



**HAL**  
open science

## Naviguer dans la toile : imagerie 3D de textiles minéralisés du site de Nausharo (première moitié du IIIe millénaire av. J.-C.)

Jiayi Li, Mathieu Thoury, Aurore Didier, Christophe Moulherat, Luc Robbiola, Andrew King, Cécile Fossé, Corentin Reynaud, Marta Bellato, Ariane Thomas, et al.

### ► To cite this version:

Jiayi Li, Mathieu Thoury, Aurore Didier, Christophe Moulherat, Luc Robbiola, et al.. Naviguer dans la toile : imagerie 3D de textiles minéralisés du site de Nausharo (première moitié du IIIe millénaire av. J.-C.). *Technè*, 2020, Fondation des Sciences du Patrimoine : recherches interdisciplinaires, 50, pp.72-79. 10.4000/technè.7931 . hal-03251107

**HAL Id: hal-03251107**

**<https://hal.science/hal-03251107v1>**

Submitted on 30 Apr 2022

**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.



## Technè

La science au service de l'histoire de l'art et de la préservation des biens culturels

50 | 2020

Fondation des Sciences du Patrimoine : recherches interdisciplinaires

---

# Naviguer dans la toile : imagerie 3D de textiles minéralisés du site de Nausharo (première moitié du III<sup>e</sup> millénaire av. J.-C.)

*Navigating through the web: 3D imaging of mineralised textiles from the Nausharo site (first half of the 3rd millennium BC)*

Jiayi Li, Mathieu Thoury, Aurore Didier, Christophe Moulherat, Luc Robbiola, Andrew King, Cécile Fossé, Corentin Reynaud, Marta Bellato, Ariane Thomas et Loïc Bertrand



### Édition électronique

URL : <https://journals.openedition.org/technè/7931>

DOI : 10.4000/technè.7931

ISSN : 2534-5168

### Éditeur

C2RMF

### Édition imprimée

Date de publication : 31 décembre 2020

Pagination : 72-79

ISBN : 978-2-11-152833-8

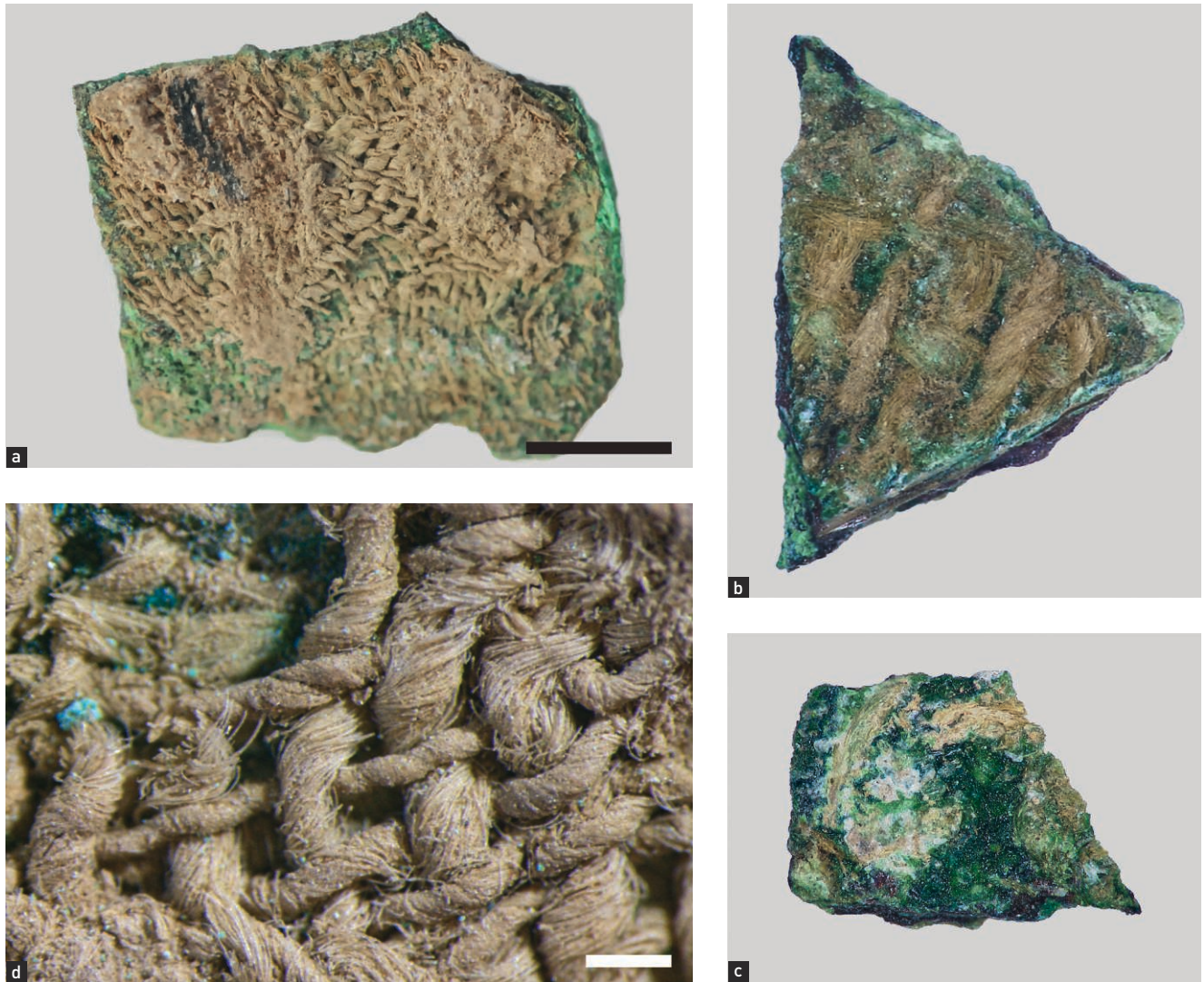
ISSN : 1254-7867

### Référence électronique

Jiayi Li, Mathieu Thoury, Aurore Didier, Christophe Moulherat, Luc Robbiola, Andrew King, Cécile Fossé, Corentin Reynaud, Marta Bellato, Ariane Thomas et Loïc Bertrand, « Naviguer dans la toile : imagerie 3D de textiles minéralisés du site de Nausharo (première moitié du III<sup>e</sup> millénaire av. J.-C.) », *Technè* [En ligne], 50 | 2020, mis en ligne le 01 avril 2022, consulté le 03 avril 2022. URL : <http://journals.openedition.org/technè/7931> ; DOI : <https://doi.org/10.4000/technè.7931>



La revue *Technè. La science au service de l'histoire de l'art et de la préservation des biens culturels* est mise à disposition selon les termes de la Licence Creative Commons Attribution - Pas d'Utilisation Commerciale - Pas de Modification 4.0 International.



*Fig. 1 a-d.* a. Photographie de la fine plaque métallique provenant du site de Nausharo et datée de la période IB (2800-2700 av. J.-C.), étudiée dans ces travaux, inv. NS 95.01.50.02. La plaque est recouverte de textiles minéralisés sur ses deux faces. Barre d'échelle : 5 mm. © Musée du quai Branly-Jacques Chirac/C. Moulherat ; b. Photographie de l'échantillon fragmentaire recouvert de textile NS 95.01.50.02-6-1 © CNRS IPANEMA/J. Li ; c. Photographie du fragment de la tôle corrodée NS 95.01.50.02-2 ; d. Macrographie montrant le tissage de l'échantillon et les concrétions minérales en surface. Barre d'échelle pour les images b à d : 500 µm. © b-d : M. Bellato.

Jiayi Li  
 Mathieu Thoury  
 Aurore Didier  
 Christophe Moulherat  
 Luc Robbiola  
 Andrew King  
 Cécile Fossé  
 Corentin Reynaud  
 Marta Bellato  
 Ariane Thomas  
 Loïc Bertrand

## Naviguer dans la toile : imagerie 3D de textiles minéralisés du site de Nausharo (première moitié du III<sup>e</sup> millénaire av. J.-C.)

Navigating through the web: 3D imaging of mineralised textiles from the Nausharo site (first half of the 3rd millennium BC)

**Résumé.** Les textiles sont périssables dans la plupart des environnements archéologiques. L'un des principaux processus conduisant à la préservation exceptionnelle de leur morphologie résulte du contact avec un objet métallique, un phénomène connu sous le nom de « minéralisation ». Nous présentons ici l'étude d'un textile ancien en lin provenant du site de Nausharo (vallée de l'Indus, Balochistan, Pakistan) et daté du III<sup>e</sup> millénaire av. J.-C. Cette étude est intégrée dans un programme de recherche sur des vestiges textiles minéralisés au contact d'objets en cuivre corrodés particulièrement anciens, mené avec le CNRS-UMR 7041/ArScAn, le musée du Louvre et le musée du quai Branly-Jacques Chirac, et mettant à profit de nouvelles approches d'investigation. Il s'agit de la première attestation directe de la présence de lin tissé sur le site. L'imagerie tomographique 3D sur synchrotron permet d'accéder à des données quantitatives encore inaccessibles sur ces textiles, comme le nombre précis de fibres par fil. Nous avons par ailleurs, à partir d'approches complémentaires, détecté la présence de signatures cellulose exceptionnelles bien conservées, même dans le cas d'un tel textile extrêmement transformé par les mécanismes physico-chimiques d'altération depuis son dépôt jusqu'à nos jours. La description de ces restes rares permet d'approfondir l'interprétation archéologique de ces textiles et nous informe également sur l'état d'altération du support métallique dont la corrosion a joué un rôle-clé dans la préservation des fibres.

**Mots-clés.** Textile archéologique, fibres de lin, minéralisation, Chalcolithique récent, Balochistan, imagerie 3D.

**Abstract.** Textiles are perishable in most archaeological environments. One of the main processes leading to the exceptional preservation of their morphology results from contact with a metallic object, a phenomenon known as "mineralization". We present here a study of an ancient linen textile from the Nausharo site (Indus Valley, Balochistan, Pakistan), dated to the 3rd millennium BC. This study is part of a research programme on textile vestiges mineralised in contact with particularly old corroded copper objects, conducted with the CNRS ArScAn laboratory, the Louvre Museum and the Musée du quai Branly-Jacques Chirac, and making use of new investigative approaches. This is the first direct attestation of the presence of woven linen on the site. 3D micro-tomographic imaging provides access to quantitative data on these textiles that are still inaccessible, such as the precise number of fibres per thread. We have detected the presence of exceptionally well-preserved cellulosic signatures, even in the case of a textile which has been extremely transformed by the physico-chemical mechanisms of alteration from its deposition to the present day. The description of these rare remains allows us to deepen the archaeological interpretation of these textiles and also informs us about the state of alteration of the metal support, whose corrosion played a key role in the preservation of the fibres.

**Keywords.** Archaeological textile, flax fibres, mineralisation, late Chalcolithic, Balochistan, 3D imaging.

73

**Jiayi Li**, doctorante, université Paris-Saclay, CNRS, ministère de la Culture, UVSQ, IPANEMA, Saint-Aubin (jiayi.li@synchrotron-soleil.fr). **Mathieu Thoury**, ingénieur de recherche, université Paris-Saclay, CNRS, ministère de la Culture, UVSQ, IPANEMA, Saint-Aubin (mathieu.thoury@synchrotron-soleil.fr). **Aurore Didier**, chargée de recherche, ArScAn, CNRS, UMR 7041, université Paris Nanterre, université Paris 1 Panthéon-Sorbonne, ministère de la Culture, Nanterre (aurore.didier@cnrs.fr). **Christophe Moulherat**, chargé d'analyses des collections/référent textile, département du Patrimoine et des Collections, Pôle conservation/restauration, musée du quai Branly-Jacques Chirac, Paris (christophe.moulherat@quaibrantly.fr). **Luc Robbiola**, ingénieur de recherche, TRACES, CNRS, UMR 5608, université Toulouse Jean-Jaurès (luc.robbiola@univ-tlse2.fr). **Andrew King**, scientifique, Synchrotron SOLEIL, Saint-Aubin (andrew.king@synchrotron-soleil.fr). **Cécile Fossé**, assistante ingénieure, université Paris-Saclay, CNRS, ministère de la Culture, UVSQ, IPANEMA, Saint-Aubin (fosse@post.bgu.ac.il). **Corentin Reynaud**, étudiant, université Paris-Saclay, CNRS, ministère de la Culture, UVSQ, IPANEMA, Saint-Aubin (corentin.reynaud@ens-paris-saclay.fr). **Marta Bellato**, étudiante, université Paris-Saclay, CNRS, ministère de la Culture, UVSQ, IPANEMA, Saint-Aubin (marta.bellato@mnhn.fr). **Ariane Thomas**, conservateur du patrimoine en charge des collections mésopotamiennes, département des Antiquités orientales, musée du Louvre, Paris (ariane.thomas@louvre.fr). **Loïc Bertrand**, chercheur, université Paris-Saclay, ENS Paris-Saclay, CNRS, Photophysique et Photochimie Supramoléculaires et Macromoléculaires, Gif-sur-Yvette (loic.bertrand@ens-paris-saclay.fr).

## Introduction

Les textiles anciens ont sans doute reçu moins d'attention que nombre d'autres matériels archéologiques, notamment parce qu'ils sont constitués de composés organiques périssables (fibres végétales ou animales), et qu'ils ont souvent été employés comme emballages d'objets paraissant plus précieux (artefacts métalliques, objets céramiques, etc.<sup>1</sup>), tant dans le Proche et le Moyen-Orient qu'en Europe. Les tissus archéologiques apportent cependant non seulement un témoignage matériel fondamental d'activités humaines telles que la production textile, l'habillement et les pratiques funéraires<sup>2</sup>, mais constituent également des témoins précieux du développement des techniques et des arts des plus anciennes civilisations<sup>3</sup>.

74

Les tissus exceptionnellement conservés sous une forme « minéralisée » constituent la principale voire souvent l'unique source de connaissance sur les textiles anciens dans de nombreux contextes archéologiques<sup>4</sup>. Retrouvés à proximité ou au contact direct d'objets métalliques corrodés<sup>5</sup>, ils peuvent provenir tout autant de contextes arides comme de milieux tempérés faiblement humides et peu aérés<sup>6</sup>. Le processus de minéralisation peut préserver la morphologie des textiles permettant l'identification des fibres, à partir de critères morphométriques à micro-échelle (dimensions, forme de la fibre, présence d'écailles de cuticule, présence et dimensions du lumen central), mais également à plus grande échelle, donnant ainsi accès à une description détaillée de motifs de tissage<sup>7</sup>. Bien que leur composition chimique puisse avoir été profondément transformée, les fibres minéralisées sont susceptibles de conserver des bio-signatures moléculaires identifiables, comme cela a pu être montré sur des fibres cellulosiques provenant du site de James City County (Virginie, États-Unis ; 1500 ap. J.-C.<sup>8</sup>), ou par des analyses protéomiques menées sur des fibres kératinisées effectuées sur une peau minéralisée issue d'une tombe de la période Viking de Cumwhitton (Cumbria, Royaume-Uni ; x<sup>e</sup> s.), ou encore d'un fragment textile provenant d'une sépulture du complexe funéraire 1 du site de Gol Mod 2 (Mongolie ; III<sup>e</sup> s. av. J.-C.-II<sup>e</sup> s. ap. J.-C.<sup>9</sup>). Jusque récemment, ces restes rares et souvent de petite dimension étaient cependant systématiquement dégagés à la restauration des objets qu'ils recouvraient lors du nettoyage ou de la stabilisation de leur surface avant exposition<sup>10</sup>.

Nous présentons ici l'étude d'un textile bien plus ancien, datant de la première moitié du III<sup>e</sup> millénaire av. J.-C et minéralisé au contact d'objets à base cuivre. Les échantillons étudiés proviennent du site de Nausharo (région de Kachi-Bolan, Balochistan, Pakistan) fouillé entre 1986 et 1996 par la Mission Archéologique de l'Indus<sup>11</sup> (M.A.I., Dir. : J.-F. Jarrige<sup>12</sup>). En utilisant des approches analytiques avancées en 2D et 3D, notamment sur source synchrotron, nous avons identifié les phases minérales en présence. Le développement d'une approche semi-quantitative d'analyse de données tomographiques a permis d'accéder, de manière non-invasive, à l'identification des composés chimiques dans

le volume et ainsi de mieux comprendre leur rôle dans le mécanisme de minéralisation. Nous montrons que des signatures de matière organique ont été exceptionnellement préservées même dans ces systèmes fortement minéralisés.

## Matériels et méthodes

Les travaux présentés portent sur des vestiges textiles identifiés sur une fine pièce métallique de dimensions originelles 28 mm × 12 mm (inv. M.A.I. NS 95.01.50.02)<sup>13</sup> découverte en 1995, lors de la fouille d'une maison de Nausharo (Chantier 1), et datée de la période IB (2800-2700 av. J.-C.). Les niveaux d'occupation de cette période, contemporains de ceux de Mehrgarh VIIB, ont livré une riche culture matérielle comprenant une remarquable collection de figurines en terre cuite et de très nombreuses céramiques aux styles variés traditionnellement associées aux hautes terres du Balochistan (Quetta, Nal, Damb Sadaat, Faiz Muhammad) ou à la vallée de l'Indus (Kot-Diji). Les analyses portent sur plusieurs échantillons qui se sont spontanément détachés d'un fragment de la plaque très corrodée prélevé pour étude par C. Moulherat au C2RMF (dimensions : 12 mm × 9 mm ; fig. 1 a), notamment un échantillon recouvert de restes textiles (NS 95.01.50.02-6-1, fig. 1 b) et un échantillon de la tôle corrodée (NS 95.01.50.02-2, environ 4.0 × 3.5 × 1.0 mm<sup>3</sup>, fig. 1 c). La structure interne des échantillons a été analysée par microtomographie aux rayons X ( $\mu$ CT) sur synchrotron (ligne PSICHE, synchrotron SOLEIL, Saint-Aubin, France). Des méthodes analytiques complémentaires (microscopies optique, infrarouge à transformée de Fourier et électronique à balayage) ont été employées pour corroborer l'identification des phases et approfondir la caractérisation des résidus organiques.

Pour l'analyse par  $\mu$ CT, les échantillons ont été éclairés par un faisceau de rayons X polychromatiques intense (40-100 keV, énergie pic : 86 keV, distance entre échantillon et détecteur : 50 mm). Un grossissement de 2,7× a été choisi, conduisant à une taille de voxel efficace de (2,4  $\mu$ m)<sup>3</sup>. 3000 projections ont été enregistrées sur 360° pour obtenir un tomogramme complet (750 ms par projection<sup>14</sup>). L'identification des phases a été corroborée par le couplage à la tomographie de mesures de diffraction des rayons X à dispersion d'énergie (ED-XRD) *in situ*<sup>15</sup>, dans le volume tomographié complet, et par le développement d'une méthode d'évaluation semi-quantitative du coefficient d'atténuation linéique des rayons X (noté  $\mu$  par la suite) par  $\mu$ CT<sup>16</sup>.

Sur des coupes pratiquées ensuite de manière invasive, la composition élémentaire et minérale a été caractérisée par spectrométrie de dispersion d'énergie (EDS) couplée à la microscopie électronique à balayage (MEB) et par diffraction des électrons rétrodiffusés (EBSD) à l'aide du MEB FEG (JSM 7100F TTLS LV – EDS/EBSD, JEOL) du Centre de MicroCaractérisation Raimond Castaing (CNRS UMS 3623, Toulouse). Les données MEB-EDS et EBSD ont été traitées à l'aide du logiciel AZtecHKL (Oxford Instruments). Des

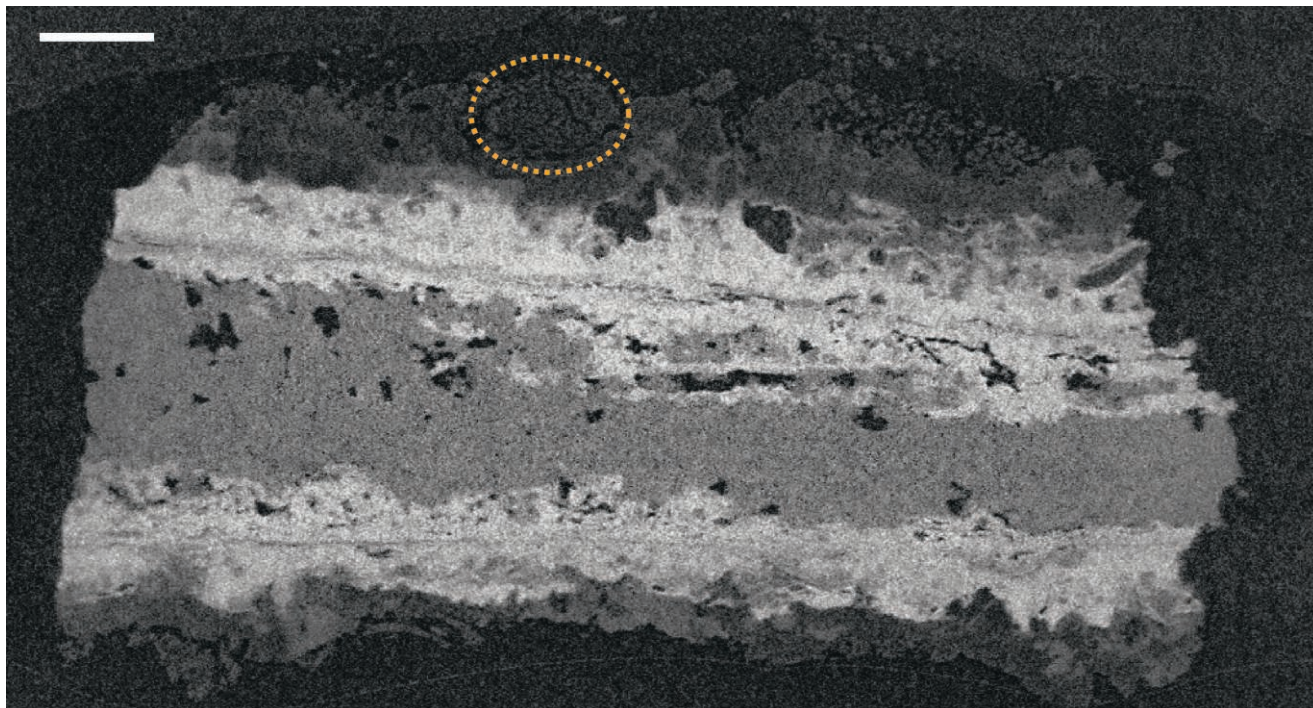


Fig. 2. Section virtuelle en microtomographie aux rayons X montrant la stratigraphie de l'échantillon NS 95.01.50.02-6-1 : plaque de cuivre corrodée (au centre), composés de corrosion du cuivre et textiles minéralisés (à la périphérie). Dans cette image représentée en niveaux de gris, le blanc correspond à une atténuation élevée (composés denses) et le noir correspond à une atténuation faible (composés peu denses). Barre d'échelle : 200  $\mu\text{m}$ .  
© CNRS IPANEMA/J. Li.

données de spectrométrie infrarouge (FT-IR) ont été collectées au laboratoire IPANEMA à l'aide d'un appareil Bruker Vertex 70 couplé à un microscope Hyperion 3000 IR équipé d'un détecteur au tellurure de mercure-cadmium. Les spectres de fibres isolées ont été recueillis en cellule de compression diamant en mode transmission (gamme spectrale : 4000-800  $\text{cm}^{-1}$ , résolution spectrale : 4  $\text{cm}^{-1}$ , moyenne de 128 scans). Leur spectre d'absorbance des échantillons a été corrigé de leur épaisseur mesurée en AFM sur la ligne SMIS du synchrotron SOLEIL. Les données FT-IR ont été traitées avec des scripts développés à partir du logiciel d'analyse statistique R.

## Résultats

L'objet d'étude est une fine plaque à base cuivre très fortement corrodée. Une observation visuelle et en stéréo-microscopie montre que des restes de textile sont présents sur les deux faces de l'objet. Leur étude révèle que ces textiles présentent tous les mêmes caractéristiques techniques quelle que soit leur localisation sur l'objet. Le tissage utilisé est une armure toile équilibrée<sup>17</sup> d'environ 23 fils par centimètre (fig. 1 d). Les fils superficiels émergent de la couche de corrosion recouvrant l'objet, tandis que ceux qui sont en contact avec la plaque sont enrobés en partie ou en totalité par la matière corrodée. Les fils, de torsion Z, ont un diamètre de

150 à 250  $\mu\text{m}$ , et leur section elliptique est bien identifiable. Ceux visibles à la surface présentent une brillance vitreuse et des dépôts superficiels d'une teinte beige. Les fibres émergentes montrent une certaine souplesse lorsqu'elles sont manipulées avec une pince. Le lumen des fibres est bien identifié et les « genoux » caractéristiques du lin apparaissent clairement. Des particules globulaires vertes sont observées en surface des fibres, avec une distribution de taille resserrée et homogène (diamètre : 15-20  $\mu\text{m}$ , fig. 1 d). Les fils incrustés plus profondément dans la couche de corrosion externe montrent différentes teintes de vert, typiques de produits de corrosion du cuivre. L'observation d'une fracture naturelle de l'échantillon révèle la présence de couches internes d'un rouge-brun sous ces produits de corrosion. Les données de tomographie corroborent qualitativement et quantitativement les observations superficielles. Leur morphologie permet de distinguer très clairement les fibres des produits de corrosion. Les images obtenues confirment le diamètre des fils observés en surface et montrent que chacun contient typiquement 200 fibres d'un diamètre de 12 à 15  $\mu\text{m}$  (203 pour le fil délimité par des pointillés sur la fig. 2)<sup>18</sup>, séparées les unes des autres par un espace de l'ordre de 6  $\mu\text{m}$ .

Un histogramme des intensités de niveaux de gris a été produit à partir d'une stratigraphie virtuelle sélectionnée dans le volume  $\mu\text{CT}$  reconstruit afin d'étudier la distribution des composés chimiques présents. Cet histogramme a été

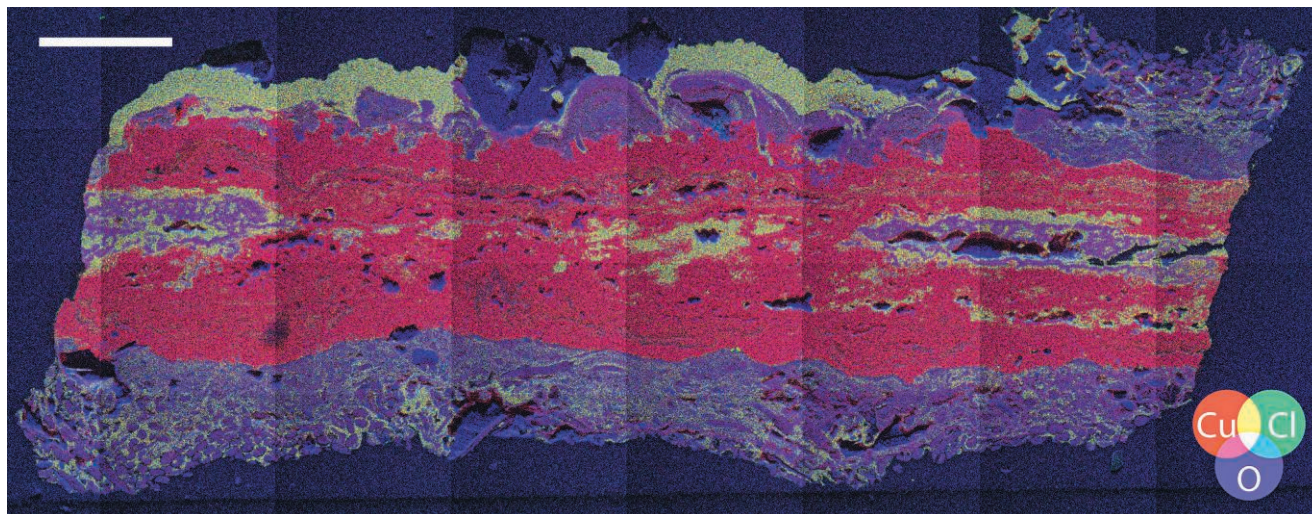


Fig. 3. Image en fausses couleurs d'une cartographie EDS obtenue en microscopie électronique à balayage d'une section transverse pratiquée sur l'échantillon NS 95.01.50.02-2 : cuivre (rouge), chlore (vert), oxygène (bleu). Barre d'échelle : 200  $\mu\text{m}$ . © CNRS IPANEMA/C. Fossé.

calibré par étalons externes et décomposé en somme de gaussiennes. L'étude détaillée de cette décomposition sort du cadre de cette contribution, et le lecteur est invité à se reporter à Li *et al.*, 2019. Les fibres montrent une atténuation limitée des rayons X, due à leur faible densité électronique, typiquement inférieure d'un facteur 4 à celle des minéraux présents dans les couches de corrosion (fig. 2). L'observation tomographique des fragments, bien que totalement corrodés et ne présentant plus de noyau métallique, permet de distinguer clairement la limite des surfaces originelles de la plaque de métal initiale dont l'épaisseur était de l'ordre de 500  $\mu\text{m}$ . Au milieu de la plaque, deux couches d'altération présentant des niveaux de gris différents sont mises en évidence. La stratigraphie observée est caractéristique des artefacts archéologiques en cuivre retrouvés en contexte sédimentaire. Les composés du cuivre en présence montrent des coefficients d'atténuation étagés ; il est donc possible de proposer une première attribution des phases de manière parfaitement non-invasive à partir de l'estimation semi-quantitative de ces composés par  $\mu\text{CT}$ . La couche la plus interne, d'une épaisseur variant de 300 à 400  $\mu\text{m}$  et présentant une atténuation aux rayons X relativement homogène, est associée à une phase discontinue à l'échelle de quelques centaines de micromètres, dont le coefficient d'atténuation correspond à celui du chlorure cuivreux ( $\mu \approx 2,3 \text{ cm}^{-1}$ ). De part et d'autre de cette strate centrale, une zone de 200 à 250  $\mu\text{m}$  d'épaisseur, principalement composée d'oxyde cuivreux  $\text{Cu}_2\text{O}$  (minéral associé : cuprite), est détectée ( $\mu \approx 3,7 \text{ cm}^{-1}$ ). Ces couches comprennent des porosités de dimensions irrégulières, de 15 à 40  $\mu\text{m}$ , principalement situées au centre. À l'extérieur de la surface originelle de l'échantillon, la corrosion externe montre deux

composés à plus faible atténuation, correspondant à des produits de corrosion du cuivre(II) de densité électronique moindre : hydroxychlorure de cuivre et composé de silicate de cuivre hydraté ou hydroxylé, ainsi qu'une présence mineure de carbonate de cuivre. Les analyses complémentaires corroborent ces résultats. L'analyse ED-XRD couplée à la tomographie, pratiquée dans le volume *in situ*, identifie trois composés majoritaires (nantokite, cuprite et atacamite) distribués successivement de l'intérieur vers l'extérieur de l'échantillon NS 95.01.50.02-6-1. Les données de MEB-EDS collectées sur une coupe pratiquée dans le fragment NS 95.01.50.02-2 du même objet, après analyse  $\mu\text{CT}$  conduisant à des résultats similaires, montrent que les éléments Cu, O et Cl, Si sont les principaux identifiés à l'intérieur et à l'extérieur de l'échantillon, respectivement. Les ratios de teneur en ces éléments corroborent la présence de cuprite au cœur de l'échantillon et celles d'atacamite et d'une phase de type dioptase dans les couches de corrosion externe. Les éléments mineurs Al, Ca, As et S sont observés (fig. 3). Des mesures complémentaires en EBSD (diffraction d'électrons conduite sur microscope électronique) ont été effectuées ultérieurement sur la même coupe de l'échantillon complètement corrodé, présentant une zone interne partiellement poreuse et révélant différentes strates d'altération. Ces analyses ont confirmé la présence majoritaire de ces phases de corrosion : cuprite ( $\text{Cu}_2\text{O}$ ) et atacamite ( $\text{Cu}_2(\text{OH})_3\text{Cl}$ ), dans les couches interne et externe respectivement. Notons que le traitement statistique des histogrammes générés à partir des images  $\mu\text{CT}$  révèle la présence d'une phase minérale non identifiée préalablement, de densité intermédiaire entre le chlorure et l'oxyde cuivreux ( $\mu \approx 3,0 \text{ cm}^{-1}$ )<sup>19</sup> ; sa présence est corroborée

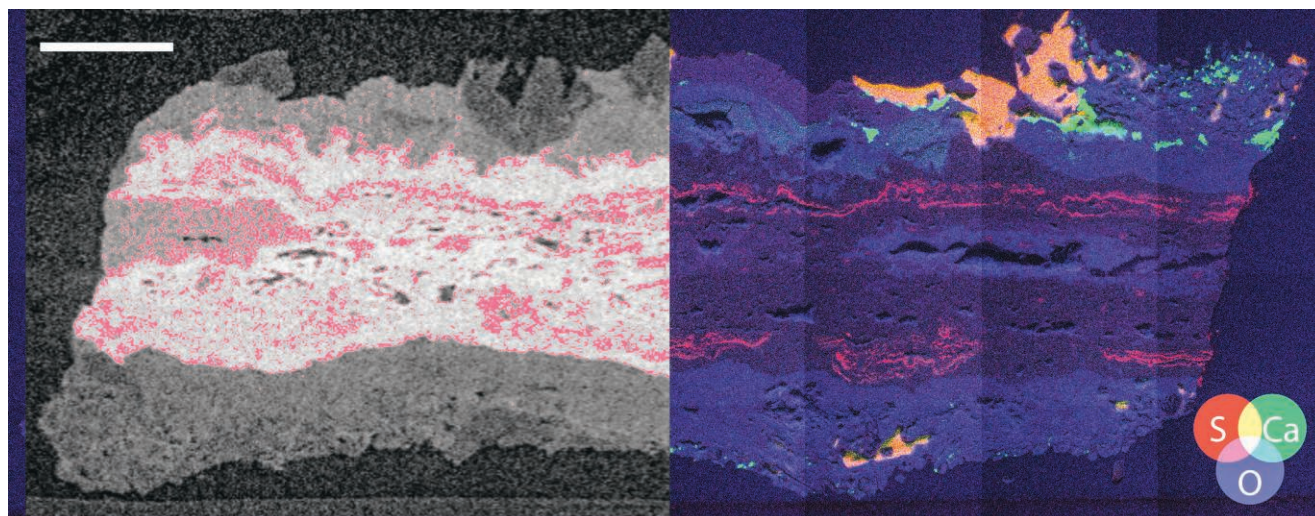


Fig. 4. À gauche : section virtuelle en microtomographie aux rayons X de l'échantillon NS 95.01.50.02-2 montrant des pixels appartenant à la phase minérale complexe non identifiée préalablement (en rouge,  $\mu \approx 3,0 \text{ cm}^{-1}$ ) ; à droite : image en fausses couleurs d'une cartographie EDS obtenue en microscopie électronique à balayage d'une section transverse pratiquée ensuite sur l'échantillon : soufre (rouge), calcium (vert), oxygène (bleu). On note une corrélation entre des pixels des composés identifiés en rouge et la présence de soufre. Barre d'échelle : 200  $\mu\text{m}$ . © CNRS IPANEMA/L. Bertrand.

par une signature spécifique en éléments traces (voir par exemple fig. 4).

Les spectres d'absorption infrarouge FT-IR obtenus sur des sections minces de fibres isolées présentent tous de fortes similarités avec ceux obtenus sur une fibre de lin moderne, signe de la préservation partielle des composés organiques natifs (fig. 5). En particulier, les absorptions constituant le massif de la zone signature (1200-900  $\text{cm}^{-1}$ ), caractéristiques des polysaccharides, sont bien marquées et comparables. Certaines différences par rapport aux spectres collectés sur la fibre moderne montrent que des modifications chimiques sont intervenues au cours du temps. Les bandes d'absorption caractéristiques des hémicelluloses (1731  $\text{cm}^{-1}$ , 1255  $\text{cm}^{-1}$ ) observées sur l'échantillon moderne et attribuées aux modes d'élongation des liaisons C–O des groupements méthoxy et

des liaisons C=O, ne sont plus détectables dans l'échantillon de Nausharo. La présence de résidus cellulosiques hydrolysés dans les fibres se traduit par l'observation des bandes d'absorption à 1161  $\text{cm}^{-1}$ , 1058  $\text{cm}^{-1}$  et 1035  $\text{cm}^{-1}$ , associées aux vibrations des liaisons C–O des ponts  $\beta$ -1,4-glucosidiques, à une intensité moindre que dans la fibre de référence. L'apparition d'une bande d'absorption très faible mais identifiable vers 3620  $\text{cm}^{-1}$  (élongation des liaisons O–H dans les silicates) signe l'apparition de phases silicatées du cuivre(II). Ces observations montrent cependant que malgré l'altération des composés d'hémicellulose et des chaînes cellulosiques, ainsi que l'apparition de minéraux néoformés, la minéralisation n'a pas conduit à un remplacement total par des composés inorganiques, mais a préservé certains fragments organiques originels.

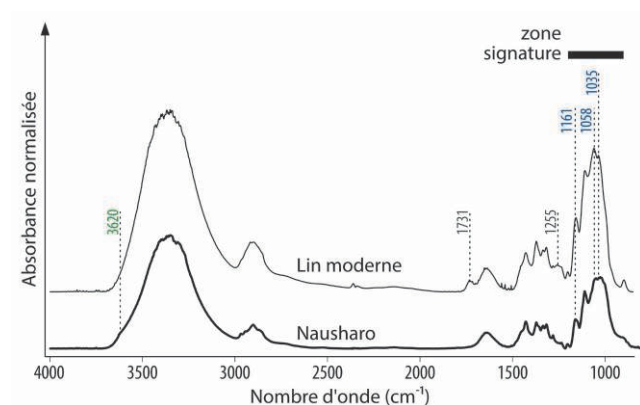


Fig. 5. Comparaison entre le spectre infrarouge d'une fibre de l'échantillon de Nausharo et celui d'un échantillon de lin moderne. © CNRS IPANEMA/C. Reynaud.

## Discussion

L'utilisation du lin remonte au moins au Paléolithique supérieur comme l'atteste la présence de lin sauvage dans des gisements d'argile datant de 30 000 ans av. J.-C. en Géorgie<sup>20</sup>. En Asie du Sud, les plus anciens témoignages de l'utilisation du coton proviennent des niveaux néolithiques du site de Mehrgarh (VIII<sup>e</sup>-VI<sup>e</sup> millénaires av. J.-C.), localisé à 6 kilomètres de Nausharo au Balochistan<sup>21</sup>. L'utilisation du lin, de la laine et d'autres plantes, jute ou chanvre, a également été enregistrée sur plusieurs sites du Chalcolithique et de l'âge du Bronze (IV<sup>e</sup>-III<sup>e</sup> millénaires av. J.-C.) fouillés au Balochistan et dans la vallée de l'Indus<sup>22</sup>. La découverte de graines de lin carbonisées à Nausharo confirme indirectement la présence de cette plante sur le site<sup>23</sup>.



Nos travaux constituent la première attestation directe de l'utilisation de lin dans une pratique artisanale à Nausharo. La forme originale de l'objet NS 95.01.50.02 est inconnue, comme la raison de l'emploi d'un textile pour le recouvrir entièrement, des restes textiles ayant été observés des deux côtés de la plaque. La similarité présentée par le textile sur les deux faces de la plaque suggère que celle-ci a pu, à l'origine, être emballée par un seul et même tissu, pratique observée notamment dans la nécropole de Suse en Iran où de nombreuses pièces en cuivre ont été retrouvées emballées par une toile de lin. Conservées au département des Antiquités orientales du musée du Louvre, ces haches sont datées entre la fin du V<sup>e</sup> et le début du IV<sup>e</sup> millénaire avant notre ère<sup>24</sup>. C'est également le cas à Shahi-Tump au Makran (sud-ouest du Balochistan pakistanais) où plusieurs tombes datées du Chalcolithique récent (seconde moitié du IV<sup>e</sup> millénaire av. J.-C.-début du III<sup>e</sup> millénaire) ont livré des haches enveloppées dans un textile en lin<sup>25</sup>. Si ces dépôts relèvent de rituels funéraires, l'aspect fragmentaire de l'objet de Nausharo ne permettant pas d'en restituer la forme complète semble exclure toute conclusion définitive quant à sa nature exacte et sa fonction. Toutefois, sa découverte dans un contexte domestique, sur le sol d'une cellule de stockage d'une maison, suggère qu'il relève d'une pratique utilitaire. Il pourrait, par exemple, s'agir d'un outil (d'artisan ?) enveloppé dans un textile pour le protéger afin d'éviter qu'il ne s'entrechoque avec d'autres objets.

Un résultat important obtenu est la présence de signatures celluloseuses par microspectroscopie infrarouge. Sans que cela ne présume de la forme chimique sous laquelle ces signatures sont encore présentes dans un matériel aussi altéré, ceci atteste de l'intérêt de poursuivre l'étude de ces restes exceptionnels pour identifier la nature de ces « poches de préservation moléculaire<sup>26</sup> ». Il serait ainsi particulièrement intéressant de savoir si les restes celluloseux sont encore présents sous une forme macromoléculaire relativement préservée ou si, au contraire, seuls des oligosides de faible degré de polymérisation ont pu être préservés, par exemple stabilisés par leur adsorption sur des surfaces minérales.

L'imagerie par tomographie aux rayons X synchrotron apporte des informations très riches sur les restes textiles et sur les mécanismes à l'origine de leur préservation. Nous avons pu mettre en évidence la limite des surfaces originelles, déterminer l'épaisseur de la plaque initiale et identifier que l'objet avait été maintenu dans un milieu peu lixiviant : un bilan matière montre que le cuivre oxydé extrait de la plaque entièrement corrodée se retrouve majoritairement dans les couches externes de corrosion attachées à l'objet. Par ailleurs, l'accès direct au comptage et aux dimensions des fibres ouvre la porte à une véritable morphométrie de ces restes

archéologiques, qui devrait permettre de comparer leurs diamètres et de quantifier la dispersité de leurs formes. Cette dispersité pourrait nous apporter des informations sur la domestication des espèces végétales, sur certaines pratiques agricoles, ou bien sur les choix des fibres effectués en fonction de leurs propriétés techniques ou artistiques.

L'approche analytique développée a permis de corroborer en 3D l'identification des phases majeures et mineures présentes dans l'échantillon par une évaluation semi-quantitative des coefficients d'atténuation des rayons X. L'artefact étudié est en cuivre à priori non allié et totalement corrodé, ne contenant à l'origine que des traces d'autres éléments chimiques que le cuivre. La cartographie des phases par cette approche d'imagerie 3D ne requiert aucune préparation spécifique de l'échantillon (en particulier, pas de polissage de sections transverses), évitant tout déplacement de matière ainsi que l'exposition à l'air de composés chimiquement réactifs tels que la nantokite, CuCl, qui s'altère rapidement lors de la préparation des sections polies pratiquées. Le traitement statistique des images a révélé une phase minérale non identifiée préalablement, de densité intermédiaire entre le chlorure et l'oxyde cuivreux, corroborée par une signature spécifique en éléments traces. Ce résultat a pu être obtenu dans le cadre d'une expérience classique de tomographie et non dans celui, plus contraint, d'expériences de diffraction cohérente<sup>27</sup>.

Cette étude s'insère dans un programme de recherche visant à approfondir l'analyse de textiles minéralisés (processus de formation, identification des restes organiques présents) par de nouveaux développements méthodologiques et portant notamment sur un important corpus provenant de l'Orient ancien (Nausharo, Balochistan, Pakistan ; Telloh, Mésopotamie, Iraq ; Gonur-Depe, Turkménistan) et d'Europe.

*Ce travail a bénéficié du soutien de la Fondation des Sciences du Patrimoine/LabEx PATRIMA ANR-10-LABX-0094-01.*

## Remerciements

Nous tenons à remercier Arnaud Proietti (Centre de MicroCaractérisation Raimond Castaing, Toulouse) pour son apport à l'analyse des échantillons, et Pierre Guériau (IPANEMA) pour son aide lors du traitement des données.

Le temps de faisceau au synchrotron SOLEIL a été accordé dans le cadre des projets n° 20160431 et n° 20161242. Nous remercions l'équipe de la ligne SMIS du synchrotron SOLEIL et Alexandre Dazzi pour l'accès à l'instrument de nano-imagerie infrarouge installé sur la ligne.

## Notes

1. Moorey, 1999.
2. Good, 2001 ; Potts, 2012.
3. Jenkins *et al.*, 2003 ; Strand *et al.*, 2010.
4. Biek, 1963 ; Jakes *et al.*, 1984 ; Janaway, 1987, p. 127-148 ; Gleba *et al.*, 2012 ; Thomas, 2012 ; Thomas, Moulherat, 2015.
5. Gleba, 2011.
6. Gillard *et al.*, 1994.
7. Ordonez *et al.*, 1998 ; Moulherat *et al.*, 2002.
8. Chen *et al.*, 1996 et 1998 ; Chen, 1995.
9. Solazzo *et al.*, 2014.
10. On se reportera à Breniquet, 2008, ainsi qu'aux contributions du groupement de recherche international ATOM (Ancient Textiles from the Orient to the Mediterranean) du CNRS, et notamment aux travaux de Louise Quillien sur le lin au Proche-Orient au I<sup>er</sup> millénaire av. J.-C. (Quillien, 2016).
11. À l'époque des fouilles de Nausharo (1986-1996), la Mission Archéologique de l'Indus (dir. J.-F. Jarrige, CNRS) était rattachée au Centre de recherches archéologiques Indus-Balochistan, Asie centrale et orientale (UMR 9993, CNRS/Musée Guimet). Son programme est intégré, depuis 2014, à la Mission Archéologique Française du Bassin de l'Indus (Dir. A. Didier, CNRS) au laboratoire Archéologies et Sciences de l'Antiquité-ArScAn (UMR 7041, CNRS, université Paris 1 Panthéon-Sorbonne, université Paris-Nanterre, ministère de la Culture).
12. Jarrige, 1996.
13. L'objet est un échantillon exporté en France pour analyse et conservé dans les collections de référence de la M.A.I., aujourd'hui placées sous la responsabilité de la Mission Archéologique Française du Bassin de l'Indus (CNRS, ArScAn-UMR 7041). Il porte un numéro d'inventaire attribué par la M.A.I. sur le terrain en fonction de son contexte de découverte (code du site, année de fouille, n° de chantier, n° de locus, n° de lot).
14. Li *et al.*, 2019.
15. King *et al.*, 2019.
16. Li *et al.*, 2019.
17. Possédant le même nombre de fils de chaîne et de trame.
18. On notera que la représentation d'une coupe virtuelle unique telle que visible en fig. 2 ne permet pas de déterminer avec précision le nombre de fibres, la résolution étant limitée. C'est la donnée 3D qui permet, en circulant entre les plans virtuels, de lever les ambiguïtés et de procéder à ce dénombrement de manière fiable.
19. Li *et al.*, 2019.
20. Kvavadze *et al.*, 2009.
21. Moulherat *et al.*, 2002.
22. Besenval, 2011 ; Kenoyer, 2004.
23. Moulherat *et al.*, 2002.
24. Pfister, 1943.

25. Besenval, 2011.
26. Georgiou *et al.*, 2019.
27. Maldanis *et al.*, 2020.

## Bibliographie

- Besenval R., 2011, "Between East and West: Kech-Makran (Pakistan) during Protohistory", in T. Osada et M. Witzel (ed.), *Cultural Relations between the Indus and the Iranian Plateau during the Third Millennium BCE*, Harvard Oriental Series, Opera Minora, vol. 7., Cambridge, p. 41-164.
- Biek L., 1963, *Archaeology and the microscope: the scientific examination of archaeological evidence*, Praeger, Londres.
- Breniquet C., 2008, *Essai sur le tissage en Mésopotamie : des premières communautés sédentaires au milieu du III<sup>e</sup> millénaire avant J.-C.*, (Travaux de la maison René-Gimouès, 5), Éditions De Boccard, Paris.
- Chen H.-L. *et al.*, 1996, "SEM, EDS, and FTIR examination of archaeological mineralized plant fibres", *Textile Research Journal*, 66, p. 219-224.
- Chen H.-L. *et al.*, 1998, "Preservation of archaeological textiles through fibre mineralization", *Journal of Archaeological Science*, 25, p. 1015-1021.
- Georgiou R. *et al.*, 2019, "Carbon speciation in organic fossils using 2D to 3D x-ray Raman multispectral imaging", *Science Advances*, vol. 5, n° 8, eaaw5019.
- Gillard R. D. *et al.*, 1994, "The mineralization of fibres in burial environments", *Studies in Conservation*, 39, p. 132-140.
- Gleba M., 2011, "Textile studies: sources and methods", *Kubaba*, 2, p. 2-26.
- Gleba M. *et al.*, 2012, "Textiles and textile production in Europe from Prehistory to AD 400", *Ancient textiles series*, 11, Oxbow Books, Oxford.
- Good I., 2001, "Archaeological textiles: a review of current research", *Annual Review of Anthropology*, 30, p. 209-226.
- Jakes K. A. *et al.*, 1984, "An examination of the phenomenon of textile fabric pseudomorphism", *Archaeological Chemistry*, 3, p. 403-424.
- Janaway R. C., 1987, *The preservation of organic materials in association with metal artefacts deposited in inhumation graves*, Manchester University Press.
- Jarrige J.-F., 1996, « Les Fouilles de Nausharo au Balochistan pakistanais et leur contribution à l'étude de la Civilisation de l'Indus », *Académie des Inscriptions et Belles-Lettres : Comptes rendus des séances de l'année 1996*, III, p. 821-877.
- Jenkins D. T. *et al.*, 2003, *The Cambridge history of Western textiles*, vol. 1, Cambridge University Press.
- Kenoyer J., 2004, "Ancient textiles of the Indus Valley region", in N. Bilgrami (ed.), *Tana Bana: the woven soul of Pakistan*, Koel, Karachi, Pakistan, p. 18-31.
- King A. *et al.*, 2019, "Recent tomographic imaging developments at the PSICHE beamline", *Integrating Materials and Manufacturing Innovation*, 8, p. 551-558.
- Kvavadze E. *et al.*, 2009, "30,000-year-old wild flax fibers", *Science*, 325, p. 1359-1359.
- Li J. *et al.*, 2019, "Synchrotron-based phase mapping in corroded metals: insights from early copper-base artifacts", *Analytical Chemistry*, 91, p. 1815-1825.
- Maldanis L. *et al.*, 2020, "Nanoscale 3D quantitative imaging of 1.88 Ga Gunflint microfossils reveals novel insights into taphonomic and biogenic characters", *Scientific Reports*, 10, article 8163.
- Moorey P. R. S., 1999, *Ancient Mesopotamian materials and industries. The archaeological evidence*, Eisenbrauns, Penn State University Press.
- Moulherat C. *et al.*, 2002, "First evidence of cotton at Neolithic Mehrgarh, Pakistan: analysis of mineralized fibres from a copper bead", *Journal of Archaeological Science*, 29, p. 1393-1401.
- Ordonez M. T. *et al.*, 1998, "Textiles from the seventeenth-century privy at the Cross Street Back Lot site", *Historical Archaeology*, 32, p. 81-90.
- Pfister R., 1943, « Les textiles à Suse », dans *Mémoires de la Mission archéologique en Iran, Mission de Susiane, Archéologie susienne*, tome XXIX, Les Presses universitaires, Paris, p. 192-194.
- Potts D. T., 2012, *A companion to the archaeology of the ancient Near East*, Blackwell Publishing Ltd.
- Solazzo C. *et al.*, 2014, "Species identification by peptide mass fingerprinting (pmf) in fibre products preserved by association with copper-alloy artefacts", *Journal of Archaeological Science*, 49, p. 524-535.
- Strand E. A. *et al.*, 2010, "Old textiles-new possibilities", *European Journal of Archaeology*, 13, p. 149-173.
- Thomas A., 2012, « Restes textiles sur un clou de fondation de Gudea. Étude préliminaire », *Paléorient*, 38.1, p. 151-159.
- Thomas A., Moulherat C., 2015 : « Les fondations mésopotamiennes, conservatoire pour l'étude des textiles », *Techné*, 41, p. 8-18.

## Documents inédits

- Chen H.-L., 1995, *Microstructures of mineralized cellulosic fibres*. Thèse de doctorat, The Ohio State University.
- Quillien L., 2016, *Les textiles en Mésopotamie (750-500 av. J.-C.) : techniques de productions, circuits d'échanges et significations sociales*. Thèse de doctorat, université Paris 1 Panthéon-Sorbonne.