surface de l'objet (REF).

‡ **Plage de dissolution** : type de dissolution qui impacte une ou plusieurs partie(s) de la surface de l'objet (REF).

‡ **Patine**, *patina* : Résultat d'échanges entre la surface de la roche et son environnement à différentes échelles. Les roches acquièrent en surface des propriétés physico-chimiques distinctes du reste du volume (composition, topographie/**rugosité***, **porosité***, taille des constituants, abondance de sites) ; la teinte de

la roche est donc souvent modifiée et peut se révéler très différente de celle de la cassure fraîche. La patine est donc une interface ; c'est-à-dire le lieu où la zone d'interaction entre deux phases volumiques (roche/air, roche/eau, roche/ sédiment - et son contenu biologique, chimique) (modifié d'après Foucault et al. 2014, *Encyclopedia Universalis* : article Surface - phénomène de, Andrieu et Müller 2005, p. xvii et 3, et le lexique de la *Lithothèque*). ‡ « partie externe du silex ayant subi une altération superficielle due aux agents atmosphériques » (M. et M.R. Séronie-Vivien, 1987). Le processus est chimique et/ou biochimique, il est contrôlé en particulier par l'action de l'eau qui assiste les réactions à l'origine des transformations.

Remplacement minéral : remplacement d'un minéral par un ou plusieurs autres. Plusieurs cas de figure existent : **recristallisation***, **épigénie***, **authigénie***, **pseudomorphose***.

‡ **Recristallisation**, *recrystallization* : Processus conduisant à une modification d'une espèce minérale préexistante, avec le développement d'une nouvelle génération de cristaux. La nature minéralogique des cristaux néoformés est identique à celle des cristaux initiaux, mais la taille de cette nouvelle génération de cristaux est généralement supérieure à celle des grains d'origine à la suite de changements de conditions physiques, physico-chimiques, mécaniques ou de circulations de fluides (ex.). La recristallisation se fait à l'état solide par migration des joints de grains. Plusieurs réactions sont possibles : minéral A → minéral A' par migration des joints de grains. Il se forme alors des grains plus gros (recristallisation statique) ou plus petits (recristallisation dynamique) (ex : silcrète), sans faire intervenir de fluides, ni de transfert de matière. ~~La recristallisation statique entraîne un nourrissage des cristaux qui deviennent plus gros.~~ La recristallisation dynamique est associée à une déformation ; lors des déplacements des contraintes, des dislocations ont lieu entraînant la création de plusieurs sous-grains et *in fine* de plusieurs grains. Dans le cas d'une réaction où la composition du minéral est modifiée on ne parle plus de recristallisation mais de pseudomorphose, épigénie ou authigénie : AB → BA on parle de **pseudomorphose*** (ex : pyrite → goethite), et si A → B, on parle d'**épigénie*** ou **authigénie*** (ex : aragonite → calcite).- (REF : modifié d'après le lexique de la *Lithothèque* ; Cojan et Renard 2006). Complémentaire de authigénie, pseudomorphose (changement de composition), etc. Se fait à l'état solide (pas de vides). On part de minéraux d'une certaine composition, et on a une nouvelle cristallisation de même composition : nouveaux cristaux plus grands ou plus petits que les cristaux de départ (ex : micrite → sparite). ATTENTION : quand on cristallise dans un espace vide : précipitation (apport d'un fluide).

‡ Pseudomorphose, *pseudomorphism* : La pseudomorphose est un phénomène de néoformation d'un ou de plusieurs cristaux d'une espèce minérale B qui remplacent des cristaux d'une espèce minérale A préexistants en conservant l'habitus des cristaux d'origine (A) (~~forme de palimpseste~~). Cette néoformation peut être d'origine métamorphique, **diagénétique*** ou liée à une **altération*** ; c'est un cas particulier d'**épigénie*** qui conserve l'**habitus*** du cristal initial (~~modifié du lexique de la *Lithothèque*~~ REF).

Épigénie, *epigenesis* : (pétrographie) remplacement lent, au sein d'une roche, d'un minéral par un autre atome par atome. Ce phénomène est lié à un apport de substance au point considéré, d'où le terme également employé de métasomatose. Il y a en général conservation très précise des formes de l'élément originel. Ex. pyritisation, silicification, ferruginisation, dolomitisations : ammonite pyriteuse, ~~épigénisée en pyrite~~ ; oursin siliceux dans la craie (~~épigénie* siliceuse~~), épigénies en cascade faisant passer de la calcite à la dolomite (~~dolomitisation~~), puis de celle-ci à la silice. La mise en évidence de ces transformations ~~phénomène~~ n'est pas toujours aisée. Si l'habitus du cristal initial est conservé, on parle alors de **pseudomorphose*** (adapté de Foucault et al. 2014). Attention dans la littérature ancienne, les termes d'épigénie et de pseudomorphose peuvent être considérés comme synonymes. Si ~~Pseudomorphose d'un minéral, épigénie plus large ? A préciser (cf. Paul)~~

Authigénie : remplacement d'un minéral par un autre sans changement de composition chimique, typiquement le passage aragonite □ calcite.

Espèce minérale : l'espèce minérale est définie par son système cristallin et sa composition chimique : c'est-à-dire par les éléments chimiques qui le composent et leur organisation dans l'espace. Les espèces minérales peuvent avoir une très bonne organisation des atomes qui sera toujours la même comme le quartz, l'hématite, le feldspaths, d'autres n'ont pas d'organisation

bien fixée et le solide est mal organisé, mal cristallisé comme typiquement l'opale qui n'a pas de cristaux bien définis.

Minéral : le terme minéral peut être utilisé indifféremment pour désigner l'espèce minérale ou le cristal. Préférer les termes appropriés. Ou en tout cas bien privilégier le terme cristal pour les cristaux et éventuellement garder le minéral pour désigner les espèces minérales.

Cristaux : individus

Reprécipitation, *reprecipitation* : mise en solution des éléments de la matière altérée et qui **précipitent*** sur place, dans un système clos. Le processus de reprécipitation implique la succession d'une étape de dissolution avec une de précipitation. La nature du solide après reprécipitation peut être la même qu'avant dissolution, si la nature du reprécipité est différente, c'est que plusieurs minéraux se sont dissous et que les conditions de précipitation ont évolué pour conduire à une nouvelle association (par exemple, le gypse peut se former par reprécipitation après dissolution de CaCO_3 en présence de SO_4^{2-} , le gypse est plus soluble, mais aussi plus facile à précipiter à basse température que les carbonates).

Précipitation, *precipitation* : réaction chimique au cours de laquelle les éléments (sous forme ionique) précédemment en solution dans un fluide minéralisé **allochtone*** (venant d'ailleurs) ou minéralisé par dissolution sous pression forment un solide insoluble dans les espaces vides de la roche (**fractures***, **pores***, etc.) lorsque les éléments en question sont en quantité supérieure à leur solubilité dans ce fluide. On distingue facilement les cristaux secondaires qui se sont développés dans les pores (absence d'inclusions solides), de ceux dont la croissance s'est faite au détriment d'un matériel préexistant (présence d'inclusions solides). Contrairement à la **reprécipitation***, **les minéraux*** précipitent dans un système ouvert (ontologie des chimistes).

Oxydation : perte d'électrons par le contact avec l'oxygène. ($\text{Fe}^{2+} \rightarrow \text{Fe}^{3+}$: les oxydes ferreux vont donner de l'hématite, sulfure de fer \rightarrow goethite, silicate de fer \rightarrow goethite (oxydation + hydrolyse)) : conditions riches en oxygène.

Réduction : gain d'un électron en milieu anoxique, réductrice, pauvre en oxygène (en ce qui concerne le fer, ça correspond au passage $\text{Fe}^{3+} \rightarrow \text{Fe}^{2+}$).

Oxydo-réduction : Une réaction chimique dans laquelle l'oxydation d'un réactif est couplée à la réduction d'un second réactif **processus particulièrement efficace dans les roches riches en oxydes de fer (notamment dans les roches mafiques)**.

‡Poronécrose (pétrographie) : **colmatage*** ou **tapissage*** de la **porosité*** par **cimentation*** (REF **lexique de la Lithothèque**).

‡Poronécrose par tapissage (revêtement) : croissance minérale le long de la paroi des vides ; le cœur (ou lumière) du **pore*** n'est pas rempli (REF **lexique de la Lithothèque**).

‡Poronécrose par colmatage : croissance minérale qui vient totalement boucher le **pore***. La croissance minérale s'effectue classiquement du bord (paroi) vers le cœur (lumière) du pore (REF **lexique de la Lithothèque**).

Dessic(c)ation (dessiccation ou dessication), *desiccation* : dessèchement d'un sol argileux ou d'un sédiment fin (**argiles***, **marnes***), gorgé d'eau. Ce mécanisme est reconnaissable à la formation de fissures ou fentes de dessiccation (*mud-cracks*) qui dessinent souvent un réseau de polygones, lequel peut être moulé ou fossilisé par le dépôt d'un nouveau sédiment (modifié de Foucault et al. 2014).

2.21_ Commentaires libres : s'il y a plusieurs types d'altération, les ajouter ici ; indiquer quel type de remplissage de pores (sédiment encaissant par exemple), si les altérations sont localisées, spécifiques à un volume de la roche...

2.22_ ‡Degré d'altération biologique et chimique (global) : absent ; faible (sur moins de 10% de la surface) ; moyen (sur 10 à 25 % de la surface) ; fort (sur 25 à 50 % de la surface) ; très fort à total (sur

plus de 50% jusqu'à 100% de la surface); indéterminé ; non observé ; non pertinent.

2.23_ Commentaires libres : s'il y a plusieurs types d'altération d'intensité variable.

2.24_ Polarité prédépositionnelle (polarité gîtologique) : absente ; visible ; indéterminée ; non observée

2.25_ Commentaires : indiquer impérativement si la polarité prédépositionnelle a été documentée lors de l'échantillonnage et décrire les caractéristiques de la polarité (érosion, patine différentielle, encroûtement, revêtements, etc.)

Polarité prédépositionnelle (polarité gîtologique) : (pétoarchéologie) Les roches et minéraux remaniés peuvent présenter au moins deux surfaces opposées dont les caractéristiques sont suffisamment tranchées pour être différenciées du fait de leur origine gîtologique. Les surface du volume sont susceptibles d'être modifiées différemment tant pour ce qui est de la nature des modifications que de leur intensité (d'après lexicque lithothèque).

2.26_ Polarité post-dépositionnelle (taphonomique) : absente ; visible ; indéterminée ; non observée

2.27_ Commentaires libres : indiquer impérativement si la polarité génétique a été documentée lors de l'échantillonnage/enregistrement

Polarité postdépositionnelle : (pétoarchéologie) Les roches et minéraux remaniés peuvent présenter au moins deux surfaces opposées dont les caractéristiques sont suffisamment tranchées pour être différenciées du fait de leur position dans le(s) sédiment(s) contenant les vestiges archéologiques. La surface du volume est susceptible d'être modifiée différemment tant pour ce qui est de la nature des modifications que de leur intensité (ACdK et HS).

SURFACE ANTHROPIQUE ANCIENNE

REPRODUIRE LES CHAMPS PERTINENTS

SURFACES AUTRES

REPRODUIRE LES CHAMPS PERTINENTS

TYPE DE SURFACE à ajouter : (champ libre texte) ex : surface de diaclase, surface de plan de fracture, indéterminée

3_COULEUR

3.1_ Couleur de la trace, *colour of the streak* : Tracé d'un trait sur de la porcelaine dépolie puis utiliser la liste fermée, ne cocher qu'une seule teinte : aucune ; rouge ; rose ; violet ; orangé ; brun ; jaune ; noir ; blanc ; gris ; indéterminée ; non observée.

Commentaires libres sur la trace : indiquer le degré de facilité à faire la trace

Couleur*

Trace, *streak* : couleur de la poudre d'un minéral obtenue par frottement sur de la porcelaine blanche non émaillée ; ce qui permet un meilleur diagnostic d'identification minéralogique que la couleur du minéral.

3.2_ Minéraux chromogènes ; liste fermée ; choix multiples : aucun ; hématite ; goethite ; magnétite, jarosite, oxydes et oxyhydroxydes de manganèse ; galène ; calcite ; autres (à préciser) ; indéterminé ; non observé.

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

3.3_ Commentaires libres : S'il y a d'autres minéraux chromogènes.

Minéral chromogène, *chromogenic/colouring mineral* : minéral responsable de/qui engendre la coloration de la roche (modifié d'après Prinet, 1945, p.76, in : CNRTL)

Goethite, *goethite* : hydroxyde $\text{FeO}\cdot\text{OH}$, système orthorhombique en cristaux **tabulaires*** (à clivage parfait), **aciculaires***, **lamellaires***, ou en **prismes*** courts, 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) (modifiée de Foucault et al. 2014).

Hématite, *hematite ou haematite* : oxyde de fer Fe_2O_3 , système rhomboédrique, de formes variées selon la température de cristallisation, granulaire, **bipyramidée***, lenticulaire ou **tabulaire***, **tabulaire hexagonale***, et enfin **lamellaire***, à macles fréquentes, avec certaines faces finement striées. Elle est noire à gris acier (poudre rouge en rayant au couteau), avec des variétés à reflets violacés, grises ou rouges. Elle se forme sous conditions oxydantes en imprégnation, en masse et en **filon*** dans les roches magmatiques alcalines (**granite***, **rhyolite***, **trachyte***, **syénite***), dans des **roches métamorphiques***, et dans les roches altérées (formation secondaire notamment par oxydation des minéraux contenant du fer). Termes associés à éviter : sesquioxyde de fer, **spéculaire***, fer **spéculaire***, **oligiste***, oligiste spéculaire **limonite***, **ocre***, **sanguine*** (modifié de Foucault et al. 2014).

Oxydes et oxyhydroxydes de manganèse, *manganese oxides* : nombreuses variétés d'oxy(hydroxy)des de manganèse, parmi lesquelles sont définies la manganite : MnOOH , système monoclinique, pseudo-orthorhombique ; la pyrolusite : MnO_2 , système quadratique ; l'hausmannite Mn_3O_4 , système quadratique ; la romanéchite : $\text{Ba}_2\text{Mn}_5\text{O}_{10}\cdot n\text{H}_2\text{O}$, système monoclinique, parfois appelée aussi psilomélane ; la todorokite : $(\text{Ca},\text{Na},\text{K})(\text{Mg},\text{Mn}^{2+})\text{Mn}_5\text{O}_{12}\cdot n\text{H}_2\text{O}$, système monoclinique ; la hollandite : $\text{Ba}_{1-2}\text{Mn}_6\text{O}_{16}\cdot n\text{H}_2\text{O}$, système monoclinique. A l'œil nu et en microscopie optique, il est rare qu'ils aient un **habitus*** reconnaissable. Les oxydes de manganèse présentent des états de cristallinité différents qui influencent fortement leur couleur : les formes les mieux cristallisées (souvent très dures) sont fréquemment gris métallique, alors que les oxydes de manganèse faiblement cristallisés (souvent tendres et mal consolidés) sont gris terne à bruns. Les poudres obtenues peuvent être noires intenses, brunes ou gris métallique. Les différentes variétés d'oxydes de manganèse sont stables dans des conditions de pression/température différentes (stabilité thermodynamique propre) ; certaines phases seront donc plus courantes dans les milieux marins (pyrolusite et manganite), d'autres dans les roches métamorphiques (ainsi, la rhodonite métamorphique est souvent altérée en romanéchite dans les gisements des Pyrénées françaises), et d'autres en contexte hydrothermal (veines métallifères de manganite, de pyrolusite...). On les trouve aussi régulièrement en paragenèse avec des oxydes de fer. Les matières colorantes manganéuses les plus couramment identifiées en contexte préhistorique sont la pyrolusite, la manganite et la cryptomélane (d'après Chalmin 2003).

N.B.1 : La romanéchite est parfois nommée psilomélane (son ancien nom). Cependant le terme psilomélane est actuellement tombé en désuétude car il peut aussi désigner un mélange de minéraux à base d'oxydes de manganèse (souvent associés à des oxydes de fer). Ce type de mélange est synonyme de minerai de manganèse dans le domaine industriel. Le nom du minéral psilomélane a perdu sa signification au profit de la désignation par le nom romanéchite caractéristique d'un minéral précis de composition chimique $\text{Ba}_2\text{Mn}_5\text{O}_{10}\cdot x\text{H}_2\text{O}$ selon les dernières normes de minéralogie ; ce que nous appliquerons.

N.B.2 : De même que pour les oxydes de fer, il existe un terme fourre-tout pour les matériaux manganéux à éviter. Le "wad" possède une nature minéralogique mal définie. Il pourrait s'agir d'un mélange d'oxydes de manganèse hydratés et impurs, sans composition fixe. Il présente une substance terreuse, il est tendre et massif, de faible densité. Il est supposé avoir été exploité durant la Préhistoire car il aurait les caractéristiques d'un bon pigment : réduction en poudre facile voire utilisation directe pour réaliser des tracés (Vouvé et al. 1992).

Galène, *galena* : Sulfure de plomb PbS , contenant des traces d'Ag (jusqu'à 1 %), ou de Fe, Zn, Bi etc., système cubique ; en cubes ou octaèdres ; faces parfois courbes et striées ; **macles*** fréquentes ; **clivages*** très faciles suivant les trois directions du cube conférant à la cassure l'aspect de marches d'escalier. Elle présente un vif **éclat métallique*** et une couleur gris de plomb. On la trouve en **imprégnation*** dans des

roches sédimentaires calcaires ou gréseuses, dans des roches volcano-sédimentaires, et surtout dans des **filons***, avec **quartz*** et carbonates, et d'autres minéraux en particulier sphalérite (anciennement blende), **pyrite***, et chalcopryrite (cette association étant communément appelée B.P.G.C.). La barytine (anciennement baryte), fluorite et calcite en particuliers sont aussi fréquemment associées à la galène. Minerais de plomb commun. LPA/LPNA : isotrope (Foucault et al. 2014 ; Deer et al. 2013).

3.4 **Transparence des minéraux** : transparent, translucide ; opaque ; indéterminé ; non observé.

3.5 **Éclat** : métallique ; submétallique ; mat ; gras ; adamantin ; vitreux ; nacré ; irisé ; résineux ; terne ; indéterminé ; non observé.

Éclat, *luster* : décrit l'apparence que peut prendre une surface cristalline lorsqu'elle est correctement éclairée ; l'aspect qu'offre la surface des minéraux lorsqu'elle réfléchit la lumière.

Métallique*, *metallic*

Submétallique*, *submetallic* : la totalité de la lumière n'est pas réfléchi par la surface des minéraux (exemple de l'hématite, la chromite, l'illménite)

Mat*, *lustreless*

Gras*, *greasy*

Adamantin, *adamantine* : qui a un éclat rappelant le diamant (Foucault et al, 2014), qui réfléchit la lumière comme le diamant (soufre, diamant)

Vitreux, *vitreous* : éclat rappelant celui du verre (calcite).

Nacré, *pearly* : éclat rappelant celui de la nacre (exemple des micas blancs)

Iridescent : qui a des reflets brillants, aux couleurs variées (couleurs de l'arc-en-ciel) (d'après CNRTL et Larousse).

Résineux : éclat rappelant celui de la résine (exemple de l'ambre, soufre natif)

Soyeux : éclat rappelant celui de la soie

3.6 **Morphologie** : automorphe ; subautomorphe ; xénomorphe ; automorphe à subautomorphe ; subautomorphe à xénomorphe ; automorphe à xénomorphe ; indéterminée ; non observée.

FAIRE SCHÉMA

Automorphe, *euhedral* : Lorsqu'un cristal peut se développer sans entrave, il prend naturellement une forme polyédrique limitée par des faces planes, des arêtes et des sommets (Foucault et al. 2014).

Subautomorphe, *subhedral* : cristal partiellement limité par des faces planes (ACK).

Xénomorphe, *anhedral* : cas contraire de l'automorphe. Sa forme extérieure est quelconque, et dépend de la place qu'a eu le cristal pour croître, ce qui ne modifie en rien ses autres propriétés liées à l'état cristallin (complétée de Foucault et al. 2014).

3.7 **Habitus des minéraux** : tabulaire ; **tablettes hexagonales** ; lamellaire ; en tonnelet (columnaire) ; aciculaire (ou en aiguille) ; filamenteux ou fibreux ; botryoïdal ; cubique ; prismatique ; octaédrique ; rhomboédrique ; granulaire ; massif ; indéterminé ; non observé.

Habitus*

Tabulaire, *tabular* : minéraux en forme de tablettes, **qui sont plus large que haut, ce sont des minéraux aplatis** (e.g. feldspaths, barytine).

Tabulaire hexagonal, *hexagonal-tabular* : minéraux en forme de tablettes hexagonales (e.g., hématite).

Lamellaire, *platty, flaky* : cet habitus est proche de celui en tablette mais l'épaisseur du cristal y est beaucoup plus faible (e.g., micas, kaolinite) **s'applique aux minéraux tabulaires qui sont clivés et vont se cassés le long des clivages ; ça sépare alors des lamelles pour donner des formes tabulaires lamellaires ; la hauteur est d'autant plus réduite (forme de « paillette »).**

En tonnelet (ou columnaire), *columnar* : minéraux en forme de colonne.

Aciculaire, *acicular* : minéraux en forme d'aiguille : **la hauteur est nettement supérieure à la section ; minéraux allongés.**

Filamenteux ou fibreux, *fibrous* : minéraux formant de grandes fibres tels l'asbeste (amiante) : **la hauteur est très très supérieure à la section. L'allongement est encore plus important que pour les minéraux aciculaires ;**

minéraux allongés.

Botryoïde*

Cubique, *equant* : en forme de cube, leur hauteur, largeur longueur sont égales.

Prismatique, *prismatic* : en forme de prisme, la hauteur est un peu supérieure à la largeur et la longueur donnant des minéraux allongés.

Octaédrique : en forme d'octaèdre

Rhomboédrique :

Granulaire, *granular* : quand un minéral consiste en un agrégat de grains plus ou moins gros.

Massif, *massive* : un minéral composé de matière compacte avec une forme irrégulière sans apparence particulière comme celles décrites au-dessus.

3.8_ Commentaires : préciser si c'est une pseudomorphose d'un autre minérale ou une épigénie d'une autre forme reconnaissable (ex : pseudomorphose de cubes de pyrite en goethite, et épigénie d'entrouques par des oxydes de fer).

3.9_ Sphéricité (cf. charte) : sphérique (si pseudo-sphérique arrondi) ; pseudo-sphérique ; sub-sphérique ; aplati ; plat ; indéterminé ; non observé.

3.10_ Arrondi (cf. charte) : arrondi ; subarrondi ; subanguleux ; anguleux ; indéterminé ; nonobservé.

3.11_ Taille (µm) : taille moyenne

3.12_ taille min (µm) : champs libre

3.13_ taille max (µm) : champs libre

3.14_ Cassure : conchoïdale ; en plans ; irrégulière ; non observée ; indéterminée.

3.15_ Clivage : aucun ; 1 plan ; 2 plans orthogonaux ; 2 plans à 120° ; 3 plans parallèles aux faces ; indéterminé ; non observé.

3.16_ Commentaire libre : préciser dans quelle dimension a été vu ou déterminé le clivage, s'il y a deux familles de taille différentes, et si le clivage est parfait, bon ou mauvais.

FAIRE SCHEMA

Clivage, *cleavage* : familles de plans de faiblesse (anisotropies mécaniques) dans la structure cristalline. Le minéral va donc se briser facilement le long des plans de clivage. Alors qu'il ne se brisera très difficilement selon ses faces cristallines (modifiée de Foucault et al, 2014).

3.17_ Abondance (cf. charte) : champ alphanumérique en pourcentage ; aucun ; abondant (plus de 50 %) ; fréquent (de 25 à 50 %) ; rare (de 10 à 25 %) ; très rare (moins de 10 %) ; indéterminée ; non observée.

3.18_ Tri (cf. charte) : aucun ; très faible ; faible ; modéré ; bon ; très bon ; indéterminé ; non observé.

3.19_ Répartition : non pertinent ; homogène uniforme ; hétérogène uniforme ; hétérogène non uniforme ; au cœur ; en surface ; encroûtement (sur la surface) ; revêtement ; orientations préférentielles ; foliation ; ~~1-lit~~ ; ~~plusieurs lits~~ litage ; alternance de lits ; laminaire ; bimodale ; gradient de couleurs ; granoclassement ; taches non organisées ; concentration isolée ; taches organisées ; répartition concentrique ; remplissages de pores ; remplissage de fracture ; indéterminée ; non observée.

3.20_ Commentaires libres : pour situer, préciser, indiquer le nombre de lits, ... etc.

Répartition : localisation par rapport au reste de la roche (HS, ACK).

‡ **Homogène**, *homogeneous* : Dont tous les éléments sont de même nature et/ou présentent des similitudes de structure, de fonction, de répartition. Dont les caractéristiques, propriétés sont équivalentes en tout point (TLFi, Académie 9ème édition).

Uniforme, *uniform* : qui ne change pas ; qui est toujours le même ; dont les parties sont semblables ; qui ne présente aucune variété dans sa composition (TLFi, DMF 2015).

Non uniforme

‡ **Hétérogène**, *heterogeneous* : Dont les éléments sont de nature différente et/ou présentent des différences de structure, de fonction, de répartition. Ces propriétés sont différentes à l'échelle de la zone (TLFi).

Encroûtement*

Revêtement*

Orientations préférentielles, *preferred orientation* : alignement de grains selon un même axe (souvent celui de l'allongement des grains) (HS et ACK, et modifié d'après Boulvain 2010) *

Foliation, *foliation* : structure des roches dont les minéraux sont arrangés ou aplatis selon des plans parallèles en général lors d'un métamorphisme assez fort. Les minéraux ferromagnésiens présentent cette organisation lorsqu'ils enregistrent le paléomagnétisme. En section, l'aspect est rubané (modifiée de Foucault et al. 2014).

Lit, *bedding* : Ensemble sédimentaire de petite taille (centimétrique à quelques décimètres) de minéraux et **clastes*** compris entre des 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 (modifiée à partir de la définition de "couche" et de "lit" de Foucault et al. 2014).

Alternance de lits, *alternating beddings* or *alternation* : (exemple les BIF : *Banded Iron Formation*) superposition de deux ou plusieurs **lits*** de concentrations variables en minéraux, ou contenant des grains de taille différentes, ou à **porosité*** ou **granoclasement*** différent, se répétant de manière plus ou moins répétitive (modifié d'après Foucault et al. 2014).

Laminaire, *laminar* or *platy* : disposition de constituants d'un sédiment en fines **laminés*** (≤ 1 mm), souvent ondulées, parallèles ou obliques. Ces structures sont d'origines diverses (Foucault et al. 2014) (attention *laminary* : désigne un écoulement non turbulent). On parle de lamines pour désigner les unités individualisées. Les lamines peuvent aussi entourer un grain (cf. **grains revêtus***, **pisolithes***).

Gradient, *gradient* : variation progressive des propriétés de la roche d'une surface à une autre. Il peut s'agir de **couleurs***, de composition des **clastes***, de **poronécrose***, de **granulométrie*** (**granoclasement***), d'**altération***, etc... (HS, ACK, EC)

‡ **Granoclasement** (ou **granuloclasement**), *graded bedding* / *grading* : Classement des grains par taille croissante ou décroissante en fonction de la gravité et de la vitesse des courants dans les sédiments détritiques. Il peut être latéral (variation amont-aval de courant de transport) ou vertical. Généralement, la taille des grains croît de la base vers le haut de la séquence notamment dans les dépôts de crues et les turbidites (modifié d'après Foucault et al. 2014).

Répartition concentrique, *concentric distribution* : **Structure*** concentrique formée de couches d'aspect différent, du fait de la variation de concentrations en éléments lors de la croissance des minéraux, de la formation de la roche ou de son altération (HS ACK).

Remplissage de pores, *pore infillings* : **précipitation*** d'un ou de plusieurs minéraux dans les **pores*** (HS ACK), qui peut se faire par **colmatage*** ou **tapissage*** suite à un processus de **poronécrose***.

Remplissage de fracture, *crack infillings* : **précipitation*** d'un ou de plusieurs minéraux dans les fractures (HS ACK).

3.21_ Altération* des minéraux chromogènes : aucune ; dissolution ; fracturation ; golfes de corrosion ; déformation ; pseudomorphosé par (à préciser) ; **pseudomorphose de (à préciser)** ; épigénisé par (à préciser) ; **épigénie de (à préciser)** ; autre ; indéterminée ; non observée.

3.22_ Commentaires : s'il y en a de plusieurs types, si elles ont des caractéristiques remarquables (intensité, emplacement, par exemple).

Dissolution*, *dissolution* :

Fracturation*, *cracking, fracturation* :

Corrosion, *corrosion* : à l'échelle du minéral ou de l'amas de cristaux, il s'agit d'une altération chimique superficielle d'un cristal par un liquide ou un gaz. La corrosion provoque une perte de matière depuis la surface avec une morphologie caractéristique de type golfe. L'oxydation est une des réactions possibles entraînant la corrosion. Ex. la rouille du fer est la plus connue, on trouve aussi des oxy(hydroxy)des de fer comme résultats de la corrosion des minéraux ferromagnésiens (oxydation), et lorsque des grains de quartz révèlent des golfes de corrosion suite à la perte de silicium en surface (en particulier dans les roches magmatiques) (Cabane 2012 ; Béranger et Talbot).

Golfes de corrosion, *corrosion embayements* : lacune de matière en surface d'un cristal dessinant une forme entrante régulière et arrondie. Cette lacune est due à la destruction locale du cristal par réaction chimique avec le fluide environnant. Les golfes de corrosion ont des contours géométriques réguliers tandis que la **dissolution*** souligne voire révèle la forme cristalline (modifiée d'après Foucault et al. 2014).

Déformation, *deformation* : changement de forme des minéraux à la suite de contraintes mécaniques (modifiée d'après Foucault et al. 2014).

Pseudomorphose*

3.23_ ‡ Degré d'altération : **non pertinent** ; faible (sur moins de 10 % de la surface) ; moyenne (sur 10 à 25 % de la surface) ; fort (sur 25 à 50 % de la surface) ; très fort à total (sur plus de 50 % jusqu'à 100 % de la surface) ; indéterminé ; non observé.

4_STRUCTURE_DES_ROCHES

Structure, *structure* : tout arrangement relatif de composants. Cette notion s'applique à différentes échelles (régionale à atomique). En géologie, on les distingue généralement selon les composants dont on considère les relations, à savoir les structures cristallines (agencement des atomes dans le réseau, système cristallin), minérales (macles, zonation cristalline, etc.), les **structures des roches*** (structure pétrographique : à l'échelle macroscopique, le terme texture étant réservé à l'échelle microscopique), tectonique (ensemble de roches, strates, massifs éruptifs). Ici, il s'agira donc de structure observable à l'œil nu (modifié d'après Foucault et al. , 2014).

4.1_ Habitus des échantillons : sans habitus ; débris ; ~~rognon régulier ; rognon irrégulier ; rognon cérébroïdes ; rognon thalassinoïdes~~ ; terrier fossile ; ~~fragment de filon~~ ; galet ; ~~galet néocortex lisse~~ ; concrétions indifférenciées ; nodule ; pisolithe ; oncolithe ; grains revêtus ; rhizolithe ; microbialite ; botryoïde ; fibroradié ; **mamelonné** ; ~~eroôte~~ ; *hardground* ; plaquette (< 10 cm) ; banc (entre 10 cm et 1 m) ; dalle (> 1 m) ; laminaire ; planaire ; indéterminé ; non observé.

FAIRE SCHÉMA

Commentaire libre : préciser le type de grains revêtu, si le volume est régulier,

Il s'agit de décrire le volume de l'échantillon.

‡**Habitus, habit :** correspond à la morphologie d'un cristal ou d'une roche (Ramade 2008). Ici, l'habitus décrit la forme et l'arrangement externe de la roche.

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

Débris, *rock debris* / *waste* : (d'éboulis ou d'extraction) **fragment*** de roche sans forme particulière aux arêtes plus ou moins émoussées (HS).

~~‡Rognon régulier, *regular nodule* : masse minérale arrondie de forme régulière, enrobée dans une roche de nature différente (REF).~~

~~‡Rognon irrégulier, *irregular nodule* : masse minérale arrondie de forme irrégulière, enrobée dans une roche de nature différente (REF).~~

~~‡Rognon cérébroïde, *brain-like nodule* : qui a l'apparence du cerveau — (pétroarchéologie) rognon qui a une forme ridée comme la surface du cerveau (REF).~~

~~‡Rognon thalassinoïdes (géologie) : le terme a été décrit pour la première fois par Woodward (1830), qui l'a identifié comme un fucoïde (algue) **fossile***. C'est Erenberg en 1944 qui le réinterprète comme une trace d'invertébré — (pétroarchéologie) les rognons forment un réseau complexe de ramifications en terriers interconnectés qui s'étend à la fois verticalement et horizontalement.~~

Terrier fossile, *fossil burrow* : **concrétion*** de formes diverses qui moulent avec des parois plus ou moins épaisses les creusements ou habitats d'animaux pouvant recouper les **structures*** sédimentaires. (HS ACK)

‡Galet, *pebble/cobble* : fragment de roche roulé (4-256 mm), formé par **altération mécanique***, dans les lits des cours d'eau (rivières et fleuves) ou sur les plages, ballotté par les courants et les vagues. En anglais, on fera la différence entre un galet de taille comprise entre 4 et 64 mm (*pebble*) et un de taille comprise entre 64 et 256 mm (*cobble*) (modifié de la *Lithothèque* et de l'office québécois de la langue française, 1989).

‡Galet néocortex lisse : roche roulée caractérisée par une **altération physique*** (mécanique) et une **altération chimique et biologique*** forte, qui ont entraîné une disparition de la **rugosité*** d'origine (REF).

Concrétions (indifférenciées), *concretion* : épaissement par accumulation de matière autour d'un noyau (concrétion ovoïde, subsphérique à sphérique - cf. pisolithe*, nodule* - globuleuse) ou sur une surface (concrétion planaire, plaquage), d'origine biochimique (ex : concrétion algale, cf. microbialite*) ou chimique (ex : concrétion ferrugineuse). Préciser si elle est globuleuse, planaire, etc. (modifié d'après Foucault et al. 2014).

‡Nodule, *nodule* : concrétion centimétrique à décimétrique (> 2 mm), arrondie, lenticulaire, irrégulière, dépourvue de structure interne. Les nodules ont une composition différente de celle de la roche sédimentaire encaissante. Les nodules sont répartis généralement dans le sédiment ou la roche parallèlement à la stratification et peuvent parfois présenter des zonations dues à des variations dans les conditions rédox au cours de leur formation (Boulvain 2010 ; lexique de la *Lithothèque* ; Cayeux 1958 ; Perraud 1963 ; Slansky 1992).

Pisolithe ou pisolite, *pisolith or pisoid* : grains laminés bien arrondis de diamètre supérieure à 2 mm. Ils sont moins communs que les **oolithes*** et se forment dans des environnements spécialisés, tels que les lagons, les lacs, les rivières et les grottes (ces derniers sont aussi appelés "perles des grottes", "*cave pearl*"). Contrairement aux micro-**oncolithes*** ils n'y a pas de preuves évidentes pour une origine biologique (modifiée de Dreesen et al. 2016).

Oncolithe (ou oncoïdes), *oncoïds* : grains de taille milli- à centimétriques, arrondis ou de forme irrégulière fait d'un cortex* laminé (les lamines peuvent s'entrecroiser et sont souvent peu concentriques) et d'un nucleus lithoclastique, bioclastique ou mal défini. Les **lamines*** sont formées par des organismes sessiles encroûtants (principalement des calcimicrobes et des algues, mais aussi d'autres organismes encroûtants comme des foraminifères). Les oncoïdes sont communs dans les environnements lacustres et marins. Les organismes mentionnés précédemment favorisent et initient la précipitation de calcite (dans le cas de calcaire), agissent comme des encroûtants et des ciments, piègent des sédiments fins ou favorisent la lithification syn-sédimentaire. Les oncolithes sont plus grandes que les **oolithes*** (> 2 mm). Les micro-oncolithes sont définis comme étant des grains de taille inférieur à 2 mm qui peuvent être facilement pris

pour des oolithes. Ces derniers cependant ne présentent pas de microstructures biogéniques (modifié de Dreesen *et al.* 2016).

Grain revêtu, *coated grain* : les grains revêtus ont un nucleus plus ou moins bien défini, couvert par un ou plusieurs revêtements de **carbonates*** (ou **ferrugineux***), en général de la **calcite*** finement cristallisée (appelé **cortex***). Dans de nombreux grains revêtus ce **cortex*** est au moins partiellement laminé. Puisque des grains revêtus d'apparence similaire peuvent se former dans des environnements différents, ici, on utilisera simplement une classification descriptive, en suivant Tucker & Wright (1990). Les **oolithes***, les **pisolithes***, et les **oncolithes*** font partie des grains revêtus. Dans les **OIS*** (*oolithic iron stones* - fer oolithique), les revêtements de grains revêtus ferrugineux sont composés de minéraux ferreux ou ferriques (reprécipitations ou précipitations primaires) incluant la **berthierine***, la **chamosite***, la **goethite*** ou l'**hématite*** (d'après Dreesen *et al.* 2016).

Rhizolithes (ou rhyzolite), *rhizolith or rhizolit* : concrétions formées à la périphérie des racines. Soit elles sont générées par des échanges ioniques liés à l'activité biologique de ces racines dans un sol, soit la racine sert de support à la formation d'une **concrétion*** (ACK).

Microbialite, *microbialite* : tapis algaires (ACK)

Botryoïde, *botryoidal* : Littéralement, en forme de grappe de raisin. Amas cristallisé en grappes composées de sphères **fibroradiées*** qui peuvent être submicroniques à centimétriques (Dana, p. 199).

Fibroradié, *masses with radiating fibres* : 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 certaines **concrétions** minérales (par exemple certaines **marcassite***, **pyrite***, **manganite***, **pyrolusite***, **romanéchine***, **hématite***, **goethite***) (modifié d'après Foucault *et al.* 2014).

Mamelonné : (cf. approx. rognon cérébroïde dans la notice Silex) Se dit d'une masse minérale dont le relief de la surface est irrégulier, marqué par des bosses arrondies plus ou moins allongées (AcDK et HS).

Hardground, hardground : Surface **durcie** qu'on retrouve sur des roches d'origine marine, notamment sur des **calcaires***, et souvent imprégnée d'oxydes de fer et de manganèse parfois accompagnés de **glauconite*** et/ou de **phosphates***. Les *hardgrounds* sont des horizons de **cimentation*** syn-sédimentaire qui ont eu lieu à la surface du sédiment ou juste en dessous. On pense que ce sont des dépôts condensés qui traduisent un arrêt de la sédimentation avec ou sans **érosion*** (synonyme : fond durci) (adapté de Foucault *et al.* 2014).

~~Croûte cuirasse, *crust* : horizon pédologique de nature chimique et minéralogique différente du reste du profil de sol, souvent enrichi en oxydes de fer et/ou de manganèse qui peut être plus ou moins fragmenté* (modifié de Lozet et Mathieu 2002).~~

‡Plaquette, *platelet / small plate* : unité ou strate d'une formation sédimentaire limitée au toit et au mur par deux joints de stratification de faible épaisseur - (pétoarchéologie) épaisseur (pluri)-centimétrique (REF).

‡Banc, *strata / layer* : unité ou strate d'une formation sédimentaire limitée au toit et au mur par deux joints de stratification - (pétoarchéologie) épaisseur (pluri)-décimétrique (REF).

‡Dalle, *flagstone* : plaque rocheuse monolithe d'une formation sédimentaire limitée au toit et au mur par deux joints de stratification - (pétoarchéologie) épaisseur (pluri)-métrique (REF).

Laminaire*, *laminar or platy*

Planaire*, *planar*

4.2_ Polarité génétique : critères observés du sommet vers la base de la strate - absente ; fentes de dessiccation ; rides de courant ; organismes fixés ; ichnofossile(s) ; granoclassement ; stratification oblique ; figure de charge ; orientation des cristaux ; autres (à préciser) ; indéterminée ; non observée.

Polarité génétique, *genetic polarity* : Orientation originelle d'une strate géologique par rapport à la gravité, déterminée par différents critères de polarité : 1/ la datation des strates d'une même série stratigraphique (les plus anciennes en bas, les plus jeunes au sommet), 2/ les organismes fixés restés en position de vie (**polypier***, **rudiste***, végétaux, etc.), 3/ les traces d'organismes (**ichnofossile*** : empreintes de pas ou de reptation, **terriers***, excréments **fossiles***), 4/ les figures sédimentaires très nombreuses ou géotropes (fentes de **dessiccation***, **rides***, marques de relief, **figures de charge***) ainsi que 5/ les **structures orientées*** par rapport à la gravité comme un **granoclassement*** ou des **stratifications obliques*** (modifié d'après Foucault et al. 2014).

Fentes de dessic(c)ation, *mud-cracks* : fissures s'ouvrant dans un sol argileux ou un sédiment fin (argiles, marnes), gorgé d'eau, qui se dessèche. Ces fentes dessinent souvent un réseau de polygones qui peut être moulé ou fossilisé par le dépôt d'un nouveau sédiment (modifié de Foucault et al. 2014).

Rides de courant, *Ripple-marks*: **structures*** ondulées et répétées, d'échelle centimétrique, observables à la surface d'un banc, construites par les mouvements de l'eau. Les rides de courant (*current ripples*) sont de forme asymétrique (pente forte en aval, pente faible en amont) et résultent de l'action d'un courant unidirectionnel (fleuve ou marée). Les rides de vague (*wave ripples*) sont de forme symétrique et résultent du mouvement oscillatoire de l'eau dû à l'action du vent (houle) (Boulvain 2010).

Organismes fixés, *fixed growth* : **Fossiles*** d'organismes fixés à la surface du sédiment. On les trouve en sommet de banc (REF).

‡Granoclassement*, *graded bedding*

Stratification oblique, *cross bedding ou cross stratification* : Dans une strate ou une formation sédimentaire détritique, on peut observer une superposition de **lits*** élémentaires disposés obliquement par rapport aux limites de la strate ou de la formation. Très souvent, cette obliquité est minimale ou même nulle à la base de la strate et augmente en s'élevant dans celle-ci, jusqu'à atteindre parfois une trentaine de degrés. La strate ou la formation plus récente reposant par-dessus vient recouper ces **structures***. Les causes de ses dispositions toujours liées à l'agitation du milieu de sédimentation sont, dans le détail, très variées (courants fluviaux ou marins, houle, vent,...) (modifié de Foucault et al. 2014).

Ichnofossile, *ichnofossil* : trace **fossile** de la marche ou de la progression d'un animal (pistes), de son habitat (terriers de vers en forme de U, perforation dans des coquilles ou dans des roches), et plus généralement tout vestige de son activité (déjections...) (modifié de Foucault et al. 2014).

Figure de charge, *lode cast* : Figures généralement préservées à la surface inférieure des strates sableuses, lorsqu'elles sont superposées à des matériaux argileux hydroplastiques. Les formes sont variées, depuis de simples déformations locales jusqu'à des protubérances encore solidaires de la strate sableuse voire complètement détachées. A l'origine de ces déformations, on note surtout une charge de recouvrement inégalement répartie : le comblement de figures d'**érosion***, des **rides*** ou la création d'une interface ondulée suite à la propagation d'une onde sismique. L'occurrence des figures de charges n'est pas restreinte à un environnement particulier. La condition primordiale de leur genèse est un rééquilibrage des pressions dans le sédiment avec développement de déformations à l'interface sable/boue (Boulvain et Dumont, 2019).

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 ; indéterminée ; non observée.

4.4_ Commentaires libres sur la dureté :

Tendre, *soft* : rayable à l'ongle

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

Dur, *hard* : raye une lame de couteau en acier

4.5_ Cassure, *fracture* : conchoïdale, irrégulière ; en plans ; écailleuse ; conchoïdale et irrégulière ; irrégulière et en plans ; conchoïdale et en plans ; conchoïdale et irrégulière et en plans ; indéterminée ; non observée.

Cassure, *fracture* : (géologie, pétrologie) La cassure désigne l'aspect de la surface d'une roche ou d'un cristal qui, après avoir subi une contrainte, se brise en présentant des surfaces de fracture à géométrie particulière selon la nature de la roche ou du minéral. La cassure révèle souvent la cohésion et la **structure de la roche*** (HS et ACK).

FAIRE SCHÉMA

Conchoïdale, *conchoidal fracture* : en forme de coquille (typiquement : obsidienne).

Cassure irrégulière, *uneven fracture* : sans géométrie particulière.

Écailleuse, *splintery fracture* : (ou cassure esquilleuse) cassure intermédiaire entre conchoïdale et irrégulière.

En plans, *planar fracture* : orientée selon des **structures*** particulières et parallèles de la roche.

4.6_ Commentaires libres sur la cassure :

4.7_ Cohésion : meuble ; friable ; plastique ; cohésive ; non observée ; indéterminée

4.8_ Commentaires libres sur la cohésion :

Cohésion (ou cohésivité), *cohesion* : propriété d'une roche permettant à ses composants de rester solidaires. La résistance aux frottements et à la pression traduit la cohésion de la roche (modifié d'après CNRTL et Boulvain 2010).

Consolidé, *consolidated* : roche dont les éléments sont reliés par une matière interstitielle que l'on appelle **liant*** (**matrice*/ciment*/verre**). Par exemple, les **grès*** sont les équivalents consolidés des sables, les **argilites*** des argiles (modifié d'après CNRTL, Boulvain 2010).

Meuble (ou non consolidé), *unconsolidated / loose* : matière dont les éléments ne sont pas liés entre eux, ne sont pas consolidés ; matière qui est composée de particules libres (ou non cohésive, ex : sable ocreux, poudre, sable, matière pulvérulente...) (modifié d'après CNRTL, Boulvain 2010).

Friable, *crumbly / friable* : matière peu voire moyennement **cohésive*** qui a tendance à s'effriter (perte de particules, grains...) notamment lors des manipulations, ou par grattage à l'ongle (peu cohésif, ex : marne) (modifié d'après CNRTL, Boulvain 2010).

Plastique : matière cohésive mais non consolidée qui peut se déformer **et le reste** (ex : argiles) (modifié d'après CNRTL, Boulvain 2010).

Cohésive, *cohesive* : propriété de la matière consolidée, qui ne peut pas être déformée (par simple pression, mais nécessite l'utilisation d'outil pour la réduction en poudre) ni perdre des particules par des manipulations habituelles (ex : basalte, granite, marbre, etc.) (modifié d'après CNRTL, Boulvain 2010).

4.9_ Structure de la roche

Structure de la roche (ou **structure*** pétrographique, texture, fabrique, pétrofabrique), *structure / texture*. Ce qui

décrit l'arrangement relatif des composants de la matière et leurs formes. Ici, il s'agit de l'organisation interne de la roche ; les composants sont des **minéraux*** et/ou des **clastes*** (modifié d'après Foucault et al. 2014).

4.10_ Structure de la roche (forme et agencement) : orientée ; fibroradiée ; massive homogène uniforme ; massive hétérogène uniforme ; massive hétérogène non uniforme ; massive indéterminée ~~pas de structure particulière~~ ; autre (à préciser) ; indéterminée ; non observée

Massive : sans organisation particulière.

⊕ **Homogène, homogeneous** : Dont tous les éléments sont de même nature et/ou présentent des similitudes de structure, de fonction, de répartition. Dont les caractéristiques, propriétés sont équivalentes en tout point (TLFi, **Académie 9ème édition**).

Uniforme, uniform : qui ne change pas ; qui est toujours le même ; dont les parties sont semblables ; qui ne présente aucune variété dans sa composition (TLFi, DMF 2015).

Non uniforme

⊕ **Hétérogène, heterogeneous** : Dont les éléments sont de nature différente et/ou présentent des différences de structure, de fonction, de répartition. Ces propriétés sont différentes à l'échelle de la zone (TLFi).

Orientation* : à **préciser** dans le champs suivant

Fibroradié*

4.10_ Type d'orientation de la roche : ~~aucun~~ ~~ras~~ ; ~~1 lit~~ ; ~~plusieurs lits~~ ; litage ; alternance de lits ; laminaire ; **schistosité** ; foliation ; **orientation des clastes** ; gradient de couleur ; granoclassement ; taches organisées ; répartition concentrique ; indéterminé ; non observé.

4.11_ Commentaires libres sur la structure : autres observations

AJOUTER LES foliation* etc.

schistosité

litage (cf. lit*) : organisation en lit.

4.12_ Fractures

4.13_ Type de fractures : joint ; faille ; veine ; aucune ; indéterminé ; non observé

Fracture*

joint, *joint* : Fracture sans déplacement

faille, *fault* : cisaillement, désigne les fractures dont le déplacement se fait dans le plan.

veine, *veins* : fractures en extension, remplies ou non par une autre matière

4.14_ Remplissage de fracture : ~~aucun~~ ~~ras~~ ; fracture sans remplissage ; fracture avec remplissage ; indéterminé ; non observé

4.15_ Nature du ou des remplissages de fracture : ~~ras~~ ; ~~aucun~~ non pertinent ; **liste de minéraux reconnaissables s'il y a lieu (cf. liste de minéraux 8.2)** ; ~~autre~~ ; indéterminé ; non observé.

4.16_ Orientation de la ou des fractures : ~~non pertinent~~ ; aucune ; suit les structures ; coupe les structures ; suit et coupe les structures ; indéterminée ; non observée.

4.17_ Taille de la ou des fractures (µm) :

4.17.1_ **largeur de la fracture (μm)** : largeur moyenne de la fracture

4.17.2_ **longueur de la fracture (μm)** : largeur moyenne de la fracture

4.18_ **Commentaire sur les fractures** : champs libre. **Par exemple, indiquer si ce sont des fractures thermiques, etc.**

4.19_ **Porosité, porosity** (cf. charte) : absente ; primaire ; secondaire ; interclastique ; intraclastique ; boxworks ; fenestrée ; moldique ; de chenaux ; intercrystalline ; de fracture ; géodique ; vacuolaire ; indéterminée ; non observée.

‡Porosité, *porosity* : Ensemble des espaces entre les grains non comblés, ou comblés dans un deuxième temps (Chouquette et Pray (1970), Moore (2001)).

‡Porosité primaire, *primary porosity* : **porosité*** créée au moment du dépôt et conservée lors de la **diagenèse***, (syn. porosité de pores*) - (Pétroarchéologie) **porosité*** créée lors de la **diagenèse*** siliceuse (Chouquette et Pray 1970, Moore 2001).

‡Porosité secondaire, *secondary porosity* : **porosité*** formée dans les sédiments après leur dépôt. - (Pétroarchéologie) **porosité*** créée lors de l'évolution de la roche (Chouquette et Pray 1970, Moore 2001).

‡Porosité interclastique ou intergranulaire, *interparticle porosity* (pétrographie) : qui correspond à l'espace laissé libre entre les éléments figurés (Chouquette et Pray 1970, Moore 2001).

‡Porosité intraclastique ou intragranulaire, *intraparticle porosity* (pétrographie) : vides formés à l'intérieur des éléments figurés (Chouquette et Pray 1970, Moore 2001).

‡Boxworks, *boxwork* : type de **porosité*** intraparticulaire qui concerne particulièrement la **dissolution*** différentielle de certains minéraux en conservant leur forme originale (p. ex. boxworks rhomboédriques de dolomie ; boxworks cubiques de pyrite) (Chouquette et Pray 1970, Moore 2001).

‡Porosité fenestrée, *fenestral porosity* : **porosité*** caractérisée par la présence de pores isolés (Chouquette et Pray 1970, Moore 2001).

‡Porosité moldique, *moldic porosity* : **porosité*** de moulage, **porosité*** secondaire provoquée par la **dissolution*** d'un constituant particulier de la roche (Chouquette et Pray 1970, Moore 2001).

‡Porosité de chenaux, *channel porosity* : vide créé entre deux parties d'une même roche qui ne sont plus en contact mais dont les limites sont irrégulières. Ce type de **porosité*** est souvent le résultat d'activité biologique dans les sédiments (Chouquette et Pray 1970, Moore 2001).

‡Porosité inter cristalline, *inter-crystalline porosity* (ou de joint de grains) (sédimentologie) : elle est constituée par les pores situées entre les cristaux d'une roche. Il s'agit essentiellement d'une microporosité, qu'il est même souvent difficile de discerner au microscope (Chouquette et Pray 1970, Moore 2001).

‡Porosité de fissure ou de fracture, *fracture porosity* : **porosité*** due à l'existence de **fractures*** et diaclases ouvertes dues à la rupture ou l'éclatement d'une roche (Chouquette et Pray 1970, Moore 2001).

‡Porosité géodique, *vuggy porosity* ou *geod porosity* : vides résultants du développement de géodes dans les roches (Chouquette et Pray 1970, Moore 2001).

‡Porosité vacuolaires (pétrographie), *vesicular porosity* : une **porosité*** constituée par les vides laissés par la **dissolution partielle*** ou **totale*** de certains éléments figurés ou à la présence de bulles de gaz dans leur

solidification. La forme de ces espaces est souvent irrégulière (modifié du lexique de la *Lithothèque* et de l'article "vacuolaire" de Foucault et al. 2014).

4.21_ Abondance (cf. charte) : **non pertinent** ; champ alphanumérique en pourcentage ; abondant (plus de 50%) ; fréquent (de 25 à 50%) ; rare (de 10 à 25%) ; très rare (moins de 10%) ; indéterminée ; non observée.

4.22_ Taille, on définit la taille à partir du diamètre apparent ou du plus grand axe pour des pores allongés : **non pertinent** ; **macropores** ; **mésopores** ; **micropores** ; **macro et micropores** ; **méso et micropores** ; **macro et mésopores** ; **indéterminée** ; **non observée**.

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

4.23_ Répartition de la porosité : **liste à choix multiples** : **non pertinent** ; **homogène uniforme** ; **hétérogène uniforme** ; **hétérogène non uniforme** ; au cœur ; orientations préférentielles ; ~~foliation~~ ; alternance de lits ; ~~plusieurs lits~~ ; ~~1 lit~~ litage ; bimodale ; gradient ; **classement de taille** ; groupements non organisés ; concentration isolée ; groupements organisés ; ~~zonation~~ ; répartition concentrique ; indéterminée ; non observée.

4.24_ Commentaires libres : pour situer, préciser, indiquer le nombre de **lits**... etc.

Répartition *

homogène*

hétérogène *

uniforme*

non uniforme*

~~foliation~~*

alternance de lits *

lit *

‡Bimodal, *bimodal* : présence de deux tailles de grains, de pores... en tous points de l'échantillon (REF).

Gradient*

Orientations préférentielles*

~~Zonation~~*

Répartition concentrique*

4.25_ Nature des remplissages de la porosité : liste fermée : **non pertinent** ; aucun ; **siliceux** ; **carbonaté** ; **argileux** ; **ferrugineux** ; **manganeux** ; **autre** (à préciser) ; **indéterminé** ; **non observé**.

4.26_ Commentaires libres : préciser les minéraux reconnaissables

4.27_ Type de liant : aucun ; matrice ; ciment ; **matrice et ciment** ; **plusieurs ciments** ; autre ; indéterminé ; non observé.

4.28_ Commentaire libre : indiquer le nombre de ciments

Liant : phase entre les **grains*** et les éléments figurés. Pour les roches magmatiques on utilisera plutôt le terme de verre.

Matrice, *matrix* : boue microcristalline (le plus souvent <4 µm) souvent argileuse ou carbonatée qui s'est infiltrée entre les grains au moment du dépôt d'un sédiment (syngénétique). Elle se distingue du **ciment*** par sa genèse car le ciment précipite entre les grains ultérieurement durant la **diagenèse*** (post-génétique). Attention, le terme micrite est réservé aux boues carbonatées microcristallines (modifié de l'article "micrite" de Boulvain, 2010).

Ciment, *cement* : phase minérale précipitée dans la porosité du sédiment lors de la **diagenèse***, c'est-à-dire après le dépôt. Liant entre eux des éléments figurés, le ciment remplit les espaces intergranulaires ce qui

consolide les sédiments. Il résulte en général d'une précipitation chimique, finement à largement cristallisée : il s'agit le plus souvent de calcite, de silice, d'oxyde de fer, ou de divers carbonates, silicates, oxydes, phosphates ou encore sulfates. La matière le composant vient souvent en partie des débris eux-mêmes qui se dissolvent préférentiellement à leurs points de contact (lors de la **diagenèse***). Attention, le terme sparite est réservé aux ciments carbonatés (modifié de Boulvain, 2010 et Foucault et al. 2014) (et voir **cimentation***).

4.29_ Minéralogie du liant: **non pertinent** ; siliceux ; carbonaté ; argileux ; ferrugineux ; manganoux ; autres (à préciser) ; indéterminée ; non observée.

Nature minéralogique du **liant***

Siliceux, *siliceous* : contenant de forte quantité de silice amorphe ou cristalline.

Carbonaté, *carbonated* : dont la composition est à majorité de carbonates.

Argileux, *argillaceous / clayish* : contenant de forte quantité d'argile ou qui possède les propriétés de l'argile.

Ferrugineux, *ferruginous* : qui contient du fer ou l'un de ses composés ferreux (Fe^{2+}) ou ferriques (Fe^{3+}) (d'après Foucault et Raoult, 2005).

Manganoux, *manganous* : contenant de forte quantité de manganèse ou de l'un de ses composés (REF).

4.30_ Abondance (cf. charte) : champ alphanumérique en pourcentage ; **non pertinent** ; abondant (plus de 50 %) ; fréquent (de 25 à 50 %) ; rare (de 10 à 25 %) ; très rare (moins de 10 %) ; indéterminé ; non observée.

4.31_ Répartition du liant

4.32_ Commentaire sur le liant : champ libre (granulométrie...), **en cas de liants multiples, préciser leur nature minéralogique respective, leur répartition, leur abondance respective.**

4.33_ Matrice

4.34_ Minéralogie de la matrice

4.35_ Abondance de la matrice

4.36_ Répartition de la matrice

4.37_ Commentaire libre sur la matrice

4.38_ Ciment

4.39_ Minéralogie du ciment

4.40_ Abondance du ciment

4.41_ Répartition du ciment

4.42_ Commentaire libre sur le ciment

5_ LES ELEMENTS FIGURES

Eléments figurés : tous ce qui est inclus dans un **ciment*** ou une **matrice*** et qui est reconnaissable soit par sa morphologie soit par sa composition d'une taille assez importante pour se distinguer de la matrice ou du ciment : fossiles, bioclastes, lithoclastes, grains revêtus.

Claste, clast : **fragment*** de **crystal***, de **fossile***, ou de roche inclus dans une roche. Ce terme est souvent utilisé comme suffixe pour désigner une catégorie de **clastes*** selon leur nature : ex. **lithoclastes***, **bioclastes***,

porphyroclastes (**fragment*** de **crystal*** dans une roche métamorphique) ; ou selon leur origine : ex. **intraclastes***, **extraclastes***, endoclastes, exoclastes (modifié d'après Foucault et al. 2014).

5.1_ LES LITHOCLASTES

lithoclastes, *lithoclast* : débris de roche remaniés dans une roche ou un sédiment dont la nature peut être variée (modifiée de Foucault et al. 2014).

5.2_ Nombre de lithoclastes différents : champ numérique contraint

5.3_ Habitus des fragments : ~~sans habitus~~ ; non pertinent ; débris ; rognon ; galet ; concrétions indifférenciées ; botryoïde ; fibroradié ; **mamelonné** ; laminaire ; planaire ; indéterminé ; non observé.

Commentaire libre :

Habitus*

5.4_ lithologie des lithoclastes : non pertinent ; calcaire ; dolomie ; grès ; siltite ; argilite ; quartzite ; silex ; chert ; roche volcanique ; roche plutonique ; roche métamorphique ; indéterminée ; non observée.

Calcaire, *limestone* : roche sédimentaire carbonatée contenant au moins 50% de **calcite*** CaCO_3 pouvant être accompagnée d'un peu de **dolomite***, d'aragonite et de **sidérite***. Ils sont de faible dureté (rayé au couteau), et font effervescence à l'HCl 10% (les dolomies font peu effervescence). Dans la plupart des cas ils tirent leur origine de l'accumulation de squelettes, de coquilles, de tests calcaires... Une petite part résulte de précipitations chimiques ou biochimiques. Ils sont souvent formés en milieu marin ou lacustre (extrait de Foucault et Raoult, 2005).

Dolomie, *dolomite* : roche sédimentaire carbonatée contenant 50% ou plus, de carbonate, dont la moitié au moins sous forme de **dolomite*** (Ca, Mg) (CO_3). Le terme englobe en pratique les dolomies pures (90 à 100% de dolomite) et les dolomies calcarifères ou calcareuses (50 à 90% de dolomite). Les dolomies ne font pas/peu effervescence à froid avec un acide dilué (HCl à 10%) ce qui les différencie des **calcaires*** (extrait de Foucault et Raoult, 2005).

‡Grès, *sandstone* : (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*~~, ~~silcrète*~~ : à cassure de moins en moins **irrégulière***) ; 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 (REF).

Siltite, *siltstone* ou *siltite* : roche sédimentaire détritique consolidée dérivant d'un silt donc à grains de taille compris entre 1/256 mm (3.9 μm) et 1/16 mm (62.5 μm). Selon les auteurs, le mot pélite peut être employé dans le sens de silts fins déposés dans un milieu plus calme, par décantation ; il s'agit en fait de limons (silts fins + moyens) ; dans ce cas le mot siltite est employé pour désigner les roches composées de silt grossiers. D'autres auteurs utilisent le terme indifféremment pour désigner des **siltite*** et **argilite*** (modifié d'après Foucault et al. 2014, classification granulométrique USDA).

‡**Argilite**, *argilite* : (ou lutite, pélite, ou *rock clay*, *claystone*) roche finement détritique argileuse et faisant pâte avec l'eau, grains non visibles sur le terrain puisque leur taille est $< 3.9 \mu\text{m}$. Elles contiennent majoritairement des minéraux argileux. Elles peuvent être finement laminées et contenir des débris de tests. Elles peuvent être en alternance avec des bancs plus grossiers (REF).

‡**Quartzite**, *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. Dans les quartzites, la porosité, le ciment et la matrice ont disparu (REF).

‡Silcrète, *silcrete* (pétrographie) : roche siliceuse d'origine sédimentaire, compacte, à cassure conchoïdale dont le plan de cassure recoupe les grains. Une silcrète est constituée de cristaux de **quartz*** présentant une couronne de **recristallisation***. Roche siliceuse issue de formations continentales superficielles ou sub-superficielles (1902-1907 chez G.W. Lamplugh). Leur origine fait suite à un apport hydrique vadose de silice et à sa précipitation dans un sol (silcrète pédogénétique) ou dans une formation située dans la zone phréatique (silcrète phréatique). En pédologie, sorte de (micro)conglomérat (sables, graviers) cimenté par de la silice et par extension croûte siliceuse (cf. dico géol).

Roche volcanique, *volcanic rock* : **roche magmatique*** partiellement cristallisée composée de phénocristaux visibles à l'œil nu noyés dans une "pâte" microcristalline, la mésostase cristallisée (les minéraux, microlites, ne sont pas visibles à l'œil nu) et/ou vitreuse (absence de microlites, phase amorphe).

Roche plutonique, *plutonic rock* : **roche magmatique*** entièrement cristallisée et constituée de phénocristaux visibles à l'œil nu.

Roche métamorphique, *metamorphic rock* : les roches métamorphiques correspondent à d'anciennes roches (sédimentaires, magmatiques voire métamorphiques) dont les assemblages minéralogiques se sont rééquilibrés dans de nouvelles conditions de pression, température, déformation, fluides....

5.5_ Origine : non pertinent ; intraclastes ; extraclastes ; indéterminée ; non observée.

‡Intraclaste, *intraclast* : **lithoclastes*** du même âge et de même nature que le sédiment qui les contient ; i.e., formation synchrone de la roche (modifié de Foucault et Raoult, 2005 et de la Lithothèque).

‡Extraclastes, *extraclast* : **lithoclastes*** d'âge différent - i.e., formation diachrone (antérieure) - et de nature distincte du sédiment -ou de la roche- qui les contient (REF).

5.6_ Taille (mm), on définit la taille à partir du diamètre apparent ou du plus grand axe pour des grains allongés. La taille moyenne, sera une estimation quelque soit le nombre de lithoclastes considérés. S'il n'y en a qu'un, alors Taille min = taille max = taille moyenne.

5.6.1_ Taille minimum (mm) :

5.6.2_ Taille maximum (mm) :

5.6.3_ Taille moyenne (mm) :

5.7_ Tri (cf. charte) : non pertinent ; très bon ; bon ; modéré ; faible ; très faible ; aucun ; indéterminé ; non observé.

5.8_ Répartition : non pertinent ; homogène uniforme ; hétérogène uniforme ; hétérogène non uniforme ; au cœur ; orientations préférentielles ; alternance de lits ; litage; bimodale ; gradient ; granoclassement ; groupements non organisés ; concentration isolée ; groupements organisés ; répartition concentrique ; indéterminée ; non observée.

‡Non observée : son observation n'est pas suffisante pour le caractériser.

Répartition *

Homogène*

Hétérogène *

Orientations préférentielles *

Litage*

Bimodale*

Alternance de lits *

Lit *

Gradient*

‡Orientée, *preferred orientation* : les éléments figurés allongés présentent tous une orientation similaire ; généralement dans l'axe de la S_0 (stratification).

Gradient, *gradient* : variation progressive des **lithoclastes*** d'une surface à une autre.

‡Granoclassement *

Zonation*

Répartition concentrique*

‡Bimodal*, *bimodal*

‡Ras : rien à signaler car il n'y a pas de clastes.

5.9_ Abondance (cf. charte) : champ alphanumérique en pourcentage ; **non pertinent** ; abondant (plus de 50%) ; fréquent (de 25 à 50 %) ; rare (de 10 à 25 %) ; très rare (moins de 10 %) ; indéterminée ; non observée.

5.10_ Sphéricité (cf. charte) : **non pertinent** ; pseudo-sphérique ; sub-sphérique ; aplati ; plat ; indéterminé ; non observé.

5.11_ Arrondi (cf. charte) : **non pertinent** ; arrondi ; subarrondi ; subanguleux ; anguleux ; indéterminé ; non observé.

5.12_ Contacts entre les grains : cf. charte : **non pertinent** ; absents ; ponctuels (points de contacts) ; longs (surfaces de contacts) ; **mixtes (longs et ponctuels)** ; **sutured** ; ~~orientation préférentielle...~~ ; indéterminés ; non observés.

5.13_ Commentaires : concernant leur état de conservation (fissurés, dissous...), l'orientation des grains, leur répartition, leur couleur...

10 colonnes à répéter autant de fois qu'il y a de lithoclastes différents

6_GRAINS_BIOCLASTES : **ATTENTION, il n'y a PAS DE REFERENCES POUR LES DEFINITIONS DES BIOCLASTES !!! Il reste des hyperliens qui conduisent à Wikipedia... (cf. Coraux).**

6.1_ LES BIOCLASTES :

‡**bioclastes** : éléments figurés exclusivement constitués par des restes de fossiles

6.2_ Les gastéropodes : aucun ; Helicidés ; Limnées ; Planorbes ; Potamides ; indéterminés ; non observé — **champs multivaleurs**

‡**Gastéropode, gastropod** : classe de mollusque univalve caractérisé par un pied élargi servant à la reptation ou la natation et dorsalement par une masse viscérale enfermée dans une coquille univalve hélicoïdale (Moureau et Brace, 2000). La partie interne des tours (spires) est appelée columelle.

‡Hélicidés, *Helicidae* : mollusques gastéropodes pulmonés terrestre à coquille en hélice ;

‡Limnées, *Lymnaea* : genre de mollusques gastropodes pulmonés d'eau douce à coquille fusoidale ou en pointe conoïdale enroulée en spirale à tours réguliers, croissant rapidement à terminal ample, lisse et finement striés par les accroissements.

‡Planorbes, *planorbids* : genre de mollusques gastropodes pulmonés d'eau douce, à coquille presque discoïdale à enroulement en spirale hélicoïdale et aplatie ;

‡Potamides, *potamides* : genre de mollusques gastropodes d'eau douce ou saumâtre, à coquille en pointe plus ou moins conique, formée par l'enroulement d'une spirale à tours variables bombés, lisses ou ornés.

6.3_ État des gastéropodes : **non pertinent** ; fragments anguleux centimétriques ; fragments anguleux millimétriques ; fragments anguleux inframillimétriques ; débris de toutes tailles ; entiers ; roulés ; encroûtement ; ferruginisés ; **épigénisé par (à préciser)** ; dissous ; indéterminé ; non observé.

6.4_ Taille (mm), on définit la taille à partir du diamètre apparent ou du plus grand axe pour des grains allongés. **La taille moyenne, sera une estimation quelque soit le nombre de bioclastes du même type considérés. S'il n'y en a qu'un, alors Taille min = taille max = taille moyenne.**

6.4.1_ Taille minimum (mm) :

6.4.2_ Taille maximum (mm) :

6.4.3_ Taille moyenne (mm) :

6.5_ Tri (cf. charte) : **non pertinent** ; très bon ; bon ; modéré ; faible ; très faible ; aucun ; indéterminé ; non observé.

6.6_ Répartition : **non pertinent** ; **homogène uniforme** ; **hétérogène uniforme** ; **hétérogène non uniforme** ; au cœur ; orientations préférentielles ; alternance de lits ; **litage** ; bimodale ; gradient ; granoclassement ; groupements non organisés ; concentration isolée ; groupements organisés ; répartition concentrique ; indéterminée ; non observée.

‡Non observée : son observation n'est pas suffisante pour le caractériser.

Répartition *

Homogène*

Hétérogène *

‡Orientée*, *preferred orientation*

Alternance de lits*

Lits*

‡Granoclassement *

Zonation*

‡Ras : rien à signaler car il n'y a pas de gastéropodes .

6.7_ Abondance (cf. charte) : champ alphanumérique en pourcentage ; **non pertinent** ; abondant (plus de 50 %) ; fréquent (de 25 à 50 %) ; rare (de 10 à 25 %) ; très rare (moins de 10 %) ; indéterminé ; non observée.

6.8_ Contact entre les grains : cf. charte : **non pertinent** ; absents ; ponctuels (points de contacts) ; longs (surfaces de contacts) ; **mixtes (longs et ponctuels)** ; **sutured** ; ~~orientation préférentielle...~~ ; indéterminés ; non observés.

6.9_ Commentaires libres : concernant leur état de conservation (fissurés, dissous...), leur orientation,leur répartition, leur couleur, une précision sur leur nature...

6.10_ Autres macrofaunes : aucun ; bivalve ; brachiopodes ; ostracodes; rudistes; bryozoaires ; stellérides; polypiers; autres (à préciser); indéterminé ; non observé — champs multivaleurs

‡**Bivalve, bivalve** : organisme à symétrie bilatérale, protégé par une coquille carbonatée (calcite et aragonite) à deux valves et présentant chacune un crochet. Chez les bivalves le plan de symétrie passe généralement entre les deux valves. Syn. Lamellibranche, Pélécyrope, ostracode, mollusque et brachiopodes.

‡Brachiopode, *brachiopod* : organisme à coquilles carbonatée, bivalve fixée, à symétrie bilatérale et présentant du coté dorsal un crochet perforé (foramen). A l'opposé des lamellibranches le plan de symétrie est perpendiculaire au plan d'accolement des deux valves. Le foramen permet le passage du pédoncule de fixation.

‡Ostracode, *ostracod* : groupe de crustacés à corps non segmentés enfermés dans une coquille bivalve chitineuse et souvent calcaire. Les valves sont articulées dorsalement par une charnière et sont dissymétriques. Les ostracodes sont le plus souvent benthiques, parfois planctoniques (Myodocopides) ; ils vivent dans tous les types d'eaux douces à hypersalines, calmes à agitées. L'évolution très rapide des caractères des ostracodes en fait de bons **fossiles*** stratigraphiques. Leur classification prend en compte la forme, l'ornementation des valves, les charnières, les empreintes musculaires et les autres structures internes. Les charnières sont variées et classées en trois groupes (adonte, mérodonte et amphidonte). Leur adaptation spécifique à des milieux variés fait des ostracodes de bons indices paléoenvironnementaux.

‡Rudiste, *rudist* : (Mésozoïque, disparition à la fin du Maastrichtien) mollusque fossile lamellibranche à coquille longue et épaisse, dissymétrique, l'une des valves est hypertrophiée, et l'autre réduite forme un couvercle.

‡Bryozoaires, *bryozoa* (Cambrien à l'actuel) : qualifie des organismes coloniaux constructeurs sessiles surtout marins. Chaque individu (zoïde) est logé dans une cellule (zoécie) et relié aux autres membres de la colonie par une paroi poreuse (septule). Parmi les six ordres de bryozoaires reconnus, au sein des roches sédimentaires, seuls deux ordres de bryozoaires (les cyclostomes* et les chélostomes*) sont représentés. Le zoarium (squelette d'une colonie ou ensemble des zoécies) se présente sous la forme d'un édifice bioconstruit de forme cylindrique, branchue, libre ou lamellaire (encroûtante). Leur classification est basée sur la forme des loges, la forme de la colonie et la position de l'ouverture. Dans la grande majorité des cas, les bryozoaires se retrouvent dans les mers chaudes et peu profondes, bien que certaines espèces peuvent vivre jusqu'à 500 mètres de profondeur.

‡Stellérides, *Stelleroidea* : classe d'**échinodermes*** comprenant les astéries (étoiles de mer) et les ophiures

‡Polypiers : l'animal lui-même s'appelle le *polype*. Ils adoptent généralement une forme de cône ou de coupe plus ou moins évasées, de section circulaire, ovale, ou irrégulière. Ils sont fixés au substrat par la partie la plus étroite qui fait office de base. Le sommet est presque toujours occupé par une série de cloisons disposées en étoile, qui correspondent à autant de replis de la paroi extérieure du polype. Ces cloisons, ou *septes*, sont fixées à la paroi extérieure du polypier, appelée *muraille*. Elles convergent vers le centre et se rejoignent éventuellement sur un axe central appelé *columelle*, qui peut être massif, plus ou moins lacunaire ou spongieux, parfois absent. L'ensemble des septes s'appelle le *calice*.

6.11_ Etat des autres macrofaunes : **non pertinent** ; fragments anguleux centimétriques ; fragments anguleux millimétriques ; fragments anguleux inframillimétriques ; débris de toutes tailles ; entiers ; roulés ; encroûtement ; ferruginisés ; **épigénisé par (à préciser)** ; dissous ; indéterminé ; non observé.

6.12_ Taille (mm), on définit la taille à partir du diamètre apparent ou du plus grand axe pour des grains allongés. **La taille moyenne, sera une estimation quelque soit le nombre de bioclastes du même type considérés. S'il n'y en a qu'un, alors Taille min = taille max = taille moyenne.**

6.12.1_ Taille minimum (mm) :

6.12.2_ Taille maximum (mm) :

6.12.3_ Taille moyenne (mm) :

6.13_ Tri (*cf.* charte) : **non pertinent** ; très bon ; bon ; modéré ; faible ; très faible ; aucun ; indéterminé ; non observé.

6.14_ Répartition : **non pertinent** ; **homogène uniforme** ; **hétérogène uniforme** ; **hétérogène non uniforme** ; au cœur ; orientations préférentielles ; alternance de lits ; **litage** ; bimodale ; gradient ; granoclassement ; groupements non organisés ; concentration isolée ; groupements organisés ; répartition concentrique ; indéterminée ; non observée.

‡Non observée : son observation n'est pas suffisante pour le caractériser.

Répartition *
 Homogène*
 Hétérogène *
 Orientations préférentielles *
 Foliation*
 Alternance de lits*
 Lits*
 Gradient*
 Granoclassment, *
 Zonation*

‡Ras : rien à signaler car il n'y a pas de clastes.

6.15_ Abondance (cf. charte) : champ alphanumérique en pourcentage ; **non pertinent** ; abondant (plus de 50 %) ; fréquent (de 25 à 50 %) ; rare (de 10 à 25 %) ; très rare (moins de 10 %) ; indéterminée ; non observée.

6.16_ Commentaires libres : concernant leur état de conservation (fissurés, dissous...), leur orientation, leur répartition, leur couleur, une précision sur leur nature...

6.17_ Les algues et bactéries : aucune ; algues ; diatomées ; cyanobactéries ; stromatolithes ; indéterminée ; non observée— champs multivaleurs

‡**Diatomées, diatoms** (Toarcien ? ou Barrémien à l'actuel) : groupe d'algues unicellulaires chlorophylliennes planctoniques ou benthiques (Bacillariophycées). Dulçaquicoles ou marines, leur accumulation massive dans certains sédiments a donné naissance aux diatomites. Seules les frustules (coque ou lorica) siliceuses se conservent. Leur systématique repose sur la forme et l'ornementation des frustules. On distingue les diatomées centrales (à valves rondes ou polygonales et à symétrie radiale des pores), les pennales (à valves elliptiques disposition bilatérale des pores).

‡**Cyanobactéries, cyanobacteria** (ou cyanophytes, *cyanophyta*) : Ce sont des algues bleues et d'après la nomenclature communément admise (Rippka et al. 1979), elles se répartissent en 5 ordres : les chroococcales, les pleurocapsales, les oscillatoriales, les nostocales, et les stigonématales. Ces organismes se présentent sous la forme d'assemblage de petits bâtonnets non cloisonnés d'une longueur inférieure à 100 µm et ont tendance à former des filaments engagés dans la constitution des stromatolithes*.

‡**Stromatolithes, stromatolites** (Précambrien à l'actuel) : structures laminées de taille variable (millimétrique à métrique) dues à l'activité des algues (**Rhodophycées*** et **Cyanophycées***) constituées principalement de particules détritiques piégées ou de minéraux précipités se présentant sous forme de tapis à structures laminaires très variées : plates, convexes ou sphériques. Les stromatolithes actuels atteignent leur développement maximum à la limite supérieure de l'étage intertidal (Purser 1980). Fondée sur leur morphologie, la classification de Logan et al. (1964) est très pratique à utiliser en termes descriptifs.

6.18_ État des bactéries et algues : **non pertinent** ; fragments anguleux centimétriques ; fragments anguleux millimétriques ; fragments anguleux inframillimétriques ; débris de toutes tailles ; entiers ; roulés ; encroûtement ; ferruginisés ; **épigénisé par (à préciser)** ; dissous ; indéterminé ; non observé.

6.19_ Taille (mm), on définit la taille à partir du diamètre apparent ou du plus grand axe pour des grains allongés. La taille moyenne, sera une estimation quelque soit le nombre de bioclastes du même type considérés. S'il n'y en a qu'un, alors Taille min = taille max = taille moyenne.

6.19.1_ Taille minimum (mm) :

6.19.2_ Taille maximum (mm) :

6.19.3_ Taille moyenne (mm) :

6.20_ Tri (cf. charte) : **non pertinent** ; très bon ; bon ; modéré ; faible ; très faible ; aucun ; indéterminé ; non observé.

6.21_ Répartition : **non pertinent** ; **homogène uniforme** ; **hétérogène uniforme** ; **hétérogène non uniforme** ; au cœur ; orientations préférentielles ; alternance de lits ; **litage** ; bimodale ; gradient ; granoclassement ; groupements non organisés ; concentration isolée ; groupements organisés ; répartition concentrique ; indéterminée ; non observée.

‡Non observée : son observation n'est pas suffisante pour le caractériser.

Répartition *

Homogène*

Hétérogène *

Orientations préférentielles *

Foliation*

Alternance de lits*

Lits*

Gradient*

Granoclassement, *

Zonation*

‡Ras : rien à signaler car il n'y a pas de clastes.

6.22_ Abondance (cf. charte) : champ alphanumérique en pourcentage ; **non pertinent** ; abondant (plus de 50%) ; fréquent (de 25 à 50%) ; rare (de 10 à 25%) ; très rare (moins de 10%) ; indéterminée ; non observée.

6.23_ Commentaires libres : concernant leur état de conservation (fissurés, dissous...), leur orientation, leur répartition, leur couleur, une précision sur leur nature...

6.24_ Les foraminifères : aucun ; foraminifères benthiques ; foraminifère planctonique ; indéterminés ; non observé — champs multivaleurs

‡**Foraminifères, foraminifers** : ils forment le groupe le plus important de **microfossiles***, tant par leur nombre que par leur abondance dans les roches carbonatées et siliceuses. L'ordre est connu depuis le Cambrien. Ils regroupent des êtres unicellulaires caractérisés par le test* (formation endosquelettique secrétée ou construite par **cimentation***) constitué par une succession de loges. Ces dernières sont séparées par des cloisons (septes) et communiquent entre elles par un petit trou, le foramen. L'intérieur du test est souligné par une membrane chitineuse (mucopolysaccharide) généralement bien conservée dans les silex. Il peut être composé d'une seule loge, on parle alors de test uniloculaire ou monothalme, ou être formé par la coalescence de plusieurs loges, les tests pluriloculaires ou polythalamés. La classification est fondée sur le nombre, la forme et l'arrangement des loges ; la forme, la nature et la position de l'ouverture ; le type d'ornementation (côtes, épines, granules, carène...) et la nature du test* (**carbonaté, chitineux, rarement siliceux**). Il est à noter que les foraminifères sont marqués par un fort dimorphisme lié au cycle reproductif : une même espèce est tantôt petite avec un grand proloculus (phase asexuée) ou grande avec un petit proloculus (phase sexuée). La phase sexuée est bien plus rare chez les organismes actuels que la phase asexuée. Pareillement, les études génétiques tendent à montrer qu'une même espèce peut former des tests de morphologies distinctes et que deux espèces différentes peuvent sécréter des tests dont la forme converge (Holzmann et al. 1998). La détermination des ensembles écologiques et la valeur stratigraphique des foraminifères **fossiles*** sont cependant bien corrélées avec les autres indices paléontologiques, validant la classification paléontologique. Si la plupart des foraminifères sont marins, certains se sont adaptés aux eaux saumâtres, mais la famille qui vit en eau douce est inconnue à l'état **fossile***. Il existe deux milieux de vie : benthique et planctonique. L'embranchement des Foraminifera a traversé différentes crises au fil de son histoire géologique. Au Cambrien, les premiers membres du phylum forment des tests uniloculaires agglutinés, les tests microgranulaires et fibreux se développent au Siluro-Dévonien, et au Carbonifère apparaissent les premiers foraminifères multiloculaires à loges

cloisonnées. La crise permo-triassique frappe de plein fouet les populations de foraminifères. Au Jurassique, à la faveur du *bottle neck* induit par la disparition de certains ordres et de la conquête de nouvelles niches écologiques se développe la classe des miliolidés et les planctoniques vrais (*Globuligerina*). Au crétacé, la diversité et la quantité de foraminifères, benthiques ou planctoniques, atteignent leur point d'acmé, puis le déclin des grands benthiques, amorcé lors de la crise Crétacé-Tertiaire, s'amplifie à l'Oligocène (baisse drastique de la diversité des lituolidés, des alvéolinidés, des nummulitidés), au Miocène (disparition des Orbitoïdes) et encore aujourd'hui où ces foraminifères sont en voie d'extinction. Les petits benthiques et les planctoniques sont par contre largement représentés parmi la microfaune marine.

‡ Foraminifères benthiques, *benthic foraminifer* : , *benthic foraminifer* : foraminifères qui vivent à l'interface eau-sédiment, dans la zone photique. Ils sont particulièrement abondants et diversifiés en domaine de plateforme. Ils peuvent également vivre dans l'eau saumâtre des estuaires ou dans des lagunes sursalées. Parmi les foraminifères benthiques, certains vivent sur le fond à la surface du sédiment ou sont enfouis dans celui-ci (endofaune), alors que d'autres vivent sur des supports végétaux, rocheux ou des particules (épifaune) (ref., Boura et al. 2014).

‡ Foraminifères planctoniques, *planktonic foraminifer* : à l'inverse des foraminifères benthiques qui vivent sur le fond, les foraminifères planctoniques sont passivement entraînés par les courants, mais susceptibles d'effectuer des migrations verticales de plusieurs centaines de mètres dans la colonne d'eau lors de leur cycle de vie.

6.25_ Etat des foraminifères : non pertinent ; fragments anguleux centimétriques ; fragments anguleux millimétriques ; fragments anguleux inframillimétriques ; débris de toutes tailles ; entiers ; roulés ; encroûtement ; ferruginisés ; épigénisé par (à préciser) ; dissous ; indéterminé ; non observé.

6.26_ Taille (mm), on définit la taille à partir du diamètre apparent ou du plus grand axe pour des grains allongés. La taille moyenne, sera une estimation quelque soit le nombre de bioclastes du même type considérés. S'il n'y en a qu'un, alors Taille min = taille max = taille moyenne.

6.26.1_ Taille minimum (mm) :

6.26.2_ Taille maximum (mm) :

6.26.3_ Taille moyenne (mm) :

6.27_ Tri (cf. charte) : non pertinent ; très bon ; bon ; modéré ; faible ; très faible ; aucun ; indéterminé ; non observé.

6.28_ Répartition : non pertinent ; homogène uniforme ; hétérogène uniforme ; hétérogène non uniforme ; au cœur ; orientations préférentielles ; alternance de lits ; litage ; bimodale ; gradient ; granoclassement ; groupements non organisés ; concentration isolée ; groupements organisés ; répartition concentrique ; indéterminée ; non observée.

‡ Non observée : son observation n'est pas suffisante pour le caractériser.

Répartition *

Homogène*

Hétérogène *

Orientations préférentielles *

Foliation*

Alternance de lits*

Lits*

Gradient*

Granoclassement, *

Zonation*

‡Ras : rien à signaler car il n'y a pas de clastes.

6.29_ Abondance (cf. charte) : champ alphanumérique en pourcentage ; **non pertinent** ; abondant (plus de 50%) ; fréquent (de 25 à 50%) ; rare (de 10 à 25%) ; très rare (moins de 10%) ; indéterminée ; non observée.

6.30_ Commentaires libres : concernant leur état de conservation (fissurés, dissous...), leur orientation, leur répartition, leur couleur, une précision sur leur nature...

6.31_ Nature des coraux : aucun ; hexacoralliaires ; tabulés ; alcyonaires ; indéterminés ; non observé - champs multivaleurs

‡**Corail, coral** (Cambrien à l'actuel) : Les coraux sont des animaux (polypes) de l'embranchement des Cnidaires, caractérisés par un squelette **calcaire***, qui vivent souvent en colonie dans des mers chaudes et peu profondes. Ils sont de bons **fossiles*** de faciès, indicateurs d'un milieu de faible profondeur aux eaux agitées dont la température est comprise entre 20 et 30°C. Leur valeur stratigraphique est limitée puisque la détermination générique est très difficile pour les **fossiles*** car fondée sur les parties molles non conservées lors de la fossilisation.

‡Hexacoralliaires, *Hexacorallia* (Trias – actuel) : Les Hexacoralliaires se développent à partir du Trias et se perpétuent jusqu'à aujourd'hui. Les polypes, de forme cylindrique et cloisonnés par des lames (septes) présentent en plus d'une symétrie radiaire, une symétrie d'ordre six ou d'un multiple de six. Ce sont les Madréporaires, Coralliaires ou coraux au sens strict.

‡Tabulés, *tabulate corals* (Ordovicien – Permien) : les tabulés sont des formes récifales coloniales uniquement Paléozoïques de formes massives ou ramifiées. Les polypes élémentaires sont des tubes cylindriques isolés où associés entre eux appelés les tubes stoloniaux. Ces tubes sont coupés par des planchers horizontaux ou obliques. Les polypes communiquent entre eux par des pores muraux.

‡Alcyonaires, *Alcyonaria* (or *octocorallia*) (Trias – actuel) : Les Alcyonaires construisent des polypes de petite taille à paroi mince dont la cavité gastrique est séparée par huit cloisons disposées à équidistance les unes des autres (p. ex. les gorgones).

6.32_ Etat des coraux : **non pertinent** ; fragments anguleux centimétriques ; fragments anguleux millimétriques ; fragments anguleux inframillimétriques ; débris de toutes tailles ; entiers ; roulés ; encroûtement ; ferruginisés ; **épigénisé par (à préciser)** ; dissous ; indéterminé ; non observé.

6.33_ Taille (mm), on définit la taille à partir du diamètre apparent ou du plus grand axe pour des grains allongés. **La taille moyenne, sera une estimation quelque soit le nombre de bioclastes du même type considérés. S'il n'y en a qu'un, alors Taille min = taille max = taille moyenne.**

6.33.1_ Taille minimum (mm) :

6.33.2_ Taille maximum (mm) :

6.33.3_ Taille moyenne (mm) :

6.34_ Tri (cf. charte) : **non pertinent** ; très bon ; bon ; modéré ; faible ; très faible ; aucun ; indéterminé ; non observé.

6.35_ Répartition : **non pertinent** ; **homogène uniforme** ; **hétérogène uniforme** ; **hétérogène non uniforme** ; au cœur ; orientations préférentielles ; alternance de lits ; **litage** ; **bimodale** ; gradient ; granoclassement ; groupements non organisés ; concentration isolée ; groupements organisés ; répartition concentrique ; indéterminée ; non observée.

‡Non observée : son observation n'est pas suffisante pour le caractériser.

Répartition *
 Homogène*
 Hétérogène *
 Orientations préférentielles *
 Foliation*
 Alternance de lits*
 Lits*
 Gradient*
 Granoclassement, *
 Zonation*

‡Ras : rien à signaler car il n'y a pas de clastes.

6.36_ Abondance (cf. charte) : champ alphanumérique en pourcentage : **non pertinent** ; abondant (plus de 50%) ; fréquent (de 25 à 50%) ; rare (de 10 à 25%) ; très rare (moins de 10%) ; indéterminée ; non observée.

6.37_ Commentaires libres : concernant leur état de conservation (fissurés, dissous...), leur orientation, leur répartition, leur couleur, une précision sur leur nature...

6.38_ Les échinodermes : aucun ; crinoïdes ; entroques ; ossicules ; pinnules ; sclérites ; indéterminé ; non observé — champs multivaleurs

‡**Échinodermes, echinoderm** : embranchement d'animaux marins caractérisés par un exosquelette constitué de plaques calcitiques et un système ambulacraire. Ces organismes présentent en général une symétrie d'ordre cinq. Ils sont benthiques et vivent donc à l'interface eau-sédiment, à toutes profondeurs, libres ou fixés selon les espèces. Ils se répartissent en onze ordres : les astéries (Astoridae), les ophiures, (Ophiuridae), les holothuries (Holothuridae), les **crinoïdes*** (Crinoidea) et les oursins ou **échinides*** (Echinoidea). Les restes d'échinodermes sont fréquents dans les sédiments des plateformes par l'accumulation des débris squelettiques (calcaires à **entroques***, calcaires à astéries,...).

‡Crinoïdes, *crinoid* (Ordovicien à l'actuel) : groupe d'**échinodermes*** actuels et surtout **fossiles*** généralement fixés par un pédoncule sur un substrat marin. Ils sont constitués par un calice régulier muni de bras, porté par le pédoncule. Cette tige, longue de quelques décimètres jusqu'à plusieurs mètres, est formée de plaques ou articles superposées perforées par un canal axial ; en section, elle peut être circulaire, elliptique, carrée, pentagonale, ou étoilée (Pentacrines du Lias). On les trouve dans les carbonates le plus souvent sous forme d'articles désolidarisés (**entroques***) à symétrie pentaradiée et à cassure spathique miroitante, chaque article étant un monocristal de calcite. L'accumulation des plaques de Crinoïdes dans les sédiments a donné naissance aux calcaires à entroques.

‡Entroque, *crinoid fragment (or Indian beads)* : article de **crinoïde*** à symétrie pentaradiée pourvu d'un canal axial et à clivages réfléchissants. Au microscope : ils présentent un assemblage de grains monocristallins de calcite biotique spongieuse à ponctuations ordonnées révélées par des impuretés lors de la fossilisation.

‡Ossicules, *ossicle* : petites structures ou plaques qui forment le squelette endodermique des **échinodermes***.

‡Pinnules, *pinnule* : ramifications latérales sur les bras de certaines **crinoïdes***.

‡Sclérites, *sclerite* : osselets composants le squelette des **holothuries***. Ce sont des plaques calcitiques fenestrées ou grillagées, circulaires ou ovales en formes de roues ou de disques. Certaines sont en forme d'ancre de marine.

6.39_ Etat des échinodermes : **non pertinent** ; fragments anguleux centimétriques ; fragments anguleux millimétriques ; fragments anguleux inframillimétriques ; débris de toutes tailles ; entiers ; roulés ; encroûtement ; ferruginisés ; **épigénisés par (à préciser)** ; dissous ; indéterminé ; non observé.

6.40_ Taille (mm), on définit la taille à partir du diamètre apparent ou du plus grand axe pour des

grains allongés. La taille moyenne, sera une estimation quelque soit le nombre de bioclastes du même type considérés. S'il n'y en a qu'un, alors Taille min = taille max = taille moyenne.

6.40.1_ Taille minimum (mm) :

6.40.2_ Taille maximum (mm) :

6.40.3_ Taille moyenne (mm) :

6.41_ Tri (cf. charte) : **non pertinent** ; très bon ; bon ; modéré ; faible ; très faible ; aucun ; non observé.

6.42_ Répartition : **non pertinent** ; **homogène uniforme** ; **hétérogène uniforme** ; **hétérogène non uniforme** ; au cœur ; orientations préférentielles ; alternance de lits ; **litage** ; **bimodale** ; gradient ; granoclassement ; groupements non organisés ; concentration isolée ; groupements organisés ; répartition concentrique ; indéterminée ; non observée.

‡Non observée : son observation n'est pas suffisante pour le caractériser.

Répartition *

Homogène*

Hétérogène *

Orientations préférentielles *

Foliation*

Alternance de lits*

Lits*

Gradient*

Granoclassement, *

Zonation*

‡Ras : rien à signaler car il n'y a pas de clastes.

6.43_ Abondance (cf. charte) : champ alphanumérique en pourcentage ; **non pertinent** ; abondant (plus de 50 %) ; fréquent (de 25 à 50 %) ; rare (de 10 à 25 %) ; très rare (moins de 10 %) ; indéterminée ; non observée.

6.44_ Commentaires libres : concernant leur état de conservation (fissurés, dissous...), l'orientation des grains, leur répartition, leur couleur, une précision sur leur nature...

6.45_ Les échinides : aucun ; radioles ; ossicules ; tubercules ; aire interambulacraire ; aire ambulacraire ; indéterminés ; non observé— champs multivaleurs

‡**Échinides, echinid** (Ordovicien à l'actuel) : Ces organismes benthiques appartiennent au groupe des **Échinodermes***. Ils possèdent un squelette à structure réticulée, fait de l'assemblage de plaques de calcite microcristalline. Deux grands groupes classés sur la forme des individus sont distingués : les oursins réguliers et les oursins irréguliers. Des oursins entiers sont assez fréquemment conservés par silicification (notamment dans les terrains sénoniens, Cayeux 1958) ou par ferruginisation, dans les roches. Ils sont en général retrouvés sous la forme de **fragments*** de **plaques*** ou de **radioles***. Cet état les rendant impossibles à déterminer, leur valeur stratigraphique est réduite voire nulle. La présence d'échinidés dans les **fossiles*** est indicatrice d'un milieu marin de faible profondeur généralement assez agité.

‡Radioles, *radioles* : piquants d'oursin.

‡Plaques, *plaques* : le squelette de l'oursin est formé par un assemblage d'éléments calcaires nommées plaques ou ossicules. Ces dernières se présentent sous deux types différents assemblés pour former les **aires ambulacraires*** et **interambulacraires***.

‡Tubercules, *tubercles* : supports des radioles ou piquants.

‡Aire ambulacraire, *ambulacral grooves* : elle correspond aux rangées de paires de pores (cf. **porosité***).

‡Aire interambulacraire, *ambulacral ridge* : chez les oursins elle correspond aux rangées qui portent les **tubercules***.

6.46_ Etat des échinides : **non pertinent** ; fragments anguleux centimétriques ; fragments anguleux millimétriques ; fragments anguleux inframillimétriques ; débris de toutes tailles ; entiers ; roulés ; encroûtement ; ferruginisés ; **épigénisé par (à préciser)** ; dissous ; indéterminé ; non observé.

6.47_ Taille (mm), on définit la taille à partir du diamètre apparent ou du plus grand axe pour des grains allongés. **La taille moyenne, sera une estimation quelque soit le nombre de bioclastes du même type considérés. S'il n'y en a qu'un, alors Taille min = taille max = taille moyenne.**

6.47.1_ Taille minimum (mm) :

6.47.2_ Taille maximum (mm) :

6.47.3_ Taille moyenne (mm) :

6.48_ Tri (cf. charte) : **non pertinent** ; très bon ; bon ; modéré ; faible ; très faible ; aucun ; indéterminé ; non observé.

6.49_ Répartition : **non pertinent** ; **homogène uniforme** ; **hétérogène uniforme** ; **hétérogène non uniforme** ; au cœur ; orientations préférentielles ; alternance de lits ; **litage** ; **bimodale** ; gradient ; granoclassement ; groupements non organisés ; concentration isolée ; groupements organisés ; répartition concentrique ; indéterminée ; non observée.

‡Non observée : son observation n'est pas suffisante pour le caractériser.

Répartition *

Homogène*

Hétérogène *

Orientations préférentielles *

Foliation*

Alternance de lits*

Lits*

Gradient*

Granoclassement, *

Zonation*

‡Ras : rien à signaler car il n'y a pas de clastes.

6.50_ Abondance (cf. charte) : champ alphanumérique en pourcentage ; **non pertinent** ; abondant (plus de 50%) ; fréquent (de 25 à 50%) ; rare (de 10 à 25%) ; très rare (moins de 10%) ; non observée.

6.51_ Commentaires libres : concernant leur état de conservation (fissurés, dissous...), leur orientation, leur répartition, leur couleur, une précision sur leur nature...

6.52_ Les spongiaires : aucun ; moxanes; triaxones; toxes; hexactinellidés; démosponges; mégasclères; microsclères; indéterminés ; non observé — champs multivaluers

‡**Spongiaires, sponges or porifera** (Précambrien à l'actuel) : métazoaire fixé à paroi criblée de pores permettant la circulation de l'eau dans une cavité centrale. La nature chimique du squelette des spongiaires permet une première classification. Certaines espèces sont uniquement formées de tissus

mous et ne sont donc pas conservées (*Myxosponges*). D'autres possèdent un endosquelette rigide de nature siliceuse (silicisponges) ou calcaire (calcisponges) constituées de **spicules***. Les éponges siliceuses sont des **fossiles*** mieux connus. Elles sont divisées en deux groupes : les **Hexactinellides*** comprenant (les Lyssacines et les Dictyonines) et les **Démospouges*** (*Tétracladina*) auxquelles on rattache *Lithistida*.

- ‡ Non observés : son observation n'est pas suffisante pour le caractériser.
- ‡ Moxanes : **spicules*** à un axe avec une ou deux pointes (monoactine, diactine).
- ‡ Triaxone : **spicules*** à trois axes perpendiculaires.
- ‡ Toxes : **spicule*** siliceux de petite taille (microscèle) en forme d'arc ou d'accent circonflexe, et présent chez les **Démospouges*** (Spongiaires).
- ‡ Hexactinellidés, *hexactinellids* : Les Hexactinellidés, dont certaines espèces peuvent vivre jusqu'à 6000 m de profondeur, se développent aujourd'hui massivement entre 200 m et 500 m, bien qu'un approfondissement progressif de leur milieu de vie au fil des temps géologiques a été constaté dans les enregistrements **fossiles***. Cette classe se caractérise par une architecture osseuse résultant de l'association de **spicules triaxones*** hexactines (trois branches associées perpendiculairement selon les 3 axes de l'espace et formant six pointes). On distingue les lyssacines dont les spicules sont à peine soudés ou indépendants les uns des autres, des dictyonines chez lesquelles le réseau de spicules est dictyonal (réseau squelettique solide composé de mailles régulièrement cubiques de spicules hexactines soudés symétriquement). Pour ces dernières, les nœuds du réseau squelettique peuvent être pleins (sous-famille des Hexactinosa) ou ajourés (sous-famille des Lychnicosa).
- ‡ Démospouges, *demosponges* : groupe de **spongiaire*** siliceux qui désigne les éponges présentes dans tous les environnements aquatiques (lacustre, marin, polaire, tropical, abyssal profond,...). Leur squelette est formé de deux composants : des **spicules*** (ou mégascèles et microscèles siliceux) et du collagène. Les spicules sont très solidement articulés les uns aux autres. Ils sont monoaxones ou tetraxones à canal médullaire formant un triangle au croisement des axes. Cette classe est fréquente dans les mers chaudes relativement peu profondes. Les demosponges forment un groupe hétérogène regroupant trois familles distinctes :
 - Les monactinellides dont les spicules sont **monaxones*** (développés autour d'un seul axe). Ceux-ci sont dits monactines, s'ils ne présentent qu'une pointe et diactines s'ils en ont deux. Ces éponges croissent sur les littoraux dans la zone de balancement des marées.
 - Les tetractinellides, qui vivent aux environs de 90 m de profondeur, se distinguent par leurs squelettes siliceux composés de spicules tetraxones (quatre branches associées comme les perpendiculaires menées du centre d'un tétraèdre régulier vers les surfaces).
 - Les lithistides sont affiliées aux mers chaudes de faible profondeur, entre 100 m et 350 m. Leurs **spicules***, caractéristiques, sont déformés par un revêtement secondaire de silice (les desmes).
- ‡ Mégascèles de Démospouges, *Demosponges' megasccleres* : **spicules*** de grande taille (de 10 µm à 1 mm), qui participent au squelette. Ils sont divisés selon le nombre d'axes de symétrie : un seul axe (mégascèle **moxane***) ou quatre axes (mégascèle tétraxone) et de rayons ou pointes (monoactine, diactine, tétractine).
- ‡ Mégascèles d'Hexactinellides, *Hexactinellids' megascclere* : **spicules*** de grande taille (de 10 µm à 1 mm) à trois axes perpendiculaires (mégascèle triaxone), dont les axes déterminent six branches formant un ensemble hexactine.
- ‡ Microscèles, *microsccleres* : **spicules*** de petite taille (de 1 à 100 µm) qui ne participent pas au squelette, à symétrie compliquée et souvent décorés.

6.53_ Etat des spongiaires : **non pertinent** ; fragments anguleux centimétriques ; fragments anguleux millimétriques ; fragments anguleux inframillimétriques ; débris de toutes tailles ; entiers ; roulés ; encroûtement ; ferruginisés ; **épigénisé par (à préciser)** ; dissous ; indéterminé ; non observé.

6.54_ Taille (mm), on définit la taille à partir du diamètre apparent ou du plus grand axe pour des grains allongés. **La taille moyenne, sera une estimation quelque soit le nombre de bioclastes du même type considérés. S'il n'y en a qu'un, alors Taille min = taille max = taille moyenne.**

6.54.1_ Taille minimum (mm) :

6.54.2_ Taille maximum (mm) :

6.54.3_ Taille moyenne (mm) :

6.55_ Tri (cf. charte) : **non pertinent** ; très bon ; bon ; modéré ; faible ; très faible ; aucun ; indéterminé ; non observé.

6.56_ Répartition : **non pertinent** ; **homogène uniforme** ; **hétérogène uniforme** ; **hétérogène non uniforme** ; au cœur ; orientations préférentielles ; alternance de lits ; **litage** ; **bimodale** ; gradient ; granoclassement ; groupements non organisés ; concentration isolée ; groupements organisés ; répartition concentrique ; indéterminée ; non observée.

‡Non observée : son observation n'est pas suffisante pour le caractériser.

Répartition *

Homogène*

Hétérogène *

Orientations préférentielles *

Foliation*

Alternance de lits*

Lits*

Gradient*

Granoclassement, *

Zonation*

‡Ras : rien à signaler car il n'y a pas de clastes.

6.57_ Abondance (cf. charte) : champ alphanumérique en pourcentage ; **non pertinent** ; abondant (plus de 50%) ; fréquent (de 25 à 50%) ; rare (de 10 à 25%) ; très rare (moins de 10%) ; non observée.

6.58_ Commentaires libres : concernant leur état de conservation (fissurés, dissous...), leur orientation, leur répartition, leur couleur, une précision sur leur nature...

7_MACRO_GRAINS-OIDES

7.1_ Les grains revêtus :

Grains revêtus, *coated grains* : les grains revêtus ont un nucleus plus ou moins bien défini, couvert par un ou plusieurs revêtements de **carbonates*** (ou **ferrugineux***), en général de la **calcite*** finement cristallisée (appelé **cortex***). Dans de nombreux grains revêtus ce **cortex*** est au moins partiellement laminé. Puisque des grains revêtus d'apparence similaire peuvent se former dans des environnements différents, ici, on utilisera simplement une classification descriptive, en suivant Tucker & Wright (1990). Les **oolithes***, les **pisolithes***, et les **oncolithes*** font partie des grains revêtus. Dans les **OIS*** (*oolithic iron stones* - fer oolithique), les revêtements de grains revêtus ferrugineux sont composés de minéraux ferreux ou ferriques (reprécipitations ou précipitations primaires) incluant la **berthierine***, la **chamosite***, la **goethite*** ou l'**hématite*** (Dreesen et al. 2016).

Cortex (d'un grain revêtu), *cortex (of a coated grains)* : désigne l'empilement des laminations concentriques (cf. **laminaire***) finement cristallisées formées par précipitation biologique ou chimique constituant

l'enveloppe du grain revêtu. Attention à ne pas confondre avec le cortex du silex (inspiré de Boulvain, 2010 et Dreesen et al. 2016. Cas particulier des **sphérolites***.

7.2_ Type des grains revêtus : aucun ; oncoïdes ; pisolithes; oncolites ; bioclastes roulés ; oolites ; cortoïdes ; spastholites ; intraclastes oolitisés ; lithoclastes oolitisés ; oolites superficielles ; oolites multicouches ; oolites composites ; sphérolites; péloïdes ; *vadoids* ; indéterminé ; non observé.

Oncolithes (ou oncoïdes), *oncoliths* : grains de taille milli- à centimétriques, arrondis ou de forme irrégulière fait d'un cortex* laminé (les lamines peuvent s'entrecroiser et sont souvent peu concentriques) et d'un nucleus lithoclastique, bioclastique ou mal défini. Les **lamines*** sont formées par des organismes sessiles encroûtants (principalement des calcimicrobes et des algues, mais aussi d'autres organismes encroûtants comme des foraminifères). Les oncoïdes sont communs dans les environnements lacustres et marins. Les organismes mentionnés précédemment favorisent et initient la précipitation de calcite (dans le cas de calcaire), agissent comme des encroûtants et des ciments, piègent des sédiments fins ou favorisent la lithification syn-sédimentaire. Les oncolithes sont plus grandes que les oolithes (>2 mm). Les micro-oncolithes sont définis comme étant des grains de taille inférieure à 2 mm qui peuvent être facilement pris pour des oolithes. Ces derniers cependant ne présentent pas de microstructures biogéniques (modifié de Dreesen et al. 2016).

Pisolithes ou pisolites, *pisoliths* or *pisoids* : grains laminés bien arrondis de diamètre supérieure à 2 mm. Ils sont moins communs que les oolithes et se forment dans des environnements spécialisés, tels que les lagons, les lacs, les rivières et les grottes (ces derniers sont aussi appelés "perles des grottes", "cave pearl"). Contrairement aux micro-oncolithes ils n'y a pas de preuves évidentes pour une origine biologique (modifiée de Dreesen et al. 2016).

Oolithes (ou ooïdes), *ooliths* : grains revêtus sphériques à ellipsoïdaux à nucleus entouré d'un **cortex***, de diamètre < 2mm, dont au moins la partie extérieure est finement laminée de manière concentrique. Ils proviennent de milieux dont les eaux sont peu agitées et fortement concentrées en calcite (exemple actuel de la grande plate-forme des Bahamas). Leur minéralogies et structures corticales sont variées et dépendent de leur âge géologique, leur mode de formation et leur histoire diagénétique. Le nucleus est généralement un grain détritique (ex. un grain de sable de quartz), un claste de calcaire ou un bioclaste (Dreesen et al. 2016).

‡Oolithes superficielles, *superficial oolids* : oolite à une ou deux lamines corticales (Pomerol et al. 2005 ; Dreesen et al. 2016).

Oolithes multicouches, *multi-layered oolids* : nucleus entouré de nombreuses lamines concentriques (Dreesen et al. 2016).

Oolithes composites (ou multiples), *composite or multiple oolids* : une oolite dont le nucleus est composé de plusieurs oolithes (Dreesen et al. 2016).

Bioclastes roulés, *rounded bioclasts* : un bioclaste entouré d'une lamine de **concrétion*** sub-sphérique à sphérique (Dreesen et al. 2016).

Cortoïdes (ou bahamite), *cortoids* : grain recouvert d'une enveloppe micritique (cf. **micrite***) ; ce sont des **bioclastes***, **oolithes*** ou **lithoclastes***, dont la périphérie montre une enveloppe micritique non laminée (apparaît comme une enveloppe sombre en lame mince). Cette enveloppe provient de la micritisation (due aux effets des organismes encroûtants et des bactéries), un processus par lequel les marges du grain carbonaté, ou le grain complet, sont remplacées par des carbonates crypto- à micro-cristallins (micrite) (Dreesen et al. 2016).

‡Spastholites, *spastoliths* : oolites déformées lors de la **compaction***, souvent aplaties avec régulièrement une séparation des couches corticales de leur cortex (Pomerol et al. 2005 ; Dreesen et al. 2016).

‡Sphérolites, *radial oolids* or *spherulite/sphaerolite* : oolite dont le **cortex*** montre une structure radiaire (vraisemblablement suite à la **recristallisation*** du **cortex*** à lamination concentrique d'une oolithe)

(Purser 1980, Dreesen et al. 2016, Boulvain 2010). (cf. **laminaire***)

‡Vadoïdes, *vadoïds* : grains plus ou moins arrondis issus d'un remplacement épigénétique (par micritisation (cf. **micrite***) ou silicification) d'un corps organique développé dans un environnement vadose (zone de percolation) (Peryt, 1983). Forme fréquente dans les silcrètes pédogénétiques. (cf. **épigénie***)

‡Péloïdes, *peloids* : grains micritiques non squelettiques sans nucléus ni structure interne (entre 100 et 500 µm) à la morphologie plus ou moins régulière plutôt ovoïde, parfois en bâtonnets (Purser, 1980). Ces péloïdes peuvent avoir pour origine des pelotes fécales, la micritisation d'autres grains, des fragments de tapis algaires... Ils se forment en milieux peu profonds, souvent protégés. Remarque: on utilise le terme *pellets* uniquement pour les pelotes fécales; tous les autres sont des péloïdes (Boulvain 2010).

7.3_ Taille (mm), on définit la taille à partir du diamètre apparent ou du plus grand axe pour des grains allongés. La taille moyenne, sera une estimation quelque soit le nombre d'oolithes du même type considérés. S'il n'y en a qu'un, alors Taille min = taille max = taille moyenne.

7.3.1_ Taille minimum (mm) :

7.3.2_ Taille maximum (mm) :

7.3.3_ Taille moyenne (mm) :

7.4_ Tri (cf. charte) : ras ; aucun ; très faible ; faible ; modéré ; bon ; très bon ; indéterminé ; non observé.

7.5_ Répartition : ras ; homogène ; hétérogène ; orientations préférentielles ; alternance de lits ; plusieurs lits ; 1 lit ; gradient ; granoclassement ; groupements non organisés ; concentration isolée ; groupements organisés ; zonation ; indéterminée ; non observée.

‡Non observée : son observation n'est pas suffisante pour le caractériser.

Répartition *

Homogène*

Hétérogène *

Orientée*

Foliation*

Alternance de lits*

Lits*

Gradient, *gradient* : variation progressive de la faune d'une surface à un autre.

Granoclassement, *

Zonation*

‡Ras : rien à signaler car il n'y a pas de clastes.

7.6_ Abondance (cf. charte) : champ alphanumérique en pourcentage ; **non pertinent** ; abondant (plus de 50%) ; fréquent (de 25 à 50%) ; rare (de 10 à 25%) ; très rare (moins de 10%) ; non observée.

7.7_ Sphéricité (cf. charte) : pseudo-sphérique ; sub-sphérique ; aplati ; plat ; indéterminée ; non observée ; ras.

7.8_ Arrondi (cf. charte) : arrondi ; subarrondi ; subanguleux ; anguleux ; indéterminé ; non observé ; ras.

7.9_ Nature minéralogique : ras ; calcite ; hématite ; sidérite ; goethite ; dolomite ; autre (à préciser) ; indéterminée ; non observée.

Définition cf. 5.4.1

7.10_ Nature du nucleus : champs libre

7.11_ Contact entre les grains : choix multiple : ras ; absents ; ponctuels (points de contacts) ; longs (surfaces de contacts) ; irréguliers ; orientation préférentielle ; autres (à préciser) ; indéterminé ; non observé (cf. charte)

7.12_ Commentaires : concernant leur état de conservation (fissurés, dissous...), l'orientation des grains, leur répartition, leur couleur...

Les 12 colonnes sont à répéter autant de fois qu'il y a de grains revêtus ou associés différents

8_ MACRO_3_ MINERAUX

8.1_ LES ESPECES MINERALES : minéraux :

8.2_ Identification des espèces minérales : aucun ; quartz ; calcédoine ; feldspaths alcalins ; plagioclase ; micas ; muscovite ; biotite ; kaolinite ; carbonate ; calcite ; dolomite ; sidérite ; olivine ; amphibole ; pyroxène ; orthopyroxène ; clinopyroxène ; apatite ; gypse ; glauconie ; berthiérine ; chamosite ; chlorite ; barytine ; sulfure de fer ; pyrite ; marcassite ; magnétite ; tourmaline ; zircon ; rutile ; anatase ; galène ; césusite ; autres (à préciser) ; indéterminé ; non observé.

Commentaires libres : préciser la nature de l'espèce minérale....

Amphibole, *amphibole* : famille d'inosilicate en chaîne double, monoclinique, hydroxylé et ferromagnésien, de formule générale simplifiée $(Ca,Na)_2(Mg,Fe,Al)_5Si_8O_{22}(OH,F,Cl)_2$. Les amphiboles constituent une famille de minéraux en prismes plus ou moins allongés, en aiguilles ou en fibres, à section transversale losangique, à angles tronqués, montrant deux clivages à 124°. La couleur est noirâtre, vert sombre à vert clair, brune, parfois bleu lavande ou gris bleuâtre (glaucophane). Leur classification est complexe et est liée aux variations progressives des teneurs en Mg et Fe en Ca, et en Na. **Altération*** en talc, chlorite, épidote, calcite suivant la composition. En LPnA, ces minéraux colorés présentent de fort pléochroïsme entre des teintes incolores à jaunes et des teintes brunes à vertes, elles ont un relief moyen à fort, et deux clivages faciles à 124° (ou 55°). En LPA, elles ont des teintes masquées par leur couleur et des extinctions obliques d'angle maximal compris entre 18-34°. Les macles sont fréquentes (surtout dans les hornblendes) (Foucault et Raoult, 2005, Deer et al. 2013).

Anatase, *anatase* : Oxyde TiO_2 , du système quadratique, stable à basse température (V. **rutile*** de même formule TiO_2 (polymorphe), mais stable à haute température), dureté 5.5-6, cassure sub-conchoïdale, éclat adamantin plus ou moins métallique, transparent, translucide, brun, jaune pâle ou brun rouge, indigo, noir, vert pâle, lilas pâle, gris rarement presque incolore; brun, jaune-brun, vert pâle, bleu en lumière transmise. Il peut être trouvé comme minéral accessoire mineur des roches ou filons métamorphiques et magmatiques, ou comme produit d'**altération*** d'autres minéraux porteurs de Ti comme la titanite ou l'ilménite. Ce sont des minéraux détritiques particulièrement fréquents dans les roches sédimentaires. LPA: haute biréfringence (0.073), zonation possible. Extinction droite LPnA : de même couleur mais de teinte plus claire qu'en macro, pléochroïsme faible, habitus tétragonal, très fort relief, clivage parfait (110), (100) (modifié de Foucault et Raoult, 2005 ; Deer et al. 2013).

Apatite, *apatite* : phosphate de calcium de formule $Ca_5(PO_4)_3(F,Cl,OH)$; système hexagonal ; substitution possible de Mn, Fe, Sr, C, REE ; incolore à blanc quand pure, vert (Fe^{3+} et Fe^{2+}), blanc, jaune, rose pâle (Mn^{2+}), bleu (Mn^{3+}), violet (Mn^{7+}) ou brun ; éclat vitreux, sub-vitreux, résineux ou gras ; dureté de 5 ; cassure irrégulière ou conchoïdale. Les apatites sont généralement des minéraux accessoires dans de nombreux types de roche et sont les minéraux phosphorés les plus abondants. En LPA : biréfringence très faible (bas 1^{er} ordre, 0.001-0.007) augmentant de la chlorapatite (0.001) vers la fluorapatite (0.004) et l'hydroxylapatite (0.007), extinction droite. En LPnA : incolore, pléochroïsme faible à moyen pour les variétés colorées, relief moyen, clivage indistinct.

Barytine, *barytine (or baryte)* : BaSO_4 , orthorhombique, densité élevée, éclat vitreux à résineux, nacré sur les surfaces de clivage, cristaux aplatis, tabulaires, parfois lamellaires, en crêtes de coq, fibreux, radiés..., cassure irrégulière, conchoïdale, dureté 2,5 à 3,5, couleur : incolore, parfois blanc, jaune ou teintes pâles. Souvent trouvé en tant que minéral de gangue dans les gîtes métallifères d'origine épithermale ou mésothermale ; mais elle peut aussi se trouver en lentilles ou dans des gîtes de substitution dans les roches sédimentaires supergènes ou hypogènes. En LPA : biréfringence faible, extinction oblique (36-42°) ; en LPnA : relief moyen, incolore, pléochroïsme faible, clivages parfait parallèle à l'allongement (001), presque parfait sur (210) et bon sur (010) (Deer et al. 2013, *Handbook of Mineralogy*, Mindat).

Berthiérine, *Berthierine* : $(\text{Fe}^{2+}; \text{Fe}^{3+}; \text{Al}; \text{Mg})_3(\text{Si}; \text{Al})_2\text{O}_5(\text{OH})_4$; phyllosilicate de la famille des serpentines ; monoclinique ; vert olive sombre, vert jaunâtre ; transparent ; éclat **nacré*** ; dureté 2.5 ; souvent en agrégats oolithiques microcristallins. Commun dans les sédiments marins non métamorphisés ainsi que dans les sols latéritiques et polaires ; associés à la **glauconite***, la **chlorite***-vermiculite interstratifiées avec des mica-smectite, la **sidérite***, la **calcite***. LPA : biréfringence faible (0.030). LPnA : relief moyen ; clivage net (001). Optiquement proche des chlorites et de la chamosite ; pour les distinguer il vaut mieux utiliser la DRX (Mindat, *Handbook of Mineralogy*, article "chlorite Group" in Deer et al. 2013).

‡ Calcédonite (ou calcédoine), *chalcidony* : habitus microcristallin fibreux du quartz. La calcédonite représente une association de cristallites de quartz alternant avec de fines couches de silice hydratée (silanols) et parfois de moganite*. Chaque fibre est constituée de cristallites à axe c perpendiculaires à l'allongement de la fibre ; les axes peuvent tourner autour de la fibre, ce qui entraîne une variation de sa biréfringence (REF).

Calcite, *calcite* : carbonate de calcium CaCO_3 , blanc, incolore, crème, jaune, rose, transparent ou translucide, éclat vitreux, dureté 3, système rhomboédrique, effervescence à l'HCl dissout. L'entrée de manganèse dans la **structure*** entraîne l'apparition d'une couleur rose pâle à rose-rouge. Minéral abondant dans les calcaires et accessoire dans les roches métamorphiques et magmatique sauf dans les carbonatites. En LPA, teintes pastels de la fin du 3^e ordre et du début du 4^e ordre, macles polysynthétiques lamellaires fréquentes (bandes **irisées*** au sein de plages souvent de couleur beige), les macles sont parallèles à la grande diagonale du rhomboèdre et parallèles aux arêtes du rhomboèdre, en LPnA : relief moyen variable selon la section, incolore en général, clivage parfait (Foucault et Raoult, Deer et al. 2013)

Cérusite, *cerussite* : carbonate de plomb, PbCO_3 ; du système orthorhombique ; tabulaire, équant, pseudohéxagonal bipyramidal, granulaire, pulvérulent, stalactitique, agrégats de prismes, rarement fibreux, massif ; incolore, blanc, gris, bleu ou vert ; éclat adamantin, vitreux, résineux, terne ou nacré ; dureté 3-3.5 ; cassure conchoïdale. Commune dans les zones oxydées des gîtes de plomb. LPA : très haute biréfringence (0.273), extinction oblique : 8-14°, macle simples ou cycliques communes. LPnA : incolore, relief très fort, clivage bon sur (110) et (021), faible sur (010) et (012) (Mindat, *Handbook of Mineralogy*).

Chamosite, *chamosite* : phyllosilicates, monoclinique, faisant partie de la famille des **chlorites***, pôle Fe de la solution solide qu'elle forme avec le clinochlore (Fe^{2+} , Mg , Fe^{3+}) $_5\text{Al}(\text{Si}_3, \text{Al})\text{O}_{10}(\text{OH}, \text{O})_6$; vert, gris vert, noir ; éclat nacré ; dureté : 2-3 ; faiblement magnétique. On peut trouver la chamosite dans les roches riches en fer sédimentaire, elle se forme de manière authigène dans des conditions réductrices en présence de matière organique décomposée, en association avec de la **sidérite***, **kaolinite***, **quartz***, **magnétite***, **pyroxènes***, **plagioclase***, **olivine***, **calcite***. LPA : biréfringence faible (0.00-0.02), extinction oblique : 0-30° (Handbook) ou 20-30° (Deer et al. 2013). LPnA : relief modéré, pléochroïsme plus fort que dans les chlorites comportant moins de fer et souvent noir ou vert olive, jaune pâle-vert, couleur d'interférence violette ou bleue (brune pour les chlorites riches en Mg), clivage parfait (001) (mindat, Deer et al. 2013, *Handbook of Mineralogy*).

Chlorite, *chlorite* : $(\text{Y})_6[(\text{Si}, \text{Al})_4\text{O}_{10}(\text{OH})_2]_2 \text{Y}'_6(\text{OH})_{12}$ phyllosilicate à **structure*** voisine de celle des micas, compositions intermédiaires de la solution solide entre la **chamosite*** et le **clinochlore***, monoclinique, lamelles aplatis, vert bouteille, éclat vitreux, dureté 2-3. En LPA, teintes du premier ordre anormales bleu à marron sombre, extinction droite, en LPA pléochroïsme moyen vert pâle à incolore, clivage net parallèle aux sections basales, relief faible (d'après Foucault et al. 2014 ; *Handbook of Mineralogy*).

Dolomite, *dolomite* : carbonate de calcium et magnésium $(\text{Ca}, \text{Mg})(\text{CO}_3)_2$, peu réactif à l'acide dilué, trigonal, le

Mg est souvent partiellement remplacé par du Fe et/ou du Mn pour produire une dolomite ferrique ou de l'ankérite $\text{Ca}(\text{Fe},\text{Mg},\text{Mn})(\text{CO}_3)_2$. Quand elle est pure, elle est transparente ou blanc nacré, si substitution de fer pour Mg alors couleur jaune ou brune, si substitution de Mn pour Mg alors couleur rouge-rose. Soit sous forme d'agrégat soit sous forme de simple rhomboèdre. LPnA : transparent, clivage parfait $\{101\bar{1}\}$, LPA : macles fréquentes parallèles à la petite diagonale du rhomboèdre substitution du Fe^{2+} pour le Mg augmente la biréfringence et les indices de réfraction (de même pour Mn en moins prononcé) (extrait de Deer et al. 2013).

Feldspaths, *feldspar* : silico-aluminate potassique, sodique ou calcique, tectosilicate, monoclinique ou triclinique. Ils se présentent en plaquettes ou en prismes, parfois de plusieurs centimètres, transparents ou blanchâtres (porcelanés, vitreux, laiteux), souvent grisâtres, parfois colorés en rose ou en vert (présence d'inclusions, défauts du réseau cristallin, ...), ou en noir. Ils montrent deux clivages faciles, et fréquemment des macles, soit simples soit multiples, ainsi qu'une zonation. Celle-ci et les macles peuvent fréquemment se voir à l'œil nu, ou à la loupe, du fait de différences de réflexion (bandes, ou zones, brillantes ou mates). Les feldspaths communs sont des solutions solides ternaires entre 3 composants : l'albite (Ab : $\text{NaAlSi}_3\text{O}_8$), l'orthose (Or : KAlSi_3O_8) et l'anorthite (An : $\text{CaAl}_2\text{Si}_2\text{O}_8$). Ceux principalement composés de Ab + Or sont appelés **feldspaths alcalins*** et ceux à prédominance An + Ab des **plagioclases***. Les feldspaths sont les minéraux les plus abondants dans les roches magmatiques (ou ignées), les pegmatites. Ils sont communs dans les veines hydrothermales et magmatiques et les roches métamorphiques. C'est uniquement dans les roches argileuses et carbonatée que les feldspaths ont une importance relativement faible (modifié d'après Foucault et al. 2014 et Deer et al. 2013).

Feldspaths alcalins, *alkali feldspar* : tectosilicate de formule $(\text{K}, \text{Na})\text{AlSi}_3\text{O}_8$, aluminosilicate de sodium ou de potassium. En LPA, teinte gris blanc, macles fréquentes de Carlsbad (macle simple caractéristiques surtout des feldspaths alcalins) et la péricline et la microcline pouvant former un quadrillage fin; les feldspaths alcalins monoclinique ne peuvent pas présenter de macles polysynthétiques. LPnA relief négatif, incolore, souvent turbide ou à aspect sale (ce qui le distingue souvent du quartz), clivage souvent net parallèle à l'allongement et 2 clivages perpendiculaires en section basale (extrait de Deer et al. 2013).

Galène*

Glaucosite, *glauconite* : $(\text{K},\text{Ca},\text{Na})_{1.2-1.7}(\text{Fe}^{3+},\text{Al},\text{Mg},\text{Fe}^{2+})_4[\text{Si}_{7.8-7.6}\text{Al}_{1-0.6}\text{O}_{20}](\text{OH})_4.n\text{H}_2\text{O}$; phyllosilicate de fer et de potassium. Monoclinique, en grains, en pellets composés d'agrégats de petits cristaux micacés ou en fin revêtement, dureté 2, translucide à presque opaque, vert, vert jaune, vert-bleu. LPNA : vert, jaune, vert-olive, pléochroïsme jaune au vert ou jaune plus sombre à bleu vert, la couleur est plus soutenue lorsque la teneur en Fe^{3+} augmente, profondeur de la couleur augmentant avec la concentration en Fe^{3+} , relief moyen. LPA : biréfringence plus élevée que la chlorite (3ème ordre), angle d'extinction 20° - 24° (mindat, *Handbook of Mineralogy*, Deer et al. 2013).

Gypse, *gypsum* : sulfate de calcium hydraté, monoclinique de formule $\text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$, dureté 2, minéral sulfaté le plus abondant, en association avec le calcaire et les marnes, ainsi que dans les dépôts évaporitiques. En LPA : teinte blanche à jaune pâle du 1er ordre, macles communes en queue d'aronde ou en papillon ou fer de lance, extinction oblique (32°); en LPnA : incolore, relief faible, clivage parfait à (010), net à (100) et (011), section losangique fréquente (angle 114°) (Deer et al. 2013, *Handbook of Mineralogy*).

Kaolinite, *kaolinite* : $\text{Al}_4[\text{Si}_4\text{O}_{10}](\text{OH})_8$ à feuillets de 7 Å (feuillets T-O), à deux couches, fréquente dans les roches sédimentaires argileuses résiduelles ou détritiques, provenant de l'**altération*** de roches acides riches en feldspath (granites p. ex.). Non reconnaissable au microscope polarisant mais facilement reconnaissable au MEB de par sa structure et sa composition chimique (modifié d'après Foucault et al. 2014 ; Deer et al. 2013).

Magnétite, *magnetite* : oxyde de fer, $\text{Fe}^{2+}\text{Fe}^{3+}_2\text{O}_4$, système cubique du groupe des spinelles ; octaèdres, moins souvent en dodécaèdre, très rarement cubique, granulaire, massive ; striée ; noir grisâtre ou noir métallique, éclat métallique à submétallique ; opaque ; dureté 5.5-6.5 ; cassure irrégulière ; clivage sur (111) ; fortement magnétique. Minéral accessoire commun des roches métamorphiques et magmatiques, dans lesquelles la ségrégation magmatique ou le métamorphisme de contact peuvent produire des dépôts d'intérêt économique. Dépôts extensifs dans les formations sédimentaires de type **BIF*** (*Banded-Iron formation* : fer rubané) ; produit biogénique ; importants dépôts détritiques. LPA/LPnA: Opaque. En

lumière réfléchi : gris à nuance brune, non pléochroïque (Mindat, *Handbook of Mineralogy*).

Mica, *mica* : Phyllosilicate composé de feuillets élémentaires, épais de 10 Å (feuillets T-O-T), comportant deux couches de tétraèdres $[\text{SiO}_4]^{4-}$ (couches T), avec substitution partielle de Si par Al, encadrant une couche de sites octaédriques (couche O) ; les feuillets sont unis entre eux par des cations K, Na, Fe, Mg, ... dont la nature conduit à distinguer les micas noirs ferromagnésiens (ex. biotite) des micas blanc alumineux (ex. muscovite); les micas sont du système monoclinique pseudo-hexagonal. Ils forment une famille de minéraux en prismes aplatis, à clivage (001) parfait, à débit en minces lamelles flexibles et élastiques. Ils ont un aspect nacré, un éclat brillant, souvent métallique (modifié de Foucault et Raoult, 2005 et de Beaux et al. 2011). En microscopie leurs caractères communs sont : un relief moyen, un clivage parfait (parallèle aux sections basales), une biréfringence élevée (0,03-0,05 : 2 ou 3^{ème} ordre) et une extinction pratiquement droite (modifiée de Foucault et Raoult, 2005 et de Deer et al. 2013).

✚ Muscovite, *muscovite* : silicate hydraté d'aluminium, monoclinique allongé et lamellaire. De formule $\text{KAl}_2(\text{AlSi}_3\text{O}_{10})(\text{OH}, \text{F})_2$; incolore ou teintes légèrement vertes, rouges ou brunes. Un des micas les plus communs. En LPA, elle présente des teintes très vives et pures : **bleu**, vert, jaune... du 2^{ème} ordre (début du 3^{ème} ordre), un aspect moiré et une extinction droite. En LPnA, ce minéral incolore présente un relief moyen ; un clivage parallèle à l'élongation est souvent visible. La présence de Cr est traduite par un pléochroïsme incolore à vert plus ou moins sombre (Deer et al. 2013).

✚ Biotite, *biotite* : silicate hydraté d'aluminium et de fer ou de magnésium : $\text{K}(\text{Mg}, \text{Fe})_3(\text{AlSi}_3\text{O}_{10})(\text{OH}, \text{F})_2$; monoclinique allongé et lamellaire à l'éclat métallique noir en macroscopie. En LPA, elle présente des teintes vives du 2^{ème} ordre (début du 3^{ème} ordre) souvent masquées par la teinte propre du minéral (biréfringence moyenne), parfois légèrement chatoyantes plus ou moins irisées et extinction droite. En LPnA, ce minéral pléochroïque a relief moyen, des teintes brun clair, et présente un clivage parfait parallèle à l'allongement.

Olivine, *olivine* : néosilicate, orthorhombique ; cristaux de couleur claire, vert jaune à vert olive, éclat gras ; habitus cubique, tabulaire, aciculaire ou dendritique ; cassure conchoïdale ; dureté 6.5-7 ; solution solide entre la fayalite (pôle Fe) et la forstérite (pôle Mg) de formule $(\text{Fe}, \text{Mg})_2\text{SiO}_4$. Constituant majeur des roches magmatiques et métamorphiques. En LPA, teintes vives, extinction droite souvent ondulante, pas de macles, zonation possibles. En LPnA ; relief fort, pas de pléochroïsme, incolore (pôle Mg) à jaune pâle (pôle Fe), clivages peu visibles, cassures courbes. Les olivines magnésiennes contiennent souvent des inclusions de spinelles chromifères $(\text{Mg}, \text{Fe})(\text{Cr}, \text{Al}, \text{Fe})\text{O}_4$ de couleur brun rouge foncé (Foucault et Raoult, 2005, Deer et al. 2013).

Plagioclases, *plagioclase* : tectosilicate entre l'albite $\text{NaAlSi}_3\text{O}_8$ et l'anorthite $\text{CaAl}_2\text{Si}_2\text{O}_8$, moins résistant à l'**altération*** que les feldspaths alcalins. De l'albite cristallise communément à basse température durant la **diagenèse*** et lors de remplacement. En LPA, teinte blanc à orangé du 1^{er} ordre, macles polysynthétiques ou macles de l'albite, en LPnA, incolore, relief faible, clivage fréquent parallèle à l'axe d'allongement (extrait de Deer et al. 2013).

Pyroxène, *pyroxene* : Inosilicate en chaîne simple, ferromagnésien avec, en proportions variables, Ca et Na, du système orthorhombique (orthopyroxène) ou monoclinique (clinopyroxène). C'est une famille complexe de minéraux, en prismes plus ou moins allongés, à sections rectangulaires à angles tronqués montrant en général deux clivages presque orthogonaux, rarement fibreux, à couleur noire à éclat métallique, parfois verte, violacée, grise ; ils peuvent être maclés et zonés. La classification, complexe, est liée aux systèmes cristallins, et aux variations progressives des compositions chimiques : orthopyroxènes et clinopyroxènes (calciques et sodiques). Ils peuvent s'altérer en serpentine, chlorite, calcite et souvent subissent une ouralitisation (formation de hornblende vert pâle, et d'actinote (amphiboles)) (extrait de Foucault et Raoult, 2005).

Orthopyroxène, *orthopyroxene* : famille d'inosilicate, orthorhombique, solution solide entre l'enstatite (pôle Mg) et l'orthoferrosilite (pôle Fe) de formule générale $(\text{Fe}, \text{Mg})\text{SiO}_3$. L'hypersthène et la bronzite sont des variétés intermédiaires. En LPA, **généralement il est dans les teintes du 1^{er} ordre (gris/jaunâtre), mais les teintes sont** de plus en plus vives lorsque la teneur en fer augmente, il a une extinction droite, pas de macles. En LPnA, incolore à peu coloré, faible pléochroïsme, un clivage très net à 90° en section basale et parallèle en section longitudinale (Foucault et Raoult, 2005; Deer et al. 2013).

Clinopyroxène, *clinopyroxene* : famille d'inosilicate, monoclinique, trapus, de formule générale (Mg, Fe, Ca)₂Si₂O₆ ou Na(Fe, Al)Si₂O₆. Exemple de variétés : diopside (verdâtre et translucide, peut montrer des reflets métalliques), pigeonite, augite (cristaux noir ébène, souvent maclés, zonés), hédénbergite, spodumène, jadéite, aegyrine (en prismes verts ou en fibres). En LPA, ils présentent des teintes très vives (toujours plus fortes que les orthopyroxènes sauf pour la jadéite), avec une extinction oblique (jusqu'à 45°), ils sont souvent maclés. En LPnA, ce minéral présente un relief moyen, un fort pléochroïsme entre l'incolore et le vert jaune ou beige grisé (en réalité plus ou moins marqué), il a un clivage très net à 90° en section basale et parallèle en section longitudinale. Attention les clinopyroxènes sodiques ont un relief plus fort, une biréfringence très forte (0,060) avec des teintes de biréfringence du 4ème ordre, un angle d'extinction faible à nul et les augite-aegyriniques sont fortement pléochroïques (Foucault et Raoult, 2005 ; Deer et al. 2013).

‡ Quartz, *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. En LPnA, il est incolore, a un relief faible, et est souvent limpide. En LPA, teinte grise à noir, extinction neigeuse et souvent roulante lorsque la roche est déformée.

Sulfure de fer, *ferrous sulphide* : FeS₂ marcassite ou pyrite, dureté de 6-6.5, jaune avec tendance au gris ou verdâtre, éclat métallique jaune vif, noirs quand finement cristallisés. Opaque en lame mince.

Marcassite, *marcasite* (ou *marcasite*) sulfure de fer, 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 et goethite par **altération***).

Pyrite, *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, en boule rayonnée 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 sulfures).

Sidérite (ou sidérose), *siderite* : Carbonate FeCO₃, du système rhomboédrique, en prismes à clivages parfaits, dureté 3.5-4.5, cassure irrégulière ou conchoïdale, à éclat vitreux ou soyeux, blond à brun clair, fonçant ou rougissant par **altération*** à l'air, faiblement effervescent à HCl dilué, lors de la chauffe, libération de CO₂ et formation d'un oxyde de fer qui peut être magnétique. La sidérite se trouve dans les minerais de fer sédimentaires laminaires, souvent sous sa forme massive, mais peut aussi avoir une structure botryoïdale ou globulaire. On peut également le trouver dans des veines hydrothermales de sulfures et dans quelques dépôts métamorphiques, comme les **BIF***. Le terme "sphaérosidérite" est utilisé pour les sphérulites de sidérite qui peuvent se trouver dans les roches argileuses ferrifères. On le trouve en cristaux isolés ou en masses spathiques blanchâtres (« fer spathique ») dans les filons métallifères. LPA : biréfringence très élevée (0.242), macle lamellaire possible, extinction droite. En LPnA : incolore à brun jaune, clivage parfait, relief fort. Avec la substitution de Mn pour le Fe²⁺ les indices de réfraction, de biréfringence, et la densité sont réduites, et la substitution de Mg pour Fe²⁺ réduit d'autant plus ces valeurs (modifié de Foucault et Raoult, 2005 ; Deer et al. 2013).

Rutile, *rutile*: Oxyde TiO₂, du système quadratique, stable à haute-température et haute pression (V. anatase et brookite, de même formule TiO₂, mais stables à basse température), dureté 6-6.5, cassure irrégulière à conchoïdale, éclat adamantin plus ou moins métallique, brun-rouge, rouge, brun-jaune, jaune, gris-noir, noir, bleuté ou violet. Il montre une macle dite en genou, et se présente en cristaux aciculaires dans les biotites (variété sagénite dessinant un réseau triangulaire), dans les feldspaths, dans les quartz (filonnets blonds dorés : cheveux de Vénus). Le rutile est largement répandu comme minéral accessoire dans les roches fortement métamorphiques (granulites, éclogites) ainsi que dans les roches magmatiques notamment dans les pegmatites. C'est un minéral détritique commun dans les sédiments. LPA: très haute biréfringence (0.294), macle commune souvent en genou ou cyclique, extinction droite. LPnA : brun-jaune à brun-rouge profond, pléochroïsme faible à distinct, très fort relief, clivage bon (110), moyen (100) (modifié de Foucault et Raoult, 2005 ; Deer et al. 2013).

✚ Tourmaline, *tourmaline* : minéral borosilicate de la famille des cyclosilicates rhomboédriques en prismes allongés $\text{Na}(\text{Mg}, \text{Fe}^{2+}, \text{Al})_3[\text{Al}_6\text{Si}_6\text{O}_{18}](\text{BO}_3)_3(\text{OH})_3(\text{OH}, \text{F})$. Dureté de 7, noir, brun, bleu, vert, jaune, rouge ou incolore, cassure irrégulière ou conchoïdale. Dans les roches argileuses du métamorphisme de contact, c'est un produit du métasomatisme du bore et surtout c'est un minéral courant dans les pegmatites. Appartient dans les silex aux phases minérales héritées au même titre que le zircon. En LPA biréfringence moyenne, macle rare, zonation par secteur possible, extinction droite et LPnA jaune à incolore, bleu à jaune ou incolore, pléochroïsme inverse fort (notamment pour les Fe), relief fort, clivage peu marqué $\{112^-0\}$ and $\{101^-1\}$.

✚ Zircon, *zircon* : silicate de zirconium, cubique, de couleur très variable à incolore, éclat adamantin, vitreux ou gras, dureté de 7,5. De formule ZrSiO_4 avec de fréquentes traces de thorium et d'uranium radioactifs présents en substitution dans le cristal. Minéral communément accessoire dans les roches magmatiques. Sa dureté élevée et son faible clivage en font un minéral détritique important dans les roches sédimentaires, puisqu'il survit généralement à plus d'un cycle d'érosion et de sédimentation. Il peut incorporer de nombreux éléments (Nb, Hf, Ti, U, Pb et REE) en traces. En LPA biréfringence très élevée 3^{ème}-4^{ème} ordre, macle rare, zonation possible, extinction droite ; en LPnA : incolore à brun pâle, sans pléochroïsme (ou très faible), relief fort, clivage imparfait en (110) et faible en (111) (Deer et al. 2013).

8.3_ Couleur des minéraux : champs libre (penser qu'il puisse y avoir des minéraux incolores)

8.4_ Transparence des minéraux : transparent, translucide ; opaque ; indéterminé ; non observé.

8.5_ Eclat : ras ; métallique ; submétallique ; mat ; gras ; adamantin ; vitreux ; nacré ; irisé ; résineux ; terne ; indéterminé ; non observé.

Éclat, *luster* : décrit l'apparence que peut prendre une surface cristalline lorsqu'elle est correctement éclairée ; l'aspect qu'elle offre la surface des minéraux lorsqu'elle réfléchit la lumière.

Métallique*, *metallic*

Submétallique*, *submetallic* : la totalité de la lumière n'est pas réfléchi par la surface des minéraux (exemple de l'hématite, la chromite, l'illménite)

Mat*, *lustreless*

Gras*, *greasy*

Adamantin, *adamantine* : qui a un éclat rappelant le diamant (Foucault et al, 2014), qui réfléchit la lumière comme le diamant (soufre, diamant)

Vitreux, *vitreous* : éclat rappelant celui du verre (calcite).

Nacré, *pearly* : éclat rappelant celui de la nacre (exemple des micas blancs)

Iridescent : qui a des reflets brillants, aux couleurs variées (couleurs de l'arc-en-ciel) (d'après CNRTL et Larousse).

Résineux : éclat rappelant celui de la résine (exemple de l'ambre, soufre natif)

Soyeux : éclat rappelant celui de la soie

8.6_ Pléochroïsme, *pleochroism* : oui ; non ; normal ; inverse ; indéterminé ; non observé.

Pléochroïsme : Variations de couleur de certains minéraux, dits pléochroïques, qui apparaissent au microscope en lumière polarisée non analysée (« lumière naturelle ») lorsque l'on tourne la platine du microscope.

Les minéraux pléochroïques absorbent différentes longueurs d'onde selon l'orientation de leurs axes optiques par rapport au plan de polarisation de la lumière et la section de leur ellipsoïde des indices (modifiée de Foucault et al. 2005 et Langlois 2007).

Pléochroïsme normal : si la coloration maximum apparaît lorsque l'allongement du cristal est voisin de la direction du polariseur (N-S), on parle de pléochroïsme normal (Langlois 2007).

Pléochroïsme inverse : si la coloration maximum apparaît lorsque l'allongement du cristal est proche de la perpendiculaire à la direction du polariseur (E-W), on parle de pléochroïsme inverse (Langlois 2007).

8.6_ Commentaires libres du pléochroïsme : indiquer la gamme de couleurs du pléochroïsme et sa force (très faible : presque pas détectable, fort : changement de couleur évident).

8.7_ Ordre de biréfringence, birefringence order : (indiquer l'ordre des couleurs de biréfringence), liste fermée : isotrope ; 1^{er} ordre ; 2^e ordre ; 3^e ordre ; 4^e ordre, 5^e ordre, 6^e ordre.

Biréfringence : Propriété d'un corps Un minéral réfracte ~~ant~~ un rayon vibratoire lumineux incident en deux rayons polarisés perpendiculairement dans deux directions de l'espace selon deux plans de réfraction orthogonaux, dont l'un dans le plan d'incidence (rayon ordinaire vs rayon extraordinaire). Les deux rayons se propagent à des vitesses différentes. La biréfringence est alors l'écart d'indice maximum des deux rayons (modifiée de Foucault et al. 2005 et Langlois 2007). C'est la couleur observée en LPA (lumière polarisée analysée). Se référer à la charte de biréfringence de Michel Levy (1988^{ref.}).

Isotrope : substance constamment éteinte lors de la rotation de la platine en LPA ; ces substances incluent l'air, le verre, la plupart des liquides et les minéraux cristallisant dans le système cubique (tels que le grenat, la halite, l'hématite, la pyrite).

8.8_ Indice de Biréfringence, interference colours and birefringence index: champ libre, numérique

8.6_ Commentaires libres de la biréfringence : gamme de couleurs de la biréfringence.

8.9_ Angle d'extinction, extinction angle : champ libre numérique entre 0 et 180°

Angle d'extinction, extinction angle : tous les cristaux de minéraux anisotropes montrant des couleurs d'interférence deviennent noirs tous les 90° lors de la rotation de la platine en LPA. L'extinction des cristaux prismatiques allongés automorphes ou subautomorphes peut être décrite comme extinction droite (si l'extinction a lieu lorsque l'allongement ou le clivage du cristal est parallèle à la direction N-S ou E-W) ou extinction oblique. L'angle d'extinction d'un minéral est l'angle entre une direction cristallographique du minéral (direction d'allongement ou clivage...) et sa position d'extinction. Il peut donc être déterminée en fonction d'un set de traces de clivages ou de macles polysynthétique même si la direction de l'allongement d'un cristal reste le meilleur critère. Pour mesurer les angles d'extinction, il faut :

- Trouver un cristal adéquat (préférentiellement un dont la direction d'allongement est reconnaissable)
- Aligner l'axe de l'allongement parallèlement à l'axe N-S et noter le degré correspondant sur la platine au degré près.
- Tourner la platine dans un sens ou l'autre jusqu'à la position d'extinction la plus proche, et noter le degré indiqué sur la platine. Soustraire les deux lectures pour avoir l'angle d'extinction (modifié de Langlois 2007, Charter Mathisen).

8.10_ Mâcle, twins : simple ; multiples ; polysynthétiques ; de Carlsbad ; du péricline ; du microcline ; en sablier ; en croix ou macle de croisette ; en chevron ; vicinale ; de Baveno ; aucune ; indéterminées ; non observées

Macle, twin : certains minéraux forment lors de leur croissance des macles. La macle est une association de cristaux de même nature orientés selon des lois géométriques précises, liées aux éléments de symétrie du système cristallin considéré. Une macle peut se réaliser par accolement selon une face définie, ou par interpénétration de cristaux. Elle peut être simple (deux cristaux associés) ou multiple (plus de deux

cristaux).

Macle polysynthétique, *polysynthetic twins* : association de nombreux cristaux minces parallèles les uns aux autres (feldspaths plagioclases) (modifiée de Foucault et al. 2005).

Macle de Carlsbad, *carlsbad twins*: deux individus accolés dans le plans de l'allongement du cristal (dans les feldspaths alcalins ; Langlois 2007 ; Foucault et al. 2005).

Macle péricline, *periclinic twin* : deux individus accolés et s'interpénétrant perpendiculairement au plan de l'allongement du cristal (Langlois 2007).

Macle microcline, *microclitic twins* : c'est un assemblage des macles de Carlsbad et périclines formant un « quadrillage » (typique du feldspath microcline ; modifiée de Langlois 2007).

Macle en sablier, *cross-hour twin* : quatre cristaux associés deux à deux en triangles opposés par les sommets (fréquente dans les pyroxènes ; Langlois 2007).

Macle en croix ou macle de croisette, *cross-shaped twin* : macle en croix de la staurotide (Foucault et al. 2005).

Macle en chevron, *herring-bone twin* : macle en forme de chevron ou de fer de lance comme celle du gypse (Foucault et al. 2005).

Macle vicinale : macle polysynthétique sans trace nette du plan de macle (ex de l'olivine ; Langlois 2007).

Macle de Baveno, *Baveno twin* : macle rare de l'orthoclase surtout. Le plan de macle est parallèle aux faces cristallines (021) et la section est presque carrée (Office québécois de la langue française, 1997).

8.11_Zonation : oui ; absent ; indéterminé ; non observé

Zonation, zoning : caractère acquis par le cristal lors de sa croissance suite à la présence d'inclusions radioactives entraîne des modifications plus sensibles, en particulier des changements de teinte et de transparence en zones concentriques (modifiée de Foucault et al. 20005).

8.5_ Habitus des minéraux : ras ; tabulaire ; tablettes hexagonales ; lamellaire ; en tonnelet (columnaire) ; aciculaire (ou en aiguille) ; filamenteux ou fibreux ; botryoïdal ; cubique ; prismatique ; octaédrique ; rhomboédrique ; granulaire ; massif ; indéterminé ; non observé.

Habitus*

Tabulaire, *tabular* : minéraux en forme de tablettes (e.g. feldspaths, barytine).

Tabulaire hexagonal, *hexagonal tabular* : minéraux en forme de tablettes hexagonales (e.g., hématite, kaolinite).

Lamellaire, *platty, flaky* : cet habitus est proche de celui en tablette mais l'épaisseur du cristal y est beaucoup plus faible (e.g., micas)

En tonnelet (ou columnaire), *columnar* : minéraux en forme de colonne.

Aciculaire, *acicular* : minéraux en forme d'aiguille

Filamenteux ou fibreux, *fibrous* : minéraux formant de grandes fibres tels l'asbeste (amiante)

Botryoïde*

Cubique, *equant* : en forme de cube

Prismatique, *prismatic* : en forme de prisme

Octaédrique : en forme d'octaèdre

Rhomboédrique :

granulaire, granular : quand un minéral consiste en un agrégat de grains plus ou moins gros.

massif, *massive* : un minéral composé de matière compacte avec une forme irrégulière sans apparence particulière comme celles décrites au-dessus.

8.6_ Morphologie : ras ; automorphe ; automorphe à subautomorphe ; subautomorphe ; subautomorphe à xénomorphe ; xénomorphe ; automorphe à xénomorphe ; indéterminée ; non observée.

automorphe*
 subautomorphe*
 xénomorphe*

8.7_ Sphéricité (cf. charte) : ras ; pseudo-sphérique ; sub-sphérique ; aplati ; plat ; indéterminé ; non observé.

8.8_ Arrondi (cf. charte) : ras ; arrondi ; subarrondi ; subanguleux ; anguleux ; indéterminé ; non observé.

8.9_ Taille (mm), on définit la taille à partir du diamètre apparent ou du plus grand axe pour des grains allongés. **La taille moyenne, sera une estimation quelque soit le nombre de minéraux du même type considérés. S'il n'y en a qu'un, alors Taille min = taille max = taille moyenne.**

8.9.1_ Taille minimum (mm) :

8.9.2_ Taille maximum (mm) :

8.9.3_ Taille moyenne (mm) :

8.10_ Cassure : Conchoïdale ; en plans ; non observé.

8.11_ Clivage : ras ; aucun ; longitudinal ; latitudinal ; à 90° ; à 120° ; autre (à préciser) ; indéterminé ; non observé.

Clivage*, *cleavage*

8.12_ Abondance (cf. charte) : champ alphanumérique en pourcentage ; **non pertinent** ; abondant (plus de 50%) ; fréquent (de 25 à 50%) ; rare (de 10 à 25%) ; très rare (moins de 10%) ; non observée.

8.13_ Tri (cf. charte) : ras ; aucun ; très faible ; faible ; modéré ; bon ; très bon ; indéterminé ; non observé.

8.14_ Répartition : ras ; homogène ; hétérogène ; au cœur ; orientations préférentielles ; foliation ; alternance de lits ; plusieurs lits ; 1 lit ; bimodale ; gradient ; granoclassement ; taches non organisées ; concentration isolée ; taches organisées ; zonation ; répartition concentrique ; indéterminée ; non observée ; ~~ras~~.

‡Non observée : son observation n'est pas suffisante pour le caractériser.

Répartition *

Homogène*

Hétérogène*

‡Orientée : les minéraux allongés présentent tous une orientation similaire ; généralement dans l'axe de la S_0 ou de la S_1

Foliation*

Alternance de lits*

Lits*

Bimodal*, *bimodal*

Gradient*, *gradient*

Granoclassement, *

Zonation*

Répartition concentrique*

‡Ras : rien à signaler car il n'y a pas de minéraux.

8.15_ Altération : ras ; non visible ; dissolution ; fracturation ; corrosion ; golfes de corrosion ; déformation ; serpentinsation ; pseudomorphose de (à préciser) ; autre ; indéterminée ; non observée.

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

Dissolution*, *dissolution*

Fracturation*, *cracking, fracturation*

Corrosion*

Golfes de corrosion*, *corrosion embayements*

Déformation*, *deformation*

Serpentinisation, serpentinization : Transformation en serpentine de minéraux ferromagnésiens, en particulier de l'olivine, dans les roches magmatiques basiques ou ultrabasiqes ; les péridotites, certaines pyroxénites, sont ainsi transformées en serpentine. La réaction type est : olivine + eau → serpentine ± brucite. Cette hydratation est accompagnée d'une augmentation de volume (modifiée de Foucault et al. 2014).

Pseudomorphose*

14 colonnes à répéter autant de fois qu'il y a de minéraux différents

9_RESUME_ROCHE

9.1_ Type de roche : sédimentaire ; volcanique ; plutonique ; métamorphique ; matière transformée ; indéterminé ; non observé.

9.2_ Type lithologique : grès

9.3_ Type de faciès : grès argilo-ferrugineux

cuirasse, *crust* : horizon pédologique de nature chimique et minéralogique différente du reste du profil de sol, souvent enrichi en oxydes de fer et/ou de manganèse qui peut être plus ou moins **fragmenté*** (modifié de Lozet et Mathieu 2002).

9.4_ Type gîtologique : profil d'altération de grès glauconieux (ocre)

9.5_ 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 passées manganéuses, **OIS type Clinton*** ~~oolithic iron stone Clinton type~~, calcaire à entroques ferruginisées avec précipitation de barytine hydrothermale...

9.6_ Catégorie de géomatère : choisi ton nom (type 4 ou classe 23)

9.7_ Environnement de dépôt/Milieu de formation : ras ; domaine marin profond ; talus ; plateforme externe ; barrière ; plateforme interne ; lagune ; domaine littoral ; domaine continental ; domaine lacustre ; domaine palustre ; domaine fluvial ; indéterminé ; non observé.

Si la roche est sédimentaire préciser le milieu de formation.

9.8_ Eon stratigraphique : Phanérozoïque ; Précambrien ; indéterminé ; non observé ; ras.

9.9_ Ère stratigraphique : Cénozoïque ; Mésozoïque ; Paléozoïque ; Protérozoïque ; Archéen ; indéterminée ; non observée ; ras.

9.10_ Système stratigraphique/période : Quaternaire, Néogène, Paléogène ; Paléogène ; Crétacé ; Jurassique ; Trias ; Permien ; Carbonifère ; Dévonien ; Silurien ; Ordovicien ; Cambrien ; Ediacarien ; Cryogénien ; Tonien ; Sténien ; Ectasien ; Calymmien ; Statherien ; Orosirien ; Rhyacien ; Sidérien ; Néoarchéen ; Mésoarchéen ; Paléoarchéen ; Eoarchéen ; Imbrien inférieur ; Nectarien ; Basin Groups ;

Cryptique ; indéterminé ; non observé ; ras.

9.11_ Série stratigraphique : Holocène ; Pléistocène ; Pliocène ; Miocène ; Oligocène ; Eocène ; Paléocène ; Crétacé supérieur ; Crétacé inférieur ; Jurassique supérieur ; Jurassique moyen ; Jurassique inférieur ; Trias ; Permien ; Carbonifère ; Dévonien ; Silurien ; Ordovicien ; Cambrien ; indéterminé ; non observé ; ras.

9.12_ Etage stratigraphique : Holocène; Pleistocène supérieur; Pleistocène moyen; Pléistocène inférieur; Gélasien; Plaisancien; Zancéen; Messinien; Tortonien; Serravallien; Langhien; Burdigalien; Aquitanien; Chattien; Rupélien; Priabonien; Bartonien; Lutétien; Yprésien; Thanétien; Sélandien; Danien; Maastrichtien; Campanien; Santonien; Coniacien; Turonien; Cénomaniens; 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; Bashkiriens; Serpukhovien; Viséen; Tournaisien; Famennien; Frasnien; Givetien; Eifelien; Emsien; Pragian; 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) ; indéterminé ; non observé ; ras.

9.16_ Age de la roche : champs libre

9.17_ Commentaire âge de la roche : préciser comment l'âge a été obtenu

9.18_ Commentaires de la roche : à confronter avec la notice géologique

ANNEXE 3 – Liste des formations géologiques échantillonnées

Numéro de gîte (NE PAS REEMPLIR)	Lieu-dit du gîte	Commune du site	ANNÉE	Auteur-e-s de la collecte	CODE POSTAL	Département du gîte	Pays du gîte	Coordonnée précise en X du gîte d'après GPS ou carte	Coordonnée précise en Y du gîte d'après GPS ou carte	Carte géologique	Ere	Série	Etage	Nom de la formation géologique
PIG_0001	Foncouverte	St-Julien-de-Peyrolas	2015	Hélène Salomon Emilie Chalmin Claire Chanteraud	30760	Gard	France	4,5666667	44,2666667	PONT-ST-ESPRIT_913	Mésozoïque	Crétacé supérieur	Cénomanién	Cénomanién moyen (Crétacé sup.) 2a: Calcaires argileux et lignite. Il s'agit d'une série marneuse de couleur marron cendré ou d'une série sableuse blanc jaunâtre, renfermant des niveaux de lignite et d'argiles. 2b: Calcaires argileux et cherts (roche sédimentaire très siliceuse).
PIG_0002	Combe du Barry - piste forestière	Courry	2015	Hélène Salomon Emilie Chalmin Claire Chanteraud	30500	Gard	France	4,15	44,292222	BESSEGES_888	Mésozoïque	Jurassique inférieur	Domérién	Domérién (Jurassique inf.) 16: Calcaires à grains de quartz et silice, calcaires gris-bleus à entroques (fossiles: tiges de crinoïdes)
PIG_0003	La Bastide-d'Engras (entrée sud)	La Bastide-d'Engras	2015	Hélène Salomon Emilie Chalmin Claire Chanteraud	30330	Gard	France	4,76894	44,090883	UZES_939	Mésozoïque	Crétacé supérieur	Cénomanién	Cénomanién inférieur (Crétacé sup.) c2a: Sables avec niveaux de gros-quartzites purs ou ferrugineux, de couleur rougeâtre.
PIG_0005	Vigne	Salavas	2015	Hélène Salomon Emilie Chalmin Claire Chanteraud Eva Fabro	07150	Ardèche	France	4,378593	44,396654	BOURG-ST-ANDEOL_889	Indéterminée	Pléistocène	terrasses	Quaternaire Fza2: Alluvions des terrasses inférieures- Niveau du secteur Vallon-Pont-d'Arc
PIG_0006	Grand Serre carrière	La Capelle-et-Masmolène	2015	Hélène Salomon Emilie Chalmin Claire Chanteraud	30700	Gard	France	4,540625	44,037050	UZES_939	Mésozoïque	Crétacé supérieur	Cénomanién	Cénomanién moyen (Crétacé sup.) c2b: Ce sont des couches marno-calcaires gréseuses. On trouve de nombreux bancs de marnes à lignite.
PIG_0006	Grand Serre carrière	La Capelle-et-Masmolène	2015	Hélène Salomon Emilie Chalmin Claire Chanteraud	30700	Gard	France	4,540625	44,037050	UZES_939	Mésozoïque	Crétacé supérieur	Cénomanién	Cénomanién moyen (Crétacé sup.) c2b: Ce sont des couches marno-calcaires gréseuses. On trouve de nombreux bancs de marnes à lignite.
PIG_0011	La Rouvière	Vagnas	2015	Hélène Salomon Emilie Chalmin Claire Chanteraud	07150	Ardèche	France	4,351908	44,340117	BOURG-ST-ANDEOL_889	Mésozoïque	Crétacé supérieur	Turonien	Turonien (Crétacé sup.) c3b-c: Sables à lignite, calcaires, marnes à huîtres.
PIG_0013	Cornillon 1a	Cornillon	2015	Hélène Salomon Emilie Chalmin Claire Chanteraud	30630	Gard	France	4,49939	44,224753	PONT-ST-ESPRIT_913	Mésozoïque	Crétacé supérieur	Turonien	Turonien supérieur (Crétacé sup.) c3c: Grès et sables siliceux. Sables grossiers, blancs et rouges avec niveaux ligniteux, argileux, ferrugineux ou ocreux.
PIG_0014	Cornillon 1b	Cornillon	2015	Hélène Salomon Emilie Chalmin Claire Chanteraud	30630	Gard	France	4,498828	44,222747	PONT-ST-ESPRIT_913	Mésozoïque	Crétacé supérieur	Turonien	Turonien supérieur (Crétacé sup.) c3c: Grès et sables siliceux. Sables grossiers, blancs et rouges avec niveaux ligniteux, argileux, ferrugineux ou ocreux.
PIG_0015	Col des Brousses couche 2	St-Florent-sur-Auzonnet	2015	Hélène Salomon Emilie Chalmin Claire Chanteraud	30960	Gard	France	4,1333333	44,248976	ALES_912	Mésozoïque	Trias	Keuper	Keuper t7-9: marnes rougeâtres ou verdâtres, dolomies gréseuses, grès
PIG_0020	Pierremorte 1	Courry	2015	Hélène Salomon Emilie Chalmin Claire Chanteraud	30500	Gard	France	4,141295	44,311302	BESSEGES_888	Mésozoïque	Jurassique moyen	Callovien	Callovien j3: Calcaire (couches des Assions ?)
PIG_0020_std	Pierremorte 1	Courry	2015	Hélène Salomon Emilie Chalmin Claire Chanteraud	30500	Gard	France	4,141295	44,311302	BESSEGES_888	Mésozoïque	Jurassique moyen	Callovien	Callovien j3: Calcaire (couches des Assions ?)
PIG_0022	Pierremorte 1 (2 selon J. Monney)	Courry	2015	Hélène Salomon Emilie Chalmin Claire Chanteraud	30500	Gard	France	4,144315	44,309754	BESSEGES_888	Mésozoïque	Jurassique moyen	Callovien	Callovien j3: Calcaire (couches des Assions ?)
PIG_0023	Mine d'ocre - Nord de St-Laurent-la-Vernède	St-Laurent-la-Vernède	2015	Hélène Salomon Emilie Chalmin Claire Chanteraud	30330	Gard	France	4,451694	44,1100297	PONT-ST-ESPRIT_913	Mésozoïque	Crétacé supérieur	Turonien	Turonien supérieur c3c: Grès et sables siliceux. Sables grossiers, blancs et rouges avec niveaux ligniteux, argileux, ferrugineux ou ocreux.
PIG_0024	Les Trémousses - sud de Brahic	Malbosc	2015	Hélène Salomon Emilie Chalmin Claire Chanteraud	07140	Ardèche	France	4,097811	44,367822	BESSEGES_888	Paléozoïque	Carbonifère	Stéphanien	Stéphanien h5b5: schistes
PIG_0025	Croix de Fauvie (Préhistorama)	Rousson	2015	Hélène Salomon Emilie Chalmin Claire Chanteraud	30340	Gard	France	4,132691	44,205611	ALES_912	Mésozoïque	Jurassique supérieur	Kiméridgien (?)	Kiméridgien (Crétacé inf.) j7: Calcaires à facies Urgonien: blancs, massifs, à rudistes et ici, localement crayeux.
PIG_0029	La Capette 2 gravière, sud de Masmolène	La Capelle-et-Masmolène	2015	Hélène Salomon Emilie Chalmin Claire Chanteraud	30700	Gard	France	4,518453	44,040516	UZES_939	Mésozoïque	Crétacé inférieur	Barrémien	Cénomanién moyen (Crétacé sup.) c2b: Ce sont des couches marno-calcaires gréseuses. On trouve de nombreux bancs de marnes à lignite.
PIG_0038	La Capette pt3 - Route de la Capelle	La Capelle-et-Masmolène	2015	Hélène Salomon Emilie Chalmin Claire Chanteraud	30700	Gard	France	4,534013	44,040429	UZES_939	Mésozoïque	Crétacé supérieur	Cénomanién	Cénomanién moyen (Crétacé sup.) c2b: Ce sont des couches marno-calcaires gréseuses. On trouve de nombreux bancs de marnes à lignite.

PIG_0039	Vénéjan sud	Vénéjan	2015	Hélène Salomon Emilie Chalmin Claire Chanteraud	30200	Gard	France	4,657158	44,192920	PONT-ST-ESPRIT_913	Mésozoïque	Crétacé supérieur	Santonien	Santonien (Crétacé sup.) c5a : Grès ferrugineux et argiles bariolées à goéthite et kaolinite.
PIG_0047	Entre St-Cirgue-de-Prades et Jaujac	Jaujac	2015	Hélène Salomon	07380	Ardèche	France	4,266757	44,627722	LARGENTIERE_864	indéterminée	Pléistocène	inconnu	Basalte : coulée de Jaujac
PIG_0048	Rieussec 1	Salavas	2015	Hélène Salomon	07150	Ardèche	France	4,393427	44,383307	BOURG-ST-ANDEOL_889	Mésozoïque	Crétacé supérieur	Turonien ?	Turonien moyen ? (Crétacé sup.) c3b-c- 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.
PIG_0051	Rieussec Fabrèges	Vagnas	2015	Hélène Salomon	07150	Ardèche	France	4,356984	44,368004	BOURG-ST-ANDEOL_889	Mésozoïque	Crétacé supérieur	Turonien ?	Turonien moyen ? (Crétacé sup.) c3b-c- 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.
PIG_0052	Gîte de Brousse Les Plantades	Montréal	2015	Hélène Salomon	07110	Ardèche	France	4,2833333	44,5166667	LARGENTIERE_864	Mésozoïque	Trias supérieur	Keuper	Keuper (Trias sup.) tc: Succession de séquence de rudites, d'arénites, d'argilites bariolées et de dolomites.
PIG_0053	La Vernade	Chassiers	2015	Hélène Salomon	07110	Ardèche	France	4,328679	44,56045	AUBENAS_865	Mésozoïque	Jurassique inférieur	Hettangien-Sinemurien	Hettangien-Sinemurien (Jurassique inf.) I2-3: Calcaire noduleux cendrés et marnes.
PIG_0054	Les Brugières	Salavas	2015	Julien Monney	07150	Ardèche	France	4,370996	44,381812	BOURG-ST-ANDEOL_889	Mésozoïque	Crétacé supérieur	Turonien ?	Turonien moyen ? (Crétacé sup.) c3b-e- 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.
PIG_0062	Les Brugières (carrières)	Salavas	2015	Julien Monney	07150	Ardèche	France	4,370996	44,381812	BOURG-ST-ANDEOL_889	Mésozoïque	Crétacé supérieur	Turonien ?	Turonien moyen ? (Crétacé sup.) c3b-e- 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.
PIG_0063	La Tuilière	Salavas	2015	Julien Monney	07150	Ardèche	France	4,372394	44,38671	BOURG-ST-ANDEOL_889	Mésozoïque	Crétacé supérieur	Turonien ?	Turonien moyen ? (Crétacé sup.) c3b-e- 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.
PIG_0064	Falaises sup. - Salavas	Salavas	2015	Julien Monney	07150	Ardèche	France			BOURG-ST-ANDEOL_889	Mésozoïque	Crétacé supérieur	Turonien ?	Turonien moyen ? (Crétacé sup.) c3b-e- 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.
PIG_0067	Maison forestière de Valbonne	Carsan	2015	Julien Monney	30130	Gard	France	4,565963	44,225974	PONT-ST-ESPRIT_913	Mésozoïque	Crétacé supérieur	Turonien	Turonien (Crétacé sup.) c3c: Grès et sables siliceux
PIG_0072	Pierremorte site 1	Courry	2015	Julien Monney	30500	Gard	France	4,144036	44,309873	BESSEGES_888	Mésozoïque	Jurassique moyen	Callovien	Callovien
PIG_0075	Pierremorte site 2	Courry	2015	Julien Monney	30500	Gard	France	4,141295	44,311302	BESSEGES_888	Mésozoïque	Jurassique moyen	Callovien	Callovien
PIG_0078	La Roquevièrre	St-Laurent-la-Vernède	2015	Julien Monney	30330	Gard	France			PONT-ST-ESPRIT_913	Mésozoïque	Crétacé supérieur	Turonien	Turonien supérieur c3c: Grès et sables siliceux. Sables grossiers, blancs et rouges avec niveaux ligniteux, argileux, ferrugineux ou ocreux.
PIG_0091	Font de Roure	Rousson	2015	Julien Monney	30340	Gard	France	4,129732	44,209115		indéterminée	indéterminé	indéterminé	
PIG_0094	Cornillon site 1	Cornillon	2015	Julien Monney	30630	Gard	France	4,498828	44,222747	PONT-ST-ESPRIT_913	Mésozoïque	Crétacé supérieur	Turonien	Turonien supérieur (Crétacé sup.) c3c : Grès et sables siliceux. Sables grossiers, blancs et rouges avec niveaux ligniteux, argileux, ferrugineux ou ocreux.
PIG_0096	Cornillon site 2	Cornillon	2015	Julien Monney	30630	Gard	France			PONT-ST-ESPRIT_913	Mésozoïque	Crétacé supérieur	Turonien	Turonien supérieur (Crétacé sup.) c3c : Grès et sables siliceux. Sables grossiers, blancs et rouges avec niveaux ligniteux, argileux, ferrugineux ou ocreux.
PIG_0101	Les Camps	Orgnac-l'Aven	2015	Julien Monney	07150	Ardèche	France			BOURG-ST-ANDEOL_888	indéterminée	indéterminé	indéterminé	
PIG_0102	Les Camps	Orgnac-l'Aven	2015	Julien Monney	07150	Ardèche	France			BOURG-ST-ANDEOL_888	indéterminée	indéterminé	indéterminé	
PIG_0103	Les Camps	Orgnac-l'Aven	2015	Julien Monney	07150	Ardèche	France			BOURG-ST-ANDEOL_888	indéterminée	indéterminé	indéterminé	
PIG_0104	Les Camps	Orgnac-l'Aven	2015	Julien Monney	07150	Ardèche	France			BOURG-ST-ANDEOL_888	indéterminée	indéterminé	indéterminé	

PIG_0105	Combes de Vanmalle	Labastide-de-Virac	2015	Julien Monney	07150	Ardeche	France	4,413987	44,372279	BOURG-ST-ANDEOL_88:	indeterminée	indeterminé	Eboulis	Eboulis
PIG_0106	Combes de Vanmalle	Labastide-de-Virac	2015	Julien Monney	07150	Ardeche	France	4,413987	44,372279	BOURG-ST-ANDEOL_88:	indeterminée	indeterminé	Eboulis	Eboulis
PIG_0107	Plateau au-dessus de la Lauouza	Sanilhac-et-Sagriès	2015	Julien Monney	30700	Gard	France			UZES_939	indeterminée	indeterminé	indeterminé	
PIG_0108	Grotte du Gai	Sanilhac-et-Sagriès	2015	Julien Monney	30700	Gard	France			UZES_939	indeterminée	indeterminé	indeterminé	
PIG_0109	Rieussec n°1	Salavas	2015	Julien Monney	07150	Ardeche	France			BOURG-ST-ANDEOL_889	indeterminée	indeterminé	indeterminé	
PIG_0110	Rieussec n°1	Salavas	2015	Julien Monney	07150	Ardeche	France			BOURG-ST-ANDEOL_889	indeterminée	indeterminé	indeterminé	
PIG_0111	Rieussec n°1	Salavas	2015	Julien Monney	07150	Ardeche	France			BOURG-ST-ANDEOL_889	indeterminée	indeterminé	indeterminé	
PIG_0112	Rieussec n°2	Salavas	2015	Julien Monney	07150	Ardeche	France			BOURG-ST-ANDEOL_889	indeterminée	indeterminé	indeterminé	
PIG_0113	Rieussec n°2	Salavas	2015	Julien Monney	07150	Ardeche	France			BOURG-ST-ANDEOL_889	indeterminée	indeterminé	indeterminé	
PIG_0114	Fabrèges	Vagnas	2015	Julien Monney	07150	Ardeche	France			BOURG-ST-ANDEOL_88:	indeterminée	indeterminé	indeterminé	
PIG_0115	Fabrèges	Vagnas	2015	Julien Monney	07150	Ardeche	France			BOURG-ST-ANDEOL_88:	indeterminée	indeterminé	indeterminé	
PIG_0116	Fabrèges	Vagnas	2015	Julien Monney	07150	Ardeche	France			BOURG-ST-ANDEOL_88:	indeterminée	indeterminé	indeterminé	
PIG_0119	Salavas site n°2	Salavas	2015	Julien Monney	07150	Ardeche	France			BOURG-ST-ANDEOL_889	indeterminée	indeterminé	indeterminé	
PIG_0128	Le Mas d'Alzon	Vagnas	2015	Julien Monney	07150	Ardeche	France			BOURG-ST-ANDEOL_88:	indeterminée	indeterminé	indeterminé	
PIG_0129	Campéraud	St-Laurent-la-Vernède	2015	Julien Monney	30330	Gard	France			PONT-ST-ESPRIT_913	indeterminée	indeterminé	indeterminé	
PIG_0135	Les Bernades	St-Laurent-la-Vernède	2015	Julien Monney	30330	Gard	France			PONT-ST-ESPRIT_913	indeterminée	indeterminé	indeterminé	
PIG_0140	Près des Bernades	St-Laurent-la-Vernède	2015	Julien Monney	30330	Gard	France			PONT-ST-ESPRIT_913	indeterminée	indeterminé	indeterminé	
PIG_0141	Bordezac site 2 sur le GR	Bordezac	2015	Julien Monney	30160	Gard	France			BESSEGES_888	indeterminée	indeterminé	indeterminé	
PIG_0142	Bordezac site 2 sur le GR	Bordezac	2015	Julien Monney	30160	Gard	France			BESSEGES_888	indeterminée	indeterminé	indeterminé	
PIG_0143	Bordezac site 2 sur le GR	Bordezac	2015	Julien Monney	30160	Gard	France			BESSEGES_888	indeterminée	indeterminé	indeterminé	
PIG_0144	Bordezac site 2 sur le GR	Bordezac	2015	Julien Monney	30160	Gard	France			BESSEGES_888	indeterminée	indeterminé	indeterminé	
PIG_0145	Bordezac site 2 sur le GR	Bordezac	2015	Julien Monney	30160	Gard	France			BESSEGES_888	indeterminée	indeterminé	indeterminé	
PIG_0146	Bordezac site 1	Bordezac	2015	Julien Monney	30160	Gard	France			BESSEGES_888	indeterminée	indeterminé	indeterminé	
PIG_0147	Bordezac site 1	Bordezac	2015	Julien Monney	30160	Gard	France			BESSEGES_888	indeterminée	indeterminé	indeterminé	
PIG_0148	Le Vacharès (Chartreuse de Valbonne)	Saint-Paulet-de-Caisson	2015	Julien Monney	30130	Gard	France			PONT-ST-ESPRIT_913	indeterminée	indeterminé	indeterminé	
PIG_0149	Le Vacharès (Chartreuse de Valbonne)	Saint-Paulet-de-Caisson	2015	Julien Monney	30130	Gard	France			PONT-ST-ESPRIT_913	indeterminée	indeterminé	indeterminé	
PIG_0150	Le Rieussec	Salavas	2015	Julien Monney	07150	Ardeche	France			BOURG-ST-ANDEOL_889	indeterminée	indeterminé	indeterminé	
PIG_0151	Le Rieussec	Salavas	2015	Julien Monney	07150	Ardeche	France			BOURG-ST-ANDEOL_889	indeterminée	indeterminé	indeterminé	
PIG_0152	Carrière CECA	Saint-Bauzille	2015	Julien Monney	07210	Ardeche	France	4,687944	44,677949	CREST_842	Cénozoïque	Miocène	indeterminé	Basalte: montagne d'Andance
PIG_0153	Chemin de Roumanie	La Voulte-sur-Rhône	2015	Hélène Salomon	07800	Ardeche	France	4,774035	44,801184	CREST_842	Mésozoïque	Jurassique inférieur	Callovien	Callovien inférieur (sommet) et Callovien moyen j3a-b: à la Voulte : minéral de fer (partie principale)
PIG_0154	Lit du Rieussec	Vagnas	2016	Hélène Salomon Emilie Chalmin Claire Chanteraud Eva Fabro	07150	Ardeche	France	4,351472	44,364146	BOURG-ST-ANDEOL_889	Mésozoïque	Crétacé supérieur	alluvions récentes	Alluvions récentes de lit majeur (sables, graviers, cailloutis), limons de débordement, vasières de bras morts, reposant sur du c6 (matériel probablement issu du Turonien moyen c3c)
PIG_0155	Départ piste forestière	Vagnas	2016	Hélène Salomon Emilie Chalmin Claire Chanteraud Eva Fabro	07150	Ardeche	France	4,353461	44,368909	BOURG-ST-ANDEOL_889	Mésozoïque	Crétacé supérieur	alluvions récentes	Alluvions récentes de lit majeur (sables, graviers, cailloutis), limons de débordement, vasières de bras morts, reposant sur du c6 (matériel probablement issu du Turonien moyen c3c)

PIG_0156	Vignes Rieussec	Vagnas	2016	Hélène Salomon Emilie Chalmin Claire Chanteraud Eva Fabro	07150	Ardèche	France	4,353666	44,367061	BOURG-ST-ANDEOL_889	Cénozoïque	Indéterminé	alluvions récentes	Alluvions récentes de lit majeur (sables, graviers, cailloutis), limons de débordement, vasières de bras morts, reposant sur du c3 (matériel probablement issu du Turonien moyen c3c)
PIG_0157	Camping de St-Sauveyre	Vagnas	2016	Hélène Salomon Emilie Chalmin Claire Chanteraud Eva Fabro	07150	Ardèche	France	4,37741	44,348911	BOURG-ST-ANDEOL_889	Cénozoïque	Eocène	Bédoulien	Bédoulien inférieur (Crétacé inf.) - Calcaires à rudistes, bio-calcarénites à faciès urgonien.
PIG_0158	Le Petit Brahic	Banne	2016	Hélène Salomon Emilie Chalmin Claire Chanteraud Eva Fabro	07460	Ardèche	France	4,16611	44,3505556	BESSEGES_888	Mésozoïque	Jurassique inférieur	Domérien ?	Domérien? I6: Marnes micassées et calcaire gréseux
PIG_0159	Pierremorte	Courry	2016	Hélène Salomon Emilie Chalmin Claire Chanteraud Eva Fabro	30500	Gard	France	4,14111	44,3113889	BESSEGES_888	Mésozoïque	Jurassique moyen	Callovien	Callovien J3: Calcaire (couches des Assions ?)
PIG_0160	Bordezac	Bordezac	2016	Hélène Salomon Emilie Chalmin Claire Chanteraud Eva Fabro	30160	Gard	France	4,076088	44,31036	BESSEGES_888	Mésozoïque	Trias	inférieur ? et moyen	Trias inf. ? et moyen t1: "Grès inférieurs" - poudingues, arkoses, grès
PIG_0160_std	Bordezac	Bordezac	2016	Hélène Salomon Emilie Chalmin Claire Chanteraud Eva Fabro	30160	Gard	France	4,076088	44,31036	BESSEGES_888	Mésozoïque	Trias	inférieur ? et moyen	Trias inf. ? et moyen t1: "Grès inférieurs" - poudingues, arkoses, grès
PIG_0161	Eglise évangéliste réformée (route des Gras)	Les Vans	2016	Hélène Salomon Emilie Chalmin Claire Chanteraud	07140	Gard	France	4,133055	44,4038889	BESSEGES_888	indéterminée	indéterminé	inconnu	inconnu
PIG_0162	Monteil (1)	Montclus	2016	Hélène Salomon Emilie Chalmin Claire Chanteraud	30630	Gard	France	4,407917	44,276111	PONT-ST-ESPRIT_913	Mésozoïque	Crétacé inférieur	Barrémien inférieur	Barrémien inf. (Crétacé) n4-5U : Calcaires à faciès urgonien non subdivisés
PIG_0163	La Tuillière, Loumet	Salavas	2016	Hélène Salomon Emilie Chalmin Claire Chanteraud	07150	Ardèche	France	4,37194444	44,3880556	BOURG-ST-ANDEOL_889	Mésozoïque	Crétacé supérieur	Turonien ?	Turonien moyen ? (Crétacé sup.) c3b-c: 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.
PIG_0164	Mine d'ocre	St-Laurent-la-Vernède	2016	Hélène Salomon Emilie Chalmin Claire Chanteraud	30330	Gard	France	4,45047222	44,1108333	PONT-ST-ESPRIT_913	Mésozoïque	Crétacé supérieur	Turonien	Turonien supérieur c3c: Grès et sables siliceux. Sables grossiers, blancs et rouges avec niveaux ligniteux, argileux, ferrugineux ou ocreux.
PIG_0165	Le Gardon (ou Gard)	Russan	2016	Hélène Salomon Emilie Chalmin Claire Chanteraud	30190	Gard	France	4,3236111	43,93	UZES_939	Cénozoïque	Inconnu	inconnu	Formation fluviatile récente.
PIG_0166	Ruisseau du rocher rouge	Russan	2016	Hélène Salomon Emilie Chalmin Claire Chanteraud	30190	Gard	France	4,3391666	43,93722	UZES_939	Mésozoïque	Crétacé inférieur	Barrémien	Barrémien sup. (Crétacé inf.) - Faciès Urganien. Calcaire blancs cristallins à rudistes, Calcaire argileux jaunâtre grumeleux à fossiles. Calcaire récifaux blancs. Calcaires détritiques blancs à foraminifères.
PIG_0168	Le Mas	Uzer	2016	Claire Chanteraud Hélène Salomon	07110	Ardèche	France	4,320277	44,51139	AUBENAS_865	Mésozoïque	Jurassique inférieur	Sinemurien	Sinemurien (Jurassique inf.) - I3-4: Calcaires micritiques à silex.
PIG_0169	La Coste	Uzer	2016	Claire Chanteraud Hélène Salomon	07110	Ardèche	France	4,340278	44,5345278	AUBENAS_865	Mésozoïque	Jurassique inférieur	Hettangien-Sinemurien	Hettangien-Sinemurien inf. (Jurassique inf.) I2-3: Calcaires noduleux cendrés et Couches du Bosc (« alternance de calcaires spathiques (à cassure nette et à forme spécifique) et de calcaires noduleux cendrés »).
PIG_0170	Ouest d'Aubenas	Aubenas	2016	Claire Chanteraud Hélène Salomon	07200	Ardèche	France	4,364999	44,62361	AUBENAS_865	Mésozoïque	Trias	Carnien-Norien	Carnien-Norien (Trias sup.) ts: « Formation bariloée d'Ucel ». Grès arkosiques très grossiers, argillites sableuses, siltites versicolores (grises, vertes, rouges) et dolomies jaunes ou beiges. La formation est stratocroissante et granocroissante jusqu'à des bancs de grès grossiers.
PIG_0171	Entre Mercuer et Aubenas	Aubenas	2016	Claire Chanteraud Hélène Salomon	07200	Ardèche	France	4,353888	44,62722	AUBENAS_865	Mésozoïque	Trias	Carnien-Norien	Carnien-Norien (Trias sup.) ts: « Formation bariloée d'Ucel ». Grès arkosiques très grossiers, argillites sableuses, siltites versicolores (grises, vertes, rouges) et dolomies jaunes ou beiges. La formation est stratocroissante et granocroissante jusqu'à des bancs de grès grossiers.

PIG_0172_std	Huy Gare	Huy	2016	Hélène Salomon	4500	Province de Liège	Belgique	5.221965	50,522029	?	Paléozoïque	Dévonien	Famennien	Famennien Shale et shistes à passées d'hématite oolithique
PIG_0173_std	Roussillon	Roussillon	2016	Hélène Salomon	84220	Vaucluse	France	5.313966	43,901229	CAVAILLON_967	Mésozoïque	Crétacé supérieur	Albien	Albien c1b: Sables ocreux
PIG_0174_std	Beauregard	Thoste	2016	Yvan Coquinot Lucile Beck Hélène Salomon	21460	Côte d'Or	France	4.228461	47,44334	QUARRE-LES-TOMBES_467	Mésozoïque	Jurassique inférieur	Hettangien	Hettangien ferrugineux I2-3: lumachelle épigénisée par les oxydes de fer
PIG_0175_std	Fontenaille	Fontenaille	2016	Yvan Coquinot Lucile Beck Hélène Salomon	89560	Yonne	France	3.471875	47,546565	COURSON-LES-CARRIERES_434	Cénozoïque	Pliocène	superficiel	B Couverture limoneuse sur Jurassique blocs de grès ferrugineux parfois très abondants dans les terrasses limoneuses situées à l'Ouest de Courson-les-Carrières.
PIG_0176_std	Pierrerie	Pierrerie	2016	Jean-Victor Pradeau Hélène Salomon	34360	Hérault	France	2.97982	43,426455	ST-CHINIAN_1014	Mésozoïque	indéterminé	indéterminé	A1 Bauxite et argile bauxitique à gravillon ferrugineux
PIG_0177	La Jonade sud	St-Julien-de-Peyrolas	2017	Jean-Victor Pradeau Hélène Salomon Emilie Chalmin Margo Demange	30760	Gard	France	4.61195	44,30419	BOURG-ST-ANDEOL_889	Mésozoïque	Crétacé inférieur	Albien	Vraconienne. Sables, grès à ciment calcaire, poudingues
PIG_0178		Alguèze	2017	Jean-Victor Pradeau Hélène Salomon Margo Demange	30760	Gard	France	4.487569	44,294235	BOURG-ST-ANDEOL_889	Cénozoïque	Eocène supérieur	Ludien	ludien basal marnes versicolores à gypse, marnes sableuses
PIG_0179	Le Puech de St Apollonie	Les Assions	2017	Jean-Victor Pradeau Hélène Salomon Margo Demange	07140	Ardèche	France	4.169579	44,422549	BESSEGES_888	Mésozoïque	Jurassique moyen	Bajocien	Bajocien sup Calcaire à entroques des Buisnières
PIG_0180	Le Puech de St Apollonie	Les Assions	2017	Jean-Victor Pradeau Hélène Salomon Margo Demange	07140	Ardèche	France	4.168761	44,422605	BESSEGES_888	Mésozoïque	Jurassique moyen	Bajocien	Bajocien sup Calcaire à entroques des Buisnières
PIG_0181	Cimetière	Les Vans	2017	Jean-Victor Pradeau Hélène Salomon Margo Demange Claire Chanteraud Estelle Camizuli	07140	Gard	France	4.137008	44,403813	BESSEGES_888	Mésozoïque	Jurassique moyen	Bajocien	Bajocien sup Calcaire à entroques des Buisnières
PIG_0183	La Rousse	Gravières	2017	Jean-Victor Pradeau Hélène Salomon Emilie Chalmin Estelle Camizuli Claire Chanteraud	07140	Ardèche	France	4.224424	44,385812	BESSEGES_888	Mésozoïque	Jurassique moyen	Bajocien	Bajocien sup. Calcaire à entroques des Buisnières- Calcaire de la Rousse
PIG_0184	Le Mognard	Gravières	2017	Jean-Victor Pradeau Hélène Salomon Emilie Chalmin Estelle Camizuli Claire Chanteraud	07140	Ardèche	France	4.073581	44,423215	BESSEGES_888	indéterminée	indéterminé	indéterminé	brèches ferrugineuses du folcheran
PIG_0185	Mur en fond de Jardin	Les Vans	2017	Jean-Victor Pradeau Hélène Salomon Emilie Chalmin Estelle Camizuli Claire Chanteraud	07140	Gard	France	4.129933	44,403976	BESSEGES_888	Mésozoïque	Jurassique moyen	Bajocien	Bajocien sup. Calcaire à entroques des Buisnières
PIG_0186	Eglise évangéliste réformée (route de gras)	Les Vans	2017	Jean-Victor Pradeau Hélène Salomon Emilie Chalmin Estelle Camizuli Claire Chanteraud	07140	Gard	France	4.132987	44,404179	BESSEGES_888	Mésozoïque	Jurassique moyen	Bajocien	Bajocien sup. Calcaire à entroques des Buisnières
PIG_0187	Assise du cimetière	Les Vans	2017	Jean-Victor Pradeau Hélène Salomon Emilie Chalmin Estelle Camizuli Claire Chanteraud	07140	Gard	France	4.152176	44,407922	BESSEGES_888	Mésozoïque	Jurassique moyen	Bajocien	Bajocien sup. Calcaire à entroques des Buisnières
PIG_0188	Carrière de Fontanisse	Serviers-et-Labaume	2017	Jean-Victor Pradeau Emilie Chalmin Estelle Camizuli Claire Chanteraud	30700	Gard	France	4.286089	44,0477489	UZES_939	Mésozoïque	Crétacé terminal-éocène	indéterminé	Crétacé terminal- Eocène

PIG_0189	Carrière de Fontanisse	Serviers-et-Labaume	2017	Jean-Victor Pradeau H��l��ne Salomon Emilie Chalmin Estelle Camizuli Claire Chanteraud	30700	Gard	France	4,286089	44,0477489	UZES_939	M��sozoique	Cr��tac�� terminal- ��oc��ne	ind��termin��	Cr��tac�� terminal- Eoc��ne
PIG_0190	D��chetterie	Garrigues	2017	Jean-Victor Pradeau H��l��ne Salomon Emilie Chalmin Estelle Camizuli Claire Chanteraud	34160	H��rault	France	4,263477	43,92201	ANDUZE_938	C��nozoique	Oligoc��ne inf��rieur	ind��termin��	Oligoc��ne inf.
PIG_0191	Mas Bagard-champs	Baron	2017	Jean-Victor Pradeau H��l��ne Salomon Emilie Chalmin Estelle Camizuli Claire Chanteraud	30700	Gard	France	4,286089	44,0477489	ANDUZE_938	C��nozoique	Pal��oc��ne-��oc��ne inf��rieur	ind��termin��	Pl��oc��ne- Eoc��ne inf.
PIG_0192	Mas Bagard	Baron	2017	Jean-Victor Pradeau H��l��ne Salomon Emilie Chalmin Estelle Camizuli Claire Chanteraud	30700	Gard	France	4,286089	44,047748	ANDUZE_938	M��sozoique	Cr��tac�� inf��rieur	Barr��mien	Barr��mien sup. (Cr��tac�� inf.) - Faci��s Urgonien.
PIG_0193	B��zut-champs	Baron	2017	Jean-Victor Pradeau H��l��ne Salomon Emilie Chalmin Estelle Camizuli Claire Chanteraud	30700	Gard	France	4,267124	44,060471	ANDUZE_938	C��nozoique	Pal��oc��ne-��oc��ne inf��rieur	inconnu	Pl��oc��ne- ��oc��ne inf.
PIG_0194	Foncouverte	Baron	2017	Jean-Victor Pradeau H��l��ne Salomon Emilie Chalmin Estelle Camizuli Claire Chanteraud	30700	Gard	France	4,286089	44,0477489	ANDUZE_938	M��sozoique	Cr��tac�� sup��rieur	C��nomanien-turonien	C��nomanien-Turonien
PIG_0195	Foncouverte	Baron	2017	Jean-Victor Pradeau H��l��ne Salomon Emilie Chalmin Estelle Camizuli Claire Chanteraud	30700	Gard	France	4,286089	44,0477489	ANDUZE_938	M��sozoique	Cr��tac�� sup��rieur	Coniacien	Coniacien - calcaire gr��seux
PIG_0196	Fougeras	Dions	2017	Jean-Victor Pradeau H��l��ne Salomon Emilie Chalmin Estelle Camizuli Claire Chanteraud	30190	Gard	France	4,293011	43,918465	SOMMIERES_964	C��nozoique	Pal��oc��ne-��oc��ne inf��rieur	inconnu	Pl��oc��ne- ��oc��ne inf.
PIG_0197	Les Condamines table des chasseurs	Sanihac-et-Sagri��s	2017	Jean-Victor Pradeau H��l��ne Salomon Emilie Chalmin Estelle Camizuli Claire Chanteraud	30700	Gard	France	4,41046	43,9351739	UZES_939	M��sozoique	Cr��tac�� inf��rieur	Barr��mien	Barr��mien sup. (Cr��tac�� inf.) - Faci��s Urgonien.
PIG_0198	Mas Cavalle	La Capelle-et-Masmol��ne	2017	Jean-Victor Pradeau H��l��ne Salomon Emilie Chalmin Estelle Camizuli Claire Chanteraud	30700	Gard	France	4,539359	44,0385659	UZES_939	M��sozoique	Cr��tac�� sup��rieur	C��nomanien	C��nomanien moyen (Cr��tac�� sup.) c2b: Ce sont des couches marno-calcaires gr��seuses. On trouve de nombreux bancs de marnes �� lignite.
PIG_0200	Intersection D279 D982	Pouzilhac	2017	Jean-Victor Pradeau H��l��ne Salomon Emilie Chalmin Estelle Camizuli Claire Chanteraud	30210	Gard	France	4,559278	44,043906	UZES_939	M��sozoique	Cr��tac�� sup��rieur	C��nomanien	C��nomanien inf��rieur (Cr��tac�� sup.) Sabl��s avec niveaux de gr��s-quartzites purs ou ferrugineux, de couleur rouge-��tre.
PIG_0201	D��me de Sarsin	Connaux	2017	Jean-Victor Pradeau H��l��ne Salomon Emilie Chalmin Estelle Camizuli Claire Chanteraud	30330	Gard	France	4,6028129	44,0937	UZES_939	M��sozoique	Cr��tac�� inf��rieur	Barr��mien	Barr��mien sup. (Cr��tac�� inf.) - Faci��s Urgonien

PIG_0202	Le Bosc - mur de jardin	Les Assions	2017	Jean-Victor Pradeau Hélène Salomon Margo Demange	07140	Ardèche	France	4,168761	44,422605	BESSEGES_888	Mésozoïque	Jurassique moyen	Bajocien	Bajocien sup. Calcaire à entroques des Buisnières
PIG_0205	Jonchier Serre Rouge	Valaurie	2018	Valentin Lafont	26230	Drôme	France	4,828784	44,423928	VALREAS_890	Cénozoïque	Crétacé supérieur	altéré	e: Cénozoïque et formations superficielles. Eocène ? Sables rouges et blancs (Crétacé supérieur altéré ? Eocène ?) Sable - Fe kaolinite
PIG_0206	Viallard (site A)	La Rochette	2018	Gilles Ménard	07310	Ardèche	France	4,223496	44,932400	LE MONASTIER-SUR-GAZELLE_816	indéterminée	indéterminé	indéterminé	CB: FORMATIONS VOLCANIQUES - Pyroclastites et formations associées - Projections et scories des cônes stromboliens et retombées voisines/basaltes altérés
PIG_0207	Chauvy - Brousson (site B)	La Rochette	2018	Gilles Ménard	07310	Ardèche	France	4,215479	44,917049	LE MONASTIER-SUR-GAZELLE_816	indéterminée	indéterminé	indéterminé	FORMATIONS VOLCANIQUES - Magmatisme effusif - VOLCANISME DU VELAY ORIENTAL (MIOCÈNE SUPÉRIEUR) - Trachytes et phonolites - basaltes altérés
PIG_0208	sortie nord-est	Privas	2018	Hélène Salomon	07000	Ardèche	France	4,608761	44,734733	PRIVAS_841	Mésozoïque	Jurassique inférieur	Toarcien (?)	I4-J1-3a: MÉSOZOÏQUE - JURASSIQUE - Marnes et calcaires noirs de Coux, Minéral de fer de Saint-Priest, Calcaires noirs de Vesseaux, Calcaires du Riou-Petit (Toarcien) et niveaux condensés (Aalénien-Bathonien inférieur) bancs gréseux fins (entourés des marno-calcaires)
PIG_0209	Puech de Canders	Cazoubès-Béziers	2018	Hélène Salomon Jean-Victor Pradeau Romain Mensan	34370	Hérault	France	3,08871	43,414873	SAINT-CHINIAN_1042	Mésozoïque	indéterminé	indéterminé	A1 Bauxite et argile bauxitique à gravillon ferrugineux
PIG_0210	Mas du Puech Long - champs face aux Bruyères	Aujargues	2018	Hélène Salomon	30250	Gard	France	4,141155	43,803261	SOMMIERES_964	Cénozoïque	Eocène inférieur	Inconnu	éocène inf.
PIG_0211	La Fortunelle	Courry St-Brès	2018	Hélène Salomon	30500	Gard	France	4,176593	44,295826	BESSEGES_888	Mésozoïque	Jurassique supérieur	Oxfordien	Oxfordien sup.: calcaire à nodules pyriteux, très altérés
PIG_0212	Chemin de Roumanie	La Voult-sur-Rhône	2018	Hélène Salomon Claire Chanteraud	07800	Ardèche	France	4,765085	44,799217	CREST_842	Mésozoïque	Jurassique inférieur	Callovien	Callovien inférieur (sommet) et Callovien moyen j3a-b: à la Voult: minéral de fer (partie principale)
PIG_0213	Haut du chemin de Roumanie	La Voult-sur-Rhône	2018	Hélène Salomon Claire Chanteraud	07800	Ardèche	France	X	X	CREST_842	indéterminée	indéterminé	indéterminé	indéterminé
PIG_0214	Ravin du Claret	St-Julien-Montdenis	2019	Emilie Chalmin Magali Rossi et Aurélie Chassin de Kergommeaux	73870	Savoie	France	6,427551	45,264285	ST-JEAN-DE-MAURIENNE_774	Mésozoïque	Jurassique/trias	indéterminé	Jurassique/Trias
PIG_0215	Ravin du Claret	St-Julien-Montdenis	2019	Emilie Chalmin Magali Rossi et Aurélie Chassin de Kergommeaux	73870	Savoie	France	6,427551	45,264285	ST-JEAN-DE-MAURIENNE_774	Mésozoïque	Jurassique/trias	indéterminé	Jurassique/Trias
PIG_0216	La Roche - Champs gras	Fontenaille	2012	Hélène Salomon	89560	Yonne	France	3,590148	47,578138	COURSON-LES-CARRIERES_434	Cénozoïque	Pliocène	superficiel	B Couverture limoneuse sur Jurassique blocs de grès ferrugineux parfois très abondants dans les terrasses limoneuses situées à l'Ouest de Courson-les-Carrières.
PIG_0217	Terres Rouges	Pont-sur-Yonne	2010	Hélène Salomon	89140	Yonne	France	3,122904	48,260616	MONTEREAU-FAUT-YONNE_295	Cénozoïque	Eocène inférieur	Yprésien	e3-Yprésien : ensemble d'argiles, sables et grès
PIG_0218	Laurent	Fontenaille	2012	Hélène Salomon	89560	Yonne	France	3,50129	47,581477	COURSON-LES-CARRIERES_434	Cénozoïque	Pliocène	superficiel	B Couverture limoneuse sur Jurassique blocs de grès ferrugineux parfois très abondants dans les terrasses limoneuses situées à l'Ouest de Courson-les-Carrières.
PIG_0219	Camping Fromengal	Mairie Cussac	2010	Hélène Salomon	24480	Dordogne	France	0,885672	44,837644	LE BUGUE_807	indéterminée	Eocène	Yprésien (?)	e3-4 Eocène : Formation de Sauteloup (Yprésien ?) : sables fins à granules de quartz, à nodules ou lentilles d'argiles kaoliniques et halloysites
PIG_0220	Combe Saunière	Sarillac-sur-l'Isle	2004	Hélène Salomon	24420	Dordogne	France	0,886783	45,221634	PERIGUEUX-EST_759	Cénozoïque	Eocène	indéterminé	e-p: Formations fluviatiles sidérolithique, argiles sableuses, compactées, à éléments ferrugineux
PIG_0221	Thoste	Thoste	2011	Yvan Coquinot Lucile Beck Hélène Salomon	21460	Côte d'Or	France	4,230798	47,436222	QUARRE-LES-TOMBES_467	Mésozoïque	Jurassique inférieur	Hettangien	Hettangien ferrugineux I2-3: lunachelle épigénisée par les oxydes de fer
PIG_0222	Solargil	Saint-Amand-en-Puisaye	2010	Solargil	58310	Nièvre	France				indéterminée	indéterminé	indéterminé	
PIG_0223	Crottes de fer (Mont Blanc)	Larchant	2014	Pierre Bodu et Hélène Salomon	77760	Seine-et-Marne	France	2,593842	48,296158	FONTAINEBLEAU_294	Cénozoïque	Eocène	Stampien	grès de Fontainebleau
PIG_0225	Avigny- champs sortie ouest	Avigny	2010	Yvan Coquinot Lucile Beck Hélène Salomon	89270	Yonne	France	3,702908	47,585236	VERMENTON_435	indéterminée	indéterminé	superficiel	B Couverture limoneuse sur Jurassique blocs de grès ferrugineux parfois très abondants dans les terrasses limoneuses situées à l'Ouest de Courson-les-Carrières.

PIG_0226		Courcelles-Frémy	2010	Yvan Coquiot Lucile Beck Hélène Salomon	21460	Côte d'Or	France	4,179709	47,451105	QUARRE-LES-TOMBES_467	Mésozoïque	Jurassique inférieur	Hettangien	Hettangien ferrugineux I2-3: lumachelle épigenisée par les oxydes de fer
PIG_0227	vigne sortie sud-est	Minerve	2011	Jean-Victor Pradeau Hélène Salomon	34210	Hérault	France	2,744062	43,349115	LEZIGNAN-CORBIERES_1038	Cénozoïque	Eocène	indéterminé	e3bC: Calcaires marins à Alvéolines (Ilerdien inférieur à moyen) de la bordure méridionale de la Montagne Noire et unité d'Oupla
PIG_0228	La Moulinette	Cessenon-Orb	2010	Hélène Salomon Jean-Victor Pradeau Romain Mensan	34460	Hérault	France	3,057534	43,434035	ST-CHINIAN_1014	Mésozoïque	Crétacé supérieur	Maastrichtien	c6 "Grès à Reptiles", marnes, conglomérats, du Campanien (Valdo-Fuvélien)"
PIG_0229	Vallon de Mourgues	Pierrerie	2011	Jean-Victor Pradeau Hélène Salomon	34460	Hérault	France	2,97982	43,426455	ST-CHINIAN_1014	Mésozoïque	indéterminé	indéterminé	A1 Bauxite et argile bauxitique à gravillon ferrugineux
PIG_0230	Terril mine	Ferrières-Poussarou	2011	Jean-Victor Pradeau Hélène Salomon	34360	Hérault	France	2,885195	43,490052	ST-CHINIAN_1014	Paléozoïque	Cambrien	inférieur et moyen	k2c: Calcaires à Archaeocyathus (Cambrien inférieur et moyen)
PIG_0231	Ceps, GR	Ceps	2011	Jean-Victor Pradeau Hélène Salomon	34460	Hérault	France	2,986744	43,515372	ST-CHINIAN_1014	Paléozoïque	Dévonien	indéterminé	d5-H1a Calcaires noduleux et griottes du Dévonien
PIG_0232	Trou de la Féclaz	Saint-Jean-d'Arvey	2019	Emilie Chalmin	73230	Savoie	France							
PIG_0233	Chauferray	Saint-Diéry	2019	Aurélié Chassin de Kregommeaux	63320	Puy de Dôme	France	3,00559167	45,52254333	BESSE_741	Cénozoïque	Oligocène	indéterminé	
PIG_0234	/	Saint-Germain-Lembron	2019	Aurélié Chassin de Kregommeaux	63340	Puy de Dôme	France	3,22629167	45,46235167	BESSE_741	Cénozoïque	Oligocène	indéterminé	
PIG_0235	Lac d'en haut	La Godivelle	2019	Aurélié Chassin de Kregommeaux	63850	Puy de Dôme	France			BESSE_741	indéterminée	indéterminée	indéterminé	indéterminé
PIG_0236	Petit Mont Blanc	Pralognan-la-Vanoise	2019	Aurélié Chassin de Kregommeaux	73710	Savoie	France	6,686427	45,355904	MOUTIERS_751	Mésozoïque	Trias	indéterminé	tG
PIG_0237	Mont Jovet	Bozel	2019	Aurélié Chassin de Kregommeaux	73350	Savoie	France	6,63833333	45,4947533	MOUTIERS_751	indéterminée	indéterminé	indéterminé	S1: zone des schistes lustrés- Schistes lustrés indéterminés
PIG_0238	Roc Mugnier	Saint-Bon-Tarentaise	2019	Aurélié Chassin de Kregommeaux	73120	Savoie	France	6,653125	45,366475	MOUTIERS_751	Mésozoïque	Trias	indéterminé	tK
PIG_0239	Croix du Triadou (Aubrac)	Saint-Chély-d'Aubrac	2019	Hélène Salomon	12470	Aveyron	France	2,9556	44,6173	ST-GENIEZ-D'OLT_861	indéterminée	indéterminée	indéterminée	mpB1.Basanite microporphyrrique
PIG_0240	D920 - Chemin de Calmont	Espalion	2019	Hélène Salomon	12500	Aveyron	France	2,7366	44,5133	ESPALION_860	Mésozoïque	Trias	Hettangien (?)	t-H1 Trias - Lias inférieur (p.p.) ; Trias supérieur ou Hettangien basal : argillites, grès
PIG_0241	Grèzes	Saint-Côme-d'Olt	2019	Hélène Salomon	12500	Aveyron	France	2,8316	44,5308	ESPALION_860	Mésozoïque	Trias	Hettangien (?)	t-H1 Trias - Lias inférieur (p.p.) ; Trias supérieur ou Hettangien basal : argillites, grès
PIG_0242	Aubrac	Saint-Chély-d'Aubrac	2019	Hélène Salomon	12470	Aveyron	France	2,9866	44,6238	ST-GENIEZ-D'OLT_861	indéterminée	indéterminée	indéterminée	S0 Projections scoriacées
PIG_0243	route de Rougerie Baraque du banquier	Campagnac	2019	Hélène Salomon	12560	Aveyron	France	3,1132	44,3749	SEVERAC-LE-CHATEAU_885	indéterminée	indéterminé	indéterminé	R Formations résiduelles des surfaces calcaires (Terre des Causses) sur Bathonien
PIG_0244	Les Vignes	Massegros Causse Gorges	2019	Hélène Salomon	48500	Lozère	France	3,232	44,2712	ST-BEAUZELY_909	Mésozoïque	Jurassique moyen	indéterminé	B1b Basaltes du Jurassique moyen
PIG_0245	mine	Lesquerde	2019	Hélène Salomon	66220	Pyrénées-orientales	France	2,5255	42,8013	RIVESALTES_1090	Mésozoïque	Jurassique inférieur	indifférencié	I1-I4 Lias inférieur carbonaté indifférencié
PIG_0246	Mas Camps	Estagel	2019	Hélène Salomon	66310	Pyrénées-orientales	France	2,6788	42,7834	RIVESALTES_1090	Cénozoïque	Oligocène	indéterminé	Oligocène g: Formations de Pazols - Estagel et d'Espira-de-l'Agly
PIG_0247	Les Lates	Darbres	2019	Claire Chanteraud Hélène Salomon	07170	Ardeche	France	4,5336	44,6681	PRIVAS_841	Cénozoïque	Pliocène	indéterminé	Bp Volcanisme des Coirons - Basalte du plateau
PIG_0248	La Mège	Darbres	2019	Claire Chanteraud Hélène Salomon	07170	Ardeche	France	4,5239	44,6554	PRIVAS_841	Cénozoïque	Pliocène	indéterminé	Bp Volcanisme des Coirons - Basalte du plateau
PIG_0249	derrière le château	Mirabel	2019	Claire Chanteraud Hélène Salomon	07170	Ardeche	France	4,4986	44,6097	AUBENAS_865	Mésozoïque	Crétacé supérieur	Valanginien	Valanginien n2b Laminites ocre de Mirabel marnes et faiseaux de fines calcarénites argilleuses
PIG_0250	Les Roumanes	Lussas	2019	Claire Chanteraud Hélène Salomon	07170	Ardeche	France	4,5239	44,6554	AUBENAS_865	Cénozoïque	Pliocène	indéterminé	FB Alluvions anciennes à éléments de basalte prédominant
PIG_0251	La Jastre	Saint-Jean-le-Centenier	2019	Claire Chanteraud Hélène Salomon	07580	Ardeche	France	4,5456	44,6047	AUBENAS_865	Cénozoïque	Pliocène	indéterminé	tf Volcanisme des Coirons: Tufs stratifiés
PIG_0252	La Jastre	Saint-Jean-le-Centenier	2019	Claire Chanteraud Hélène Salomon	07580	Ardeche	France	4,5472	44,6052	AUBENAS_865	Cénozoïque	Pliocène	indéterminé	tf Volcanisme des Coirons: Tufs stratifiés
PIG_0253	Bas Montbrun	Saint-Ginès-en-Colron	2019	Claire Chanteraud Hélène Salomon	07580	Ardeche	France	4,5445	44,6134	AUBENAS_865	Cénozoïque	Pliocène	indéterminé	tf Volcanisme des Coirons: Tufs stratifiés
PIG_0254	Baras	Berzème	2019	Claire Chanteraud Hélène Salomon	07580	Ardeche	France	4,5603	44,6716	PRIVAS_841	Cénozoïque	Pliocène	indéterminé	Pr sc Volcanisme des Coirons: Projections volcaniques ; cendres et scories stromboliennes en amas ou bancs

PIG_0255	Cros du Roure	Coux	2019	Claire Chanteraud Hélène Salomon	07000	Ardèche	France	4,6162	44,7469	PRIVAS_841	Mésozoïque	Jurassique inférieur	Toarcien (?)	I4-1-3a Marnes et calcaires noirs de Coux, Minéral de fer de Saint-Priest, Calcaires noirs de Vesseaux, Calcaires du Riou-Petit (Toarcien) et niveaux condensés (Aalénien-Bathonien inférieur)
PIG_0256	La Croix des Avias	Darbres	2019	Claire Chanteraud Hélène Salomon	07170	Ardèche	France	4,5129	44,6227	AUBENAS_865	Cénozoïque	Pliocène	indéterminé	paléosol entre deux coulées de basalte
PIG_0257	Machefer	Bessans	2020	Emilie Chalmin David Aljanabi	73480	Savoie	France			Lanslebourg Montd'arbin_776	indéterminée	indéterminée	indéterminé	R : à compléter
PIG_0258	Machefer	Bessans	2019	Annie Chazal	73480	Savoie	France			Lanslebourg Montd'arbin_776	indéterminée	indéterminée	indéterminé	R : à compléter
PIG_0259	La Boissine	La Voult-sur-Rhône	2020	Claire Chanteraud Hélène Salomon Vincent Delvigne	07800	Ardèche	France			CREST_842	Mésozoïque	Jurassique	indéterminé	
PIG_0260	carrière de Saint Nazaire	Saint-Nazaire-en-Royans	2020	Aurélié Chassin de Kergommeaux Hélène Salomon Vincent Delvigne	26190	Drôme	France			Romans-sur-Isère_795	Cénozoïque	Eocène		
PIG_0261	route D532	Saint-Nazaire-en-Royans	2020	Aurélié Chassin de Kergommeaux Hélène Salomon Vincent Delvigne	26190	Drôme	France			Romans-sur-Isère_795	Cénozoïque	Eocène		
PIG_0262	route D76	Saint-Nazaire-en-Royans	2020	Aurélié Chassin de Kergommeaux Hélène Salomon Vincent Delvigne	26190	Drôme	France	5,2575	45,0574	Romans-sur-Isère_795	Cénozoïque	Oligocène	Stampien	
PIG_0263	Le Bois Savoyard	Rochechinard	2020	Aurélié Chassin de Kergommeaux Hélène Salomon Vincent Delvigne	26190	Drôme	France			Romans-sur-Isère_795	Cénozoïque	Eocène		
PIG_0264	Laragnolle	Rochechinard	2020	Aurélié Chassin de Kergommeaux Hélène Salomon Vincent Delvigne	26190	Drôme	France			Romans-sur-Isère_795	Cénozoïque	eocène	indéterminé	n4-5U "sidérolithique" dans les calcaires urgiens
PIG_0265	Laragnolle	Rochechinard	2020	Aurélié Chassin de Kergommeaux Hélène Salomon Vincent Delvigne	26190	Drôme	France			Romans-sur-Isère_795	Cénozoïque	Eocène	indéterminé	n4-5U "sidérolithique" dans les calcaires urgiens
PIG_0266	Laragnolle	Rochechinard	2020	Aurélié Chassin de Kergommeaux Hélène Salomon Vincent Delvigne	26190	Drôme	France			Romans-sur-Isère_795	Cénozoïque	Eocène	indéterminé	n4-5U "sidérolithique" dans les calcaires urgiens
PIG_0267	Les Merles	Rochechinard	2020	Aurélié Chassin de Kergommeaux Hélène Salomon Vincent Delvigne	26190	Drôme	France			Romans-sur-Isère_795	Cénozoïque	Eocène		
PIG_0268	Combe d'Arc	Vallon-Pont-d'Arc	2020	Aurélié Chassin de Kergommeaux Hélène salomon Kim Genuite	07150	Ardèche	France			Bourg-Saint-Andéol_889	quaternaire	indéterminé		terrasse +30
PIG_0269	Tour penchée	Soyons	2020	Claire Chanteraud	07130	Ardèche	France	4,8428188	44,8825684	Valence_818	Mésozoïque	Jurassique inférieur	Toarcien	
PIG_0270	inconnu	inconnue	2020	Isabelle Couchoud		France								
PIG_0271	Les Maitreaux	Bossay-sur-Claise	2003	Hélène Salomon	37290	Indre-et-Loire	France	0,945107	46,824879	Preuilley_542	Cénozoïque	Eocène		e8. Eocène continentale, sable grossier, argileux, feldspathiques, de faciès "brenne", de couleur grise, dans l'ensemble des argiles à conglomérat siliceux.
PIG_0272	Condades	Riols	2011	Hélène Salomon, Jean-Victor Pradeau	34220	Hérault	France	2,793281	43,466578	Saint-Pons_1013	Paléozoïque	cambrien inférieur		k2d1. Alternances dolomies et pérites claires, formation schisto-dolomitique du Cambrien inférieur
PIG_0273		Assignan	2011	Hélène Salomon, Jean-Victor Pradeau	34360	Hérault	France	2,873551	43,386739	Saint-Chignian_1014 et Saint-Pons_1013	Cénozoïque	Eocène	Cuisien	e4. Cuisien. Formation d'Assignan. C'est un ensemble fluviatile, formé de grès (remplissage de chenaux) et de limons calcaires marmorisés (dépôts de plaines d'inondation à paléosols). Ou e4b, Cuisien. Grès et marnes d'Assignan. Ensemble de grès, marnes et conglomérats, souvent rougeâtres, à caractère fluviatile, associant des faciès fins d'argiles, limons ou marnes versicolores, de plaines d'inondation, à des faciès grossiers en chenaux ou lentilles.

PIG_0274	Peyremale	Saint-Chignian	2011	Hélène Salomon, Jean-Victor Pradeau	34360	Hérault	France	Saint-Chignian_1014	Cénozoïque	quaternaire		C-F Colluvions et alluvions de fond de vallon (Quaternaire)		
PIG_0275	Caboujiette	Fleury	2011	Hélène Salomon, Jean-Victor Pradeau	11560	Aude	France	3,143969	43,226648	Beziers_1039	Mésozoïque	crétacé inférieur	Berriasien terminal- Valanginien basal	n1-2. Berriasien terminal- Valanginien basal calcaire roux à plaquettes
PIG_0276	La Garrigue	Nissan-Les-Enserune	2011	Hélène Salomon, Jean-Victor Pradeau	34440	Hérault	France	3,098817	43,268587	Beziers_1040	Cénozoïque	Oligocène		g3b Calcaires lacustres de Nissan (Oligocène supérieur-Aquitainien)
PIG_0277	route de Launoy	Nonville	2018	Hélène Salomon, Pierre Allard, Jean-Marc Guedo	77340	Seine-et-Marne	France	2,789726	48,277929	FONTAINEBLEAU_294	Cénozoïque	éocène	Yprésien	e3 Argile et grès sparnacien
PIG_0278	Ferme de Chernelle	Nonville	2018	Hélène Salomon, Pierre Allard, Jean-Marc Guedo	77340	Seine-et-Marne	France	2,763039	48,290953	FONTAINEBLEAU_294	Cénozoïque	éocène		e7p formation à chailles, poudingues de nemours (Eocène)
PIG_0279	Le Colombier	Saint Sérotin	2018	Hélène Salomon, Pierre Allard, Jean-Marc Guedo	89140	Yonne	France	3,142567	48,271403	MONTEREAU-FAUT-YONNE_295	Cénozoïque			LPb : complexes loessiques, loess indifférencié sur substrat c4-6) (campanien supérieur à belemnitella mucronata)
PIG_0280	le Signal de Gitry	Saint Sérotin	2018	Hélène Salomon, Pierre Allard, Jean-Marc Guedo	89141	Yonne	France	3,169784	48,259087	MONTEREAU-FAUT-YONNE_295	Cénozoïque	Eocène	Yprésien	e3-4(1) Yprésien : ensemble d'argiles, sables et grès et galets (+silex)
PIG_0281	le Rayage	Nailly	2018	Hélène Salomon, Pierre Allard, Jean-Marc Guedo	89100	Yonne	France	3,184328	48,244739	MONTEREAU-FAUT-YONNE_295	Cénozoïque	Eocène	Yprésien	R5 formation résiduelle argilo-sableuse à silex sur substrat Yprésien
PIG_0282	la Fosse aux Loups	Villemer	2018	Hélène Salomon, Pierre Allard, Jean-Marc Guedo	77250	Seine-et-Marne	France	2,82126	48,296956	FONTAINEBLEAU_294	Cénozoïque	Eocène	Sparnacien	e3 Argile et grès sparnaciens
PIG_0283	La Pièce des Loges	La Grande-Paroisse	2020	Hélène Salomon, Aurélie Chassin de Kergommeaux, Michéline Droye, Charlotte Saint-Raymond	77130	Seine-et-Marne	France	2,88881	48,371225	FONTAINEBLEAU_294	quaternaire		anthropocène	débais graviers//Alluvions
PIG_0284	2017601 : Kalkfeld, Omatako dans la région de Otjozondjupa	Namibie	2017	Guilhem Mauran		Namibie		16,1605	-20,8044					breccia ferrugineuse
PIG_0285	2017T03 : Verbrande Berg	Namibie	2017	Guilhem Mauran		Namibie		14,4189	-20,6217					shale ferrugineuse, métamorphisme de matière organique et de lave volcanique, formation Verbrande Berg, riche en souffre avec de la natrojarosite et des laves Pahoehoe.
PIG_0286	2017E002	Namibie	2017	Guilhem Mauran		Namibie		15,2175	-21,9555					grès altéritique ferrugineux : peut-être issu des Chuos formation, formation glaciogénique principalement diamictique
PIG_0287	2017A04	Namibie	2017	Guilhem Mauran		Namibie		14,4556	-20,4248					bloc d'hématite : peut-être issu des Chuos formation, formation glaciogénique principalement diamictique
PIG_0288	2017A05	Namibie	2017	Guilhem Mauran		Namibie		14,4579	-20,4281					remplissage de fracture d'oxyde de Mn
PIG_0289	La Pagésie	Montignac	2002	Emilie Chalmin, Norbert Aujoulat	24290	Dordogne	France			Terrasson_784				inconnu
PIG_0290	Béniwet	Saint-André-d'Allas	2002	Emilie Chalmin, Norbert Aujoulat	24200	Dordogne	France			Sarlat-la-Caneda_808				c4b Crétacé, Cognacien moyen et supérieur, calcaires bioclastiques jaunes et calcaires gréseux
PIG_0291	Pech de Bord	Vitrac	2002	Emilie Chalmin, Norbert Aujoulat	24200	Dordogne	France			Sarlat-la-Caneda_808				c4b Crétacé, Cognacien moyen et supérieur, calcaires bioclastiques jaunes et calcaires gréseux
PIG_0292	Le Theil	Vitrac	2002	Emilie Chalmin, Norbert Aujoulat	24200	Dordogne	France			Sarlat-la-Caneda_808				
PIG_0293	Le Pech	inconnue	2002	Emilie Chalmin, Norbert Aujoulat		Dordogne	France							
PIG_0294	Montignac	Montignac	2002	Emilie Chalmin, Norbert Aujoulat	24290	Dordogne	France							
PIG_0295	Castellar		2015	Jean-Victor Pradeau	06500	Alpes maritimes	France			Menthon-Nice_973	Mésozoïque	Néocomien	Berriasien	n1-4 Néocomien (Berriasien à Barrémien) calcaires marneux, des mammo-calcaire, des marnes schisteuses avec bancs glauconieux souvent pétris de belemnites, niveaux corodés et ferrugineux, parfois horizons à oolithes ferrugineuses.
PIG_0296	Villecroze		2015	Jean-Victor Pradeau	83690	Var	France			Salernes_997			Albien	B-Bauxites (Albien) dans les poches du Jurassique karstifié
PIG_0297	Salernes		2015	Jean-Victor Pradeau	83690	Var	France			Draguignan_1023			Albien	B-Bauxites repose sur la surface karstifiée du Bathonien supérieur, en dessous du Campanien
PIG_0298	Ollières		2015	Jean-Victor Pradeau	83470	Var	France			Brignoles_1022			Albien	Al- Bauxite (Albien) dans le secteur d'Ollières et Poursieux, c'est une pseudo-bauxite (kaolinite+hématite/goethite) rare boehmite
PIG_0299	gîte de Camparoux	Pontevès	2015	Jean-Victor Pradeau	83690	Var	France			Tavernes_996			Albien	B- Bauxite (Albien) dans des poches du Jurassique supérieur
PIG_0300	les Camps-la-Source	les Camps-la-Source	2015	Jean-Victor Pradeau	83170	Var	France			Brignoles_1022			Albien	Al- Bauxite (Albien) dans le secteur d'Ollières et Poursieux, c'est une pseudo-bauxite (kaolinite+hématite/goethite) rare boehmite, bien développé dans les synclinaux de Camps, Pelicon et du Val

Localisation des « standards »

	N° éch.	evolution 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_RhA_OCR_2015_021	PROS_RhA_OCR_2016_026	15/06/2015	Pierremorte 1 - Mine à l'ouest du hameau	Courry	44 21 36	4 5 44	primaire	H. Salomon	Bessèges	hbs	Stéphanien moyen (Carbonifère supérieur) Conglomérats, grès, psammites (i.e. roche sédimentaire détritique riche en quartz et muscovite), schistes ou charbon. 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_RhA_OCR_2016_007	PROS_RhA_OCR_2016_027	22/06/2016	Route D51 (SE de Bordezac)	Bordezac			primaire	E. Chalmin	Bessèges	ti	Trias inférieur ? - Poudingues, arkoses, grès.	—	Affleurement en place le long de la route	Il y a 3 faciès au total (voir CR Ardèche 2016)
HUY_REF	PROS_RhA_OCR_2017_01	PROS_RhA_OCR_2016_021	02/03/2017	Gare de Huy	Huy	50.531543	4.2411243	primaire	H. Salomon	Belgique	XX	Famenien	coupe route	synclinal de Namur	feuillets schisteux
ROU_REF	PROS_RhA_OCR_2017_02	PROS_RhA_OCR_2016_022	02/03/2017	Roussillon	Roussillon	43.898329	5.296848	sub-primaire	H. Salomon	Cavillon(9 67)	c1b	Ocre glauconieux	mine d'ocre	penne abrupte front de taille	croûte sommitale gréseuse compacte et hématitique
BEAU_REF	PROS_RhA_OCR_2017_03	PROS_RhA_OCR_2016_023	02/03/2017	Beauregard	Thoste	47.438163	4.232478	sub-primaire	H. Salomon	Carré-les-Tombes (467)	Q-1	Hettangien ferrugineux : calcaire à entroques ferrugineux + filon de fluorite et barytine, fer natif	terrils	dans les terrils	tendre en surface cassant à l'intérieur, pailleté
FON_REF	PROS_RhA_OCR_2017_04	PROS_RhA_OCR_2016_024	02/03/2017	Fontenaille	Fontenaille	47.546041	3.470891	primaire	H. Salomon	Coursours-carnéras	B	Moi-pliocène : formation superficielle de plateau à lentille de grès ferrugineux	champ	ferriers proto-historiques	grès grossiers ferrugineux goethitiques, surface naturelle écaillée
PRUE_REF	PROS_RhA_OCR_2017_05	PROS_RhA_OCR_2016_025	02/03/2017	Pierrerie	Pierrerie	43.426545	2.979592	primaire	H. Salomon	Saint-Chinian (1014)	j	Bauxite de l'Hérault	coupe route	niveau de plusieurs mètres d'épaisseur	macrofaciles homogène, pisolithes durs à reflet métallique à mat avec marbrures blanches

ANNEXE 4 – Fiches standards et description du macro- au microscopique

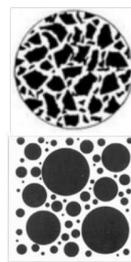
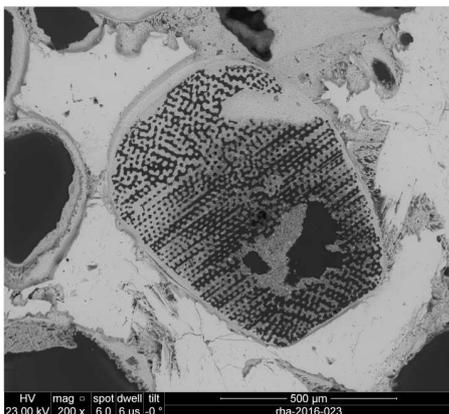
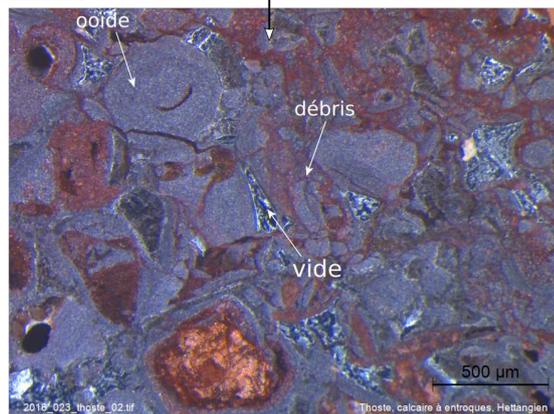
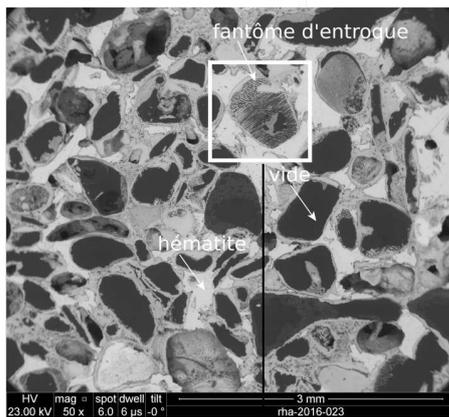
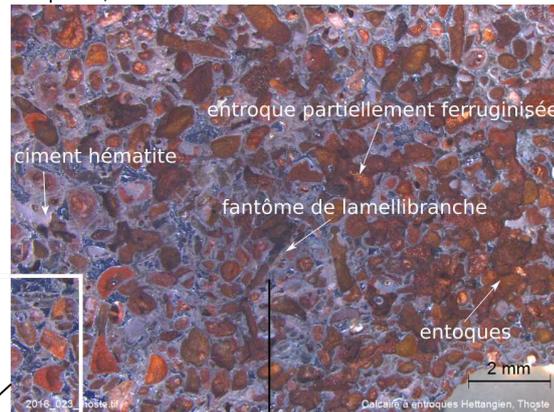
Beauregard-Thoste - calcaire ferruginisé

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

contacts ponctuels



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

Bordezac

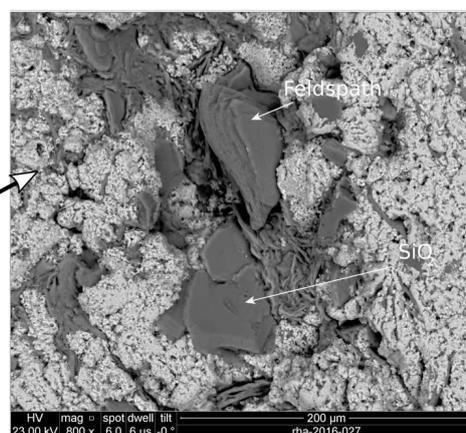
Fragment de veine riche en hématite. Habitus en rognon ou plaquettes. Extérieur pulvérulent, tachant. Partie interne très compacte et résistante. La veine coupe la roche encaissante (arkose). Partie centrale plus riche en fer et diffusion du fer dans la roche encaissante (aux épontes). Les fluides hydrothermaux 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

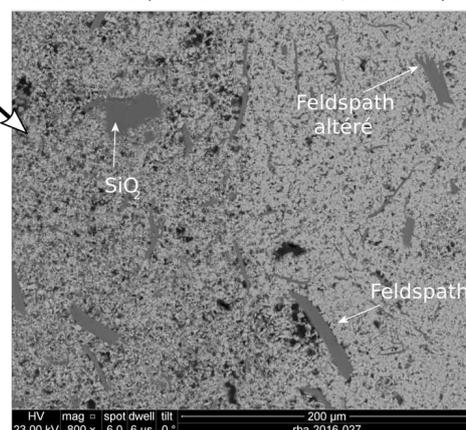
ciment : surtout argiles peu évoluées



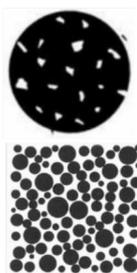
Coupe polie : hématite, grains de quartz flottants et fractures riches en feldspaths. Les alternances de gris métallique et de rouge traduisent la compacité variable de la matière : lorsque la roche est poreuse, elle apparaît rouge, lorsque la matière est compacte, le polissage la fait apparaître gris 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



Micrographie MEB en imagerie chimique. Feldspaths piégés dans les microfissures de la roche (cristaux tabulaires/tablettes)



Tablettes de feldspaths ponctuels, plus ou moins altérés



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

Contacts ponctuels irréguliers



Huy - oolithe ferrugineuse

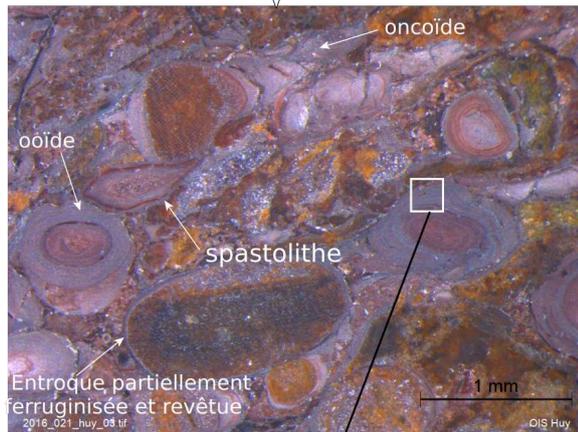
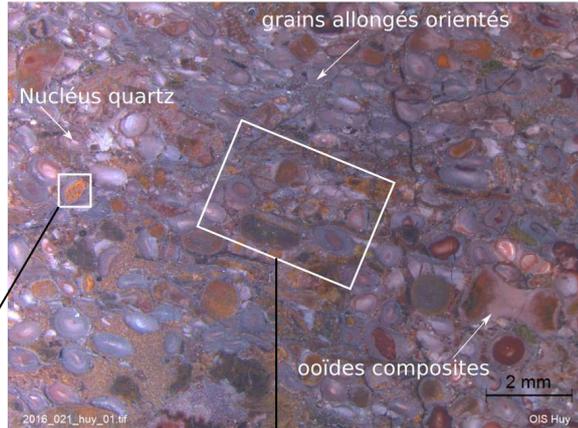
Hématite oolithique - groupe des schistes du Famennien, Belgique.

Grainstone ferrifère oolithique - Formation d'Hodimont Habitus en plaques à cassure irrégulière. Surface peu résistante. Oolithes visibles à l'oeil nu.

Faciès mixte oolithique-pseudo-oolithique avec ooïde hématitiques (dominants), grains allongés et revêtus imprégnés d'hématite. Oolithes ellipsoïdales dont le grand axe est orienté statistiquement.

Coupe polie faisant apparaître différents types d'ooïdes vêtus : ooïdes, spastolithes, ooïdes composites ooïdes superficielles sur pelloïdes, bioclastes, oncoïdes ferruginisés, grains squelettiques compactés

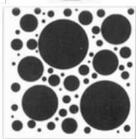
ciment : hématite, chlorite, sidérite, dolomite, calcite Fe
matrice : siliciclastique, carbonate



Micrographie MEB en imagerie chimique. Pelloïdes et grains de quartz enrobés de fines couches ferrifères



Granulométrie : 60% grains

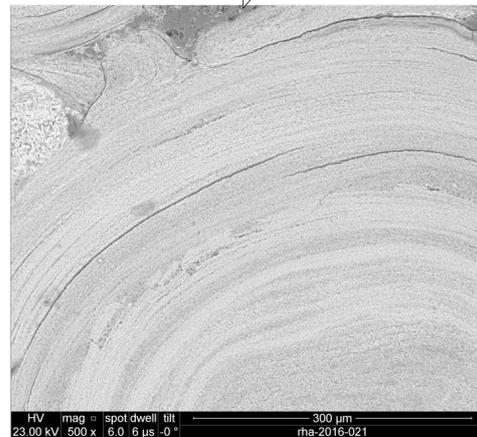


Classement : mauvais comprise entre 200 et 400 µm

Distribution : hétérogène



Micrographie MEB en imagerie chimique. Multiples couches ferrifères sur une ooïde ou déformée

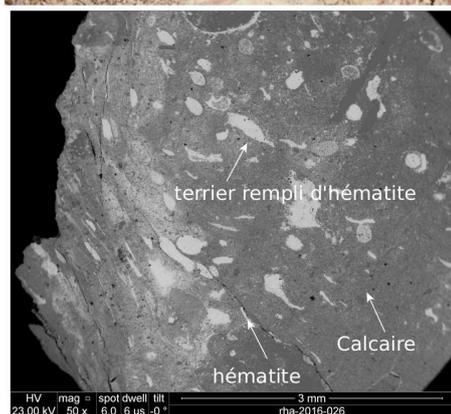


Pierremorte-Courry - calcaire ferruginisé

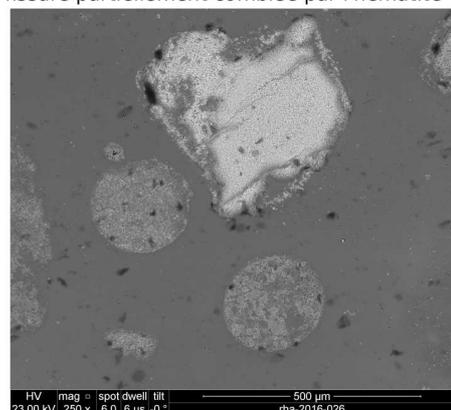
Fragment de calcaire ferruginisé à entroques Calovien, Gard.

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'oeil nu. Ils apparaissent sous forme de mouchetures rouges (entroques ferruginisées) dans le calcaire bleuté.

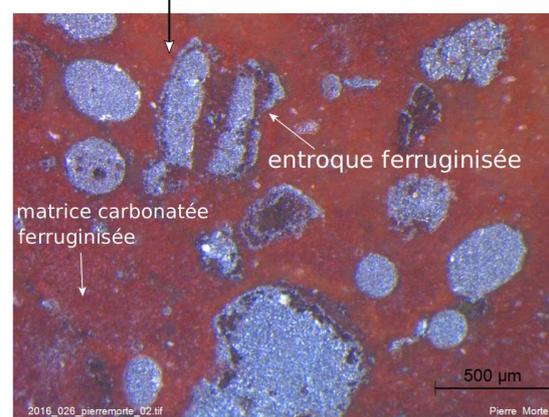
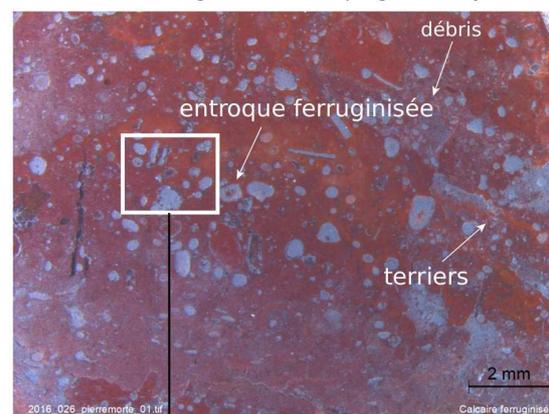


Micrographie MEB en imagerie chimique.
Organismes benthiques ferruginisés
matrice calcaire +- imprégnée d'oxyde de fer
fissure partiellement comblée par l'hématite

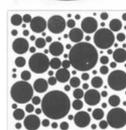


Coupe polie faisant apparaître différents types de grains dont l'architecture a été remplacée par des oxydes de fer: entroques principalement et spicules d'éponge.

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

Absence de contact



Pierrerie - Bauxite - Jurassique moyen

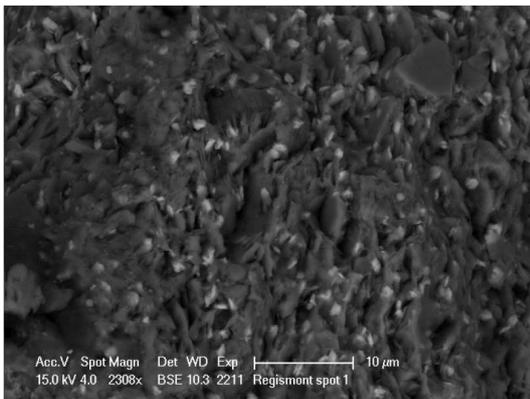
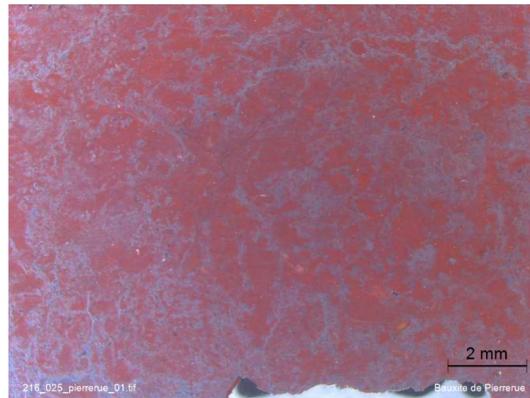
Fragement de bauxite, de Pierrerie, Hérault.
 Habitus sans forme particulière, à cassure irrégulière à planaire. Résistante variable. Pisolithes ferrugineux visibles à l'oeil nu. On distingue des taches argilo-ferrugineuses, des taches argileuses (kaolinite) et des taches ferrugineuses (rouges) emballées dans des argiles ferrugineuses.
 Hématite dominante, zones riches en goethite jaune.



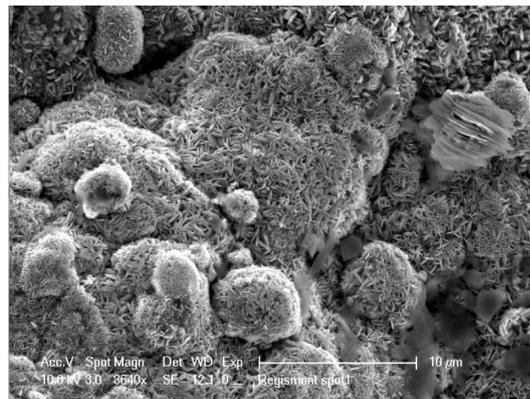
Coupe polie faisant apparaître des zones riches en hématite (gris métallique) et en argile riche en aluminium ferrugineuse rouge.

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.
 Pelottes d'hématite en plaquettes hexagonales en vermicule de kaolinite (à droite)

Granulométrie : pas de grain

Ocre - Roussillon

Fragment de cuirasse prélevé au sommet de la séquence des ocres de Roussillon.

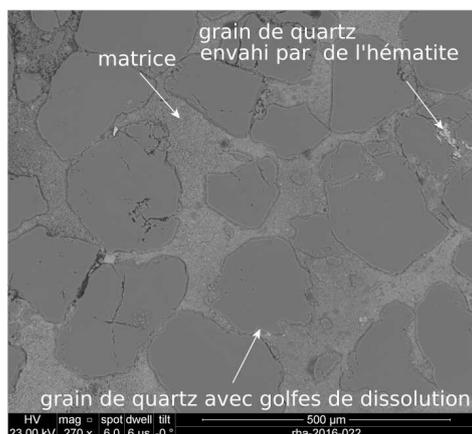
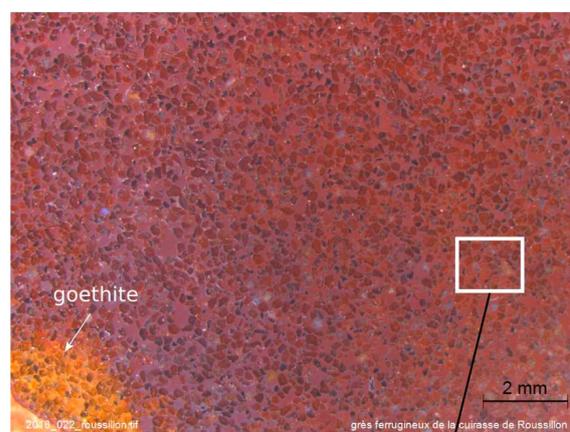
Grès glauconieux altéré - dont l'altération est poussée car il ne reste plus de glauconite. La cuirasse est riche en hématite (rouge) et grains de quartz altérés, avec quelques zones de goethite (jaune). Les oxydes et hydroxydes de fer sont le plus souvent mêlés à la kaolinite, en concentrations variables (zonations sombres d'aspect cuirassé et métallique).



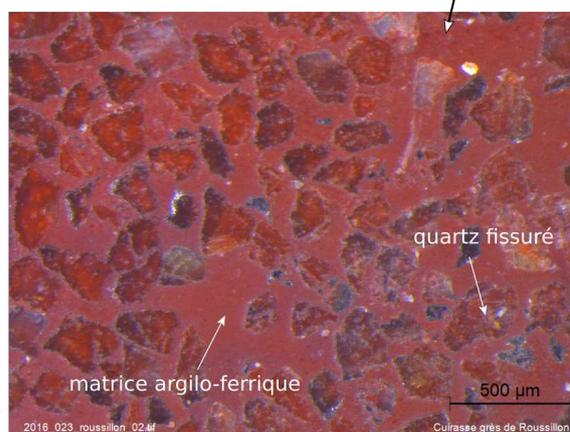
Matière peu cohésive (les grains se détachent à l'ongle) et très colorante : les sachets sont fortement tachés

Coupe polie faisant apparaître les grains de quartz plus ou moins corrodés, fissurés et colonisés par l'argile ferrugineuse et des oxydes de fer.

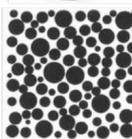
matrice : argilo-ferrique - hématite (goethite) et kaolinite
grains : quartz



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).



Granulométrie : 50% grains de quartz



Classement : bon à très bon - taille des grains comprise entre 200 et 400 µm

Distribution : homogène

Contacts ponctuels irréguliers



ANNEXE 5 – Référencement géologique des ressources en matières colorantes entre l’Ardèche et le Gardon. Un outil pour appréhender les paysages vécus au cours du Paléolithique supérieur – *Ardèche Archéologie*, 38



**Référencement géologique
des ressources en matières colorantes
entre l'Ardèche et le Gardon**

**Un outil pour appréhender les paysages vécus
au cours du Paléolithique supérieur**

Affleurement d'altérite tertiaire à Saint-Nazaire-en-Royans. Cliché H. Salomon.

Aurélie Chassin de Kergommeaux¹,
Hélène Salomon¹, Julien Monney¹,
Claire Chanteraud¹, Jean-Victor
Pradeau², Eric Goemaere³,
Thierry Leduc³, Emilie Chalmin¹

¹ EDYTEM (UMR 5204),
Bâtiment « Pôle Montagne »,
5 bd de la mer Caspienne,
73376 Le Bourget du Lac Cedex, France

² 9 Rue Jean-Louis de Bons,
1006 Lausanne, Suisse

³ Service géologique de Belgique,
Institut royal des Sciences naturelles de
Belgique, 29 Rue Vautier, 1000, Bruxelles,
Belgique

aurelie.chassin-de-kergommeaux
@univ-smb.fr
helene.salomon@univ-smb.fr

Résumé

De Privas aux gorges du Gardon, de nombreuses ressources de matières minérales colorantes riches en fer sont disponibles dans les environs de sites ornés et d'habitats du Paléolithique supérieur au sein desquels des traces d'utilisation de telles matières ont été découvertes. La mise en contexte historique, mais aussi paléolithique et paléoéconomique, de ces deux types de sites implique d'acquies une bonne compréhension des réseaux pouvant exister entre eux, tout en intégrant les origines géologiques et géographiques des matières qui s'y trouvent. Ces objectifs constituent le socle du projet collectif de recherche Pigmentothon. Nous focaliserons cet article sur les questions d'approvisionnement en matières colorantes au Paléolithique supérieur, sur les méthodes de documentation et de prospection ainsi que sur le contexte géologique et géomorphologique de la zone étudiée. Quatre formations géologiques serviront d'exemple pour évoquer la diversité de ces matières.

Mots clefs

matériaux, matières colorantes, fer, inventaire, Ardèche, Gard, Paléolithique.

Un riche territoire naturel et archéologique

La zone comprise entre les volcans des Monts d'Ardèche au nord-ouest, le Sillon rhodanien à l'est, les Cévennes à l'ouest et les gorges du Gardon au sud, dispose d'importantes ressources naturelles et de sites archéologiques (Fig. 1). Dans cet espace restreint, les terrains géologiques sont tout à la fois diversifiés et compartimentés (massifs volcaniques, bouclier et dépôts sédimentaires tectonisés, Fig. 2) mettant à disposition différentes ressources minérales parmi lesquelles de nombreuses matières colorantes, en particulier celles qui contiennent du fer. Structurant cet espace, la vallée de l'Ardèche et son bassin versant avec ses réseaux karstiques ont conservé les traces de passages de groupes humains depuis le Paléolithique ancien. Nombreux sont les témoignages des fréquentations humaines préhistoriques, comme en attestent les sites d'occupation de la région (Fig. 1), parmi lesquels une vingtaine de grottes ornées attribuées au Paléolithique supérieur le long des gorges de l'Ardèche (Monney, 2012 ; Monney *et al.*, 2020). Comparés à ceux du Périgord, peu de sites présentent de longues séquences d'occupation au Paléolithique supérieur (voire toutefois pour les plus importants : Oulen, le Figuier et les Pêcheurs dans le bassin versant de l'Ardèche, la Salpêtrière le long du Gardon). Des occupations antérieures sont également à noter entre Ardèche et Gard (en particulier au Moustérien : grotte de Saint-Marcel, Ranc Pointu, le Maras, les Pêcheurs, Oulen, le Figuier ; Moncel et Daujeard, 2012).

De manière générale, les relations entre les sites ornés et les sites témoignant d'installations humaines sont difficiles à établir. Au niveau régional, de récents travaux permettent toutefois d'affiner quelque peu les contextes historiques, mais aussi paléolithiques et paléoéconomiques des sites ornés de la région (Delannoy et Geneste (dir.), 2020 ; Monney, 2018-2019). Dans cette dynamique, s'intéresser aux vestiges colorants présents dans différents types de sites s'avère particulièrement prometteur.

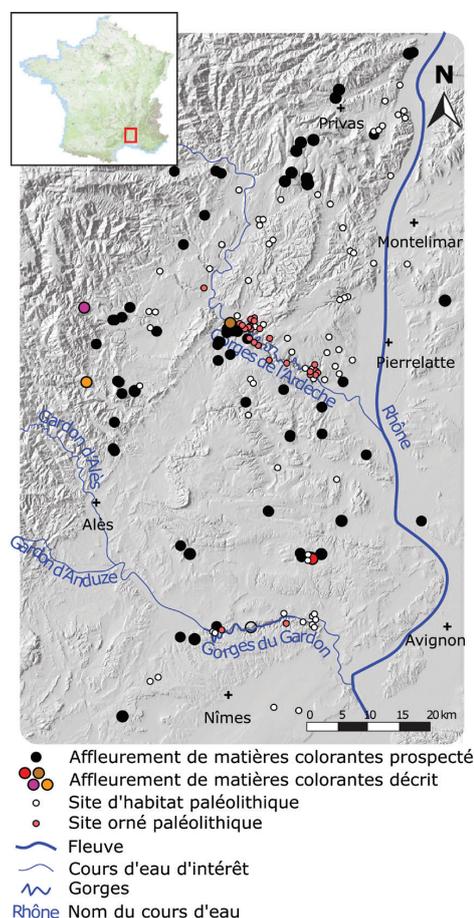


Fig. 1 - Carte non exhaustive des sites du Paléolithique moyen récent et du Paléolithique final d'Ardèche et du Gard d'après Gély *et al.* (2013) ; mise en parallèle des affleurements de matières colorantes prospectées ainsi que les affleurements décrits dans cet article (Mas Cavalle en rouge, La Rousse en violet, Bordezac en orange et le Rieussec en marron ; code couleur correspondant aux cadres de la Fig. 3). Fonds de carte : MNT et carte topographique de l'IGN disponible sur infoterre.

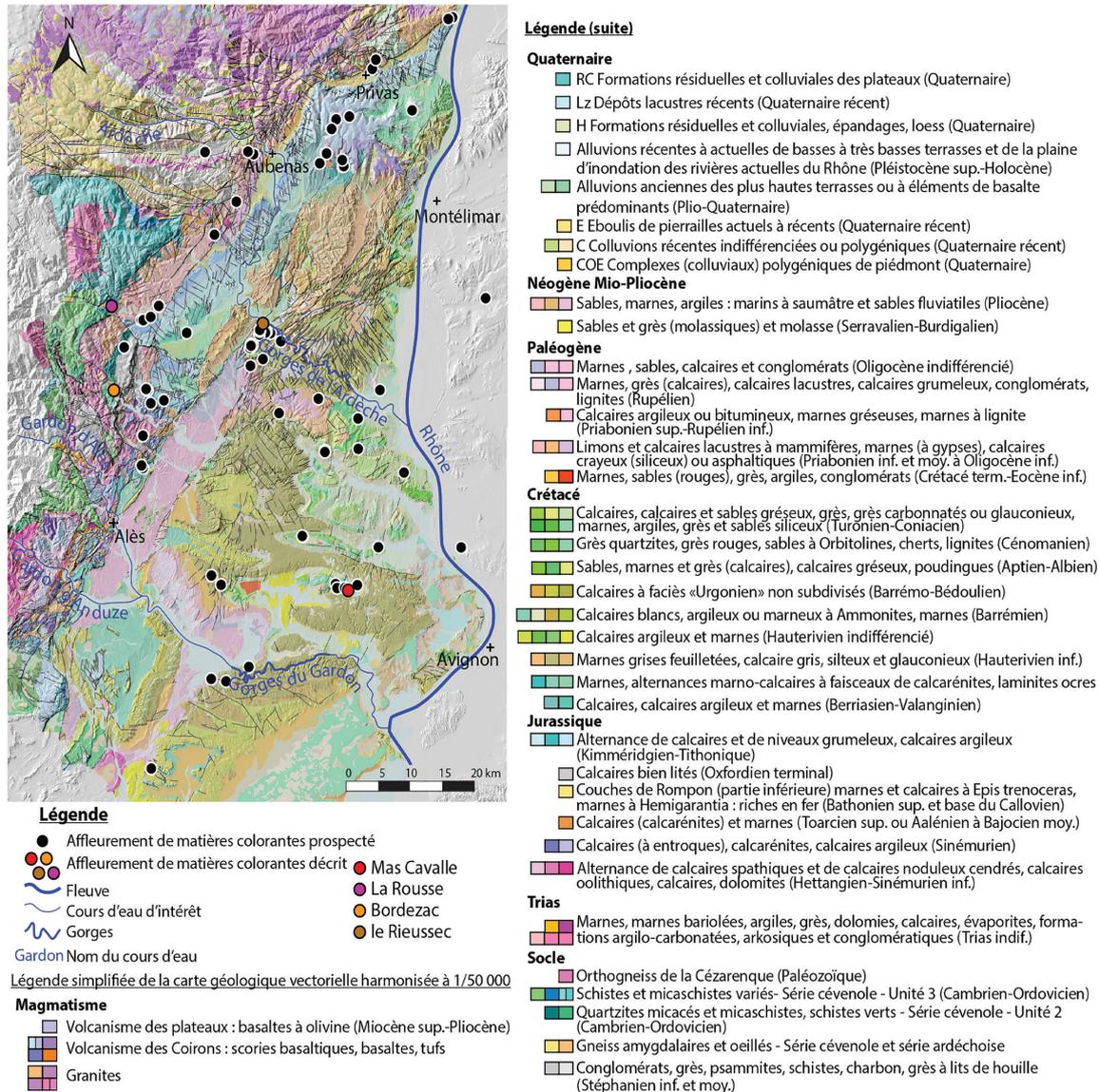


Fig. 2 - Carte géologique de Privas au Gardon et positionnement des affleurements prospectés contenant des matières colorantes riches en fer. Les gorges de l'Ardèche et du Gardon sont positionnées ainsi que les affleurements décrits dans cet article (Mas Cavalle en rouge, La Rousse en violet, Bordezac en orange et le Rieussec en marron ; code couleur correspondant aux cadres de la Fig. 3). Fond de carte modifié de Kim Genuite et de la carte géologique vectorielle harmonisée au 1/50 000 du BRGM (<https://infoterre.brgm.fr>).

En effet, les matières colorantes (jaune à rouge) riches en fer qui ont été déposées volontairement ou involontairement sur les parois des grottes ornées (ex. à Chauvet, Delannoy et Geneste (dir.), 2020), sont parfois exhumées de niveaux archéologiques (ex. abri des Pêcheurs : quelques mentions par Lhomme, 1979 et observations des auteurs). Les vestiges colorants cohésifs retrouvés dans les dépôts ou sur les sols des grottes ornées de la région, tels qu'à la grotte aux Points (Chanteraud *et al.*, 2019), restent cependant rares. Ceci contraste avec les nombreux blocs cohésifs ou résidus sur des vestiges de la vie quotidienne régulièrement mis au jour dans les sédiments de certains sites d'occupation que ce soit dans la région ou au-delà (ex. Régismont-le-Haut : Pradeau *et al.*, 2014). Il faut encore replacer ces ressources minérales dans le réseau de stratégies collectives assumées par les groupes

humains au cours du temps, en s'intéressant aux espaces fréquentés pour acquérir les matières colorantes.

Stratégies d'acquisition des ressources minérales colorantes au Paléolithique supérieur

Les populations préhistoriques ont occupé des espaces dans lesquels non seulement elles se sont déplacées, mais encore et surtout dans lesquels elles ont transmis leurs traditions, à savoir les connaissances partagées au sein de groupes humains (Bon, 2009). C'est notamment en s'intéressant aux réseaux de lieux fréquentés par les groupes humains – sources de matières premières, habitats, sites ornés – que

les représentations pariétales réalisées avec des matières riches en fer pourront être intégrées à ces territoires (Bourdier, 2013).

La connaissance du paysage minéral régional se pose alors comme un préalable à la compréhension de l'économie des matières premières découvertes dans ces sites archéologiques. En effet, c'est bien en évaluant et en documentant les nombreuses ressources actuelles, en décrivant leurs propriétés et leur accessibilité passée qu'il devient possible d'appréhender les critères qui ont guidé les choix passés. La sélection des matières premières ne peut être établie qu'au regard des caractéristiques des ressources, comparées entre elles, mais encore, au regard des fonctions qui leur étaient réservées dans le cadre de leur utilisation (Pradeau *et al.*, 2016 ; Salomon, 2019).

Dans cette optique, dès le début des années 2000, plusieurs chercheurs ont initié un référencement des gîtes de matières colorantes disponibles dans le secteur, en lien tout d'abord avec l'étude de la grotte Chauvet (N. Aujoulat), puis plus généralement avec les grottes ornées paléolithiques de la région (J. Monney). C'est dans le prolongement de cette dernière démarche qu'est alors né le projet de systématiser et de structurer les recherches sous la forme d'un Projet Collectif de Recherche – le PCR Pigmentothèque (2016-2020, dir. E. Chalmin et H. Salomon) – au sein duquel s'inscrit un axe de recherche sur les matières premières ferrugineuses potentiellement exploitées entre l'Ardèche et le Gard au Paléolithique supérieur.

Ce PCR est conçu pour alimenter les recherches sur les sites archéologiques. Il consiste en la construction d'une matériauthèque de roches riches en fer de référence (et dans une moindre mesure en manganèse). L'enregistrement et l'échantillonnage des gîtes s'accompagnent de la caractérisation des matières premières qu'ils mettent à disposition. Pétrographie, minéralogie et géochimie sont combinées pour dresser les cartes d'identité des gîtes et des matières premières (Pradeau *et al.*, 2016 ; Salomon *et al.*, 2016). Le PCR Pigmentothèque vise donc à répertorier, à décrire, à échantillonner et à caractériser la composition des très nombreuses ressources en fer et en manganèse qui sont susceptibles d'avoir été vues, connues et exploitées durant la Préhistoire au sens large, allant du Paléolithique au Néolithique. Cette limite chronologique est celle du projet et de ses problématiques. En revanche, la pigmentothèque mise en place peut soutenir des travaux portant sur des périodes plus récentes, puisque les matières ferrugineuses en particulier ont été utilisées de manière récurrente depuis la Préhistoire. Cet article présente la méthodologie générale fournie par le cadre de la pigmentothèque, qui permet de répertorier et de différencier les ressources minérales dans un espace compris dans un rayon de 50 km autour des gorges de l'Ardèche. Par ailleurs, même si le projet s'intéresse aussi aux oxydes et hydroxydes de manganèse, il n'en sera pas question ici. En effet, ceux-ci sont peu représentés à l'est du Massif Central et leur utilisation n'est pas avérée dans les sites de la région au Paléolithique supérieur.

Les ressources minérales colorantes

Définition

Les ressources minérales qui peuvent être considérées comme colorantes sont des matières qui contiennent un

pigment minéral et dont la poudre extraite peut transmettre sa couleur à une autre matière, soit en recouvrant la couleur initiale, soit en la transformant dans la masse (Pradeau, 2015, p. 35-36). La couleur de la roche et de sa poudre (ou de sa trace) dépend de la présence de minéraux chromogènes de différentes natures qui peuvent être associés naturellement à d'autres minéraux.

Les matières colorantes employées durant le Paléolithique contiennent des oxy(hydroxy)des de manganèse (brun et noir) ou des oxy(hydroxy)des de fer (rouge, brun, orangé, jaune, violacé, noir). Les oxy(hydroxy)des de fer sont variés. Ils comprennent principalement l'hématite ($\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$) dont la poudre est rouge plus ou moins sombre à violacée, la goethite [$\alpha\text{-FeO(OH)}$] dont la poudre est de couleur jaune à brune et la magnétite (Fe_3O_4) qui est noire à éclat métallique (Cornell et Schwertmann, 2003), plus rare parmi les matières employées durant la Préhistoire (en mélange naturel avec d'autres oxydes de fer ; Pradeau, 2015).

Les différentes nuances dépendent de la cristallinité de chacune des espèces minérales, de leur granulométrie, de leurs proportions relatives, de la porosité mais aussi de leur mélange avec d'autres phases minérales (cristallines ou amorphes) au sein des roches (Triat, 2010 ; Cornell et Schwertmann, 2003 ; Salomon *et al.*, 2019).

On utilise communément le terme d'ocre pour désigner toutes les matières minérales colorantes riches en oxy(hydroxy)des de fer quelle que soit leur couleur (Triat, 2010). Or, en géologie le terme "ocre" a une définition bien précise : c'est un sable/grès glauconieux (donc d'origine marine), altéré en contexte continental sous un climat chaud et humide. Cette altération a profondément changé la minéralogie et la composition de la roche d'origine.

Le fer provient principalement de l'hydrolyse de la glauconite en kaolinite. L'ocre est donc enrichie en kaolinite (et autres minéraux riches en alumine) mais aussi en proportions variées de différents oxydes et hydroxydes de fer (Triat, 2010).

Ce terme ne permet donc pas de décrire l'ensemble des matières minérales colorantes riches en fer, pas plus qu'il ne renseigne sur la couleur de la matière. De manière assez semblable, ces matières riches en fer sont fréquemment appelées limonite(s), pour désigner un mélange d'oxy(hydroxy)des de fer, plus ou moins hydratés et mal cristallisés de couleur brune à jaune (éventuellement avec des minéraux argileux). Ce terme pratique, fréquemment utilisé sur le terrain pour signaler des altérations reconnaissables par la présence de matières ferrugineuses, tend à être abandonné de nos jours au profit de termes plus précis qui désignent le ou les minéraux (ex : goethite, hématite), la composition chimique (oxy(hydroxy)de de fer) ou la roche (grès ferruginisé, calcaire ferruginisé, etc. ; Deer *et al.*, 2013, p. 417 ; Pradeau, 2015, p. 39).

Toute roche plus ou moins consolidée contenant suffisamment de fer (oxyde ou hydroxyde) pour colorer une autre substance, peut être qualifiée de matière colorante ferrugineuse. De telles roches et minéraux peuvent se former dans presque tous les contextes géologiques, à savoir sédimentaire (marin, continental ou altéritique), magmatique (volcanique ou plutonique) ou métamorphique, voire hydrothermal (Rossi 2013).

Sous l'effet de la chaleur et des agents météoriques, les silicates, les sulfures et les carbonates de fer peuvent se transformer en oxy(hydroxy)des de fer (Cornell et Schwertmann, 2003).

Le contexte géologique de la région Gard-Ardèche a été favorable à la formation de telles roches.

Cadre géologique régional sud Ardèche et nord Gard

Le socle paléozoïque affleure dans les Cévennes (Debrand-Passard 1984). Il est constitué de roches métamorphiques et magmatiques (granites). Des affleurements de roches sédimentaires plissées du Houiller (Carbonifère supérieur) sont observés dans les bassins orientaux comme ceux d'Alès ou de La Vernède (Elmi *et al.*, 1989 ; Arène *et al.*, 1978, Fig. 2).

Après l'érosion post-hercynienne nivelant les reliefs résiduels, la sédimentation détritique reprend au Trias par le dépôt de grès grossiers puis de sédiments de plus en plus fins avec des passées évaporitiques (gypse et sels). L'ouverture de l'océan Téthys (rifting) à la fin du Trias (Rhétien) s'accompagne de la mise en place de failles extensives d'orientation nord-sud et de blocs basculés permettant une accommodation plus forte à l'ouest et un épaissement des séries sédimentaires.

Dès le début du Jurassique, les fonds marins s'approfondissent, permettant le dépôt de calcaires gréseux fossilifères (ammonites, entroques, stromatolithes, gastéropodes, bivalves, foraminifères...).

À la fin du Jurassique moyen (Bathonien et Callovien), l'ouverture de la Téthys prend fin avec un nouvel épisode de subsidence (abaissement) du bassin sédimentaire qui entraîne une forte érosion des pentes du talus. Les matières accumulées au fond du bassin consistent en alternances marno-calcaires marines associées, au Callovien, à de nombreux dépôts ferrifères (niveau de plaquettes calcaires rousses ferrugineuses surmontées de passées à oolithes ferrugineuses ; marnes noires à passées ferrugineuses rouge vif riches en hématite ; calcaires ferrugineux de couleur lie-de-vin à verdâtre).

Ce scénario se répète jusqu'au Crétacé inférieur (Barrémien) quand la mer se retire vers l'est comme en attestent les grands affleurements au pied des reliefs cévenols du Jurassique à l'ouest au Crétacé à l'est (codes couleurs bleu-violet et brun-vert sur la carte en Fig. 2, Elmi *et al.*, 1989 ; Pascal *et al.*, 1989).

C'est à partir du Crétacé supérieur (Turonien) que les premières tendances à l'émersion sont enregistrées avec une continentalisation de la zone comme le démontrent la succession de lignite, puis des dépôts riches en oxy(hydroxy)des de fer avec des marnes jaunes à l'Eocène

(Lutétien). L'orogénèse alpine provoque des mouvements compressifs jusqu'à l'Eocène (Bartonien supérieur) formant de grands plis d'axe est-ouest (notamment au nord d'Uzès) et de nombreuses failles qui affectent la bordure sud-orientale du Massif Central.

La plus importante d'entre elles, la grande faille des Cévennes, borde le fossé d'Alès. Ce dernier s'est effondré lors de la phase d'extension suivante avant de devenir le siège d'une sédimentation lacustre et lagunaire (Arène *et al.*, sd). Ce réseau de failles a, depuis, favorisé la circulation de fluides métallogéniques (riches en Fe, Pb, Zn, Ag, Sb, Ba). Cette extension s'arrête à l'Oligocène supérieur avant d'être suivie d'une compression nord-ouest/sud-est liée aux dernières phases alpines.

Au Miocène, une dernière transgression atteint Uzès et la Haute Tave (dépôts sablo-gréseux-glaucieux à marno-calcaires) tandis que le reste du secteur est irrégulièrement couvert de dépôts fluviatiles. Les vallées actuelles sont modelées au Pléistocène.

Par ailleurs, au Mio-Pliocène le volcanisme des plateaux (ex : Coirons) et celui des vallées au Pléistocène se marquent par des épanchements basaltiques dans le massif des Cévennes ainsi qu'au sud de Privas (Elmi *et al.*, 1996 ; Thierry *et al.*, 2014).

L'évolution géomorphologique de la région a fait l'objet de nombreux travaux, ce qui permet de démontrer que le relief actuel est assez proche de ce qu'ont vu les groupes humains depuis le Paléolithique supérieur (Genuite *et al.*, 2019). Les formations géologiques contenant des matières colorantes accessibles, telles qu'on peut les voir aujourd'hui, sont considérées comme ayant peu changé depuis le Paléolithique supérieur.

Cependant, les affleurements ont pu disparaître par érosion, recouvrement (sédimentaire, volcanique ou urbanisation) ou suite aux diverses exploitations ou apparaître pour les mêmes raisons. En effet, une partie de ces matières colorantes a pu être considérée comme des ressources utiles (minerai de fer, pierre de construction, pigment) et avoir fait l'objet

d'exploitations plus ou moins importantes à différentes époques historiques ou préhistoriques. Ainsi les activités extractives modernes sont non seulement susceptibles d'avoir effacé d'éventuelles traces d'exploitation antérieure, mais encore elles ont considérablement modifié la topographie (dépôts de stériles) et les

gîtes eux-mêmes. De ce fait, les matières recherchées dans le passé ont pu être entièrement exploitées, ne laissant que des déchets pauvres en fer et non représentatives du « minerai » initial.

Inversement, des matières (ou des lithologies) qui étaient enfouies et donc non accessibles, ont été mises au jour par des creusements visant les matières utiles.

Une analyse critique doit donc être menée pour chaque échantillon récolté en enregistrant le maximum d'informations possible. De plus, si les exploitations de ces

La constitution de cette pigmentothèque se veut un outil de référence consensuel pour tous les chercheurs professionnels ou non

ressources d'intérêt économique occultent en partie les gîtes fréquentés depuis la Préhistoire, elles mettent en revanche à disposition du chercheur une très riche documentation écrite et cartographique particulièrement utile lors de la préparation des prospections de terrain (cartes géologiques du BRGM, différentes échelles, différentes éditions).

Méthode de documentation du paysage minéral régional

Les prospections menées dans le cadre du PCR Pigmentothon ont pour but d'échantillonner et de documenter la variabilité verticale et latérale des matières colorantes dans chaque gîte ou au sein de chaque formation géologique.

Afin de repérer les zones (sub)actuelles d'affleurement de ces matières colorantes, les photographies aériennes et l'imagerie satellite, les archives minières (ouvertures et fermetures de concessions, autorisations de prospections minières), les sources documentaires du BRGM (Bureau des Recherches Géologiques et Minières) et les synthèses géologiques régionales ont été examinées.

Cet ensemble documentaire fait référence aux ressources minérales exploitées, prospectées et évaluées pour leur valeur économique, c'est-à-dire principalement des minerais de fer pour la sidérurgie et des argiles ferrugineuses pour la poterie, mais aussi les roches riches en fer pour la construction et la peinture.

Toutes ces informations factuelles peuvent être croisées aux toponymes. Par ailleurs, en dehors des sources littéraires, des éléments d'ordre physiographique ont guidé les prospections. À cet égard, les lits de rivières et leur parcours se sont révélés être des lieux d'étude privilégiés. En effet, en incisant les couches géologiques, les rivières rendent accessibles une large gamme de roches issues de leur bassin versant et transportées vers l'aval avant d'y être déposées.

L'enregistrement intègre une couverture photographique des affleurements et des différentes lithologies présentes, leur référencement GPS et leur localisation sur les cartes géologiques. La documentation du lieu d'échantillonnage est réalisée en complétant un formulaire établi en collaboration avec le GdR Silex (Fernandes *et al.*, 2019). Il détaille les informations environnementales du lieu de prospection ; c'est-à-dire la position topographique, les conditions de récolte (dans, à proximité ou éloigné de sa formation d'origine : gîte primaire, sub-primaire, secondaire), la nature de la roche encaissante, son âge géologique, la taille des échantillons récoltés, le type de récolte (sélective ou systématique). L'histoire du gîte est aussi décrite et fait la distinction entre un affleurement naturel et une zone d'exploitation.

Ces informations de terrain sont complétées en laboratoire par des observations pétrographiques à différentes échelles pour documenter les caractéristiques de chaque type de roche et dresser des cartes d'identité des roches voire des gîtes ou des formations. Ainsi, du gîte à l'objet, les descriptions sont-elles intégrées à une carte sous la forme d'un SIG.

Un paysage minéral riche en matières colorantes variées

La carte (Fig. 2) met en évidence la répartition géographique des roches riches en fer formées dans différents contextes géologiques.

Pour illustrer la diversité des matières colorantes rouges trouvées dans l'aire étudiée, nous présentons dans ce qui suit une sélection de quatre gîtes prospectés et des matières qui y ont été échantillonnées.

Ocres : Mas Cavalle, Saint-Hippolyte-de-Montaigu (Gard), Cénomaniens moyen (contemporain de Roussillon, Fig. 3 (a-c)).

Sur le territoire étudié, il y a des formations semblables à celles de Roussillon (Vaucluse). C'est le cas à Saint-Laurent-la-Vernède (Turonien supérieur), ou encore à Mas Cavalle (Saint-Hippolyte-de-Montaigu, Cénomaniens moyen). De par leur âge et leur genèse, celles de Mas Cavalle sont les plus semblables à celles de Roussillon (point rouge, Fig. 1-2). À l'image du profil de Roussillon, certains horizons sont plus ferruginisés que d'autres, tandis que des horizons kaoliniques alternent avec des horizons jaunes riches en goëthite ou rouges riches en hématite.

La cuirasse ferrugineuse (Fig. 3a) est particulièrement bien développée. La matrice argileuse de cette cuirasse est finement ferruginisée. Elle contient des fragments de quartz, feldspaths et autres minéraux issus de la formation géologique d'origine ; les grains sont plus ou moins roulés.

Dans les fractures et les macropores, des oxydes de fer se sont développés (Fig. 3c). Les fragments de cette cuirasse sont irréguliers (Fig. 3b) et produisent une trace rouge sombre homogène. La matière est cohésive, mais aisément réduite en poudre du fait de sa porosité.

Aussi appelées ocres, les matières issues des terrains de l'Eocène inférieur autour du Gardon sont cependant assez différentes (ex : vallon de Fougères à Dions). Il s'agit de formations fluvio-lacustres fortement altérées, révélant des profils d'altération qui évoquent ceux des ocres.

Calcaire à entroques ferruginisé : La Rousse, Gravières (Ardèche), aussi présent aux Vans (Ardèche), calcaire formé en conditions subtidales, Bajocien supérieur (Elmi *et al.* 1989, Fig. 3 (d-f)).

Ces calcaires affleurent sur environ 5,50 m d'épaisseur dans la carrière de La Rousse (Gravières, point violet Fig. 1-2). Ils présentent également des couleurs jaune à rouge violacé (Fig. 3d).

La roche est un calcaire bioclastique composé en majorité de fragments d'entroques avec d'autres bioclastes en moindre quantité (bryozoaires, radioles d'échinides, bivalves et brachiopodes, foraminifères), de rares lithoclastes ainsi que des grains de glauconite. Le ciment est partiellement à entièrement ferruginisé (zones plus ou moins rouges et riches en fer) alors que les bioclastes ne le sont que faiblement et irrégulièrement. La structure interne des entroques n'a pas toujours été conservée à cause de la recristallisation de la calcite (Fig. 3f). Les bancs de calcaire

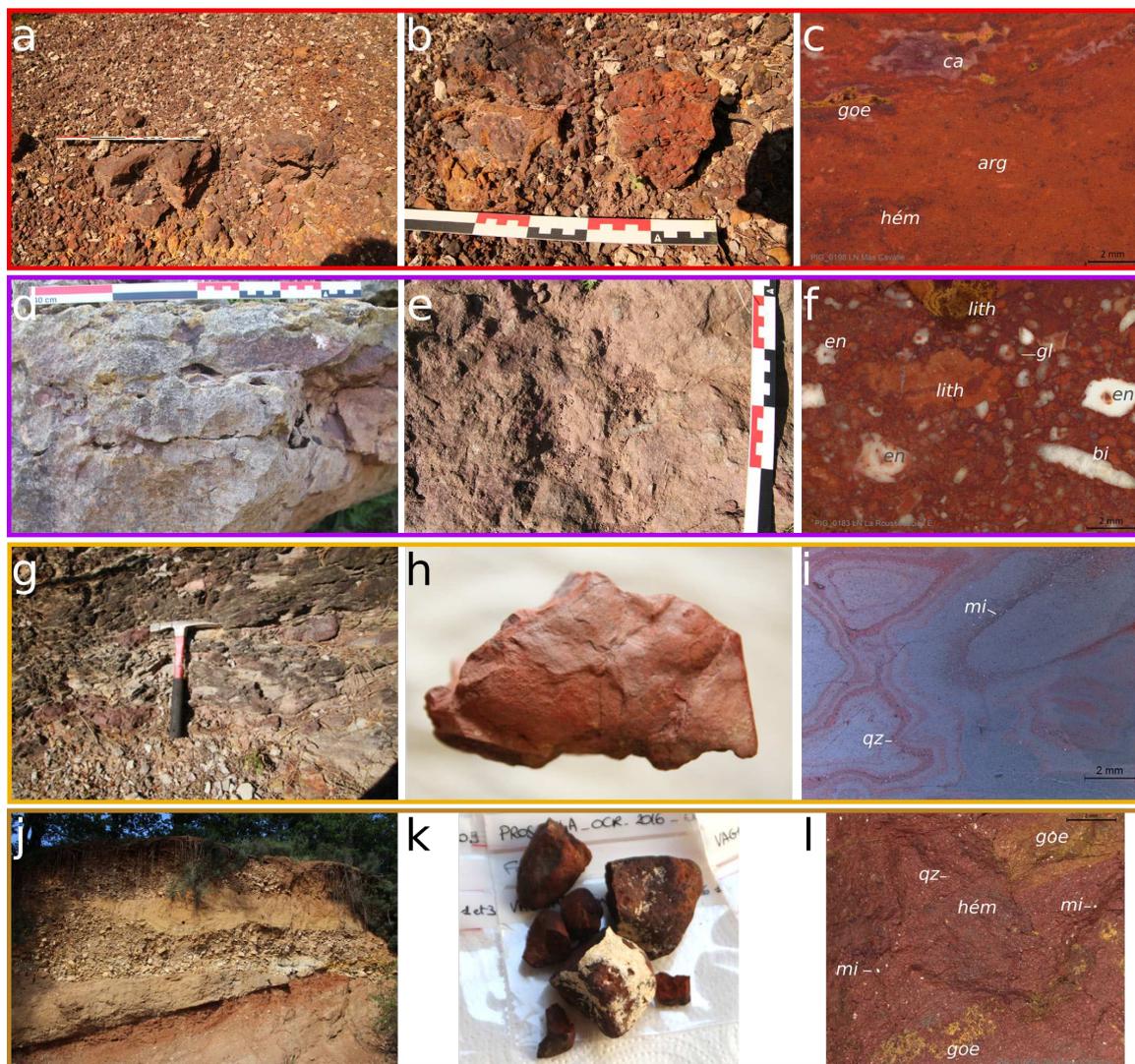


Fig. 3 – Illustration photographique d’affleurements et échantillons représentatifs. Mas Cavalle (a-c) : a) affleurement, b) fragments de la cuirasse ferrugineuse, c) section polie ; goethite (goe), calcite (ca), hématite (hém), matrice argileuse riche en fer (arg) ; La Rousse (d-f) : d) affleurement, e) fragment de calcaire ferruginisé, f) section polie : entroques (en), lithoclaste (lith), bioclaste (bi), glauconie (gl) ; Bordezac (g-i) : g) affleurement, h) fragment de la veine d’hématite, i) section polie : micas (mi), quartz (qz), hématite compacte grise, hématite poreuse rouge ; Rieussec (j-l) : j) coupe dans les probables terrasses du Campanien, k) galets et fragments riches en fer récoltés dans le lit du ruisseau, l) cassure fraîche : grains de quartz (qz) et micas brillants (mi), ciment rouge riche en hématite (hém) et jaune riche en goethite (goe). La couleur des cadres fait référence au point d’affleurement correspondant sur les Fig. 1 et 2. Clichés Pigmentothèque.

sont séparés par des joints argileux et certains niveaux peuvent contenir des oolites ou des spongiaires.

Bien que ces roches produisent une poudre rouge colorante, elles ne semblent pas avoir été suffisamment riches en fer pour alimenter la sidérurgie. En revanche, c’est la pierre à bâtir qui a été largement exploitée dans des carrières à ciel ouvert, comme en témoignent les bâtiments du centre-ville des Vans (ex : Église Réformée).

Veine hydrothermale d’hématite : Bordezac (Gard) (Elmi *et al.* 1989, Fig. 3 (g-i))

À Bordezac, on peut trouver en position primaire une

minéralisation hydrothermale d’hématite dans les grès arkosiques du Trias inférieur et moyen (Elmi *et al.*, 1989, point orange des Fig. 1-2, Fig. 3g). Le cœur des veines d’hématite rouge violacé contient jusqu’à 90% d’hématite. La matière est moins compacte aux épontes qu’au cœur de la veine. Très colorante, elle contient des éléments de la roche encaissante : tels que des grains de quartz et des micas altérés par les fluides hydrothermaux.

On observe dans les fissures la présence en faible proportion (<1%) de xénotime (rare phosphate d’yttrium) et de barytine (sulfate de baryum) sous forme de cristaux micrométriques (5 à 10 µm). La barytine provient de circulations de fluides hydrothermaux secondaires (des exploitations de barytine

sont indiquées sur la carte géologique n°888, Elmi *et al.* 1989).

Les alternances de couleurs gris métallique et de rouge sur la section polie (Fig. 3i) s'expliquent par l'abondance variable en cristaux d'hématite.

Dans les zones plus poreuses, l'hématite apparaît rouge tandis que dans les zones plus compactes, le polissage la fait apparaître gris métallique à reflets rouge-violacé. La poudre résultante est rouge.

Alluvions et galets riches en fer : Lit du Rieussec (Vagnas et Salavas), dépôts continentaux, possiblement Campanien (Pascal *et al.*, 1989, Fig. 3 (j-l)).

Dans le lit du ruisseau du Rieussec, tributaire de l'Ardèche qui s'y jette au sud de Salavas, plusieurs roches rouges, jaunes et noires de lithologies différentes se sont accumulées (point marron Fig. 1-2). L'origine de ces matières est difficile à établir.

À la faveur d'une coupe dans un méandre du Rieussec, nous avons pu observer que le ruisseau entaille des terrasses et plaines alluviales anciennes basculées qui contiennent des matières riches en oxy(hydroxy)des de fer (Campanien d'après la carte géologique, photographie de l'affleurement Fig. 3j). Nous supposons que l'érosion de ces terrasses par le Rieussec remet en circulation les différentes matières ferrugineuses préalablement déplacées depuis une source en amont qui n'a, pour l'heure, pas été identifiée sur le terrain.

Au sommet de ces terrasses, on trouve de petits galets roulés de couleur rouge, riches en oxydes de fer, argileux, pauvres en quartz et très tendres. On peut y récolter de rares lithoclastes riches en oolithes ferrugineuses de couleur brune. Dans le lit du ruisseau, se rencontrent, pêle-mêle, de nombreux fragments de matière ferrugineuse (probablement des fragments de croûtes de fer) d'aspect noir métallique, partiellement roulés, à aspect scoriacé et composés d'une superposition de couches concentriques d'oxy(hydroxy)des de fer. S'y ajoutent des galets rouges ou bruns, denses ou plus poreux, légèrement aplatis.

Parmi ces galets, plusieurs matières riches en oxy(hydroxy)des de fer coexistent : grès grossiers rouges à jaunes, dont certains sont micacés, ainsi que des matières ferrugineuses rouges plus ou moins riches en grains fins de quartz (Fig. 3l). Broyées, elles permettent d'obtenir des poudres rouges fortement colorantes, ce qui en fait de bons pigments. Ce sont les matières premières colorantes potentielles exploitables et accessibles les plus proches des grottes ornées des gorges de l'Ardèche (telles que la grotte Chauvet-Pont-d'Arc ou grotte aux Points, par exemple).

Dans l'état actuel des connaissances, il n'est cependant pas démontré que ces matières colorantes aient été mises à profit dans ces sites. Ainsi, à la grotte aux Points, où une étude systématique des matières colorantes a été conduite, les matières rouges mises au jour au sein des dépôts paléolithiques supérieurs sont radicalement différentes (Chanteraud *et al.*, 2019).

En somme, dans cet espace qui encadre les gorges de l'Ardèche, une grande diversité et de nombreuses variétés de matières colorantes exploitables pour leurs propriétés

pigmentaires s'avèrent ainsi disponibles et sont susceptibles d'avoir suscité de l'intérêt au cours du Paléolithique. Les exemples présentés dans cet article donnent un aperçu d'une gamme de matières colorantes présentes dans un rayon inférieur à 50 km des grottes ornées.

Chaque matière colorante présente, de fait, des particularités pétrographiques, minéralogiques et géochimiques en relation avec sa genèse et sa transformation jusqu'à aujourd'hui. Ces matières ont des propriétés mécaniques et des pouvoirs colorants très contrastés. Les méthodes analytiques mises en œuvre dans le cadre du PCR Pigmentothèque visent par ailleurs à identifier une signature pour chaque matière première. Cette signature peut être minéralogique, (géo)chimique, texturale, colorimétrique, liée au contenu fossilifère (macro- et microfossiles) ou à une combinaison de critères.

L'objectif de ce projet est donc de reconnaître une signature qui permette de tracer et de suivre les trajectoires évolutives des matières depuis la matière première prélevée en position géologique jusqu'à la matière appliquée. Cet objectif ambitieux requiert la constitution de référentiels géologiques aussi exhaustifs que possible. Elle s'accompagne de la documentation fine des formations géologiques et des échantillons prélevés pour chaque contexte géologique.

Constitution d'une pigmentothèque pour l'étude des matières colorantes archéologiques

Des bases méthodologiques solides en matière de classement, de documentation et de description des gîtes et des roches constituent un prérequis indispensable afin d'explorer la diversité des paysages minéraux régionaux de façon raisonnée. Le PCR Pigmentothèque met en place un cadre de réflexion, une matériauthèque et des méthodes qui ont d'ores et déjà permis de développer de nombreux outils pour répondre aux questions de gestion passée des matières colorantes.

Parmi les avancées de la pigmentothèque, on peut citer le référencement des matières premières disponibles dans l'environnement à l'aide de fiches normées de descriptions gîtologiques, pétrographiques, minéralogiques et géochimiques. Ces fiches s'appuient sur une terminologie commune, harmonisée, utilisable et compréhensible par tous (archéologues, géologues, physico-chimistes, amateurs, étudiants issus de différents parcours disciplinaires...).

La mise en place de lexiques illustrés permet ainsi d'effectuer des observations et des descriptions standardisées et harmonisées. La constitution de ces références vise la réalisation de comparaisons entre matières géologiques et matières retrouvées en contexte archéologique.

Le projet soutient le développement de protocoles analytiques reproductibles et adaptés à ces matières riches en fer : la microscopie électronique à balayage (MEB-EDX) pour l'observation et l'analyse élémentaire à échelle microscopique, la diffraction des rayons X (DRX) pour l'identification et la semi-quantification des phases minérales cristallines, et les méthodes de protons induits par accélérateur (PIXE) pour une quantification des éléments présents dans les matières colorantes.

Ces développements s'appuient sur la sélection et l'analyse de références géochimiques internes au projet. En effet, ces références se sont révélées indispensables pour évaluer précisément les limites de détection des différents appareillages utilisés en fonction des éléments majoritaires et de la nature des échantillons (poudre, coupe préparée ou non).

Elles permettent aussi la comparaison des différentes campagnes d'analyse sur un même appareillage. Elles servent à optimiser les paramètres d'acquisition (temps, puissance, surface analysée) et à comparer les mesures obtenues avec différents dispositifs analytiques. Ces deux derniers points sont capitaux pour le partage des données et l'harmonisation des mesures géochimiques. C'est pourquoi les références ont été multipliées pour être partagées avec des équipes de recherche partenaires (cf. remerciements).

De plus, ces protocoles d'analyses physico-chimiques permettent d'identifier et d'isoler les signatures géochimiques liées à la genèse de la matière minérale colorante, à son évolution au cours du temps, pour les objets archéologiques comme pour les échantillons géologiques, mais aussi pour des matières dont la morphologie générale a disparu et dont la quantité est faible, à savoir les poudres ou mélanges appliqués sur supports. Il s'agit bien là d'un défi analytique majeur car, d'une part, les informations les plus riches et les plus claires disparaissent lors de la réduction en poudre et, d'autre part, les signatures chimiques, minéralogiques et physiques des matières sont modifiées à des degrés divers du fait de possibles altérations post-dépositionnelles difficilement quantifiables.

Afin de répondre à ces enjeux, une connaissance approfondie des matières premières, s'appuyant sur des références géologiques sélectionnées, est essentielle dès lors qu'il s'agit de constituer une documentation solide tant sur les propriétés minéralogiques que géochimiques des matières.

Par ailleurs, poursuivant toujours le même objectif, six références géologiques internes au projet, ont été mises en place et utilisées pour améliorer les conditions d'acquisition et de traitement des analyses.

Différencier les sources géologiques entre elles et comparer les matières géologiques avec les matières issues de différents contextes archéologiques est ainsi réalisable en s'appuyant sur une matériauthèque – Pigmentothèque – aussi exhaustive. Une telle étude de ces matières et un tel référencement, qui se veut systématique, permettent d'acquérir une connaissance pointue non seulement des paysages minéraux régionaux, mais aussi à terme des stratégies d'approvisionnement en ressources minérales colorantes dans le passé. Elle est ainsi à même de contribuer à la contextualisation des grottes ornées paléolithiques, mais aussi de tout autre site archéologique présentant des vestiges de matières colorantes. ■

Remerciements

Ce programme tire avantage du support logistique et financier de l'université de Savoie-Mont-Blanc et du laboratoire EDyTeM – UMR 5204 du CNRS (projets MASCARA et TRANsFeRT, TRACOLOR) ainsi que de la plateforme ASTRE pour l'accès aux instruments de mesure. C'est grâce au soutien financier et scientifique 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 avec un réseau national et international. Nous remercions pour cela K. Gernigon, conservateur régional de l'archéologie pour son accompagnement scientifique. Nos remerciements s'adressent aussi à L. Devillard pour la gestion administrative et à l'AVDPA pour la gestion des crédits. Nos remerciements chaleureux s'adressent enfin aux collègues et collaborateurs bénévoles comme professionnels : P. Guillermin, F. Prud'homme et R. Furestier (Cité de la Préhistoire d'Orgnac), Y. Coquinot, L. Pichon, C. Pacheco et B. Moignard (C2RMF), D. Gourier (Chimie ParisTech), E. Malet, G. Ménard, A.-L. Develle, C. Pignol, F. Soufi, S. Abbassi et K. Genuite (EDyTeM), P. Martinetto (Institut Néel), P. Fernandes (Paléotime et PACEA), V. Delvigne (ULiège et PACEA), M. Lebon et G. Mauran (MNHN, UMR 7194), V. Lafont (U. Lyon 3), N. Garnier et C. Soustel (Réserve naturelle des gorges du Gardon), T. Montecinos (association de spéléologie niçoise), F. Bon, E. Lopez-Montalvo et R. Mensan (TRACES), M. Henry (GET).

Références bibliographiques

- ARENE J., BERGER G.-M., GRAS H., POIDEVIN J.L., SAUVE C. (1978) - Notice explicative, Carte géol. France (1/50 000), feuille Alès (912) - Orléans : Bureau de recherches géologiques et minières, 58 p.
- BON F. (2009) - *Préhistoire. La fabrique de l'homme*, Paris, L'Univers historique, Le Seuil, 339 p.
- BOURDIER C. (2013) - Rock art and social geography in the Upper Paleolithic. Contribution to the socio-cultural function of the Roc-aux-Sorciers rock-shelter (Angles-sur-l'Anglin, France) from the viewpoint of its sculpted frieze, *Journal of Anthropological Archaeology*, 2013, 32, 4, p. 368-382.
- CHANTERAUD C., CHALMIN E., HOERLÉ S., SALOMON H., MONNEY J. (2019) - Relation entre les matières colorantes issues des fouilles et des parois ornées. Méthodologie et première perspective comparative à la Grotte aux Points (Aiguèze, Gard, France), *Karstologia*, 73, p.1-12.
- CORNELL R.M., SCHWERTMANN U. (2003) - *The iron oxides: Structure, properties, reactions, occurrences and uses*, Weinheim, John Wiley & Sons, 703 p.
- DEER W.A., HOWIE R.A., ZUSSMAN J. (2013) - *An introduction to the rock-forming minerals*, London, 3^{ème} édition, The Mineralogical Society, 498 p.
- DEBRAND-PASSARD S., COURBOULEIX S., LIENHARDT M.-J. (1984) - Synthèse géologique du Sud-Est de la France - *Mémoire du BRGM*, n° 125, vol. 1,2.

- DELANNOY J.-J., GENESTE J.-M. (dir.) (2020) - *Atlas de la grotte Chauvet-Pont d'Arc : Volume 1 de la Monographie de la grotte Chauvet-Pont d'Arc*, Paris, Éditions de la Maison des sciences de l'homme, (Documents d'archéologie française), 384 p.
- ELMI S., BROUDER P., BERGER G., GRAS H., BUSNARDO R., BÉRARD P., VAUTRELLE C. (1989) - Notice explicative, Carte géologique de la France (1/50 000), feuille Bessèges (888) - Orléans : Bureau de recherches géologiques et minières, 115 p., Carte géologique par Berger G., Elmi S., Brouder P., Gras H., Arene J., Bigot M., Frere I., Spy-Anderson F.L., Alabouvette B., Briere M., Debrand-Passard S., Boltenhagen C., Ternet Y., Menillet F. (1988).
- ELMI S., BUSNARDO R., CLAVEL B., CAMUS G., KIEFFER G., BÉRARD P., MICHAËLY B. (1996) - Notice explicative, Carte géol. France (1/50000), feuille Aubenas (865). Orléans : BRGM, 170 p. Carte géologique par Y. Kerrien (coord.), S. Elmi, R. Busnardo, G. Camus, G. Kieffer, J. Moineau, A. Weisbrod (1989).
- FERNANDES P., DELVIGNE V., VAISSIE E., PASQUALINI A., PIBOULE M., TUFFERY C., BRESSY-LEANDRI C., KHERDOUCHE A., BEAUVAIS P.-A., GIBAUD A., CHALMIN E., SALOMON H., HAUZEUR A., GELY B., TURQ A., MORALA A., LEA V., BEECHING A., BROCHIER J. E., BINDER D., RENAULT S., GUILLERMIN P., DJEMA H., BRACCO J.-P., PASTY J.-F., AUBRY L., CALLOU C., MARTIN C., MANOLAKAKIS L., CAILLO A., GUILLON R., TOMASSO A., DE PARTHENAY M., GUIBERT-CARDIN J., LIABEUR F., LIAGRE J., GAILLOT S., DESSAINT P., TALLET P., THIRY M., RAYNAL J.-P., MARCHAND G., ALLARD P., LE BOURDONNEC F.-X., MARTINETTO P., DEJOIE C., SCIAU P., BINTZ P., HAROLD L., DEPARNAY X., ROBBE J., ROCHE D., FENEON L., MORIN A. (2019) - Réseau de lithothèques en Auvergne - Rhône-Alpes. Rapport de recherche, *Paléotime* ; Service régional de l'archéologie Auvergne - Rhône-Alpes.
- GÉNUITE K., DELANNOY J.-J., JAILLET S., ARNAUD J., BERTHET J., GÉNUITE P. (2019) - Le Pont d'Arc et la grotte des Châtaigniers (Gorges de l'Ardèche, France), indicateurs des processus du recoupement du méandre de la Combe d'Arc, *Géomorphologie : relief, processus, environnement*, 25, 1, p. 57-68.
- LHOMME G., (1979) - Campagnes de fouilles 1978 et 1979 dans l'abri des Pêcheurs à Casteljau (Ardèche). *Nouvelles Archives du Museum d'Histoire Naturelle de Lyon*, 17, p. 65-70.
- MONCEL M.-H., DAUJEARD C. (2012) - The variability of the Middle Palaeolithic on the right bank of the Middle Rhône Valley (southeast France): Technical traditions or functional choices?, *Quaternary International*, 247, p. 103-124.
- MONNEY J. (2012) - Et si d'un paysage l'on contait passé : Tissu de sens et grottes ornées le long des gorges de l'Ardèche. *Collection EDYTEM. Cahiers de géographie*, 13(1), p. 21-42.
- MONNEY J. (dir.) (2018-2019) - La grotte aux Points d'Aiguèze : Petite sœur de la grotte Chauvet, *Karstologia*, 72-73.
- MONNEY J., DELANNOY J. J., GÉLY B., GENESTE J.-M. (2020) - Combe d'Arc, Pont d'Arc, Grotte Chauvet. In : Delannoy J.-J., Geneste J.-M. (dir.) - *Atlas de la grotte Chauvet-Pont d'Arc : Volume 1 de la Monographie de la grotte Chauvet-Pont d'Arc*, Éditions de la Maison des sciences de l'homme, Paris (Documents d'archéologie française), p. 157-162.
- PASCAL M., LAFARGE D., CHEDHOMME J., GLINTZBOECKEL C. (1989) - Notice explicative, Carte géologique de la France (1/50 000), feuille Bourg-Saint-Andéol (889) - Orléans : Bureau de recherches géologiques et minières, 67 p. Carte géologique par Pascal M., Elmi S., Busnardo R., Lafarge D., Truc G., Valleron M.M., Chedhomme J., Combier J. (1989).
- PRADEAU J.-V., SALOMON H., BON F., MENSAN R., LEJAY M., REGERT M. (2014) - Les matières colorantes sur le site aurignacien de plein air de Régismont-le-Haut (Poilhes, Hérault) : Acquisition, transformations et utilisations. *Bulletin de la Société préhistorique française*, 111, 4, p. 631-658.
- PRADEAU J.-V. (2015) - *Les matières colorantes au sein des systèmes techniques et symboliques au Néolithique (VIe et Ve millénaires BCE) dans l'arc liguro-provençal*, thèse de doctorat, Sociologie, Université Nice Sophia Antipolis, Nice, 427 p.
- PRADEAU J.-V., BINDER D., VÉRATI C., LARDEAUX J. M., DUBERNET S., LEFRAIS Y., REGERT M. (2016) - Procurement strategies of Neolithic colouring materials: Territoriality and networks from 6th to 5th millennia BCE in North-Western Mediterranean. *Journal of Archaeological Science*, 71, p. 10-23.
- ROSSI M. (2013) - *Les gisements de fer dans le monde*, in GARQUET D. *Actes du Colloque les Chemins du Fer en Belledonne*, Allevard, France, ED. Borlet, Albertville, p. 21-34.
- SALOMON H., GOEMAERE E., BILLARD C., DREESEN R., BOSQUET D., HAMON C., JADIN I. (2016) - 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 Praehistorica*, 125/2014, p. 225-246.
- SALOMON H., CHALMIN E., CHANTERAUD C., CHASSIN de KERGOMMEAUX A. (2019) - Constitution d'une « pigmentothèque » : un outil pour comprendre l'approvisionnement en matériaux colorants durant la Préhistoire, Rapport d'activité 2019, Service Régional d'Archéologie, Direction régionale des affaires culturelles de la Région Auvergne Rhône Alpes, 199 p.
- SALOMON H. (2019) - Les matières colorantes. Partie III - Les activités et leurs témoins, in Julien M., David F., Girard M., Roblin-Jouve A. (dirs.), *Le Châtelperonnien de la grotte du Renne (Arcy-sur-Cure, Yonne, France). Les fouilles d'André Leroi-Gourhan (1949-1963)*, *PALEO*, numéro spécial, p. 197-242.
- THIERRY J., MARGINAC C., LEDRU P., REBOULET S., DAGAIN J., NAUD G., ROGER J., LAUMONIER B., VERNHET Y. (2014) - Notice explicative, Carte géol. France (1/50 000), feuille Privas (841). Orléans : BRGM, 166 p. Carte géologique par Ledru P. et al. (2014).
- TRIAT J.-M. (2010) - *Les ocres*, Paris, Éditions du CNRS, 198 p.

ANNEXE 6 – How to distinguish red coloring matter used in prehistoric time? The contribution of visible near-infrared diffuse reflectance spectroscopy – *Color Research and Application*

Color Research and Application



How to distinguish red coloring matter used in prehistoric time? The contribution of visible near-infrared diffuse reflectance spectroscopy

Journal:	<i>Color Research and Application</i>
Manuscript ID	COL-20-228.R1
Wiley - Manuscript type:	Research Article
Date Submitted by the Author:	n/a
Complete List of Authors:	Chalmin, Emilie; Université Savoie Mont-Blanc, EDYTEM Schmitt, Bernard; Université Grenoble Alpes, IPAG Chassin de Kergommeaux, Aurélie; Université Savoie Mont-Blanc, EDYTEM Chanteraud, Claire; Université Savoie Mont-Blanc, EDYTEM Soufi, Fayçal; Université Savoie Mont-Blanc, EDYTEM Salomon, Hélène; Université Savoie Mont-Blanc, EDYTEM
Keywords:	Red coloring matter, Rock art, Diffuse reflectance, Prehistory, Visible-infrared spectra

SCHOLARONE™
Manuscripts

How to distinguish red coloring matter used in prehistoric time? The contribution of visible near-infrared diffuse reflectance spectroscopy

Emilie Chalmin^{1*}, Bernard Schmitt², Claire Chanteraud¹, Aurélie Chassin de Kergommeaux¹, Fayçal Soufi¹ and Hélène Salomon¹

¹ Univ. Savoie Mont Blanc, CNRS, EDYTEM (UMR 5204), Le Bourget du Lac, France

² Univ. Grenoble Alpes, CNRS, IPAG (UMR 5274), Grenoble, France

* Corresponding author: emilie.chalmin-aljanabi@univ-smb.fr

ABSTRACT

Although the main prehistoric color used for paintings is red, knowledge of this coloring matter often boils down to saying that it is “ochre”. However, the red coloring matter of Prehistory is numerous and may have been the subject of various preparations, mixtures, or even alterations. Understanding the use and transformation of coloring matter raises questions about the technical processes but also about the supply strategies of these ancient societies. In the case of analysis of solid archaeological remains, we can access the petrography, mineralogy and chemistry of these ferruginous rocks. But when it is about deposited powder, the means of investigation become limited. We therefore propose to test the complementarity of [spectro-radiometry](#), a non-invasive method that allows us to obtain a spectral signature of the material whatever its mode of preparation. From six geological reference samples chosen for their color (from red to yellow) and for their mineralogical composition, spectra in the visible and near-infrared were recorded under several experimental conditions and several modes of preparation of the matter, using two spectrogonio radiometers. It is then possible to discriminate these different coloring matter on the basis of their spectral signature and to understand the link with their mineral composition.

Keywords: red coloring matter, rock art, Prehistory, diffuse reflectance, visible-infrared spectra

FUNDING INFORMATION

Regional Archaeological Service of the Auvergne-Rhône-Alpes region: PCR Pigmentoθήque, Fundings obtained in 2016, 2018, 2019 and 2020.

University of Savoie-Mont-Blanc: MASCARA (2017 and 2018) and TRAnSFERT projects (2019)

Europlanet 2024 RI programme: European Union's Horizon 2020 research and innovation programme under grant agreement No 654208.

INTRODUCTION

Throughout prehistoric times, the most common color used to paint, draw or apply to different surfaces was red. This color comes from the use of various ferruginous rocks widely available in the landscape during this period. [Although black is present on the drawings and paintings of prehistoric rock art as charcoal or manganese oxide, much less remains related to its exploitation and transformation have been found compared to red.](#) Numerous remains of red coloring matter

1
2
3 have been identified in the archaeological sequences. These coloring matters may be present in
4 the form of cohesive raw blocks, crushed blocks or in transformed forms as powder, applied
5 powder on various supports (bone, pearl or rock) and faceted or striated blocks. The presence of
6 these coloring matters in large numbers in contexts as varied as settlement or rock art sites
7 suggests that these coloring matters were used not only for their coloring properties, but also for
8 other characteristics such as technical properties (e.g. hide processing, polishing)^{1, 2, 3}.

9
10
11 Often misnamed as "ochre", these coloring matters found in archaeological contexts are of very
12 varied mineralogical and geological nature, reflecting the diversity of geological formations
13 accessible in the environment. Many questions remain to identify them, differentiate their origin,
14 and understand their transformation.

15
16 The interest of studying prehistoric coloring matters lies in the fact that this type of artefacts
17 recorded stigmata related to practices and techniques performed by past societies. It is indeed
18 possible to (i) identify the methods of preparation (scraping, grinding, crushing, abrasion...), (ii)
19 recognize the type of rocks exploited when they are still in the form of cohesive blocks or (iii)
20 access their chemical composition which can be very informative in the presence of specific trace
21 elements (e.g. ^{4, 5, 6}).

22
23 To characterize these archaeological remains, it is necessary to use a wide range of analytical
24 methods at different scales of observation (macro, meso, micro), which may be invasive or may
25 require the partial destruction of the object or microsampling. This characterization is more
26 delicate in the case of powder deposited on a substrate, because powdering, mixing and/or
27 alteration blur the characteristics of their provenance. Indeed, the evolution of the raw material
28 in its geological context, during its preparation and after its burial (taphonomy) need to be
29 considered (« chaîne évolutive » ^{7, 8, 9}). Therefore, characterization of coloring matter does not
30 necessarily enable the identification of the parent rock and thus of the trajectory of raw materials
31 and/or that of the remains.

32
33 Red coloring raw materials could come from various types of ferruginous rock: (i) sedimentary
34 processes: e.g. Banded Iron Formation (BIF), Oolitic Iron Stones (OIS), iron-rich sandstone; (ii)
35 mineralisations: e.g. veins, lode, metasomatism; (iii) weathering processes: e.g. ochre, laterite,
36 bauxite; volcanic and metamorphic processes. These various ferruginous rocks present various
37 mechanical, physical, chemical and coloring properties ^{10, 11}. Our collection has been undertaken
38 to record and sample ferruginous rocks in different geological and geographical contexts,
39 documenting the potential resources for the supply of raw ferruginous materials during Prehistory
40 (from Palaeolithic to Neolithic) and even more recent historic periods.

41
42 Since 2016, more than two hundred outcrops of ferruginous rock mainly in the Ardèche and
43 Gard valleys have been collected based on geological documentation and surveys. This region is
44 particularly rich in Upper Palaeolithic rock art and settlement sites from the Middle Palaeolithic to
45 the Neolithic containing artefacts of coloring matter, the use of which has not always been
46 identified ^{12, 13, 14, 10}.

47
48 This collection is the subject of a petrographic, mineralogical, chemical and physical description
49 and analysis on various preparations (fresh cut, polished stud, sieved or unsieved powder) based
50 on a shared vocabulary (lexicon) and a systematic documentation of the stigmata and
51 characteristics of the rock samples which correspond to formation conditions, evolutions before
52 and after selection by human groups. Although it is easy to link the red, orange and yellow colors
53
54
55
56
57
58
59
60

1
2
3
4 with the presence of iron in the form of oxides (red hematite α -Fe₂O₃) or oxyhydroxides (yellow
5 goethite α -FeO(OH)), it is not so easy to compare the color of different materials or to access the
6 sometimes complex mineralogical composition of these rocks. [Colorimetric measurements or](#)
7 [spectral measurements limited to the visible range](#) make it possible to classify materials by color as
8 can be done from charts such as the Munsell chart. The difficulty of such a determination lies in:
9 (i) the potential variability of color within a rock (gradient or color zones, differences between
10 external and internal colors), (ii) the texture of the material which leads either to a very dull
11 material or to a material with metallic lustre, (iii) its texture (grain size and shape, porosity, ...) that
12 can also modulate the color tone and is not taken into account in the color charts, (iv) the difficult
13 access to a fresh cut of the material for archaeological objects, (v) the variability of the spectral
14 radiance of the illumination source used for the observation, (vi) the wide range of light absorption
15 spectra of materials that can result in the same perceived color for different materials, (vii) the
16 visual experience of the observer in the case of visual charts. The elaboration of a more objective
17 and standardized method is required in order to give access not only to color but also to the
18 structure [and composition](#) of the raw materials and transformed matters. Diffuse reflectance
19 spectroscopy, which can scan over a wide spectral range from the visible to the mid-infrared,
20 typically up to 0.3-5 μ m (e.g. ¹⁵), offers the possibility to fully remove the last 3 limitations or bias
21 (v to vii) and to objectively study the origin of the color variability and the effects of texture (points
22 i to iii). This method has also the advantage of being non-contact, non-invasive and can be used
23 on any type of sample (powder, blocks, polished stud...) as well as potentially on the field ¹⁶.

31 The objective of this paper is therefore to study the feasibility of using [reflectance](#)
32 [spectroradiometry](#) to distinguish a selection of ferruginous rocks presenting a variety of textures,
33 initially under controlled laboratory conditions. Thanks to a series of measurements made at the
34 spectro-gonio radiometer facility at IPAG (Institute of Planetology and Astrophysics of Grenoble,
35 UGA/CNRS), we investigate the possibility of establishing a correlation between the variations in
36 reflectance and spectral signature of the different samples and the diversity of mineral phases
37 associations. The first objective is to compare well-characterized ferruginous materials according
38 to a robust methodology based on data acquisition on shared standards with several analytical
39 tools, compatible with the constraints related to archaeological objects. The geological materials
40 studied in this paper have been selected to be sufficiently representative of the diversity of
41 ferruginous rocks in terms of petrography, mineralogy and chemistry, and also to serve as
42 standards for intercomparison between analytical methods.

47 **MATERIALS AND METHODS**

51 **1. Geological samples selection**

52 Thanks to geological surveys based on satellite photography, mining and geological
53 documentation (BRGM), the Pigmentothèque project aims to collect and document the vertical
54 and lateral variability of coloring matter deposits. The recording includes photographic coverage
55 and geological description of outcrops and the various lithologies present, their GPS referencing
56 and their location on geological and topographic maps (Fig. 1). We present here the 6 rock samples

1
2
3 selected for their clear-cut genetic and intrinsic characteristics to be used as standards in order to
4 compare all the measurements made with different instruments on both geological and
5 archaeological objects.
6

7 **Roussillon**, **Valaurie** and **Pierrerie** samples are examples of weathering products giving
8 coloring matter: **Roussillon** (Vaucluse) is an ochre profile formed on top of Cenomanian
9 glauconite-rich sand/sandstones, **Valaurie** (Drôme) is an equivalent to Roussillon and **Pierrerie**
10 (**Béziers**, **Hérault**) ferricrete covers a Jurassic bauxitic weathering profile. The sample of Valaurie
11 is not yet considered as a reference due to the lack of geochemical and mineralogical
12 characterization. So, the petrographic and mineralogical results of this sample will therefore not
13 be detailed here, but its use will be limited to the preparation of several layers of paint on
14 limestone.
15
16

17
18 **Bordezac** (Gard) samples illustrate the case of a hydrothermal hematite-rich vein. **Huy** (Belgium)
19 samples are examples of Oolitic Iron Stones (OIS) from the Famennian Formation of Hodimont.

20 Two ferruginised limestones rich in crinoid fragments have been also selected because of their
21 specific formation. The one of **Beauregard** (Thoste, Côte d'Or) is a Hettangian biogenic
22 limestone. The one in **Pierremorte** (Courry, Gard) is a Callovian limestone.
23
24

25 26 27 2. Preparation of samples 28

29 In addition to the raw blocks, several types of material textures were prepared: polished blocks,
30 sawn blocks, fresh fractures, sieved powders as well as paint coating on limestone blocks.
31

32 In order to prepare a polished cube block (Fig. 2), it is necessary to adapt the preparation
33 method to the mechanical properties and porosity of the sample. In the case of a compact, dense
34 and very low-porosity material, saw cutting followed by polishing may be sufficient. But, for most
35 samples that are more or less compact and porous, impregnation in epoxy resin (Araldite AR2020)
36 is an indispensable step, requiring the mould to be placed in a closed desiccator under primary
37 vacuum (0.8 to 0.9 mbar) for 2 to 4 hours. Beforehand, a degassing step allows to obtain a
38 uniformity of the resin-sample stub. Under vacuum, a multitude of small bubbles are formed
39 which can disturb the machining, observation and analysis. Degassing consists of placing the
40 beaker filled with the resin-acetone-catalyst solution in a desiccator, then closing and placing
41 under vacuum (0.6 mbar). In a few minutes (5 to 10 minutes depending on the volume) the gas
42 bubbles disappear. Finally, the machining step allows to obtain the shape of a parallelepipedic
43 block with a cutting saw, then the lapping is carried out with a pre-polishing (Plan grinding, 320 -
44 600 - 1200, 300 rpm) before a very fine polishing (Fine Grinding, 3 - 1 - 1/4 micron, 150 rpm).
45
46
47

48 The powders are obtained by grinding pieces of material in an agate mortar followed by sieving,
49 generally below 160 μm (and in one case also the > 160 μm fraction was also measured), but for
50 two pigments we also studied the effect of grain size in four different size ranges (< 50 μm , 100-
51 200 μm , 200-400 μm and > 400 μm). A cylindrical aluminium sample holder is then filled with the
52 powder and its surface is lightly packed and smoothed with the handle of a spatula. Several sizes,
53 ranging from $D \times d = 7 \times 2$ to 38×6 mm (80-6800 mm^3), have been used depending on the instrument,
54 on the amount of material available and its brightness. The density of the porous powder material
55 can be accurately obtained from the measurement of its weight (typically between 100 mg and
56 15 g) and sample holder volume. For our samples they ranged between 0.75 and 1.65 g/cm^3 .
57
58
59
60

1
2
3 Painting is prepared by mixing some powder with a few drops of water (quantity adapted to the
4 material) to obtain a homogeneous painting matter with a smoothness suitable for application by
5 brush on a porous limestone substrate. One or more layers of painting matter can be applied
6 depending on the covering power and desired paint thickness (Fig. 3).
7
8

9 10 11 3. Petrographical observation

12
13 Macroscopic to microscopic observations (bare eye, binoculars, petrographic microscope,
14 scanning electron microscope) are necessary to characterise all types of coloring matter. These
15 observation tools are used in complementarity in order to link the different observation scales
16 and to guide the bulk analysis (*sensu stricto*) or analysis on selected or isolated spots. Geological
17 references are described according to the criteria of description and determination of rocks
18 (described by their structure, texture, granulometry, color, hardness, figured elements such as
19 fossils, bioclasts, lithoclasts or minerals, the presence of cement or matrix, their porosity...)
20 following published visual charts (abundance, granulometry, sphericity and roundness...). The
21 names of the rocks follow the rules of the associated charts such as the Dunham (1962)¹⁷ or Folk
22 (1962)¹⁸ charts for sedimentary rocks. Thus most of the quantitative and qualitative inherent
23 properties are described. And the coloring matter is defined by its nature, variability, genesis and
24 evolution through time ¹⁹.
25
26
27
28
29
30

31 4. SEM and XRD acquisition

32
33 The analytical method used to study the samples consists in observation with a Scanning Electron
34 Microscope coupled with an Energy Dispersive X-ray detector (SEM-EDX), in order to visualize the
35 micro-morphology and to identify the chemical composition. The SEM LEO STEREOSCAN 440
36 coupled with an X-ray analyser SDD Bruker (in high vacuum mode; 20 keV beam voltage; images
37 obtained in secondary electron or backscattering electron modes) was used (platform ASTRE,
38 USMB).
39
40
41

42 The X-ray diffraction was performed on powder in reflection mode on sample holder (XRD: INEL;
43 CoK α X-ray tube; 1.5 x 0.1 slit; generator INEL XRG3D 30 mA, 30kV; sensitive detector of curve
44 position INEL CPS120 at 0.08° FWHM resolution for real-time simultaneous data acquisition). The
45 mineralogical species were identified using the Match![®] software.
46
47
48
49

50 5. Spectro-gonio radiometers: set-up and acquisition parameters

51
52 The Cold Surface Spectroscopy facility of the IPAG laboratory (<https://cold-spectro.sshade.eu/>)
53 holds two home-made spectro-gonio radiometers, SHINE ²⁰ and SHADOWS ²¹ that allow records
54 of reflectance spectra in the visible and infrared ranges (350 - 4800 nm) over a wide range of
55 illumination (0-80°) and observation angles (emergence: 0-80°, azimuth 0-180°) and with a high
56 radiometric accuracy. They have been used to characterize the spectral reflectance of the
57 selection of standard ferruginous rocks.
58
59
60

1
2
3 A 'standard' illumination/observation geometry (incidence 0°, emergence 30°) has been used
4 to measure the spectra mostly covering the spectral range between 400 and 4200 nm, but
5 sometimes extending to 360 nm and/or 4800 nm according to samples. The first exploratory
6 measurement campaign in October 2019 was carried out with resolutions between 10 and 40 nm,
7 but it was decided to use a 2.5 times better spectral resolution (4-15 nm) and a spectral sampling
8 between 4 and 8 nm for all subsequent measurement campaigns in order to resolve some narrow
9 water and hydroxyl bands and to obtain an homogeneous data set compatible with the
10 performances of the currently available portable instruments, with the prospect to compare them
11 with future field measurements. Samples of the different types are placed under the
12 monochromatic illumination beam and their reflected light spectrum is acquired (from 45 min to
13 3 h of measurement depending on the Signal-to-Noise ratio, the spectral range and resolution
14 chosen). The illumination spots are 5.2 mm (SHADOWS) and 7.5 mm (SHINE) in diameter. The
15 measurements are calibrated in 'reflectance factor' using 2 reference targets (Spectralon® and
16 Infragold®) characterized and calibrated in absolute photometry at IPAG and measured a few
17 times during each campaign. Thanks to these calibrations and a dynamically stabilized light source
18 the absolute radiometric accuracy is better than 0.5%^{20, 21}. Post processing of the calibrated
19 spectra is made in order to correct any spectral signature of atmospheric water, due to possible
20 temporal variations of its partial pressure in the optical path between sample and last Infragold®
21 reference measurements. The residual water vapor lines, around 1120, 1380, 1870 and 2665 nm,
22 have been corrected by dividing the spectrum by a scaled normalized water vapor transmission
23 spectrum measured with the instrument at same resolution and sampling. The scaling factor *f*
24 is adjusted to cancel the narrow spectral lines of water vapor (Fig. 4). Weak residual fluctuations (< 0.5%
25 reflectance for the strongest bands in the 2550-2800 nm range) may remain when the water vapor
26 variation is large and when a change in room temperature also occurred between the sample and the
27 reference water spectrum measurements.

38 39 RESULTS AND DISCUSSION

40 41 1. Petrological and mineral description of the samples

42
43 The petrographic observation with bare eye and binocular enables to identify the six reference
44 samples (Fig. 2):

- 45 - Huy (Belgium, Fig. 2A) is identified as Clinton-type Oolithic Iron Stone (OIS) with well
46 sorted ferruginous flax seeds ooids with bioclastic, quartz (100 μm) or rare lithoclastic
47 nuclei. The ooids are embedded in dolomite and ferruginous clayey matrix and
48 cement.
- 49 - Pierrerue (Béziers, Hérault, Fig. 2B) are irregular ferruginous pisoliths coming from an
50 iron duricrust in a bauxitic profile and containing mainly hematite.
- 51 - Pierremorte (Courry, Gard, Fig. 2C) is a ferruginised limestone containing partly
52 ferruginised crinoid fragments in a ferruginised carbonated matrix.

- 1
- 2
- 3
- 4 - Roussillon (Vaucluse, Fig. 2D) is a ferricrete fragment from the top of the ochre profile.
5 The iron duricrust is composed of corroded quartz grains (200-400 μm) in a kaolinitic
6 and ferruginous matrix.
- 7
- 8 - Beauregard (Thostes, Côte d'Or, Fig. 2E) is a limestone composed mainly of entirely
9 ferruginised crinoid fragments (3 mm) in a ferruginised carbonated cement.
- 10
- 11 - Bordezac (Gard, Fig. 2F) is an hydrothermal metallic vein composed of hematite and
12 rare tabular micas (100 μm) and quartz inherited from the Triassic bedrock.
- 13

14 The observations at several scales combined with the chemistry and the X-ray diffraction of each
15 sample lead to the description summarized in Table 1 and illustrated in figure 5. [It is to be noted](#)
16 [that hematite when well crystallised in large platelets tends to acquire a purple color²⁶, however,](#)
17 [its powder stays red.](#)
18

22 2. Reflectance spectra of red coloring matter

23 The Visible-infrared spectra (400-4200 nm) of the six reference samples as sieved powders (grain
24 size < 160 μm) are presented in Figure 6 [and the spectra for the different preparations \(powders,](#)
25 [blocks and polished plots\) are grouped per pigment in the series of Figures 8a-f.](#) A number of
26 features can be recognized in these spectra, characteristic of the oxidation state of iron, the
27 presence of OH groups, water in various states (in the structure, adsorbed, bulk, ...), and carbonate
28 ions.
29

30 In the visible range (< 1000 nm) there are 4 wide absorption bands due to different electronic
31 transitions of iron, the first, around 430 nm, being a ligand field transition of Fe^{3+} (Fe-O bond) in
32 hematite ²². This band is extremely strong and fully saturated in all pigments and has on its high
33 wavelength side a very strong band around 540 nm assigned to the double exciton process of a
34 Fe-Fe pair. This last band also exists in goethite but is much weaker. These 2 bands cannot be
35 distinguished in reflectance spectra as they absorb almost all light within the very first grain
36 (reflectance 3-5% below 550 nm) for all materials containing a significant amount of hematite, as
37 for our 6 standard pigments. The third weaker band around 640 nm appears as a shoulder and is
38 due to another ligand field transition of Fe^{3+} . This shoulder is more marked in goethite than in
39 hematite. The last band, also due to a ligand field transition of Fe^{3+} , is slightly variable in position
40 and is situated between 860 nm (Huy) and 870 nm (Roussillon), but displays only little difference
41 in relative band depth between most of these materials. This band is wider and shifted to 920 nm
42 in pigments dominated by goethite (Fig. 7, and 8e).
43

44 The general shape between 1050 and 2600 nm is more variable and the origins of its variations
45 are poorly documented. Roussillon is the brightest sample in this range with a maximum
46 reflectance around 1850 nm close to 0.8, a strong 'red' slope (increasing reflectance with
47 wavelength) below 1600 nm, but a marked 'blue' slope (decreasing reflectance with wavelength)
48 above 2050 nm, while Pierrermorte, Bordezac and Huy have a very similar nearly flat, but slightly
49 concave, reflectance with medium level (0.3-0.4, slight blue slope below 1500 nm and slight red
50 slope above 1900 nm). On the other hand, Beauregard displays a clear 'red' slope over almost the
51 whole range, while Pierrerrue has a 'blue slope' at both ends of this range (1050-1400 nm and
52
53
54
55
56
57
58
59
60

1
2
3 2200-2600 nm). The blue slope above 1900 nm is clearly due to kaolinite which is indeed a major
4 constituent of Roussillon and Pierrerie, but the marked blue slope at shorter infrared wavelength
5 of the latter pigment (see also Fig. 8f) is still unexplained but possibly due to the alumina minerals
6 only present in this pigment (Table 1). The extended red slope of Beaugard over the whole near-
7 IR is also unexplained yet given its known composition. Over this 'continuum infrared absorption'
8 there are mostly three groups of bands around 1400 nm (hydroxyl OH stretching mode and H₂O
9 combination modes), 1930 nm (H₂O stretch + bend combination) and 2200 nm (OH stretch + bend
10 combination). The 1400 and 2200 nm features frequently have a double peak around 1395 and
11 1415 nm, and 2165 and 2210 nm, respectively (the second being stronger and narrower), typical
12 of the first overtone of the hydroxyl OH stretching mode and of the combination between
13 stretching and bending modes of kaolinite [Al₂(Si₂O₅)(OH)₄] (Fig. 7). They are present only in
14 Pierrerie and Roussillon, and quite strong in the latter. The 1930 nm H₂O band is wide and is
15 clearly seen only in Roussillon, partly due to its higher reflectance, but is very weakly present (band
16 depth < 0.004) in all others, more opaque, materials.

17
18 In addition, OH and H₂O also express with their very strong fundamental vibrations (OH
19 stretching and symmetric and antisymmetric stretching vibrations of H₂O) in the 2650-2800 nm
20 range. Each of these vibration modes can also have several components depending either on the
21 orientation of different types of OH in the crystal structure or on the cation (Si, Fe, Al, Mg...) with
22 which they interact. Both Pierrerie and Roussillon have 4 narrow components at 2704, 2721, 2734
23 and 2760 nm typical of the vibrations frequencies of the inner hydroxyl and the three inner-surface
24 hydroxyls of kaolinite²³. On the other hand all other materials have only a wide OH band between
25 2758 nm (Bordezac) and 2770 nm (Pierremorte) with a weak shoulder around 2700 nm. The most
26 marked and blue shifted OH band in Bordezac is due to micas (see muscovite spectrum in Fig. 7),
27 a major component of this pigment. The associated narrow bands at 1410 and 2220 nm (Fig. 7)
28 are weakly seen in the powder but clearly visible in one block (#3) of Bordezac (Fig. 8b), thus
29 confirming this identification. On the other hand, quartz is probably a major contributor of the
30 2770 nm band of Pierremorte and Huy. Beaugard displays only a weak band as a shoulder of the
31 wide and strong band covering the whole 2800-4000 nm range. This latter band is partly due to
32 H₂O in the crystal structure (around 3100-3200 nm), and to adsorbed H₂O (around 2850-2950 nm)
33 (see e.g.²⁴) but hematite [α-Fe₂O₃] (or hydrohematite, with part of the O replaced by OH, [~α-
34 Fe_{1.83}(OH)_{0.5}O_{2.5}]) and goethite [α-Fe³⁺O(OH)] also strongly contribute around 2930 and 3150 nm,
35 the second band being almost as strong as the first one for goethite, but only present as an
36 extended wing in hematite²⁵ (Fig. 7). The band around 2930 nm is relatively similar in almost all
37 our standard pigments except Pierrerie which seems to have a stronger band and shifted toward
38 lower wavelength (2890 nm). The 3150 nm band is particularly strong for Roussillon and strong
39 for Beaugard where goethite was identified, but also more weakly seen in Huy and Pierremorte
40 spectra (Fig. 8c,d) despite goethite has not been identified in the latter pigment. On the contrary,
41 there is no spectral sign of it in Pierrerie where goethite is one of the identified minor constituting
42 minerals (Table 1).

43
44 Finally Pierremorte and Huy display a series of strong bands above 3300 nm (3355, 3482, 3980
45 nm with shoulders at ~3860 nm, 4660 nm) characteristics of calcite (overtone and combination of
46
47
48
49
50
51
52
53
54
55
56
57
58
59
60

1
2
3 the C-O stretching and bending vibrations of the CO_3^{2-} ion). Dolomite has also a very similar band
4 pattern but globally slightly shifted to lower wavelengths (Fig. 7). It has also a distinct band at 3810
5 nm plus some weaker bands at 4285 and 4450 nm (out of our nominal spectral range) allowing to
6 distinguish between these two carbonates. A few weak combination bands of this ion are also
7 barely seen in the powders at ~ 2340 , 2534 nm (with shoulder at ~ 2490 nm) but very clearly seen
8 in all blocks and polished plot spectra of Pierremorte (Fig. 8b). It should be noted that the calcite
9 bands seen in the spectra of Pierremorte and Huy look very similar despite very different types of
10 rocks and geologic histories. Finally pure quartz did not display strong and uniquely identifiable
11 bands in the near-infrared. However, it generally contains some water molecules and hydroxyls in
12 its structure which give rise to bands around 1900-1940 nm and 2210-2250 nm, respectively.
13 These bands are clearly seen (at 1905 and ~ 2240 nm) in our reference spectrum of natural quartz
14 (Fig. 7). The wide and moderately strong band peaking in the 1915-1940 nm range (depending on
15 sample) in Roussillon spectra (Fig 6 and 8e) is most probably the signature of structurally bond
16 water in quartz, a major constituent of this pigment (Table 1). But this band is present as a weak
17 to very weak absorption in all pigments with or without quartz identified by XRD, as it is not very
18 specific to the mineral in which water is trapped. Laboratory spectra of quartz also display a group
19 of moderately strong bands between 2845 and 3015 nm due to OH- ions to equilibrate cations
20 impurities and to isolated structural bond water molecules trapped in the quartz, but the very
21 strong hematite/goethite bands strongly interfere with these bands within that range. The only
22 band in the range of the solar spectrum, but lying above 4200 nm, that can be used to identify
23 quartz is the first overtone of its Si-O stretching mode at 4470 nm and marginally its much stronger
24 combination with bending modes just above 5000 nm. Baryte, which is present in half our
25 pigments, has no specific band below 4200 nm, except the generic absorptions around 1450 and
26 1930 nm of possible small amounts of water of hydration of this sulfate, but it displays a series of
27 very strong bands in the 4250-4900 nm range due to the different overtone and combination
28 bands of the stretching modes of the SO_4^{2-} sulfate ion (Fig. 7). We measured only a few samples
29 up to 4800 nm, due to the time necessary to achieve a good Signal-to-Noise, but on one block of
30 Beauregard we possibly observed (low S/N data) a series of bands between 4400 and 4700 nm
31 which may be due to a sulfate. The other minor constituents identified by XRD, chlorite, siderite,
32 calcium phosphate, xenotime and zircon (Table 1), some of which have several characteristic
33 bands in the visible and near-infrared, are not detected due to their generally low abundances or
34 to interference of their bands with those of major constituents (e.g. the two narrow bands of
35 Zircon at 2708 and 2762 nm fall within the strongest of the four narrow bands of kaolinite, at 2704
36 and 2760 nm). Finally it should be noticed that in several spectra of blocks (see e.g. Bordezac in
37 Fig 8b), there are two bands at 3415 and 3500 nm not linked with the minerals but attributable to
38 the C-H fundamental stretching vibrations of CH_2 and CH_3 groups in organic material, probably
39 slightly contaminating the surface of these blocks. These bands are never seen in powders.

40
41
42
43
44
45
46
47
48
49
50
51
52
53
54
55
56 The band analysis of the reflectance spectra obtained for each reference sample complements
57 well the chemistry and X-ray diffraction analyses and characterizations described in the previous
58 section. Indeed, reflectance spectroscopy is sensitive to the nature of the chromogenic mineral,
59 here hematite or goethite, but also to the other major constituents. On the other hand, it is
60 difficult to access relative abundance in the case of mixture. It is also relevant to identify the rock

1
2
3 matrix, particularly in the case of limestone rocks (carbonate bands, calcite or dolomite), although
4 it is less obvious for the presence of quartz. Although the minerals that can be associated with
5 iron oxides in these rocks have characteristic bands, their detection by reflectance spectroscopy,
6 except for kaolinite, is delicate due to their low abundance and the detection limit of the method.
7 On the other hand, the presence of the characteristic bands of hydroxyl ion and structural water
8 and the sensitivity of the position of these bands as a function of the associated cation are very
9 interesting and particularly complementary to the macro and microscopic observation methods
10 and the analysis of minerals (EDX and DRX) which are not relevant in this case.
11
12
13

14 15 16 3. The effect of the preparation

17 18 3.1 Effect of granulometry

19
20 In the case of Roussillon material, we measured two grain size ranges, below and above 160 μm
21 with two different densities. The difference is mostly a decrease of about 12% of the overall
22 reflectance when going from fine to larger grains, without any noticeable change in the occurrence
23 or relative intensity of the various absorption bands and slopes (Fig. 8e).
24

25 We also measured the reflectance spectra of Roussillon and Huy powders with 4 different grain
26 size ranges: < 50 μm , 100-200 μm , 200-400 μm , > 400 μm (Fig. 9a,b). For the first 3 size ranges,
27 as expected, the reflectance decreases with grain size regularly over the whole spectral range,
28 except in the strongest electronic bands, in the visible below 550 nm, where the light is already
29 absorbed in the very first grain it encounters. However, the spectrum for the largest grains did not
30 follow the trend, in particular for Roussillon in the visible and very near infrared dominated by
31 hematite and goethite absorptions (Fig. 9a). A possible explanation is that there is some difference
32 in abundance or distribution of the materials composing the Roussillon sample in this size range
33 compared to the smaller sizes. Indeed, for the larger grain size the abundance of the very finely
34 grained phase made of clayey ferruginous matrix containing kaolinite, hematite and goethite
35 should be decreased during sieving relative to the quartz phase as the latter is mostly present as
36 large grains, with average size above 300 μm (Fig. 5-9 and 5-10). The slight increase of reflectance
37 in the 2800-4000 nm range, also dominated by goethite and hematite absorptions, seems to
38 confirm this hypothesis.
39

40 For Huy (Fig. 9b) we have a similar effect but with a stronger reduction of reflectance of the 100-
41 200 μm size range relative to the < 50 μm fraction, and an opposite effect for the largest one (>
42 400 μm): the absorption outside the hematite absorption range (1000-2700 nm) is increased, so
43 possibly due to a change in relative abundance of the material contributing to this spectral range.
44

45 46 47 48 49 50 3.2 Raw block versus powder

51
52 When comparing the spectrum of a powder with that of the raw blocks of the original material
53 (Fig. 8a-f, and 10) one generally observes an overall decrease in reflectance (except in the 500 nm
54 band which saturates at the 0.06-0.13 reflectance level for blocks instead of 0.03-0.055 for
55 powders) with similar continuum slopes and absorption bands, sometimes with similar band
56 intensities such as for block #1 of Beauregard, Pierremorte and Pierrerie (Fig. 8a,d,f), or with
57 increased intensities of some bands, such as for the iron bands in the visible and the carbonate
58 bands in the near and mid-infrared (above 1900 nm) of block #2 and #3 of Pierremorte (Fig. 8d
59
60

1
2
3
4
5
6
7
8
9
10
11
12
13
14
15
16
17
18
19
20
21
22
23
24
25
26
27
28
29
30
31
32
33
34
35
36
37
38
39
40
41
42
43
44
45
46
47
48
49
50
51
52
53
54
55
56
57
58
59
60

and 10), along with sometimes a change of the infrared continuum slope (more 'red' for block #2). In Figure 10 we compare the powders (< 160 μm grain size) with the most different block of the same material. **There are clear changes in slopes and band intensities but the occurrence of these characteristic bands remain unchanged.**

It appears that in some cases the composition probed by the measurement spot at the surface of a raw block is relatively different from the global 'bulk' composition probed in the well mixed grains of a powder. It should be noted that the depth of light penetration is typically of the order of the millimetre at 'bright wavelengths (reflectance > 0.7) but only a few microns to tens of microns in some extremely strong electronic absorption bands, such as below 600 nm.

For example, on Huy (Fig. 8c) the component(s) at the origin of the slightly concave continuum absorption in the infrared spectra of powders seems to dominate in the measurement spot of the raw blocks, and even more on a freshly sawn face, to the detriment of the intensity of both the iron bands and carbonate bands. However, although the shape of the spectrum seems quite different (e.g. with a strong 'blue' slope between 1000 and 2500 nm), all the characteristic bands are still present, but moderately to strongly attenuated.

The case of Bordezac (2 blocks measured on 2 faces each) is also interesting as the main changes are now mostly in the water bands (Fig. 8b). The spectra of the powder and that of face #3 of block #2 have very similar spectra up to 2800 nm (except absolute intensity) but above that wavelength the absorption is stronger and wider and peaking at a somewhat larger wavelength. This is typical of an increased contribution of structural H_2O . On face #1 of this same block #2, this water band is even stronger with a larger spectral shift (~3000 nm instead of 2940 nm for the powder). It also displays weak 1420 and 1920 nm H_2O bands (micas) and a slight 'blue' slope above 2300 nm. Both measured faces of block #3 have also strong structural water absorption but display a flattening of the 'red' slope, seen above 1600 nm in the spectrum of the powder, and an increased 'blue' slope below 1850 nm (as in the block of Huy). Its raw face #2 also displays stronger characteristic bands of muscovite (mica), barely seen on face #1 of block #2.

Bloc #3 of Roussillon displays a particular change relative to the powder with a higher continuum level before the 1930 nm band, but a very similar spectrum at higher wavelength (Fig. 8e). The yet unidentified component widely absorbing between about 1100 and 1850 nm should thus be present at much lower abundance. In addition its visible absorption bands are shifted (-20 nm for the ~450 nm band, +50 nm for the 915 nm) with modified width and intensity which is characteristic of an increased proportion of goethite relative to hematite probed at the surface of this block compared to the mean mineralogy of the powder. The fresh face of block #4 display a similar but less marked composition difference. On the other hand, block #1 displays a 860 nm hematite band identical to the powder and a weaker increase of the continuum below 1850 nm (Fig. 8e). It should thus have a composition more similar to that of the powder.

A last clear difference between the iron oxide composition of two blocks of the same material is the case of Beauregard (Fig. 8a) for which blocks #1 and #2 have exactly the same spectra between 1100 and 2770 nm as well as above 390 nm but clearly diverge in the other spectral ranges dominated by iron oxides. The changes appear to be both an increased proportion of goethite and a decreased total amount of iron oxides in block #2, as witnessed by the change of band shape (stronger 615 nm shoulder, wider 880 nm band), position (+20 nm) and intensity in the visible range, correlated with those in the infrared.

1
2
3
4
5
6
7
8
9
10
11
12
13
14
15
16
17
18
19
20
21
22
23
24
25
26
27
28
29
30
31
32
33
34
35
36
37
38
39
40
41
42
43
44
45
46
47
48
49
50
51
52
53
54
55
56
57
58
59
60

3.3 Plots

Spectral measurements have been also performed on a polished plot of each reference sample (Fig. 11). Compared to the corresponding powders it is relatively easy to recognise each pigment with the general shape of the reflectance curve and their particular spectral features. However the spectra of the plots have generally lower global reflectance, due to their less scattering surface, and the strongest bands are more saturated, in particular in the visible below 600-700 nm and in the mid-infrared above 2700 nm, making it more difficult to recognize some constituents in this range. But in some cases additional bands clearly show up in the near-infrared, such as the relatively strong bands at 1680, 2160 and 2470 nm in Roussillon, or the series of weak bands at 1670 nm and between 2140 and 2460 nm in the otherwise smooth spectrum of Beauregard. In other cases these bands are just faintly discernible in the powder but get much stronger in the plot. They point to mineral constituents not listed in the nominal composition of Table 1, but yet to be identified.

3.3 Paints on substrates

3.3.1 Different paints on limestone

A blind test has been made on 8 painting matters deposited in a thin layer (but opaque in the visible) on a limestone substrate (Fig. 3) in order to assess if visible-infrared reflectance spectroscopy alone is able to identify the matters used by simply comparing their spectra with a wide set of powder and block spectra. Spectra were recorded where the painting layer appeared to be the thickest (Fig. 12). A reference spectrum of the bare limestone has been also measured. We first restricted the comparison of these spectra to the 400-2500 nm range available in most portable field spectrometers. The result is that most painting matters were recognized with just a couple attributed to matters having very similar spectral signatures below 2500 nm, but that can be disambiguated at higher wavelength (2500-4200nm). In particular, it is difficult to attribute paint B to either Bordezac, Huy or Pierremorte because the two last differ from the Bordezac only by the presence of the carbonate bands (Fig. 6), which can be easily confused with the much stronger bands of the limestone substrate, especially below 2500 nm where they are very weak in the powders. In fact the thickness and reflectance level (linked to the mean penetration depth of the light) of the painting matter appear to mostly control the visibility of the substrate spectral signatures. In the visible range where the painting layers have very strong absorptions their spectral signatures are almost unchanged relative to the powders. They are completely opaque. There is a similar behaviour in the near-infrared when the reflectance is typically below 0.3 (see e.g. the very weak bands of the limestone in painting C, Beauregard) while when it is around 0.6 the carbonate bands of the substrate are clearly seen through the painting matter (see e.g. the strong bands of the limestone in paint B, Pierremorte). For Roussillon the paint layer is thick enough to display the series of narrow absorption bands of the powder and almost fully hide the carbonate bands of the substrate..

3.3.2 Effects of painting layer thickness and substrate type

1
2
3 We then tested the effect of paint thickness for different pigments (Huy, Valaurie) on substrates
4 with different composition and brightness (various limestones, serpentine). We show in Fig. 13a
5 the case of the Huy paint deposited in 3 successive thin layers over a flat bare calcite slice,
6 compared to the spectra of both the bare calcite and the Huy powder ($< 160 \mu\text{m}$) used to prepare
7 the paint. Right from the first thin layer the absorption bands of hematite in the visible are very
8 strong and almost fully hide the bright calcite, thanks to the very strong absorption coefficients of
9 these bands. The paint becomes opaque in the visible range with probably only a few tens to
10 hundred micron thick layer. In the near infrared, up to 2700 nm, the Huy pigment only displays a
11 flat and moderately transparent spectrum (reflectance $\sim 0.3\text{-}0.35$) so its only effect is to
12 progressively attenuate the intensity of the calcite bands and decrease the reflectance. The
13 thickness needed to fully hide calcite in the near infrared is then more in the range of several
14 hundred microns to millimeter. However as this pigment also contains some calcite, the strongest
15 bands above 3300 nm, fully saturated in the bulk substrate, progressively reappear as the
16 thickness of the painting layer increases.

17
18
19
20
21
22 When the paint displays also some specific absorptions, as in Valaurie (Fig. 13b), they
23 progressively appear and grow in intensity as the painting layer thickness increases, up to the
24 point the paint is thick enough to be opaque at wavelengths, as for layer 4. With a bright paint
25 such as Valaurie (similar to Roussillon) the reflectance of the layer increases with its thickness
26 contrary to a darker paint, as Huy, for which its overall brightness over a bright substrate decreases
27 with thickness. In both cases their spectrum tends towards the reflectance of the original powder.
28
29
30

31 32 3.3.3 Effect of the observation-illumination angles

33 In order to assess the possibility to preferentially probe thin layers of paint and reduce the
34 contribution of the spectral signatures of the substrate, we recorded a series of spectra with
35 varying incidence and emergence angles ($i = 0, 60, 70^\circ$, $e = 30, 60, 70^\circ$) on two different paints
36 (Huy and Valaurie, an ochre of Roussillon type) with a thickness thin enough to still display strong
37 calcite bands (Fig. 14). In the case of the relatively bright ochre pigment (reflectance > 0.6 , so
38 quite transparent in the infrared) there is a very clear decrease of the intensity of the calcite bands,
39 by almost an order of magnitude, when going from the standard near-nadir observation ($i = 0^\circ$, e
40 $= 30^\circ$) to more grazing illuminations ($i = 60, 70^\circ$). However when the illumination and observation
41 angles are too high the depth of the spectral signatures of the paints are also strongly reduced,
42 except for the strongest bands in the visible and very near-infrared ($< 1000 \text{ nm}$). Indeed, at high
43 incidence angles the light, on one side, penetrates to a shallower depth, so is less absorbed by the
44 substrate, but on the other side it escapes from the paint layer after less scattering events, so also
45 reducing the pathlength traveled in the layer. A good combination to differentiate the absorptions
46 by the pigment and the substrate seems to perform at least one 'near-normal' measurement ($i=0^\circ$,
47 $e\sim 30^\circ$) to get the strongest pigment absorption bands and one with a high incidence angle to be able
48 to see how the relative intensities of the bands from the paints and the substrate vary. For this last
49 one the best compromise seems to be around the geometry $i=e=60^\circ$.

50 For Huy (not shown) which has a lower global reflectance, so less transparent in the near-infrared,
51 increasing the illumination angle is more efficient to attenuate the carbonate bands, and creates
52 a 'red slope' in the near-infrared. But the absence of spectral signature of Huy in that range did
53 not provide additional information on composition.
54
55
56
57
58
59
60

CONCLUSION

The prospecting carried out to date to collect ferruginous rocks with coloring properties has led us to gather a collection of more than two hundred outcrops of ferruginous rock that present a wide range of mineralogically, chemically and petrographically different materials. However, their simple color is not sufficient to discriminate them and the use of radiometrically accurate visible and near-infrared diffuse reflectance spectra can therefore be useful to allow the categorization of these different materials. We have shown on a first set of geological reference samples that the recording of reflectance spectra in the 400-4200 nm range should allow to provide the exact color in the visible range, to identify various iron oxides (hematite, goethite, maghemite ...) and additional minerals (kaolinite, carbonates, sulphates, micas, ...), and to get information on the presence of structural H₂O and OH and the cations with which they interact. The comparison with a set of reference spectra of the constituting minerals (Fig. 7) should allow us to identify some of the minor constituents globally or locally present in the pigment materials. The direct comparison between raw blocks, sawn blocks, polished plots and powders is possible as mostly little changes in spectral signatures (bands and slopes) are observed, and only on band intensities and continuum level. But some variability in composition between blocks, or an heterogeneous distribution at small scale in a same block (local concentration of minor minerals, ...) may induce some changes in spectral signatures that may be exploited to identify some of the minor minerals by using a smaller observation spot (the same for polished plots). The effects of grain size of powders is also only on global reflectance level and on the intensity and saturation of absorption bands, thus preserving the key spectral signatures that characterize the material, even if some mineral sorting may slightly modify their relative intensities.

These first results open up the potential to compare spectra of painted matters with reference powders (or block) spectra to identify these paints. However, the spectral signature of the substrate must be known as it strongly interferes at all wavelengths where the paint is mostly transparent (high reflectance).

So spectroscopic field measurements appear to be interesting to easily get first information on painting matter without contact. This will need to take into account the substrate, but we have shown that measuring a paint at different places with different thicknesses (including the bare substrate) and also at a couple of very different illumination angles may provide a tool to help separate both contributions. This radiometric method may also provide some quantitative mineralogical information not provided by other techniques, such as structural water, OH...²⁴.

It emerges from this first study that using the position/width/intensity of all the bands, as well as the continuum slope and reflectance level in different wavelength ranges, it should be possible to classify all the spectra of the coloring matters within a defined set of classes sharing similar spectral properties. It is thus planned to pursue in a systematic way the acquisition of the Vis-NIR spectra (400-4200 nm) of all the materials of the pigment library, to derive a number of parameters from their spectral signatures, and to perform their statistical analysis in order to determine the most representative spectral classification of the whole set of pigments.

1
2
3
4
5
6
7
8
9
10
11
12
13
14
15
16
17
18
19
20
21
22
23
24
25
26
27
28
29
30
31
32
33
34
35
36
37
38
39
40
41
42
43
44
45
46
47
48
49
50
51
52
53
54
55
56
57
58
59
60

The detailed interpretation of the spectra of each class (bands and slopes), and its spectral variability, will then be necessary for a better understanding of the overall and specific spectral behaviours. In particular it has recently been shown that the morphology and size of hematite nanocrystallites, which depend on the geological formation conditions of the coloring matter, have a significant effect on the shape and position of its bands in the visible spectrum, thus modulating its color²⁶. Spectra of pure mineral components as well as cross-correlation with the petrographic, chemical and structural characteristics obtained from the same samples will be most useful for this aim.

This classification may then be used as a tool for easy and non-contact field identification of the type of mineral assemblage of the paints, or found in materials quarry. The potential limitations of the method will be assessed during this process.

In the future we will also consider extracting the absorption coefficient and anisotropy factor of pigments from sets of reflectance measurements at different phase angles and for different grain size ranges by inverting a radiative transfer model in semi-infinite granular media such as the ones of Hapke³³ or Skuratov³⁴. It may then be possible to use them in multilayers radiative transfer models^{35,36} to simulate the spectral reflectance of layers of paints deposited over a substrate of known composition in order to assess the typical spectral effects that may be observed as a function of pigment grains size, paint thickness, or substrate composition and their evolution with the illumination/observation geometry.

All these data will then be integrated into the PIG database created in 2019 in the SSHADE solid spectroscopy database infrastructure (www.sshade.eu) to provide them in numerical format, with detailed descriptions of samples and spectra, to all interested researchers. Most of the data on the six pigment materials²⁷⁻³² presented in this paper, plus some other coloring materials, are already publicly available (<https://www.sshade.eu/db/pig>).

ACKNOWLEDGEMENTS

This program takes advantage of the financial and scientific support of the Regional Archaeological Service of the Auvergne-Rhône-Alpes region. We would like to thank K. Gernigon, Regional Curator of Archaeology, for his scientific support. Our thanks also go to L. Devillard for the administrative management and to the AVDPA for the management of the credits. We would like to thank the University of Savoie-Mont-Blanc for its financial support (MASCARA and TRAnSFERT projects) and the ASTRE platform for access to measuring instruments (XRD, SEM-EDX). The SSHADE database infrastructure and the SHADOWS instrument have been developed in the frame of the Europlanet 2020 RI programme which received funding from the European Union's Horizon 2020 research and innovation programme under grant agreements No 654208. We warmly thank all colleagues involved in the PCR Pigmentothèque and more particularly: J. Monney, J.-V. Pradeau, E. Goemaere (Service géologique de Belgique, Institut royal des Sciences naturelles de Belgique, Bruxelles, Belgique) and M. Henry (GET - Observatoire Midi-Pyrénées, Université Toulouse III).

REFERENCES

- 1
2
3
4
5
6
7
8
9
10
11
12
13
14
15
16
17
18
19
20
21
22
23
24
25
26
27
28
29
30
31
32
33
34
35
36
37
38
39
40
41
42
43
44
45
46
47
48
49
50
51
52
53
54
55
56
57
58
59
60
1. Pradeau, J.-V., H. Salomon, F. Bon, R. Mensan, M. Lejay, and M. Regert. 2014. Les matières colorantes sur le site aurignacien de plein air de Régismont-le-Haut (Poilhes, Hérault): Acquisition, transformations et utilisations. *Bulletin de la Société préhistorique française* 111 (4): 631-58.
2. Rifkin, R. F., L. Dayet, A. Queffelec, B. Summers, M. Lategan, and F. d'Errico. 2015. Evaluating the Photoprotective Effects of Ochre on Human Skin by In Vivo SPF Assessment: Implications for Human Evolution, Adaptation and Dispersal. *Plos One* 10 (9): e0136090. <https://doi.org/10.1371/journal.pone.0136090>.
3. Rosso, D. E., F. d'Errico, and J. Zilhão. 2014. Stratigraphic and Spatial Distribution of Ochre and Ochre Processing Tools at Porc-Epic Cave, Dire Dawa, Ethiopia. *Quaternary International, Changing Environments and Movements through Transitions: Paleoanthropological and Prehistorical Research in Ethiopia. A Tribute to Prof. Mohammed Umer*, 343 (septembre): 85-99. <https://doi.org/10.1016/j.quaint.2013.10.019>.
4. Beck, L., H. Salomon, S. Lahlil, M. Lebon, G. P. Odin, Y. Coquinot, and L. Pichon. 2012. Non-destructive provenance differentiation of prehistoric pigments by external PIXE. *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research B* 273: 173-177. <https://doi.org/10.1016/j.nimb.2011.07.068>.
5. Popelka-Filcoff, R.S., E.J. Miksa, J. D. Robertson, M. D. Glascock, and H. Wallace. 2008. Elemental analysis and characterization of ochre sources from southern Arizona. *Journal of Archaeological Science* 35 (3): 752-762.
6. Zipkin, A. M., S. H. Ambrose, J. M. Hanchar, P. M. Piccoli, A. S. Brooks, and E. Y. Anthony. 2017. Elemental fingerprinting of Kenya Rift Valley ochre deposits for provenance studies of rock art and archaeological pigments. *Quaternary International* 430: 42-59.
7. Fernandes, P. 2006. *Pétraarchéologie des matériaux siliceux utilisés au paléolithique moyen dans le sud du Massif central : méthodologie et résultats préliminaires*. Mémoire de diplôme de l'Écoles des hautes études en sciences sociales, Écoles des hautes Études en sciences sociales, Toulouse, 183 p.
8. Fernandes, P. et J.-P. Raynal. 2006. Pétraarchéologie du silex : un retour aux sources, *Comptes rendus Palevol* 5 : 6, 829-837.
9. Fernandes, P. et J.-P. Raynal. 2007. Pétraarchéologie du silex, in La grotte Sainte Anne 1. Le Paléolithique moyen de l'unité J1, Laussonne, *Les dossiers de l'Archéo-Logis* n°3, Archéo-Logis/CDERAD (Éd.), p. 59-98.
10. Chassin de Kergommeaux, A., H. Salomon, J. Monney, C. Chanteraud, J.-V. Pradeau, E. Goemaere, T. Leduc, and E. Chalmin. 2021. Référencement géologique des ressources en matières colorantes entre l'Ardèche et le Gardon - un outil pour appréhender les paysages vécus au cours du Paléolithique supérieur, *Ardèche Archéologie* : 38.
11. Salomon, H., C. Chanteraud, A. Chassin de Kergommeaux, J. Monney, J.-V. Pradeau and E. Chalmin. accepted. A geological collection and methodology for tracing the provenance of Palaeolithic colouring matter. *Journal of Lithic studies*
12. Monney, Julien. 2012. Et si d'un paysage l'on contait passé. Tissu de sens et grottes ornées le long des gorges de l'Ardèche. *Collection EDYTEM. Cahiers de géographie*, 13: 21-42. <https://doi.org/10.3406/edyte.2012.1203>.

1
2
3
4
5
6
7
8
9
10
11
12
13
14
15
16
17
18
19
20
21
22
23
24
25
26
27
28
29
30
31
32
33
34
35
36
37
38
39
40
41
42
43
44
45
46
47
48
49
50
51
52
53
54
55
56
57
58
59
60

13. Monney, J., J. J. Delannoy, B. Gély, J.-M. Geneste. 2020. *Combe d'Arc, Pont d'Arc, Grotte Chauvet*. In : Delannoy J.-J., Geneste J.-M. (dir.) – Atlas de la grotte Chauvet-Pont d'Arc : Volume 1 de la Monographie de la grotte Chauvet-Pont d'Arc, Éditions de la Maison des sciences de l'homme, Paris (Documents d'archéologie française).
14. Moncel, M.-H., and C. Daujeard. 2012. The variability of the Middle Palaeolithic on the right bank of the Middle Rhône Valley (southeast France): Technical traditions or functional choices?, *Quaternary International* 247 : 103-124.
15. Bishop, J. L. 2020. *Visible and Near-Infrared Reflectance Spectroscopy Laboratory Spectra of Geologic Materials*. in "REMOTE COMPOSITIONAL ANALYSIS - Techniques for Understanding Spectroscopy, Mineralogy, and Geochemistry of Planetary Surfaces" (Edited by Janice L. Bishop, James F. Bell, III, Jeffrey E. Moersch). Cambridge University press. pp. 68-101.
16. Konik, S. and D. Lafon-Pham. 2018. Apports de la colorimétrie et de la spectroradiométrie à la caractérisation in situ des peintures paléolithiques de la grotte Chauvet (Ardèche, France). *Comptes rendus de physique* 19:7, 612-624.
17. Dunham, R.J. 1962. Classification of carbonate rocks according to depositional texture. *Bulletin of the American Association of Petroleum Geologists*, 1: 108-121.
18. Folk, R.L. 1962. Spectral subdivision of limestone types. *Bulletin of the American Association of Petroleum Geologists*, 1: 62-84.
19. Salomon, H., E. Goemaere, C. Billard, R. Dreesen, D. Bosquet, C. Hamon, and I. Jadin. 2016. 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 Praehistorica*, Autour de l'hématite / About haematite. Circulation et transformation au cours de la Préhistoire récente / Procurement and transformation during Recent Prehistory. Actes de la Table-Ronde internationale / Acts of the international Round Table, 7-8/02/2013, Namur (Jambes), 125.
20. Brissaud, O., B. Schmitt, N. Bonnefoy, S. Douté, P. Rabou, W. Grundy, Band M. Fily. 2004. Spectrogonio radiometer for the study of the bidirectional reflectance and polarization functions of planetary surfaces: I. Design and tests. *Appl. Optics*, 43 (9), 1926-1937 [doi: [10.1364/AO.43.001926](https://doi.org/10.1364/AO.43.001926)]
21. Potin, S., O. Brissaud, P. Beck, B. Schmitt, Y. Magnard, J.-J. Correia, P. Rabou, and L. Jocu. 2018. SHADOWS: spectro-gonio radiometer for bidirectional reflectance studies of dark meteorites and terrestrial analogs. Design, calibrations and performances on challenging surfaces. *Applied Optics*, 57 (28), 8279-8296 [doi: [10.1364/AO.57.008279](https://doi.org/10.1364/AO.57.008279)]
22. Sherman, D. M., T. D. Waite. 1985. Electronic spectra of Fe³⁺ oxides and oxide hydroxides in the near IR to near UV. *American Mineralogist* 70: 1262-1269.
23. Farmer, V. C. 1998. Differing effects of particle size and shape in the infrared and Raman spectra of kaolinite. *Clay Minerals* 33: 601-604
24. Potin, S., S. Manigand, P. Beck, C. Wolters, B. Schmitt. 2020. A model of the 3- μ m hydration band with Exponentially Modified Gaussian (EMG): application to hydrated chondrites and asteroids. *Icarus*, 343, 113686 [doi:[10.1016/j.icarus.2020.113686](https://doi.org/10.1016/j.icarus.2020.113686), arXiv:2002.01296]

- 1
 - 2
 - 3
 - 4
 - 5
 - 6
 - 7
 - 8
 - 9
 - 10
 - 11
 - 12
 - 13
 - 14
 - 15
 - 16
 - 17
 - 18
 - 19
 - 20
 - 21
 - 22
 - 23
 - 24
 - 25
 - 26
 - 27
 - 28
 - 29
 - 30
 - 31
 - 32
 - 33
 - 34
 - 35
 - 36
 - 37
 - 38
 - 39
 - 40
 - 41
 - 42
 - 43
 - 44
 - 45
 - 46
 - 47
 - 48
 - 49
 - 50
 - 51
 - 52
 - 53
 - 54
 - 55
 - 56
 - 57
 - 58
 - 59
 - 60
25. Ruan, H.D., R.L. Frost, J.T. Kloprogge. 2001. The behavior of hydroxyl units of synthetic goethite and its dehydroxylated product hematite. *Spectrochimica Acta Part A* 57: 2575–2586.
26. Gerardin, M., N. Holzschuch, A. Ibanez, B. Schmitt, P. Martinetto. 2020. Correlation between micro-structural features and colour of nanocrystallized powders of hematite. *Proceedings of the AIC Interim Meeting Natural Colours-Digital Colours*, 26-28 November 2020, Avignon, France.
27. Schmitt, Bernard; Chalmin-Aljanabi, Emilie, Chassin de Kergommeaux, Aurélie. 2019a. Vis-NIR reflectance spectra of Beauregard pigments (PIG-0174-2016): raw blocks, powders, polished plot and painted matter. SSHADE/PIG (OSUG Data Center). Dataset/Spectral Data. https://doi.org/10.26302/SSHADE/EXPERIMENT_BS_20200812_100.
28. Schmitt, Bernard, Chalmin-Aljanabi, Emilie, Chassin de Kergommeaux, Aurélie. 2019b. Vis-NIR reflectance spectra of Bordezac pigments (PIG-0160-2016-D): raw blocks, powders, polished plot and painted matter. SSHADE/PIG (OSUG Data Center). Dataset/Spectral Data. https://doi.org/10.26302/SSHADE/EXPERIMENT_BS_20200422_100.
29. Schmitt, Bernard, Chalmin-Aljanabi, Emilie, Chassin de Kergommeaux, Aurélie. 2019c. Vis-NIR reflectance spectra of Huy pigments (PIG-0172-2016): raw block, powders with different grain sizes and densities, polished plot and painted matter. SSHADE/PIG (OSUG Data Center). Dataset/Spectral Data. [doi:10.26302/SSHADE/EXPERIMENT_BS_20200813_100](https://doi.org/10.26302/SSHADE/EXPERIMENT_BS_20200813_100).
30. Schmitt, Bernard, Chalmin-Aljanabi, Emilie, Chassin de Kergommeaux, Aurélie. 2019d. Vis-NIR reflectance spectra of Pierremorte pigments (PIG-0020-2015): raw blocks, powders, polished plot and painted matter. SSHADE/PIG (OSUG Data Center). Dataset/Spectral Data. [doi:10.26302/SSHADE/EXPERIMENT_BS_20200815_100](https://doi.org/10.26302/SSHADE/EXPERIMENT_BS_20200815_100).
31. Schmitt, Bernard, Chalmin-Aljanabi, Emilie, Chassin de Kergommeaux, Aurélie. 2019e. Vis-NIR reflectance spectra of Pierrerue pigments (PIG-0176-2016): raw blocks, powders, polished plot and painted matter. SSHADE/PIG (OSUG Data Center). Dataset/Spectral Data. [doi:10.26302/SSHADE/EXPERIMENT_BS_20200814_100](https://doi.org/10.26302/SSHADE/EXPERIMENT_BS_20200814_100).
32. Schmitt, Bernard, Chalmin-Aljanabi, Emilie, Chassin de Kergommeaux, Aurélie. 2019f. Vis-NIR reflectance spectra of Roussillon pigments (PIG-0173-2016): raw blocks, powders with different grain sizes and densities, polished plot and painted matter. SSHADE/PIG (OSUG Data Center). Dataset/Spectral Data. https://doi.org/10.26302/SSHADE/EXPERIMENT_BS_20191012_400.
33. Hapke, B. 1993. Theory of reflectance and emittance spectroscopy. *Topics in Remote Sensing*, Cambridge, UK: Cambridge University Press.
34. Shkuratov, Y. and L. Starukhina. 1999. A Model of Spectral Albedo of Particulate Surfaces: Implications for Optical Properties of the Moon. *Icarus*, 137, 235-246.
35. Stamnes, K., SC. Tsay, W. Wiscombe and K. Jayaweera. 1988. Numerically stable algorithm for discrete-ordinate-method radiative transfer in multiple scattering and emitting layered media. *Applied Optics*, 27, 2502–2509.

1
2
3
4
5
6
7
8
9
10
11
12
13
14
15
16
17
18
19
20
21
22
23
24
25
26
27
28
29
30
31
32
33
34
35
36
37
38
39
40
41
42
43
44
45
46
47
48
49
50
51
52
53
54
55
56
57
58
59
60

36. Douté, S., and B. Schmitt. 1998. A multi-layer bidirectional reflectance model for the analysis of planetary surface hyperspectral images at visible and near infrared wavelengths. *Journal of Geophysical Research E*, 103, 31367-31390.

AUTHOR BIOS

Emilie Chalmin

Lecturer at the University of Savoie-Mont Blanc, E. Chalmin conducts her research in the EDYTEM laboratory. She carries out this research around coloring materials found in archaeological contexts (in caves or rock shelters) in different periods of time (from the Upper Palaeolithic to the Neolithic) and in various geographical areas and geological contexts (Australia, Dordogne, Ardèche, Savoie). She is also interested in the processes of alteration of prehistoric paintings and the origin of natural coloring materials.

Bernard Schmitt

Research director at CNRS and Université Grenoble Alpes, B. Schmitt conducts his research in the IPAG laboratory. He studies the composition and physical state of the surfaces of solar system objects using visible and near-infrared hyperspectral imagery onboard space exploration missions (ESA, NASA). He analyses these observations with laboratory data on natural or synthetic analogue materials measured with two home-made spectro-gonio radiometers and using radiative transfer models in granular and compact media. He was recently interested to apply these space-born techniques to the characterisation and identification of prehistoric pigments.

Claire Chanteraud

Young researcher in archaeological sciences (Dr), Claire Chanteraud realized her PhD in the EDYTEM laboratory at the University of Savoie Mont Blanc. She studies the prehistoric coloring materials and investigates more particularly their provenance. She carried out this investigation in the decorated cave from the Paleolithic, the Grotte aux Points (Ardèche) both on the archaeological artefacts and on the paints.

Aurélie Chassin de Kergommeaux

PhD student in the EDYTEM laboratory at the University of Savoie Mont Blanc, A. Chassin de Kergommeaux studies the spatial and compositional trajectories of iron-rich coloring matter. She carries out this investigation through the study of archaeological artefacts from paleolithic sites and their geological equivalent (coming from primary and secondary positions) in the Yonne catchment area.

Fayçal Soufi

Assistant engineer at the Université Savoie Mont Blanc (Platform ASTRE), Fayçal Soufi is a specialist in the classical preparation of thin sections of rock but also of sedimentary

1
2
3
4
5
6
7
8
9
10
11
12
13
14
15
16
17
18
19
20
21
22
23
24
25
26
27
28
29
30
31
32
33
34
35
36
37
38
39
40
41
42
43
44
45
46
47
48
49
50
51
52
53
54
55
56
57
58
59
60

cores, soils and archaeological materials. He also adapts methods for the preparation of polished studs and enresined objects.

Hélène Salomon

Researcher CNRS and Université Savoie Mont Blanc (EDYTEM laboratory), H. Salomon is a prehistorian. She developed research on prehistoric coloring materials since her PhD (PACEA and C2RMF). Her fieldworks are mainly situated in France and concern open air sites (Ormesson, Régismont-le-Haut, Pincevent), rock shelters as well as rock art caves (Lascaux, Chauvet, Cussac).

For Peer Review

1
2
3
4
5
6
7
8
9
10
11
12
13
14
15
16
17
18
19
20
21
22
23
24
25
26
27
28
29
30
31
32
33
34
35
36
37
38
39
40
41
42
43
44
45
46
47
48
49
50
51
52
53
54
55
56
57
58
59
60

TABLE

Sample location	ID (ex)	Micro-morphology	Mineralogy
Pierremorte	PIG_0159 (2016-026)	Partly ferruginised crinoid fragments in a ferruginised carbonated matrix	Hematite, calcite, quartz
Bordezac	PIG_0160 (2016-027)	Metallic vein composed of hematite and rare tabular micas (100 µm) and quartz in microfissures	Hematite, micas, quartz, xenotime-(Y), baryte
Huy	PIG_0172 (2016-021)	Well sorted flax seeds ooids with bioclastic, quartz (100 µm) or rare lithoclastic nuclei	Hematite, kaolinite, quartz, goethite, calcite, dolomite, chlorite, siderite, calcium phosphate, baryte
Roussillon	PIG_0173 (2016-022)	More or less corroded quartz grains (200-400 µm) in an iron-rich clayey matrix	Hematite, kaolinite, quartz, goethite, zircon
Beauregard	PIG_0174 (2016-023)	Entirely ferruginised crinoid fragments (3 mm) in a hematite-rich cement	Hematite, goethite, baryte
Pierrerie	PIG_0176 (2016-025)	Ferruginous pisoliths visible to the naked eye, hematite ball in hexagonal plates (10 µm) and kaolinite accordions (< 5 µm)	Kaolinite, hematite, calcite, goethite, alumina minerals

1
2
3
4
5
6
7
8
9
10
11
12
13
14
15
16
17
18
19
20
21
22
23
24
25
26
27
28
29
30
31
32
33
34
35
36
37
38
39
40
41
42
43
44
45
46
47
48
49
50
51
52
53
54
55
56
57
58
59
60

Table 1 : Summarized petrological descriptions, SEM-EDX and XRD results obtained for the standards samples (**Major** (>20%), minor, *traces* - not identified by XRD (< 3%) but identified with SEM-EDX)

FIGURE CAPTIONS

Figure 1: Location of the outcrops of the 6 reference samples (Huy in yellow; Beauregard in grey; Bordezac in green; Pierremorte in blue; Roussillon in red; Pierrerie in pink; modified from the BRGM vector geological map at 1:50,000 superimposed on the IGN's topographical map, cf. infoterre to have the complete legend).

Figure 2: Polished cross section pictures: A) Huy (Oolitic Iron Stone), B) Pierrerie (iron duricrust in a bauxitic profile), C) Pierremorte (partly ferruginised crinoid-rich limestone), D) Roussillon (ferricrete fragment from ochre profile), E) Beauregard (entirely ferruginised crinoid-rich limestone), F) Bordezac (hematite-rich hydrothermal metallic vein)

Figure 3: Painting of 5 of the standard pigments on porous limestone (A: Bordezac, B: Pierremorte, D: Roussillon, E: Huy, G: Pierrerie) and Valaurie and Huy pigments on less porous limestone (the group of red dots is the measurement spots).

Figure 4: Example of typical and extreme corrections of atmospheric water vapor fluctuation by dividing the spectrum by a scaled water vapor transmission spectrum measured with the same instrument parameters. The scaling factor f is adjusted for each spectrum to cancel the narrow spectral lines of water vapor. These spectra are those presented in Fig. 9a, except the last one (> 400 μm) which did not need correction (measured just after the reference).

Figure 5: SEM pictures (back scattering electron (BSE) mode and chemical mapping). 1-2) **Huy**: oolith iron stone: 1) Oo: ferruginous ooliths, e: calcium phosphate and carbonate crinoid coated by hematite, pe: peloid coated by hematite, m: dolomite and ferruginous clayey matrix and cement; 2) chemical mapping showing ferruginous (red) and calcium phosphate (dark and light blue) laminations within the oolith, calcium carbonate and phosphate skeleton of crinoid (dark and light blue), calcium carbonates in the cement (dark blue), and ferruginous clayey matrix (Si yellow). 3-4) **Pierremorte**: ferruginised limestone: 3) Ca: calcite, Fe: hematite, e: crinoid, s: urchin spicule; 4) chemical mapping showing ferruginised crinoids (red), calcite matrix (blue, m) and quartz grain (yellow, Q). 5-6) **Beauregard**: 9) crinoid ghosts (e) replaced by iron oxides (Fe); 10) baryte (Ba) hydrothermal veinlet within a crinoid ghost (e). 11-12) **Pierrerie**: 11) Iron duricrust in bauxite with mainly hematite (Fe); 12) alumino-silicate with high aluminium content (Al,Si) surrounded by hematite (hem) and the pore coated with goethite (goe). 7-8) **Pierrerie**: 7) Iron duricrust in bauxite with mainly hematite (Fe); 8) alumino-silicate with high aluminium content

1
2
3
4
5
6
7
8
9
10
11
12
13
14
15
16
17
18
19
20
21
22
23
24
25
26
27
28
29
30
31
32
33
34
35
36
37
38
39
40
41
42
43
44
45
46
47
48
49
50
51
52
53
54
55
56
57
58
59
60

(Al,Si) surrounded by hematite (hem) and the pore coated with goethite (goe). 9-10) **Roussillon**: iron duricrust: 9) Q: quartz grain, m: clayey ferruginous matrix containing kaolinite (K), Fe: iron oxide coating along a quartz grain; 10) Zr: zircon grains within a quartz grain (Q). 11-12) **Bordezac**: hydrothermal hematite. 11) Fe: hematite, Mi: mica, Ba: baryte. 12) Fe: hematite matrix, Mi: altered micas and Y: xenotime grain.

Figure 6: Vis-NIR reflectance spectra of powders of the 6 reference samples: Pierremorte, Bordezac, Roussillon, Huy, Beauregard, and Pierrerie (powders with grain size < 160 μm).

Figure 7: Vis-NIR reflectance spectra of the major and some of the minor minerals constituting the six standard pigments. The hematite, kaolinite, quartz and calcite spectra are from IPAG, goethite, baryte and chlorite from the USGS spectral library (<https://crustal.usgs.gov/speclab/QueryAll07a.php>), dolomite and muscovite from the RELAB database of the PDS Geosciences Node Spectral Library (<https://pds-speclib.rsl.wustl.edu>).

Figure 8: Vis-NIR reflectance spectra of the 6 standards, Beauregard, Bordezac, Huy, Pierremorte, Roussillon and Pierrerie with different textures: powders (with different grain sizes or densities, blocks (raw, fresh fracture or sawn face) and a polished plot.

Figure 9: Vis-NIR reflectance spectra of (a) Roussillon and (b) Huy powders with 4 different grain size ranges: < 50 μm , 100-200 μm , 200-400 μm , > 400 μm .

Figure 10: Comparison between the Vis-NIR reflectance spectra of the powder (grain size < 160 μm) and the most different raw block (dotted lines) for Bordezac, Huy, Pierremorte, and Pierrerie.

Figure 11: Vis-NIR reflectance spectra of polished plots of the 6 reference samples: Pierremorte, Bordezac, Roussillon, Huy, Beauregard, Pierrerie (Fig. 2). These spectra can be compared with the ones of powders (Fig. 5). Pierremorte and Roussillon display additional absorptions, not yet identified.

Figure 12: Vis-NIR reflectance spectra of 4 painting matters deposited on a limestone substrate (dotted lines, pictures in Fig. 4) compared to their corresponding powder spectrum (grain size < 160 μm , full lines). The spectrum of the bare limestone substrate is also shown (grey). Bordezac and Huy are not shown as they are very opaque with almost the same spectra except the 2 carbonate bands around 3500 and 4000 nm.

Figure 13: Vis-NIR reflectance spectra of a) 3 different thicknesses of Huy paint on a calcite slice, b) 4 different thicknesses of Valaurie (an ochre of Roussillon type, PIG-0204-2018) paint on a calcite slice (orange-red colors). The spectrum of the powders (< 160 μm , blue) used to prepare the paints and of the bare calcite slice (black) are also shown.

Figure 14: Vis-NIR reflectance spectra of a layer of a paint made with an ochre of Roussillon type: Valaurie pigment (PIG-0204-2018) on a calcite slice at 3 very different geometries (i: illumination

1
2
3
4
5
6
7
8
9
10
11
12
13
14
15
16
17
18
19
20
21
22
23
24
25
26
27
28
29
30
31
32
33
34
35
36
37
38
39
40
41
42
43
44
45
46
47
48
49
50
51
52
53
54
55
56
57
58
59
60

angle, e : observation angle. 0° is at nadir). The spectrum of the Valaurie powder ($< 160 \mu\text{m}$, blue) used to prepare the paint and of the bare calcite slice (black) are also shown.

For Peer Review

1
2
3
4
5
6
7
8
9
10
11
12
13
14
15
16
17
18
19
20
21
22
23
24
25
26
27
28
29
30
31
32
33
34
35
36
37
38
39
40
41
42
43
44
45
46
47
48
49
50
51
52
53
54
55
56
57
58
59
60

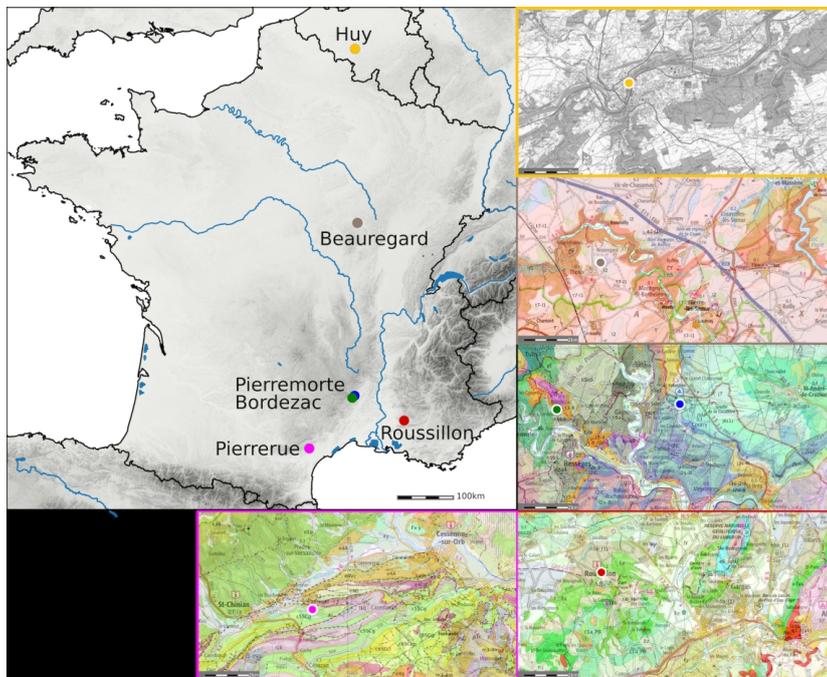


Figure 1: Location of the outcrops of the 6 reference samples (Huy in yellow; Beauregard in grey; Bordezac in green; Pierremorte in blue; Roussillon in red; Pierrerie in pink; modified from the BRGM vector geological map at 1:50,000 superimposed on the IGN's topographical map, cf. infoterre to have the complete legend).

150x122mm (300 x 300 DPI)

1
2
3
4
5
6
7
8
9
10
11
12
13
14
15
16
17
18
19
20
21
22
23
24
25
26
27
28
29
30
31
32
33
34
35
36
37
38
39
40
41
42
43
44
45
46
47
48
49
50
51
52
53
54
55
56
57
58
59
60

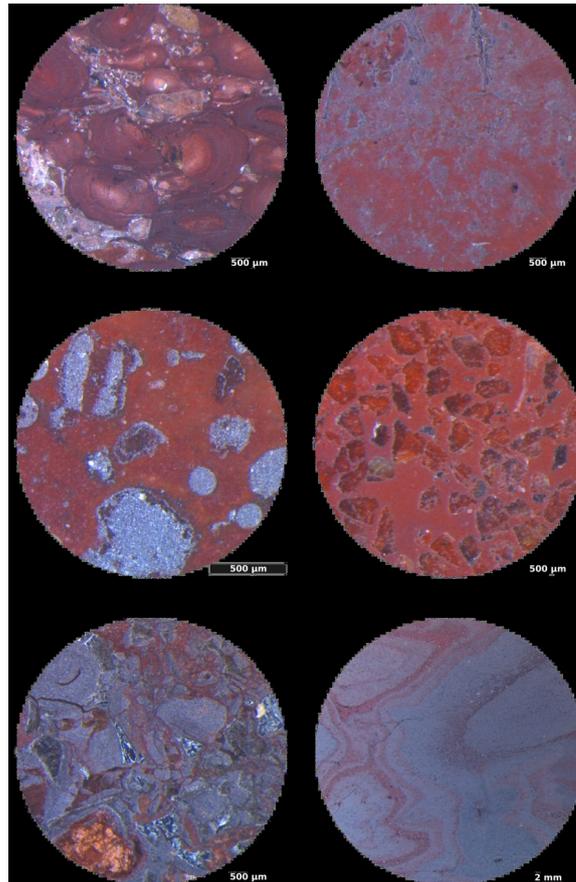


Figure 2: Polished cross section pictures: A) Huy (Oolitic Iron Stone), B) Pierrerue (iron duricrust in a bauxitic profile), C) Pierremorte (partly ferruginised crinoid-rich limestone), D) Roussillon (ferricrete fragment from ochre profile), E) Beaugard (entirely ferruginised crinoid-rich limestone), F) Bordezac (hematite-rich hydrothermal metallic vein)

1
2
3
4
5
6
7
8
9
10
11
12
13
14
15
16
17
18
19
20
21
22
23
24
25
26
27
28
29
30
31
32
33
34
35
36
37
38
39
40
41
42
43
44
45
46
47
48
49
50
51
52
53
54
55
56
57
58
59
60

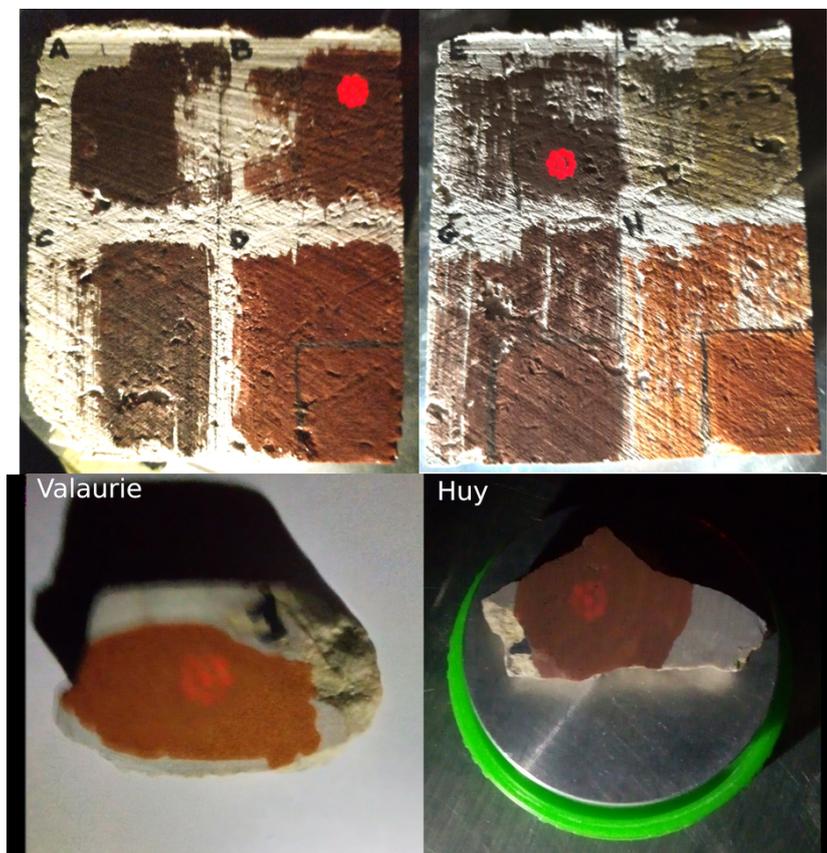


Figure 3: Painting of 5 of the standard pigments on porous limestone (A: Bordezac, B: Pierremorte, D: Roussillon, E: Huy, G: Pierrerue) and Valaurie and Huy pigments on less porous limestone (the group of red dots is the measurement spots).

80x82mm (300 x 300 DPI)

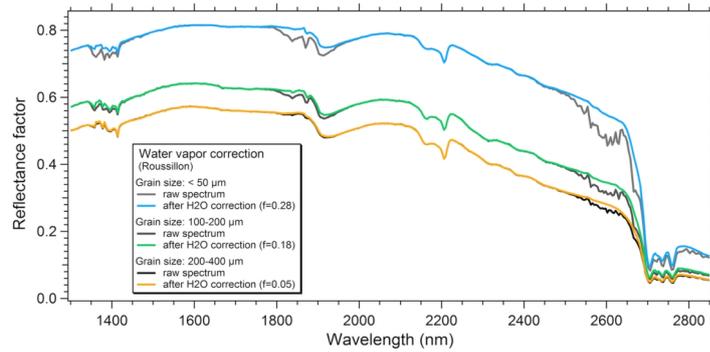


Figure 4: Example of typical and extreme corrections of atmospheric water vapor fluctuation by dividing the spectrum by a scaled water vapor transmission spectrum measured with the same instrument parameters. The scaling factor f is adjusted for each spectrum to cancel the narrow spectral lines of water vapor. These spectra are those presented in Fig. 9a, except the last one ($> 400 \mu\text{m}$) which did not need correction (measured just after the reference).

119x57mm (300 x 300 DPI)

1
2
3
4
5
6
7
8
9
10
11
12
13
14
15
16
17
18
19
20
21
22
23
24
25
26
27
28
29
30
31
32
33
34
35
36
37
38
39
40
41
42
43
44
45
46
47
48
49
50
51
52
53
54
55
56
57
58
59
60

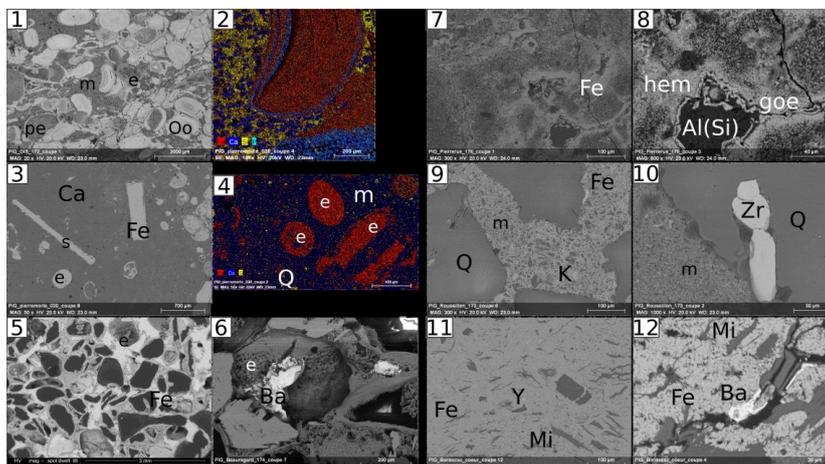


Figure 5: SEM pictures (back scattering electron (BSE) mode and chemical mapping). 1-2) Huy: oolith iron stone: 1) Oo: ferruginous ooliths, e: calcium phosphate and carbonate crinoid coated by hematite, pe: peloid coated by hematite, m: dolomite and ferruginous clayey matrix and cement; 2) chemical mapping showing ferruginous (red) and calcium phosphate (dark and light blue) laminations within the oolith, calcium carbonate and phosphate skeleton of crinoid (dark and light blue), calcium carbonates in the cement (dark blue), and ferruginous clayey matrix (Si yellow). 3-4) Pierrermorte: ferruginised limestone: 3) Ca: calcite, Fe: hematite, e: crinoid, s: urchin spicule; 4) chemical mapping showing ferruginised crinoids (red), calcite matrix (blue, m) and quartz grain (yellow, Q). 5-6) Beaugard: 9) crinoid ghosts (e) replaced by iron oxides (Fe); 10) baryte (Ba) hydrothermal veinlet within a crinoid ghost (e). 11-12) Pierrerie: 11) Iron duricrust in bauxite with mainly hematite (Fe); 12) alumino-silicate with high aluminium content (Al,Si) surrounded by hematite (hem) and the pore coated with goethite (goe). 7-8) Pierrerie: 7) Iron duricrust in bauxite with mainly hematite (Fe); 8) alumino-silicate with high aluminium content (Al,Si) surrounded by hematite (hem) and the pore coated with goethite (goe). 9-10) Roussillon: iron duricrust: 9) Q: quartz grain, m: clayey ferruginous matrix containing kaolinite (K), Fe: iron oxide coating along a quartz grain; 10) Zr: zircon grains within a quartz grain (Q). 11-12) Bordezac: hydrothermal hematite. 11) Fe: hematite, Mi: mica, Ba: baryte. 12) Fe: hematite matrix, Mi: altered micas and Y: xenotime grain.

1
2
3
4
5
6
7
8
9
10
11
12
13
14
15
16
17
18
19
20
21
22
23
24
25
26
27
28
29
30
31
32
33
34
35
36
37
38
39
40
41
42
43
44
45
46
47
48
49
50
51
52
53
54
55
56
57
58
59
60

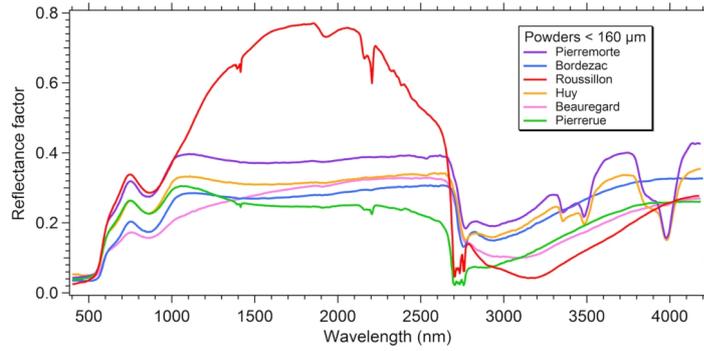


Figure 6: Vis-NIR reflectance spectra of powders of the 6 reference samples: Pierremorte, Bordezac, Roussillon, Huy, Beauregard, and Pierrerue (powders with grain size < 160 μm).

119x57mm (300 x 300 DPI)

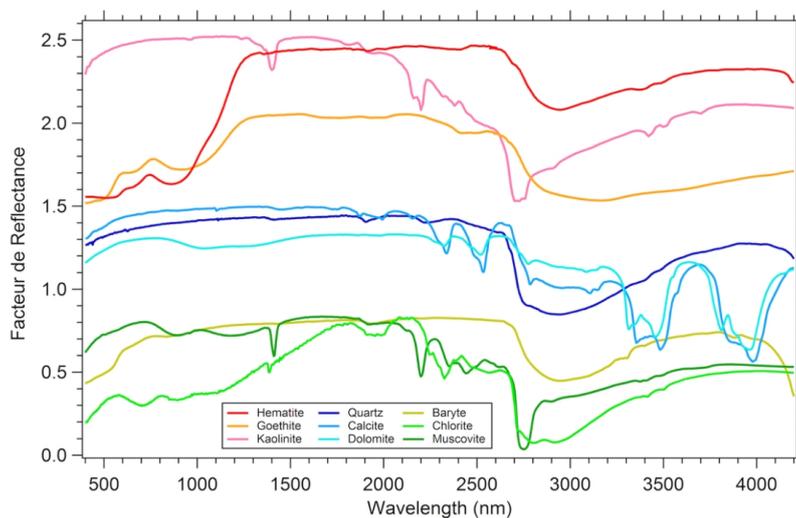


Figure 7: Vis-NIR reflectance spectra of the major and some of the minor minerals constituting the six standard pigments. The hematite, kaolinite, quartz and calcite spectra are from IPAG, goethite, baryte and chlorite from the USGS spectral library (<https://crustal.usgs.gov/speclab/QueryAll07a.php>), dolomite and muscovite from the RELAB database of the PDS Geosciences Node Spectral Library (<https://pds-speclib.rsl.wustl.edu>).

99x62mm (300 x 300 DPI)

1
2
3
4
5
6
7
8
9
10
11
12
13
14
15
16
17
18
19
20
21
22
23
24
25
26
27
28
29
30
31
32
33
34
35
36
37
38
39
40
41
42
43
44
45
46
47
48
49
50
51
52
53
54
55
56
57
58
59
60

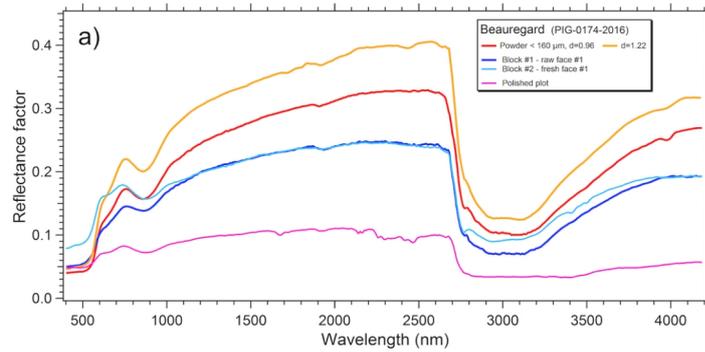


Figure 8: Vis-NIR reflectance spectra of the 6 standards, Beaugard, Bordezac, Huy, Pierremorte, Roussillon and Pierrerie with different textures: powders (with different grain sizes or densities, blocks (raw, fresh fracture or sawn face) and a polished plot.

99x47mm (300 x 300 DPI)

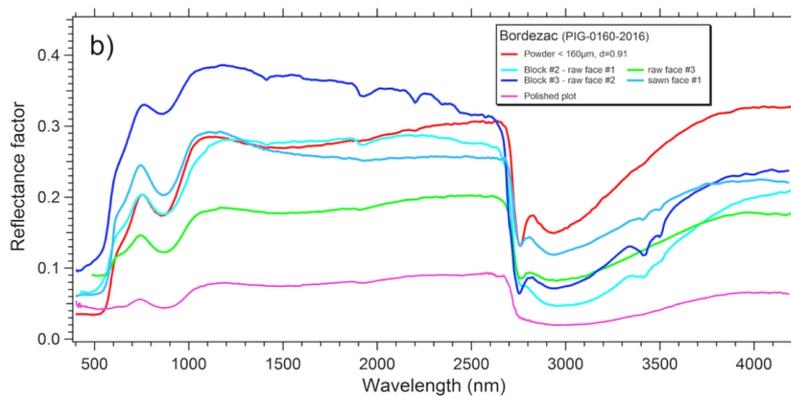
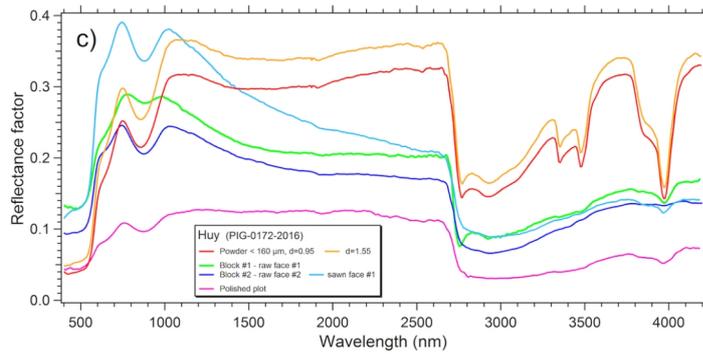


Figure 8: Vis-NIR reflectance spectra of the 6 standards, Beauregard, Bordezac, Huy, Pierremorte, Roussillon and Pierrerie with different textures: powders (with different grain sizes or densities, blocks (raw, fresh fracture or sawn face) and a polished plot.

99x47mm (300 x 300 DPI)



22
23
24
25
26
27
28
29
30
31
32
33
34
35
36
37
38
39
40
41
42
43
44
45
46
47
48
49
50
51
52
53
54
55
56
57
58
59
60

Figure 8: Vis-NIR reflectance spectra of the 6 standards, Beauregard, Bordezac, Huy, Pierremorte, Roussillon and Pierrerie with different textures: powders (with different grain sizes or densities, blocks (raw, fresh fracture or sawn face) and a polished plot.

99x47mm (300 x 300 DPI)

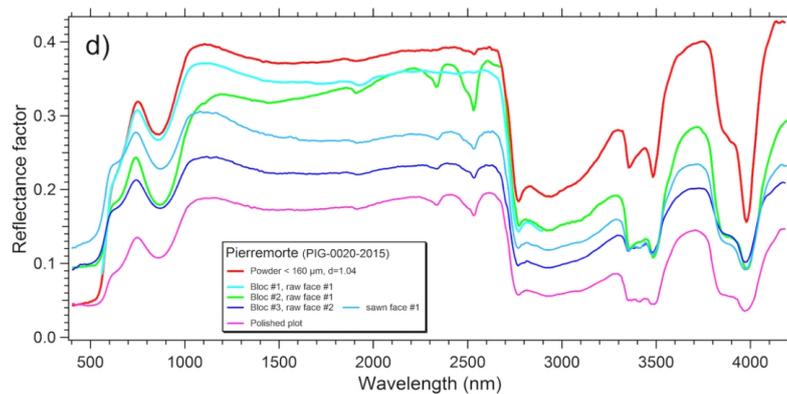


Figure 8: Vis-NIR reflectance spectra of the 6 standards, Beauregard, Bordezac, Huy, Pierremorte, Roussillon and Pierrerie with different textures: powders (with different grain sizes or densities, blocks (raw, fresh fracture or sawn face) and a polished plot.

99x47mm (300 x 300 DPI)

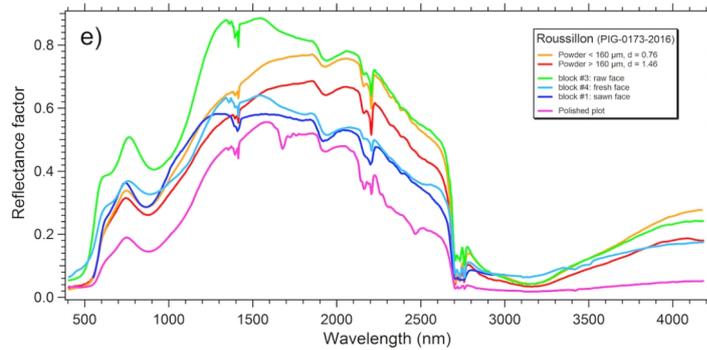


Figure 8: Vis-NIR reflectance spectra of the 6 standards, Beauregard, Bordezac, Huy, Pierremorte, Roussillon and Pierrerie with different textures: powders (with different grain sizes or densities), blocks (raw, fresh fracture or sawn face) and a polished plot.

99x47mm (300 x 300 DPI)

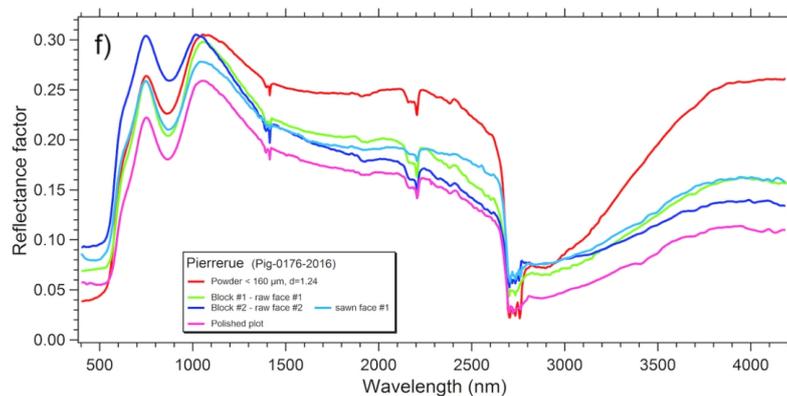


Figure 8: Vis-NIR reflectance spectra of the 6 standards, Beauregard, Bordezac, Huy, Pierremorte, Roussillon and Pierrerie with different textures: powders (with different grain sizes or densities, blocks (raw, fresh fracture or sawn face) and a polished plot.

99x48mm (300 x 300 DPI)

1
2
3
4
5
6
7
8
9
10
11
12
13
14
15
16
17
18
19
20
21
22
23
24
25
26
27
28
29
30
31
32
33
34
35
36
37
38
39
40
41
42
43
44
45
46
47
48
49
50
51
52
53
54
55
56
57
58
59
60

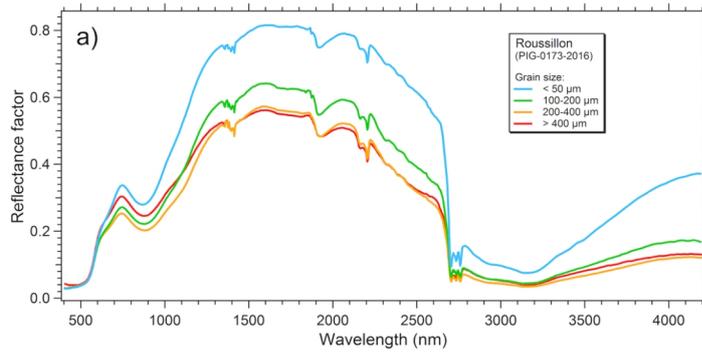


Figure 9: Vis-NIR reflectance spectra of (a) Roussillon and (b) Huy powders with 4 different grain size ranges: < 50 μm, 100-200 μm, 200-400 μm, > 400 μm.

99x47mm (300 x 300 DPI)

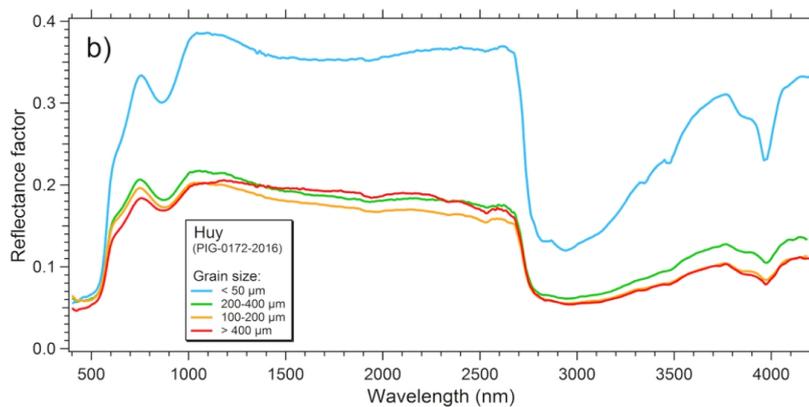


Figure 9: Vis-NIR reflectance spectra of (a) Roussillon and (b) Huy powders with 4 different grain size ranges: < 50 μm, 100-200 μm, 200-400 μm, > 400 μm.

99x47mm (300 x 300 DPI)

1
2
3
4
5
6
7
8
9
10
11
12
13
14
15
16
17
18
19
20
21
22
23
24
25
26
27
28
29
30
31
32
33
34
35
36
37
38
39
40
41
42
43
44
45
46
47
48
49
50
51
52
53
54
55
56
57
58
59
60

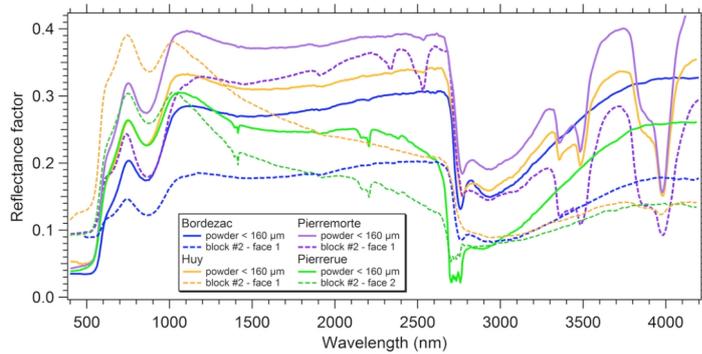


Figure 10: Comparison between the Vis-NIR reflectance spectra of the powder (grain size < 160 μm) and the most different raw block (dotted lines) for Bordezac, Huy, Pierremorte, and Pierrerie.

99x48mm (300 x 300 DPI)

1
2
3
4
5
6
7
8
9
10
11
12
13
14
15
16
17
18
19
20
21
22
23
24
25
26
27
28
29
30
31
32
33
34
35
36
37
38
39
40
41
42
43
44
45
46
47
48
49
50
51
52
53
54
55
56
57
58
59
60

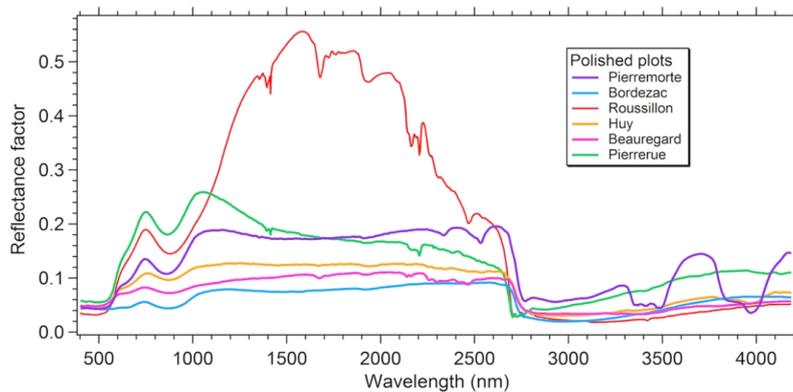


Figure 11: Vis-NIR reflectance spectra of polished plots of the 6 reference samples: Pierremorte, Bordezac, Roussillon, Huy, Beauregard, Pierrerie (Fig. 2). These spectra can be compared with the ones of powders (Fig. 5). Pierremorte and Roussillon display additional absorptions, not yet identified.

99x47mm (300 x 300 DPI)

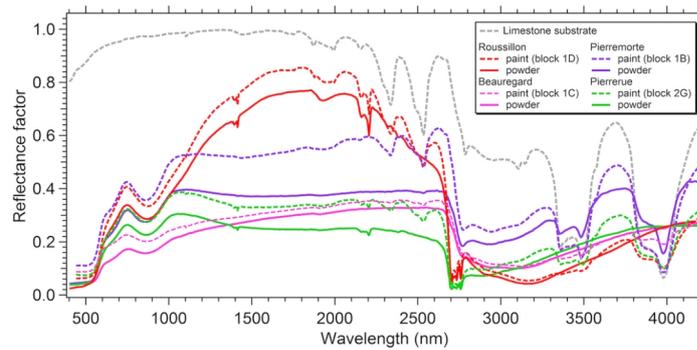


Figure 12: Vis-NIR reflectance spectra of 4 painting matters deposited on a limestone substrate (dotted lines, pictures in Fig. 4) compared to their corresponding powder spectrum (grain size <math>< 160 \mu\text{m}</math>, full lines). The spectrum of the bare limestone substrate is also shown (grey). Bordezac and Huy are not shown as they are very opaque with almost the same spectra except the 2 carbonate bands around 3500 and 4000 nm.

99x47mm (300 x 300 DPI)

1
2
3
4
5
6
7
8
9
10
11
12
13
14
15
16
17
18
19
20
21
22
23
24
25
26
27
28
29
30
31
32
33
34
35
36
37
38
39
40
41
42
43
44
45
46
47
48
49
50
51
52
53
54
55
56
57
58
59
60

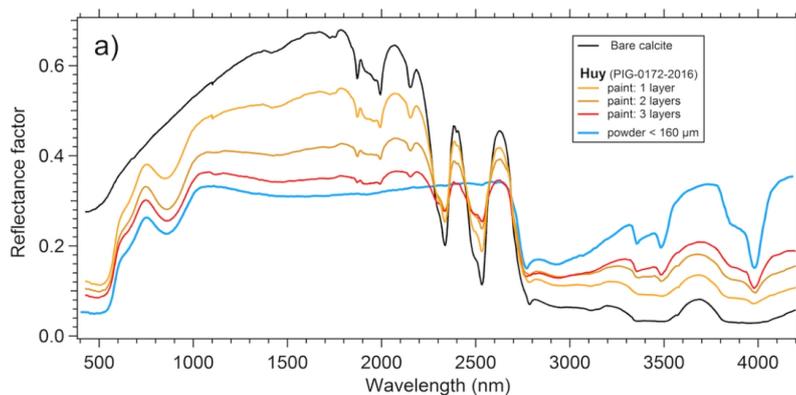


Figure 13: Vis-NIR reflectance spectra of a) 3 different thicknesses of Huy paint on a calcite slice, b) 4 different thicknesses of Valaurie (an ochre of Roussillon type, PIG-0204-2018) paint on a calcite slice (orange-red colors). The spectrum of the powders (< 160 μm, blue) used to prepare the paints and of the bare calcite slice (black) are also shown.

99x47mm (300 x 300 DPI)

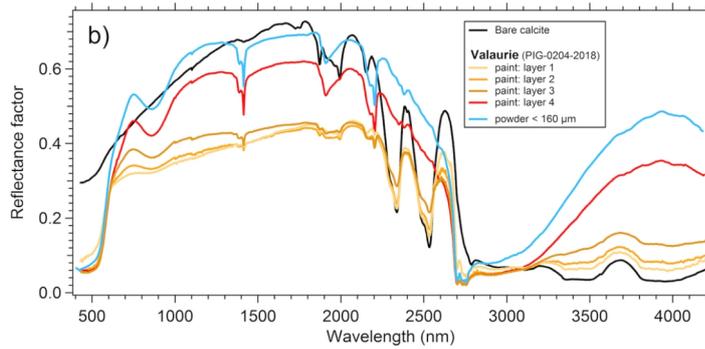


Figure 13: Vis-NIR reflectance spectra of a) 3 different thicknesses of Huy paint on a calcite slice, b) 4 different thicknesses of Valaurie (an ochre of Roussillon type, PIG-0204-2018) paint on a calcite slice (orange-red colors). The spectrum of the powders (< 160 μm , blue) used to prepare the paints and of the bare calcite slice (black) are also shown.

99x47mm (300 x 300 DPI)

1
2
3
4
5
6
7
8
9
10
11
12
13
14
15
16
17
18
19
20
21
22
23
24
25
26
27
28
29
30
31
32
33
34
35
36
37
38
39
40
41
42
43
44
45
46
47
48
49
50
51
52
53
54
55
56
57
58
59
60

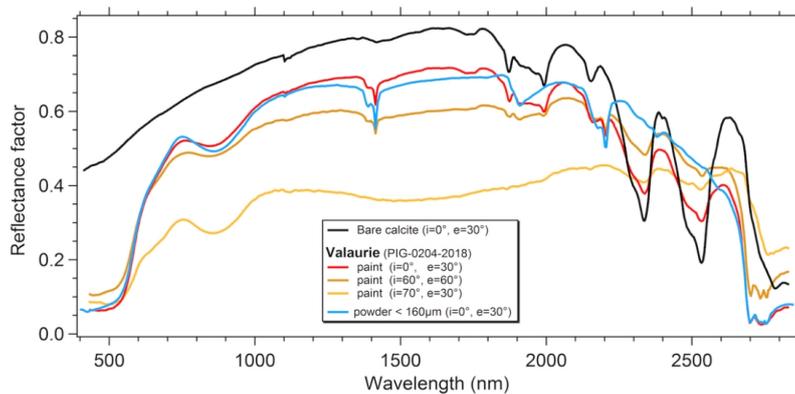


Figure 14: Vis-NIR reflectance spectra of a layer of a paint made with an ochre of Roussillon type: Valaurie pigment (PIG-0204-2018) on a calcite slice at 3 very different geometries (i: illumination angle, e: observation angle. 0° is at nadir). The spectrum of the Valaurie powder (< 160 μm, blue) used to prepare the paint and of the bare calcite slice (black) are also shown.

99x47mm (300 x 300 DPI)

Sample location	ID (ex)	Micro-morphology	Mineralogy
Pierremorte	PIG_0159 (2016-026)	Partly ferruginised crinoid fragments in a ferruginised carbonated matrix	Hematite, calcite, quartz
Bordezac	PIG_0160 (2016-027)	Metallic vein composed of hematite and rare tabular micas (100 μm) and quartz in microfissures	Hematite, micas, quartz, xenotime-(Y), baryte
Huy	PIG_0172 (2016-021)	Well sorted flax seeds ooids with bioclastic, quartz (100 μm) or rare lithoclastic nuclei	Hematite, kaolinite, quartz, goethite, calcite, dolomite, chlorite, siderite, calcium phosphate, baryte
Roussillon	PIG_0173 (2016-022)	More or less corroded quartz grains (200-400 μm) in an iron-rich clayey matrix	Hematite, kaolinite, quartz, goethite, zircon
Beauregard	PIG_0174 (2016-023)	Entirely ferruginised crinoid fragments (3 mm) in a hematite-rich cement	Hematite, goethite, baryte
Pierrerue	PIG_0176 (2016-025)	Ferruginous pisoliths visible to the naked eye, hematite ball in hexagonal plates (10 μm) and kaolinite accordions (< 5 μm)	Kaolinite, hematite, calcite, goethite, alumina minerals

Table 1 : Summarized petrological descriptions, SEM-EDX and XRD results obtained for the standards samples (**Major (>20%)**, minor, *traces* - not identified by XRD (< 3%) but identified with SEM-EDX)

ANNEXE 7 – Contribution and limits of portable X-ray fluorescence for studying Palaeolithic rock art : the case of the Grotte aux Points at Aiguèze (Gard, France) – *Journal of Archaeological Science Reports*

Journal of Archaeological Science: Reports

Contribution and limits of portable X-ray fluorescence for studying Palaeolithic rock art: a case study at the Grotte aux Points (Aiguèze, Gard, France).

--Manuscript Draft--

Manuscript Number:	JASREP-D-21-00096R1
Article Type:	Research Paper
Keywords:	pXRF; colouring matter; iron oxide; Non-invasive analysis; rock art; Upper Palaeolithic; Gorges de l'Ardèche
Corresponding Author:	Claire Chanteraud, PhD Universite Savoie Mont-Blanc Le Bourget du Lac, Rhône-Alpes FRANCE
First Author:	Claire Chanteraud, PhD
Order of Authors:	Claire Chanteraud, PhD Émilie Chalmin Matthieu Lebon Hélène Salomon Kevin Jacq Camille Noûs Jean-Jacques Delannoy Julien Monney
Abstract:	Analysing the colouring matter used to make prehistoric rock art is essential in order to retrace the chaînes opératoires involved. Despite the well-documented limitations of portable analysis systems, the need to conserve rock art led us to reassess the capabilities of portable X-ray fluorescence (pXRF) spectrometry. Thus, we compared in-situ and laboratory analyses of materials from the Grotte aux Points (France), and laboratory pXRF results with analyses obtained using other methods and with reference samples. Results confirmed that current pXRF systems are unable to provide data suitable for elucidating the chaînes opératoires of ferruginous colouring matter.
Suggested Reviewers:	Steven SHACKLEY, PhD University Professor and Director Emeritus, University of California, Berkeley shackley@berkeley.edu Pr. Shackley is a specialist in both XRF analysis in geoarchaeology and anthropology of Palaeolithic. He publishes many articles about XRF and pXRF in archaeological field with several recommendations for use. For these reasons he appears to be a relevant proofreader. Clodoaldo ROLDÁN GARCÍA, PhD Profesor Titular de Universidad., Universitat de Valencia clodoaldo.roldan@uv.es Pr. C. Roldan-Garcia is a specialist in applied physics. He contributed several times in archaeological analyses. He has a physician's regard on pXRF, XRF and PIXE analyses specially regarding the treatment and interpretation of the data. Lucile BECK, PhD Director, Commissariat à l'Energie Atomique et aux Energies Alternatives Centre de Saclay lucile.beck@cea.fr Dr. L. Beck is a physicist and chemist with special knowledge about archaeological material. She worked and published many articles about colouring matter analysis in rock art context with pXRF, PIXE, and μ XRD techniques. Her review is particularly valuable because of her experience. François-Xavier LE BOURDONNEC, PhD University professor, Université Bordeaux Montaigne

Contribution and limits of portable X-ray fluorescence for studying Palaeolithic rock art: a case study at the *Grotte aux Points* (Aiguèze, Gard, France).

Claire Chanteraud,¹ Émilie Chalmin,¹ Matthieu Lebon,² Hélène Salomon,¹ Kevin Jacq,¹ Camille Noûs,³ Jean-Jacques Delannoy,^{1,4} Julien Monney¹

¹*Univ. Grenoble Alpes, Univ. Savoie Mont Blanc, CNRS, EDYTEM, 73000 Chambéry, France*

²*UMR 7194, HNHP, Muséum National d'Histoire Naturelle, Paris*

³*Cogitamus Laboratory, 1 ¾ rue Descartes, 75005 Paris*

⁴*Center of Excellence for Australian Biodiversity and Heritage*

Abstract (100 mots max = 96)

Analysing the colouring matter used to make prehistoric rock art is essential in order to retrace the *chaînes opératoires* involved. Despite the well-documented limitations of portable analysis systems, the need to conserve rock art led us to reassess the capabilities of portable X-ray fluorescence (pXRF) spectrometry. Thus, we compared in-situ and laboratory analyses of materials from the *Grotte aux Points* (France), and laboratory pXRF results with analyses obtained using other methods and with reference samples. Results confirmed that current pXRF systems are unable to provide data suitable for elucidating the *chaînes opératoires* of ferruginous colouring matter.

Keywords: pXRF, PIXE, colouring matter, iron oxide, non-invasive analysis, rock art, Upper Palaeolithic, Gorges de l'Ardèche, France

Highlights

- *Investigation of the limitations of portable X-ray fluorescence spectrometry for analysing prehistoric colouring matter in caves*
- *New approach to analysing pXRF spectra in order to better understand the signals obtained*
- *Petrographical inspection is a crucial first step before geochemical analysis*
- *Testing of quantification models with iron-rich samples and geological standards*
- *Evaluation of the potential for using pXRF to analyse prehistoric rock art and raw colouring matter*

Author credits

Claire Chanteraud: Conceptualisation; investigation; **writing - original draft; formal analysis; data curation; visualization**

Émilie Chalmin: Writing - review and editing; supervision; funding acquisition

Matthieu Lebon: Investigation; writing - review and editing

Hélène Salomon: Conceptualisation; writing - review and editing

Kevin Jacq: Formal analysis

Camille Noûs collective: Methodology; conceptualisation; resources; writing - review and editing

Jean-Jacques Delannoy: Writing - review and editing; supervision; funding acquisition

Julien Monney: Resources; project administration; writing - review and editing; funding acquisition

1. Introduction

Because past humans used a wide variety of colouring matter when creating rock art, how and where they collected raw materials, and how they prepared and applied colouring matter, are key questions when contextualising this art. Studying colouring matter can help answer these questions and thereby throw light on the technical and cultural factors that governed the choices past humans made when drawing or painting on rock faces (Salomon 2018). The most common minerals used to make rock art include iron oxide (red hematite) and iron (hydr)oxide (yellow to brown goethite), which occur in numerous geological settings and rock types, including sedimentary rocks (sandstones, oolitic ironstones, limestones) and rocks produced by continental weathering (weathered dykes, ferruginous crusts, bauxites, etc.). Iron-rich colouring matter has been found in many Middle Palaeolithic (Mousterian) to Neolithic sequences, and even at historic sites. It may be unmodified or processed—shaped into millimetre- to decimetre-sized blocks (e.g. Defrasne et al. 2019; Dayet et al. 2016; Pradeau et al. 2016; Salomon et al. 2012) or ground into powder—, or found as applied substances (e.g. Chiotti et al. 2014; Chalmin et al. 2003; d’Errico et al. 2016; Rifkin et al. 2016; Henry-Gambier 2008; Leroi-Gourhan & Allain 1979).

In order to identify the source of archaeological colouring matter, its petrographical and chemical signatures have to be identified and compared with the signatures of potential raw materials (Velliky et al. 2019; Dayet et al. 2016; Pradeau et al. 2016; Mathis et al. 2014; Salomon et al. 2012; Eiselt et al. 2011; Popelka-Filcoff et al. 2007). However, few studies have attempted the much more difficult task of comparing colouring matter and powder applied to walls (Chanteraud et al. 2019; Defrasne et al. 2019; Lebon et al. 2018; Beck et al. 2011; Chalmin et al. 2004).

Analyses of cohesive colouring matter can be used to establish the geological setting in which the raw material formed, but obtaining such information from pictorial matter on the walls of caves or rock shelters is more complex for a number of reasons. First, grinding, shaping, mixing and application processes will have substantially modified the raw material’s physical and chemical characteristics (Rosso et al. 2016; Salomon et al. 2016; Pradeau 2015). Second, the current characteristics of colouring and pictorial matter will depend on any post-depositional processes, either within the sediment or on the walls of the cave. Finally, the desire to preserve the integrity of rock art has resulted in severe restrictions being placed on micro-sampling. Many studies have attempted to overcome this constraint by using portable, non-invasive analysis methods, such as portable X-ray fluorescence (pXRF), as an alternative to sampling (Paillet 2014; Beck et al. 2012; Gay 2015; Gay et al. 2016, 2020; Huntley et al. 2015; Mauran et al. 2019; d’Errico et al. 2016; Pitarch et al. 2014; Sepulveda et al. 2015; Olivares et al. 2013; Huntley 2012; Lebon et al. 2019; Nuevo et al. 2012; Roldàn et al. 2010, 2013). As a result, in-situ analyses of this type are now considered an essential preliminary step before any sampling is authorised.

In addition, previous quantitative analyses of cohesive colouring artefacts based on pXRF data have mostly focused on matter unconnected with rock art (Dayet et al. 2019; Dayet et al. 2013; Goemaere et al., 2016; Moyo et al. 2016; Young 2000), which is less susceptible to environmental alteration. Although pXRF spectrometry has several advantages—it is contactless and non-destructive and has very good detection limits for elements with atomic masses between titanium and tin (Shackley 2010)—it has several

limitations that affect its use in archaeology, including for analysing cave walls and colouring material on cave walls (Liritzis et al. 2011; Huntley 2012; Shackley 2010; Shackley 2012; Speakman & Shackley 2013; Shackley 2018; Calligaro et al. 2019). Given the need to protect the integrity of rock art, we decided to thoroughly test pXRF's ability to identify and quantify elements that can be used to differentiate between different samples of colouring matter and pigmented artefacts, and to produce chemical fingerprints of their geological provenance.

We carried out our study at the *Grotte aux Points* (Aiguèze, southern France), which is part of a complex of Palaeolithic rock art caves along the Ardèche river. In addition to containing several panels decorated with red colouring matter (Monney 2018b), archaeological excavations at the *Grotte aux Points* have uncovered numerous fragments of colouring matter and red-pigmented flakes of rock from the cave walls (Chanteraud et al. 2019).

Given the well-documented limitations of pXRF analyses, we carried out pXRF analyses of two international standards and a local geological reference sample. This final sample is part of the *Pigmentoθήque* collection of ferruginous rocks with potential for use as colouring matter, found in France's Ardèche and Gard *départements* (Salomon & Chalmin, 2019). We then compared the results of our pXRF analyses with reference analyses of these samples (see section 3.1 *Standards*). In order to understand how a material's composition affects pXRF analyses, we also compared our pXRF analysis results with the results of Proton Induced X-ray Emission (PIXE) analyses of the same samples, and Inductively-Coupled Plasma (ICP) analyses of the international standards.

2. Archaeological setting and samples analysed

The Grotte aux Points is a Palaeolithic rock art site in the *Gorges de l'Ardèche*. Its rock art was discovered in 1993 (Brunel et al. 2008, 2018) and has been the subject of archaeological research since 2011 as part of the “*Datation Grottes Ornées*” project (Monney 2018a). An entrance porch leads to a 100-m-long gallery hollowed out of Urgonian limestone. The rock art is confined to the middle of the gallery and consists of 59 dots (called *points-paumes*), produced by pressing the palm of the hand on the wall (Baffier & Feruglio, 1998), five animal figures (three ibex, a horse and a bison), an angular line, and a few indeterminate marks consisting of single lines and dots (Monney 2018b). Expansion processes (Jaillet & Monney 2018) have caused fragments, some of them pigmented, to flake off the walls, and several flakes bearing red pictorial matter applied with the palm of the hand have been found at the foot of the walls in the *Grands Signes* area.

The Points Cave is today hydrogeologically inactive. Only few infiltrations can be observed after strong precipitation events. The low level of leaching on the wall and the quasi-absence of calcite veil is due to this weak hydrogeological activity. Millimetric to centimetric concretions and efflorescence developed on wall surface in ornated sector (coralloid type of crystallization).

In addition, excavations of the silty-clay sediment in the cave's porch have uncovered remains showing the presence of both humans and animals in the cave (flint, charcoal, colouring matter, animal remains, etc.). On the basis of the flint tool-making style, these remains can be attributed to the Middle Gravettian and, possibly, Solutrean periods

(Boccaccio 2018). Sixty-three, millimetre-sized blocks of red colouring matter have been extracted from these deposits.

The present study was based on three types of colouring matter and pigmented fragments: (i) blocks of solid colouring matter found during excavations of the entrance; (ii) pigmented flakes from the walls of the cave, found at the foot of the *Grands Signes*; and (iii) graphic entities (analysed in situ) in the decorated part of the cave.

2.1. Solid colouring matter in the Grotte aux Points

The blocks of solid colouring matter (N = 63) found during excavations were examined in the laboratory under an optical microscope (OM) and using a scanning electron microscope coupled with an energy dispersive X-ray spectrometer (SEM-EDS). These analyses allowed us to categorize the fragments into five lithologies, although the surfaces of six of the blocks were partly or entirely covered by calcium carbonate crusts (Chanteraud et al. 2019) (Table 2).

Lithology A (38 blocks) is a cohesive, soft, red-to-purple argilo-ferruginous rock (grain size < 63 μm), consisting of a detrital matrix impregnated with iron oxide (hematite). Ten of these blocks present 100- to 200- μm celadonite inclusions. We labelled this variant “lithology Av” (Figure 1).

Lithology B (2 blocks) is a cohesive, brown-to-yellow (goethite) argilo-ferruginous rock with a metallic lustre. The matrix contains silt-sized quartz grains, together with macro-, meso- and micropores, some of which are filled with goethite or calcite (Figure 1).

Lithology C (2 blocks) consists of cohesive blocks of fine-grained colouring matter composed of silt-sized quartz grains cemented by a hematite-rich, argilo-ferruginous matrix. These blocks also contain unfilled micropores (Figure 1).

Lithology D (4 blocks) is a coarse-grained sandstone composed of silt-to-sand-sized quartz grains cemented by well-crystallised hematite and clay minerals. One of the blocks assigned to this lithology contains 100- to 200- μm green inclusions, similar to those found in lithology A. We labelled this variant “lithology Dv” (Figure 1).

Lithology E (1 block) is a black to yellow rock with a concretion-like morphology (presence of successive layers). It consists of silt-to-sand-sized quartz grains cemented by flakes of goethite and clay minerals (<1 μm) (Figure 1).

PLEASE INSERT FIG.1 HERE

2.2 Pictorial matter on wall flakes

The colouring matter on flakes of rock found at the foot of the decorated panels (*Grands Signes*) was deposited in flat patches a few micrometres thick (~100 μm), each with a different hue. These coloured deposits seem to impregnate the surface of the limestone fragments:

- S-ECA-01: orange to dark-red gradation covering almost the entire surface ($\pm 7 \text{ cm}^2$).
- S-ECA-02: red over its entire surface ($\pm 2 \text{ cm}^2$) (Figure 2)
- S-ECA-03: red to reddish-brown over an area of $\pm 10 \text{ cm}^2$ but probably affected by the surrounding sediment.

Macroscopic and microscopic laboratory analyses of flakes of rock from the decorated walls revealed traces of argilo-ferruginous colouring matter, around 20 μm thick and ranging in colour from orange to red. This colouring matter contains silt-sized quartz grains ($<63 \mu\text{m}$) and iron oxides (Chanteraud et al. 2019).

2.3. Pictorial matter in the Grotte aux Points

Macroscopic field observations of the panels showed differences in the morphologies of the pictorial matter in the different graphic entities (Figure 2):

- The ibex (PTS-04, Figure 3), bison and horse figures on the two animal panels are formed by lines of irregular width (generally a few millimetres), composed of a thick layer ($>100 \mu\text{m}$) of dark red pictorial matter which sometimes contains black inclusions visible to the naked eye.
- The *Grands Signes* panel (PTS- 09 and 10), the gallery and the *Niche aux Points* are decorated with *points-paumes*, produced by covering the palm of the hand in powdered, red colouring matter and pressing it onto the rock. The resulting layer of pictorial matter is only a few microns thick (Chanteraud et al. 2019).

PLEASE INSERT FIG.2 HERE

3. Standards and methods

3.1. Geological reference samples and international standards

We analysed two international geostandards (**under vacuum pressed pellets**) from the French Scientific Research Centre's (CNRS) Rocks and Minerals Analysis Department in Nancy (SARM, CRPG UMR 7358 CNRS-UL): DR-N, a diorite with a light matrix composed of 70% aluminosilicate (Al_2O_3 , SiO_2), and BX-N, a bauxite with an aluminosilicate matrix (62%) and an iron-oxide-rich (22% Fe_2O_3) laterite crust. We also used a local sample, called Bordezac after the locality in which it was found, as a high-iron-content (70% Fe_2O_3) reference sample. This sample was taken from an iron-rich hydrothermal vein within a Triassic arkosic sandstone formation (Ti) and has a comparable chemical composition to the archaeological remains. **The sample of Bordezac was prepared as polished cube block with very fine polishing (fine grinding 1/4 μm).** We used these analyses to assess the reproducibility of pXRF analyses from laboratory to cave.

3.2. ICP analysis

ICP spectrometry provides robust quantification for major elements (quantified using emission spectrometry ICP-OES) and unparalleled detection limits for trace elements (quantified using mass spectrometry—ICP-MS). In addition, it allows **accurate and precise quantifications** to be made of chemical signatures, so it is frequently used as a reference analysis method. Because the certified compositions of our two international standards (DR-N and BX-N from the CRPG, France) were produced using ICP, we asked the Rocks and Minerals Analysis Department to carry out an ICP analysis of the Bordezac local reference

sample, which they did using an acid digestion protocol and a ThermoFischer ICap 6500 emission spectrometer and ICapQ mass spectrometer.

3.3. PIXE analysis

We assessed the sensitivity and reproducibility of pXRF analysis by comparing pXRF results with those provided by μ PIXE spectrometry **without preparation of archaeological colouring matter**. To do this, we carried out both pXRF and μ PIXE analyses of the international standards and the Bordezac reference sample, so we could compare the resulting elemental compositions and individual element-to-iron ratios.

For the μ PIXE analyses (beamtime obtained at AGLAE facility, C2RMF, Paris), we used a 10- μ m extracted beam and filtered the signal by placing a 50- μ m-thick aluminium film in front of the high-energy detectors (HE1, HE2 and HE3), a 13- μ m chromium filter in front of HE3, and a 100- μ m beryllium filter in front of HE4. As well as minimising the influence of Al, Si, Ca and Fe, these filters reduced pile-up effects caused by elements in the matrix, thereby improving the detection and quantification of trace elements. Detection limits were a few ppm (Mathis et al. 2014). We processed the data by using TRAUPIXE and GUPIX software to apply Pichon et al.'s (2010) spectrum modelling and air extraction under the peaks protocol. Quantification in GUPIX was carried out using a configuration file developed specifically for ferruginous colouring matter (Beck et al. 2012; Mathis et al. 2014).

3.4. pXRF analysis method

3.4.1. Apparatus

For the pXRF analysis, we used an ELIO XGlab portable spectrometer (owned by the HNHP research group - UMR 7194, MNHN) combined with two lasers (**focusing**) and a digital lens controlled by the ELIO software. Using a 1.2-mm-diameter beam meant that the volume of material analysed was comfortably greater than 1 mm³. The excitation source was a rhodium anode with a 100 μ A current, which gave a 40 kV excitation beam. Spectra recordings showed the X-ray excitation lines of the source: $K_{\alpha} = 20.16$ keV, $K_{\beta} = 22.724$ keV, but there was no possible superposition between these lines and those of the elements detected. To ensure there was no contact between the spectrometer and the sample or rock wall, we used a working distance of 1.4 cm, measured by two converging lasers at the focus point. The detector (SDD) had an area of 25 mm² with a 4,096-channel resolution. We set the acquisition energy at 40 kV in order to detect elements with atomic masses greater than or equal to that of aluminium. The air space between the sample and the detector prevented us detecting elements with atomic masses lower than aluminium. The argon detected in all the spectra was from the air layer the X-rays had to travel through. The K_{β} line at 3.19 keV of this element can be confused with the K_{α} line of potassium (3.31 keV). We set the acquisition time for each point at 300 s in order to reach the counting threshold, which does not improve significantly if analysis times are increased (Mauran et al. 2019). We used the same parameters for all the analyses, whether they were carried out in the cave or in the laboratory.

3.4.2. Difficulties in carrying out analyses in situ

Carrying out pXRF analyses within the cave was not always easy due to difficulties getting the equipment into the cave (size, weight, power source, etc.) and to the complex

morphology of the cavities containing the rock art, whose uneven floors and sometimes overhanging and irregular panels (up to 3-m high) made it difficult to position the apparatus correctly (Figure 3).

PLEASE INSERT FIG.3 HERE

Despite these constraints, we managed to conduct 66 analyses within the cave, consisting of 43 analysis points on pictorial matter and 23 points on the bare substrate (non-pigmented limestone) adjacent to the pictorial matter analysis points. We analysed pictorial matter in all 32 graphic entities (21 *points-paumes*, all 3 animals figures and 8 abstract marks), measuring up to three points on each entity (Table 1 and 1bis, **supplementary information**). We also carried out analyses in the laboratory, measuring 2 points on each block of colouring matter and 20 points on pigmented flakes of rock (10 points on the pictorial matter + 10 points on the bare substrate).

3.5 Data analysis (Matlab, PyMCA)

We used a chemometric approach to investigate the limits and potential of pXRF analysis, focusing directly on pXRF spectra and not on values extracted from the spectra. To do this, we developed a Matlab routine: i) to apply a quadratic function to the raw signal (in channels) and thereby calibrate it to an energy resolved spectrum (0.01 keV resolution), ii) to correct the baseline, and iii) to smooth the background noise by applying a Savitzky-Golay filter (Savitzky & Golay 1964; <https://doi.org/10.6084/m9>). We applied this routine to all the analyses performed on the cave walls, cohesive colouring matter, international standards and Bordezac reference sample.

For the cave wall analyses (bare wall and pictorial matter), **we first** visually compared the processed spectra in order to assess the reproducibility of the analyses of the standards and the heterogeneity of the compositions of the pictorial layers and blocks of colouring matter. We then subjected these spectra to a principal component analysis (PCA), with the X photon emission energy values as variables, that is, 4,096 times 0.01 keV (Panchuk et al., 2018; Pearson 1901) in order to identify all the chemical components contained in the spectra. Combining chemometrics with PCA creates a powerful tool for exploring analysis spectra without losing information (Panchuk et al. 2018).

In the case of the blocks of cohesive colouring matter, we performed a second set of PCAs on the peak areas of elements identified as main components of the colouring material, in order to reduce the number of variables and determine whether it was possible to divide the blocks of colouring matter into groups on the basis of their visual petrographic/lithological characteristics. To do this, we obtained semi-quantitative chemical analyses by identifying the chemical elements present and then using PyMCA software to calculate the areas under the peaks (Solé et al. 2007).

Finally, we compared the elemental compositions provided by the different analysis methods for the two international standards and the Bordezac reference sample by using PyMCA software to quantify each chemical element. We calculated the concentration of each

element from the areas under the peaks by applying a configuration file that enabled us to take into account the following device parameters:

- Mathematical spectrum fit parameters (MCA Hypermet, Poisson's law for statistical weighting, 60 iterations applied between channels 130 and 1500) (Solé et al. 2007).
- ELIO system parameters: X-ray tube, 1-mm colimator, X-ray detector with SDD capsule, distance control by camera and laser beam: 1.4 cm (Calligaro et al. 2018)
- Standard parameters for the standard matrices (density 1 g/cm³, 1-cm thick, percent composition by mass for BX-N: SiO₂ 7.4; Al₂O₃ 54.21; Fe₂O₃ 23.17; TiO₂ 2.37; H₂O 11.48 and for DR-N: SiO₂ 52.85; Al₂O₃ 17.52; Fe₂O₃ 9.7; MgO 4.4; CaO 7.05; Na₂O 2.99).

By processing the pXRF spectra in this way, we were able to quantify major, minor and trace elements. Major elements, defined as those whose oxides accounted for more than 5% of the total mass, were Al, Si and Fe. Minor elements, defined as those whose oxides accounted for between 0.005% and 5% of the total mass, were Na, Mg, P, K, Ca and Mn. Trace elements occurred in quantities of between 1 ppm and around several hundred ppm, which is below our pXRF spectrometer's detection limit.

4. Results – discussion

4.1 In-situ pXRF analysis of limestone and pictorial matter on the cave walls

We were able to conduct pXRF analyses of all 27 of the graphic entities on the decorated panels in the *Grotte aux Points: points-paumes*, animal figures and abstract marks. In total, we analysed 43 points on the pictorial matter (2 or 3 points for each graphic entity) and 23 points on bare limestone adjacent to the pictorial matter (Table 1 and 1bis).

PLEASE INSERT TABLE.1 AND 1.bis HERE

We began by examining the spectra obtained on the bare walls. The PCA on the pXRF spectra of points outside the pictorial matter (23 points) revealed two chemically distinct types of matter within the environmental signal (Figure 4):

(i) The first component is calcium, which explains 65.7% of the variance. This component corresponds to the Urganian limestone substrate, which is predominantly calcium carbonate (CaCO₃) associated with a cortège of minor and trace elements (Al, Si, S, K, Ti, V, Cr, Mn, Fe, Ni, Zn, Sr). This limestone also contains occasional marine fossils;

(ii) The second component is sulphur, which explains 21.1% of the variance. This component corresponds to the thin, off-white deposits that occur intermittently throughout the cave, both on the graphic entities and the bare rock (Fig 4). These deposits are predominately calcium sulphate and may be alteration products resulting from the dissolution and precipitation of iron sulphide (pyrite, FeS₂) in the limestone (Boulvain 2010).

The presence of Ti, V, Cr, Mn, Ni, Zn, As and, especially, Sr is due to the limestone's marine origin (Debrand-Passard 1984). Because these elements are present in the cave walls, their concentrations cannot be used as markers of the colouring matter unless they occur in much higher concentrations in the colouring matter than in the substrate.

PLEASE INSERT FIG.4 HERE

Analyses revealed strong similarities in the composition of the pictorial matter between all the panels (Figure 5). The largest peaks in the pictorial matter spectra correspond to iron, which is accompanied by a cortege of minor and trace elements (Ti, V, Cr, Mn, Ni, Zn, As, Sr). These are the same minor and trace elements as in the limestone. Apart from having a much higher iron content, the pictorial matter has a qualitatively similar composition to that of the limestone substrate.

PLEASE INSERT FIG.5 HERE

We performed a second PCA on the pXRF spectra of points on the bare walls and the pictorial matter (Figure 6).

- i) PC1 is the limestone substrate, which explains 75.8% of the total variance.
- ii) PC2 is the iron-rich matter, which explains 20.9% of the total variance.

Even if there is a tendency to rank the analysis points according to their iron composition (PC2: 20.9%), the PCA did not enable us to differentiate between analysis points on the bare rock and those on the pictorial matter.

PLEASE INSERT FIG.6 HERE

Because X-rays penetrate below the target surface, the volume analysed at each of our target points was approximately 1 mm³. Thus, our analyses of pictorial matter were actually analyses of the pictorial matter plus the underlying Urgonian limestone substrate and, occasionally, calcium sulphate deposits. As there is currently no mathematical method available for subtracting the background composition (Gay, 2015), the chemical composition of the pictorial matter cannot be determined independently of the substrate or alteration phases, so we were unable to determine geochemical signatures for the pictorial matter in the Grotte aux Points.

4.2. Laboratory analyses of pigmented flakes

In order to validate our results, we used the same pXRF spectrometer to carry out laboratory analyses of flakes of rock bearing patches of pictorial matter. As for the in-situ analyses of the graphic entities, the spectra of these flakes of pigmented rock included an environmental signal (Al, Si, K, Ca, P, etc.) due to the limestone substrate and to clay minerals and alteration products that were deposited on the flakes when they fell onto the cave floor. Consequently, the laboratory analyses did not provide any more useful information about the pictorial matter than the in-situ analyses.

Hence, the main limiting factor in pXRF analyses of iron-based colouring matter is not the measurement environment (cave or laboratory), but the nature of the objects being analysed, as it is impossible to extract a meaningful chemical signal from colouring matter that is spread thinly but unevenly over a substrate and partly covered by alteration products.

4.3. Laboratory analyses of blocks of colouring matter

We also used pXRF to determine the geochemical signatures of blocks of colouring matter, in order to ascertain whether these signatures would substantiate our division of the blocks into lithological categories based on their petrographical characteristics. We carried out pXRF analyses of two points on each of 48 blocks of colouring matter (Table 2).

PLEASE INSERT TABLE 2 HERE

A PCA on the processed spectra (Matlab routine) revealed two components (Figure 7):

- PC1 (61.1 % of the total variance), defined by the environmental signal, comprised blocks whose surfaces were partly or entirely covered by calcite deposits (6 blocks, 1 point/block). In this case, the marker elements of the environmental signal were K, Ca and Ti, which occur both in the calcite deposits and in the sediment of the archaeological layer, which also contained markers of the surrounding rock.

- PC2 (20.9% of the total variance), defined by iron content, consisted of blocks with no, or only very minor, calcite deposits. However, this PCA did not reveal any significant differences in the compositions of the different types of colouring matter identified by visual/petrographical analysis.

PLEASE INSERT FIG.7 HERE

In order to reduce the number of PCA variables (4,096 channels) and to evaluate the possibility of distinguishing lithological groups on the basis of pXRF analyses, we performed a second PCA based only on the peak areas of elements in the spectra of blocks of colouring matter with no calcite crust.

For this PCA we introduced as variables just those chemical elements whose concentrations were within the instrument's detection limits and present as major or minor elements in ferruginous rocks: Al, Si, K, Ca, Ti. We chose these elements also because their relative proportions provide markers of the major rock types: sedimentary rocks, volcanic rocks, or products of continental weathering.

All the samples had very high and very variable iron contents, so we normalised the area under the peak for each chemical element, calculated using PyMCA software, with respect to the sample's iron content.

PLEASE INSERT FIG.8 HERE

Results of this second PCA of the spectra of blocks of colouring matter (Figure 8) were very similar to those of the previous PCA, even though we entered fewer variables and excluded samples with calcite crusts.

Although the first two components explained almost all of the variance—83.9% for PC1, defined by Ca and K; 12.3% for PC2, defined by Si and Ti—it is not possible to identify groups of raw materials corresponding to the lithologies described visually. Performing such a PCA does not seem to be appropriate because:

- There are no geological reference samples with which to compare our data, so we were unable to determine whether there are any real similarities or dissimilarities in the chemical compositions of the blocks of colouring material.

- All our analysis spectra probably included an environmental component, indicated by the presence of Ca and K, due to sediment coatings on the surface of the colouring matter. This is all the more likely because none of the archaeological remains were prepared prior to analysis.

- Uncertainty as to the reliability of the geochemical signatures obtained by quantifying our ferruginous matter analyses makes it difficult to ascertain the geological origins of this matter (no access to element detection limits).

These results highlight the impact of depositional and conservational factors on pXRF's ability to provide meaningful analyses of pictorial and colouring matter. The second part of our study explored pXRF's ability to identify and quantify the elements within a chemical signature. Our in-situ and laboratory analyses of samples from the *Grotte aux Points* showed the method's limitations when analysing unknown materials, but how do pXRF analyses compare with certified (ICP) and PIXE analyses of reference standards?

4.3 Standards

We assessed the ability of pXRF to provide robust quantitative geochemical analyses of ferruginous rocks, by carrying out pXRF and μ PIXE analyses of the Bordezac, DR-N, and BX-N standards, and then comparing the results of these analyses with each other and with reference (ICP) analyses for the three standards. For all the samples and for each element, we calculated the differences between the quantities given by pXRF and by the reference analyses, and then performed similar calculations for the μ PIXE and reference analyses. In all cases, there were large differences between the contactless methods and the reference analyses (Tables 3 and 3bis).

PLEASE INSERT TABLE 3 AND 3bis HERE

As neither pXRF nor μ PIXE provided absolute values that can be used to directly determine chemical signatures, we compared the ratios between iron and other elements obtained using each method for each sample, in order to identify iron-related elements (Figure 9).

PLEASE INSERT FIG.9 HERE

Taking all the elements together (major, minor and trace), the pXRF analyses did not produce the same ratios as the ICP/certified values, with correlation coefficients ranging from 0.1 to 0.5 (Figure 9a). Nevertheless, because detection limits for trace elements are much higher than those for major and minor elements, the weight of the major and minor elements when plotted as graphs can create false correlations. When we considered major elements on their own, the ratios between them and iron were similar across analysis methods, with correlation coefficients of around 0.99 for all three standards (Figure 9b). However, this was not the case for the ratios between trace elements and iron, for which the pXRF-ICP

correlation coefficients were between 0.1 and 0.5 (Figure 9c). This is probably due to pXRF's quantification limits for these elements. In order to understand this phenomenon better, we plotted similar graphs for the results of the μ PIXE analysis (Figure 9).

The μ PIXE analyses differed substantially from the reference analyses. Considering all the elements together, correlation coefficients between the μ PIXE and ICP element-iron ratios were around 0.90 for BX-N and Bordezac, which have relatively high iron contents, but close to 0 for DR-N, which has a low iron content (Figure 9d). This was also the case when we examined major and trace elements separately (Figure 9e and 9f).

The discrepancies between the ICP and PIXE element-iron ratios for DR-N can be attributed mostly to the fact that the treatment parameters in the configuration file we used for our analyses were adapted to iron-rich matrices and therefore not appropriate for DR-N's relatively low-iron matrix. This shows the importance of ensuring data processing tools are suited to the composition of the sample being analysed, notably its iron content.

Hence, different theoretical spectrum configuration files have to be used for matrices with different compositions, as models have to take into account the physical effects produced by certain elements, especially heavy elements such as iron. Consequently, the same parameters cannot be applied to DR-N (9.1% Fe_2O_3) and to BX-N and Bordezac (23.14% and 74.79% Fe_2O_3 , respectively).

5. Conclusion

The present study examined the capabilities of current pXRF spectrometry techniques for analysing rock art. We did this by carrying out in-situ and laboratory analyses of a variety of objects and materials from the *Grotte aux Points* in southeast France, and by comparing pXRF analyses of reference samples with PIXE and ICP analyses of the same samples. Whether analysing decorated panels, flakes of pigmented rock or blocks of colouring matter, our results show it is essential to have a thorough understanding of the materials being analysed in order to decipher the information contained within fluorescence spectra.

Consequently, given the high detection limits of the elements typically present in ferruginous rocks and minerals (Calligaro et al. 2018; Shackeley 2010), it is not currently possible to use pXRF to precisely quantify and compare the chemical compositions of pictorial matter and blocks of colouring matter. In addition, our pXRF analyses did not allow us to assign a distinct chemical signature to the different lithologies of cohesive colouring matter identified on the basis of their morphological and petrological characteristics.

Our results suggest that carrying out systematic pXRF surveys of rock art prior to sampling is not worth the time and expense, or the risk to both the rock art and the equipment (due to manoeuvring the equipment in confined spaces). Although pXRF can provide information about the alteration phenomena affecting a cave's walls (presence of calcium sulphate), in-situ pXRF analyses do not provide more information than other contactless analysis methods, such as visual inspection using a binocular magnifier or macro photographs. Hence, a more appropriate approach would be to micro-sample the art following a detailed visual examination to choose the most suitable sampling points, taking into account the nature of the pictorial matter and the effects of alteration processes.

Acknowledgments

We would like to thank the ASTRE laboratory (USMB) and the Cité de la Préhistoire Grand Site de l'Aven d'Ornac: funding provided by DRAC Occitanie and DRAC AURA (Pigmentoθήque). We would also like to thank Claire Pacheco and her colleagues at C2RMF, Quentin Lemasson and Laurent Pichon, for providing access to AGLAE and technical support, the C2RMF – AGLAE laboratory, and SARM for the ICP analysis: funding provided by the AAP Mascara USMB 2018. **Finally, we would like to thank the anonymous reviewers whose comments helped improve the draft manuscript.**

Bibliography

- Baffier, D., Feruglio, V.** 1998. Premières observations sur deux nappes de ponctuations de la grotte Chauvet (Vallon-Pont-d'Arc, Ardèche, France). *International Newsletter on Rock Art* 21, 1–4.
- Beck, L., Lebon, M., Pichon, L., Menu, M., Chiotti, L., Nespoulet, R., Paillet, P.**, 2011. PIXE characterisation of prehistoric pigments from Abri Pataud (Dordogne, France). *X-Ray Spectrometry* 40, 219–223. <https://doi.org/10.1002/xrs.1321>
- Beck, L., Rousselière, H., Castaing, J., Duran, A., Lebon, M., Lahlil, S., Plassard, F.** 2012. Analyse in situ des dessins préhistoriques de la grotte de Rouffignac par fluorescence X et diffraction X portable. *ArcheoSciences. Revue d'archéométrie* 36:139–152.
- Beck, L., Lebon, M., Lahlil, S., Grégoire, S., Odin, G.P., Rousselière, H., Castaing, J., Duran, A., Vignaud, C., Reiche, I., Lambert, E., Salomon, H., Genty, D., Chiotti, L., Nespoulet, R., Lassard, F., Menu, M.** 2014. Analyse non-destructive des pigments préhistoriques: de la grotte au laboratoire, *Paleo ANR Madapca*: 63-74
- Boccaccio, G.** 2018. Résultats préliminaires de l'étude de la série lithique de la grotte aux Points: typologie et technologie. *Karstologia* n°72: 37–44
- Boulvain F., 2010. Pétrologie sédimentaire. Des roches aux processus, Technosup, ellipses, 259.**
- Brunel, E., Chauvet, J.M., Hillaire, C.** 2018. La grotte aux Points d'Aiguèze: récits de découverte d'une ornementation pariétale. *Karstologia* n°72: 13–14
- Brunel, E., Chailloux, D., Chauvet, J.-M., Hillaire, C., Rimbault, M., Renda, M., Terres, S.** 2008. La Grotte aux Points (commune d'Aiguèze, Gard). *Ardèche Archéologie*, 25: 23-28
- Calligaro, T., Castelle, M., Lebon, M., Mauran, G.** 2019. Analyse par fluorescence des rayons X portable. In: *Instrumentation portable : quels enjeux pour l'archéométrie ?* C.

Benech, N. Cantin, M.A. Languille, A. Mazuy, L. Robinet, A. Zazzo. Editions Archives Contemporaines, septembre 2019

Chalmin, E., Menu, M., and Vignaud, C. 2003. Analysis of rock art painting and technology of Palaeolithic painters. *Measurement Science and Technology*, 14 (9), 1590.

Chalmin, E., Menu, M., Pomiès, M.-P., Vignaud, C., Aujoulat, N., and Geneste, J.-M. 2004. Les blasons de Lascaux. *L'anthropologie*, 108 (5), 571-92.

Chanteraud, C., Chalmin, E., Salomon, H., Hoerlé, S., Monney, J. 2019. Relation entre les matières colorantes issues des fouilles et des parois ornées. *Méthodologie et première perspective comparative à la Grotte aux Points (Aiguèze, Gard, France)*. *Karstologia* n°73: 1 – 12

Chiotti, L., Nespoulet, R., Henry-Gambier, D., Vercoutere, C., Crépin, L., Lebon, M., Beck, L., Müller, C., Reiche, I. 2014 Un comportement funéraire original au Gravettien Final. Bilan des analyses et études 2005-2011 de la couche 2 de l'abri Pataud (Les Eyzies-de-Tayac, Dordogne). In: Paillet P (ed) *Les arts de la Préhistoire: micro-analyses, mises en contexte et conservation*, actes du colloque MADAPCA, 16-18 novembre 2011. *Paléo*, numéro spécial, pp 183–93

Eiselt, BS, Popelka-Filcoff, RS, Darling, JA, Glascock, MD. 2011. Hematite sources and archaeological ochres from Hohokam and O'odham sites in central Arizona: an experiment in type identification and characterization. *Journal of Archaeological Science*, 38(11), 3019-3028

d'Errico, F., Dayet Bouillot, L., García-Diez, M., Pitarch Martí, A., Garrido Pimentel, D., Zilhão, J. 2016. The technology of the earliest European cave paintings: El Castillo Cave, Spain. *Journal of Archaeological Science* 70, 48–65.

Dayet, L., Le Bourdonnec, F., Daniel, F., Porraz, G., Texier, P., 2016. Ochre provenance and procurement strategies during the middle stone age at Diepkloof Rock Shelter, South Africa. *Archaeometry* 58, 807–829.

Dayet, L., Faivre, J.-Ph., Le Bourdonnec, F.-X., Discamps, E., Royer, A., Claud, E., Lahaye, C., Tartar, E., Cantin, N., Queffelec, A., Gravina, B., d'Errico, F., Turq, A. 2019. Manganese and iron oxide use at Combe-Grenal (Dordogne, France): A proxy for cultural change in Neanderthal communities. *Journal of Archaeological Science: Reports* 25: 239-256.

Debrand-Passard, S. 1984. *Synthèse géologique du Sud-Est de la France*. Editions du Bureau de recherches géologiques et minières, Service géologique national.

Defrasne, C., Chalmin, E., Bellot-Gurlet, L., Thirault, E., André, G. 2019. From archaeological 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, n° 11: 6065-91.

Gay, M., Plassard, F., Muller, K., Reiche, I. 2020 Relative chronology of Palaeolithic drawings of the Great Ceiling, Rouffignac cave, by chemical, stylistic and superimposition studies. *Journal of Archaeological Science Rep.* 29

Gay, M., Muller, K., Plassard, F., Cleyet-Merle, J.-J., Arias, P., Ontañón, R., Reiche, I. 2016. Efficient quantification procedures for data evaluation of portable X-ray fluorescence – Potential improvements for Palaeolithic cave art knowledge. *J. Archaeolog. Sci.: Rep.* 10: 878–886

Gay, M. (2015). Développement de nouvelles procédures quantitatives pour une meilleure compréhension des pigments et des parois des grottes ornées préhistoriques, PhD Thesis, Université Pierre et Marie Curie-Paris VI.

Goemaere, É., Salomon, H., Billard, C., Querré, G., Mathis, F., Golitko, M., Dubrulle-Brunaud, C., Savary, X., Dreesen, R., 2016. Les hématites oolithiques du Néolithique ancien et du Mésolithique de Basse-Normandie (France): caractérisation physico-chimique et recherche des. *Anthropologica et Praehistorica* 125, 89–119.

Henry-Gambier, D., 2008. Comportement des populations d'Europe au Gravettien : pratiques funéraires et interprétations. *PALEO. Revue d'archéologie préhistorique* 399–438.

Huntley, J., Aubert, M., Ross, J., Brand, H., Morwood, M.J. 2015. One colour (at least) two minerals: a study of mulberry rock art pigment and a mulberry pigment 'quarry' from the Kimberley, northern Australia. *Archaeometry*, 57 (1): 77–99

Huntley, J. and Galamban, D. 2016. The material scientific investigation of Rock Art : Contributions from non-invasive X-ray techniques. In *Palaeoart and Materiality The Scientific Study of Rock Art* edited by Robert G. Bednarik, Danae Fiore, Mara Basile, Giriraj Kumar and Tang Huisheng. Archeopress Archaeology. 41-58

Huntley, J. 201). Taphonomy and paint recipes. *Australian Archaeology*, Vol.75: 78-94

Jaillet, S., Monney, J. 2018. Analyse 3D des volumes et des remplissages souterrains de la grotte aux Points au temps des fréquentations paléolithiques (Aiguèze, Gard). *Karstologia* n°72: 27–36

Lebon, M., Pichon, L., Beck, L., 2018. Enhanced identification of trace element fingerprint of prehistoric pigments by PIXE mapping. *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research Section B: Beam Interactions with Materials and Atoms* 417, 91–95. <https://doi.org/10.1016/j.nimb.2017.10.010>

Lebon, M., Gallet, X., Bondetti, M., Pont, S., Mauran, G., Walter, P., Bellot-Gurlet, L., Puaud, S., Zazzo, A., Forestier, H., Auetrakulvit, P., Zeitoun, V. 2019. Characterization of painting pigments and ochres associated with the Hoabinhian archaeological context at the rock-shelter site of Doi Pha Kan (Thailand). *Journal of Archaeological Science: Reports* 26, 101855.

Leroi-Gourhan, A., Allain, J., 1979. Lascaux inconnu. CNRS.

Liritzis, I., Zacharias, N. 2011. Portable XRF of archaeological artifacts: current research, potentials and limitations. In: Shackley, M.S. (Ed.), *X-ray Fluorescence Spectrometry (XRF) in Geoarchaeology*. Springer, New York, pp. 109e142.

Mathis, F., Bodu, P., Dubreuil, O., Salomon, H. 2014. PIXE identification of the provenance of ferruginous rocks used by Neanderthals. *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research Section B: Beam Interactions with Materials and Atoms*, vol. 331: 275–279

Mauran, G., Lebon, M., Détroit, F., Caron, B., Nankela, A., Pleurdeau, D., Bahain, J.-J. 2019. First in situ pXRF analyses of rock paintings in Erongo, Namibia: results, current limits and prospects. *Archaeological and anthropological Sciences*.

Monney, J. 2018a. La grotte aux Points d'Aiguèze, petite sœur de la grotte Chauvet, et les recherches menées dans le cadre du projet « Datation Grottes Ornées ». *Karstologia*, n°72: 1-12

Monney, J. 2018b. L'art pariétal paléolithique de la Grotte aux Points d'Aiguèze: Définition d'un dispositif pariétal singulier et discussion de ses implications. *Karstologia*, n°72: 45-57

Moyo, S., Mphuthi, D., Cukrowska, E., Henshilwood, C.S., Niekerk, K. van, Chimuka, L., 2016. Blombos Cave: Middle Stone Age ochre differentiation through FTIR, ICP OES, ED XRF and XRD. *Quat. Int.* 404, 20–29.
<https://doi.org/10.1016/j.quaint.2015.09.041>

Nuevo, M.J., Sánchez, A.M., Oliveira, C., Oliveira, J. de (2012). In situ energy dispersive X-ray fluorescence analysis of rock art pigments from the 'Abrigo dos Gaivões' and 'Igreja dos Mouros' caves (Portugal). *X-Ray Spectrometry* 41, 1–5.

Olivares M, Castro K, Corchón MS, Gárate D, Murelaga X, Sarmiento A, Etxebarria N 2013 Non-invasive portable instrumentation to study Paleolithic rock paintings: the case of La Peña Cave in San Roman de Candamo (Asturias, Spain). *J Archeol Sci* 40:1354–1360

Paillet, P. 2014. Introduction. Le programme ANR MADAPCA: " Micro-analyses et datations de l'art préhistorique dans son contexte archéologique", *Paleo ANR Madapca*: 13–16

Panchuk, V., Yaroshenko, I., Legin, A., Semenov, V., Kirsanov, D. 2018. Application of chemometric methods to XRF-data—A tutorial review. *Analytica Chimica Acta* 1040, 19–32.

Pearson, K. 1901. On lines and planes of closest fit to systems of points in space. *Philos. Mag.* 2: 559–572

Pichon, L., Beck, L., Walter, P., Moignard, B., Guillou, T. 2010. 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): 2028–2033

Pitarch A, Ruiz JF, Fernandez-Ortiz S, Hernanz A, Maguregui M, Madariaga JM. 2014. In situ characterization by Raman and X-ray fluorescence spectroscopy of post-Paleolithic blackish pictographs exposed to the open air in Los Chaparros shelter (Albalate del Arzobispo, Teruel, Spain). *Anal. Methods.* 6: 6641–6650.

Pradeau, J.-V., Binder, D., Verati, C., Lardeaux, J.-M., Dubernet, S., Lefrais, Y., Regert, M. 2016. Procurement strategies of Neolithic colouring materials: Territoriality and networks from 6th to 5th millennia in North-Western Mediterranean. *J. Archaeolog. Sci.* 71: 10–23

Pradeau, J.-V. 2015. *Les Matières Colorantes au Sein des Systèmes Techniques et Symboliques au Néolithique (VIe et Ve millénaires BC) dans l'arc liguro-provençal.* Thèse de doctorat, Université Nice Sophia Antipolis.

Popelka-Filcoff, R.S., Robertson, J.D., Glascock, M.D. et al. 200). Trace element characterization of ochre from geological sources. *J Radioanal Nucl Chem* 272, 17–27. <https://doi.org/10.1007/s10967-006-6836-x>

Rifkin, R.F., Prinsloo, L.C., Dayet, L., Haaland, M.M., Henshilwood, C.S., Diz, E.L., Moyo, S., Vogelsang, R., Kambombo, F. 2016. Characterising pigments on 30000-year-old portable art from Apollo 11 Cave, Karas Region, southern Namibia *Journal of Archaeological Science: Reports.* 5: 336-347

Roldán, C., Villaverde, V., Ródenas, I., Novelli, F., Murcia, S. 2013. Preliminary analysis of Palaeolithic black pigments in plaquettes from the Parpalló cave (Gandía, Spain) carried out by means of non-destructive techniques. *Journal of Archaeological Science* 40(1), 744-754.

Roldán C, Murcia S, Ferrero J, Villaverde V, López E, Domingo I, et al. 2010 Application of field portable EDXRF spectrometry to analysis of pigments of Levantine rock art. *X-Ray Spectrometry.* 39: 243–250.

Rosso, D.E., Marti, A.P., d'Errico, F., 2016. Middle Stone Age ochre processing and behavioural complexity in the horn of Africa: evidence from porc-epic Cave, Dire Dawa, Ethiopia. *PloS one* 11.

Salomon, H., Chalmin, E. 2019. Constitution d'une « Pigmentoθήque » : un outil pour comprendre l'approvisionnement en matériaux colorants durant la Préhistoire. [Rapport de recherche] Service Régional de l'Archéologie Auvergne-Rhône-Alpes

Salomon, H. 2018. L'industrie des matières colorantes durant le Solutrén, in: *Les Solutréens, Civilisations et Cultures*. Arles, pp. 141–155

Salomon, H., Vignaud, C., Coquinot, Y., Beck, L., Stringer, C., Strivay, D., D'Errico, F. 2012. Selection and heating of colouring materials in the Mousterian level of Es-Skhul (c. 100,000 years BP, Mount Carmel, Israel). *Archaeometry* 54: 698–722

Savitzky, A., Golay, M.J.E. 1964. Smoothing and Differentiation of Data by Simplified Least Squares Procedures. *Anal. Chem.* 36: 1627–1639

Sepúlveda M, Gutierrez S, Carcamo J, Oyadener A, Valenzuela D, Monti I, Santoro CM. 2015 In situ X-ray fluorescence analysis of rock art paintings along the coast and valleys of the Atacama desert, northern Chile. *Journal of the Chilean Chemical Society* 60(1): 2822–2826.

Shackley, M.S. (Ed.), 2010. *X-Ray Fluorescence Spectrometry in Geoarchaeology*. Springer-Verlag GmbH.

Shackley, M.S. 2011. An introduction to X-ray fluorescence (XRF) analysis in archaeology. In M.S. Shackley (Ed.), *X-ray fluorescence spectrometry (XRF) in geoarchaeology*. New York: Springer. 7-44

Shackley, M.S., 2012. Portable X-ray fluorescence spectrometry (pXRF): the good, the bad, and the ugly. *Archaeology Southwest Magazine* 26, 1–8.

Shackley, M.S., 2018. X-Ray Fluorescence Spectrometry (XRF). *The Encyclopedia of Archaeological Sciences* 1–5.

Speakman, R.J., Shackley, M.S., 2013. Silo science and portable XRF in archaeology: a response to Frahm. *Journal of Archaeological Science* 40, 1435–1443.

Solé, V.A., Papillon, E., Cotte, M., Walter, P., Susini, J. 2007. A multiplatform code for the analysis of energy-dispersive X-ray fluorescence spectra. *Spectrochimica Acta Part B: Atomic Spectroscopy*, 62(1): 63 – 68

Velliky, E.C., Barbieri, A., Porr, M., Conard, N.J., MacDonald, B.L., 2019. A preliminary study on ochre sources in Southwestern Germany and its potential for ochre provenance during the Upper Paleolithic. *Journal of Archaeological Science: Reports* 27, 101977.

Young, T., 2000. The Paviland ochres: characterisation and sourcing. Paviland Cave and the ‘Red Lady’. A definitive report, Wasp for SCARA: England 205–225.

Data citation

Chanteraud, C., Chalmin, E., Salomon, H., 2019. pixe_rich_iron_standards_dataset. <https://doi.org/10.6084/m9.figshare.9798431.v2>

Chanteraud, C., Jacq, K., 2019. matlab_script_pXRFdata. <https://doi.org/10.6084/m9.figshare.9791474.v1>

Chanteraud, C., Lebon, M., Chalmin, E., Monney, J., 2019. pXRF_standard_cave_dataset. doi.org/10.6084/m9.figshare.9791432.v1

Chanteraud, C., Lebon, M., Chalmin, E., Salomon, H., 2019. pXRF_standard_laboratory_dataset. doi.org/10.6084/m9.figshare.9791462.v2

Chanteraud, C., Lebon, M., Chalmin, E., Monney, J., 2019. pXRF_november_2017_grotte_aux_points_campaign_data. doi.org/10.6084/m9.figshare.9791405.v1

Chanteraud, C., Lebon, M., Chalmin, E., Monney, J., 2019. pXRF_april_2017_grotte_aux_points_campaign_data. doi.org/10.6084/m9.figshare.9791210.v1

Figure captions

Graphical abstract: Schematic overview of the approach used in our study

Figure 1: Lithologies of the blocks of colouring matter described in the text.

Figure 2: Morphologies of the pictorial matter on the cave walls and on flakes of rock: a) Red residue applied by tracing (coloured paste, block?) on the Ibex panel; b) Red residue near the pictorial matter on the Ibex panel; c) Patch of colouring matter on the Grands Signes panel, large area covered by a layer of colouring matter; d) Patch of colouring matter on flake s-eca-02.

Figure 3: Photographs of the Elio Xglab analysis system in the contactless analysis position: a) in the Galerie aux Points (PTS-14), b) in front of the Ibex panel (Cheval PTS-04) and c) in the hollow of the Niche aux Points (PTS-15).

Figure 4: A PCA of the spectra obtained from the bare walls showed that the relation between Ca and S was consistent with the presence of calcium sulphate. Component 1 (PC1) is the limestone signal, which explains 44.5% of the variance; component 2 (PC2) is the calcium sulphate signal, which explains 31.2% of the variance. The unusual shape of the Ca peak, which combines a co-variant and an anti-variant peak, highlights the presence of Ca in both mineral phases.

Figure 5: pXRF spectra for the pictorial matter analyses

Figure 6: PCA on the spectra obtained from the bare walls and from the colouring matter on the walls. Component 1 (PC1) is the limestone (Ca) signal, which explains 75.8% of the variance; component 2 (PC2) is the layer of colouring matter, which explains 20.9% of the variance. There is no clear distinction between analyses of the bare wall and of the layers of pictorial material.

Figure 7: PCA on the pXRF spectra obtained from blocks of colouring matter. Component 1 is the environmental signal and is characterised by peaks indicating the presence of K, Ca and Ti in calcite crusts, and of sediment on the surface of the colouring matter. S is present in a previously overlooked calcium sulphate alteration phase. Component 2 is iron, the colouring element in the blocks. Because iron is so predominant, it is not possible to detect elements associated with it. The PCA defined a tight cluster of blocks with high iron contents, whereas the other blocks are spread along a line defined by the environmental signal. The unusual shape of the Fe peak, which combines a co-variant and an anti-variant peak, highlights the presence of Fe in both mineral phases.

Figure 8: PCA on the pXRF normalised spectra obtained from blocks of colouring matter without calcite deposits. Component 1 is K and Ca. Component 2 is Si and Ti. The PCA

defined a tight cluster of blocks with a variety of lithologies (A, Av, and C) lying on the Ca signal line, whereas the other blocks are scattered across the plot.

Figure 9: Plots of the logarithms of element-iron ratios for (a) all elements, (b) major elements and (c) trace elements, measured by pXRF and ICP (certified or not) for the DR-N, BX-N and Bordezac reference standards. For all three standards, we found correlations between the pXRF element-iron ratios and ICP element-iron ratios for the major, minor and trace elements. Plots of the logarithms of the element-iron ratios for (d) all elements, (e) major elements and (f) trace elements obtained by PIXE and by ICP for the DR-N, BX-N and Bordezac standards.

Table 1: Summary of the in-situ analyses of the bare walls and of the paintings and drawings, carried out at the Grotte aux Points in 2017

Table 1b: Summary of the in-situ analyses of the bare walls and of the paintings and drawings, carried out at the Grotte aux Points in 2017

Table 2: Summary of pXRF analyses of cohesive colouring matter with the number of measurements performed

Table 3: Concentration of major and minor elements (% oxide) of the international standards DR-N, BX-N, and the Bordezac reference given by the CRPG (certified values, line 1), obtained by pXRF in the cave (line 2), obtained by pXRF in the laboratory (line 3), obtained by PIXE analysis (line 4). The deviation (delta) from the expected value (certified value) is given for pXRF in the cave (line 5), for pXRF in the laboratory (line 6) and for PIXED (line 7).

Table 3bis: Concentration of trace elements (ppm) of the international standards DR-N, BX-N, and the Bordezac reference given by the CRPG (certified values, line 1), obtained by pXRF in the cave (line 2), obtained by pXRF in the laboratory (line 3), obtained by PIXE analysis (line 4). The deviation (delta) from the expected value (certified value) is given for pXRF in the cave (line 5), for pXRF in the laboratory (line 6) and for PIXED (line 7).

Supplementary information

SI 1: Table of peak-area values extracted using PyMCA for calcite-crust-free blocks of colouring matter

SI 2.1: Summary of analysis points on the Ibexes panel

SI 2.2: Summary of analysis points on the Ibexes panel

SI 2.3: Summary of analysis points on the Ibexes panel

SI 2.4: Summary of analysis points on the Galerie aux Points panel

SI 2.5: Summary of analysis points on the Galerie aux Points panel

SI 2.6: Summary of analysis points on the Horse panel

SI 2.7: Summary of analysis points on the Bison panel

SI 2.8: Summary of analysis points on the Great Sign panel

SI 2.9: Summary of analysis points on the Great Sign panel

SI 2.10: Summary of analysis points on the Niche aux Points panel

Figure 1

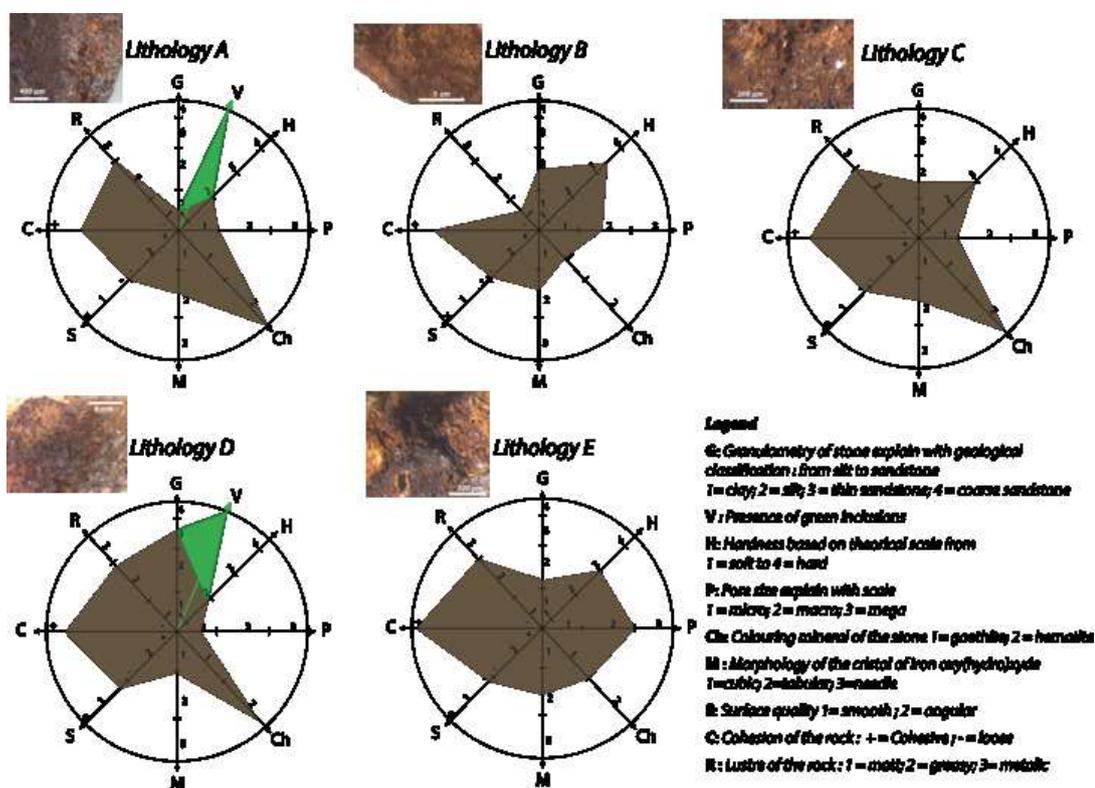
[Click here to access/download;Figure;figure1_f.png](#)


Figure 2

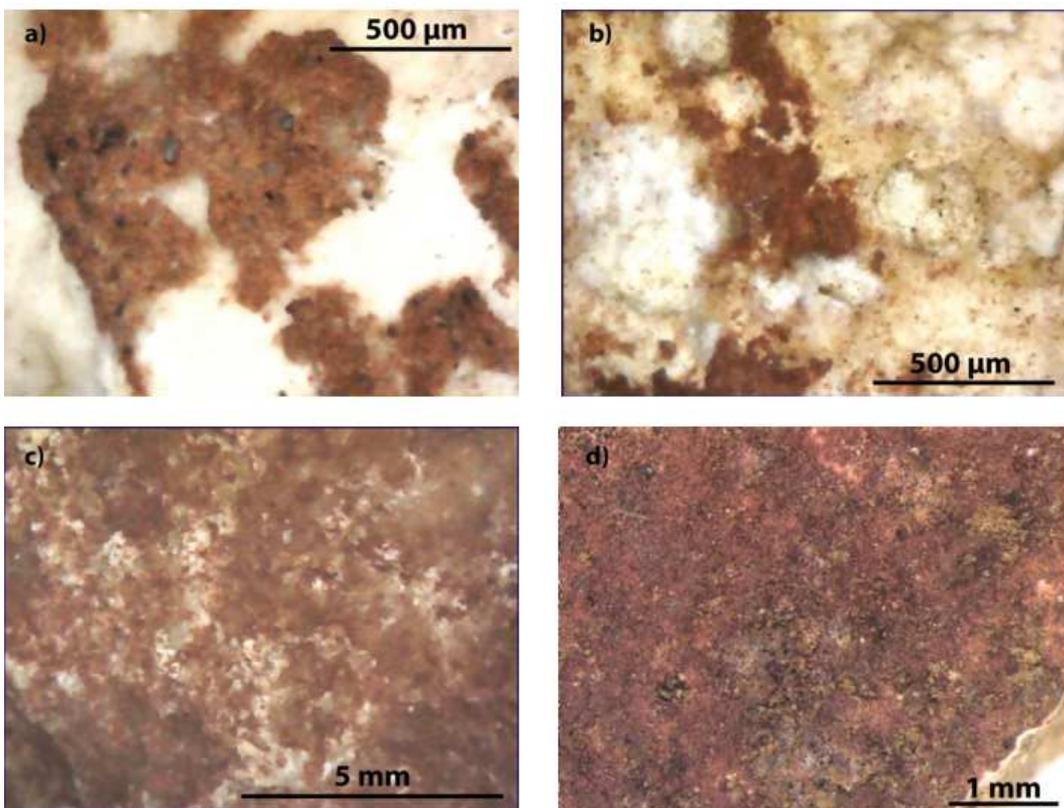
[Click here to access/download:Figure:figure2_f.png](#)

Figure 3

[Click here to access/download;Figure;figure3_f.png](#)

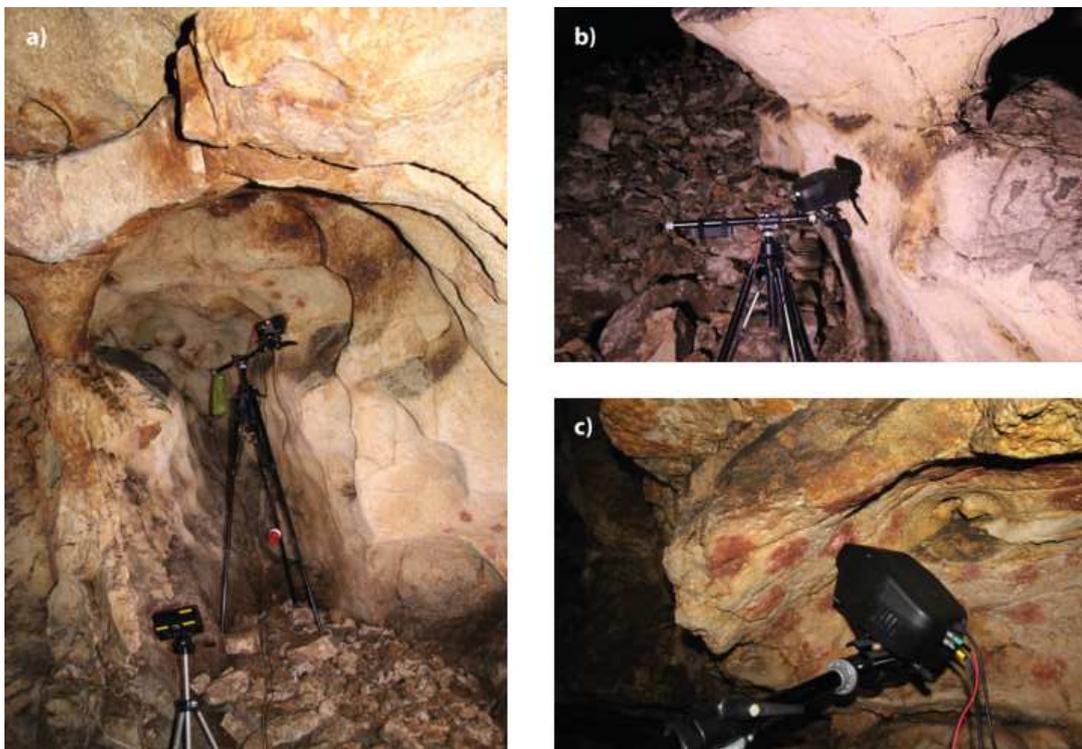


Figure 4

[Click here to access/download;Figure;figure4_f.png](#)

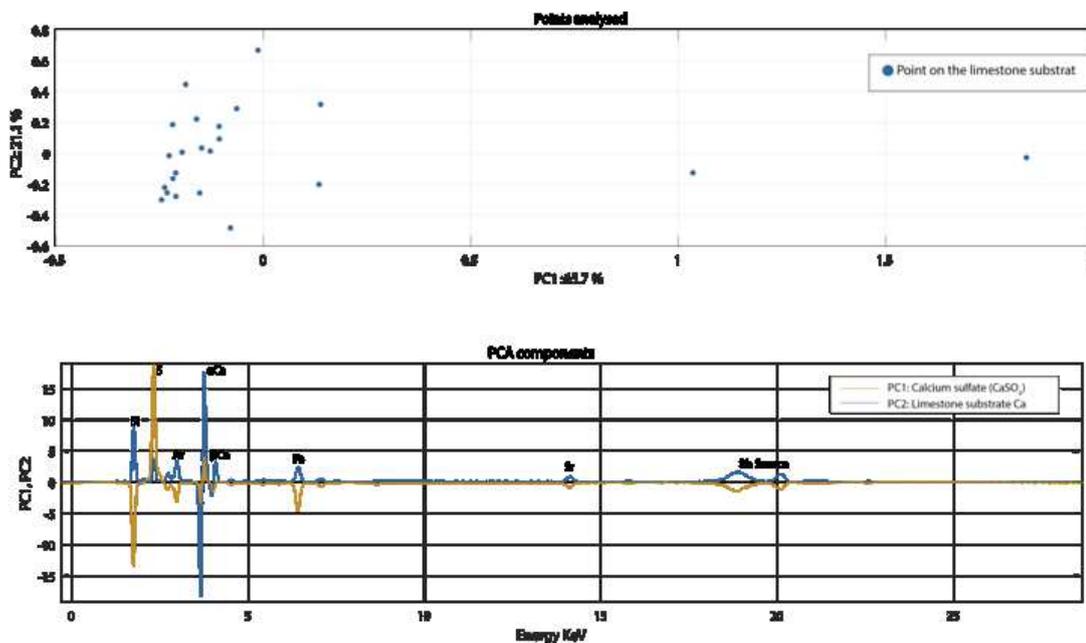


Figure 5

[Click here to access/download:Figure:figure5_f.png](#)

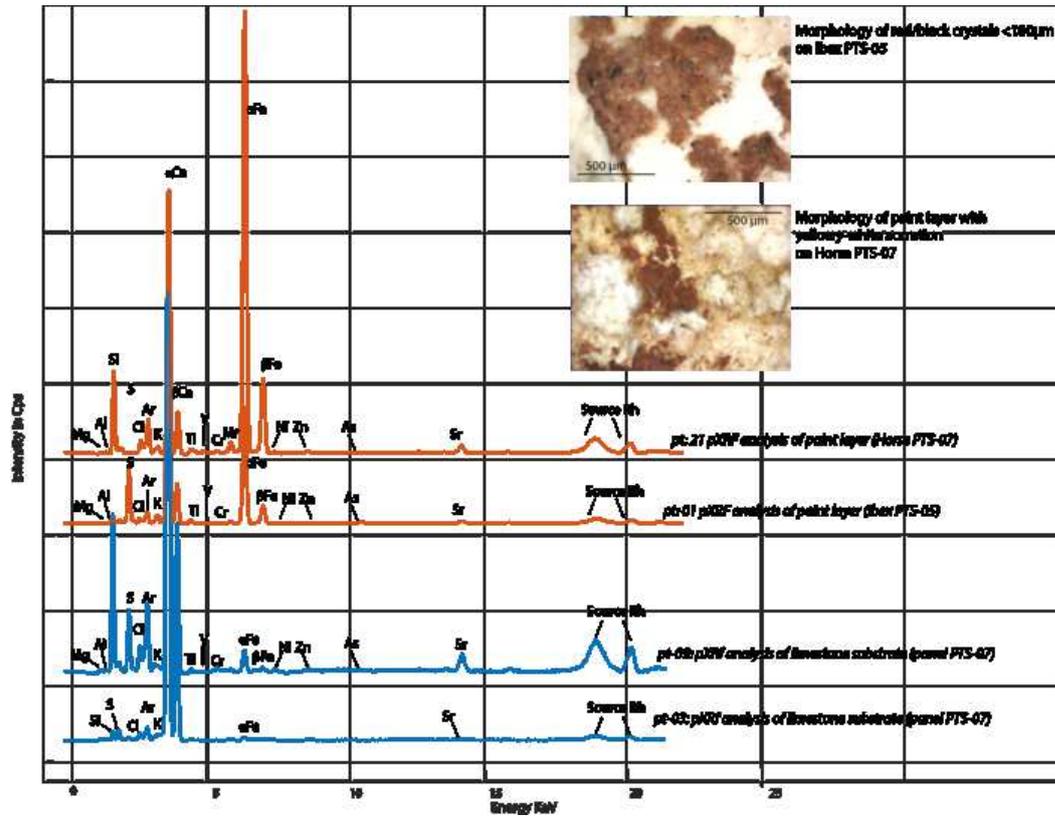


Figure 6

[Click here to access/download:Figure:figure6_f.png](#)

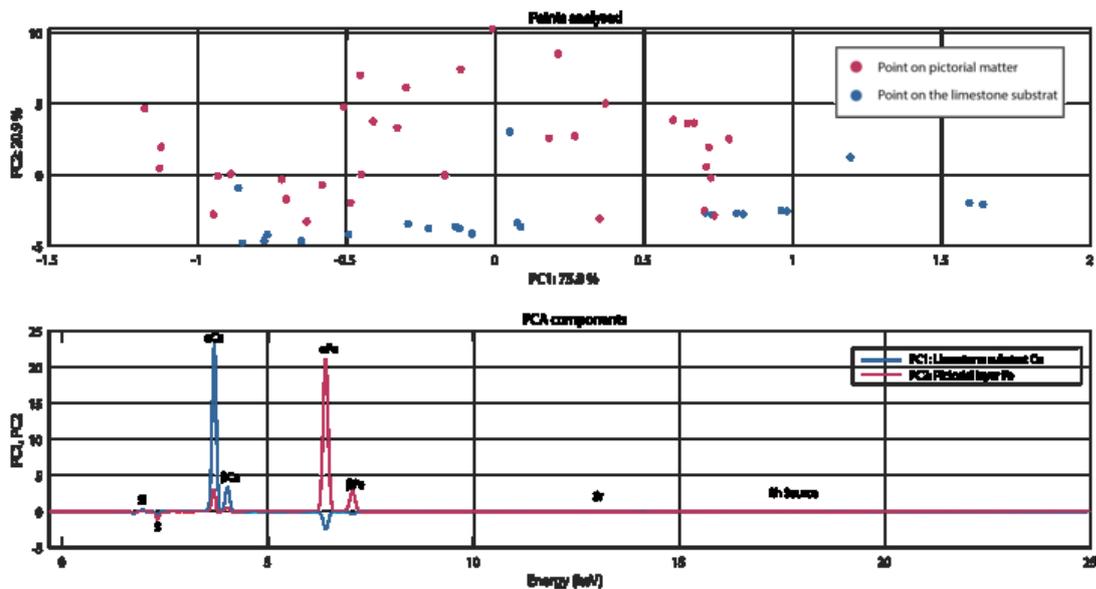


Figure 7

[Click here to access/download:Figure:figure7_f.png](#)

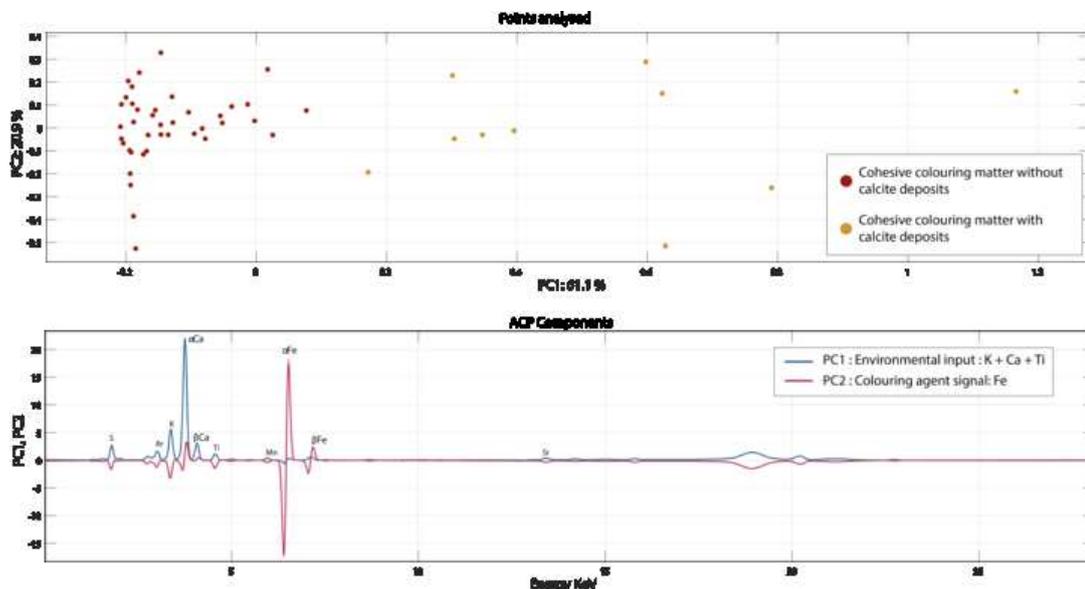


Figure 8

[Click here to access/download:Figure:figure8_f.png](#)

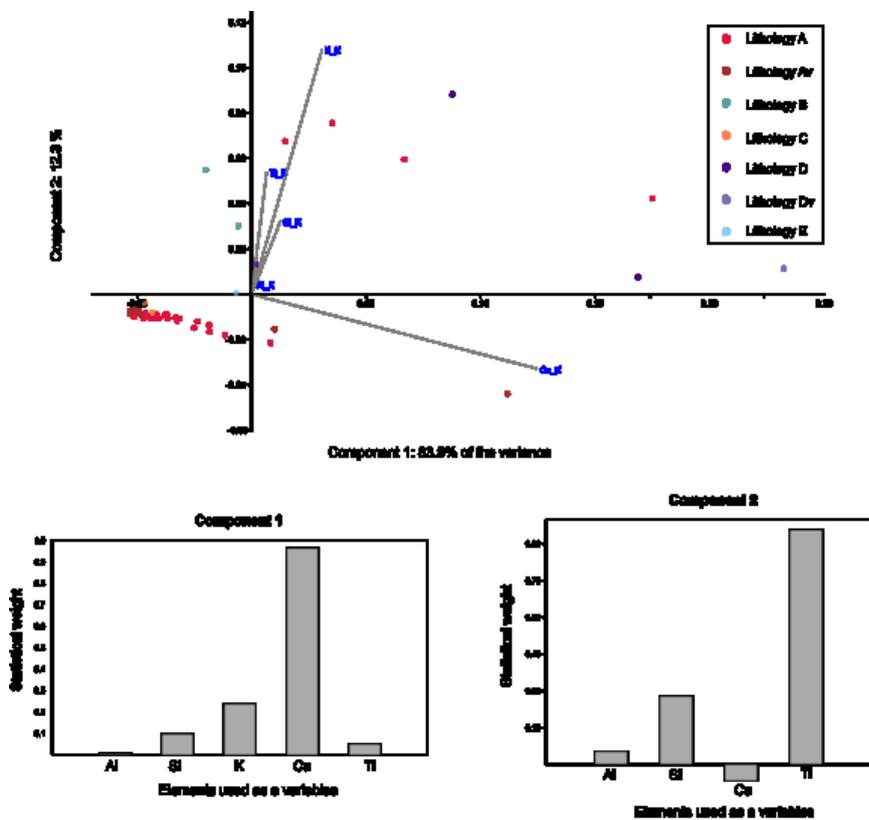
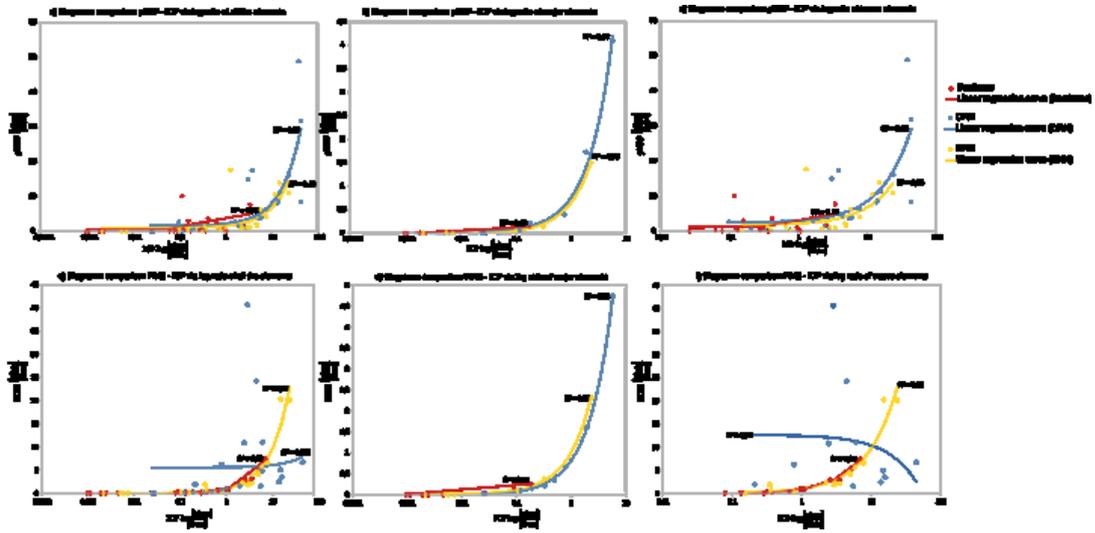


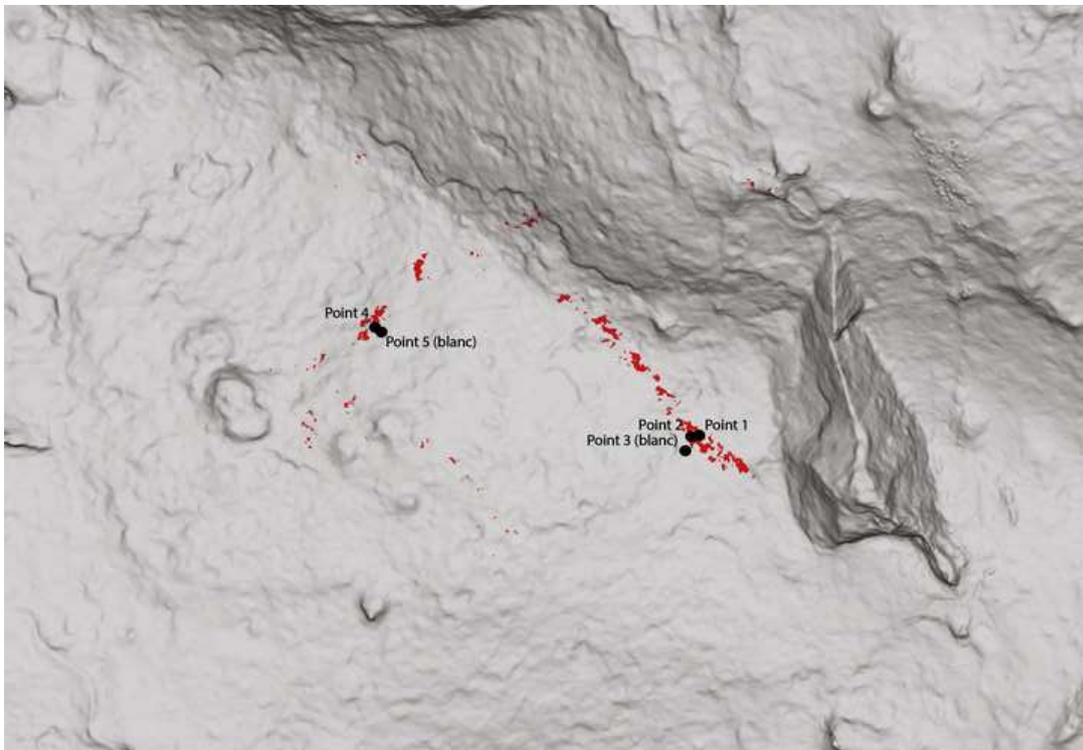
Figure 9

[Click here to access/download;Figure;figure9_f.png](#)

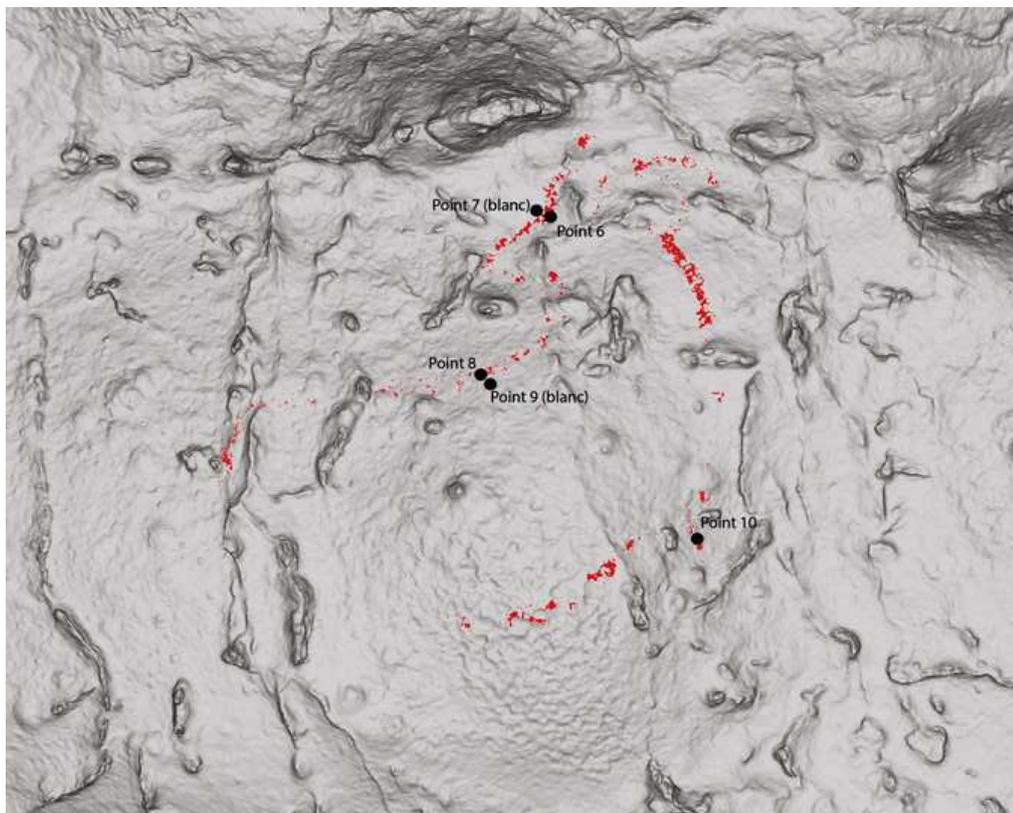


SI2.1

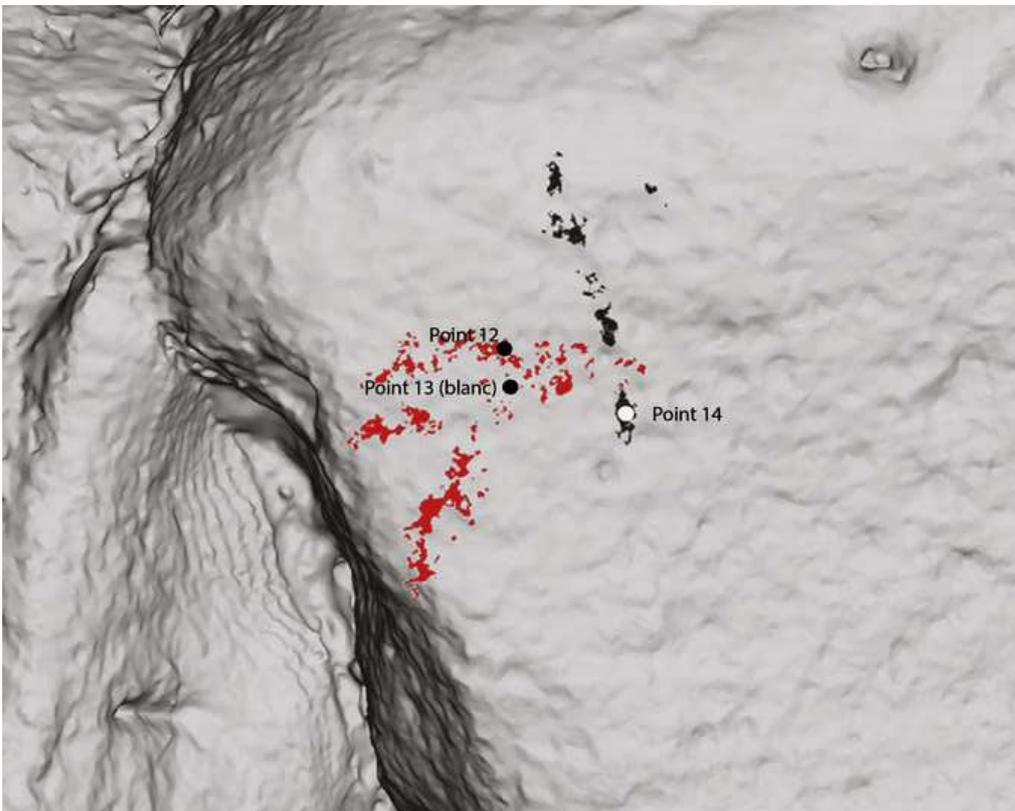
[Click here to access/download;Figure;SI2_1_Marque Bouquetin.png](#)



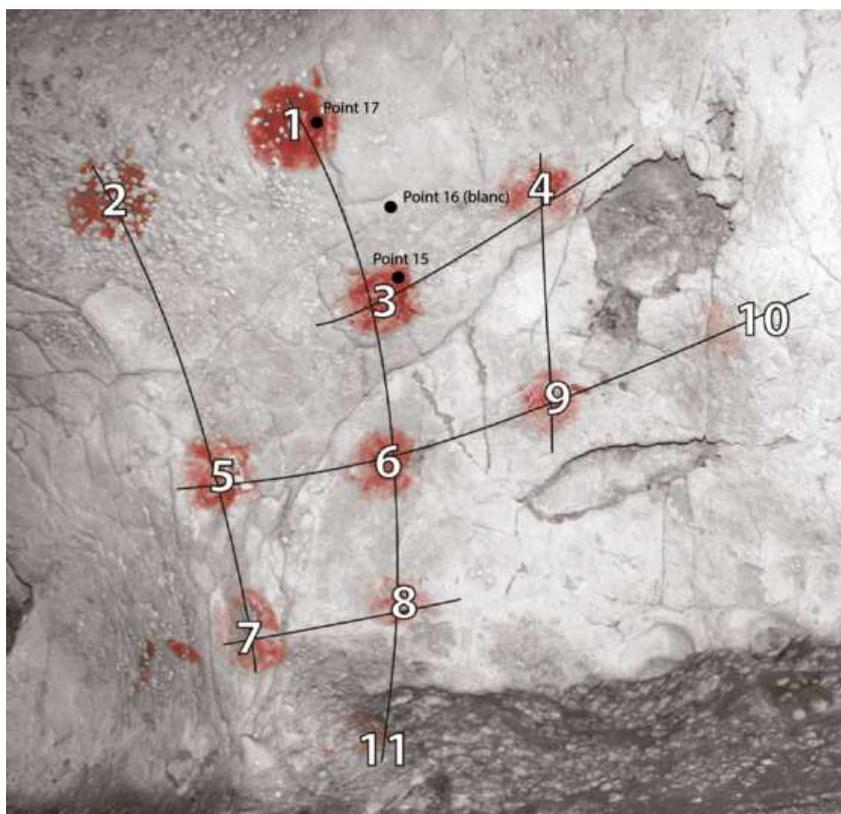
SI2.2

[Click here to access/download;Figure;SI2_2_Bouquetin.png](#)

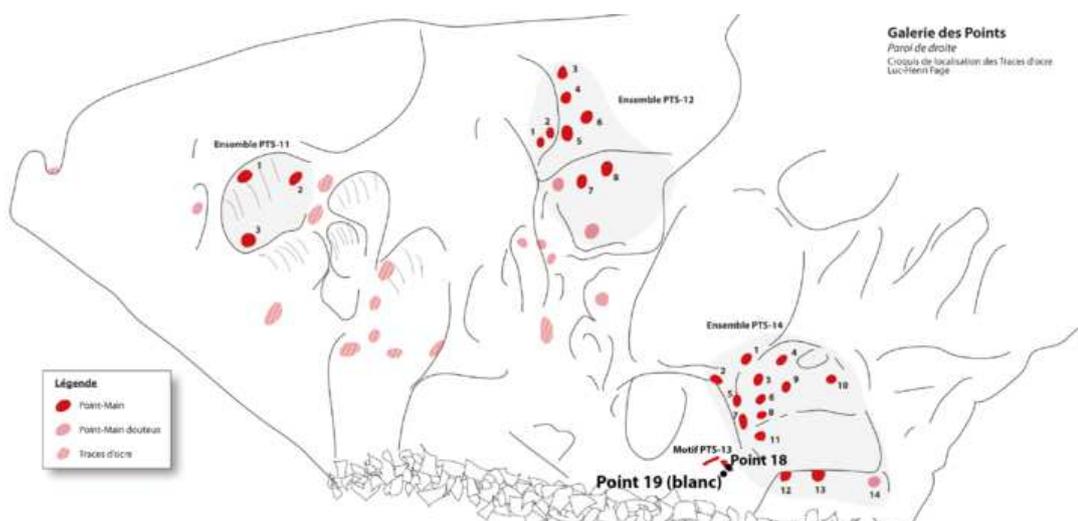
SI2.3

[Click here to access/download;Figure;SI2_3_Marque 2 Bouquetin.png](#)

SI2.4

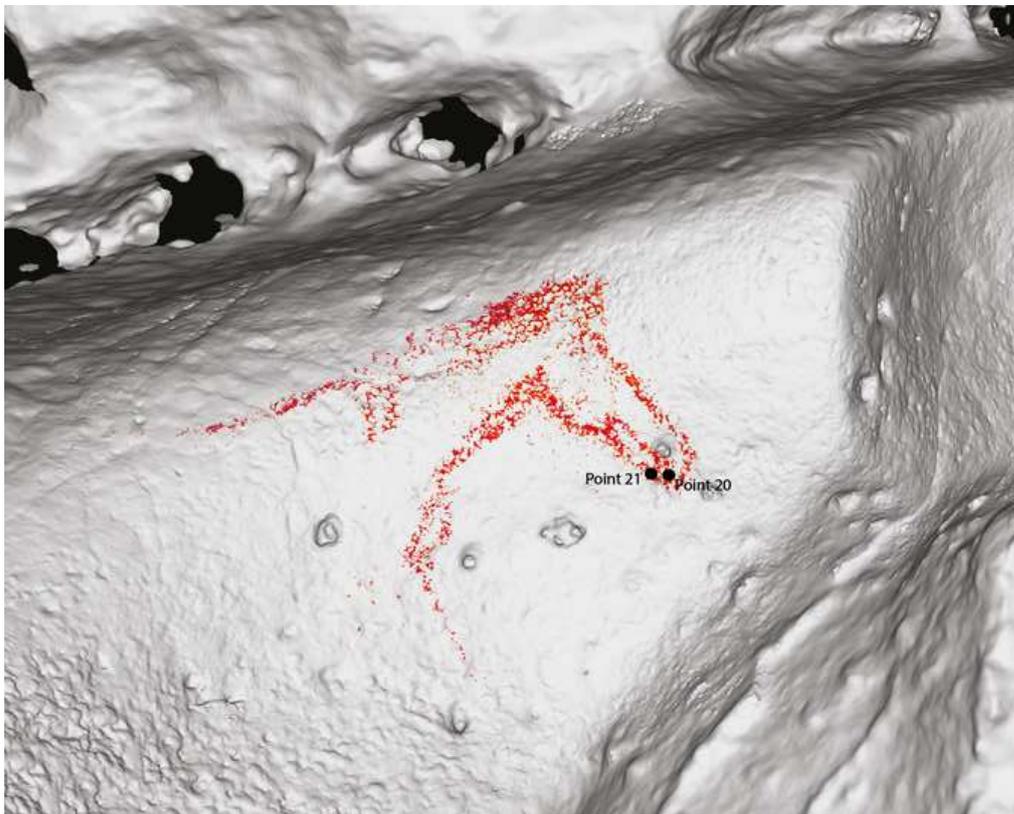
[Click here to access/download:Figure;SI2_4_Galerie aux Points.png](#)

SI2.5

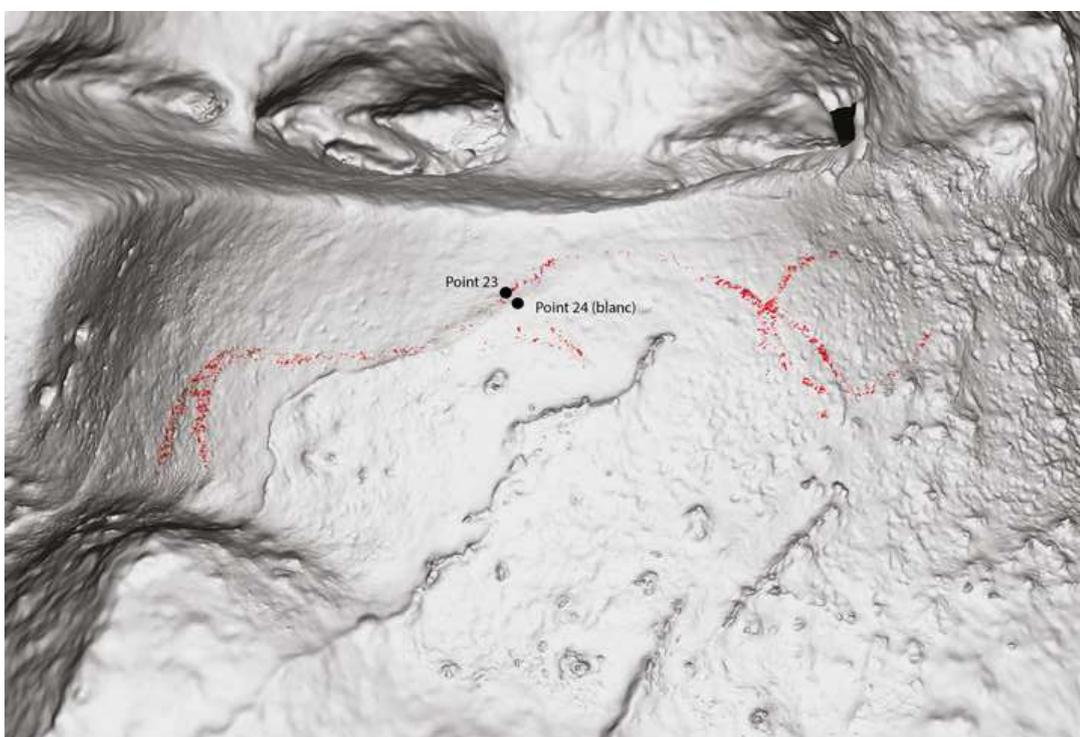
[Click here to access/download:Figure;SI2_5_Galerie aux Points.png](#)

SI2.6

[Click here to access/download;Figure;SI2_6_Cheval.png](#)



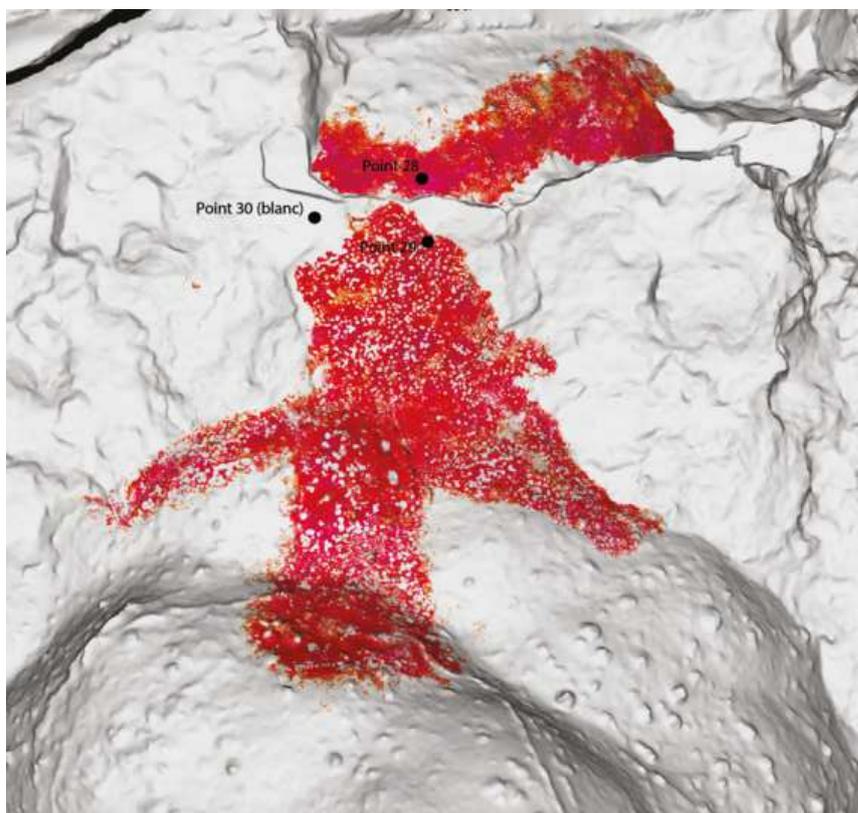
SI2.7

[Click here to access/download;Figure;SI2_7_Bison.png](#)

SI2.8

[Click here to access/download;Figure;SI2_8_Grand signe 1.png](#)

SI2.9

[Click here to access/download;Figure;SI2_9_Grand signe 2.png](#)

SI2.10

[Click here to access/download;Figure;renamed_6014b.png](#)



**ANNEXE 8 – A Geological Collection and Methodology for Tracing
the Provenance of Paleolithic Colouring Matter – *Journal of Lithic
Studies***

A Geological Collection and Methodology for Tracing the Provenance of Palaeolithic Colouring Matter

Hélène Salomon¹, Claire Chanteraud¹, Aurélie Chassin de Kergommeaux¹, Julien Monney¹, Jean-Victor Pradeau² & Émilie Chalmin¹

¹ Université Savoie Mont-Blanc, CNRS, EDYTEM, 5 bd de la Mer Caspienne, F-73376 Le Bourget du Lac cedex

² Rue Jean-Louis de Bons 9, 1006 Lausanne, Switzerland

Abstract

Although Prehistoric sites frequently contain numerous fragments and traces of many different kinds of colouring matter, scientific study of this type of archaeological remains began only recently. Such studies, aimed at determining how raw materials formed and altered over time, and how they were transported by the groups of humans who used them, are extremely valuable as they reveal shared strategies, that is, cultural traditions and the spaces in which they developed. The approach presented in this paper involved creating a collection of iron- and manganese-rich rocks and minerals and analysing their petrophysical, mineralogical and chemical characteristics. In order to go beyond descriptions based solely on colour and chemical composition, we describe the great variety of iron-rich materials that can be used to obtain colouring matter. This diversity in the formation and evolution of iron-rich materials must be taken into account when trying to understand past humans' choices of raw materials, their provenance and the anthropogenic and natural modifications they have undergone. We also describe criteria for recognising fragments of colouring matter during archaeological excavations, so these artefacts can take their place alongside other mineral resources in helping improve our understanding of past societies.

Keywords

Iron-rich materials; provenance; sourcing; circulation network; ochre; pigment; Palaeolithic; reference samples; petroarchaeology.

1. Introduction

Scholars have been interested in the utilisation of colouring matter since the earliest days of research into prehistoric cultures (e.g., [Lartet & Christy 1865-1875](#); [Rivière 1887: 196](#); [Mortillet & Mortillet 1900, p. 555](#); [Moissan 1902, 1903](#)), but studies of this category of archaeological remains from the perspective of *chaînes opératoires* began only about a decade ago. Colouring matter is often referred to as “ochre”, a term with a multitude of sometimes contrasting meanings that has been applied to everything from black pigments derived from manganese-rich materials to the reds, oranges and yellows obtained from iron-rich substances. This lack of precision can be attributed partly to the word's roots in the Greek *ókhra*, from *ókhros*, which simply means pale, haggard or wan. Another, perhaps more important, explanation for ochre's widely divergent, almost antithetical meanings, is the fact that it has long been used interchangeably to refer to colour, colouring matter and raw material ([Triat 2010](#); [Salomon 2009](#); [Tromeur 1998](#)). This lexical vacillation is omnipresent, but it means the term ochre provides little information about either the colour (yellow, orange, red, brown, light, dark, etc.) or the material (in its natural state or transformed by humans, pigmentaceous minerals, rocks rich in pigmentaceous minerals).

In addition, colouring matter occurs in numerous forms, ranging from blocks and fragments, either in their natural state or modified by human actions, to its most common form: small flakes or powders, in varying states of preservation. Powders are found mixed into sediment, daubed on rock walls and applied to the surfaces of all types of artefact, including knapped and unknapped stone tools, tools made from hard animal tissue, body ornaments, portable art pieces, and, in some funerary contexts, on skeletons. Nevertheless, despite the wide occurrence of colouring matter, scholars have only recently begun investigating its provenance and production. As for siliceous matter and shells, studies of colouring matter can provide insights into the journeys undertaken by past humans and thereby throw light onto patterns of movement and even the distribution of groups of people within a geographical area.

The first step in understanding Palaeolithic supply strategies, the exploitation of colouring matter, where it was used, and the individual and collaborative effort invested in the technological and value systems involved is to identify the different raw materials available in the environment and the characteristics they acquired as they evolved. By analysing raw material exploitation methods, technological possibilities and constraints, and individual and collective skills, it is possible to determine shared strategies and knowledge, and technical practices and cultural values. Identifying the sources and characteristics of the resources used is fundamental to understanding *chaînes opératoires* and provides insights into the choices the resources' users made and the links between sequences (procurement, technical transformation, utilisation).

A collaborative research project called *Pigmentoθήque*, led by Emilie Chalmin and H  l  ne Salomon (Auvergne-Rh  ne-Alpes Regional Council Department of Cultural Affairs), was set up to address these issues. This paper describes the methodological framework drawn up for the *Pigmentoθήque*'s research and presents the project's collection of iron- and manganese-rich rocks in order to show how this approach can be used to investigate ferruginous-matter procurement strategies.

2. The issue of provenance: of territories and materials

2.1. Colouring raw materials and territory

Prehistoric territories are defined by identifying cultural groups with codes and norms founded on shared knowledge (Aubry 2005: 3; Bon 2009: 250). Although the notion of territory differs from one discipline to another, prehistoric archaeologists consider a territory to be a culturally occupied space (recognized by groups that live within the space) that is exploited economically and where culture, rituals and socially-constructed and material resources are handed down from generation to generation (Binford 1979: 259; Godelier 1984: 101-115; Godelier 1986: 90-102; Godelier 2009: 97). By ensuring access to mineral and living resources, groups of humans staked out territories that were constructed and deconstructed over time and which can be seen as networks of places made of relationships between materials, humans, settlements and movements (Binford 1980; Bon 2009: 254; Delvigne *et al. in press*; Gould & Saggers 1985). Hence, studies of prehistoric societies are based on recognising systems for exploiting resources within networks of places (e.g., between several human settlements, mineral deposits, rock art sites; Bourdier 2013; Monney 2012).

The few ethno-historical and ethnographic documents that mention the procurement of colouring materials (mostly red) tell of how costly such expeditions were for human groups, whether because of the difficulty of the journeys (long, dangerous), the exchanges of goods that took place during them, or the sometimes violent contacts with other groups that held sovereignty over the resources being sought. Jones (1884) recounts the quest of "ochre seekers" in Australia, small

groups separated from their tribe that travelled up to 1,000 km across adversaries' territories, paying rights of way and obeying the access rules and codes needed to obtain a red material (called "ochre") that was considered sacred and known for its quality. Other scholars have described similar expeditions by the OvaHimba in Namibia (Rifkin 2012) and by various hunter-gatherers in North America (Kenyon 1980). But these epic journeys are unlikely to be the rule. Because the subject of how nomads obtained the colouring raw materials they needed has rarely been addressed, it is the most surprising practices that have grabbed the attention of observers, who have described these practices without specifically considering the material being sought. Thus, cases of collecting materials close to dwellings may not have been described. Moreover, it is control over socially constructed and material resources, not the distances travelled, that define living spaces and frequented places (Godelier 1984: 105-106; 1986: 93-94).

2.2. History of research on the provenance of colouring matter used during the Palaeolithic

Unlike the provenance of the siliceous raw materials used to make tools, which has been studied since the earliest days of prehistoric research (Damour 1865), the geological and geographical origins of the raw colouring matter found in prehistoric settlements and rock art sites has only recently attracted the interest of researchers. Because prehistorians' interest in colouring matter initially focused on authenticating, conserving and producing replicas of decorated caves (Moissan 1902; 1903; Courty 1902; then Couraud & Laming-Emperaire 1979 at Lascaux; Cabrera-Garido 1978 at Altamira), it was not until the 1980s and 1990s that scholars began paying attention to colouring matter and coloured materials in contexts without proven rock art (Lower and Middle Palaeolithic, settlements; Audouin et Plisson 1982; Beyries & Inizan 1982; Beyries & Walter 1996; Couraud 1983, 1991; Demars 1992; Onoratini 1985; San Juan 1990). The scientific value of these remains has now been generally accepted, following a multitude of studies aimed at analysing and characterising the vast corpus of cohesive colouring matter that has retained its petrographic structure, whether it is raw or mechanically processed, rather than pigments applied to tools, portable art objects or rock walls (Beck 2012; Billard et al. 2015; 2016; Dayet 2012; Pradeau et al. 2014; Pradeau 2015; Regert 1995; Salomon 2003; 2004; 2009;). To date, these studies have tended to adopt a site-centred approach, focusing on an area around a specific archaeological site. Pradeau's (2015) systematic study of certain types of ferruginous rocks is a notable exception to this rule.

In addition, most studies have focused on chemical and mineralogical analyses of colouring materials, especially elemental analyses (see Salomon et al. 2016, for a summary), and neglected the rocks' petrographic characteristics. However, elemental analyses alone rarely provide sufficient information to confidently attribute an archaeological object to a geological formation or a source (Beck et al. 2012; Dayet et al. 2015; Eiselt et al. 2011; Goemaere et al. 2016a; 2016b; Pradeau 2015; Pradeau et al. 2016; Salomon et al. 2014, Salomon et al. 2016). Hence, geochemical and mineralogical analyses must be combined with petrographic analyses, which can throw light onto how materials have evolved, both chemically and physically, between their formation and their discovery at an archaeological site. Comprehending the multiplicity of these rocks and minerals, taking into account both the great diversity of processes by which they formed and evolved and the variability that occurs within deposits, is a prerequisite for determining the source of a sample of colouring matter. The present paper helps meet this need by providing brief descriptions of the materials used as colouring matter and the main settings in which they formed.

2.3. Rocks and minerals used as colouring matter during the Palaeolithic

Materials used as colouring matter contain a mineral pigment that, when reduced to a powder, can give its colour to other materials, either by masking the initial colour or by blending with the substrate (Pradeau 2015: 35-36). The colouring materials used during the Palaeolithic were derived from a wide variety of rocks (Onoratini 1985), most of which were composed of or coloured by iron ox(hydrox)ides (reds, browns, oranges, purples, blacks,) or manganese ox(hydrox)ides (browns and blacks). Such rocks form in many different settings. Hematite (Fe_2O_3 , red to violet) often occurs in association with goethite (FeO-OH , yellow to brown) and with mixtures of other iron ox(hydrox)ides showing greater-or-lesser degrees of hydration and crystallisation (formerly called limonite) (Cornell & Schwertmann 2003). Manganese oxides and hydroxides (blacks), either pure or containing barium and other cations, are components of many minerals (Chalmin 2003).

Although Palaeolithic humans used only a small number of colours, they occur in a wide range of shades due to differences in the crystallinity, granulometry and relative proportions of each mineral, mixing with different mineral phases within a rock, and the rock's porosity (Routhier 1963; Triat 2010; Cornell & Schwertmann 2003; Salomon *et al.* 2019). Ochre is often used to designate all colouring materials that are rich in iron (or manganese) ox(hydrox)ides (or kaolin in some cases), whatever their colour (Brooks *et al.* 2018; David *et al.* 2019; Mackay & Welz 2008; Watts 2002; Wreschner 1980). Other authors describe these materials more precisely as natural mixes of clay minerals and iron ox(hydrox)ides, possibly containing quartz (Bar-Yosef-Mayer *et al.* 2009; Cavallo *et al.* 2017; Cuenca-Solana *et al.* 2016; d'Errico *et al.* 2010; 2012; Dayet 2017; Eisel *et al.* 2011; Glavenchuk 2012; Henshilwood *et al.* 2009; Henshilwood *et al.* 2011; Hodgskiss & Wadley 2017; Hovers *et al.* 2003; Iriarte *et al.* 2009; MacDonald *et al.* 2018; Popelka-Filcoff & Charrison 2012; Rifkin 2012; Rosso *et al.* 2014; Sajó *et al.* 2015; Velliky *et al.* 2018; Wadley 2013; Zipkin *et al.* 2017). However, the settings in which pigmentaceous materials formed, whether sedimentary (marine, continental, regolithic) or associated with magmatic, metamorphic or hydrothermal activity, vary greatly and thereby produce different mineral suites (Blot 2002; 2004; Denayer 2016; Jébrak & Marcoux 2008; Rossi & Gasquet 2014). This is why the term ochre is no more suitable as a general term for all iron-rich pigmentaceous materials than as a description of their colour. Hence, ochre should not be used in place of more precise terms, especially because the great genetic and evolutionary variety of pigmentaceous materials makes them excellent geomarkers (Blot 2004; Dayet *et al.* 2017; Denayer 2016; Goemaere *et al.* 2016c; Jébrak & Marcoux 2008; Pradeau *et al.* 2016; Rossi & Gasquet 2014; Thiry *et al.* 2006), as this paper aims to show in the case of ferruginous materials.

Iron-rich formations can be classified into three main types according to the source of the iron and the segregation process to which it has been subjected.

2.3.1. Type I: Sedimentary iron formations (Figure 1 n°1) contain iron that was deposited at the same time as the sediment or that was mobilised during diagenesis (Denayer 2016; Jébrak & Marcoux 2008; Rossi & Gasquet 2014).

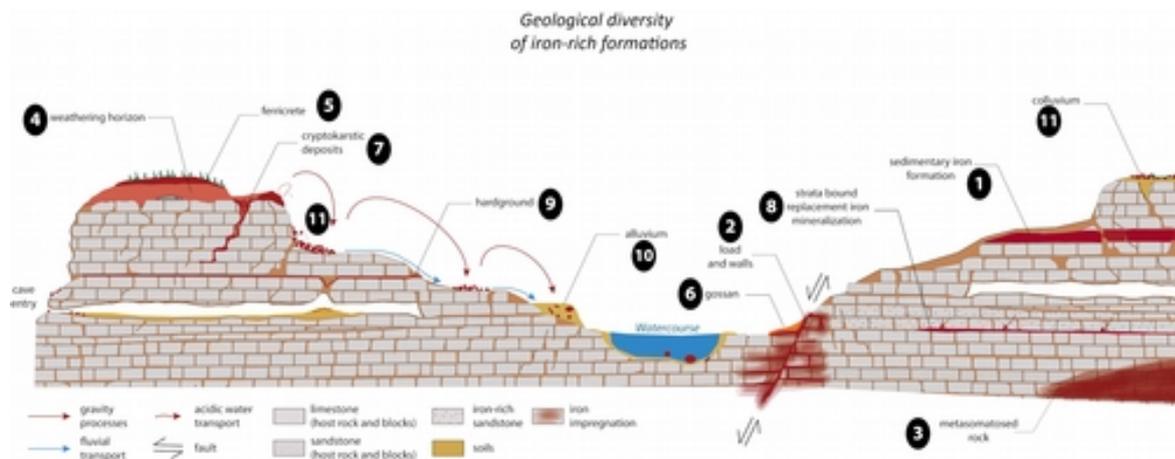


Figure 1: Diversity of iron formations and evolution of deposits. Without attempting to be comprehensive, this diagram shows the main types of formation and most important weathering processes, in order to illustrate the idea of an evolutionary chain (Fernandes & Raynal 2006). Diagram: C. Chanteraud and A. Chassin de Kergommeaux, modified after Chanteraud 2020.

Banded-iron formations (BIFs) are Precambrian rocks formed by the chemical precipitation of iron and silica. They consist of alternating layers of iron oxides (hematite or magnetite, often black or silver) and red cherts, sometimes interbedded with calcareous shales (Figure 2 a-b), although they may also contain iron carbonates (siderite), silicates (greenalite or minnesotaite) or sulphides (pyrite). BIFs are the source of most of the world's commercially exploited iron ore, with particularly large deposits in Australia, Canada and Africa (Cornell & Schwertmann 2003; Jébrak & Marcoux 2008; Robb 2005).

Oolitic ironstones (Figure 2 c-d) are sedimentary rocks containing iron derived from continental weathering. Most oolitic ironstones formed during the Phanerozoic. They frequently occur as red-to-brown, oolite-rich lenticular bodies interbedded with calcareous, clayey or sandy rocks that were deposited in shallow marine environments or, very rarely, lakes (Cornell & Schwertmann 2003; Denayer 2016; Dreesen *et al.* 2016; Robb 2005). Oolitic ironstones are composed of iron-rich ooids, which are small (less than 2 mm in diameter), concentric layered spheroidal grains that form around a nucleus, which may be a mineral grain, bioclast or lithoclast. The layers or the nuclei (or both) are made of iron ox(hydrox)ide (goethite, hematite), iron carbonate (siderite), iron silicate (berthierine) or iron chlorite (chamosite). Oolitic ironstones are divided into two types — called Clinton and Minette — on the basis of their composition and how they formed (Dreesen *et al.* 2016; Evans 1993). For example, in Europe, Clinton-type oolitic ironstones formed during the Ordovician (e.g., in Normandy, France, Goemaere *et al.* 2016c; Dreesen *et al.* 2011), during the Devonian (e.g., in southern Belgium and in the Eifel Mountains of Germany, Billard *et al.* 2016; Goemaere *et al.* 2016c; Dreesen *et al.* 2016; Denayer *et al.* 2016; Figure 2 c-d), during the Hettangian (e.g., in the Ardèche, France, Cayeux 1909), and during the Toarcian (e.g., in the Aveyron and Deux-Sèvres, France; deposits include ferruginous oolites with ferruginised ammonites, often called *Ammonitico Rosso*, Galbrun *et al.* 1994). Minette-type deposits formed during the Upper Bajocian (e.g., in Normandy, Pavia *et al.* 2015) and during the Aalenian and Bajocian (e.g. in Lorraine, France, and in Luxembourg, Waterlot *et al.* 1973; Dreesen *et al.* 2016).

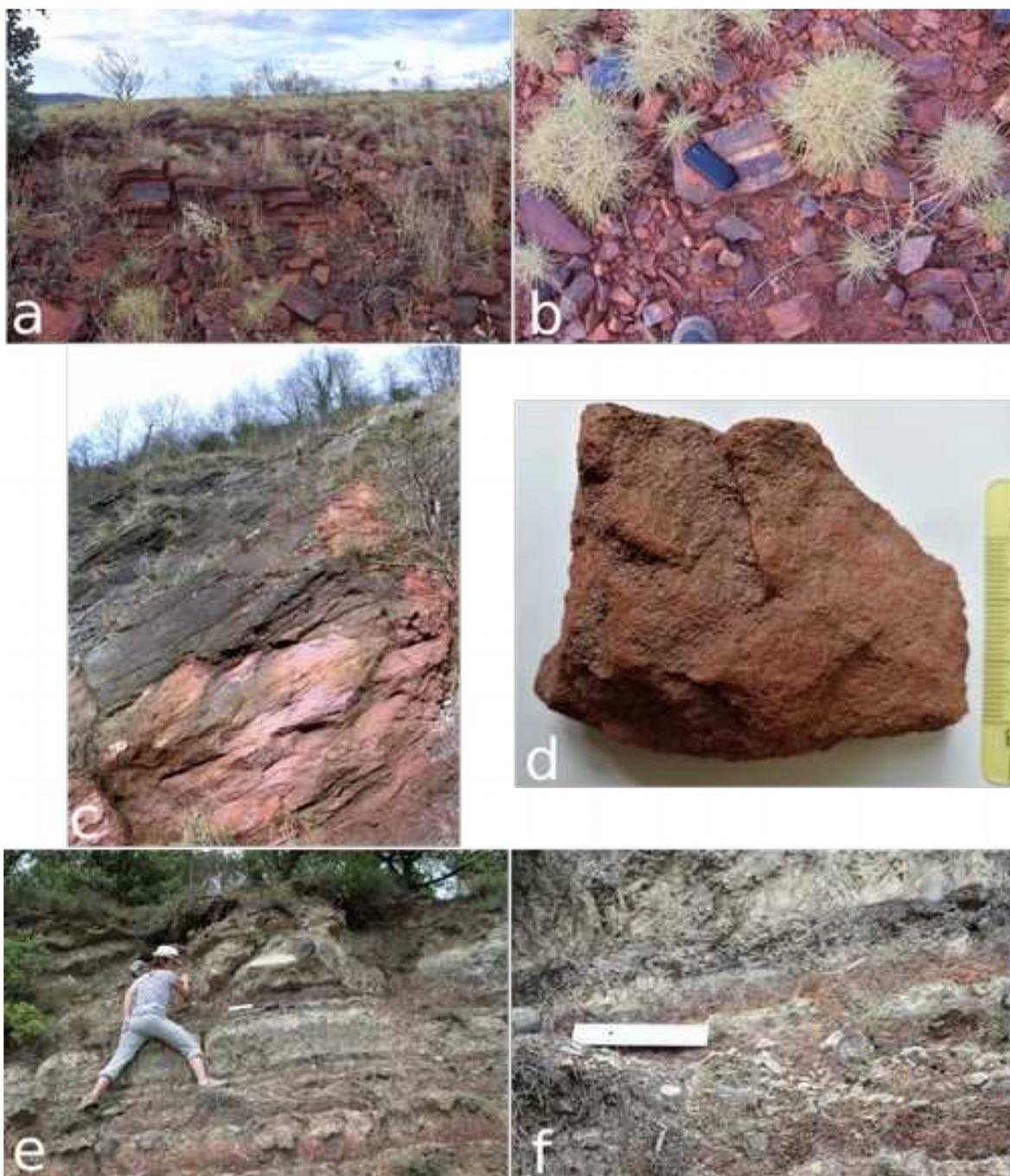


Figure 2: a-b) Banded Iron Formation, Rio Tinto's Marandoo mine, Western Australia, c-d) Oolitic ironstone interbedded between Frasnian and Lower Famennian shales, Huy, Belgium, e-f) Lias ferruginous marl interbedded with limestone, Molière, France. Photos: a & b: A. Chassin de Kergommeaux, c to f: H. Salomon.

Ferruginous marls, mudstones, siltstones and sandstones (Figure 2 e-f) are red or yellow, continental or marine sedimentary formations, most of which formed during the Upper Palaeozoic, Lower Mesozoic or Upper Cenozoic. These formations stand out clearly in the landscape. The iron, which may be of detrital or diagenetic origin, permeates the sediment and cements the grains. Diagenetic, authigenic and automorphic iron ox(hydrox)ides form by the

oxidation of pre-existing minerals such as magnetite, biotite and ilmenite, or by the pseudomorphosis of goethite, biotite or pyrite (Cornell & Schwertmann 2003; Vinchon 1984).

Iron ox(hydrox)ide-rich matter also forms in other, more localised, mostly continental sedimentary formations. Bog iron stones (Denayer *et al.* 2011; Thelemann *et al.* 2017) are recent or sub-recent deposits that form in northern-hemisphere lakes and marshes when oxidation-reduction reactions result in iron precipitating out of iron-rich waters (Stanton 1972).

2.3.2. Type II: Formations associated with mineralisation processes are mostly of hydrothermal origin. They are most frequently deposited as veins when minerals precipitate from hot aqueous fluids as they percolate through discontinuities in the rock (joints, faults, Figure 1 n°2 & Figure 3 a-d). Some syndiagenetic deposits are stratified. Iron in these mineralisation deposits is often associated with lead, zinc, silver, antimony, barium, gold, copper, etc. (Blot *et al.* 2002; Jébrak & Marcoux 2008; Kholodov *et al.* 2012; Rossi & Gasquet 2014). Deposits are of limited geographical extent, measured in hundreds of metres, and geological maps do not always show their presence unless they are known to have been mined. In which case, maps tend to show the material extracted, rather than mineral composition of the ore body.

Mineralisation processes can form many different types of metallic body (shape and composition), including iron-lead-zinc deposits and iron oxide-copper-gold (IOCG) deposits, which are composed mostly of iron oxides and sulphides (Rossi & Gasquet 2014). Contact metamorphism processes allow mineralising fluids to penetrate the surrounding wall rock to a depth of a few centimetres (Figure 1 n°2).

In addition, metasomatism, either by percolating fluids or by solid-state diffusion, can result in rocks being permeated, to a greater or lesser extent, by iron oxides (e.g., the ferruginous limestones at Pierremorte, Gard, France, Figure 1 n°3 & Figure 3 e-f). Iron may be derived either from outside sources or from minerals within the surrounding rock (Jébrak & Marcoux 2008).

Ferruginous springs (Denayer 2011) bring to the surface mobile iron, which then oxidises and precipitates to form crusts. Bacteria contribute to the oxidation and mineralisation of iron present in high concentrations in the water (James & Ferris 2004; Mustoe 1981).

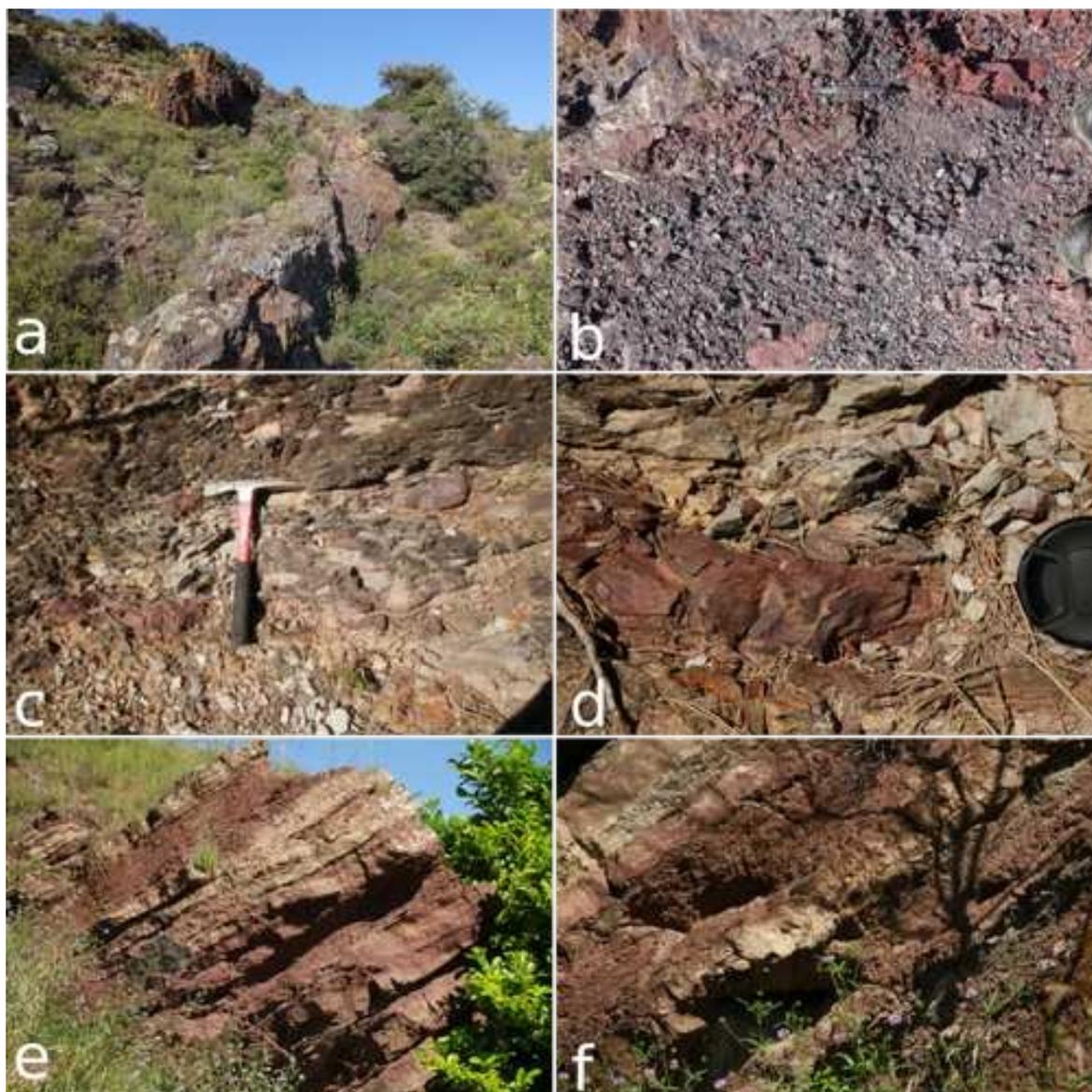


Figure 3: a-b) Hematite-quartz hydrothermal vein (contact between Upper Trias marl-gypsum and various Lower Jurassic carbonate formations), Lesquerde, France, c-d) Hematite hydrothermal vein in arkosic sandstone (Trias), Bordezac, France, e-f) Stratiform hematite vein and metasomatism in Calovian limestone, Pierremorte, France. Photos: H. Salomon.

2.3.3. Type III: Formations containing concentrations of iron liberated by the continental weathering of pre-existing rocks are common. This process, outlined below, is particularly favoured by warm, humid climates (Beauvais & Colin 1993; Triat 2010; Kholodov *et al.* 2012; Widdowson 2007):

- 1- Leaching of soils and rocks by percolating rainwater, biological activity and hydrolysis;
- 2- Dissolution of iron-rich minerals (glauconite, pyrite, chlorite, phyllosilicates, etc.) and transport of the liberated iron ions;

3- Deposition, concentration and trapping of iron when Eh/pH conditions change due to contact with either carbonate rocks (limestone, dolomite) or different lithologies, and precipitation of iron in the form of sulphides and carbonates, which then oxidise (goethite, hematite).

These processes give rise to formations composed of successive leached and iron-enriched horizons, with iron-rich hardpans, ferricretes, duricrusts or ferricrusts, layers of iron ox(hydrox)ide-rich pisolites and lithoclasts, ferruginous-clay horizons and horizons containing fragments of weathered parent rock (Figure 4).

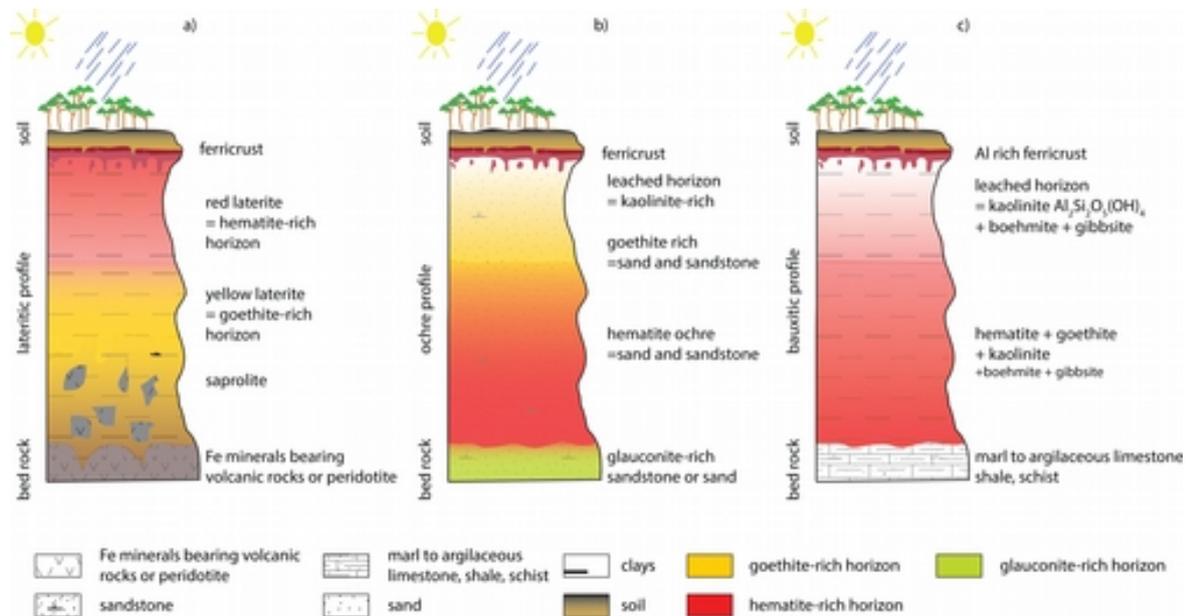


Figure 4: Weathering profiles: a) laterite, b) ochre, c) bauxite. Diagrams: A. Chassin de Kergommeaux (after Coquinot & Salomon 2013; Triat 2010).

2.3.3.1. TYPE III A: Weathering profiles (Triat 2010: Fig. 10 p.123): often referred to generically as laterites, alterites or ferralitic soils (Figure 5a-b).

- In-situ weathered horizons (alterite) (Beauvais & Colin 1993 ; Gourdon-Platel *et al.* 2000) occur when the weathered material conserves the architecture of the parent rock. These horizons generally contain fragments of the parent rock mixed with inherited minerals, newly formed minerals, including iron ox(hydrox)ides, and various types of concretion (Lozet & Mathieu 2002).

- Ferricrete, also known as iron duricrust, ferricrust or hardpan, occurs within well-developed weathering profiles (Figure 1 n°4, Figure 4, Figure 5c-d; Widdowson 2007).

- Laterite (Figure 4a) is formed by the surface weathering of iron- and manganese-rich igneous rocks under wet tropical or equatorial conditions, which are conducive to intense chemical weathering. Lateritic soil profiles are characterised by alternating aluminium-rich (in the form of gibbsite and kaolinite) and iron-rich (in the form of iron oxides and iron hydroxides) horizons, with basal horizons containing numerous fragments of the parent rock (saprolite). Laterites subject to alternating wet and dry conditions are capped by an iron duricrust (Beauvais & Colin 1993; Beauvais 1999; Lozet & Mathieu 2002; Petersen 1971; Triat 2010).

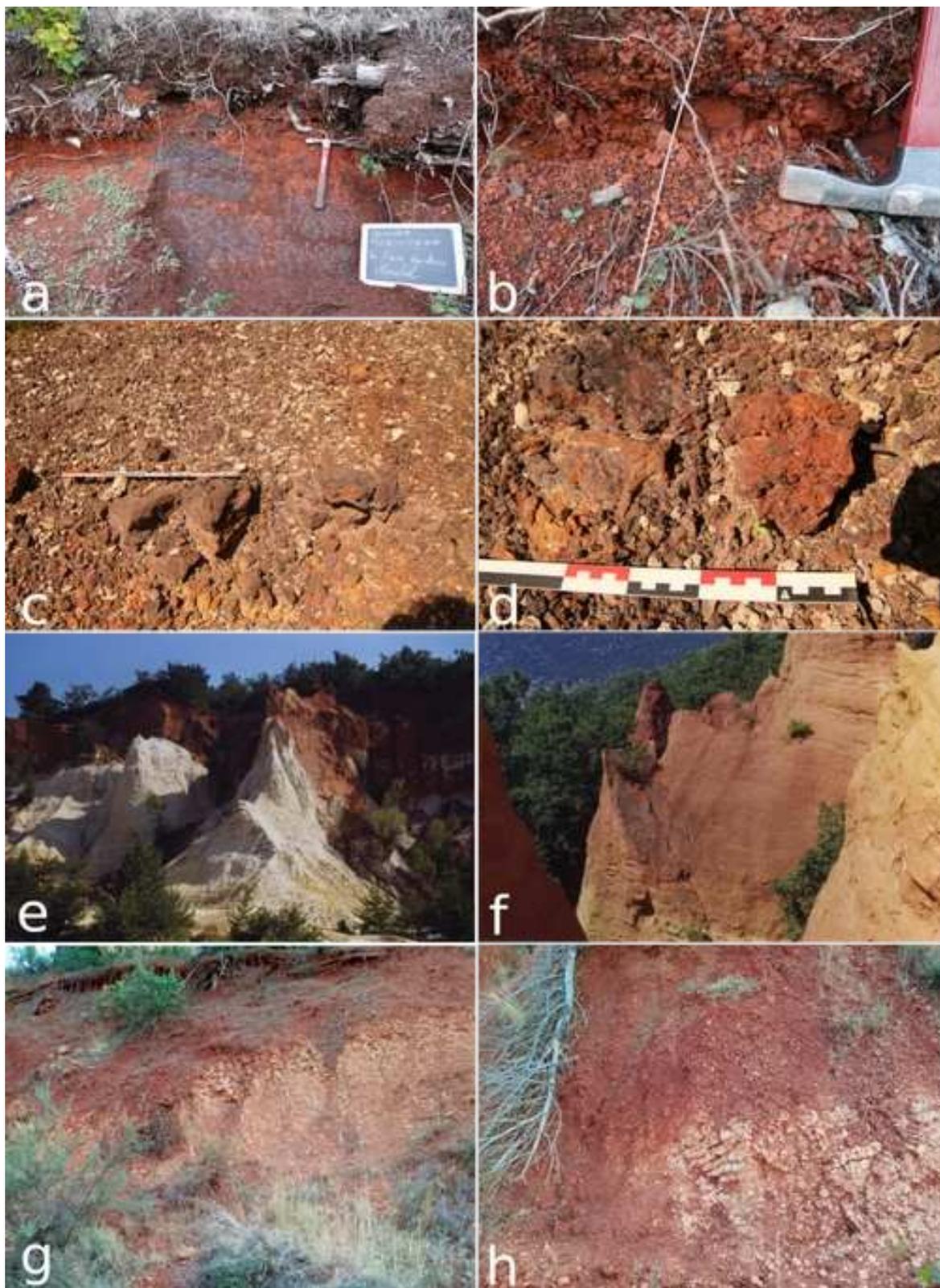


Figure 5: Iron oxide formation in weathering profiles: a-b) Palaeosol formed on basalt, Mirabel, France, c-d) Iron crust formed in a Middle Cenomanian sand containing kaolinite and ferruginous sandstone horizons, La Capelle-et-Masmolène, France, e-f) Ochre profile, weathered Albian-Cenomanian glauconitic sand, Roussillon, France, e) top: ferricrust with underlying hematite-rich

clayey sand; bottom: leached kaolinite-rich horizon, f) yellow goethite-rich and red hematite-rich horizons, g-h) Terra Rossa on Upper Gargasian-Clansayesian calcareous-marl, Maury, France. Photos: H. Salomon.

- Ochres (Figure 4b; Figure 5e-f) are glauconitic sands or sandstones (hence of marine origin) that have been subject to continental weathering in warm, humid climates during laterization. The iron is derived mostly from the hydrolysis of glauconite into kaolinite. This weathering substantially alters the mineralogy and composition of the original rock, which becomes enriched in kaolinite (and other aluminium-rich minerals) and in iron oxides and hydroxides (Guendon & Parron 1985; Onoratini, 1985; Triat 2010).

- Terra Rossa (Figure 1 n°5; Figure 5g-h) is a rarely used term describing the red clay residues left by the dissolution of limestones and dolomites (decarbonatation), with SiO_2 depletion and Fe_2O_3 enrichment. Terra Rossa forms on top of carbonate beds. This type of weathering (ferrallitisation) typically occurs in warm, sub-tropical or Mediterranean climates with variation between seasons (Lozet & Mathieu 2002).

- Iron weathering deposits in limestone (Figure 6a) form by the direct weathering of limestone into iron-rich clay and iron crusts. They occur on the surface of the limestone or as coatings in depressions and karst cavities (Salomon & Pomel 2005). The breccia structure is produced by weathering breaking up iron deposits that accumulated in the karst (Figure 6a-4).

- Bauxite (Figure 4c, Figure 7a-b) is a sedimentary or residual rock composed of ox(hydrox)ides of aluminium accompanied by iron ox(hydrox)ides, clay minerals (kaolinite) and titanium minerals (rutile, anatase). It varies in structure but is often pisolithic. Bauxite may be either autochthonous (primary), produced by in-situ lateritic weathering of the parent rock (marl, calcareous mudstone, argillaceous limestone, schist), or allochthonous (redeposited), formed by materials from ferrallitic weathering deposits that are transported downstream, redeposited, often in karsts, and subject to further alteration (de Lapparent 1930; Guendon & Parron 1985; Nicolas 1968; Valetton 1996).

- Siderolithic iron or *Bohnerz*: the term "siderolithic" describes both a long-abandoned stratigraphic division corresponding to a period during the Eocene-Oligocene marked by strong continental weathering, and to products of this type of weathering (lateritic duricrusts) that have been reworked to varying degrees and possibly stored in karst cavities. They are composed of goethite and hematite pisolites, often wrapped in ferruginous clays (Gourdon-Platel & Lambert 1986; Gourdon-Platel et al. 2000; Nicod 1996; Rosenthal 1991; Simon-Coinçon et al. 2000; Thiry et al. 2006).

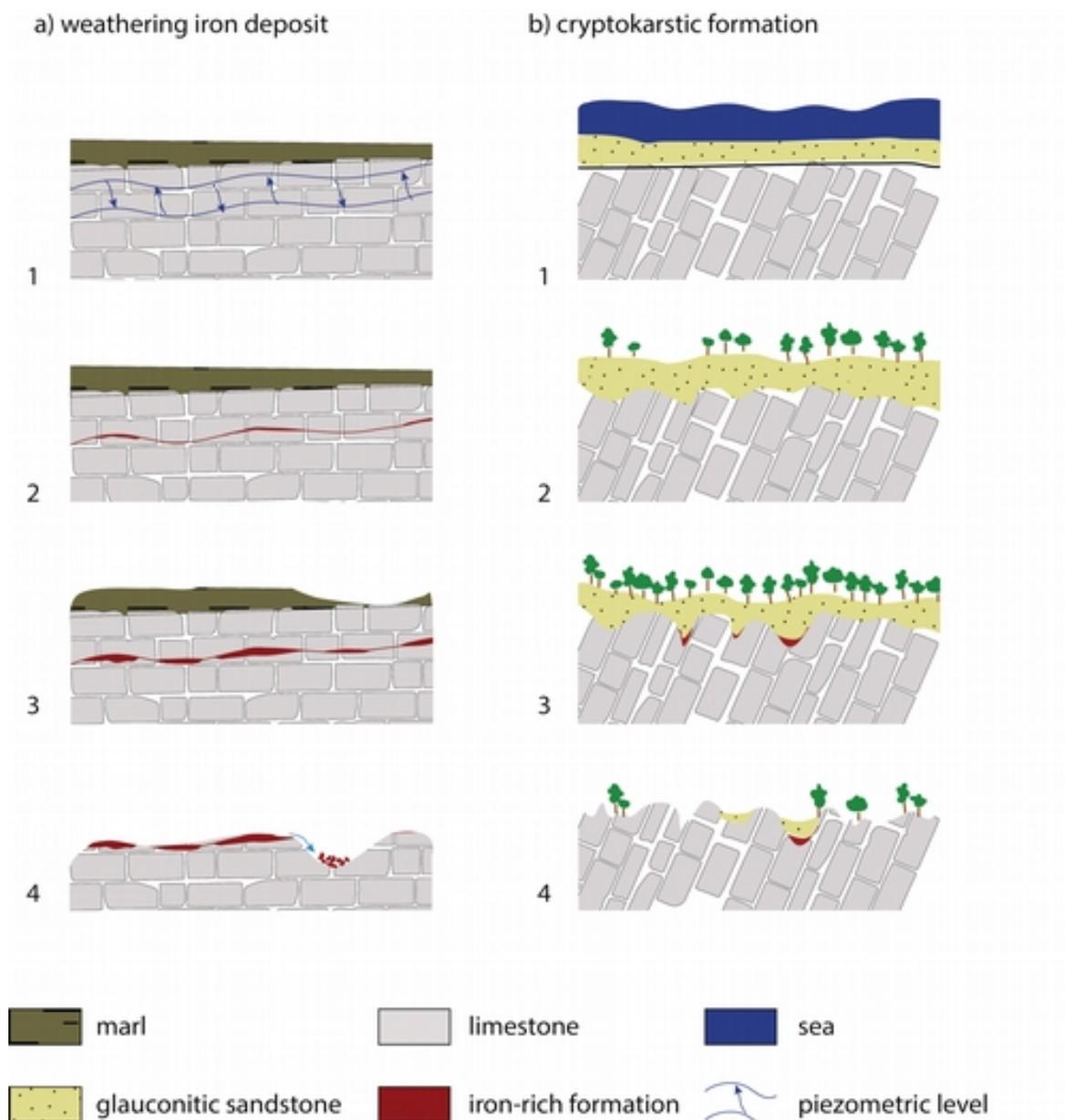


Figure 6: Formation of a) iron weathering deposits in karst: 1-2) direct weathering of limestone to iron-rich clay minerals, 3) leaching and precipitation of iron at strata surfaces or in karsts, 4) erosion of upper strata and iron precipitation and accumulation in karst depressions; b) cryptokarstic iron deposits: 1) glauconite-rich sand deposit over older limestone strata, 2) growth of tropical vegetation - leaching of iron by percolating acidic waters, limestone weathering and cryptokarst formation, 3) humid, tropical climates accelerate karstification and iron precipitation at the contact between sandstone and limestone, 4) Quaternary erosion and weathering of iron formations. Diagram: A. Chassin de Kergommeaux (after Quinif 1993).

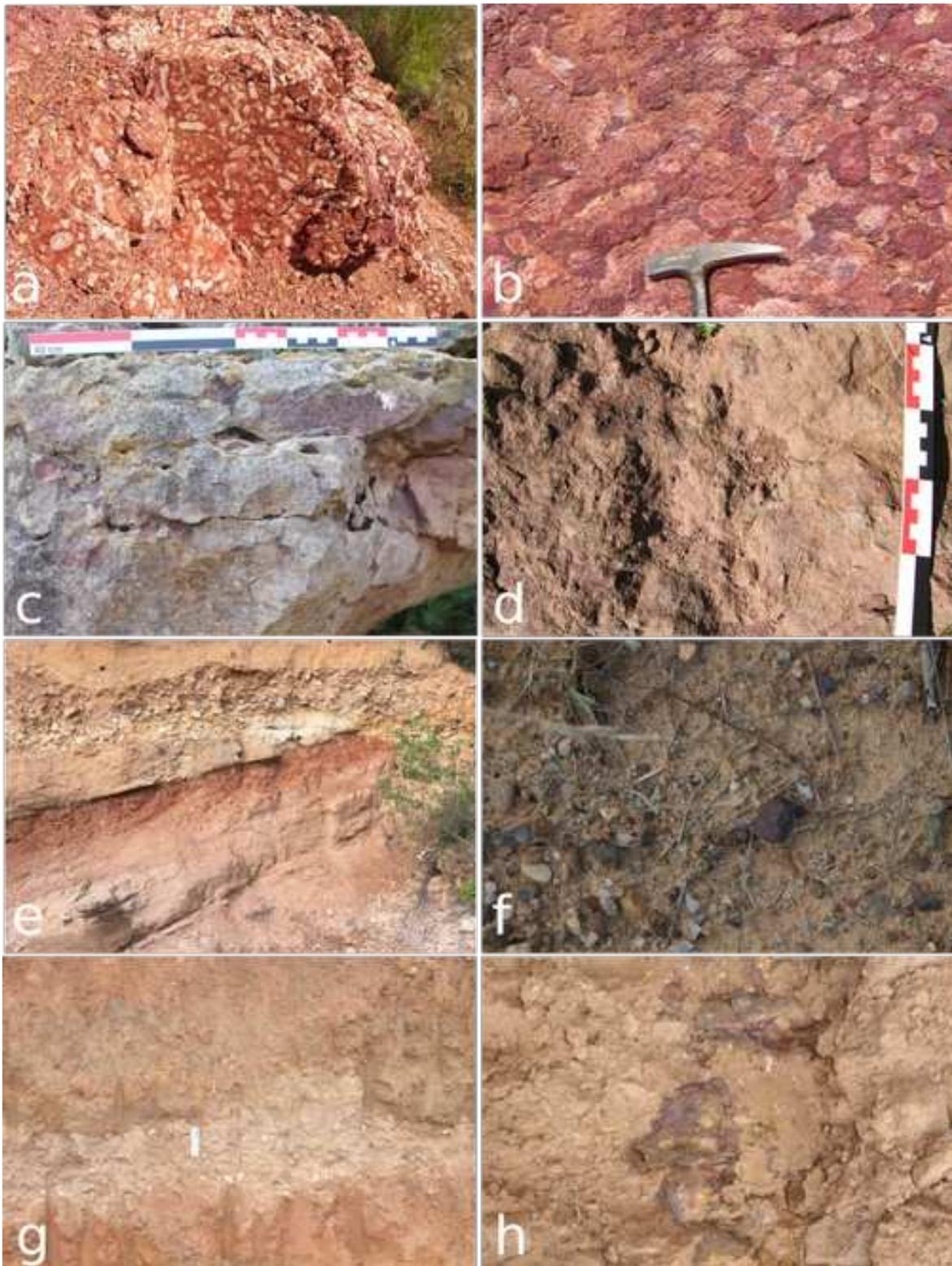


Figure 7: a-b) Allochthonous bauxite trapped in a Middle Jurassic karst, Cazouls-lès-Béziers, France, c-d) Ferruginised limestone, Aalenian, La Rousse, France, e-f) Alluvial iron-oxide-rich pebbles in recent and Cretaceous alluviums, Vagnas, France, g-h) Colluvium with fragments of Eocene lateritic crust, Cussac, France. Photos: H. Salomon.

2.3.3.2. TYPE IIIB: Weathered mineralisation deposits

Gossan (Figure 1 n°6) forms when a mineral vein reaches the surface and comes into contact with atmospheric moisture, which oxidises iron sulphides into ox(hydrox)ides. The elements leached out of the vein by this process (Pb, Zn, Cu) are then reprecipitated in underlying layers (creating a characteristic cementation zone) due to the change to a reducing environment (Rossi & Gasquet 2014; Blot 2004; Jébrak & Marcoux 2008; Kholodov *et al.* 2012).

2.3.3.3. TYPE III C: Iron deposits formed by trapping

- Cryptokarstic deposits form when materials altered in wet tropical climates (mostly weathered glauconite sands) accumulate in karst cavities (Figure 6a). Percolating waters not only attack the limestone, accelerating karstification under vegetal cover, they also leach iron from glauconite in overlying sands, which is then redeposited as a coating or crust at the limestone-sand contact (Quinif 1993; Salomon & Pomel 2005).

- Strata-bound replacement iron mineralisation (after Routhier 1963) is an old expression. It occurs when goethite and iron hydroxide minerals showing various degrees of hydration and released by the weathering of overlying sediments precipitate at the contact between strata of different lithologies (e.g., limestone and shale), following a bedding plane (Figure 1 n°8).

2.3.4. Other deposits formed by a combination of diagenetic and evolutionary processes

- Lahn Dill is a type of iron ore consisting mostly of hematite and quartz that occurs in the Dill and Lahn Valleys in Germany. It is produced by a combination of volcano-sedimentary, diagenetic, and late hydrothermal processes (Flick & Nesbor 1988; Flick *et al.* 1990; Nesbor 2007).

- Ferruginous and ferruginised limestones are limestones (Figure 7c-d) in which the original calcite was partly or entirely replaced by iron ox(hydrox)ides during sedimentation or diagenesis, or as a result of hydrothermal injection (e.g., the Hettangian crinoidal limestones of Thoste; Boirat *et al.* 1980; Cayeux 1909; Salomon 2019).

- Ferruginous hardgrounds (Figure 1 n° 9) are iron and manganese-rich crusts that form on top of, and cover all or part of, a carbonate layer when sedimentation slows greatly or stops, thereby allowing the sediment to lithify before subsequent beds are deposited. Intense chemical and biogenic weathering processes lead to the precipitation of iron and manganese ox(hydrox)ide. Hardgrounds may also contain traces of biological activity (Préat *et al.* 1999).

- Alluvial (Figure 1 n° 10, Figure 7e-f) and colluvial (Figure 1 n° 11, Figure 7g-h) deposits are large accumulations of allochthonous material, with grains up to the size of pebbles, transported by flowing water (alluvium) or gravity (colluvium). Alluvial deposits contain rounded concretions and pebbles which may be cemented into puddingstone (Figure 8a). Colluvial deposits consist of rounded to sub-rounded fragments and concretions (Figure 8b) that accumulate at the foot of slopes or on gently sloping hillsides to form layers of intermittent extent and variable thickness (Denayer 2011).

The rocks and minerals formed in the settings described above may then be highly modified by further weathering processes (Figures 1 & 8c-d).



Figure 8: a) Puddingstone with pebbles of hematite and goethite, Campanian, La Moulinette, France, b) Iron oxide-rich concretion, Les Vans, France, c-d) weathering profile of a Lower Eocene fluvio-lacustrine sequence: ferruginous sand and sandstone, e-f) Pyritised fossils in Lias marls, Les Assions, France, c) ammonite impressions, some showing the yellow-orange remains of the pyritised fossils, d) ammonites in marl deposits. Photos: H. Salomon.

2.3.5. Deposits rich in non-oxidised iron and magnetite

Deposits in which iron-rich minerals occur mostly in the form of iron sulphides (pyrite, marcasite, mispickel, Figure 8e-f), sulphates (jarosite), carbonates (siderite), phosphates (vivianite) or silicates (chlorites, glauconite) are generally non-pigmentaceous. However, they may contain some pigmentaceous matter due to weathering and heating partially oxidising these minerals into hematite and goethite. Black magnetite may also oxidise into hematite.

3. The Pigmentoθήque

In order to catalogue both this genetic diversity and the vertical and horizontal variability within deposits and geological formations, it is necessary to put in place a sampling strategy suited to each situation. Analyses of the samples collected, including their physical and chemical properties, and assessments of their accessibility, reveal the myriad types of potential resources and provide data that can be used to decipher the criteria that guided prehistoric humans' choices of raw materials, which were governed by the availability of different resources and their intended use (Pradeau *et al.* 2016; Salomon 2019).

With this in mind, at the beginning of the 2000s several researchers began cataloguing deposits capable of supplying the types of colouring matter used at Palaeolithic rock art sites near the Ardèche River (N. Aujoulat, J. Monney). The *Pigmentoθήque* was set up in 2016 to extend the area covered by this work and to further systematize the collection and analysis of samples. This Collaborative Research Project combines a research programme to develop and apply investigative methods and apps with a resource centre that houses data (photographs, measurements, quantifications, standardised descriptions), identification keys and collections of samples (both unprocessed and prepared) that can be used to answer questions about the colouring matter used in the past. The *Pigmentoθήque* has also built up a database of the physical characteristics of rocks (including criteria that make a material exploitable, such as its mechanical properties, appearance, texture, etc.) for use in experimental and functional studies. The methodology developed by the *Pigmentoθήque* is based on experience gained by the "Réseau de Lithothèques" interdisciplinary collaborative research project (Fernandes 2015; Fernandes *et al.* 2020; Tuffery *et al.* 2019) and existing methodologies for studying archaeological colouring matter (Salomon & Chalmin 2020).

3.1. Prospection: collecting information in the field

Possible sampling sites are identified by combining information contained in the French Bureau of Geological and Mineralogical Research's (BGRM) archives with other sources of information, such as place names and satellite and aerial photographs taken at different periods (infoterre.brgm.fr, remonterletemps.ign.fr).

An app and field datasheets originally created for silicites (Salomon & Chalmin 2020; Tuffery *et al.* 2017; Tuffery *et al.* 2019) have been adapted to the needs of research on iron- and manganese-rich materials, which occur in a wide range of geological settings and lithologies. Initial studies of the sources of raw materials used as colouring matter involved inspecting and describing fresh and altered samples collected in the field, while checking parameters relating to each resource's origin and stratigraphic position (stratigraphy, site effects, patina, geomorphology, geological and mining documents).

3.2. Methods for characterizing colouring materials

The *Pigmentoθήque* houses samples in the form of unmodified cohesive blocks, prepared blocks (polished sections and thin sections) and powders that can be subjected to petrographic, mineralogical, chemical and geochemical analyses.

3.2.1. Visual examinations on different scales

Lithological, petrographic, mineralogical (nature and association of minerals within the rock, degree of crystallinity) and geochemical (proportions of major, minor and trace elements) analyses are used to determine a signature for each formation, bed, horizon, or outcrop rich in iron or

manganese ox(hydrox)ides. In addition, experience has shown the importance of simply describing each sample's mesoscopic characteristics (x10 to x150). Indeed, the first things prehistoric humans would have noticed about a rock, mineral, soil or weathering profile would have been its visual and tactile properties (colour, hardness, compactness, homogeneity, colouring power). Preparing these descriptions is a simple procedure that can be used to document and analyse large archaeological collections in their entirety (Salomon 2009; Salomon *et al.* 2014; Pradeau 2015; Pradeau *et al.* 2016).

All types of rock and colouring and coloured archaeological remains should be inspected visually — naked eye, stereomicroscope, polarising (transmitted and reflected) microscope, scanning electron microscope — as these analyses provide information on alterations to rocks and minerals both before they were collected and after they were used. They also guide subsequent chemical and geochemical analyses, whether conducted on the object as a whole or on selected parts. Geological samples are categorised according to criteria set out in classification tables (e.g., Choquette & Pray 1970; Cojan & Renard 1999; Dott 1964; Dunham 1962; Folk 1959; Lundegard & Samuels 1980; Mount 1985; Pettijohn 1975; Pettijohn *et al.* 1987; Prothero & Schwab 2004; Udden 1914; Wentworth 1922), which enable most of the intrinsic quantitative and qualitative characteristics of colouring matter to be described.

However, colouring matter applied to an object is most frequently in powdered form, so it cannot be subject to petrographic analysis. In such cases, the chemical composition of colouring matter samples has to be compared with that of reference samples.

3.2.2. Chemical analyses

Elemental and structural analyses are complementary. X-ray diffraction provides semi-quantitative analyses that indicate the presence or absence of certain mineral phases and their approximate relative abundance. Most elemental analyses of *Pigmentoθήque* samples are carried out by proton induced X-ray emission (μ PIXE) spectrometry and inductively coupled plasma (ICP) spectrometry, as these two methods have satisfactory detection limits (unlike portable X-ray fluorescence, which is commonly used in archaeometry, Chanteraud *et al.* submitted). μ PIXE is used for geological samples, archaeological samples and objects because the method is non-destructive and provides quantitative determinations of targeted areas of a sample. Analyses are carried out using the Accélérateur Grand Louvre d'Analyse Élémentaire at the Centre de Recherche et de Restauration des Musées de France (C2RMF). ICP, a destructive analysis method that provides global element quantifications, is used for geological samples. These analyses are conducted by the Centre de Recherches Pétrographiques et Géochimiques's (CRPG) Rock and Mineral Analysis Department.

These analysis methods are suitable for any specimen of geological colouring matter and for conducting non-invasive investigations of archaeological objects. They can be used to determine a geochemical signature that is linked to how the raw material formed and how it has altered over time. They can also be used to analyse materials such as powders and mixtures applied to substrates, which are found in very small quantities and whose initial morphology and structure have been destroyed. However, being able to systematically identify the type of geological formation from which a sample of powdered colouring matter was obtained is an obstacle that has not yet been overcome. This is why we currently combine detailed, standardised descriptions of archaeological raw materials with chemical analyses conducted using standardised protocols, which we compare with appropriate reference samples.

4. Conclusion

The general analytical methodology developed by the *Pigmentoθήque* for studying archaeological collections is based on the need to determine the transformations a material has undergone, whether before collection by its prehistoric user, during its use or after it was discarded. Because these modifications destroy many of the raw material's original properties, it is essential to identify them in order to determine the material's fundamental signature and thereby ascertain its geological origin. As Figures 1 and 9 show, pigmentaceous rocks and minerals may be primary deposits, which are subject to alteration by circulating fluids and leaching. Erosion may also result in primary deposits being transported (by gravity, by runoff, etc.) and deposited in a new environment to form secondary deposits, where they are again altered. After being collected by prehistoric humans, they may have been heated, ground into powders, mixed with other substances and applied to different substrates. Leaching, erosion, capping and encrustation continue to modify these materials on rock walls and in sediments. Hence, the first step in retracing prehistoric supply strategies is to identify the different characteristics materials acquired as they evolved (Fernandes 2012).

Although ascertaining the geological and geographical provenance of colouring matter can throw light on geological knowledge and technological skills that are now lost, the processing of colouring matter to enable its use and the small quantities preserved make this endeavour extremely complex. Nevertheless, the wide variety of lithologies from which these materials were obtained (formation and facies), each with its distinct petrographic, chemical and mechanical properties, make it possible to recognise the criteria governing past choices and to relate these choices to cultural and economic factors, which were themselves conditioned by a combination of the material's intended use and technological possibilities.

Moreover, recourse to iron-rich pigmentaceous materials was not restricted to the Palaeolithic; their use has continued throughout history. Hence, the *Pigmentoθήque* is also a valuable resource for scholars investigations focusing on more recent periods (Mesolithic, Neolithic, Bronze and Iron Ages, Antiquity, Middle Age, etc.), studies of mural and easel paintings, and work to restore and create replicas of heritage objects and sites.

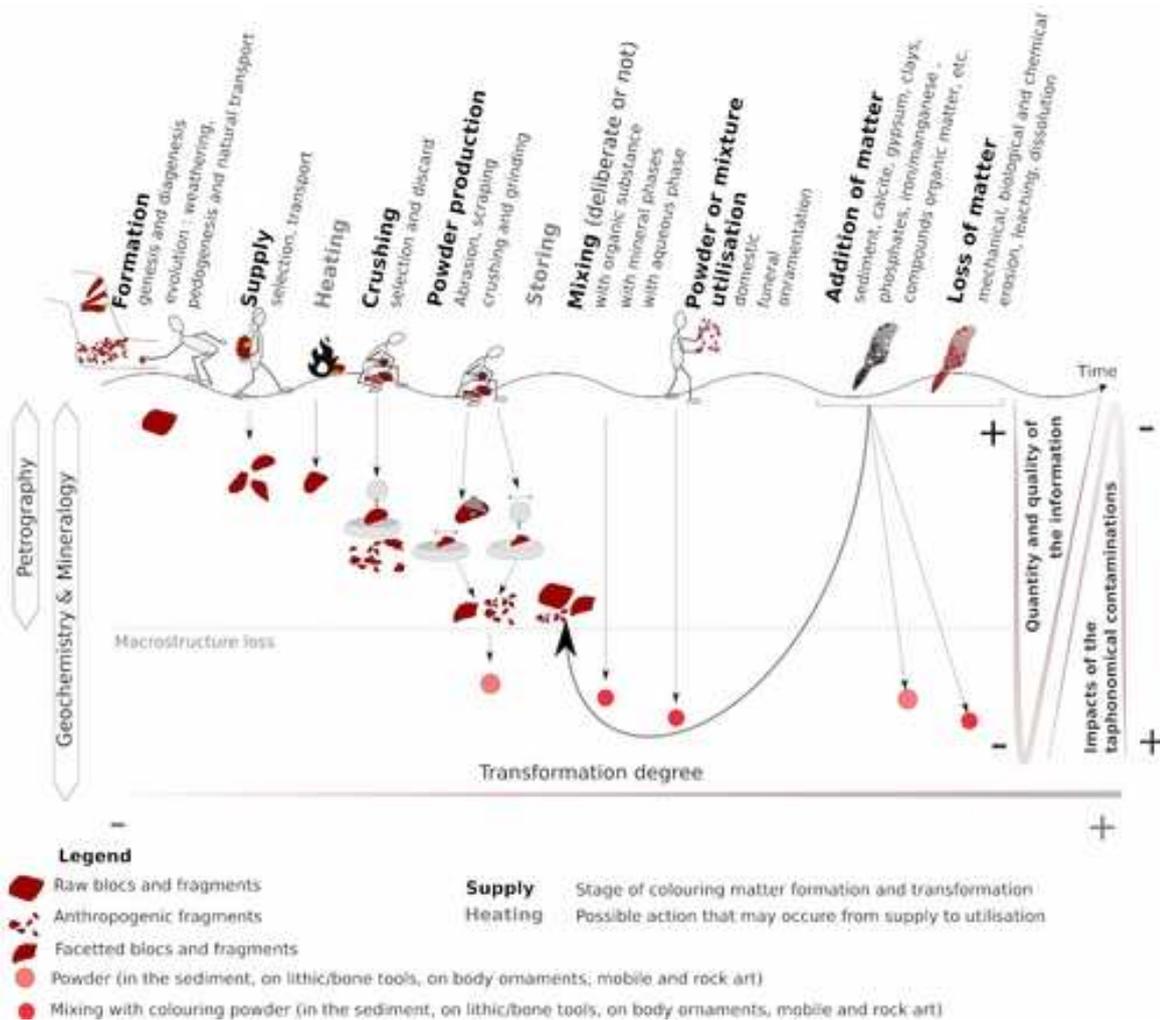


Figure 9: Diagram summarising the different trajectories followed by colouring matter from its source to its use and conservation, and involving different degrees of transformation. The amount of information about the material that is lost correlates with the degree of transformation. Diagram: H. Salomon.

Acknowledgement

This program takes advantage of the financial and scientific support of the Auvergne-Rhône-Alpes Regional Council Department of Cultural Affairs (France). We would like to thank K. Gernigon, Regional Curator of Archaeology, for his scientific support. Our thanks also go to L. Devillard for the administrative management and to the AVDPA for the management of the credits. We would like to thank the University of Savoie-Mont-Blanc for its financial support (MASCARA and TRAnSFerT projects) and the ASTRE platform for access to measuring instruments (DRX, MEB-EDS). Our many thanks are also due to professional and non-professional contributors who show us geological outcrops, discuss the methods and helped systematizing the records of geological samples.

Figures

Figure 1: Diversity of iron formations and evolution of deposits. Without attempting to be comprehensive, this diagram shows the main types of formation and most important weathering processes, in order to illustrate the idea of an evolutionary chain (Fernandes & Raynal 2006). Diagram: C. Chanteraud and A. Chassin de Kergommeaux, modified after Chanteraud 2020.

Figure 2: a-b) Banded Iron Formation, Rio Tinto's Marandoo mine, Western Australia, c-d) Oolitic ironstone interbedded between Frasnian and Lower Famennian shales, Huy, Belgium, e-f) Lias ferruginous marl interbedded with limestone, Molière, France. Photos: a & b: A. Chassin de Kergommeaux, c to f: H. Salomon.

Figure 3: a-b) Hematite-quartz hydrothermal vein (contact between Upper Trias marl-gypsum and various Lower Jurassic carbonate formations), Lesquerde, France, c-d) Hematite hydrothermal vein in arkosic sandstone (Trias), Bordezac, France, e-f) Stratiform hematite vein and metasomatism in Calovian limestone, Pierremorte, France. Photos: H. Salomon.

Figure 4: Weathering profiles: a) laterite, b) ochre, c) bauxite. Diagrams: A. Chassin de Kergommeaux (after Coquinot & Salomon 2013; Triat 2010).

Figure 5: Iron oxide formation in weathering profiles: a-b) Palaeosol formed on basalt, Mirabel, France, c-d) Iron crust formed in a Middle Cenomanian sand containing kaolinite and ferruginous sandstone horizons, La Capelle-et-Masmolène, France, e-f) Ochre profile, weathered Albian-Cenomanian glauconitic sand, Roussillon, France, e) top: ferricrust with underlying hematite-rich clayey sand; bottom: leached kaolinite-rich horizon, f) yellow goethite-rich and red hematite-rich horizons, g-h) Terra Rossa on Upper Gargasian-Clansayesian calcareous-marl, Maury, France. Photos: H. Salomon.

Figure 6: Formation of a) iron weathering deposits in karst: 1-2) direct weathering of limestone to iron-rich clay minerals, 3) leaching and precipitation of iron at strata surfaces or in karsts, 4) erosion of upper strata and iron precipitation and accumulation in karst depressions; b) cryptokarstic iron deposits: 1) glauconite-rich sand deposit over older limestone strata, 2) growth of tropical vegetation – leaching of iron by percolating acidic waters, limestone weathering and cryptokarst formation, 3) humid, tropical climates accelerate karstification and iron precipitation at the contact between sandstone and limestone, 4) Quaternary erosion and weathering of iron formations. Diagram: A. Chassin de Kergommeaux (after Quinif 1993).

Figure 7: a-b) Allochthonous bauxite trapped in a Middle Jurassic karst, Cazouls-lès-Béziers, France, c-d) Ferruginised limestone, Aalenian, La Rousse, France, e-f) Alluvial iron-oxide-rich pebbles in recent and Cretaceous alluviums, Vagnas, France, g-h) Colluvium with fragments of Eocene lateritic crust, Cussac, France. Photos: H. Salomon.

Figure 8: a) Puddingstone with pebbles of hematite and goethite, Campanian, La Moulinette, France, b) Iron oxide-rich concretion, Les Vans, France, c-d) weathering profile of a Lower Eocene fluviolacustrine sequence: ferruginous sand and sandstone, e-f) Pyritised fossils in Lias marls, Les Assions, France, c) ammonite impressions, some showing the yellow-orange remains of the pyritised fossils, d) ammonites in marl deposits. Photos: H. Salomon.

Figure 9: Diagram summarising the different trajectories followed by colouring matter from its source to its use and conservation, and involving different degrees of transformation. The amount of information about the material that is lost correlates with the degree of transformation. Diagram: H. Salomon.

Bibliography

Aubry, T. 2005, Étude de l'approvisionnement en matières premières lithiques d'ensembles archéologiques. Remarques méthodologiques et terminologiques. In: *Comportements des hommes du Paléolithique moyen et supérieur en Europe: territoires et milieux. Proceedings of the Colloque du G.D.R. 1945 du CNRS, Paris, 8-10 janvier 2003* (D. Vialou, J. Renault-Miskovsky, M. Patou-Mathis, Eds.), ERAUL, 111, 2005, Liège: p. 87-99.

Audouin, F. & Plisson, H. 1982, 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.

Bar-Yosef ~~Mayer~~, M. D., Vandermeersch, B., & Bar-Yosef, O. 2009, Shells and ochre in Middle Paleolithic Qafzeh Cave, Israel: indications for modern behavior. *Journal of Human Evolution*, 56(3), 307.

Beauvais, A. & Colin, F. 1993, Formation and transformation processes of iron duricrust systems in tropical humid environment. *Chemical Geology*, 106: 77-101.

Beauvais, A. 1999, 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.

Beck, L., Salomon, H., Lahlil, S., Lebon, M., Odin, G., Coquinot, Y. & Pichon L. 1992. 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.

Beyries, S. & Inizan, M.L. 1982, Typologie, ocre, fonction. In: *Tailler! Pourquoi faire: Préhistoire et technologie lithique II, Recent Progress in Microwear Studies*. Studia Praehistorica Belgica, Leuven, (2), p. 313-322.

Beyries, S. & Walter, P. 1996, Raclours et colorants à Combe-Grenal. Le problème de la retouche Quina. *Quaternaria nova*, 6: 167-187.

Billard, C., Bosquet, D., Dreesen, R., Goemaere, É., Hamon, C., Jadin, I., Salomon, H. & X. Savary, X. (Eds.) 2016, *About haematite. Procurement and transformation during Recent Prehistory. Proceedings of the international Round Table, 7-8/02/2013, Namur (Jambes)*, Anthropologica et Praehistorica, 125 & 126, Bruxelles, 2 vol.

Binford, L.R. 1979, Organization and formation processes: looking at curated technologies. *Journal of anthropological research*, 35(3): 255-273.

Binford, L.R. 1980, Willow smoke and dog's tails: hunter-gatherer settlement systems and archaeological site formation. *American Antiquity*, 45(1): 4-20.

Blot, A. 2002, Signification des ferruginisations des formations néoprotérozoïques du Nord-Burkina Faso (Afrique de l'Ouest). *Comptes Rendus Geoscience*, 334(12): 909-915.

Blot, A. 2004, Caractérisation des chapeaux de fer en milieu latéritique cuirassé. *Comptes Rendus Geoscience*, 336(16): 1473-1480.

Boirat, J-M., Lhegu, J., Touray, J-C., Soulé de Lafont, D. 1980, Nouvelles observations sur le gisement stratiforme de fluorine et barytine de Courcelle-Fré moy (Morvan, France). *Compte rendu Académie des Sciences*, Paris, 291, 5-8.

Bon, F. 2009, *Préhistoire. La fabrique de l'homme*. L'univers historique, Seuil, Paris, 349 p.

Bourdier, C. 2013. Rock art and social geography in the Upper Paleolithic. Contribution to the socio-cultural function of the Roc-aux-Sorciers rock-shelter (Angles-sur-l'Anglin, France) from the viewpoint of its sculpted frieze. *Journal of Anthropological Archaeology*, 32: 368–382.

Brooks, A.S., Yellen, J.E., Potts, R., Behrensmeier, A.K., Deino, A.L., Leslie, D.E., Ambrose, S.H., Ferguson, J.R., d'Errico, F., Zipkin, A.M., Whittaker, S., Post, S., Veatch, E.G., Foecke, K., Clark, J.B. 2018, Long-distance stone transport and pigment use in the earliest Middle Stone Age. *Science*, 360(6384): 90-94.

Cabrera-Garrido, J.M. 1978. Les matériaux des peintures de la grotte d'Altamira. In: *ICOM Committee for Conservation. 5th Triennial Meeting, Zagreb, 1-8 Oct. 1978*: p. 1–9.

Cayeux, L. 1909, *Les minerais de fer oolithique de France. Fascicule 2: minerais de fer secondaire*. Études de gîtes minéraux de la France, Ministère des travaux publics, Imprimerie nationale, Paris, 1051 p.

Chalmin, E. 2003. *Caractérisations des oxydes de manganèse et usage des pigments noirs au Paléolithique supérieur*. PhD thesis, geomaterials, Université de Marne-La-Vallée, 382 p.

Chanteraud, C. 2020, *Provenance des matières colorantes dans le contexte des grottes ornées des Gorges de l'Ardèche. Stratégie d'approvisionnement et liens culturels au Paléolithique supérieur : le cas de la grotte aux Points (Aiguèze, Gard, France)*, PhD thesis, Materials chemistry, Université Savoie Mont Blanc, 282 p.

Chanteraud, C., Chalmin, E., Lebon, M., Salomon, H., Jacq, K., Noûs, C., Delannoy, J.-J., Monney, J. submitted, Contribution and limits of portable X-ray fluorescence for studying Palaeolithic rock art: the case of Grotte aux Points (Aiguèze, Gard, France).

Choquette, P.W., & Pray, L.C. 1970, Geologic nomenclature and classification of porosity in sedimentary carbonates. *AAPG bulletin*, 54(2): 207-250.

Cojan, I. & Renard, M. 1999, *Sédimentologie*. 2e Cycle. *Capes. Agrégation*, Dunod, Paris.

Coquinot, Y. & Salomon, H. 2013, Les "matériaux" ferrugineux géologiques et transformés, Intedisciplinary thematic school of the CNRS ArFeMa, 9-14 juin 2013, Oléron, France.

Cornell, R. M. & Schwertmann, U. 2003, *The iron oxides: structure, properties, reactions, occurrences and uses*. John Wiley & Sons.

Couraud, C. & Laming-Empeire, A. 1979, Les colorants. In: *Lascaux inconnu (J. Allain, Ed.): supplément à Gallia Préhistoire*, CNRS, Paris, 12: p. 159–171.

Couraud, C. 1983, Pour une étude méthodologique des colorants préhistoriques. *Bulletin de la Société préhistorique française*, 80(4): 104-110.

Couraud, C. 1991, Les pigments des grottes d'Arcy-sur-Cure (Yonne). *Gallia préhistoire*, 33(1): 17-52.

Courty, G. 1902. Examen chimique de deux matières colorantes trouvées dans des stations préhistoriques du Périgord. *Bulletins de la Société d'anthropologie de Paris*, 3(1): 840.

Cuenca-Solana, D., Gutiérrez-Zugasti, I., Ruiz-Redondo, A., Gonzalez-Morales, M. R., Setién, J., Ruiz-Martínez, E., Palacio-Pérez, E., de las Heras-Martin, C., Prada-Freixedo, A. & Lasheras-Corruchaga, J. A. 2016, Painting Altamira Cave? Shell tools for ochre-processing in the Upper Palaeolithic in northern Iberia. *Journal of Archaeological Science*, 74, 135-151.

Damour, A. 1865, 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.

David, B., Delannoy, J.-J., Mialanes, J., Clarkson, C., Petchey, F., Geneste, J.-M., Manne, T., Bird, M.I., Barker, B., Richards, T., Chalmin, E., Castets, G. 2019, Dating painting events through by-products of ochre processing: Borologa 1 Rockshelter, Kimberley, Australia. *Australian Archaeology*, 85(1): 57-94.

Dayet, L. 2012, *Raw material, processing and function of ochre remains during the MSA : the case study of Diepkloof Rock Shelter in southern Africa*, PhD thesis, Archaeometry, Université Michel de Montaigne, Bordeaux, 407 p.

Dayet, L., Le Bourdonnec, F.-X., Daniel, F., Porraz, G. & Texier, P.-J. 2015, Ochre Provenance and Procurement Strategies During The Middle Stone Age at Diepkloof Rock Shelter, South Africa. *Archaeometry*, 58(5): 807-829.

Dayet, L., Wurz, S. & Daniel, F. 2017, Ochre Resources, Behavioural Complexity and Regional Patterns in the Howiesons Poort: New Insights From Klasies River Main Site, South Africa. *Journal of African Archaeology*, 15(1), 20-41.

Denayer, J., Pacyna, D. & Boulvain F. 2011, *Le minerai de fer en Wallonie: cartographie, historique et géologie*. Ed. de la Région Wallonne.

Denayer, J. 2016, Iron ores of Southern Belgium: much more than hematite. In : *About haematite. Procurement and transformation during Recent Prehistory. Proceedings of the international Round Table, 7-8/02/2013, Namur (Jambes)* (Billard, C., Bosquet, D., Dreesen, R., Goemaere, É., Hamon, C., Jadin, I., Salomon, H. & Savary, X. Eds.), *Anthropologica et Praehistorica*, 126, Bruxelles, p. 39-49.

d'Errico, F., Salomon, H., Vignaud, C. & Stringer, C. 2010, Pigments from the middle palaeolithic levels of Es-Skhul (Mount Carmel, Israel). *Journal of Archaeological Science*, 37(12): 3099-3110.

d'Errico, F., Moreno, R. G. & Rifkin, R. F. 2012, Technological, elemental and colorimetric analysis of an engraved ochre fragment from the Middle Stone Age levels of Klasies River Cave 1, South Africa. *Journal of Archaeological Science*, 39(4): 942-952.

Delvigne, V., Touzé, O. & Noiret, P. under press, Siliceous raw material exploitation at Station de l'Hermitage: a palaeogeographic perspective on North-Western Europe during the Early Gravettian. In: *Proceedings of the symposium North-Western Europe during the Gravettian. Contributions of recent research to the understanding of the societies and their environments*,

University of Liège, 12-13 april 2018 (O. Touzé, N. Goutas, H. Salomon & P. Noiret, Eds.), ERAUL/Anthropologica et Praehistorica, Presses universitaires de Liège, Liège.

Demars, P.-Y. 1992, Les colorants dans le Moustérien du Périgord. L'apport des fouilles de F. Bordes. *Bulletin de la Société préhistorique ariégeoise*, 47: 185-195.

Dott, R.H. 1964, Wacke, graywacke and matrix; what approach to immature sandstone classification?. *Journal of Sedimentary Research*, 34(3): 625-632.

Dreesen, R., Savary, X. & Goemaere, E. 2016. 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. In: *About haematite. Procurement and transformation during Recent Prehistory. Proceedings of the international Round Table, 7-8/02/2013, Namur (Jambes)* (Billard, C., Bosquet, D., Dreesen, R., Goemaere, É., Hamon, C., Jadin, I., Salomon, H. & X. Savary, X. Eds.), Anthropologica et Praehistorica, 125, Bruxelles, p. 203-223.

Dunham, R.J. 1962. *Classification of carbonate rocks according to depositional textures*. AAPG Bulletin, 1: 108-121.

Eiselt, B.S., Popelka-Filcoff, R.S., Darling, J.A. & Glascock, M.D. 2011, Hematite sources and archaeological ochres from Hohokam and O'odham sites in central Arizona: an experiment in type identification and characterization. *Journal of Archaeological Science*, 38(11): 3019-3028.

Evans, A. M., 1993. *Ore geology and industrial minerals an introduction*. UK, Blackwell Scientific Publications, 3d edition : 400 p.

Fernandes, P. & Raynal, J.-P. 2006, Pétroarchéologie du silex: un retour aux sources. *Comptes rendus Palevol*, 5: 829-837.

Fernandes, P. 2012. *Itinéraires et transformations du silex : une pétroarchéologie refondée, application au Paléolithique moyen*, PhD dissertation in Prehistory, Bordeaux-1 University, 623 p.

Fernandes, P. 2015. Réseau de lithothèques en Rhône-Alpes. n° 1288. ADLFI. *Archéologie de la France-Informations. Une revue Gallia*.

Fernandes, P., Delvigne, V., Vaissié, E., Pasqualini, A., Piboule, M., Tuffery, C., Bressy-Leandri, C., Kherdouche, A., Beauvais, P.-A., Gibaud, A., Chalmin, E., Salomon, H., Hauzeur, A., Gély, B., Turq, A., Morala, A., Lea, V., Beeching, A., Brochier, J.E., Binder, D., Renault, S., Guillermin, P., Djema, H., Bracco, J.-P., Pasty, J.-F., Aubry, L., Callou, C., Martin, C., Manolakakis, L., Caillo, A., Guillon, R., Tomasso, A., de Parthenay, M., Guibert-Cardin, J., Liabeuf, R., Liagre, J., Gaillot, S., Dessaint, P., Tallet, P., Thiry, M., Raynal, J.-P., Marchand, G., Allard, P., Le Bourdonnec, F.-X., Martinetto, P., Dejoie, C., Sciau, P., Bintz, P., Lethrosne, H., Deparnay, X., Robbe, J., Roche, D., Fénéon, L. & Morin, A. 2020, *Réseau des lithothèques en Auvergne-Rhône-Alpes*, Research report 2019, DRAC Auvergne-Rhône-Alpes, SRA, Paléotime, <https://hal.archives-ouvertes.fr/hal-02549968/document>

Flick, H. & Nesbor, H. D. 1988, Der Vulkanismus in der Lahnmulde. *Jahresberichte und Mitteilungen des Oberrheinischen Geologischen Vereins*, 70, 411-475.

Flick, H., Nesbor, H. D. & Behnisch, R. 1990, Iron ore of the Lahn-Dill type formed by diagenetic seeping of pyroclastic sequences—a case study on the Schalstein section at Gänsberg (Weilburg). *Geologische Rundschau*, 79(2): 401-415.

Folk, R.L. 1959, Practical petrographic classification of limestones. *AAPG Bulletin*, 43(1): 1-38.

Galbrun, B., Baudin, F., Bassoullet, J. P., Depeche, F., Emmanuel, L., Lachkar, G., Renard, M., Riveline, J., Gabilly, J., Hantzpergue, P., Manivit, H. & Ruget, C. 1994, Stratigraphie intégrée du Toarcien stratotypique (coupes de Thouars et Airvault, Deux-Sèvres, France). *Geobios*, 27: 575-595.

Glavenchuk, A. V. 2012, The Use of Pigment Ochre at the Late Palaeolithic Site of Anetovka II. *Stratum Plus Journal*, 1.

Godelier, M. 1984, *L'idéal et la matériel. Pensée, économies, sociétés*. Fayard, Paris: 348 p.

Godelier, M. 1986, *The Mental and the Material. Through economy and society*. Verso, London: 350 p.

Godelier, M. 2009, *Au fondement des sociétés humaines*, Albin Michel, Paris, 295 p.

Goemaere, E., Salomon, H., Billard, C., Querré, G., Mathis, F., Golitko, M., Dubreulle-Brunaud, C., Savary, X. & Dreesen, R. 2016a. Les hématites oolithiques du Néolithique ancien et du Mésolithique de Basse-Normandie (France): caractérisation physico-chimique et recherche des provenances. In : *About haematite. Procurement and transformation during Recent Prehistory. Proceedings of the international Round Table, 7-8/02/2013, Namur (Jambes)* (Billard, C., Bosquet, D., Dreesen, R., Goemaere, É., Hamon, C., Jadin, I., Salomon, H. & X. Savary, X. Eds.), *Anthropologica et Praehistorica*, 125, Bruxelles, p. 89-119.

Goemaere, E., Salomon, H., Querré, G., Mathis, F., Dreesen, R., Hamon, C., Constantin, C., Bosquet, D., Wijnen, J. & Jadin, I. 2016b. Caractérisation physico-chimique et recherche des provenances des hématites oolithiques des sites du Néolithique ancien de Hesbaye (Province de Liège, Belgique) et des sites néolithiques des sources de la Dendre (Province du Hainaut, Belgique). In : *About haematite. Procurement and transformation during Recent Prehistory. Proceedings of the international Round Table, 7-8/02/2013, Namur (Jambes)* (Billard, C., Bosquet, D., Dreesen, R., Goemaere, É., Hamon, C., Jadin, I., Salomon, H. & X. Savary, X. Eds.), *Anthropologica et Praehistorica*, 125, Bruxelles, p. 153-191.

Goemaere, E., Katsch A., Eschghi, I. & Dreesen, R. 2016c, Geological record and depositional setting of Palaeozoic oolitic ironstones in Western Europa. In : *About haematite. Procurement and transformation during Recent Prehistory. Proceedings of the international Round Table, 7-8/02/2013, Namur (Jambes)* (Billard, C., Bosquet, D., Dreesen, R., Goemaere, É., Hamon, C., Jadin, I., Salomon, H. & X. Savary, X. Eds.), *Anthropologica et Praehistorica*, 125, Bruxelles, p. 23-43.

Gould, R.A. & Saggers, S. 1985, Lithic procurement in Central Australia: a closer look at Binford's idea of embeddedness in archaeology. *American Antiquity*, 5(1): 117-136.

Gourdon-Platel, N. & Lambert, P. 1986, Microstructures et répartition de trois éléments majeurs (Fe, Al, Si) au sein des pisolites de fer nord-aquitains. *Travaux du Laboratoire de Géographie Physique Appliquée*, 10(1): 5-22.

Gourdon-Platel, N., Platel, J.-P. & Astruc, J.-G. 2000, La Formation de Rouffignac, témoin d'une paléoaltérite cuirassée intra-éocène en Périgord-Quercy. *Géologie de la France*, 1: 65-7

Guendon, J.-L. & Parron, C. 1985, Les phénomènes karstiques dans les processus de la bauxitisation sur substrat carbonaté. Exemples des gisements du sud-est de la France. *Annales de la Société Géologique de Belgique*, 108: 85-92.

Henshilwood, C.S., d'Errico, F. & Watts, I. 2009, Engraved ochres from the middle stone age levels at Blombos Cave, South Africa. *Journal of human evolution*, 57(1): 27-47.

Henshilwood, C. S., d'Errico, F., Van Niekerk, K. L., Coquinot, Y., Jacobs, Z., Lauritzen, S. E., Menu, M. & García-Moreno, R. 2011, A 100,000-year-old ochre-processing workshop at Blombos Cave, South Africa. *Science*, 334(6053): 219-222.

Hodgskiss, T. & Wadley, L. 2017, How people used ochre at Rose Cottage Cave, South Africa: Sixty thousand years of evidence from the Middle Stone Age. *PloS one*, 12(4), e0176317.

Hovers, E., Ilani, S., Bar-Yosef, O. & Vandermeersch, B. 2003, An early case of color symbolism: ochre use by modern humans in Qafzeh Cave. *Current anthropology*, 44(4): 491-522.

Iriarte, E., Foyo, A., Sánchez, M. A., Tomillo, C., & Setién, J. 2009, The origin and geochemical characterization of red ochres from the Tito Bustillo and Monte Castillo caves (northern Spain). *Archaeometry*, 51(2), 231-251.

James, R. E. & Ferris, F. G. 2004, Evidence for microbial-mediated iron oxidation at a neutrophilic groundwater spring. *Chemical Geology*, 212(3-4): 301-311.

Jébrak, M. & Marcoux, É. 2008. *Géologie des ressources minérales*. Ministère des ressources naturelles et de la faune, Québec, 668 p.

Jones, P. 1884, Red Ochre Expeditions: An Ethnographic and Historical Analysis of Aboriginal Trade in the Lake Eyre Basin. Part I. *Journal of the Anthropological Society of South Australia*, 22(7): 3-10.

Kenyon, S.M. 1980, *The Kyuquot way: a study of a West Coast (Nootkan) community*. Ottawa: National Museums of Canada.

Kholodov, V. N., Nedumov, R. I. & Golubovskaya, E. V. 2012, Facies Types of Sedimentary Iron Ore Deposits and Their Geochemical Features: Communication 1. Facies Group of Sedimentary Ores, Their Lithology, and Genesis. *Lithology and Mineral Resources*, 47(6): 447-472.

de Lapparent, J. 1930, *Les bauxites de la France méridionale*, Imprimerie nationale, 211 p.

Lartet, E. & Christy, H. 1865-1875, *Reliquiae Aquitanicae, being contributions to the archaeology and palaeontology of Perigord and the adjoining provinces of Southern France*, William and Norgate, London, 506 p.

Lozet, J. & Mathieu, C. 2002, *Dictionnaire des sciences du sol*, [Editions TEC & DOC, Paris, 574 p.](#)

Lundegard, P.D. & Samuels, N.D. 1980, Field classification of fine-grained sedimentary rocks. *Journal of Sedimentary Research*, 50(3): 781-786.

- MacDonald, B. L., Fox, W., Dubreuil, L., Beddard, J. & Pidruczny, A. 2018, Iron oxide geochemistry in the Great Lakes Region (North America): Implications for ochre provenance studies. *Journal of Archaeological Science: Reports*, 19: 476-490.
- Mackay, A. & Welz, A. 2008, Engraved ochre from a middle stone age context at Klein Kliphuis in the Western Cape of South Africa. *Journal of Archaeological Science*, 35(6); 1521-1532.
- Moissan, H. 1903, Sur une matière colorante des figures de la Grotte de la Mouthe. *Comptes rendus de l'Académie des sciences*, 135: 144-145.
- Moissan, H., 1902. Sur les matières colorantes des figures de la grotte de Font-de-Gaume. *Comptes Rendus de l'Académie des sciences*, 134: 1539-1540.
- de Mortillet, G. & A. 1910, *La Préhistoire. Origine et antiquité de l'Homme*, Bibliothèque des Sciences contemporaines, Schleicher Frères, Paris, 709 p.
- Mount, J. 1985, Mixed siliciclastic and carbonate sediments: a proposed first-order textural and compositional classification. *Sedimentology*, 32: 435-442
- Mustoe, G. E. 1981, Bacterial oxidation of manganese and iron in a modern cold spring. *Geological Society of America Bulletin*, 92(3): 147-153.
- Nesbor, H. D. 2007, Paläozoischer Vulkanismus im Lahn-Dill-Gebiet-südöstliches Rheinisches Schiefergebirge (Exkursion E am 12. April 2007). *Jahresberichte und Mitteilungen des Oberrheinischen Geologischen Vereins*: 193-216.
- Nicod, J. 1996, Karst et mines en France et en Europe: gîtes, grottes-mines et géotechnique. *Karstologia*, 27(1): 1-20.
- Nicolas, J. 1968, Nouvelles données sur la genèse des bauxites à mur karstiques du Sud-Est de la France. Leur origine latéritique, leur transport et leur dépôt en milieu aqueux sous forme de bauxite déjà constituée. *Mineralium Deposita*, 3: 18-33.
- Onoratini, G. 1985, Diversité minérale et origine des matériaux colorants utilisés dès le Paléolithique supérieur en Provence. *Bulletin du Musée d'Histoire Naturelle de Marseille*, 45.
- Pavia, G., Corbin, L., Defaveri, A., Maerten, L. & Olivero, D. 2015, La formation de l'oolithe ferrugineuse de Bayeux du Bajocien (Jurassique moyen) au lieu-dit "Les fours à chaux" entre Croisilles et les Moutiers-en-Cinglais (Calvados, NW France). *Geologie de la France*, 2: 5-17.
- Petersen, U. 1971, Laterite and bauxite formation. *Economic Geology*, 66(7):, 1070-1071.
- Pettijohn, F. J., 1975, *Sedimentary rocks*. New York: Harper & Row.
- Pettijohn, F.J., Potter, P.E., & Siever, R. 1987, Texture. In: *Sand and Sandstone*. Springer, New York, NY, p. 69-95.
- Pradeau, J.-V., Salomon, H., Bon, F., Mensan, R., Lejay, M. & Regert, M. 2014, 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.

- Pradeau, J.-V. 2015, *Les matières colorantes au sein des systèmes techniques et symboliques au Néolithique (VIe et Ve millénaires BCE) dans l'arc liguro-provençal*, PhD thesis, Prehistory, Université Nice Sophia Antipolis, 427 p.
- Pradeau, J.-V., Binder, D., Verati, C., Lardeaux, J.-M., Dubernet, S., Lefrais, Y. & Regert, M. 2016. Procurement strategies of Neolithic colouring materials : Territoriality and networks from 6th to 5th millennia in North-Western Mediterranean. *Journal of Archaeological Science*, 71:10–23.
- Préat, A., Mamet, B., Bernard, A. & Gillan, D. 1999, Bacterial mediation, red matrices diagenesis, Devonian, Montagne Noire (southern France). *Sedimentary Geology*, 126: 223–242.
- Prothero, D.R. & Schwab, F. 2004, *Sedimentary geology*. Macmillan.
- Popelka-Filcoff, R.S. & Charrison, E. 2012. Chemical archaeology: On the trail of aboriginal ochre. *Chemistry in Australia*: 20.
- Quinif, Y., 1993. Les phénomènes karstiques en Calesstienne. *De la Meuse à l'Ardenne*, 16: 55-75.
- Regert, M. 1995, Les matières colorantes. Combe Saunière 1. *Field report 1995*, Service Régional de l'Archéologie, Bordeaux.
- Rifkin, R.F. 2012, Processing ochre in the Middle Stone Age: Testing the inference of prehistoric behaviours from actualistically derived experimental data. *Journal of Anthropological Archaeology*, 31(2): 174-195.
- Rivière, E. 1887, *Paleoethnologie. De l'antiquité de l'Homme dans les Alpes maritimes*. J.-B. Baillière & Fils Editeurs, Paris, 482 p.
- Robb, L. J., 2005, *Introduction to ore-forming processes*, Blackwell Pub, Malden, MA, 373 p.
- Rosenthal, P. 1991, Les minerais de fer de France-Comté. *Bulletin de la Société d'Histoire naturelle du Doubs*: 25-62.
- Rossi, M. & Gasquet, D. 2014, Panorama géologique des exploitations minières dans les alpes françaises. Collection EDYTEM. *Cahiers de géographie*, 17(1): 23–40.
- Rosso, D. E., d'Errico, F. & Zilhão, J. 2014, Stratigraphic and spatial distribution of ochre and ochre processing tools at Porc-Epic Cave, Dire Dawa, Ethiopia. *Quaternary International*, 343: 85-99.
- Routhier, P. 1963, *Les gisements métallifères*. Ed. Masson, Paris, 1282 p.
- Sajó, I.E., Kovács, J., Fitzsimmons, K. E., Jáger, V., Lengyel, G., Viola, B., Talamo, S. & Hublin, J. J. 2015, Core-Shell processing of natural pigment: upper Palaeolithic red ochre from Lovas, Hungary. *PLoS one*, 10(7), e0131762.
- Salomon, J.-N. & Pomel, S. 2005. Karst et mines. Accumulations et gisements de fer dans les terrains karstiques : exemple du Périgord et du Jura Franconien. In: *Travaux du Laboratoire de Géographie Physique Appliquée*, 23, p. 11-20.
- Salomon, H. 2003, Gestion des matières colorantes Stanley H. durant le Paléolithique : expérimentations et étude des oxydes de manganèse de Combe Saunière (Dordogne), Master 1 thesis, Prehistory, Université Paris 1 Sorbonne, France, 80 p.

Salomon, H. 2004, *Caractérisation et transformations techniques des matières colorantes dans le Solutréen de l'Ouest de la France*, Master 2 thesis, Prehistory, Université Paris 1 Sorbonne, France), 84 p.

Salomon, H. 2009, *Les matières colorantes au début du Paléolithique supérieur: sources, transformations et fonctions*, PhD thesis, Prehistory, Université Bordeaux 1, 413 p.

Salomon, H., Coquinot, Y., Beck, L., Vignaud, C., Lebon, M., Odin, G. P., Mathis, F. & Julien M. 2014, Stratégies spécialisées d'acquisition de pigments rouges durant le châtelperronien de la grotte du Renne à Arcy-sur-Cure (Yonne, France). *Supplément Paléo* : 125–133.

Salomon, H., Goemaere, E., Billard, C., Dreesen, R., Bosquet, D., Hamon, C. & Jadin, I. 2015. 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). In: *About haematite. Procurement and transformation during Recent Prehistory. Proceedings of the international Round Table, 7-8/02/2013, Namur (Jambes)* (Billard, C., Bosquet, D., Dreesen, R., Goemaere, É., Hamon, C., Jadin, I., Salomon, H. & X. Savary, X. Eds.), Anthropologica et Praehistorica, 125 Bruxelles, p. 225-246.

Salomon, H. 2019, Les matières colorantes. Partie III - Les activités et leurs témoins. In: *Le Châtelperronien de la grotte du Renne (Arcy-sur-Cure, Yonne, France). Les fouilles d'André Leroi-Gourhan (1949-1963)* (M. Julien, F. David, M. Girard, A. Roblin-Jouve (Eds.)), PALEO, numéro spécial, p. 197-242.

Salomon, H. & Cehalmin, E. 2020, *Construction d'une "Pigmentoθήque": un outil pour comprendre l'approvisionnement en matériaux colorants durant la Préhistoire*, Research report 2019, DRAC Auvergne-Rhône-Alpes, SRA.

San Juan, C. 1990, Les matières colorantes dans les collections du Musée National de Préhistoire des Eyzies. *Paléo, Revue d'Archéologie Préhistorique*, 2(1): 229-242.

Simon-Coinçon, R., Thiry, M. & Quesnel, F. 2000, Paléopaysages et paléoenvironnements sidérolithiques du Nord du Massif central (France). *Comptes Rendus de l'Académie des Sciences-Series IIA-Earth and Planetary Science*, 330(10): 693-700.

Stanton, R.L. 1972, *Ore Petrology*. McGraw-Hill, 771 p.

Thelemann, M., Bebermeier, W., Hoelzmann, P. & Lehnhardt, E. 2017, Bog iron ore as a resource for prehistoric iron production in Central Europe — A case study of the Widawa catchment area in eastern Silesia, Poland, *CATENA*, 149: 474–90.

Thiry, M., Quesnel, F., Yans, J., Wyns, R., Vergari, A., Théveniaut, H., Simon-Coinçon, R., Ricordel, C., Moreau, M.-G., Giot, D., Dupuis, C., Bruxelles, L., Barabrand, J. & Baele, J.-M. 2006, Continental France and Belgium during the Early Cretaceous: paleoweatherings and paleolandforms. *Bulletin de la société géologique de France*, 177(3), 155-175.

Thiry, M., Fernandes, P., Milnes, A. & Raynal, J.-P. 2014, Driving Forces for the Weathering and Alteration of Silica in the Regolith: Implications for Studies of Prehistoric Flint Tools. *Earth Science Reviews*, 136: 141-154.

Triat, J. M. 2010, *Les ocres*. CNRS Éditions, Paris, 198 p.

Tromeur, R. 1998, *L'ocre, exactement*, Cahiers Terres et Couleurs Editeurs, 1, 24 p.

Tuffery, C., Fernandes, P., Delvigne, V., Morala, A., Pinçon, G. & Konik, S. 2017, Modélisation de données descriptives et spatiales sur les silex pour des projets de recherche collectifs en préhistoire. L'expérience en cours de plusieurs réseaux de lithothèque. *Journée d'étude «Modélisation et élaboration conceptuelle de bases de données spatiales en archéologie et en histoire» du réseau ISA. Université de Pau et des pays de l'Adour, laboratoire ITEM, 30(11).*

Tuffery, C., Fernandes, P., Delvigne, V., Bressy-Leandri, C. & Renault, S. 2019, Collecte, gestion et valorisation des données sur les formations et les gîtes à silex en France: pour des plateformes cartographiques et de publications partagées / Collecting, managing and promoting data on flint deposits and sites in France: for shared cartographic and publishing platforms, *ISTE OpenScience*, https://openscience.fr/IMG/pdf/iste_numear19v3n1_2.pdf

Udden, J.A. 2014, Mechanical Composition of Clastic Sediments. *Geological Society of America Bulletin*, 25: 655-744.

Valeton, I. 1996, *Bauxites*, Elsevier, Amsterdam, 226 p.

Velliky, E. C., Porr, M. & Conard, N. J. 2018, Ochre and pigment use at Hohle Fels cave: Results of the first systematic review of ochre and ochre-related artefacts from the Upper Palaeolithic in Germany. *PloS one*, 13(12), e0209874.

Vinchon, C. 1984, *Sédimentogenèse et métallogenèse du Permien du Dôme du Barrot: Alpes-Maritimes, France*. Edition of Bureau de recherches géologiques et minières, 70, Orléans: 445 p.

Wadley, L. 2013, Recognizing complex cognition through innovative technology in Stone Age and Palaeolithic sites. *Cambridge Archaeological Journal*, 23(2): 163.

Waterlot, G., Beugnies, A. & Bintz, J. 1973, *Ardenne - Luxembourg. Guides géologiques régionaux*. Masson, Paris, 206 p.

Watts, I. 2002, Ochre in the Middle Stone Age of southern Africa: ritualised display or hide preservative?. *The South African Archaeological Bulletin*: 1-14.

Wentworth, C.K. 1922, A scale of grade and class terms for clastic sediments. *The journal of geology*, 30(5): 377-392.

Widdowson, M. 2007, Laterite and ferricrete. In: *Geochemical sediments and landscapes* (D.J. Nash & S.J. McLaren, Eds.), Chapter 3. Wiley, p. 45-94.

Wreschner, E.E. 1980, Red ochre and human evolution: a case for discussion [and comments and reply]. *Current Anthropology*, 21(5): 631-644.

Zipkin, A. M., Ambrose, S. H., Hanchar, J. M., Piccoli, P. M., Brooks, A. S. & Anthony, E. Y. 2017, Elemental fingerprinting of Kenya Rift Valley ochre deposits for provenance studies of rock art and archaeological pigments. *Quaternary International*, 430, 42-59.

ANNEXE 9 – Thèse de Claire Chanteraud : Stratégie d’approvisionnement et liens culturels au Paléolithique supérieur. Le cas de la grotte aux Points (Aiguèze, Gard, France).

Claire Chanteraud

À le plaisir de vous inviter à sa soutenance de thèse :

§§§

*Stratégie d'approvisionnement et liens culturels
au Paléolithique supérieur.
Le cas de la grotte aux Points (Aiguèze, Gard, France).*

Sous la direction de Emilie Chalmin et Jean-Jacques Delannoy

§§§

*Le vendredi 18 septembre à 9H30
dans l'amphi 001 du Pôle Montagne sur le campus universitaire
du Bourget du Lac.*

§§§

En live Youtube sur la chaîne Pigmentologos :

www.youtube.com/channel/UCDVTETJMtLzB3QiZgqkAijDg

©J. Monney

Bonjour à toutes et à tous,

J'ai le plaisir de vous inviter à ma soutenance de thèse qui aura lieu le **vendredi 18 septembre à 9H30** dans l'**amphi 001** du **Pôle Montagne** sur le campus universitaire du **Bourget du Lac**.

Au cours d'un exposé oral de 40 minutes je vous présenterai la recherche que j'ai menée durant 3 années à propos de la *Provenance des matières colorantes dans le contexte des grottes ornées des Gorges de l'Ar-dèche. Stratégie d'approvisionnement et liens culturels au Paléolithique supérieur. Le cas de la grotte aux Points (Aiguèze, Gard, France)*. La présentation sera suivie d'un échange avec le jury composé de Martine Regert (CEPAM), Harald Floss (Université de Tubingen), Lucile Beck (CEA), Céline Bressy-Léandri (DRAC Corse – TRACES), Yvan Coquinot (C2RMF) et Julien Monney (EDYTEM) et en présence de mon directeur et de ma directrice de thèse : Jean-Jacques Delannoy et Émilie Chalmin.

En raison de l'épidémie actuelle de Covid-19 une jauge de 56 personnes dans l'amphi est mise en place afin de limiter les risques de propagation de la maladie. Si la priorité sera donnée au jury, à la famille et aux ami.e.s venu.e.s de loin, les collègues et les ami.e.s proches (géographiquement) pourront profiter de la soutenance via la retransmission live sur Youtube de la présentation sur la chaîne Pigmentologos créée pour l'occasion : www.youtube.com/channel/UCDVTEJMtLzB3QiZgqkAijDg.

L'évènement scientifique sera suivi d'un brunch en plein air, auquel vous êtes toutes et tous convié.e.s pour poursuivre la discussion et fêter avec moi la fin de cette expérience.

Afin d'organiser au mieux cette journée dans les conditions actuelles je vous demande de bien vouloir me signaler votre présence par simple retour de mail.

En vous souhaitant une belle fin d'été masqué:)

Claire Chanteraud

Résumé

Depuis une vingtaine d'années, il existe une volonté de plus en plus affirmée d'inscrire l'étude des sites d'art rupestre dans une approche intégrée dont le fondement est de croiser autour de questions archéologiques et paléoanthropologiques les apports des différentes disciplines, tant dans leurs concepts que leurs méthodologies d'acquisition et de traitement des données (Delannoy et al., 2020 ; Castets, 2017 ; David et al., 2017 ; Lebon et al., 2014).

C'est dans cette philosophie de recherche qu'a été menée cette thèse, son objectif est d'inscrire la grotte aux Points dans son enveloppe territoriale passée à partir des études sur les matières colorantes et picturales (Monney, 2018). Cette démarche intellectuelle repose sur la mise en connexion des matières picturales composant les entités graphiques (poudre), des matières (blocs cohésifs) trouvées dans les sédiments qui contiennent les vestiges du Paléolithique supérieur et des matières ferrugineuses disponibles dans l'environnement local et régional.

Ce travail sur la matière colorante s'appuie sur une méthodologie multiscalaire *in situ* et en laboratoire afin de décrire les vestiges et matières picturales d'un point de vue morphologique, minéralogique, et géochimique et d'en extraire les informations pertinentes pour recréer la chaîne opératoire depuis les zones d'extraction jusqu'à leur présence (au sol, en paroi) sur le site d'étude. L'approche intégrée constitue le vecteur de construction des différents espaces, étapes et éléments de la chaîne opératoire.

L'apport de cette thèse est double. D'un point de vue méthodologique, elle propose un nouveau regard sur les techniques d'analyse *in situ* dans les cavités ornées et présente un cahier des charges adapté aux questions archéologiques sur les matières ferrugineuses. Elle a également permis le développement de nouveaux outils pour l'observation des parois et des phases d'altération. Enfin, elle permet de faire ressortir des verrous physiques et techniques de l'analyse des matières très riches en fer, questionnant ainsi la reproductibilité des analyses sur les différents objets archéologiques « colorants » et « colorés », dont les parois.

Pour ce qui est des productions humaines passées, malgré d'autres verrous induits par les dynamiques hydro-géomorphologiques des cavités karstiques (syn- et post-fréquentations), des liens entre matières picturales et blocs de matières colorantes en stratigraphie ont pu être établis offrant un contexte chronologique, technique et culturel solide à l'art pariétal de la grotte aux Points.

La nature géologique des blocs cohésifs de la grotte aux Points a été identifiée, et mise en relation avec celle des matières colorantes présentes dans le site de l'abri des Pêcheurs situé à 40 Km au nord (Ardèche, France). La lithologie similaire entre ces deux sites du Paléolithique supérieur laisse supposer une exploitation spécifique à l'échelle régionale d'un type de matière première alors que l'environnement géologique présente une grande diversité de ressources disponibles (Chanteraud et al., 2019).

ABSTRACT

Over the past two decades, there has been a growing desire to include the study of rock art sites in an integrated approach based on the crossing of contributions from different disciplines, both in their concepts, data acquisition and processing methodologies, around archaeological and palaeoanthropological issues (Lebon et al., 2014; Castets, 2017; David et al., 2017; Delannoy et al., 2020).

It is in this perspective that this thesis was carried out. Its objective is to put the Points cave (grotte aux Points) back in its past territorial envelope based on studies of colouring and pictorial matters (Monney, 2018). This intellectual approach is based on the connection between the pictorial matters making up the graphic entities (powder), colouring matters (cohesive blocks) found in the sediments containing the remains of the Upper Paleolithic and ferruginous matters available in the local and regional environment.

This work on colouring matter is based on a multiscalar methodology *in situ* and in the laboratory in order to describe the colouring remains and pictorial matter from a morphological, mineralogical and geochemical perspective and to extract the relevant information to recreate the operating chain from the extraction areas to their presence (on the ground, in the walls, etc.) on the study site. The integrated approach has been adopted in order to construct different spaces, stages and elements of the “chaîne opératoire”.

There is a twofold interest to this thesis. From a methodological standpoint, it offers a new look at *in situ* analysis techniques in rock art caves and presents specifications adapted to the archaeological questions on ferruginous matters. It has also enabled the development of new tools for the observation of walls and

alteration phases. Finally, it makes it possible to highlight the physical and technical obstacles to the analysis of materials that are rich in iron, thus questioning the reproducibility of the analyses on the various «colouring» and «coloured» archaeological objects, including painted walls.

With regard to past human production, despite other obstacles induced by the hydro-geomorphological dynamics of the karstic cavities (syn- and post-frequentation), links between pictorial materials and blocks of colouring matter in stratigraphy sequences could be established, providing a solid chronological, technical and cultural context to the rock art of the Points cave.

The geological nature of the cohesive blocks of the Point Cave has been identified and related to that of the colouring matters present at the site of the «abri des Pêcheurs» located 40 km north (Ardèche, France). The similar lithology between these two Upper Palaeolithic sites leads us to assume a regionally specific exploitation of a single type of raw material while the geological environment presents a wide variety of available resources (Chanteraud et al., 2019).

**