



**HAL**  
open science

# Aspects archéométriques de la circulation de l'obsidienne préhistorique : développements analytiques et applications en Corse, Sardaigne et Ethiopie

François-Xavier Le Bourdonnec

► **To cite this version:**

François-Xavier Le Bourdonnec. Aspects archéométriques de la circulation de l'obsidienne préhistorique : développements analytiques et applications en Corse, Sardaigne et Ethiopie. Archéologie et Préhistoire. Université Bordeaux Montaigne, 2007. Français. NNT : 2007BOR30046 . tel-04498246

**HAL Id: tel-04498246**

**<https://hal.science/tel-04498246>**

Submitted on 11 Mar 2024

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

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

**UNIVERSITÉ MICHEL DE MONTAIGNE BORDEAUX 3**

**Doctorat**

**PHYSIQUE DES ARCHÉOMATÉRIAUX**

**François-Xavier Le Bourdonnec**

**Maître ès Sciences**

**ASPECTS ARCHÉOMÉTRIQUES DE LA CIRCULATION  
DE L'OBSIDIENNE PRÉHISTORIQUE**

**Développements analytiques et applications  
en Corse, Sardaigne et Éthiopie**

*Thèse dirigée par Gérard Poupeau et Jean-Paul Raynal*

Soutenue le 15 novembre 2007

**Jury :**

François Fröhlich	(Président)
André D'Anna	(Rapporteur)
Jean-Claude Mercier	(Rapporteur)
Jacques Jaubert	(Examineur)
Philippe Moretto	(Examineur)
Gérard Poupeau	(Directeur de thèse)
Jean-Paul Raynal	(Directeur de thèse)



*À la mémoire de notre collègue Sandro Meloni*



*À Maman*



Futur docteur Aruspice  
Sondant les entrailles de Mère Gé,  
Relevant le moindre indice  
Pour le destin des Terres Hé ! Mère Gé !  
Trouve une issue Salvatrice  
Qui conduise à un ciel AH ! C'Père Gé  
De Lumière et d'excentric'

*Pierre de Bourmont*





# SOMMAIRE

*Avant-propos*

## INTRODUCTION

### PREMIÈRE PARTIE

#### L'OBSIDIENNE : INTRODUCTION AUX ÉTUDES DE PROVENANCE

CHAPITRE I : L'OBSIDIENNE : UN 'VERRE' D'ORIGINE VOLCANIQUE	7
<i>I.1 Une histoire magmatique complexe ?</i>	7
<i>I.2 Composition</i>	9
<i>I.3 Structure, minéralogie</i>	12
<i>I.4 L'obsidienne sur le terrain</i>	13
<i>I.5 Conclusion</i>	18
CHAPITRE II : LES MÉTHODES DE CARACTÉRISATION DE L'OBSIDIENNE DANS LES ETUDES DE PROVENANCE	19
<i>II.1 Caractérisation par la composition élémentaire</i>	21
<i>II.2 Caractérisation par l'âge de formation</i>	25
<i>II.3 Caractérisation par les propriétés structurales</i>	26
<i>II.4 Conclusion : quelle(s) méthode(s) choisir ?</i>	27

### DEUXIÈME PARTIE

#### ASPECTS MÉTHODOLOGIQUES DE LA CARACTERISATION DES OBSIDIENNES

CHAPITRE III : CARACTÉRISATION DES OBSIDIENNES DE MÉDITERRANÉE CENTRALE ET OCCIDENTALE	33
<i>III.1 Les gisements d'obsidienne de Méditerranée occidentale</i>	35
<i>III.2 Caractérisation des obsidiennes de Méditerranée occidentale : Historique</i>	46
<i>III.3 Bilan 'microsondes électroniques'</i>	49
<i>III.4 Bilan PIXE</i>	74
<i>III.5 Bilan 'spectroscopies vibrationnelles'</i>	85
<i>III.6 Conclusion : Quelle stratégie pour les études de provenance en Méditerranée occidentale ?</i>	94
CHAPITRE IV : MICROSONDE ÉLECTRONIQUE ET CARACTÉRISATION DES OBSIDIENNES DE MÉDITERRANÉE OCCIDENTALE	99

CHAPITRE V : MICROSCOPE ÉLECTRONIQUE À BALAYAGE ET CARACTÉRISATION DES OBSIDIENNES DE MÉDITERRANÉE OCCIDENTALE	113
CHAPITRE VI : CARACTÉRISATION DES OBSIDIENNES DE MÉDITERRANÉE OCCIDENTALE PAR FLUORESCENCE-X SOUS FAISCEAU D'IONS	123
CHAPITRE VII : SPECTROSCOPIE RAMAN ET RECHERCHES DE PROVENANCE DE L'OBSIDIENNE	131

### **TROISIÈME PARTIE :**

#### **LA CIRCULATION DE L'OBSIDIENNE AU NÉOLITHIQUE : CORSE ET SARDAIGNE**

CHAPITRE VIII : NÉOLITHIQUE ET OBSIDIENNE DANS LA ZONE NORD TYRRHÉNIENNE	143
<i>VIII.1 Obsidienne dans le Néolithique nord tyrrhénien</i>	144
<i>VIII.2 Nouvelles données sur l'obsidienne en Corse</i>	146
CHAPITRE IX : UNE CARTOGRAPHIE DES SOURCES D'OBSIDIENNE DU MONTE ARCI	157
CHAPITRE X : L'OBSIDIENNE EARLY NEOLITHIC EN SARDAIGNE 1° : SU CAROPPU	169
CHAPITRE XI : L'OBSIDIENNE EARLY NEOLITHIC EN SARDAIGNE 2° : RIO SABOCCU	183

### **QUATRIÈME PARTIE :**

#### **L'OBSIDIENNE AU PALÉOLITHIQUE INFÉRIEUR :MELKA KUNTURÉ (ÉTHIOPIE)**

CHAPITRE XII : L'OBSIDIENNE DE MELKA KUNTURÉ, DES SOURCES AUX ARTEFACTS	225
<i>XII.1 Contexte géologique et échantillonnage</i>	227
<i>XII.2 Méthodes et Résultats</i>	231
<i>XII. 3 Conclusions</i>	240
CHAPITRE XIII :OBSIDIAN EXPLOITATION AND UTILIZATION DURING THE OLDOWAN AT MELKA KUNTURE (ETHIOPIA)	241

### **CONCLUSION GENERALE**

### **RÉFÉRENCES BIBLIOGRAPHIQUES**

### **ANNEXES**

# AVANT-PROPOS

CE TRAVAIL A ÉTÉ ÉLABORÉ au sein du Centre de Recherche en Physique Appliquée à l'Archéologie (CRP2A), laboratoire associé au CNRS (UMR 5060 –IRAMAT) dirigé aujourd'hui par Monsieur Pierre Guibert.

Pour mener à bien cette thèse, tous les concours financiers ont été les bienvenus, à savoir : CNRS, Région Aquitaine, Programme Européen 'Eu-ARTECH', GDR 'CHIMART', DRAC-Corse, ACR '*Premiers peuplements holocènes des îles tyrrhéniennes*' et ACI '*du chopper au brillant*'.



En tout premier lieu, j'adresse mes remerciements les plus sincères à Monsieur Gérard Poupeau de m'avoir confié ce sujet de recherche et encadré au quotidien ainsi que Monsieur Jean-Paul Raynal qui a bien voulu accepter de reprendre la direction de cette thèse.

Je tiens à exprimer toute ma gratitude aux membres du Jury qui m'ont fait l'honneur d'accepter d'évaluer ce travail.

Je me dois également de remercier Ludovic Bellot-Gurlet pour l'intérêt qu'il a toujours manifesté au développement de mes recherches.

Je tiens à exprimer toute ma reconnaissance aux membres du CENBG et particulièrement à Philippe Alfaut, Matthieu Compin, Guillaume Deves, Hervé Guégan, Quy Le Minh, Philippe Moretto, Benoit Ridard et Laurent Serani.

Au C2RMF, j'ai trouvé un soutien constant auprès de Thomas Calligaro, Jean-Claude Dran, Brice Moignard, Laurent Pichon, Martine Regert et Joseph Salomon. Qu'ils en soient ici vivement remerciés.

Au Muséum National d'Histoire Naturelle, j'ai apprécié de pouvoir travailler efficacement auprès d'Anne-Marie Brunet, François Fröhlich, Aïcha et François Gendron, Marie-Hélène Moncel ainsi qu'Evelyne Mortier.

À l'IFREMER, je voudrais remercier chaleureusement Monsieur Marcel Bohn pour ses précieuses analyses par EMP-WDS.

En Éthiopie, Messieurs Marcello Piperno et Jean Chavaillon m'ont réservé le meilleur accueil à Melka Kunturé. Je souhaite que cette collaboration fructueuse puisse perdurer. C'est là-bas que Messieurs Jean-Paul Raynal et Guy Kieffer m'ont appris que la géologie de terrain pouvait encore exister.

En Sardaigne, je souhaite remercier de tout cœur mon collègue et ami Carlo Lugliè à qui je dois beaucoup ainsi que la professeur G. Tanda.

Ce travail doit également à Jean-Alix Barrat, Céline Bressy, Tristan Carter, Joseph Cesari, Yves Foucault, Frank Leandri, Michelle Salotti et Pascal Tramoni.

Je ne manquerais pas de saluer l'ensemble des membres permanents du CRP2A, en particulier Floréal Daniel, Stéphan Dubernet, Claude Ney, Guy Salinière et Pierre Selva.

Sans vous tous cette thèse n'aurait pas la même couleur. Un grand merci à mes compagnons de route Ayed, Béatrice, Carole, Céline(s), Claire, Christelle, Dehlia, Fred, Emmanuelle, Manuel, Mathieu, Paul, Sarah, Sophie(s).

Mille mercis à mon vieux complice Damien 'Pédro' Germain qui a toujours gardé sa porte ouverte sur Paris.

Merci à toute ma famille pour m'avoir accompagné durant cette longue histoire universitaire avec une mention toute particulière à Patrice et Odile, Jean-Yves, Christiane et Christian, Edmond et Maximilienne...

Et enfin merci à toi ma Cécile pour ta patience et pour ton soutien de chaque instant.

# INTRODUCTION

LES TRACES LES PLUS ANCIENNES de l'activité humaine sont les témoignages de l'utilisation des matières premières lithiques de son entourage, que ce soit pour le façonnage 'd'outils' ou l'élaboration de structures – comme en Tanzanie le 'cercle de pierre' de 1.8 Ma des gorges d'Olduvai (Leakey, 1971). Pour la réalisation de ses artefacts, l'homme ancien a très tôt su sélectionner les matériaux les plus adéquats. Parmi ceux-ci, l'obsidienne, verre volcanique dont les premières évidences avérées d'utilisation remontent à près de deux millions d'années.

À partir du Néolithique, on s'aperçoit que les matières premières de l'industrie lithique, qu'il s'agisse de préparer des objets d'utilité 'banale', à caractère décoratif ou symbolique (ou qui nous apparaissent comme tels) se déplacent sur de grandes distances, sous des formes déjà plus ou moins élaborées. C'est le cas de l'obsidienne, parfois retrouvée à plus de mille kilomètres de ses gîtes naturels. Le transport sur de telles distances implique naturellement l'intervention d'échanges.

Est ainsi progressivement apparue, particulièrement au cours des cinq dernières décennies une thématique toujours actuelle sur la 'provenance' (et la circulation) des matières premières de l'industrie lithique préhistorique. L'apparition de cette discipline s'insère dans le mouvement général de rapprochement entre archéologues et physiciens, marqué par l'apparition en 1949 de la datation par le carbone 14, qui a donné naissance à ce qu'il est convenu d'appeler depuis les années 1960 l'archéométrie (Brochwell & Higgs, 1963).

Il n'est en général pas simple, même avec les moyens modernes d'investigation, de retrouver l'origine d'une roche 'exotique' trouvée dans un site archéologique. Il en est ainsi du silex, en raison de convergences de faciès, de la monotonie de sa géochimie, de l'abondance de ses sites, selon les régions (voir par exemple Bressy, 2002), quoique qu'une certaine approche structurale semblerait pouvoir offrir une issue (Fernandes *et al.*, 2006, 2007). Pour les marbres, une combinaison de 'signatures' structurales semble toujours nécessaire (Attanasio *et al.*, 2000).

L'obsidienne est apparue depuis longtemps comme la matière première lithique la plus aisée à caractériser (Goffer, 1983) : en tant que matériau vitreux, elle présente en principe les mêmes propriétés en tout point. Pour cette même raison, elle se révèle comme une roche dont il est aisé d'obtenir différents types d'artefacts : c'est pourquoi elle a donc intéressé très tôt l'homme. Enfin, pour les études de provenance, l'obsidienne est particulièrement attrayante : chaque obsidienne possède en principe une composition élémentaire et isotopique et des propriétés physiques spécifiques. Enfin les sources d'obsidienne sont limitées aux rares volcans qui en ont émis et à leur proximité en général immédiate. ***L'obsidienne est donc une matière première lithique de tout premier choix pour l'étude des déplacements de l'homme préhistorique et de ses 'politiques' d'acquisition de l'un de ses matériaux 'préférés'***. En tant que telle, la circulation de l'obsidienne participe donc plus généralement de la connaissance des réseaux anciens de circulation et d'échanges.

Bien que l'intérêt de l'obsidienne comme marqueur du mouvement des hommes ait été souligné dès le XIX<sup>e</sup> siècle, ce sont des années 1960 que l'on 'date' le démarrage effectif de cette problématique, avec les travaux de Cann & Renfrew dans le monde méditerranéen et au Proche Orient (1964). Vers la fin du siècle passé, on disposait ainsi d'une vision générale des échanges de l'obsidienne dans ces régions, notamment avec les synthèses pour la Méditerranée occidentale de Tykot (1996) et pour les Proche et Moyen Orient, de Cauvin *et al.* (1998).

Jusque vers la fin du XX<sup>e</sup> siècle, si l'obsidienne a fait, dans le monde méditerranéen et ses confins l'objet de minutieuses études typo-technologiques d'une part, de provenance d'autre part, ce n'est que tout à fait exceptionnellement que ces études ont été menées de front (voir par exemple Abbès *et al.*, 2001). Par ailleurs, les études de provenance étant fréquemment (partiellement) destructives, les échantillons confiés pour analyse n'étaient pas représentatifs de l'ensemble d'une série collectée. Enfin, alors que l'analyse des chaînes opératoires (l'ensemble des opérations amenant d'un échantillon géologique à un objet fini, distribuées dans le temps et dans l'espace) requiert l'étude d'un nombre maximum d'objets, les analyses de provenance ne portaient que sur un échantillonnage réduit.

***Il convient donc maintenant d'associer intimement analyses typo-technologiques et de provenance sur les mêmes objets, en vue d'une juste reconstitution des chaînes opératoires et de l'économie des matières premières dans une culture donnée, à partir d'études de cas sur des sites représentatifs. Ceci présente deux exigences pour les études de provenance :***

- *la disposition de méthodes d'analyse quasi non destructives à non destructives, et*
- *la possibilité de traiter rapidement et à moindre coût un grand nombre d'objets.*



Mon travail s'insère dans ce nouveau contexte. J'ai donc dans un premier temps, méthodologique, revu, testé ou inauguré des méthodes de caractérisation instrumentales des obsidiennes. J'ai ainsi confirmé l'intérêt, pour les études de provenance en Méditerranée occidentale, des analyses élémentaires par microsonde électronique et par *particle induced X-ray emission* (PIXE) en faisceau extrait ; montré l'équivalence du second type d'analyse avec le PIXE par microsonde nucléaire sous vide ; montré qu'une approche plus simple et plus économique pouvait remplacer, sous certaines conditions, les précédentes ; testé enfin les potentialités de discrimination d'obsidiennes par spectroscopies vibrationnelles (InfraRouge et microRaman).

Les développements méthodologiques d'ordre instrumental ne présentent d'intérêt que lorsqu'ils sont susceptibles d'applications. Nous avons montré que les approches testées dans ce travail étaient équivalentes, à partir d'obsidiennes échantillonnées dans leurs gisements naturels, prélevées par nous-mêmes et par de proches collaborateurs, dans des contextes volcaniques, en Sardaigne et en Éthiopie.

Nous avons enfin, dans le cadre de diverses collaborations, entamé plusieurs programmes combinés de types analyse/analyse de provenance typo-technologique en vue de la reconstitution de chaînes opératoires et de l'économie de l'obsidienne néolithique en Corse et en Sardaigne. Nous décrivons aussi combien il est important de connaître de la façon la plus précise possible les gisements naturels de l'obsidienne avant de spéculer sur l'importance relative de tel ou tel type d'obsidiennes dans un site archéologique.



Ce travail est présenté selon quatre grandes parties. Dans la première, nous rappelons quelques notions de base sur l'obsidienne et son archéométrie (chapitre I) ainsi que sur les méthodes conventionnelles de caractérisation (chapitre II). La seconde partie est consacrée à notre apport au plan méthodologique de la caractérisation des obsidiennes pour les études de provenance (chapitres III à VII). Dans la troisième, consacrée à l'obsidienne du Néolithique nord-tyrrhénien (chapitre VIII), nous présentons la première carte géologique des gîtes d'obsidienne sardes et montrons son importance dans l'interprétation des données (chapitre IX), importance discutée à partir des résultats apportés sur deux sites néolithiques sardes (chapitres X et XI). Enfin, dans une quatrième partie, nous abordons (chapitre XII et XIII) l'obsidienne de Melka Kunturé (Éthiopie), utilisée depuis près de 1.7 Ma, de ses gîtes primaires à des artefacts du Paléolithique inférieur.





**PREMIÈRE PARTIE**

---

**L'OBSIDIENNE : INTRODUCTION  
AUX ÉTUDES DE PROVENANCE**



## Chapitre I

### L'OBSIDIENNE : UN 'VERRE' D'ORIGINE VOLCANIQUE

ON CONNAÎT QUATRE GRANDS TYPES de 'verres' naturels terrestres, les **fulgurites**, générées par la foudre, les **impactites** (dont les tectites), résultant d'impacts de météorites, les **pseudo-tachylites**, produits par suite d'un échauffement local lors du rejeu d'une faille et les verres d'**origine magmatique**. Ces derniers se rencontrent exceptionnellement dans les roches cristallines, à l'état de '*reliquats magmatiques*' en inclusion dans des cristaux tardivement formés comme le quartz (Clochiatti & Westercamp, 1974) et surtout au sein de *roches volcaniques*.

Les verres volcaniques bien développés peuvent se rencontrer dans les termes les plus 'basiques' des grands fonds océaniques ( $\text{SiO}_2 \sim 45\%$ ), où ils constituent l'enveloppe des pillow-lavas récents. Ils résultent d'un effet de 'trempé' superficielle d'un magma mis brutalement en contact d'une eau dont la température n'excède pas  $2^\circ\text{C}$ . Leur épaisseur peut y atteindre une dizaine de millimètres. Mais c'est surtout dans les termes les plus 'différenciés' (les plus riches en silice) émis en surface que leurs volumes peuvent atteindre des dimensions au moins centimétriques à décimétriques et constituer des gîtes exploitables par l'homme ancien. *Dans ce qui suit, nous considérerons les verres de type obsidienne, c'est-à-dire formés à partir du refroidissement rapide de magmas rhyolithiques ( $\text{SiO}_2 > 66\%$ ). Nous les définirons conventionnellement comme des roches volcaniques aphyriques (moins de 5% de cristaux en volume).*

#### I.1 Une histoire magmatique complexe ?

Comme toute roche volcanique, l'obsidienne s'est constituée à partir du refroidissement d'un magma (roche fondue) parvenu à la surface de la terre. Les magmas rhyolithiques dont elles sont issues sont les termes ultimes de l'évolution de *magmas primaires*, formés par fusion partielle de roches de la croûte continentale profonde ou du manteau terrestre supérieur. La composition de ces magmas dépend de celle de la roche-mère et de son taux de fusion. Lorsqu'un magma primaire peut rejoindre rapidement la surface, sa composition est peu altérée. Le plus souvent cependant, des étapes intermédiaires interviennent lors de cette ascension, au cours desquelles la roche fondue peut séjourner plus ou moins longtemps dans des *chambres magmatiques*. Ce magma peut alors y évoluer en tant que système clos ou système ouvert, c'est-à-dire sans ou avec échange de matière avec le milieu environnant.

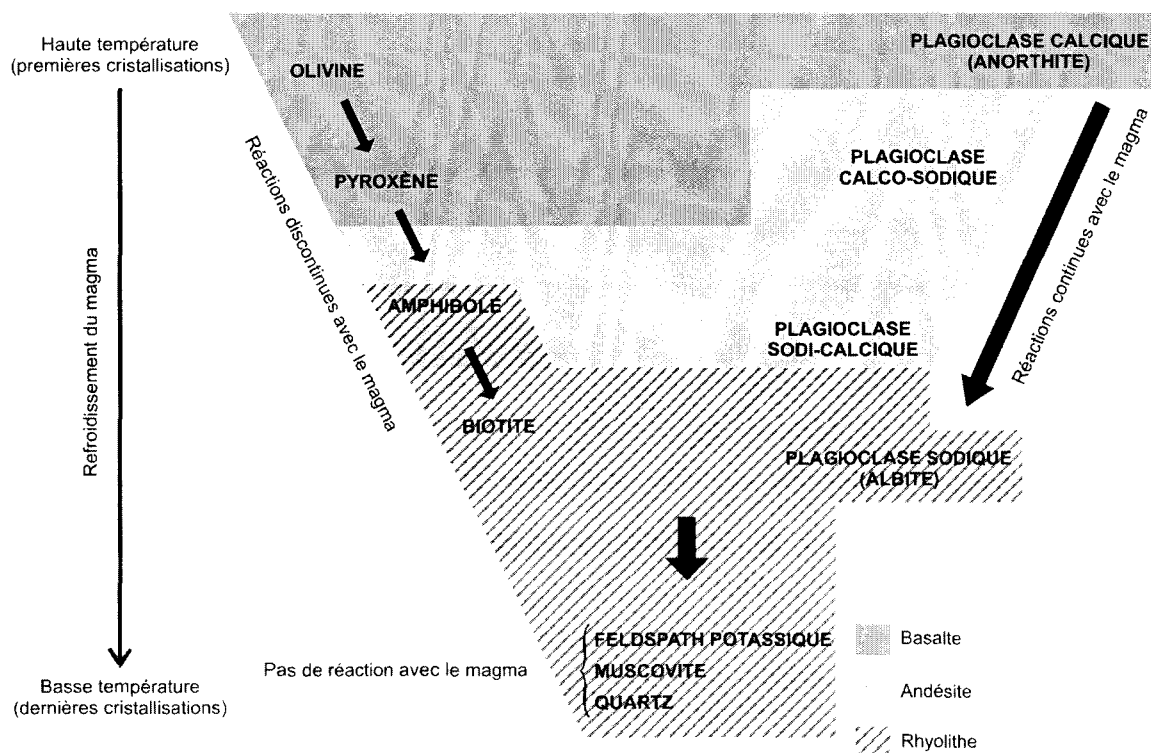


Figure I.1 – Suite réactionnelle de Bowen (1928). Les flèches indiquent l'ordre de cristallisation des minéraux. Les premiers à se former à partir d'un magma basaltique sont des olivines et des plagioclases riches en calcium (anorthitiques). Au cours du refroidissement, les silicates 'ferromagnésiens' (colonne de gauche) réagissent avec le liquide restant en formant du pyroxène, de l'amphibole, etc ; Les alumino-silicates (colonne de droite) s'enrichissent en sodium. La composition du liquide résiduel devient de plus en plus riche en silicium et atteint une composition de type rhyolitique.

Les minéraux qui apparaissent à la même température se retrouvent associés au sein des roches éruptives émises à différents stades de cristallisation d'un magma. C'est ainsi (zones grisées) que l'on va des basaltes (pôle 'basique', pauvre en Si) aux rhyolites (pôle 'acide', riche en Si). (Adapté de Ludmann & Coch, 1982).

Une baisse suffisante de température entraîne une cristallisation progressive du magma. En système clos, si cristaux et liquide restent à l'équilibre thermodynamique (refroidissement lent), on parlera de *cristallisation à l'équilibre*. Le refroidissement détermine une séquence spécifique de cristallisations (Figure I.1). Si un processus de séparation des cristaux intervient (par densité, par convection), il s'agira d'une *cristallisation fractionnée*, entraînant une évolution du liquide, ou *différenciation*, vers un pôle plus 'acide' (enrichissement en  $\text{SiO}_2$ ). A l'intérieur de la phase liquide se concentrent les éléments hygromagmatophiles, c'est-à-dire des éléments qui ont une affinité pour la phase liquide ou hydratée du magma. Ce sont les alcalins (K, Rb, Cs), le lanthane et les lanthanides, le Zr, Hf, Nb, Ta, U, Th et, dans une moindre mesure, les alcalino-terreux (Sr, Ba).

En système ouvert, il y a mélange de matière avec le milieu environnant. On parlera alors d'*assimilation*. En effet lorsqu'un magma reste en contact prolongé avec la roche encaissante (au sein de la croûte continentale ou du manteau), des échanges significatifs de matière deviennent possibles. Ces contaminations prennent la forme d'inclusions solides ou de liquides issus de la fusion partielle des parois.

Enfin, il faut aussi considérer que l'évolution propre d'un magma peut être perturbée par un mélange avec un autre magma, dans des cas de 'plomberie' infra-crustale à crustale complexe. La *différenciation magmatique* comporte donc plusieurs types de processus, dont le plus efficace est de loin la cristallisation fractionnée. D'une manière générale, le résultat pour les éléments majeurs est un enrichissement progressif du liquide résiduel en sodium, potassium, silice et un appauvrissement en calcium et magnésium ; pour les éléments traces, un enrichissement en éléments 'incompatibles', c'est à dire ceux qui n'entrent pas ou peu, dans les minéraux déjà formés. ***Il en résulte que sauf exception, la composition élémentaire d'une obsidienne constituera une de ses signatures spécifiques, de très loin la plus utilisée dans les recherches de provenance d'obsidiennes archéologiques.***

## I.2 Composition

Les obsidiennes sont des roches alumino-silicatées dont la composition normative en oxydes d'éléments majeurs varie relativement peu :  $\text{SiO}_2$  ~70-77%,  $\text{Al}_2\text{O}_3$  ~10-15%,  $\text{Na}_2\text{O}$  ~3-5%,  $\text{K}_2\text{O}$  ~1-5% et  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  ~1-3% et jusqu'à 9% pour les obsidiennes peralcalines. (Voir par exemple Shackley, 1998). On distingue, selon les teneurs relatives en Al, Ca et Na+K, trois types de composition (MacDonald *et al.*, 1992) : les obsidiennes méta-alumineuses, peralumineuses et peralcalines (Figure I.2). Les obsidiennes sont quasi anhydres, avec des teneurs en eau d'environ 0.1-0.5% (Stolper, 1982 ; Zhang 1999), qui peuvent atteindre quelque 3.5% en masse dans les formes altérées (perlites) (Newman *et al.*, 1986 ; 1988). Les autres éléments sont présents avec des teneurs très inférieures à 1%, d'où leur nom *d'éléments traces*, mais qui peuvent, pour certains, varier par plusieurs ordres de grandeur selon la composition du magma primaire et son évolution.

L'expérience a montré que l'obsidienne produite au cours d'un événement volcanique est très généralement de composition homogène, pour les éléments majeurs (Tableau I.1) comme pour les traces (Tableau I.2). Exceptionnellement, on peut rencontrer des obsidiennes constituées à partir d'un mélange imparfait de deux magmas riches en silice, donc difficilement miscibles. Dans ce cas, on obtient des droites de mélange lorsqu'on compare deux à deux les teneurs en éléments majeurs et traces (Figure I.3) (Bowman *et al.*, 1973 ; Bellot-Gurlet *et al.*, 2007). Cependant, cette circonstance ne constitue pas nécessairement un obstacle à la recherche de la provenance d'obsidiennes archéologiques (Bellot-Gurlet *et al.*, 1998).

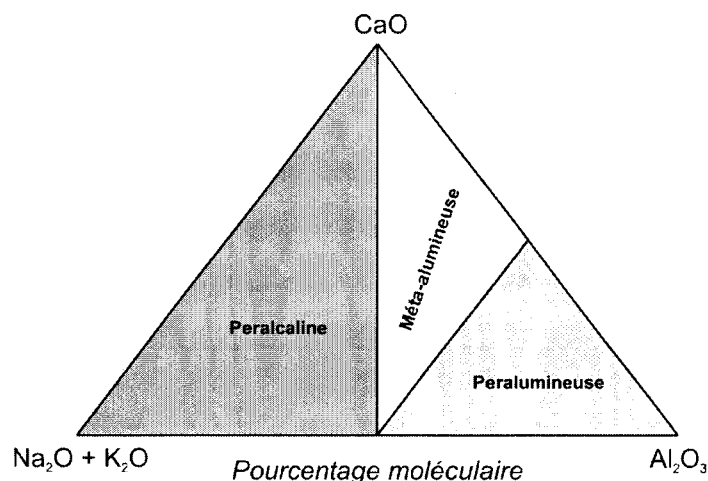


Figure I.2 – Classification des obsidiennes selon leurs concentrations exprimées en pourcentage moléculaire de  $Al_2O_3$ ,  $CaO$  et  $(Na_2O + K_2O)$ . (Adapté de MacDonald et al., 1992).

Critères pour l'appartenance aux différentes familles :

Peralumineuse :  $Al_2O_3 \geq CaO + (Na_2O + K_2O)$

Méta-alumineuse :  $(Na_2O + K_2O) < Al_2O_3 < CaO + (Na_2O + K_2O)$

Peralcaline :  $(Na_2O + K_2O) \leq Al_2O_3$

Tableau I.1 – Teneurs moyennes en éléments majeurs et mineurs déterminées par microsonde électronique sur 39 échantillons d'obsidienne de la source SC du Monte Arci en Sardaigne (Tykot, 1997). La dispersion (coefficient de variation  $\times 100$ ) est  $< 1\%$  pour Al et Si,  $< 10\%$  pour Na, K et Ca, autour de  $10\%$  pour Ti et Fe et  $> 15\%$  pour les éléments à faible concentration comme Mg, P, Mn et Ba.

Source	$Na_2O$	MgO	$Al_2O_3$	$SiO_2$	$P_2O_5$	$K_2O$	CaO	$TiO_2$	MnO	$Fe_2O_3$	BaO
<b>SC (Sardaigne-Italie)</b>											
moy. (n=39)	3.31	0.22	13.99	72.55	0.03	5.96	0.90	0.27	0.13	1.53	0.10
$\sigma$	0.08	0.05	0.12	0.26	0.01	0.10	0.08	0.03	0.02	0.16	0.03

moy. : valeurs moyennes (wt%) ;  $\sigma$  : écarts-types

Tableau I.2 – Concentration en éléments traces sur 22 obsidiennes de l'affleurement de Akaishiyama (Shirataki) situé dans le nord de l'île d'Hokkaido (Japon). Les données ont été obtenues par Fluorescence de Rayons-X (dispersion d'énergie) par Hall & Kimura (2002). La dispersion (coefficient de variation  $\times 100$ ) est  $< 5\%$  pour Fe, Rb, Y et Zr,  $< 10\%$  pour Mn, Sr et Ba, autour de  $10\%$  pour Ti et Th et  $> 15\%$  pour Ga.

Source	Ti	Mn	Fe	Ga	Th	Rb	Sr	Y	Zr	Ba
<b>Akaishiyama (Hokkaido-Japon)</b>										
moy. (n=22)	3072	692	11075	26	19	185	31	30	89	2881
$\sigma$	391	56	430	6	2	6	2	1	3	186

moy. : valeurs moyennes (ppm) ;  $\sigma$  : écarts-types

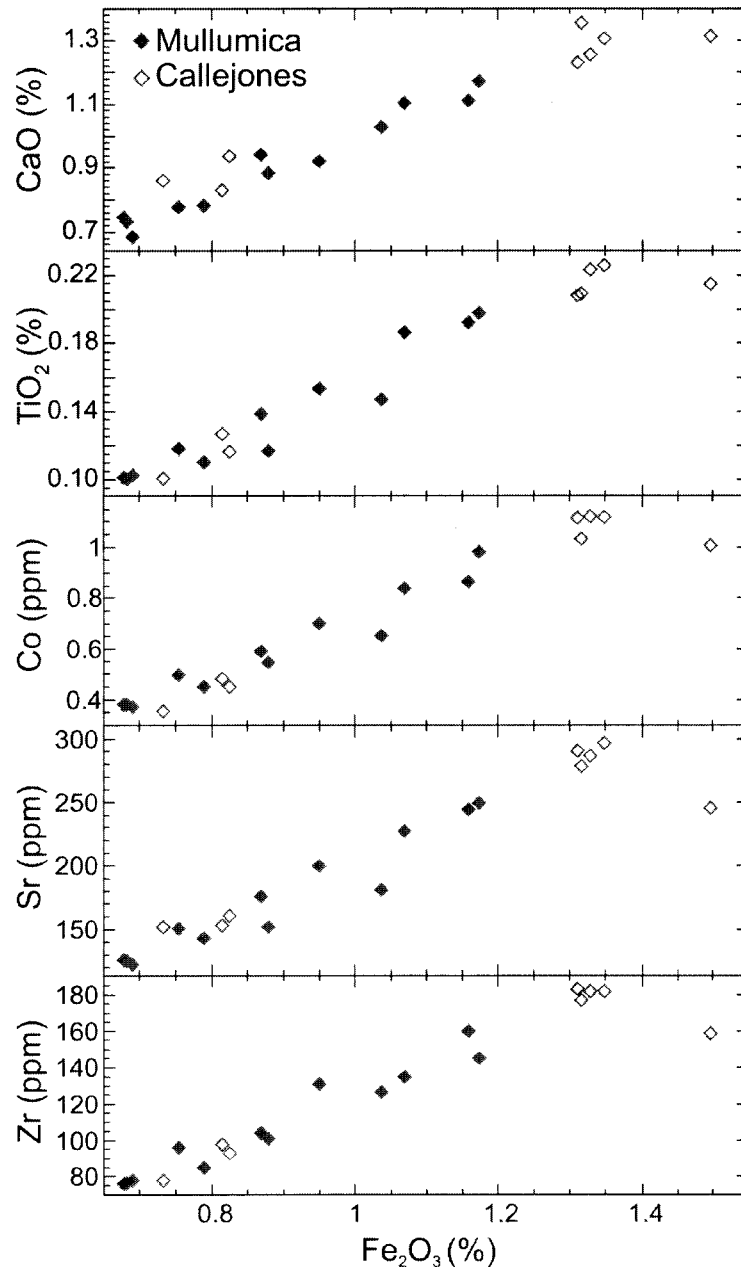


Figure I.3 – Diagrammes binaires comparant la teneur du fer à celle de divers éléments dans les coulées voisines de Mullumica et Callejones en Equateur déterminées par ICP-AES et ICP-MS (Bellot-Gurlet *et al.*, 2007).

Par ailleurs, il peut arriver que deux obsidiennes produites dans des volcans éloignés ne puissent être distinguées par leur seule composition élémentaire. L'intervention d'une technique de caractérisation complémentaire (ou alternative), comme la datation par traces de fission (chapitre II) est alors nécessaire (voir par exemple en Anatolie la distinction entre obsidiennes peralcalines du Göllü Dağ et du Nemrut Dağ, volcans éloignés de près de 90 km (Bellot-Gurlet *et al.*, 1999).



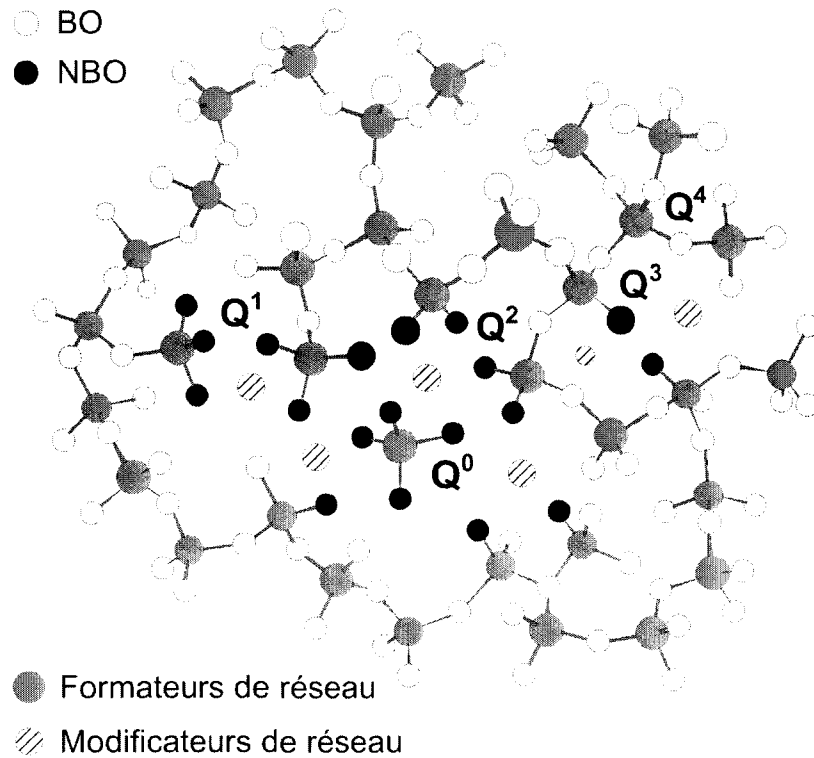


Figure I.4 – Représentation schématique de la structure d'un verre silicaté. Les tétraèdres de silice reliés par des oxygènes dits pontants (Bridging Oxygen : BO) forment des chaînes parfois rompues (dépolymérisation) par des oxygènes non-pontants (Non-Bridging Oxygen : NBO). La notation  $Q^n$  où  $n$  est le nombre de BO par cation de coordinence tétraédrique rend compte du degré de polymérisation de la structure vitreuse. Les compensations de charges nécessaires suite à la présence des NBO ou la substitution de  $Si^{4+}$  par d'autres formateurs de réseaux ( $Al^{3+}$  ou  $Fe^{3+}$ ) sont réalisées par des ions modificateurs de réseau ( $Na^+$ ,  $K^+$ ,  $Ca^{2+}$ ,  $Mn^{2+}$ , etc.).

### I.3 Structure, minéralogie

La matrice vitreuse d'une obsidienne possède une structure de verre silicatée, caractérisée par de longues chaînes ramifiées et entremêlées de tétraèdres  $SiO_4$ , reliées entre elles par des atomes d'oxygène dits *pontants* (Bridging Oxygen, BO). Les atomes de silicium qui forment avec l'oxygène ces réseaux tridimensionnels sont dits *formateurs de réseau*. La substitution occasionnelle de  $Si^{4+}$  par d'autres formateurs, comme  $Al^{3+}$  ou  $Fe^{3+}$  entraîne des différences de charge compensées par la présence de divers cations,  $Na^+$ ,  $Li^+$ ,  $K^+$ ,  $Ca^{2+}$ ,  $Mg^{2+}$ , etc. Ces ions sont appelés *modificateurs de réseau* car ils favorisent la présence d'oxygènes non-pontants (Non Bridging Oxygen, NBO) qui rompent les chaînes (Figure I.4). Le manganèse  $Mn^{2+}$  et le fer sous la forme  $Fe^{2+}$  peuvent également jouer un rôle de modificateurs. Ainsi, plus le nombre de NBO est important plus le réseau est dit *dépolymérisé*. La notation  $Q^n$ , où  $n$  est le nombre de BO par tétraèdre, rend compte du degré de polymérisation de la structure. Dans le cas de l'obsidienne, le réseau tridimensionnel est fortement polymérisé avec peu de NBO (White & Minser, 1984).

Cette structure vitreuse n'est pas dans un état thermodynamique stable, c'est un système hors d'équilibre (métastable). Les obsidiennes auront donc une tendance à la dévitrification rapide, en particulier à l'occasion d'une élévation de température ou lors d'infiltration d'eau (Lofgren, 1971). Les atomes peuvent alors diffuser pour s'ordonner. Le verre est peu à peu remplacé par des agrégats cryptocristallins (0.02 à 0.03 mm) de quartz et de feldspaths alcalins (Swanson *et al.*, 1989 ; Gimeno, 2003). Ces structures s'organisent en sphérolites, généralement de quelques millimètres de diamètre mais qui peuvent atteindre plusieurs centimètres. On parle alors de pyroméride (Gourgau, 1998). On attribue à la déstabilisation de l'obsidienne le fait qu'on n'en connaisse pratiquement pas qui soient anté-miocènes, la plus ancienne actuellement datée (par traces de fission) n'affichant que 80 Ma (Bonnetti *et al.*, 1998).

*L'unicité de l'histoire de formation de chaque obsidienne fait que, comme pour la composition élémentaire, toutes possèdent en principe des propriétés physiques propres. L'exploitation de ces spécificités devrait pouvoir aussi être utilisée dans les études de provenance. Si cette possibilité de les utiliser a été démontrée pour certains contextes (Chapitre II), elle n'a cependant pas encore été exploitée en archéologie.*

Par ailleurs, si on peut estimer que toutes les obsidiennes renferment des nanocristaux (Sharp *et al.*, 1996), une bonne partie d'entre elles comportent des microcristaux (échelle du micron), voire des macrocristaux (échelle du millimètre). Les minéraux les plus fréquemment identifiés en lames minces pétrographiques sont les feldspaths, les micas et des opaques (oxydes de fer). L'utilisation de techniques plus lourdes (microscopie électronique à balayage et ses périphériques) montrent que sont aussi éventuellement présents, à un moindre degré, pyroxènes, apatites, zircons (Kayani & McDonnell, 1996).

## **I.4 L'obsidienne sur le terrain**

Il s'agit ici de considérer la présence sur le terrain de l'obsidienne sous deux regards, celui du naturaliste (où trouve-t-on l'obsidienne ? quels sont ses gîtes ?) et celui de l'homme ancien (quelle obsidienne exploiter ? donc lesquelles de ses 'sources' naturelles utiliser ?).

### **I.4.1 Volcanogenèse et gîtologie**

Sur le terrain, les obsidiennes peuvent se rencontrer sous diverses formes : des 'dômes' ou 'dômes-coulées' (phénomènes effusifs) et/ou des pyroclastites (phénomènes explosifs).

#### *Volcanisme effusif*

Le magma rhyolitique, à cause de sa haute teneur en silicium, est très visqueux (viscosité de  $10^4$  à  $10^6$  poises à 1200 °C alors qu'à la même température, une lave basaltique, beaucoup plus

fluide, ne possède qu'une viscosité de 300 à 600 poises). Les coulées rhyolitiques sont de ce fait très épaisses et ne peuvent être très étendues. Elles s'empilent quasiment sur place et forment des 'dômes' ou 'dômes-coulées' si la pente est suffisante.

Ces unités peuvent faire plus de 200 mètres d'épaisseur, plusieurs centaines de mètres de large et s'étendre sur un kilomètre de long. Il existe cependant des coulées, plus rares, pouvant dépasser 100 km<sup>2</sup>, voire dans certains cas approcher les 1000 km<sup>2</sup>. Ces dernières, porphyriques, ne produisent généralement pas d'obsidienne apte à la taille (Hughes & Smith, 1993). Schématiquement, une lave rhyolithique présente, de l'extérieur vers l'intérieur, une 'carapace' bréchique constituée de dépôts pyroclastiques et de ponces grossières, de l'obsidienne massive puis de la rhyolite plus ou moins bien cristallisée (Figure I.5). Selon le chimisme et la dynamique de la coulée, l'obsidienne apparaît sous forme de fines couches foliacées, de lentilles, de nodules, en larges blocs, ou encore sous forme de litages qui peuvent affleurer sur plusieurs mètres. Elle peut contenir des faciès à sphérolites et être associée à de la perlite dans les laves où l'obsidienne a été altérée. Une coulée exclusivement constituée d'obsidienne est très rare. On en connaît cependant de particulièrement remarquables dans les îles méditerranéennes de Lipari et Pantelleria, ou encore celles de Glass Mountain aux États-Unis (Californie).

### *Éruptions pyroclastiques*

Dans les dépôts pyroclastiques, on peut aussi trouver de l'obsidienne de qualité suffisante pour être utilisée dans le façonnage d'artefacts. La plupart des éruptions qui produisent des laves rhyolitiques commencent en effet par l'éjection dans l'atmosphère de ponces et de cendres et ces dernières constituent le cône qui entoure la cheminée du volcan. Des blocs d'obsidienne de plus ou moins grosse taille affleurent fréquemment dans ces structures et dans les dépôts avoisinants.

Des éruptions pyroclastiques de grande importance avec la formation de vastes nappes ignimbritiques mènent occasionnellement à la mise en place d'obsidienne. Elle se rencontre alors sous formes de nodules sub-millimétriques à pluri-centimétriques, ces derniers surtout concentrés vers la base des dépôts (*welded tuffs*). Contrairement aux coulées rhyolitiques, les nappes d'ignimbrites peuvent couvrir de vastes surfaces, pouvant dépasser 10.000 km<sup>2</sup> comme dans l'Ouest des États-Unis (Luedke & Smith, 1983) ou encore dans la région de Popayan dans le sud de la Colombie (Dorighel, 2000).

### I.4.2 Notion de gîte

Le concept de gîte est d'ordre géologique. Il désigne généralement toute concentration minérale digne d'être exploitée, notamment dans le cas qui nous concerne, par l'homme ancien. En ce sens on peut dire des gîtes d'obsidienne qu'ils occupent une surface souvent bien plus considérable que celle de leurs roche-mères. En effet, celles-ci, sous l'action combinée des agents érosifs

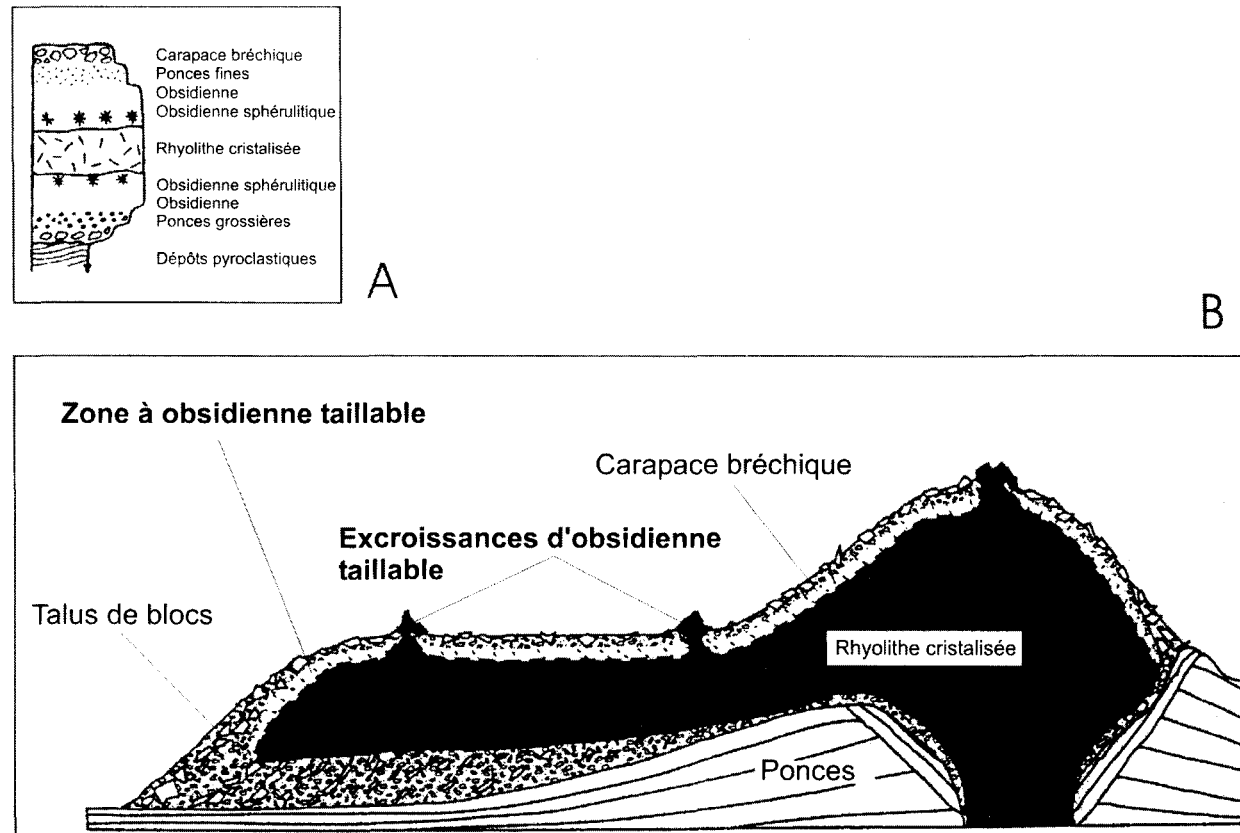


Figure I.5 – (A) Coupe synthétique d'une coulée rhyolithique 'typique'. A l'interface entre la rhyolithe cristallisée et l'obsidienne 'massive' on trouve généralement de l'obsidienne à sphérolites. L'obsidienne 'taillable' se trouve entre cette zone et la zone superficielle à brèches et ponces (Adapté de Fink & Manley, 1987; Duffield & Dalrymple, 1990 par Dorighel, 2000). (B) Coupe schématique d'une coulée ou d'un dôme-coulée. En général l'obsidienne taillable est absente de la carapace bréchique, cependant on peut rencontrer des blocs vitreux en surface. Le verre exploitable se trouve en général entre la carapace bréchique et le cœur de la coulée, plus ou moins bien cristallisé. Dans certains cas, des excroissances très vitreuses traversent la carapace et constituent également un matériau taillable. (Adapté de Hugues & Smith, 1993 par Dorighel, 2000).

peuvent connaître un processus plus ou moins efficace de désagrégation. L'obsidienne 'dégagée' de sa matrice initiale, mais restée à sa proximité, à part éventuellement quelques mouvements de pente dus essentiellement à l'action combinée de la gravité et des eaux de ruissellement, se trouve alors dans des positions que l'on pourrait dénommer *gîtes sub-primaires* (Photographie I.1), par rapport au *gîte primaire* constitué par la roche-mère. L'action conjuguée d'agents de transports plus puissants, eaux de ruissellement et torrentielles, glissements de terrain, glaciers, etc. fait que l'on peut maintenant trouver des obsidiennes formées même il y a seulement quelques centaines de milliers d'années à quelques millions d'années à des distances parfois considérables (>20 km) de leurs gisements initiaux. On parlera alors de *gîtes secondaires* (Photographie I.2).

### I.4.3 L'homme et l'obsidienne : notion de 'source'

Nous prendrons la notion de source dans un sens archéologique. Rechercher la 'source' de la matière première utilisée pour le façonnage d'une industrie lithique reviendrait donc idéalement à retrouver strictement le lieu même (affleurement ou 'carrière') d'où elle a été prélevée par l'homme préhistorique. C'est évidemment quasi impossible, dans la mesure où les actions naturelles et anthropiques ont le plus souvent quelque peu, voire totalement, transformé ce site. Il peut ne plus être visible parce que recouvert, par des sédiments (et/ou dans le cas de l'obsidienne, des épanchements volcaniques récents), ou parce que l'exploitation en a été exhaustive.

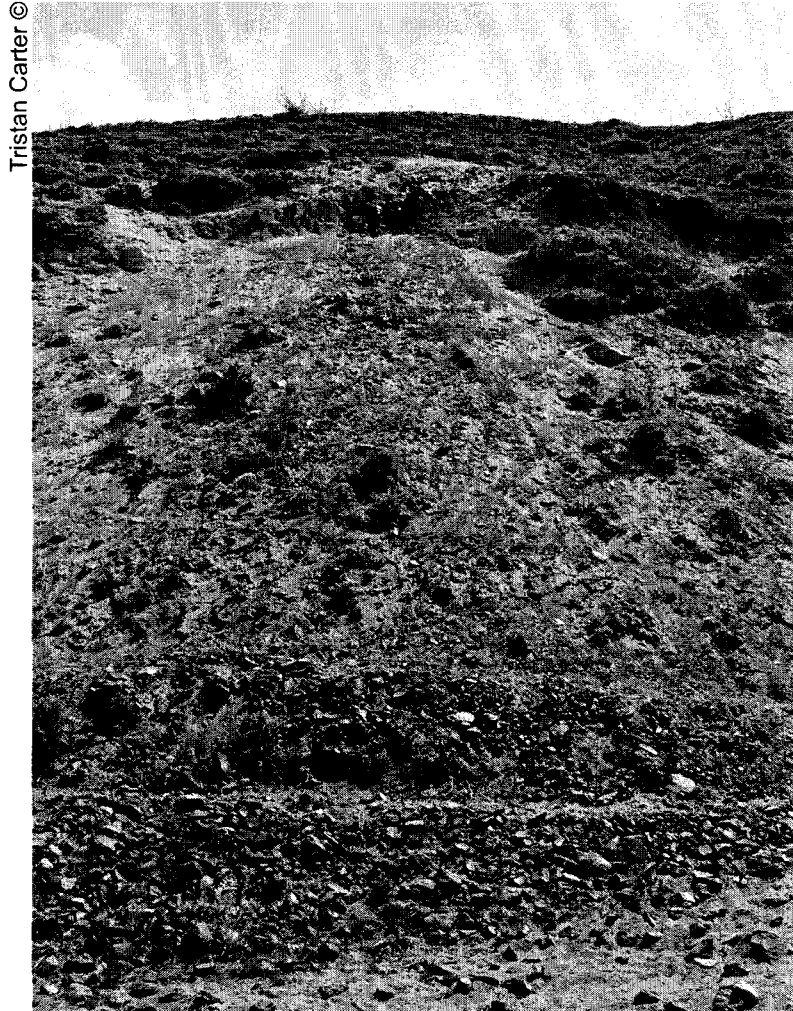
La notion de source est en général plus restrictive que celle de gîte, car ces derniers ne sont pas nécessairement tous exploités, pour des raisons diverses. L'obsidienne peut ne pas présenter des qualités mécaniques satisfaisantes, ainsi celle de Lusclade, dans le Massif Central français, qui n'a jamais été utilisée parce que trop porphyritique pour convenir au façonnage d'artefacts (Williams-Thorpe *et al.*, 1984). Elle peut être abondante, mais en fragments trop petits pour être utilisables, comme en une partie du gisement de Lusclade, où l'obsidienne se présente sous la forme de petits (<1 cm) nodules (Williams-Thorpe *et al.*, 1984). Elle peut être relativement peu accessible en certains lieux (reliefs difficiles, végétation dense).

Comme pour les gîtes, on distinguera des *sources primaires, sub-primaire, secondaires*. Les moyens analytiques mis en œuvre dans la recherche de provenance des obsidiennes archéologiques permettent (sauf exception) de retrouver de quel volcan ou ensemble volcanique elles proviennent. Souvent, on peut même préciser de quelle obsidienne originelle il s'agit, à partir des âges de formation, des propriétés physiques, des compositions élémentaires ou isotopiques (chapitre II). Mais de quelle 'source' provient une obsidienne archéologique ? Une source primaire ? secondaire ? Plusieurs 'clés' peuvent alors être utilisées pour compléter l'approche analytique. La présence d'un cortex indiquera plutôt une source secondaire, son absence une source primaire à sub-primaire (obsidienne sortie de sa 'gangue' plus récemment, donc moins soumise aux actions



Olivier Dorighel ©

*Photographie I.1 – Source primaire d’obsidienne (affleurement de Mullumica, Équateur).  
Photographie extraite de Bellot-Gurlet, 1998.*



Tristan Carter ©

*Photographie I.2 – Dépôt secondaire d’obsidienne (Göllü Dağ, Kayirli-Est, Turquie).*

météoriques) – voir nos résultats sur les sites néolithiques de Su Carroppu et Rio Saboccu en Sardaigne dans les chapitres XI et XII. Par ailleurs, les caractéristiques mêmes d'un outillage lithique peuvent contribuer à éliminer certaines sources d'une obsidienne donnée, ainsi une industrie à grandes lames ne pourra être pratiquée que sur des sources offrant des blocs d'obsidienne pluri-décimétriques ; la comparaison entre les caractéristiques typo-technologiques d'une industrie et celles des (ou de certains) déchets de façonnage des ateliers de taille (souvent établis au contact des 'sources' riches, bien exploitées), peut orienter vers une attribution de la matière première à telle(s) source(s) d'une obsidienne.

Enfin, la notion de source est extensible. Dans certains cas, sources primaires et secondaires d'une obsidienne seront toutes groupées en moins de 1 km<sup>2</sup>, en raison de la faible surface d'affleurement de la roche primaire et d'une géomorphologie ayant strictement limité les déplacements naturels (cas de l'obsidienne SA du massif volcanique du Monte Arci en Sardaigne, chapitre IX). Dans d'autres, source primaire et sub-primaire occuperont à elles seules d'immenses surfaces, (près de 1000 km<sup>2</sup> dans les épanchements ignimbricitiques du sud de la Colombie, voir Dorighel, 2000 ; Bellot-Gurlet *et al.*, 2007). Par ailleurs, l'extension de la surface d'une source aura plus ou moins d'importance selon que l'on s'intéressera à des gisements archéologiques compris dans une zone éloignée au plus de quelques dizaines de kilomètres (la *direct supply zone* des auteurs), ou à grande distance.

## **I.5 Conclusion**

L'obsidienne présentait de grandes qualités pour l'homme ancien. Quasi-vitreuse, aux propriétés à peu près constantes en tout point, se comportant comme un milieu solide isotrope facilitant le façonnage d'artefacts divers par percussion directe, indirecte ou par pression, elle est devenue au Néolithique objet d'échanges sur de grandes distances.

L'intérêt des recherches de provenance d'obsidiennes tient d'une part à leur grande diffusion géographique et d'autre part à la relative rareté et à l'extension souvent limitée de ces sources par rapport à leur aire de diffusion.

La qualité même qui a fait apprécier l'obsidienne par l'homme ancien, son homogénéité, facilite grandement la recherche des sources par ses propriétés physico-chimiques (chapitre II). Ses caractéristiques visuelles, comme la couleur (noire généralement, mais avec des variétés rouges, marrons ou vertes), la transparence, la présence d'inclusions cristallines, etc. s'avèrent en effet souvent comme insuffisantes du fait de convergences de faciès. La chance de l'expérimentaliste résulte de processus entrant en jeu dans sa genèse ; pratiquement chaque obsidienne possède une signature physico-chimique spécifique.

## Chapitre II

### LES MÉTHODES DE CARACTÉRISATION DE L'OBSIDIENNE DANS LES ETUDES DE PROVENANCE

LES ARCHÉOLOGUES ONT PENSÉ DÈS LE XIX<sup>e</sup> SIÈCLE à utiliser l'obsidienne comme un marqueur des déplacements de groupes humains et de leurs échanges (Hamilton, 1842 ; Squier & Davis, 1848 ; Ordonez, 1892). Mais d'une part les méthodes disponibles à l'époque se limitaient aux descriptions macroscopiques (couleur, transparence, granularité), microscopiques (minéralogie), et à la détermination de propriétés physiques (densité, dureté, indice de réfraction) qui ne permettent pas toujours de répondre aux exigences des études de provenance en raison de convergences de faciès entre obsidiennes provenant de différents volcans ou événements volcaniques (voir chapitre précédent). D'autre part, condition préalable des études de provenance, la connaissance des gîtes d'obsidienne était encore très limitée.

Ce n'est qu'à partir des années 1960, avec l'avènement de techniques analytiques nouvelles, ne requérant que de faibles quantités de matière, que les études de provenance de l'obsidienne ont véritablement commencé, avec les premiers travaux de Lord Renfrew (Cann & Renfrew, 1964, Renfrew *et al.*, 1966). Peu à peu, dialogues et nécessaires collaborations se sont instaurés entre archéologues, volcanologues et physico-chimistes (voir par exemple pour l'Anatolie l'ouvrage collectif dirigé par Marie-Claire Cauvin – Cauvin *et al.*, 1998).

On répertorie actuellement une vingtaine de méthodes contribuant aux études de provenance dont les plus usuelles sont reportées en gras dans le tableau II.1. Dans ce travail, nous avons utilisé, ou/et développé certaines de ces méthodes (tableau II.1, caractères gras en italique).

*L'objectif de ce chapitre est de présenter les capacités de ces méthodes analytiques et de situer parmi elles les méthodes que nous avons pratiquées.*



*Tableau II.1 – Tableau récapitulatif des principales méthodes utilisées dans les études de provenance d'obsidienne.*

Méthodes	Acronymes usuels	Références
<b>Caractérisation par analyses élémentaires</b>		
Activation neutronique (par neutrons thermiques)	INAA	Gordus <i>et al.</i> , 1968
Activation neutronique (par neutrons rapides)	RNAA	Gratuze <i>et al.</i> , 1992
Spectroscopie d'émission atomique	OES	Cann & Renfrew, 1964
<b>Inductively Coupled Plasma Atomic Emission Spectrometry</b>	ICP-AES	Heyworth <i>et al.</i> , 1988
Spectroscopie de flamme	F-AES	Cauvin <i>et al.</i> , 1986
Spectrométrie d'absorption atomique	AAS	Michels <i>et al.</i> , 1982
<b>Fluorescence de rayons-X (mode destructif)</b>	XRF	Stevenson <i>et al.</i> , 1971
<b>Fluorescence de rayons-X (mode non-destructif)</b>	XRF	Nelson <i>et al.</i> , 1975
<i>Microsonde électronique (par dispersion de longueur d'onde)</i>	SEM-EDS	Acquafredda <i>et al.</i> , 1996
<i>Microsonde électronique (par dispersion d'énergie)</i>	EMP-WDS	Merrick & Brown, 1984
<i>Particle induced X-ray emission</i>	PIXE	
<b>Particle induced <math>\gamma</math>-ray emission</b>	PIGE	Duerden <i>et al.</i> , 1980
<b>ICP mass spectroscopy</b>	ICP-MS	Tykot & Young, 1996
<b>Laser ablation ICP mass spectroscopy</b>	LA-ICP-MS	Gratuze <i>et al.</i> , 1999
<b>Caractérisation par les propriétés physiques</b>		
Résonance paramagnétique électronique	RPE	Duttine <i>et al.</i> , 2003
Spectroscopie Mössbauer du $^{57}\text{Fe}$	Mössbauer	Longworth & Warren, 1979
Magnétométrie SQUID <sup>a</sup>	SQUID	McDougall <i>et al.</i> , 1983
<i>Microspectroscopie Raman</i>	Raman	Bellot-Gurlet <i>et al.</i> , 2004
<i>Spectroscopie Infrarouge</i>	IR	Le Bourdonnec <i>et al.</i> , 2003
<b>Caractérisation par l'âge de formation</b>		
<b>Datations par traces de fission</b>	TF	Suzuki, 1973
Datations par Argon 40 / Argon 39	$^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$	Vogel <i>et al.</i> , 2006

En gras : les méthodes les plus usitées depuis une vingtaine d'années.

En gras italique souligné : les méthodes utilisées dans ce travail.

<sup>a</sup> *Superconducting Quantum Interference Device*

## II.1 Caractérisation par la composition élémentaire

### II.1.1 Principes généraux des analyses élémentaires

Les analyses élémentaires sont effectuées par spectroscopie de rayonnement ou spectrométrie de masse. La figure II.1 montre comment on peut classer les méthodes utilisant une spectroscopie de rayonnement selon le type d'excitation utilisé (rayonnement, flux particulaire) et de réponse (rayonnement visible, X,  $\gamma$ ) de l'échantillon (Figure II.1). Certaines de ces méthodes peuvent n'être envisagées qu'en mode partiellement destructif, c'est-à-dire nécessitant un prélèvement sur l'échantillon à analyser, d'autres peuvent relever d'un tel traitement, mais aussi s'appliquer à un échantillon sans en altérer en aucune manière l'intégrité. Ces dernières, sont particulièrement attractives en archéologie. C'est pourquoi nous nous sommes en particulier attaché dans ce travail à en développer quelques-unes (voir deuxième partie).

### II.1.2 Méthodes partiellement destructives

Plusieurs méthodes sont applicables en mode partiellement destructif pour les études de provenance d'obsidienne.

La plus utilisée a sans doute été jusque récemment l'activation par neutrons thermiques (INAA) en réacteur nucléaire, qui permet de doser jusqu'à 27 éléments traces avec une grande sensibilité pour les terres rares. Elle se pratique généralement sur une poudre de l'ordre de la centaine de milligrammes. Parmi ces éléments, sept, Ba, Cl, Dy, K, Mn et Na sont déterminables après une irradiation 'courte' et dans le cas où ces éléments ne seraient pas discriminants, 20 autres éléments, La, Lu, Nd, Sm, U, Yb, Co, Cs, Eu, Fe, Hf, Rb, Sr, Sb, Sc, Ta, Tb, Th, Zn, Zr, peuvent être déterminés après une irradiation plus prolongée (Glascock *et al.*, 1998).

La microsonde électronique, avec son système de détection par dispersion de longueurs d'onde des rayonnements X de fluorescence issus de l'échantillon (EMP-WDS) et le microscope électronique à balayage, avec détection par dispersion d'énergie (SEM-EDS), ne requièrent que des prélèvements minimes sur un échantillon (une esquille polie d'environ 1 mm<sup>2</sup> est suffisante). Ces techniques permettent le traitement rapide de nombreux échantillons à un coût réduit. Elles semblent donc *a priori* très attractives, mais le fait qu'elles soient limitées à la détermination des teneurs des seuls éléments majeurs, respectivement dix (Na, Mg, Al, Si, P, K, Ca, Ti, Mn, Fe) et six (Na, Al, Si, Ca, K, Fe) a fait que leur utilisation ait été tardive pour l'EMP-WDS (Tykot, 1997) voire limitée à quelques expériences pour le SEM-EDS (Keller & Seifried, 1990 ; Acquafredda *et al.*, 1999 ; Delerue *et al.*, 2007). Nous verrons au chapitre V que cette dernière approche peut en réalité se révéler très productive en Méditerranée occidentale (Le Bourdonnec *et al.*, 2006).

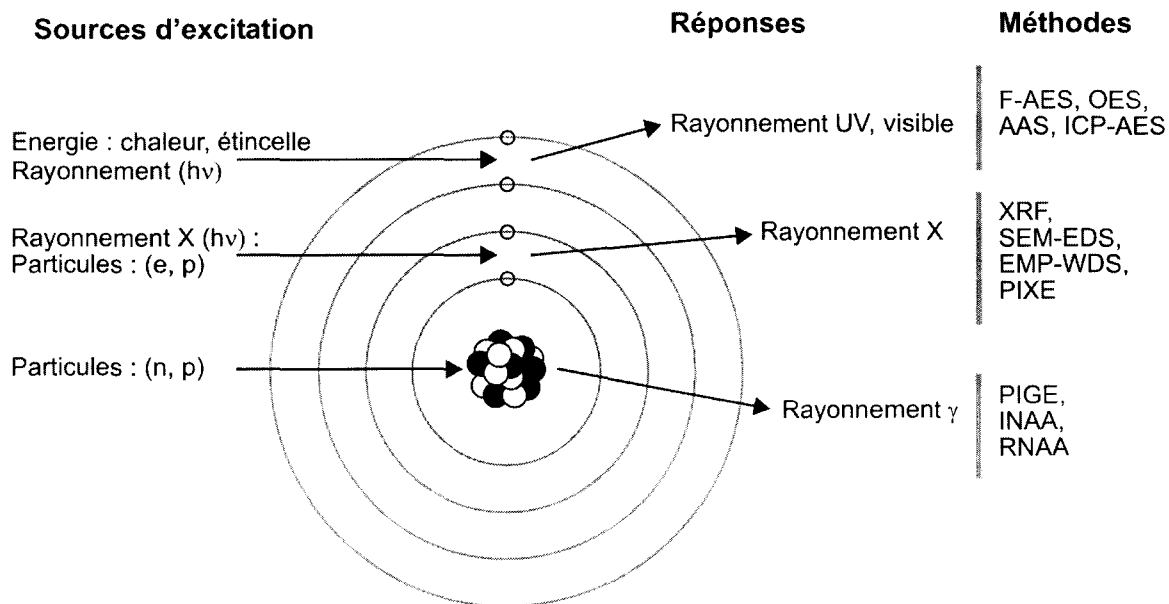


Figure II.1 – Principales spectrométries de rayonnement utilisées actuellement en archéométrie dans le cadre des études de provenance d'obsidienne. Elles peuvent être regroupées en trois grands ensembles : les spectrométries de rayonnement visible, les spectrométries de rayonnement X et les spectrométries de rayonnement gamma.

Dans le cas de la spectrométrie de rayonnement visible, il est possible de travailler sur l'absorption et/ou l'émission de photons lumineux :

La spectrophotométrie d'Absorption Atomique (AAS) consiste à mesurer l'atténuation de l'intensité lumineuse caractéristique de l'élément à doser. Le retour de l'atome excité à l'état fondamental provoque une émission de radiation lumineuse propre à chaque atome. L'excitation peut-être réalisée à l'aide d'une flamme (émission de flamme, F-AES) ou d'une étincelle (émission à arc ou étincelle, OES). L'excitation est désormais réalisée le plus souvent dans un plasma, dans les analyses par ICP-AES.

Alors que la spectrométrie de rayonnement visible concernait les transitions électroniques de 'valence' des atomes, c'est-à-dire les couches électroniques externes, les méthodes de spectrométries de rayonnement X, avec un bombardement beaucoup plus énergétique vont intéresser les couches électroniques les plus internes. Le rayonnement X peut être produit de deux manières : (i) par un flux particulaire, soit électronique (SEM-EDS, EMP-WDS), soit protonique (PIXE) ; (ii) par un faisceau de rayons X (XRF). Deux modes de détection sont envisageables : une analyse dispersive en longueur d'onde (EMP-WDS, XRF) ou en dispersion d'énergie (SEM-EDS, PIXE).

Les méthodes de spectrométrie de rayonnement gamma concernent les réactions au sein du noyau (PIGE, INAA, RNAA).

(Adapté de Gratuze, 1998)

Durant les années 1990, les seules nouvelles techniques analytiques partiellement destructives introduites pour les études de provenance d'obsidienne utilisaient des 'plasmas couplés par induction' (*Inductively Coupled Plasma* –ICP–) sous plusieurs de leurs déclinaisons (Tableau II.1). L'ICP-AES a souvent été utilisée pour la seule détermination des mêmes éléments majeurs qu'en EMP-WDS (à l'exception de Si et P), les éléments traces étant déterminés par ICP-MS où peuvent être obtenus des éléments comme Co, Rb, Sr, Y, Zr, Nb, Cs, Ba, Tl, Pb, Th, U et les lanthanides. Ainsi, en combinant ces deux approches, de 36 éléments (Bellot-Gurlet, 1998 ; Abbes *et al.*, 2001 ; Bressy *et al.*, 2005 ; Carter *et al.*, 2005) à 52 (Pereira *et al.*, 2001) peuvent être dosés en routine (Tableau II.2). En général, les auteurs solubilisait environ 100 mg d'obsidienne, afin d'obtenir une bonne représentativité de l'échantillon, bien que ces techniques puissent encore être utilisées avec des fragments de 1 à 10 mg. Une approche quasi non-destructive, par LA-ICP-MS, consiste à volatiliser par un faisceau laser une fraction minimale de l'échantillon à étudier (cratères d'un diamètre d'environ 40-100 µm ou sillons de cette largeur, si l'on utilise un mode balayage de surface (Gratuze, 1999 ; Pereira, 2000). Pratiquement les mêmes éléments peuvent être déterminés qu'en mode davantage destructif (Tableau II.2), mais au prix d'une moindre précision des mesures (voir Carter *et al.*, 2006 ; Delerue, 2007).

Toujours en mode destructif, les analyses par WD-XRF donnent typiquement accès aux teneurs en 29 éléments majeurs (Na, Mg, Al, Si, P, K, Ca, Ti, Mn et Fe) et traces (S, Cl, Nb, Zr, Y, Sr, Rb, Zn, Ni, Co, Cr, V, Ba, Th, Pb, Cu, Ce, Nd et La). Cette approche n'a cependant été que très exceptionnellement utilisée pour les études de provenance (Francaviglia, 1984, 1988).

### II.2.3 Méthodes non destructives

Seules trois méthodes strictement non-destructives ont été jusqu'à présent utilisées dans les études de provenance, les analyses par ED-XRF, PIXE et RNAA. La première, basée sur l'excitation de l'échantillon par un faisceau de rayons-X et une détection des rayons-X de fluorescence de ce dernier par dispersion d'énergie, donne accès au minimum aux teneurs en Ti, Mn, Fe, Rb, Sr, Y, Zr, Nb, Ba et selon les circonstances, également à Na, K, Cu, Zn, Pb (Shackley, 1998 ; Davis *et al.*, 1998).

La seconde, le PIXE, utilise une excitation par faisceau d'ions. Pour les obsidiennes, un faisceau de protons permet de doser en routine 16 éléments, Na, Al, Si, Cl, K, Ca, Ti, Mn, Fe, Zn, Ga, Rb, Sr, Zr, Y et Nb, dont certains, comme Sr, Y et Nb, parfois proches de la limite de détection, peuvent alors être difficilement quantifiables (Duerden *et al.*, 1986 ; Bellot-Gurlet *et al.*, 1999, 2005).

Davantage d'éléments peuvent être obtenus par activation à l'aide de neutrons rapides produits dans un cyclotron (RNAA). En principe, 26 majeurs et traces, Na, Mg, Al, Si, Cl, K, Ca, Ti, Mn, Fe, Co, Ni, Cu, Zn, As, Rb, Y, Zr, Nb, Sn, As, Cs, Ce, Ba, Pb, U, sont ainsi mesurables.

Tableau II.2 – Éléments dosés en routine pour les obsidiennes par les différentes méthodes ICP.

	Pereira <sup>1</sup>		Gratuze <sup>2</sup>	Bellot-Gurlet <sup>3</sup>	Barca <sup>4</sup>		Pereira <sup>1</sup>		Gratuze <sup>2</sup>	Bellot-Gurlet <sup>3</sup>	Barca <sup>4</sup>
	ICP-MS	LA-ICP-MS	ICP-MS et LA-ICP-MS	ICP-MS	LA-ICP-MS		ICP-MS	LA-ICP-MS	ICP-MS et LA-ICP-MS	ICP-MS	LA-ICP-MS
Li						La					
Be						Ce					
Mg						Pr					
Sc						Nd					
Ti						Sm					
V						Eu					
Cr						Gd					
Mn						Tb					
Co						Dy					
Ni						Ho					
Cu						Er					
Zn						Tm					
Ga						Yb					
Ge						Lu					
Rb						Hf					
Sr						Ta					
Y						W					
Zr						Tl					
Nb						Pb					
Mo						Bi					
Ag						Th					
Cd						U					
Sb											
Cs											
Ba											

<sup>1</sup> Pereira *et al.*, 2001 ; <sup>2</sup> Gratuze, 1999 ; <sup>3</sup> Bellot-Gurlet, 1998 ; Bellot-Gurlet *et al.*, 2005, 2007 ; <sup>4</sup> Barca *et al.*, 2007.

ICP-AES - Bellot-Gurlet<sup>3</sup>  
Al, Fe, Mn, Mg, Ca, Na, K, Ti, P

D'une exactitude difficile à contrôler, de par la géométrie chaque fois différente des artefacts archéologiques, cette méthode est actuellement abandonnée (Gratuze, 1993, 1998).

Déterminer la teneur d'une quarantaine d'éléments ne garantit pas toujours une discrimination entre deux ou plusieurs sources d'obsidiennes. C'est le cas par exemple dans l'Est anatolien (Abbes *et al.*, 2001 ; Poidevin, 1998) ou dans les Andes équatoriales (Bellot-Gurlet *et al.*, 1998). Il est alors nécessaire de faire appel à des techniques d'identification complémentaires (voir plus bas).

## II.2 Caractérisation par l'âge de formation

Deux méthodes sont en principe utilisables pour déterminer l'âge de formation d'une obsidienne : la datation par potassium-argon (K-Ar), avec sa dérivée par argon-argon ( $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ ) et la datation par traces de fission (TF). Ces méthodes sont toujours partiellement destructives.

### II.2.1 Datations par K-Ar et $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$

Le chronomètre K-Ar compte parmi les plus usités en géochronologie (Dickin, 1995). Il n'est cependant pas très bien adapté à la datation des obsidiennes, en raison de leurs âges de formation, inférieurs le plus souvent à quelques millions d'années. En effet, dans ces conditions, la présence dans les cristallites formés en profondeur d'un 'argon hérité' risque de vieillir artificiellement l'âge de formation de la roche (K-Ar) et de brouiller l'analyse des données  $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$  (voir discussion dans Arnaud, 1998). Les âges K-Ar et  $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$  publiés d'obsidiennes 'géologiques' doivent donc être considérés avec prudence.

Pour cette même raison, comme pour des raisons de coûts élevés, cette approche n'avait pas été utilisée jusque tout récemment dans les études de provenance, sauf dans un cas où les méthodes structurales (voir ci-dessous) et géochimiques avaient atteint leurs limites de discrimination (Vogel *et al.*, 2006).

On se doit d'ajouter que si les datations par  $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$  ne requièrent qu'un prélèvement minime sur l'échantillon (de l'ordre de 50 mg), elles nécessitent une irradiation prolongée en réacteur nucléaire qui induisent une radioactivité importante et nécessitent après datation des conditions de stockage propres aux matériaux radioactifs. Cela constitue un facteur limitatif supplémentaire dans le choix des échantillons à traiter de cette manière.

### II.2.2 Datation par TF

La datation par TF est relativement consommatrice de matière, puisqu'il faut disposer d'au moins deux plaquettes d'obsidienne d'une surface de quelques  $\text{mm}^2$  et d'environ un mm d'épaisseur.

Les recherches de provenance par TF ont été initiées par Durani *et al.*, (1971). Elles ont été largement utilisées dans la zone méditerranéenne (Bigazzi & Bonadonna, 1973 ; Bigazzi & Radi, 1981 ; Bigazzi *et al.*, 1971, 1976, 1990, 1996), dans les Andes (Bigazzi *et al.*, 1992 ; Dorighel *et al.*, 1998 ; Marcos *et al.*, 1998 ) et continuent de l'être en Arménie (Bigazzi *et al.*, 1998 ; Chataigner *et al.*, 2003).

Cette méthode est cependant en relative désuétude : elle 'consomme' un grand volume d'échantillon, n'est pas rapide et est difficilement applicable pour les obsidiennes formées il y a moins de 1000 ans environ. En outre, en raison du mode d'observation des traces de fission (microscopie optique en transmission) seules les variétés les plus transparentes, dénuées d'inclusions et/ou de microbulles, sont susceptibles d'être utilisées (voir discussion dans Poupeau *et al.*, 1998).

Cette approche est cependant parfois la seule capable de distinguer des obsidiennes que l'analyse élémentaire se montre incapable de différencier comme en Anatolie (Bellot-Gurlet *et al.*, 1999) ou dans les Andes équatoriales (Dorighel *et al.*, 1998 ; Bellot-Gurlet *et al.*, 2007).

## **II.3 Caractérisation par les propriétés structurales**

Les propriétés structurales d'une obsidienne résultent de la composition du magma parent et de son histoire thermodynamique jusqu'à sa solidification. En principe donc, elles devraient pouvoir fournir des 'signatures' spécifiques. Les recherches en ce domaine ont débuté, comme pour la datation par TF, dans les années 1970. Mais ce n'est que récemment que leurs potentialités ont été réellement explorées, pour certaines d'entre elles, alors que pour d'autres, comme la microspectroscopie Raman ou la spectroscopie infraRouge, n'en sont encore qu'à une phase exploratoire.

### **II.3.1 Méthodes partiellement destructives**

Les premiers travaux orientés dans une perspective de provenance ont reposé sur l'effet Mössbauer (Longworth & Warren, 1979 ; Aramu *et al.*, 1983), la caractérisation de centres paramagnétiques (Mello, 1983) ou la détermination des paramètres magnétiques (MacDougall *et al.*, 1983) de l'obsidienne. Ces ouvertures sont longtemps restées sans suite.

Ce n'est qu'à partir de 1995 que l'exploration des potentialités de ces méthodes a été reprise. Ainsi, les paramètres fournis par la spectroscopie Mössbauer du  $^{57}\text{Fe}$  (Petrick *et al.*, 1997 ; Scorzelli *et al.*, 2001), l'analyse des spectres de résonance paramagnétique électronique en bande X et en bande Q (Duttine *et al.* 2003 ; Duttine 2005) ou des figures d'hystérésis des expériences de magnétisation (Stewart *et al.* 2003 ; Cernicchiaro *et al.*, 2005) apparaissent maintenant comme de bons discriminateurs des sources d'obsidienne de Méditerranée occidentale. Des travaux similaires sont en cours pour les obsidiennes des Andes équatoriales (Bustamante *et al.*, 1998, 2003 ; Duttine *et al.*, 2007).

De ces trois approches cependant seules deux semblent promises à un avenir encourageant, car elles ne nécessitent que des quantités modérées de matière : une trentaine de milligrammes de poudre d'obsidienne, pour les propriétés magnétiques, et seulement de 5 à 10 mg pour la RPE. La spectroscopie Mössbauer, exigeant 250 mg de poudre, verra par là même son utilisation réduite à des cas particuliers, d'autant qu'elle exige des temps de mesure considérables, typiquement de 50 à 80 heures, contre quelques heures pour le magnétisme et quelques minutes de RPE.

Pour ces mêmes obsidiennes de Méditerranée occidentale, une autre méthode pourrait être intéressante, la spectroscopie infraRouge, qui n'exige qu'un prélèvement de quelques milligrammes et des temps de mesure inférieurs à 1 minute. Il s'agit d'une voie entièrement nouvelle que nous avons ouverte (Le Bourdonnec, 2003 ; Le Bourdonnec *et al.*, 2003 ; Le Bourdonnec *et al.*, 2004).

### II.3.2 Méthode non destructive

Jusqu'à présent une seule, la microspectroscopie Raman, a été envisagée. En 2003, Milleville *et al.*, constatant que trois obsidiennes d'origine très diverses, respectivement de l'île de Lipari (Méditerranée occidentale), de Sierra de Pachuca (Mexique), et de Çavuşlar (Anatolie orientale) possédaient des signatures Raman différentes suggéraient que cette méthode puisse être appliquée aux études de provenance. Un premier travail, sur les obsidiennes de Méditerranée occidentale, semblerait conforter cette hypothèse (Bellot-Gurlet *et al.*, 2004, voir chapitre VII).

## II.4 Conclusion : quelle(s) méthode(s) choisir ?

Le 'catalogue' des méthodes actuellement disponibles pour caractériser l'obsidienne en vue de recherches de provenance est donc très diversifié (tableau II.3). Quels critères doivent guider le choix d'une, ou de plusieurs approches privilégiées ? Jusqu'à présent, c'est presque toujours à 'l'empreinte géochimique' qu'il a été fait appel. L'activation neutronique et les diverses déclinaisons des ICP apportent l'information la plus riche, de par le nombre d'éléments dont il est possible de déterminer les teneurs. Mais il s'agit de méthodes coûteuses, voire (INAA) longues. Or souvent il n'est besoin que d'un nombre limité d'éléments pour identifier la roche-mère d'un artefact en obsidienne. C'est ainsi que très souvent les mesures par ED-XRF ou PIXE, qui de surcroît peuvent être non-destructives, suffisent largement aux études de provenance. Parfois même, la seule détermination des éléments majeurs étant suffisante, EMP-WDS et SEM-EDS, particulièrement accessibles, rapides et peu coûteuses, surtout la seconde, deviennent des instruments de référence.

Quel pourrait être l'avenir des méthodes basées sur les caractéristiques physiques de l'obsidienne ? En principe, elles pourraient ne s'avérer que d'un usage limité, car l'état physique d'une obsidienne dépendant de son histoire thermique, on pourrait s'attendre à des 'signatures struc-



turales' variables en différents points d'une coulée ou d'un dôme rhyolitiques. L'expérience en ce domaine est encore très limitée, mais au moins dans le monde méditerranéen, RPE, propriétés magnétiques et spectroscopies Mössbauer apparaissent comme discriminantes. Si les deux premières approches, peu consommatrices de matière, peu coûteuses, semblent intéressantes, la dernière ne semble guère promise à un grand avenir par la quantité de matière requise pour l'analyse. Il est encore trop tôt pour se prononcer sur les spectroscopies vibrationnelles (infra-Rouge, Raman), encore à un stade exploratoire voir ci-après, chapitres III et VII.

La détermination par traces de fission de l'âge de formation d'une obsidienne a prouvé son efficacité en étant plus performante que l'approche géochimique dans les Andes équatoriales (Dorighel *et al.*, 1998), ou à peu près équivalente aux Proche et Moyen Orient (Bigazzi *et al.*, 1998) ; mais elle est moins discriminante en Méditerranée occidentale (Bigazzi *et al.*, 2005). Son utilisation ira en se réduisant de par le temps de mesure requis et peut-être plus encore par son exigence en matière. Mais par contre une simple analyse rapide des traces de fission 'fossiles' sur un fragment millimétrique peut aussi permettre de résoudre des problèmes de provenance restés insolubles lorsque l'obsidienne d'une ou de plusieurs sources présentent des compositions élémentaires non distinguables, même par ICP-MS. Quant à la datation par  $^{39}\text{Ar}/^{40}\text{Ar}$ , sa très grande spécificité de mise en œuvre, son coût, la limitera aussi à des cas très particuliers, comme le souligné Vogel *et al.* (2006).

**Concluons** : quelle(s) méthode(s) choisir pour une étude de provenance ? L'expérience montre que, pour une région du globe et une culture considérées, il existe en général plusieurs 'solutions' possibles. Une bonne connaissance (géochimique, géochronologique, physique) de l'obsidienne des sources potentielles montrera le spectre de ces possibilités. Le choix entre la ou les techniques de caractérisation à utiliser dépendront alors davantage des opportunités instrumentales et financières, de l'existence ou non de banques de données 'communicantes', ce qui n'a pas toujours été le cas dans le passé avec les données d'ordre géochimique, de la possibilité ou non de procéder à des analyses non destructives.

*Tableau II.3 – Tableau synthétique des méthodes de caractérisation utilisées actuellement dans les études de provenance d'obsidienne.*

Méthode	Acronyme	Quantité de matière nécessaire	Préparation échantillon	Éléments dosés / Paramètres déterminés
<b>Méthodes partiellement destructives</b>				
Activation neutronique (par neutrons thermiques)	INAA	100 mg	Poudre	Éléments majeurs et traces
Inductively coupled plasma / atomic emission spectroscopy	ICP-AES	100 mg	Solution	Éléments majeurs et traces
Inductively coupled plasma / mass spectrometry	ICP-MS	100 mg	Solution	Éléments traces
Laser ablation ICP-MS	LA-ICP-MS	<10 <sup>-4</sup> mm <sup>3</sup>	Surface	Éléments majeurs et traces
Microsonde électronique (par dispersion de longueur d'onde)	EMP-WDS	Frag. millimétrique	Section polie	Éléments majeurs
Datations par traces de fission	TF	2 lames, qq mm <sup>2</sup>	Section polie	Âge de formation
Datations par Argon 40 / Argon 39	<sup>40</sup> Ar/ <sup>39</sup> Ar	40-140 mg	Poudre	Âge de formation
Spectroscopie Mössbauer du <sup>57</sup> Fe	Mössbauer	250 mg	Poudre	Structures hyperfines, <i>ratio</i> Fe <sup>2+</sup> /Fe <sup>3+</sup> , présence de composante magnétique
Magnétométrie SQUID	SQUID	30 mg	Poudre	Force coercitive, susceptibilité magnétique, Aimantation rémanente et à saturation
Résonance paramagnétique électronique	RPE	<10 mg	Poudre	Nature et abondance relative des espèces para- et ferro-magnétiques
Spectroscopie InfraRouge	IR	<5 mg	Poudre	Bandes d'absorption du réseau silicaté
<b>Méthodes strictement non-destructives</b>				
Fluorescence de rayon-X	XRF	-	Surface	Éléments majeurs et traces
Analyses par faisceau d'ions (particle induced X-ray emission)	PIXE	-	Surface	Éléments majeurs et traces
Microsonde électronique (par dispersion d'énergie)	SEM-EDS	-	Surface	Éléments majeurs
Microspectroscopie Raman	Raman	-	Surface	Forme du spectre et index de dépolymérisation du réseau silicaté



**DEUXIÈME PARTIE**

---

**ASPECTS MÉTHODOLOGIQUES  
DE LA CARACTERISATION DES OBSIDIENNES**

*En Méditerranée centrale et occidentale*



## Chapitre III

# CARACTÉRISATION DES OBSIDIENNES DE MÉDITERRANÉE CENTRALE ET OCCIDENTALE

### *Synthèse des apports méthodologiques*

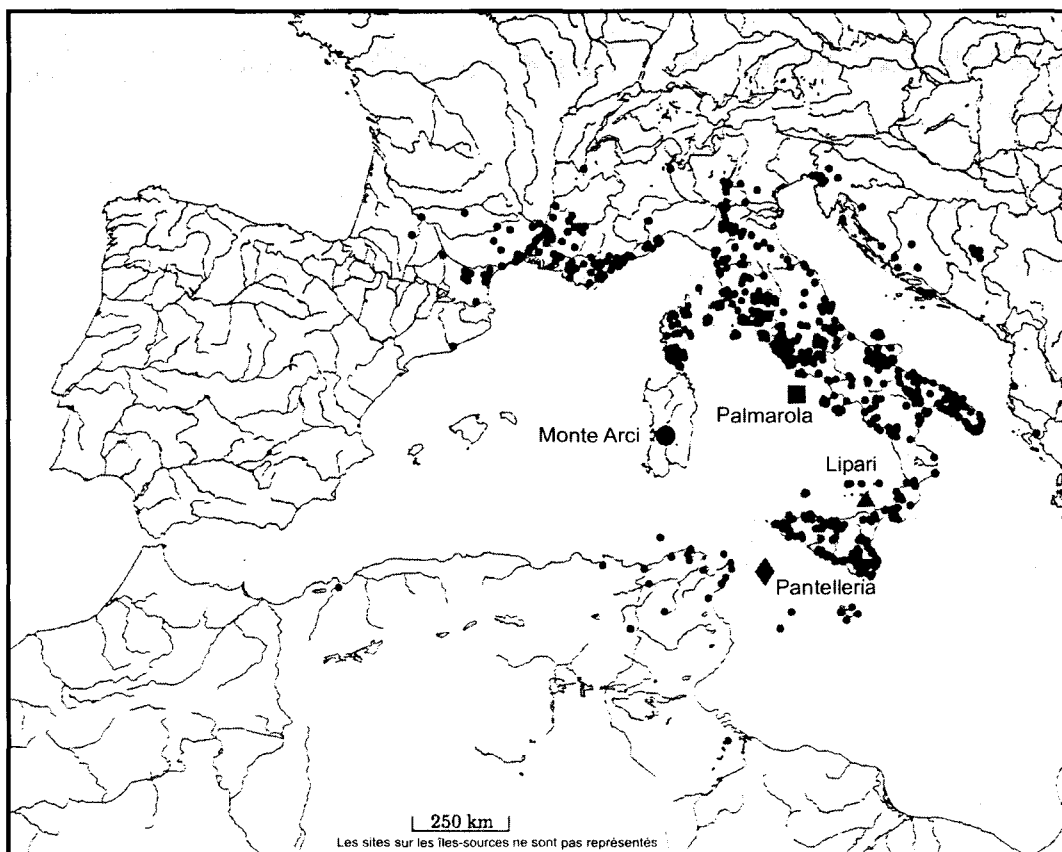
DÈS L'ÉPIPALÉOLITHIQUE, on commence à rencontrer dans les îles de Méditerranée centrale et occidentale et une part de leur pourtour continental de l'obsidienne dans les gisements archéologiques. L'obsidienne y deviendra rapidement très présente, et cela jusque vers le Chalcolithique. La compilation réalisée par Tykot dans sa thèse (1995)<sup>a</sup>, et résumée dans la Figure III.1, extraite de Tykot (1997) donne une idée de la densité de sites de Méditerranée occidentale où l'on peut rencontrer des objets archéologiques en obsidienne.

Les sources potentielles de cette obsidienne sont distribuées aussi bien dans quelques îles de Méditerranée centrale et occidentale qu'au Nord (France), au nord-est (Carpathes), dans l'est méditerranéen (îles de Giali et Melos, et plus loin volcans anatoliens), au sud-est (Yemen, Ethiopie) et au sud (Hoggar) (Figure III.2). Plus de quarante ans d'études de la provenance des obsidiennes de Méditerranée centrale et occidentale ont montré que les seules sources à considérer étaient celles des îles de Lipari, Palmarola, Pantelleria et Sardaigne (Figure III.3).

La source continentale la plus proche, celle de Lusclade (Massif Central), n'a produit qu'une obsidienne impropre à la taille et n'a jamais été utilisée, même dans des sites situés à son voisinage immédiat (Williams-Thorpe *et al.*, 1984). La diffusion de l'obsidienne des Carpathes n'aurait atteint au mieux que Tripoli, dans le nord-est de l'Adriatique. Quant aux contacts entre Méditerranée centrale et orientale, ils semblent n'avoir eu lieu qu'après la période qui nous intéresse ici, c'est à dire pas avant le Chalcolithique (Guilaine, 1994). La présence de l'obsidienne éthiopienne (et/ou du Yemen ?) ne serait pas attestée avant l'époque romaine.

---

a. *Compilation largement basée sur les travaux de Pollmann (1993), Binder & Courtin (1994) et Guilaine & Vaquer (1994). Pour information, on peut aussi se référer à Vaquer (2006).*



*Figure III.1 – Compilation des sites archéologiques de Méditerranée occidentale où l'on peut rencontrer des artefacts en obsidienne (Tykot, 1997).*

Jusqu'à présent, seule pratiquement l'approche par la composition élémentaire ou la datation par traces de fission avaient été appliquées aux problèmes de provenance de l'obsidienne 'néolithique' de la région. Devant la quantité de sites et d'objets à traiter, d'autres approches ont été développées à partir de la fin des années 1990 (voir chapitre précédent). Nous nous sommes inscrits dans ce mouvement. Ce chapitre est donc consacré à une synthèse de notre apport en ce domaine, les quatre suivants aux publications qui en ont découlé. On trouvera en annexes les données analytiques détaillées obtenues au cours de cette phase de notre travail sur des échantillons géologiques, dans des tableaux réunissant données publiées et données inédites.

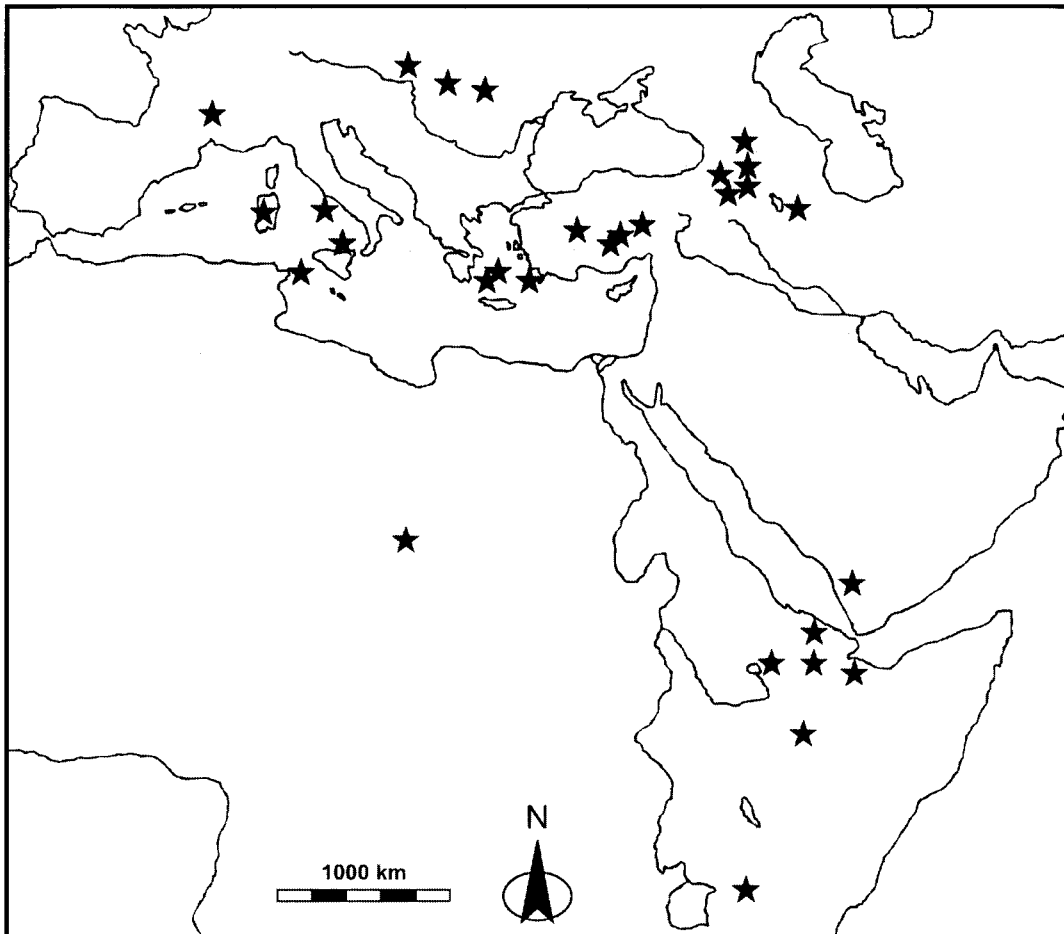


Figure III.2 – Carte générale des sources d'obsidienne (Adapté de Yellin, 1995).

### III.1 Les gisements d'obsidienne de Méditerranée occidentale

Il ne sera ici question que des gisements présentant des obsidiennes dont l'exploitation par l'homme préhistorique a été attestée. Ils ne comprennent donc que ceux des obsidiennes de Lipari, Palmarola, Pantelleria et de Sardaigne<sup>b</sup>. Alors que les obsidiennes de Pantelleria sont peralcalines, toutes les autres sont calco-alcalines.

---

*b. Il faut cependant noter la présence de quelques artefacts, trouvés à l'est de l'Italie septentrionale à proximité de Trieste, qui proviendraient de sources carpathes (Bigazzi et al., 1990 ; Randle et al., 1993).*



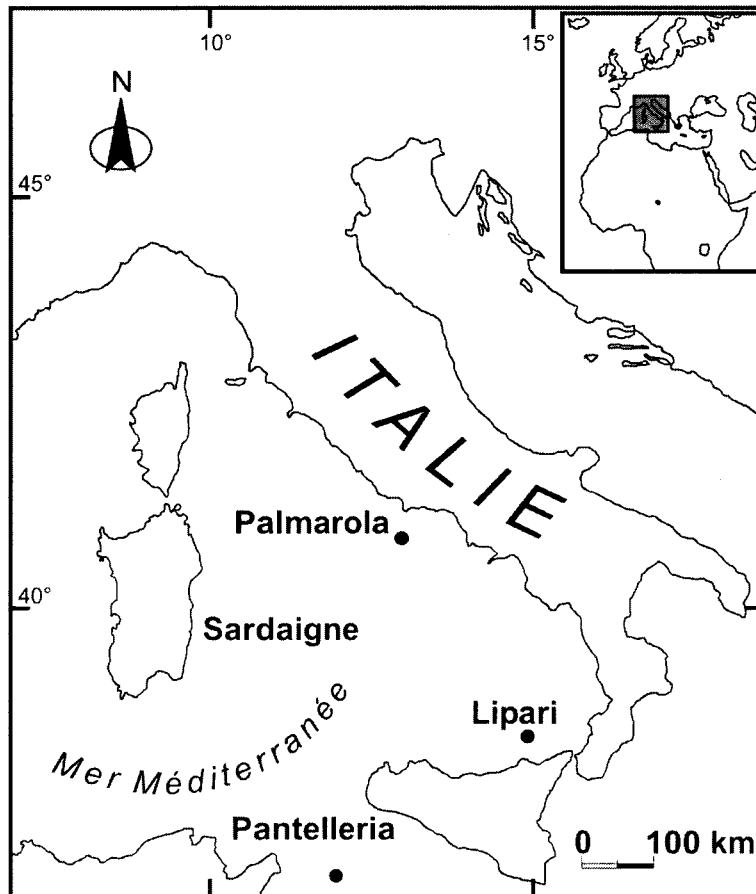


Figure III.3 – Carte montrant les îles-sources d’obsidienne de Méditerranée occidentale.

### III.1.1 Lipari

Avec sa superficie d’environ 38 km<sup>2</sup>, Lipari est la plus vaste des îles Eoliennes. Elle est la seule de l’archipel, parmi celles d’Alicudi, Filicudi, Panarea, Salina, Stromboli et Vulcano, à posséder des affleurements d’obsidienne apte à la taille. Lipari a connu une activité magmatique intense entre le Pléistocène supérieur et la fin de la période romaine, dans laquelle une succession de dix cycles a été établie (Crisci *et al.*, 1991). Les obsidiennes, localisées dans le quart nord-est de l’île, aux environs du Monte Pilato (Figure III.4) se rencontrent uniquement dans les deux cycles terminaux.

Quatre coulées d’obsidiennes ont été reconnues. Seules les deux premières, celles de *Canneto Dentro* et *Gabellotto (Pomiciazzo)*, ont pu être exploitées par les néolithiques (Crisci *et al.*, 1991). En effet, produites au cours du cycle IX, elles auraient eu lieu vers la base de l’Holocène selon des datations par TF de 11400±1800 ans (Bigazzi & Bonnadonna, 1973) et 8600±500 ans (Wagner *et al.* 1976).

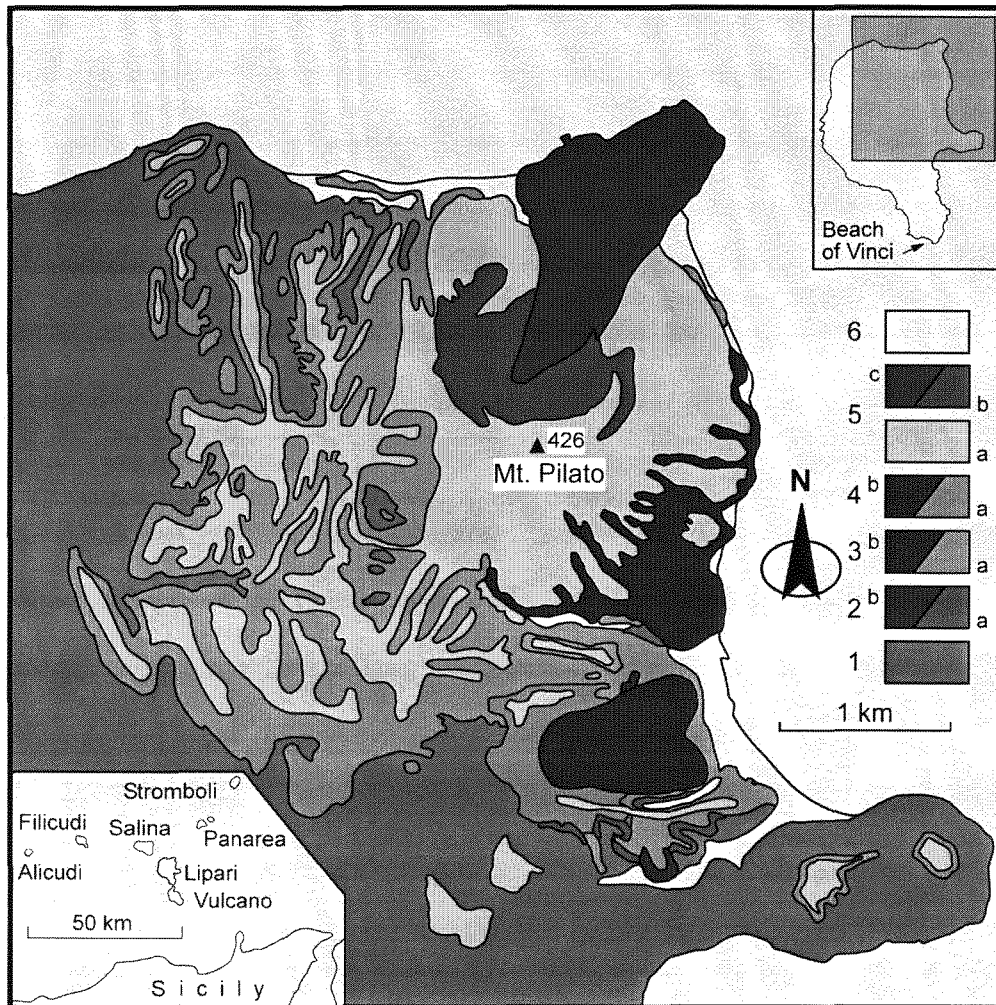


Figure III.4 – Carte géologique schématique de la partie Nord-Est de Lipari qui montre les unités appartenant à la phase la plus récente de l'activité volcanique de l'île (<10000 ans). (1) : Dépôt de la période volcanique précédente. (2) : Unité Volcano-Stratigraphique (UVS) de Canneto Dentro, (a) téphra, (b) coulée. (3) : UVS de Gabellotto - Fiume Bianco, (a) téphra de Gabellotto - Fiume Bianco, (b) coulée de Pomiciazzo. (4) : UVS de Forgia Vecchia, (a) téphra, (b) coulée. (5) : UVS du Mt. Pilato - Rocche Rosse, (a) téphra du Mt. Pilato, (b) téphra de Rocche Rosse, (c) coulée de Rocche Rosse. (6) Sédiments récents et actuels. (Adapté de Cortese et al., 1986 par Bigazzi et al., 2005).

Les épanchements spectaculaires d'obsidienne de *Rocche Rosse* et *Forgia Vecchia*, issus du Monte Pilato ont eu lieu lors du dernier cycle d'activité de l'île (cycle X), vers la fin de la période romaine, c'est-à-dire entre les IV<sup>e</sup> et VI<sup>e</sup> siècle de notre ère. Elles recouvrent pour une bonne part les formations antérieures et l'obsidienne holocène n'est plus accessible que localement, principalement dans l'étroite vallée de Gabellotto, qui entaille profondément sur plusieurs centaines de mètres jusqu'à la mer les terrains volcaniques dominant la localité de *Cannetto*. Dans ce val du *Gabellotto*, de nombreux déchets de taille parsèment la surface, indice d'une exploitation passée intense.

D'un point de vue macroscopique, l'obsidienne liparote, qui présente un faciès très vitreux, est généralement noire et brillante. Elle contient des clinopyroxènes de taille réduite (10 à 50  $\mu\text{m}$ ) souvent associés à des phénocristaux de magnétite et d'olivine (Acquafredda *et al.*, 1999). Elle peut aussi renfermer une quantité importante de sphérolites (Ammerman, 1979).

Des données historiques situent la dernière activité volcanique à Lipari (Cortese *et al.*, 1986) en l'an 726.

### III.1.2 Palmarola

Située à l'ouest de Naples, sur la même latitude, à environ 35 km de la côte, l'île de Palmarola, dans le golfe de Gaeta, appartient au groupe des îles Pontines, avec celles de Gavi, Ponza, Santa Stephano, Ventotene et Zannone. D'une superficie réduite, de moins de 3 km<sup>2</sup>, Palmarola est la seule à posséder de l'obsidienne apte à la taille (Buchner, 1949). Son histoire commence il y a approximativement 5 Ma avec l'intrusion de laves rhyolitiques et perdure jusqu'à environ 1.7 Ma (Barberi *et al.*, 1967).

Malgré la surface réduite de l'île, l'obsidienne s'y rencontre en trois secteurs, sous différentes formes. Le seul gisement primaire connu est constitué de dykes intrudant le versant sud du *Monte Tramontana* (culminant à 235 m), dans le nord de l'île (Figure III.5) (Francaviglia, 1984 ; Acquafredda *et al.*, 1999). On rencontre aussi dans ce secteur de «petits» nodules en position secondaire (Tykot, 2002a). Dans la partie sud de l'île, l'obsidienne est présente dans des gisements secondaires, ainsi à proximité de *Punta Vardella* (Buchner 1949; Hallam *et al.*, 1976; Tykot, 2002), sous forme de blocs anguleux beaucoup plus volumineux. Une autre source secondaire a été également découverte à proximité du port de *San Silverio*, au sud ouest du Monte Tramontana. Cependant la qualité de son obsidienne ne permet pas de l'envisager comme matière première pour la taille (Barberi *et al.* 1967; Herold 1986; Tykot 2002a).

Plusieurs datations par K-Ar et TF attribuent aux obsidiennes de Palmarola un âge compris entre 1.6 et 1.7 Ma (Barberi *et al.*, 1967 ; Belluomini *et al.*, 1970 ; Bigazzi *et al.*, 1971 ; Bigazzi & Radi, 1981). Des datation par TF réalisées sur des pièces en obsidienne attribuées à Palmarola mises au jour dans des sites italiens donnent des âges équivalents (Arias *et al.*, 1984).

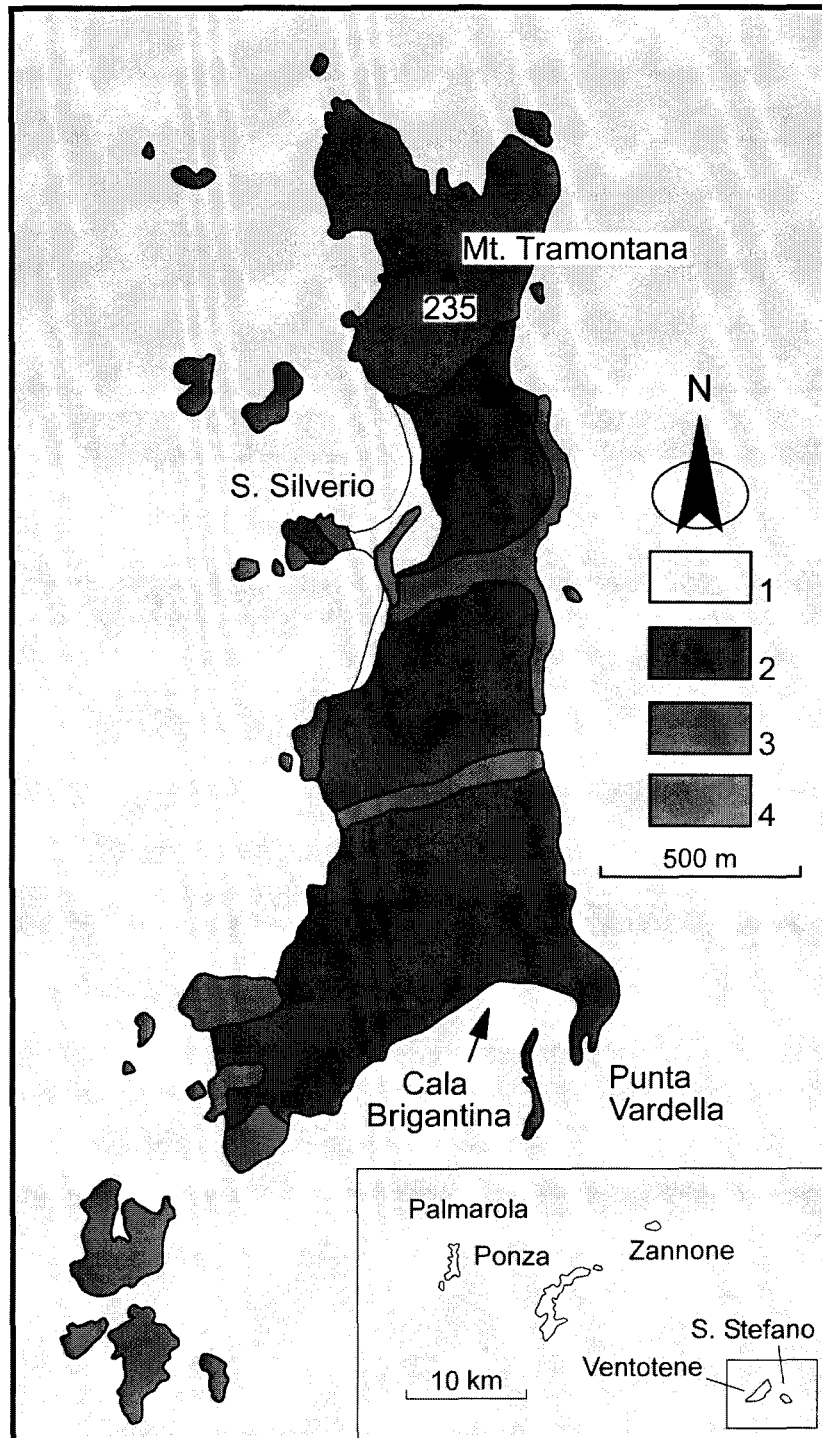


Figure III.5 – Carte géologique schématique de l'île de Palmarola. (1) : Dépôt post Pléistocène moyen. (2) : Faciès hyaloclastique sous-marin. (3) : Dykes. (4) : Sédiments d'argile Pliocène. (Adapté de De Rita et al., 1986 par Bigazzi et al., 2005).

L'obsidienne de Palmarola est presque toujours noire, parfois grise, mate et opaque. Elle est dénuée de phénocristaux. Cependant il existe des variétés très transparentes, attestées dans les dépôts secondaires de Punta Vardella (Acquafredda *et al.*, 1999 ; Tykot, 2002a).

### III.1.3 Pantelleria

L'île de Pantelleria, de 8×13 km, entre Sicile et Tunisie, a été le théâtre d'une importante activité volcanique peralcaline entre 220000 et 9000 ans (Civetta *et al.*, 1984 ; Civetta *et al.*, 1988 ; Mahood & Hildreth, 1986). Cette activité s'est développée en deux cycles (Villari, 1974). Le premier se termine par la formation d'un large dôme qui constitue la '*Montagna Grande*' (836 m) au centre de l'île et d'une caldera de plus de 6 km de diamètre. Une nappe ignimbritique, appelée aussi 'Tuff vert', qui a recouvert plus de 50% de la surface de l'île, y est associée. Cette structure, datée par Civetta *et al.* (1984) aurait près de 50 ka. De nombreuses éruptions durant ce cycle comme pendant le second (Civetta *et al.* 1988) ont produit des obsidiennes ('pantellerites'). Cependant beaucoup d'entre elles et particulièrement celles relatives au second cycle (pantellerites post-caldera) ne sont pas aptes à la taille, notamment celles de Gelkhamar (Figure III.6).

On trouve des fragments de verre volcanique sur presque toute la surface de l'île. Macroscopiquement la pantellerite (Foerster, 1881 ; MacDonald & Bailey 1973 ; Avanzinelli *et al.*, 2004) peut présenter quatre faciès bien distincts (Tufano, 2005). Le premier, translucide, est caractérisé par une couleur 'vert bouteille' (Pa). Le second est un verre translucide qui peut présenter des traînées blanches, parallèles entre elles et très proches l'une de l'autre (Pb). Le troisième type présente des veines de teinte olive d'épaisseurs variables (Pc). Enfin le quatrième (Pd) est une obsidienne opaque avec un reflet métallique. Elle peut être noire à gris anthracite.

Plusieurs sources sont connues. La plus importante, *Balata dei Turchi*, constitue la pointe sud de Pantelleria. Une grande quantité de roches s'y rencontrent en position sub-primaire. D'un point de vue macroscopique on retrouve surtout des obsidiennes Pc avec un peu de Pa et de Pb. Le type Pd n'est pas représenté (Tufano, 2005).

Des gîtes mineurs peuvent se rencontrer dans des séquences pré-caldera autour du *Lago di Venere*. L'obsidienne que l'on retrouve en place est opaque, de type Pd. En position secondaire les trois autres types peuvent co-exister. A *Salto de la Vecchia*, à 1 km à vol d'oiseau de Balata, les mêmes types que ceux de *Balata dei Turchi* sont présents. Aucune obsidienne ne se trouve en position primaire. Cependant, au vu de la quantité de matière disponible, il a été proposé que la source de *Salto de la Vecchia* soit différente de celle de *Balata dei Turchi* (Tufano, 2005). Une autre source, dite de *Grotta Fromaggio* est fréquemment citée (Mahood & Hildreth, 1986 ; Tykot 1995). Cette strate épaisse n'a cependant produit qu'un verre inapte à être taillé.

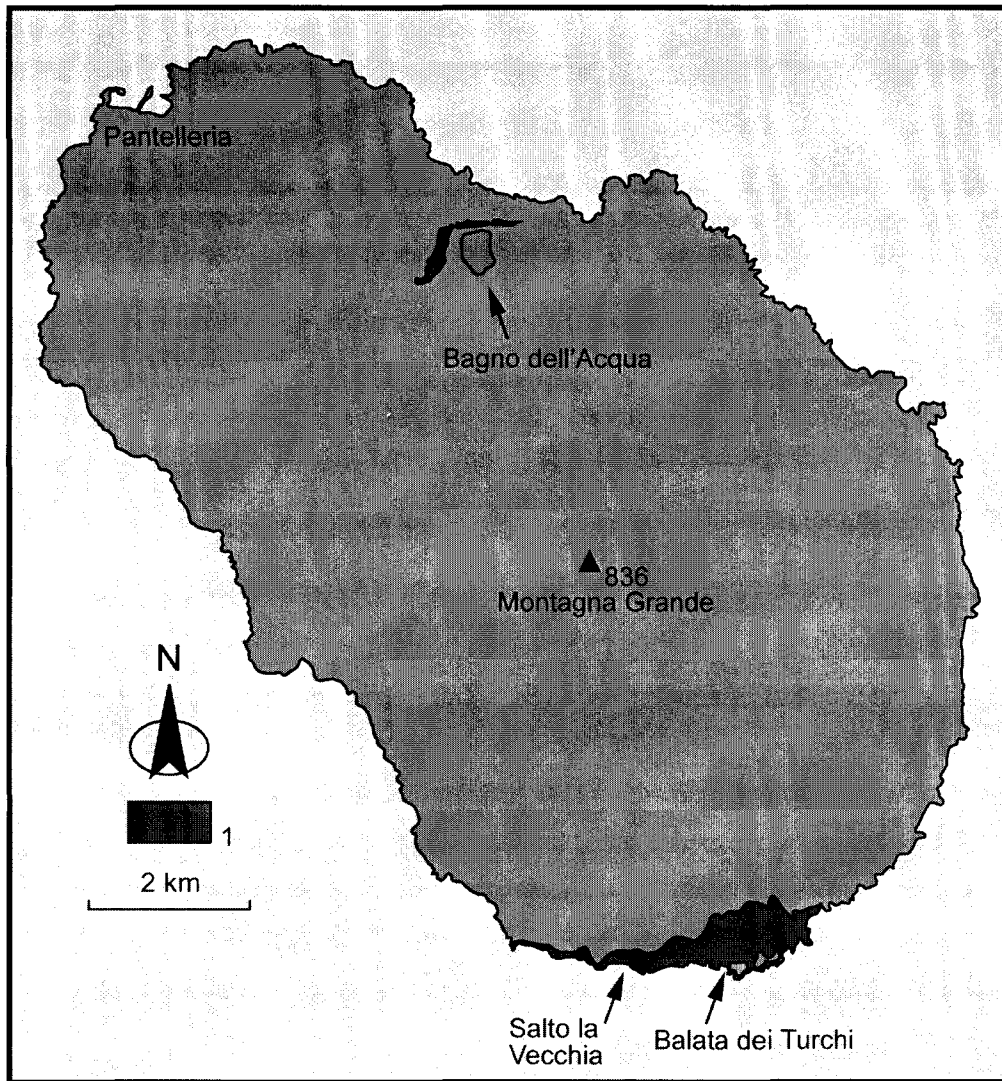


Figure III.6 – Carte schématique de l'île de Pantelleria. (1) : Roches pré-caldéra où des 'Pantellerites' aptes à la taille peuvent se rencontrer (Adapté de Villari, 1974 par Bigazzi et al., 1995).

Des datations par TF attribuent aux obsidiennes de *Balata dei Turchi*, avec des âges TF de  $127000 \pm 15000$  ans et  $141000 \pm 17000$  ans, une certaine antériorité par rapport à celles de Lago di Venere, datées par la même méthode à  $71000 \pm 8000$  ans et  $73000 \pm 9000$  ans (Arias-Radi et al., 1972 ; Arias et al., 1986).

### III.1.4 Sardaigne

Le complexe volcanique du Monte Arci est situé sur le flan Est du Graben de Campinadas dans le centre-ouest de la Sardaigne. Des datations par TF (Bigazzi et al., 1976 ; Belluomini et al., 1970 ; Bigazzi et al., 1971) et  $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$  (Montanini & Villa, 1990 ; Montanini & Villa, 1993) donnent respectivement des âges de 5.3 Ma, 3 Ma, et 3.24-3.16 Ma qui indiquent une activité pliocène. Des évidences géologiques indiquent qu'elle se serait prolongée durant le Pleistocène dans le Monte Arci comme dans l'ensemble des systèmes volcaniques de Sardaigne (Beccaluva et al., 1974). À partir de séquences stratigraphiques disponibles sur le massif, plusieurs phases d'activités pliocènes ont été identifiées. C'est lors du dernier épisode que l'on trouve des obsidiennes et perlites associées à des laves intermédiaires et basiques, ainsi que des trachytes alcalines. Ces gîtes d'obsidienne furent brièvement décrits dès le XIX<sup>e</sup> siècle, mais il aura fallu attendre les travaux de Beccaluva et al. (1974) puis Assorgia et al. (1976) pour les voir cartographiés (Figure III.7). L'obsidienne en Sardaigne se rencontre ainsi, au sein du massif, dans les secteurs ouest, sud et nord-est.

— Les obsidiennes du sud du massif se limitent à l'affleurement perlitique de *Conca'è Cannas*, le plus récent (3 Ma). Elles sont particulièrement abondantes à proximité, en position sub-primaire à secondaire, à *Su Paris de Monte Bingias*. Cette obsidienne noire présente une texture uniforme et se trouve sous la forme de nodules sub-angulaires de taille décimétrique pris dans une matrice en perlite (Tykot, 1997) qui peuvent faire plus de 10 kg (Photographie III.1 et III.2). Elle est très vitreuse et peut contenir de petits sphérolites visibles à l'œil nu. (Tykot, 1995, 1997).

— Les obsidiennes de l'ouest sont localisées sur les communes de *Marrubiu* et *Morgongiori* (Oristano) (Photographie III.3). Elles se rencontrent en divers endroits sur les pentes occidentales du Monte Arci. Elles se présentent en nodules de taille limitée (rarement plus d'un kilogramme) plus ou moins arrondis dans une matrice volcanique dure, ou, en quantités moindres, sous forme de grands blocs sphériques qui peuvent dépasser les cinq kilogrammes. Dans une première série de gisements, à *Brunco Perdra Crobina*, *Conca S'Ollastu*, *Cucru Is Abbis* et *Seddai*, situés essentiellement sur la commune de *Marrubiu*, les obsidiennes sont aussi vitreuses que les précédentes mais nettement plus grises, avec des bandes. Elles se caractérisent par la présence de phénocristaux dans les gisements de *Cuccuru Porcufurau*, *Monte Sparau Nord* (Photographie III.4), *Punta Nigola*, *Punta Su Zippirit*. Les obsidiennes présentent une couleur

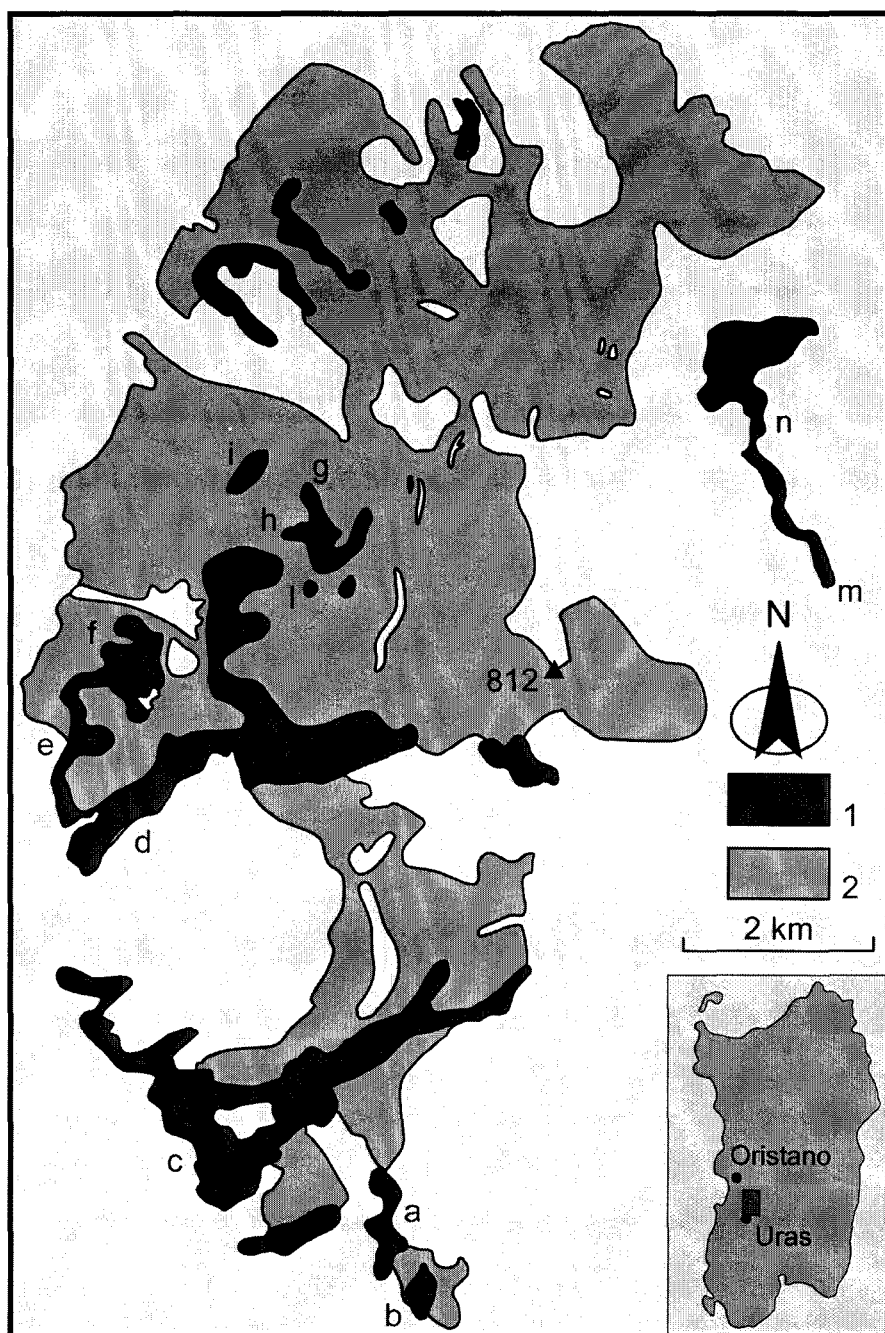


Figure III.7 – Carte géologique simplifiée du complexe volcanique du Monte Arci mettant en évidence les laves acides appartenant à la première phase du volcanisme Pliocène. (1) : perlite et obsidienne ; (2) : rhyolite et rhyodacite ; a : Conca'e Cannas (type SA) ; b : Uras (SA) ; c : Su Paris de Monte Bingias ; d : Bruncu Perda Crobina (SB2) ; e : Seddai (SB2) ; f : Cucru Is Abis (SB2) ; g : Punta Su Zippiri (SB1) ; h : Cuccuru Porcufurau (SB1) ; i : Punta Nicola Pani (SB1) ; l : Monte Sparau (SB1) ; m : Punta Pizzighinu (SC1) ; n : Perdas Urias (SC1, SC2). (Adapté de Assorgia et al., 1976 par Bigazzi et al., 1995).



F.-X Le Bourdonnec ©



*Photographie III.1 – Source de Conca'è Cannas sur le Monte Arci en Sardaigne.*

F.-X Le Bourdonnec ©



*Photographie III.2 – L'obsidienne de Conca'è Cannas prise dans sa matrice perlitique.*

F.-X Le Bourdonneq ©



*Photographie III.3 – L'obsidienne de Frontu à l'ouest du Monte Arci en position primaire.*

F.-X Le Bourdonneq ©



*Photographie III.4 – L'obsidienne du Monte Sparau Nord en position primaire.*

homogène. Fréquemment transparentes, elles peuvent aussi être opaques, avec de grands phénocristaux et présenter des veines rouges-oranges.

— Enfin, dans l'est du Monte Arci, l'obsidienne est en position primaire dans le gisement de *Punta Pizzighinu*, et en position secondaire à *Perdra Urias*, *Santa Pinta*, *Mitza Sa Tassa* et près de *Su Varangu* (Tykot 1997). Elle est noire, grise, parfois veinée de rouge voire intégralement rouge. C'est une obsidienne généralement opaque, bien que l'on en connaisse de rares exceptions transparentes (Lugliè, comm. pers.). Certains blocs peuvent renfermer des concentrations importantes de minéraux qui s'organisent en bandes grises. Cette obsidienne se trouve en position *sub*-primaire sous la forme de blocs prismatiques aux formes anguleuses, souvent volumineux, dotés d'un cortex lisse, qui peuvent dépasser 25 kg. Ils sont ordinairement pris dans une matrice perlitique (Francaviglia, 1984 ; Tykot, 1997).

### **III.2 Caractérisation des obsidiennes de Méditerranée occidentale : Historique**

Les premières analyses réalisées sur des obsidiennes de Méditerranée occidentale (et orientale) remontent à plus de 40 ans. Ce sont celles réalisées par Castiglioni *et al.* (1962, 1963). Elles devaient inaugurer une longue série de travaux sur leur caractérisation élémentaire, qui se poursuivent de nos jours. De cette première approche, qui utilisait la spectroscopie d'émission optique (OES) pour déterminer plusieurs éléments majeurs, mineurs et traces, il était déduit que les obsidiennes sardes étaient utilisées dans le Nord de l'Italie, celle de Palmarola en Italie orientale et celles de Lipari principalement en Italie méridionale. Quant à celles de Pantelleria, leur présence était avérée à Malte, où auraient aussi été rencontrées des obsidiennes de l'île de Mélos, en Méditerranée orientale. Ces découvertes ont toutes été confirmées par la suite, sauf la présence d'obsidiennes de Mélos à Malte.

Peu après, Cann & Renfrew (1964), travaillant toujours en OES, ont déterminé systématiquement 16 éléments dans une suite d'obsidiennes de régions méditerranéennes, d'Europe centrale (Carpathes), des Proche et Moyen Orient, d'Afrique saharienne et orientale, d'Égypte à l'Éthiopie. En Méditerranée occidentale, ces auteurs ont montré, à partir de 17 échantillons géologiques et de sept artefacts provenant des îles-sources italiennes, qu'il était possible de distinguer six types de compositions d'obsidiennes, essentiellement à partir des teneurs en Ba et en éléments 'incompatibles' Y, Zr et Nb. Deux types de compositions étaient reconnus pour Lipari (4a, 6) et la Sardaigne (2a, 6a), un seul pour Palmarola (4a) et Pantelleria (4b). Il n'était donc pas possible à ce stade de distinguer les obsidiennes de Palmarola de celles de Lipari. Par contre les obsidiennes de Mélos apparaissaient comme nettement distinctes de tout ce groupe.

Les analyses par activation neutronique (INAA) pratiquées ultérieurement par Hallam *et al.* (1976) firent apparaître une nouvelle subdivision des obsidiennes sardes, en trois types SA, SB et SC.

Il devait cependant apparaître rapidement qu'un quatrième type distinct existait aussi dans le Monte Arci (Mckey & Warren, 1983). Suite à ces travaux, l'INAA est devenue très utilisée pour les études de provenance notamment sous deux déclinaisons, non destructive (Williams-Thorpe *et al.*, 1979, 1984 ; Warren *et al.*, 1984 ; Ammerman *et al.*, 1990 ; Randle *et al.*, 1993) ou destructive (Bigazzi *et al.*, 1986, Meloni *et al.*, 2004, 2007).

Alors que l'INAA était utilisée aussi bien pour la caractérisation des échantillons géologiques que pour les études de provenance, des analyses destructives par XRF, nécessitant de 1 à 8 grammes de matière, devaient permettre à Francaviglia (1984) de montrer, à partir d'un corpus de 268 échantillons, qu'il était possible de séparer les obsidiennes des îles de Méditerranée occidentales par leurs seules teneurs en éléments majeurs. L'existence de quatre types d'obsidiennes sardes était par la même occasion confirmée, à partir d'analyses d'échantillons provenant de sources primaires ou d'un 'site détritique'. A partir d'un échantillonnage plus complet, Francaviglia montrait en 1988 qu'à Pantelleria aussi existaient quatre types d'obsidiennes.

Des analyses réalisées ultérieurement par Tykot (1995, 1997) en ICP-MS, NAA et XRF, devaient différencier cinq types d'obsidienne en Sardaigne, SA, SB1, SB2, SC1 et SC2. Le type SA correspond respectivement au type du même nom de Hallam *et al.* (1976) et au type *Uras* de Francaviglia ; les types SB1 et SB2 représentaient une partition du type SB de Hallam *et al.*, l'un d'entre eux, le SB2, correspondant au type *Marrubiu* de Francaviglia ; enfin les types SC1 et SC2, partition du type SC de Hallam *et al.*, est assimilable aux deux derniers types de Francaviglia. Ce sont les dénominations de Tykot qui sont passées dans l'usage courant.

Par la suite, Tykot devait aussi montrer que le type SB1 pouvait se subdiviser en trois types SB1a, SB1b et SB1c ne se différenciant que par leurs teneurs en quelques éléments traces (Tykot, 2002c). Un dernier raffinement à la connaissance des sources de Méditerranée occidentale devait être récemment apporté pour l'île de Palmarola, où trois types d'obsidienne seraient maintenant distingués par des teneurs spécifiques en éléments traces (Tykot *et al.*, 2005). Grâce aux travaux de terrain de Tykot, la localisation des sources primaires des différents types d'obsidiennes sardes et de Palmarola est également connue.

A l'aube des années 2000, il apparaissait donc que ce sont près d'une vingtaine de types géochimiques distincts d'obsidiennes que l'on rencontrerait en Méditerranée occidentale. Ce n'est toutefois pas ce grand nombre qu'il sera nécessaire d'identifier dans les recherches de provenance d'obsidiennes archéologiques. En effet, d'une part, si ces types correspondent à autant de sources primaires, on les rencontre mélangés dès les blocs et galets des sources sub-primaires : c'est le cas pour les sous-types sardes SB1a, SB1b et SB1c de l'ouest du Monte Arci et SC1 et SC2 de l'est de ce massif. Resteraient à reconnaître pour les études de provenance les quatre types d'obsidienne de Pantelleria, éventuellement les trois types de Palmarola et le seul type d'obsidienne de Lipari présent sur l'île durant le Néolithique.

Ceci permet, pour les études de provenance (sauf peut-être pour Palmarola, dont les obsidiennes ont été relativement peu utilisées), de pratiquer des analyses multi-élémentaires simplifiées. Ainsi l'INAA ou les diverses déclinaisons de l'analyse par l'ICP n'apparaissent plus comme nécessaires. C'est ainsi que Tykot a montré l'intérêt des caractérisations élémentaires par EMP-WDS (Tykot, 1997), ou Poupeau *et al.* (2000) pour les mesures strictement non destructives par PIXE. Dans la même veine, un groupe italien utilise depuis les années 1990 l'ED-XRF non-destructif en mode qualitatif, c'est-à-dire en séparant les obsidiennes par la simple différence des intensités de pics du spectre de rayonnement-X de fluorescence (Crisci *et al.*, 1994). Cette technique, aussi efficace qu'elle puisse être, ne permet pas de comparaison avec les résultats obtenus par d'autres laboratoires. Depuis la fin des années 1990, ce sont ces techniques qui dominent dans les recherches de provenance (voir par exemple pour l'EMP-WDS, Tykot, 2002a, 2002b ; pour le PIXE, Poupeau *et al.*, 2000 ; Le Bourdonnec *et al.* 2005b ; Lugliè *et al.*, 2007a, b, c ; pour l'ED-XRF, De Francesco *et al.*, 2002a, b, 2004).

Pour mémoire, on notera encore quelques autres contributions à la caractérisation des obsidiennes de Méditerranée occidentale en vue de recherches de provenance. Ainsi, au cours des années 1970-1990 on notera l'utilisation occasionnelle de la datation par traces de fission, capable de distinguer seulement les îles sources et en Sardaigne deux types, A et B d'obsidiennes, sur la base de leurs teneurs respectives en Uranium. Une comparaison avec les typologies établies à partir de données géochimiques montre que le type A de Bigazzi, plus riche en Uranium, correspond aux types SA, SB1 et SB2 de Tykot et son type B aux obsidiennes SC de Tykot (Bigazzi *et al.*, 2005). Cette limitation dans la différenciation des obsidiennes sardes et la lourdeur analytique de cette technique l'ont fait abandonner. Elle n'avait d'ailleurs été que peu utilisée sur des obsidiennes archéologiques. Par ailleurs, pour le moment, les techniques offrant une caractérisation de l'état physique de l'obsidienne, comme la spectroscopie Mössbauer, la RPE, les propriétés magnétiques, mentionnées au chapitre précédent, n'ont pas révélé davantage de types d'obsidiennes dans ces îles et n'ont pas encore véritablement donné lieu à des recherches de provenance. Les mesures de densité n'apporteraient de leur côté que des informations grossières, ne permettant de séparer nettement que les obsidiennes de Lipari ( $d < 2.35$ ) et Pantelleria ( $d > 2.45$ ), et au sein de cette île, que les obsidiennes de deux sources primaires (Tykot, 2001).

*Du point de vue méthodologique, notre approche a consisté à rechercher des méthodes aussi discriminantes que nécessaires, mais également aussi économiques et rapides que possible. D'où nos travaux en direction de microsondes électroniques, d'abord en reprenant les travaux de Tykot, seul praticien jusqu'à présent de l'EMP-WDS, puis en démontrant les capacités en ce domaine de la spectrométrie en dispersion d'énergie couplées à un microscope électronique à balayage –SEM-EDS–, en développant l'usage du PIXE tout juste abordé par Poupeau *et al.* (2000), en cherchant enfin à ouvrir d'autres avenues avec les *spectroscopies vibrationnelles*.*

### III.3 Bilan ‘microsondes électroniques’

En 1997, Tykot avait démontré que les analyses par microsonde électronique de dix éléments majeurs permettaient de différencier les obsidiennes des quatre îles de Méditerranée centrale et occidentale. Au sein de Pantelleria, les sources de *Balata dei Turchi* et de *Gelkhamar* pouvaient aussi être séparées, de même que les quatre types d’obsidienne du Monte Arci en Sardaigne. Cet article montrait ainsi qu’une technique simple et peu coûteuse pouvait couvrir une bonne partie des besoins des études de provenance régionales.

Un examen attentif des données de Tykot suggérait cependant que l’on puisse éventuellement aller plus loin, en se contentant des six éléments majeurs que pouvait fournir une analyse réalisée avec le spectromètre opérant en EDS d’un microscope électronique à balayage. Une première exploration en ce sens, menée par Acquafredda *et al.* (1999), avait porté sur ces mêmes îles, mais s’était limitée en Sardaigne, aux obsidiennes ‘Est’ et ‘Ouest’ du Monte Arci donc respectivement à des échantillons de type SC et SB dans la terminologie maintenant conventionnelle, celle de Tykot (1997). Il n’était cependant pas tenu compte de l’existence de la partition de ce dernier type dans les deux ensemble SB1 et SB2 de Tykot. Ces auteurs devaient montrer qu’il était possible de distinguer les obsidiennes de toutes les îles, les deux mêmes types que Tykot à Pantelleria, ainsi que les obsidiennes sardes ‘Est’ et ‘Ouest’ du Monte Arci. Cela laissait ouverte cependant la question de la distinction des *quatre types* d’obsidiennes du Monte Arci.

Or, cette distinction est importante dans les études de circulation de l’obsidienne ouest-méditerranéenne comme dans celle des chaînes opératoires et plus généralement dans celle de l’économie générale de ces obsidiennes. Cette ‘limitation’ de l’approche par SEM-EDS était soulignée récemment encore par Tykot (2002c) qui ne l’intégrait donc plus parmi celles à considérer dans les études de provenance (Tykot, 2003).

Cependant, aucune investigation intégrant clairement l’ensemble des types d’obsidienne du Monte Arci n’avait encore été entreprise (l’origine géographique de l’échantillonnage ‘SB’ d’Acquafredda *et al.* n’étant pas précisée). Rejeter les analyses par SEM-EDS pour les études de provenance pouvait donc sembler prématuré. D’où un retour sur cette possibilité auquel nous nous sommes livré, pour finalement apporter (voir ci-dessous) un démenti à l’*a priori* négatif qui la condamnait. Dans ce qui suit, nous détaillons le chemin que nous avons suivi, avec ses résultats : tout d’abord en reprenant la caractérisation des obsidiennes du Monte Arci par microsonde électronique (EMP-WDS), car une seule étude jusqu’à présent existait sur ce sujet, celle de Tykot (1997), puis en exposant la première étude détaillée de ces obsidiennes par SEM-EDS.

### III.3.1 Caractérisation des obsidiennes sardes par EMP-WDS

Cent un échantillons d'obsidienne sardes ont été analysés. Cet échantillonnage est composite : la plus grande partie du matériel a été récoltée par Carlo Lugliè et dans une moindre mesure par moi-même, dans le cadre d'une étude sur les sources d'obsidienne du Monte Arci. Les coordonnées géographiques des stations de prélèvement de ces échantillons sont connues avec une grande précision. Le reste de l'échantillonnage sarde est constitué d'aliquotes d'échantillons étudiés dans d'autres laboratoires français et italiens. (On trouvera dans l'annexe A les données géographiques complètes – GPS, toponymie, etc. – de l'ensemble des échantillons récoltés sur le Monte Arci dans le cadre de ce projet.)

#### *Conditions expérimentales*

Les échantillons sont préparés, après découpage à l'aide d'une scie diamantée sous forme de sections polies après inclusion dans une résine. Un soin tout particulier a été consacré à la préparation des surfaces d'analyse, uniquement réalisée par abrasion puis polissage au diamant, la dernière phase étant réalisée avec une granulométrie de 0.1  $\mu\text{m}$  (Tableau III.1).

Les analyses à la microsonde ont été réalisées à l'IFREMER (Brest) par M. Bohn. Les conditions d'analyse sont résumées dans le Tableau III.2, où elles sont comparées à celles utilisées par Tykot. Dans les deux cas, c'est un faisceau défocalisé qui a été utilisé, afin de limiter la mobilisation des éléments volatiles sous l'effet de la densité d'énergie déposée par les électrons incidents.

Alors que Tykot utilisait un faisceau de 20  $\mu\text{m}$  de diamètre, il a été déterminé qu'un diamètre de 5  $\mu\text{m}$  était suffisant pour éviter des pertes en Na. Une autre différence avec Tykot réside dans le nombre de mesures par échantillon. Alors que Tykot s'est contenté de trois mesures 'ponctuelles' par section polie, nous avons utilisé 10 à 15 mesures par obsidienne. Par ailleurs, le découpage des échantillons avait été fait pour réserver une surface de polissage d'environ 1  $\text{cm}^2$ , les points d'analyse se répartissant sur toute cette surface, en évitant les effets de bords.

Les teneurs élémentaires ont été conventionnellement calculées en pour cent d'oxydes (en masse) avec une normalisation à 100%. Enfin, un échantillon de référence, l'obsidienne SA-66 (type SA du Monte Arci) était inclus dans chaque série d'analyses. Pour cet échantillon, repoli avant chaque séance d'analyse, de 10 à 20 points de mesure étaient systématiquement effectués. Cet échantillon était traité au moins une fois par demi-journée d'analyse.

Tableau III.1 – Protocole de polissage.

Étapes	Abrasif	Support	Pression totale	Vitesse de rotation	Temps de polissage	Nettoyage	Contrôle
1	-	Grille résinoïde RG2 (ESCIL) Grain 180/240 - Lubrifier à l'eau modérément	++	++++	1h-1h30	Rinçage à l'eau	Loupe binoculaire
2	-	Grille résinoïde RP2 (ESCIL) Grain 1000/1200 - Lubrifier à l'eau modérément	++	++++	1h30-2h	Rinçage à l'eau Cuve ultrasons	Loupe binoculaire
3	MECAPREX LD 32 E biodégradable polycristallin 6 µ (PRESI) - Diluant MECAPREX LD	Tissu PRESI TOP	+++	++	1h30-2h	Rinçage à l'eau Cuve ultrasons	Microscope métallographique
4	MECAPREX LD 32 E biodégradable polycristallin 3 µ (PRESI) - Diluant MECAPREX LD	Tissu PRESI STA	+++	++	2h-2h30	Rinçage à l'eau Cuve ultrasons	Microscope métallographique
5	MECAPREX LD 32 E biodégradable polycristallin 1 µ (PRESI) - Diluant MECAPREX LD	Tissu PRESI RAM	++	+	2h-2h30	Rinçage à l'eau Cuve ultrasons	Microscope métallographique
6	MECAPREX LD 32 E biodégradable polycristallin 1/10 µ (PRESI) - Diluant MECAPREX LD	Feutre PRESI NT	++	+	20 à 30 min	Rinçage à l'eau Cuve ultrasons	Microscope métallographique
7	-	-	-	-	-	Ethanol et séchage au sèche cheveux	Microscope métallographique

Ce protocole a été développé pour un polissage semi-automatique sur MECAPOL 2B (PRESI).



**Tableau III.2 – Conditions d'analyse à la microsonde électronique EMP-WDS.**

Caractéristiques	Tykot (1997)	Ce travail
Microsonde	CAMECA MBX	CAMECA SX50
Énergie du faisceau d'électrons	15 keV	15 keV
Diamètre du faisceau	40 µm	5 µm
Courant	-	20 nA
Système de détection	WDS	WDS
Temps de comptages	10-80 secondes par élément	8-10 secondes par élément
Points de mesures/échantillon	3 points	10-15 points
Calibration	'pure mineral standards'	cf. tableau III.3
Traitement des données	Programme Bence-Albee	Programme PAP <sup>a</sup>

<sup>a</sup> Voir Pouchou & Pichoir, 1984

**Tableau III.3 – Étalons utilisés à la Microsonde électronique EMP-WDS de Brest.**

Éléments	Étalons	Pourcentage massique
Na	Albite	Na=8.52; Mg=0.09; Al=10.12; Si=31.94; K=0.18; Ca=0.45; Fe=0.05; O=48.65
K	Orthose	K=13.03; Na=0.33; Al=9.09; Si=30.56; Fe=0.88; O=46.11
Fe	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Fe=69.94; O=30.06
Si	Wollastonite	Si=24.18; Ca=34.50; O=41.32
Ca	Wollastonite	
P	Apatite	P=18.32; F=3.40; Cl=0.35; Ca=39.02; O=38.91
Mn	MnTiO <sub>3</sub>	Mn=36.42; Ti=31.76; O=31.82
Ti	MnTiO <sub>3</sub>	
Cr	Cr <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Cr=68.42; O=31.58
Mg	Forstérite	Mg=30.40; Si=19; Ni=0.24; Fe=6.70; O=43.66
Al	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Al=52.93 ; O=47.07
Ba	BaSO <sub>4</sub>	Ba=58.84; S=13.74; O=27.42

### *Résultats 1 : homogénéité des résultats*

Toute obsidienne présente des nanocristaux, souvent des microcristaux, parfois des phénocristaux. Les obsidiennes italiennes n'y échappent pas et leur micro- et phéno-minéralogie a déjà été décrite par plusieurs auteurs (Kayani & McDonnell, 1996 ; Acquafredda *et al.*, 1999 ; Acquafredda & Paglionico, 2004). Une multiplicité de points de mesure sur une surface polie permet donc (i) d'éliminer ceux relatifs à d'éventuelles localisations sur des phases minérales telles que plagioclases, oxydes, minéraux mafiques divers, sphène, zircon, etc. et (ii) de tester l'homogénéité de composition de la matrice vitreuse.

Nous avons observé que dans au moins 83% des cas, il n'était pas nécessaire d'éliminer de points de mesures (soit 323 spectres à éliminer sur 1860). Sur l'ensemble des points de mesure réalisés pour un échantillon, l'écart-type est en général inférieur à 5% pour Na, Al, Si, K, inférieur à 10% pour Ca et inférieur à 30% pour Fe. Une variation plus importante se rencontre seulement dans les oxydes dont les concentrations moyennes sont en dessous de 0.3% comme pour le Ti (<50%), Mg, P et Mn (<80%). Ces obsidiennes possèdent donc une matrice de composition très homogène. Un exemple typique de cette homogénéité de composition est donné dans le Tableau III.4 et illustré par la Figure III.8 qui présentent les compositions élémentaires trouvées dans 12 points de mesure pris aléatoirement sur une surface d'environ 1 cm<sup>2</sup> de l'échantillon d'obsidienne 385 et l'écart relatif à la moyenne pour chaque point d'analyse. On constate que le nombre de mesures effectuées est largement suffisant pour obtenir des compositions moyennes significatives.

L'échantillon SA66 a été mesuré 8 fois entre septembre 2004 et mars 2006. Nous avons reporté dans le Tableau III.5 les valeurs moyennes de ses teneurs en éléments majeurs. On ne constate aucune dérive des analyses avec le temps (Figure III.9 A et B).

### *Résultats 2 : échantillons géologiques*

La composition élémentaire retenue pour chaque échantillon a été calculée comme la moyenne, pour chaque élément, des valeurs obtenues au cours des analyses ponctuelles retenues. Elle est donnée dans le Tableau III.6 pour l'ensemble des échantillons. Une partie de ces données a déjà été publiée dans Le Bourdonnec *et al.*, (2005a) – voir chapitre IV. Les données échantillon par échantillon sont reportées en annexe B.

Nos données montrent que la distinction des quatre types d'obsidiennes sardes s'obtient aisément, par exemple à l'aide de diagrammes binaires comparant les teneurs en K<sub>2</sub>O, Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> et TiO<sub>2</sub> (Figure III.10). Cependant, comme tous les éléments dont les teneurs ont été déterminées participent à des titres divers à la qualification d'un type d'obsidienne, une analyse discriminante les prenant tous en considération a pu être réalisée à l'aide de la version 2007 du logiciel XLSTAT (Addinsoft, 2007) (Figure III.11). On trouvera en annexe B les détails complets de cette analyse.

**Tableau III.4 – Données analytiques EMP-WDS de l'échantillon d'obsidienne 385.**

Ech. 385	Na <sub>2</sub> O	MgO	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	SiO <sub>2</sub>	P <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	K <sub>2</sub> O	CaO	TiO <sub>2</sub>	Cr <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	MnO	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	BaO
Pt1	3.15	0.25	14.39	73.50	0.18	6.01	0.83	0.32	-	0.05	1.41	0.10
Pt2	3.14	0.22	13.98	73.76	0.15	6.06	0.75	0.30	-	-	1.57	0.01
Pt3	3.34	0.24	14.29	72.77	0.21	6.11	0.81	0.27	-	0.01	1.51	0.18
Pt4	3.20	0.30	14.37	73.57	0.13	6.24	0.81	0.29	-	0.04	1.56	0.09
Pt5	3.18	0.24	14.15	73.63	0.08	6.21	0.82	0.29	0.06	-	1.64	-
Pt6	3.21	0.25	14.04	73.31	0.08	6.12	0.79	0.26	-	0.09	1.54	0.12
Pt7	3.11	0.21	14.09	73.95	-	6.32	0.77	0.30	-	-	1.65	0.17
Pt8	3.30	0.21	13.95	74.13	0.02	6.22	0.73	0.26	-	0.03	1.21	0.01
Pt9	3.27	0.20	13.81	74.09	0.07	6.29	0.74	0.23	0.07	0.02	1.33	-
Pt10	3.30	0.21	14.17	73.73	0.09	6.17	0.78	0.31	-	0.01	1.36	-
Pt11	3.17	0.20	14.19	73.75	0.06	6.12	0.79	0.25	0.004	-	1.44	0.11
Pt12	3.25	0.20	14.25	73.52	0.14	6.30	0.83	0.27	-	0.07	1.40	-
moy.	3.22	0.23	14.14	73.64	0.11	6.19	0.79	0.28	<0.05	0.05	1.47	0.10
σ	0.07	0.03	0.17	0.37	0.06	0.09	0.03	0.03	-	0.03	0.13	0.06

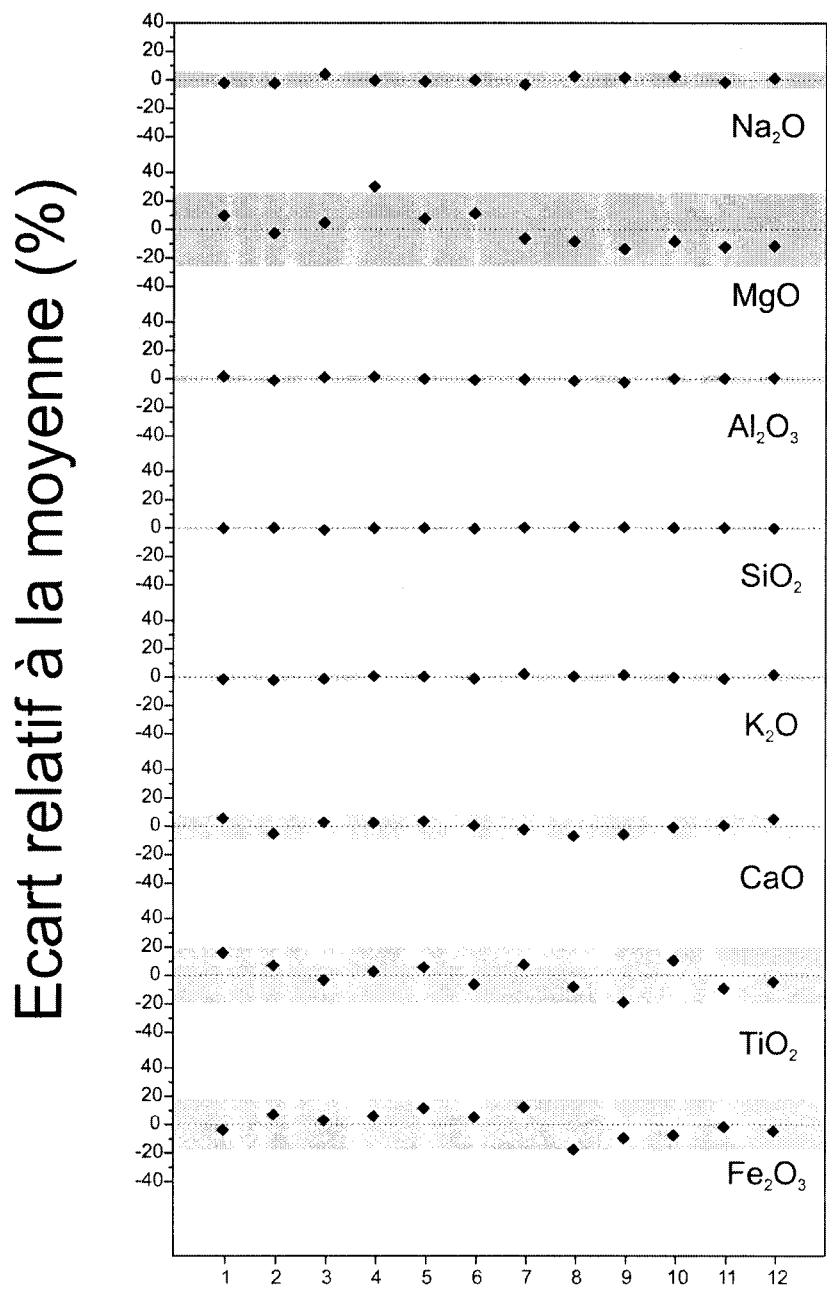
moy. : valeur moyenne (wt%) ; σ : écart-type. Données brutes sans normalisation.

**Tableau III.5 – Données analytiques EMP-WDS sur l'obsidienne de référence SA66 (voir texte).**

SA66 (N=8)	Na <sub>2</sub> O	MgO	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	SiO <sub>2</sub>	P <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	K <sub>2</sub> O	CaO	TiO <sub>2</sub>	MnO	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>
moy.	3.34	0.07	13.63	75.31	0.07	5.60	0.55	0.09	0.07	1.27
σ	0.10	0.01	0.10	0.13	0.01	0.06	0.03	0.00	0.02	0.05
cv	2.98	9.78	0.74	0.17	14.54	1.03	5.12	10.81	27.30	4.01

moy. : valeur moyenne (wt%) ; σ : écart-type.

cv : coefficient de variation (%) ; N : nombre de répétition.



Points d'analyse  
Obsidienne 385

Figure III.8 – Dispersion à  $\pm 2\sigma$  des teneurs élémentaires déterminées pour l'échantillon 385 à l'EMP-WDS de l'IFREMER (Brest)..

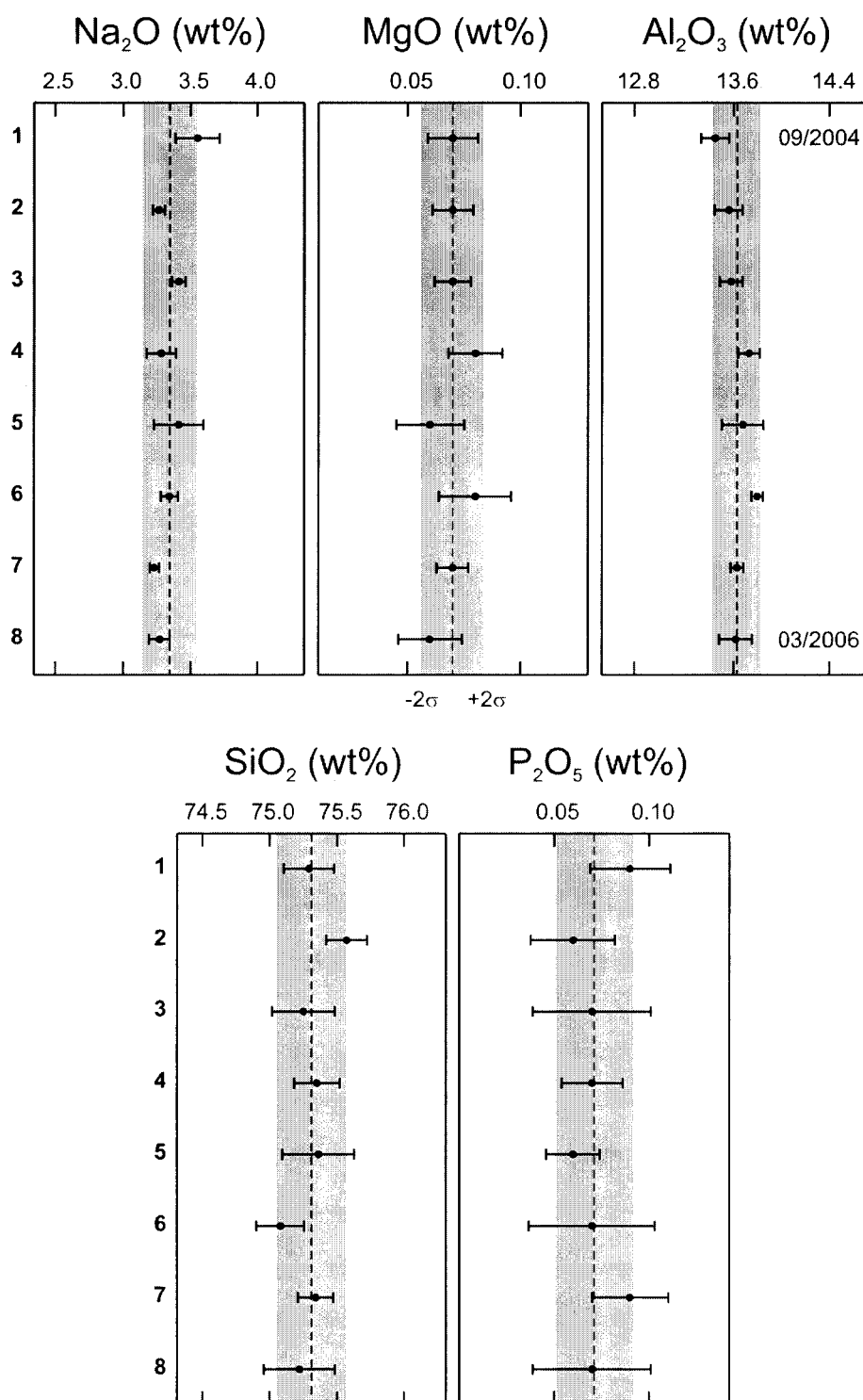


Figure III.9 A– Stabilité des mesures élémentaires par EMP-WDS entre septembre 2004 et mars 2006 pour l'échantillon de référence SA66. La ligne en pointillé indique la valeur moyenne pour chaque élément ; la zone grisée, l'écart-type à  $\pm 2\sigma$  ; la barre au niveau des points, la précision sur la valeur.

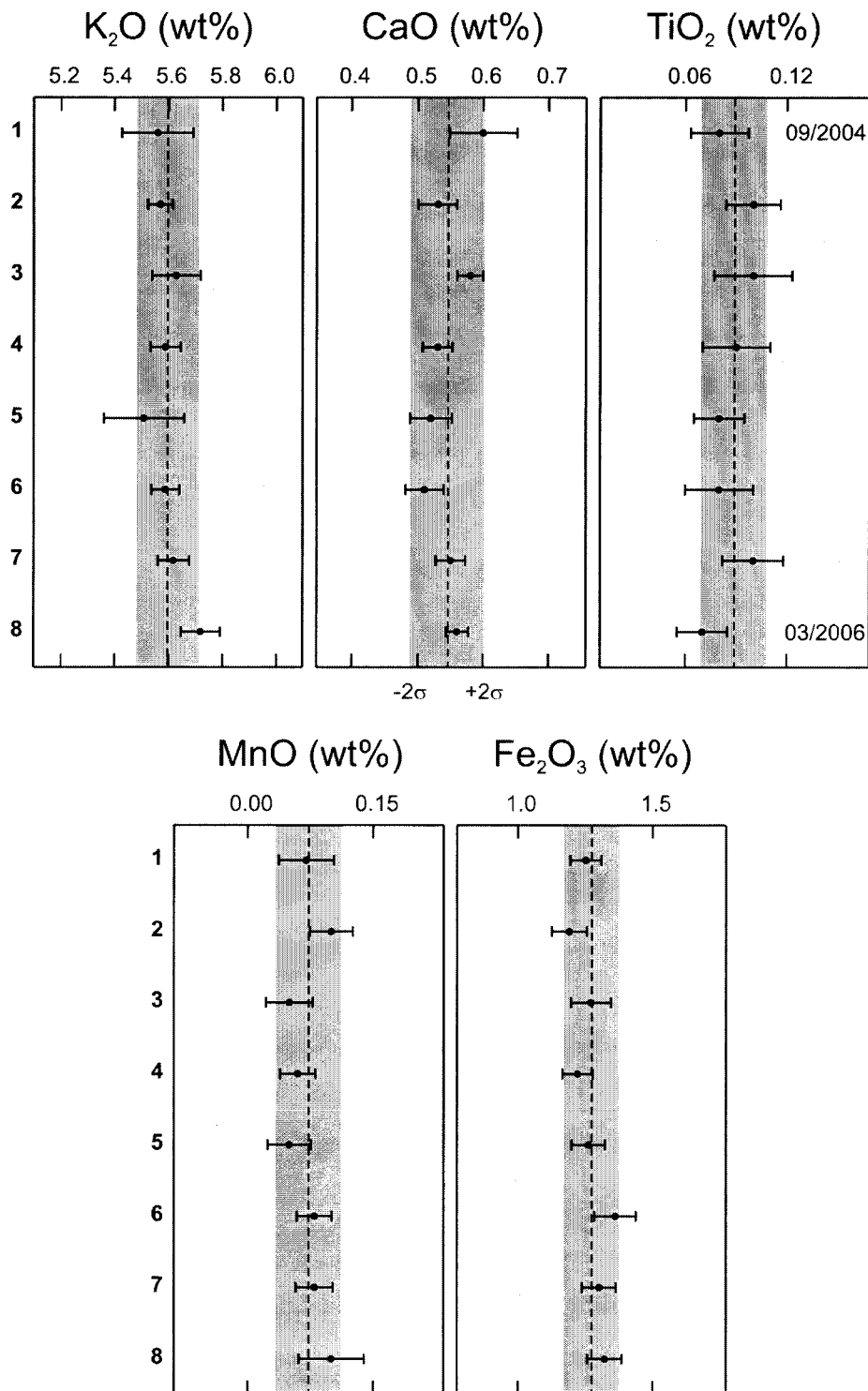


Figure III.9 B– Stabilité des mesures élémentaires par EMP-WDS entre septembre 2004 et mars 2006 pour l'échantillon de référence SA66. La ligne en pointillé indique la valeur moyenne pour chaque élément ; la zone grisée, l'écart-type à  $\pm 2\sigma$  ; la barre au niveau des points, la précision sur la valeur.

**Tableau III.6 : Valeurs moyennes et déviations standards des données obtenues à la microsonde électronique sur les différents types d'obsidienne du Monte Arci. Nous comparons ici nos analyses à celles réalisées par Tykot (1997).**

Échantillon	Na <sub>2</sub> O	MgO	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	SiO <sub>2</sub>	P <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	K <sub>2</sub> O	CaO	TiO <sub>2</sub>	Cr <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	MnO	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	BaO
<b>Type SA</b>												
<i>Ce travail (N = 17)</i>												
moy.	3.44	0.08	13.55	75.21	0.08	5.59	0.58	0.09	< 0.05	< 0.07	1.33	< 0.03
σ	0.10	0.01	0.11	0.17	0.01	0.07	0.02	0.01	-	-	0.07	-
<i>Tykot. 1997 (N = 31)</i>												
moy.	3.41	0.08	13.46	74.76	0.05	5.25	0.58	0.09	nr	0.08	1.22	0.02
σ	0.06	0.02	0.09	0.17	0.01	0.10	0.02	0.01	-	0.01	0.06	0.01
<b>Type SB1</b>												
<i>Ce travail (N = 13)</i>												
moy.	3.33	0.11	13.87	74.43	0.11	6.09	0.73	0.19	< 0.04	< 0.05	1.12	< 0.05
σ	0.08	0.05	0.12	0.22	0.02	0.11	0.02	0.02	-	-	0.26	-
<i>Tykot. 1997 (N = 20)</i>												
moy.	3.40	0.13	13.63	73.90	0.04	5.48	0.76	0.16	nr	0.10	1.36	0.05
σ	0.09	0.04	0.10	0.37	0.01	0.15	0.06	0.03	-	0.02	0.16	0.02
<b>Type SB2</b>												
<i>Ce travail (N = 14)</i>												
moy.	3.33	0.11	13.24	75.59	0.06	5.88	0.57	0.13	< 0.05	< 0.06	1.04	< 0.05
σ	0.09	0.03	0.15	0.32	0.01	0.18	0.03	0.02	-	-	0.31	-
<i>Tykot. 1997 (N = 19)</i>												
moy.	3.32	0.12	13.10	74.93	0.04	5.48	0.59	0.13	nr	0.09	1.18	0.03
σ	0.06	0.01	0.14	0.37	0.01	0.17	0.03	0.01	-	0.02	0.10	0.01
<b>Type SC</b>												
<i>Ce travail (N = 57)</i>												
moy.	3.25	0.15	14.15	73.56	0.11	6.32	0.86	0.28	< 0.04	< 0.05	1.26	< 0.08
σ	0.13	0.07	0.23	0.40	0.02	0.16	0.08	0.04	-	-	0.32	-
<i>Tykot. 1997 (N = 39)</i>												
moy.	3.31	0.22	13.99	72.55	0.03	5.96	0.90	0.27	nr	0.13	1.53	0.10
σ	0.08	0.05	0.12	0.26	0.01	0.10	0.08	0.03	-	0.02	0.16	0.03

moy. : moyenne (wt%) ; σ : écart-type (1 sigma) ;

N : nombre d'échantillons ; nr : non reporté.

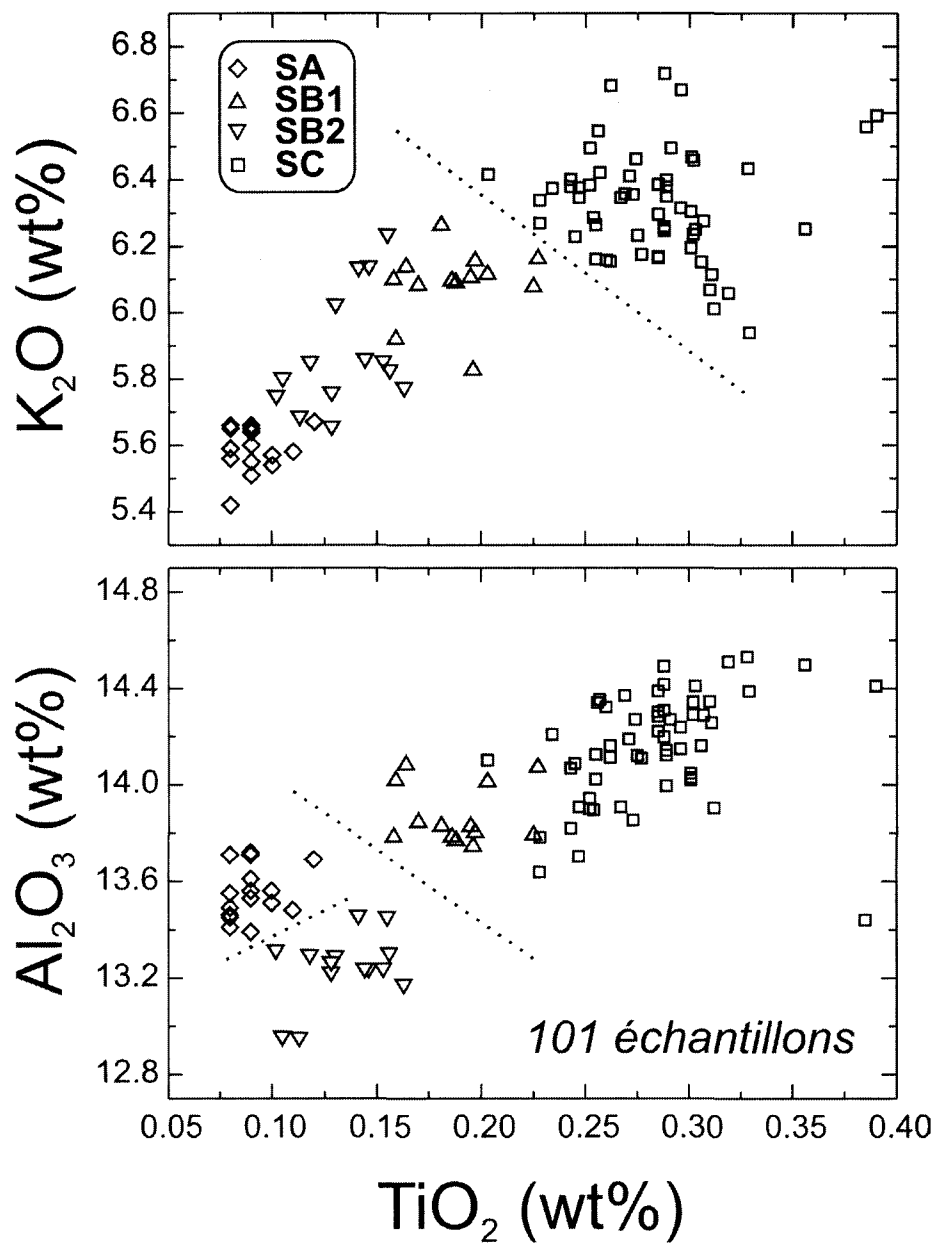


Figure III.10 – Diagrammes binaires  $\text{K}_2\text{O}$  vs.  $\text{TiO}_2$  et  $\text{Al}_2\text{O}_3$  vs.  $\text{TiO}_2$  illustrant la répartition des échantillons géologiques en fonction de leur teneur déterminée à l'EMP-WDS.



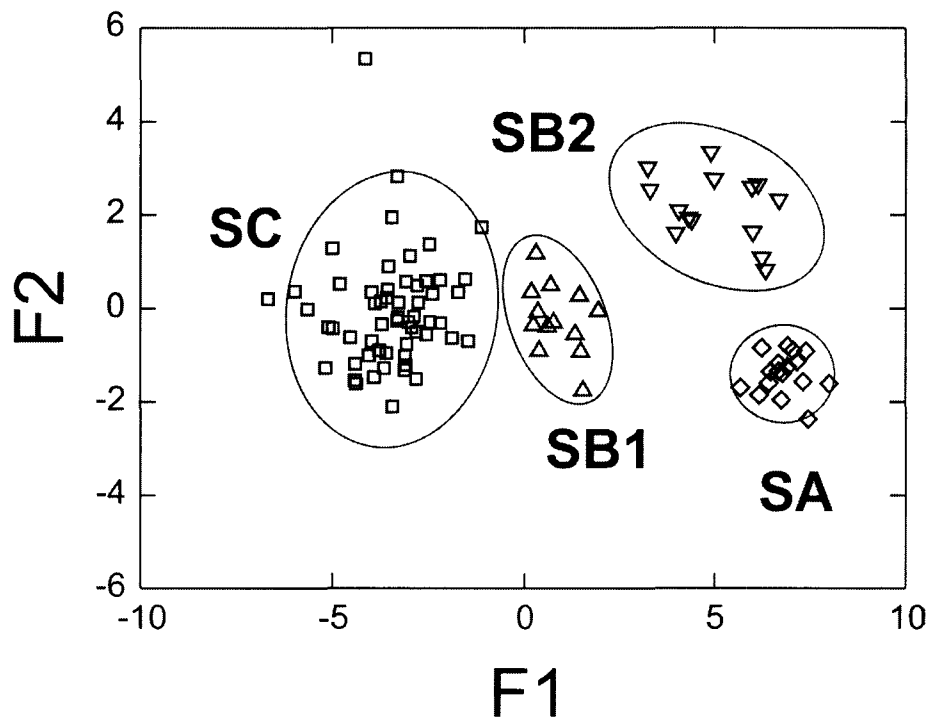


Figure III.11 – Analyse factorielle discriminante des données EMPS-WDS pour les obsidiennes du Monte Arci en Sardaigne. Les ellipses représentent l'intervalle de confiance à 95%.

Coefficients des fonctions discriminantes canoniques :

$$F1 = Na_2O \times 3.603 - MgO \times 1.246 + Al_2O_3 \times 1.982 + SiO_2 \times 2.375 - P_2O_5 \times 12.909 - K_2O \times 3.422 - CaO \times 5.227 - TiO_2 \times 11.806 + Fe_2O_3 \times 1.178 - 188.318$$

$$F2 = Na_2O \times 1.099 + MgO \times 14.181 - Al_2O_3 \times 2.287 + SiO_2 \times 1.838 - P_2O_5 \times 3.752 + K_2O \times 3.614 + CaO \times 0.136 + TiO_2 \times 12.017 - Fe_2O_3 \times 0.815 - 133.539$$

Par ailleurs, certains éléments, sans être quantifiables, ne sont détectés que dans certains types d'obsidienne, et peuvent donc aussi être utilisés comme des composants d'une signature géochimique dans les études de provenance. Il en est ainsi du baryum dans les obsidiennes de type SC.

Dans le Tableau III.6 et la Figure III.12 (A et B), nous confrontons nos données à celles de Tykot, pour les obsidiennes du Monte Arci. Ils permettent de mettre en avant l'excellence de l'accord qui existe entre ces deux travaux. La seule différence systématique que l'on puisse observer concerne un écart de 5 à 9 % pour les teneurs en  $K_2O$  et un facteur 2 sur les valeurs de  $MnO$ . Cette dernière, attribuable au fait que la teneur en manganèse est proche de la limite de détection, n'a aucune influence sur la discrimination des différents types géochimiques du Monte Arci.

### *Résultats 3 : artefacts néolithiques*

L'option 'prédiction' du logiciel XLSTAT a permis de mener une analyse discriminante sur 41 artefacts en obsidienne du site de Vasculacciu (Corse-du-Sud) daté du Néolithique moyen. Les données de cette analyse sont reportées dans l'annexe B. Chaque échantillon a été attribué sans ambiguïté à un type géochimique du Monte Arci, avec une probabilité supérieure à 95% dans 80% des cas. (Figure III.13)

### *Conclusion*

L'ensemble des résultats obtenus sur les sources d'obsidiennes italiennes confirme bien les propositions de Tykot : il est tout à fait possible, par EMP-WDS, de procéder à des études de provenance de l'obsidienne en Méditerranée occidentale et centrale. Le très bon accord de nos mesures sur les échantillons de sources avec celles de Tykot, en terme de compositions élémentaires, fait que les données obtenues dans les deux laboratoires sont directement comparables, ce qui est loin d'être toujours le cas dans les études de provenance.

Cependant malgré ces acquis, nous n'avons considéré ces bons résultats que comme une introduction à la recherche des potentialités des analyses par SEM-EDS pour les études de provenance, qui a été ensuite menée sur les mêmes échantillons. L'exposé et la discussion des avancées obtenues au cours de cette seconde étape sont proposés ci-dessous.

### III.3.2 Caractérisation des obsidiennes italiennes par SEM-EDS

Le microscope électronique à balayage n'a jamais encore été appliqué aux études de provenance en Méditerranée occidentale. Cependant, quelques études de faisabilité avaient été réalisées au cours des années 1996-2004. Deux approches avaient été suivies, selon que l'intérêt des auteurs était porté vers la minéralogie des obsidiennes ou, comme il a été commenté plus haut, vers la composition élémentaire de la matrice. Ces deux approches s'entendaient avec un SEM équipé d'un spectromètre en dispersion d'énergie pour les analyses par fluorescence-X.

L'approche minéralogique a été considérée soit à partir de la reconnaissance des minéraux présents dans la matrice vitreuse par une analyse qualitative (Kayani & MacDonnell, 1996), soit par l'analyse quantitative de ces minéraux (Acquafredda & Paglionico, 2004). Il est clair que la minéralogie permet de reconnaître les obsidiennes des quatre îles méditerranéennes. Mais leurs auteurs ne se sont pas interrogés sur la possibilité de distinguer les différentes sources du Monte Arci, ni celles de Pantelleria, c'est-à-dire sur la réalité des études de provenance qu'il serait possible de mener à partir de la minéralogie.

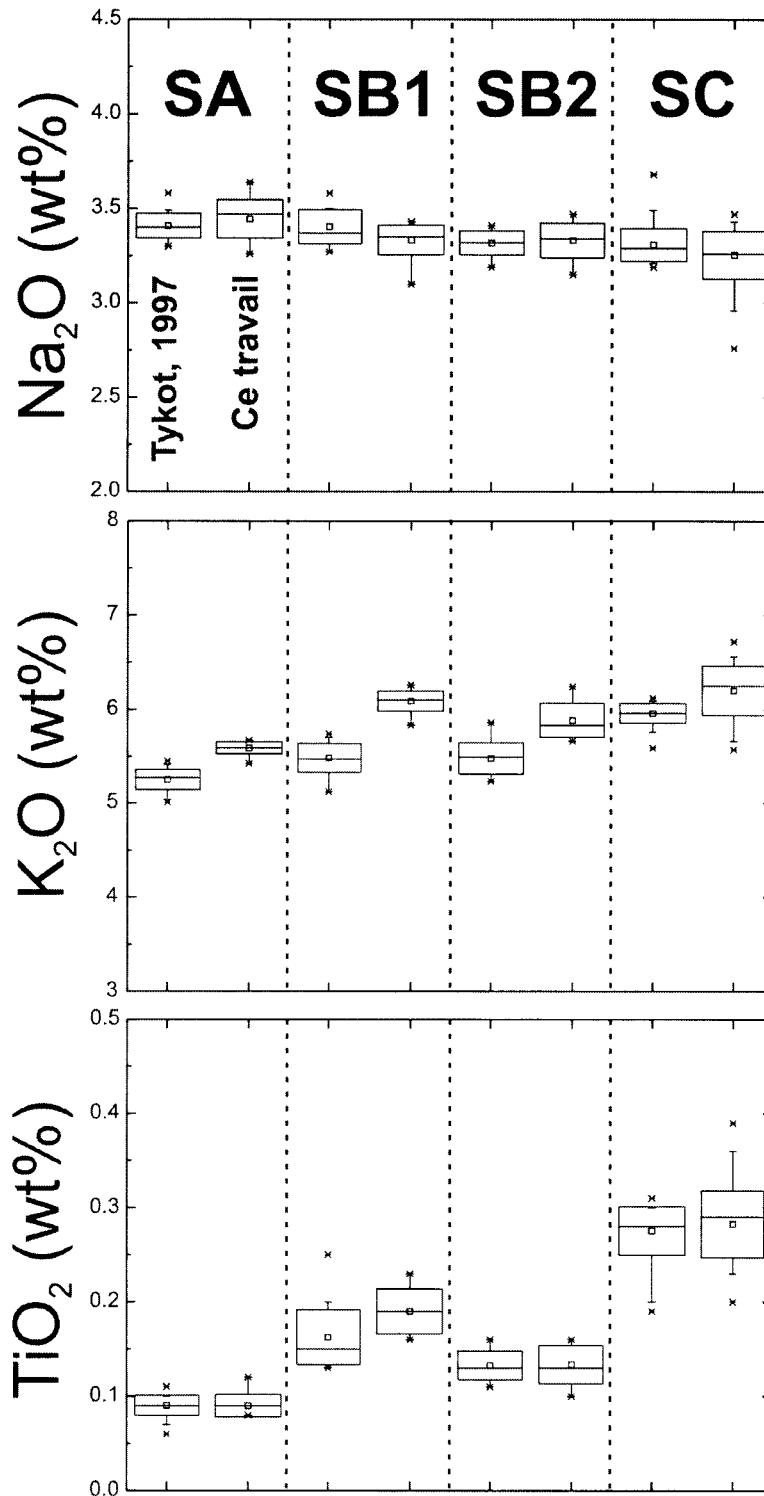


Figure III.12 A – ‘Box Plot’ permettant une comparaison entre les teneurs élémentaires (wt%) obtenues à l’EMP-WDS par Tykot (1997) et par notre travail. La ‘boîte’ représente l’écart-type (1 sigma), le carré la valeur moyenne et le trait intérieur la médiane. Les satellites expriment le 5<sup>e</sup> et le 95<sup>e</sup> percentile.

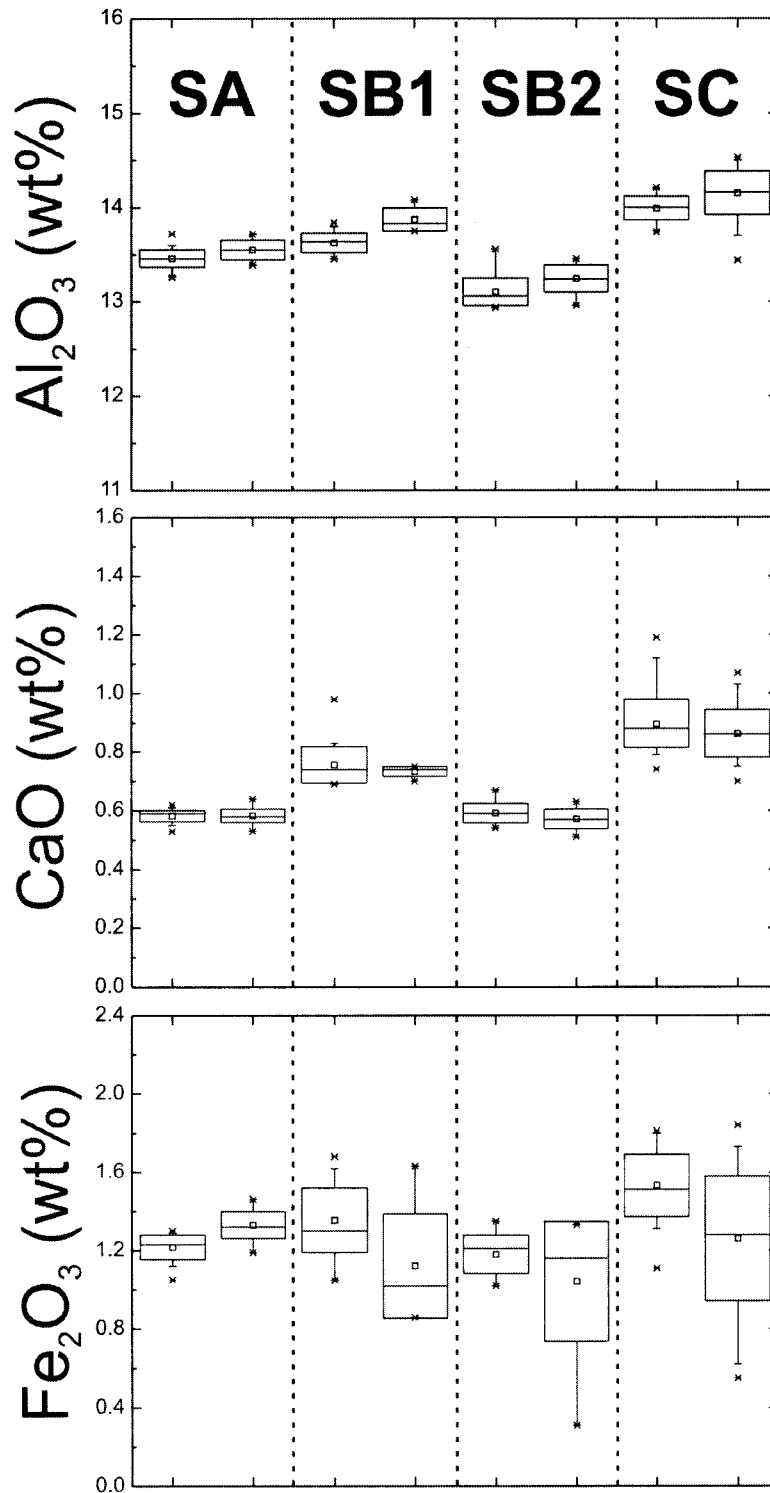
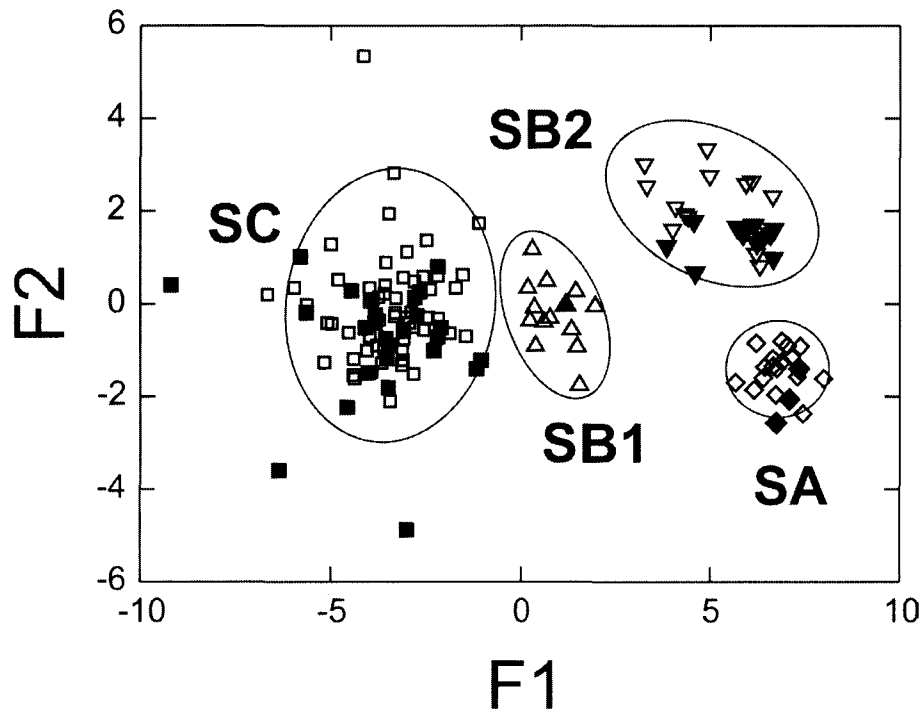


Figure III.12 B – ‘Box Plot’ permettant une comparaison entre les teneurs élémentaires (wt%) obtenues à l’EMP-WDS par Tykot (1997) et par notre travail. La ‘boîte’ représente l’écart-type (1 sigma), le carré la valeur moyenne et le trait intérieur la médiane. Les satellites expriment le 5<sup>e</sup> et le 95<sup>e</sup> percentile.



*Figure III.13 – Analyse factorielle discriminante des données EMP-WDS pour les échantillons géologiques du Monte Arci et les artefacts de Vasculacciu (Corse-du-Sud). Les fonctions discriminantes sont issues des données géologiques (Figure III.11). Les symboles ouverts représentent les 101 échantillons géologiques. Les symboles pleins font référence aux 41 artefacts du site de Vasculacciu (Corse-du-Sud). Les ellipses représentent l'intervalle de confiance à 95%.*

Il y a d'autres limitations à cette façon de procéder. Avant toute détermination minéralogique des minéraux en présence dans une matrice vitreuse, il faut d'abord les repérer. En microscopie électronique à balayage, ceci implique une recherche préliminaire par balayage de la surface d'une obsidienne en mode électrons rétrodiffusés (mode BSE, *back scattered electrons*). Dans ces conditions, seuls les minéraux dont le numéro atomique moyen est sensiblement plus élevé que celui de la matrice vitreuse sont visibles en imagerie BSE, soit certains ferromagnésiens, l'apatite, les oxydes de fer, le sphène, le zircon, etc. Des minéraux comme les feldspaths, le quartz, l'olivine, sont trop rares ou difficilement reconnaissables par imagerie BSE pour être utilisables.

Les partisans de cette approche la défendent sur la base de la rapidité de l'analyse (environ 20 minutes par pièce), son faible coût, le fait enfin qu'elle peut fonctionner sur une base non destructive. Il faudrait, pour en faire une méthode opérationnelle, démontrer ses capacités à résoudre les types d'obsidiennes sardes et de Pantelleria.

La caractérisation des obsidiennes de Méditerranée, entreprise pour la première fois en SEM-EDS par Acquafredda *et al.* en 1999 s'était avérée incomplète, comme nous l'avons déjà rappelé ci-dessus. C'est ce type d'étude que nous avons repris.

### *Conditions expérimentales*

Les analyses ont été réalisées avec le SEM du CRP2A

La plupart des sections polies traitées par la microsonde électronique ont été reprises pour les analyses au SEM ainsi que 19 échantillons géologiques provenant des îles de Lipari, Palmarola et des sources de *Balata dei Turchi* (BDT) et *Lago di Venere* (LDV) à Pantelleria. Les teneurs élémentaires en Na, Al, Si, K, Ca et Fe ont été conventionnellement calculées en pour cent d'oxydes (en masse) avec une normalisation à 99% pour tenir compte d'une teneur en eau inférieure à 0.5% (Stolper, 1982 ; Zhang, 1999) et du fait que la somme des teneurs en Mg, P, Ti et Mn est largement inférieure à 1%. Comme pour les analyses par EMP-WDS, une obsidienne de référence (ARC-URS) était incluse dans chaque série d'analyses. Cet échantillon a été repoli avant chaque séance d'analyse, et traité au moins une fois par séance.

### *Résultats 1 : homogénéité des résultats*

Le volume analysé par échantillon est considérablement augmenté, par rapport à celui couvert par l'EMP-WDS. La surface balayée est proche du mm<sup>2</sup>. Conséquence : nous avons observé que dans au moins 99% des cas, il n'était pas nécessaire d'éliminer de 'points de mesures'. A l'échelle d'observation adoptée, ces obsidiennes présentent donc une homogénéité au moins égale à celle relevée en mesures EMP. L'échantillon ARC-URS a été mesuré 8 fois pendant la période des dix-huit mois de ce projet. Nous avons reporté dans le Tableau III.7 les valeurs moyennes de ses teneurs en éléments majeurs. On ne constate aucune dérive des analyses avec le temps (Figure III.14).

### *Résultats 2 : échantillons géologiques*

Quatre vingt dix neuf échantillons géologiques ont été analysés. Les valeurs moyennes par type d'obsidienne apparaissent dans le Tableau III.8, les valeurs pour chaque échantillon en Annexe C. Les coefficients de variation sont presque toujours <5% pour Na, Al, Si, K et Ca (voir un exemple typique dans la Figure.III.15). Ils atteignent 8% pour les 'pantellerites', où Ca est proche du seuil de détection. De même, pour Fe, ce coefficient atteint 7% pour Lipari et jusqu'à 10% pour les obsidiennes sardes du type SB2. Le titane et le manganèse ne sont qu'occasionnellement dosés dans le matériel de Pantelleria (source de *Balata dei Turchi*), de même que le titane dans les obsidiennes SC de Sardaigne.

La teneur en Na constitue à elle seule un critère de distinction des îles-sources (Tableau III.8), comme déjà remarqué par Tykot (1997), à partir de mesures par EMP. Il en est de même, dans une moindre mesure de celles en Al (Figure III.16) et Ca. Les quatre types d'obsidiennes sardes peuvent être différenciés les uns des autres par des diagrammes binaires utilisant les teneurs en Al, Ca et Fe (Figure III.17). Toutefois, l'ensemble des éléments dosés participe à ces distinctions.

*Tableau III.7 – Données analytiques SEM-EDS sur l'obsidienne de référence ARC-URS (voir texte).*

ARC-URS (N=8)	Na <sub>2</sub> O	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	SiO <sub>2</sub>	K <sub>2</sub> O	CaO	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>
moy.	3.01	12.54	76.03	5.28	0.61	1.45
$\sigma$	0.06	0.04	0.09	0.04	0.01	0.04
cv	2.00	0.35	0.12	0.81	2.28	2.68

moy. : valeur moyenne (wt%) ;  $\sigma$  : écart-type ;

cv : coefficient de variation (%) ; N : nombre de répétition.

Ainsi, pour la Sardaigne, un diagramme bivarié des deux premières fonctions discriminantes calculées avec le logiciel XLSTAT (Addinsoft, 2007) à partir des six éléments dosés montre que les quatre types d'obsidiennes du Monte Arci se répartissent selon des champs bien individualisés.

### *Résultats 3 : artefacts néolithiques*

Un test a été réalisé avec huit artefacts corse du site de Vasculacciu (Corse-du-Sud) de types connus préparés en section polie suivant les mêmes procédures que pour les échantillons géologiques. Les données SEM-EDS sur ces échantillons sont détaillées dans le Tableau III.9, où il apparaît bien qu'ils sont typiques des obsidiennes sardes, comme montré en Figure III.18. Ces échantillons se situent bien dans les domaines de composition espérés d'après leur origine préalablement déterminée par EMP-WDS (voir Annexe B) dans des diagrammes Al/Ca ou Al/Fe (Figure III.19). On retrouve cette partition à la suite d'une analyse multivariée prédictive où chaque artefact est attribué à un type géochimique avec une probabilité supérieure à 99%. (Figure III.20). L'intégralité de l'analyse factorielle est donnée en annexe C.

### *Conclusion*

***Contrairement à ce qui avait été proclamé à plusieurs reprises (Tykot, 1997; Tykot, 2002c), les analyses par SEM-EDS apparaissent maintenant comme une alternative véritable aux analyses par EMP-WDS pour les études de provenance en Méditerranée centrale et occidentale, tant qu'il s'agit d'analyses sur sections polies.***

Les mesures par SEM en spectrométrie EDS présentent l'avantage sur la spectrométrie WDS de ne pas exiger une distance critique d'analyse, donc de pouvoir être effectuées même si la surface d'un échantillon n'est pas parfaitement plane. Un léger écart à la perpendiculaire du faisceau incident, une légère concavité ou convexité, seraient ainsi admissibles, selon Acquafredda & Paglionico (2004), s'appuyant sur Ruste (1979) et Cavaretta (1997). Ceci ouvrirait donc la possibilité de travailler en SEM-EDS sur des artefacts en mode non destructif. Les quelques tests réalisés sur la matrice (Acquafredda *et al.*, 1999) et surtout sur ces minéraux (Acquafredda & Paglionico, 2004) demanderaient à être approfondis avant toute tentative d'application à l'archéologie.

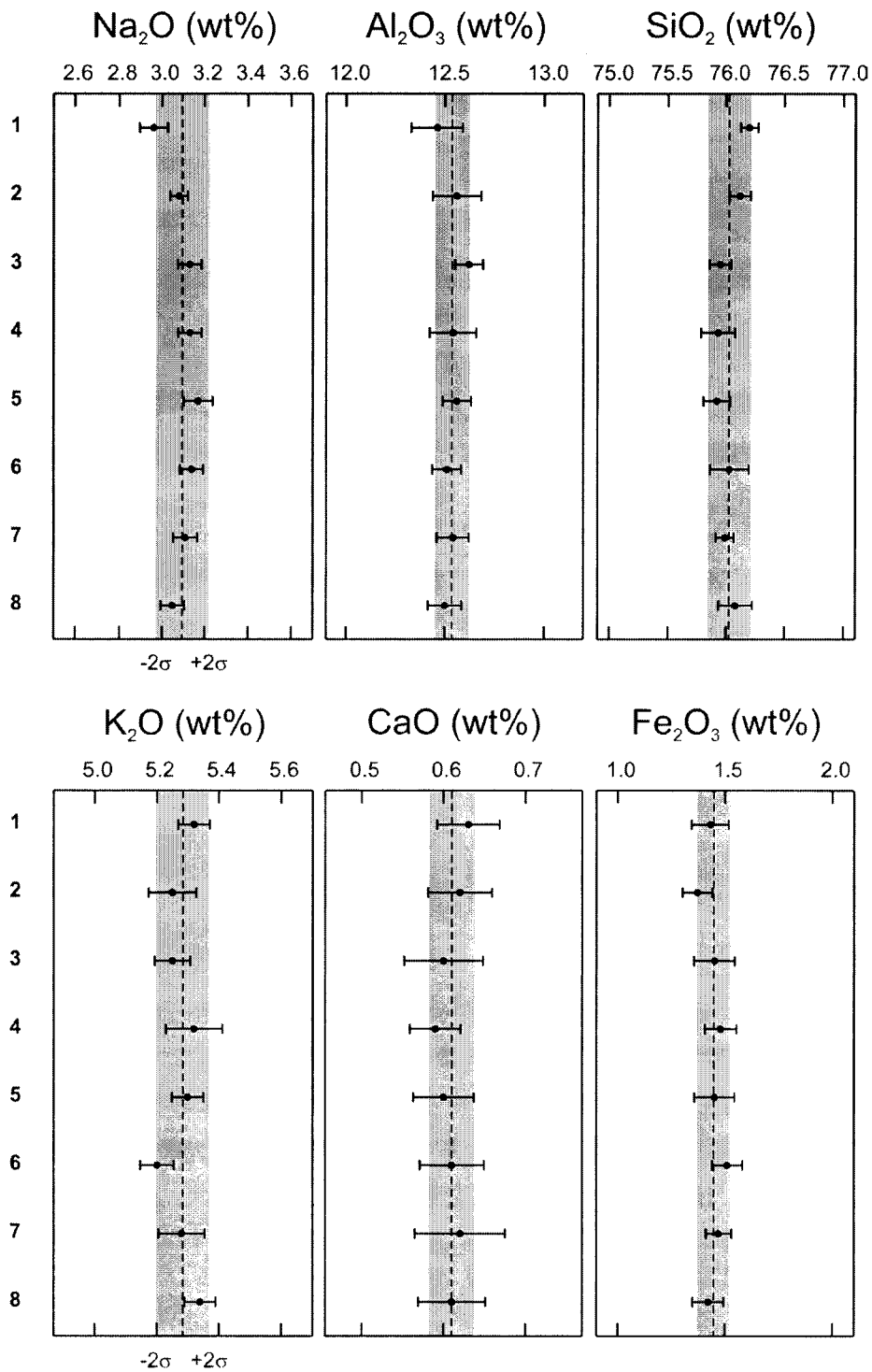


Figure III.14 – Stabilité des mesures élémentaires par SEM-EDS, pendant la période des dix-huit mois de ce projet, pour l'échantillon de référence ARC-URS. La ligne en pointillé indique la valeur moyenne pour chaque élément ; la zone grisée, l'écart-type à  $\pm 2\sigma$  ; la barre au niveau des points, la précision sur la valeur.



**Tableau III.8 : Valeurs moyennes et déviations standards des données obtenues au SEM-EDS sur les différentes sources d'obsidienne de Méditerranée occidentale et centrale.**

Sources		Na <sub>2</sub> O	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	SiO <sub>2</sub>	K <sub>2</sub> O	CaO	TiO <sub>2</sub>	MnO	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>
<b>Lipari</b> (N=8)	moy.	3.66	11.95	75.84	5.12	0.72	nd	nd	1.70
	$\sigma$	0.04	0.05	0.12	0.05	0.01	-	-	0.06
<b>Palmarola</b> (N=3)	moy.	4.22	12.18	75.26	5.02	0.47	nd	nd	1.85
	$\sigma$	0.03	0.08	0.05	0.01	0.01	-	-	0.06
<b>Pantelleria</b>									
BDT (N=5)	moy.	6.19	6.88	72.63	4.27	< 0.31	< 0.35	< 0.42	9.03
	s	0.08	0.01	0.12	0.04	-	-	-	0.17
LDV (N=3)	moy.	5.57	9.90	71.11	4.79	< 0.39	0.54	< 0.40	6.96
	$\sigma$	0.06	0.02	0.18	0.01	-	0.03	-	0.03
<b>Sardaigne</b>									
SA (N=18)	moy.	3.02	12.50	76.14	5.31	0.62	nd	nd	1.41
	$\sigma$	0.07	0.06	0.08	0.07	0.02	-	-	0.05
SB1 (N=14)	moy.	3.05	12.84	75.27	5.55	0.77	nd	nd	1.52
	s	0.11	0.11	0.19	0.21	0.03	-	-	0.12
SB2 (N=14)	moy.	2.91	12.15	76.44	5.63	0.60	nd	nd	1.27
	$\sigma$	0.18	0.13	0.31	0.25	0.05	-	-	0.12
SC (N=34)	moy.	2.95	13.12	74.22	5.91	0.96	< 0.42	nd	1.82
	$\sigma$	0.07	0.08	0.24	0.09	0.05	-	-	0.13

moy. : valeurs moyennes (wt%) ;  $\sigma$  : déviations standards;

N : nombre d'échantillons analysés; nd : non détecté.

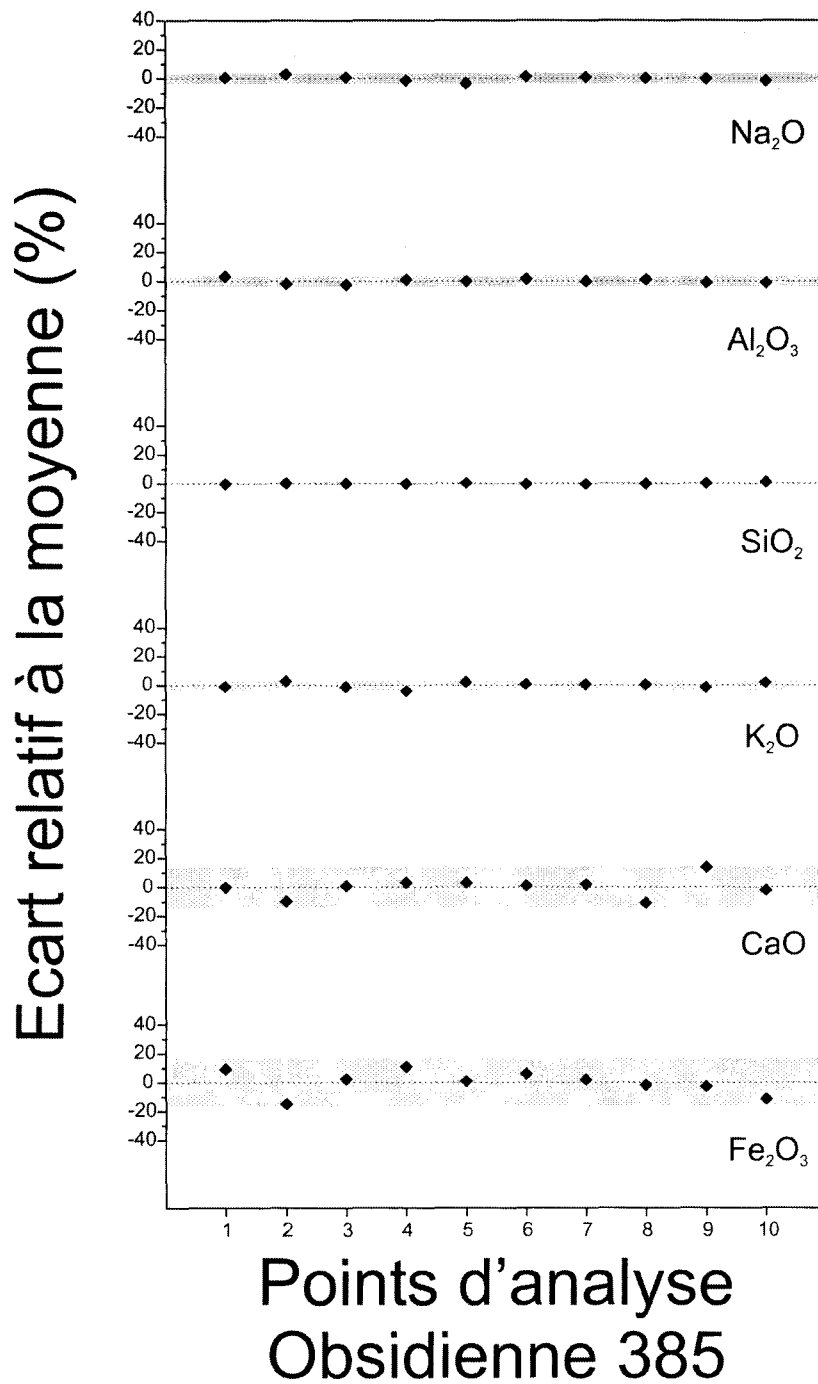


Figure III.15 – Dispersion à  $\pm 2 \sigma$  des teneurs élémentaires déterminées pour l'échantillon 385 par MEB-EDS.

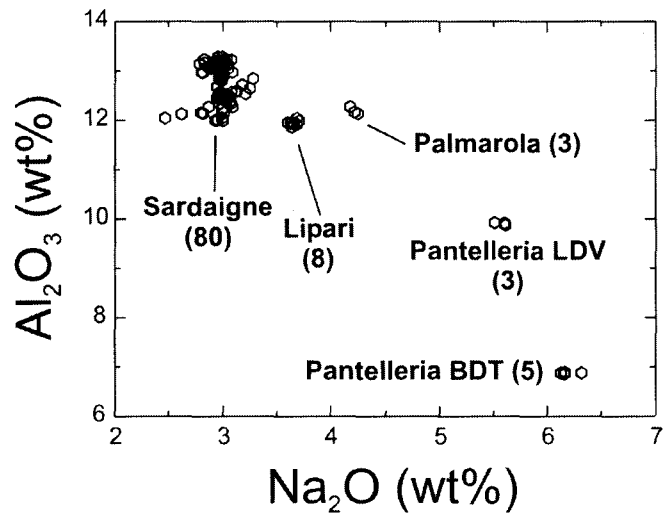


Figure III.16 – Distinction entre les îles-sources des obsidiennes de Méditerranée occidentale et centrale à partir de leurs teneurs en Na et Al déterminées par SEM-EDS (entre parenthèses le nombre d'échantillons analysés par source).

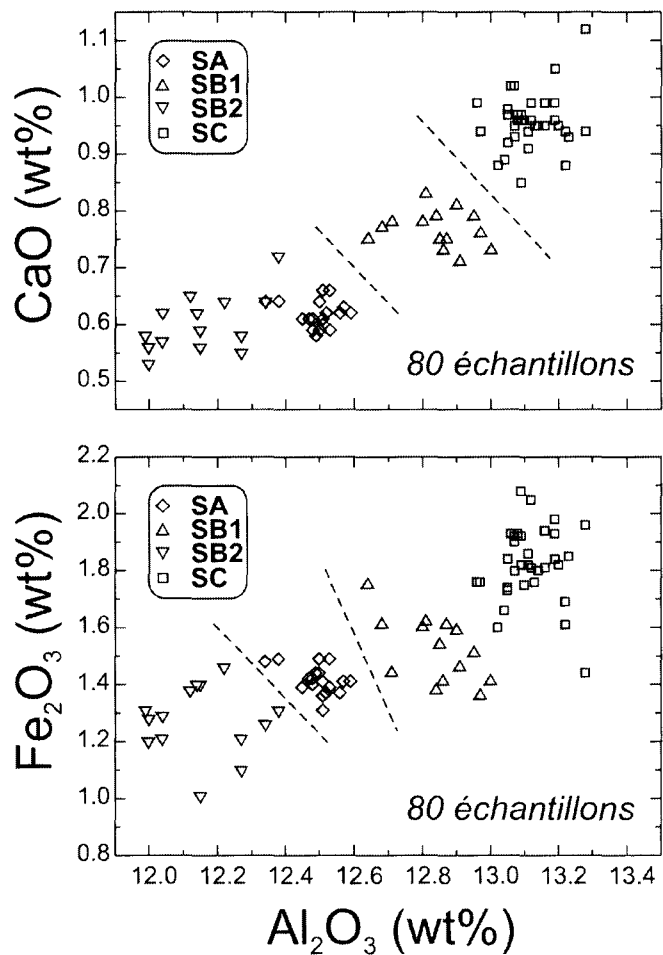


Figure III.17 – Distinction entre les types d'obsidienne du Monte Arci (Sardaigne) à partir de leurs teneurs en Al, Ca et Fe déterminées par SEM-EDS.

Tableau III.9 – Données analytiques SEM-EDS de huit artefacts du site de Vasculacciu (Corse-du-Sud). L'attribution de source est donnée avec une probabilité supérieure à 99% par l'option 'prédiction' du logiciel XLSTAT (Addinsoft, 2007)

Echantillons	Na <sub>2</sub> O	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	SiO <sub>2</sub>	K <sub>2</sub> O	CaO	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Prédiction XLSTAT
SOT 1	2.91	13.08	74.40	5.93	0.96	1.72	SC
SOT 2	3.08	12.21	76.78	5.19	0.57	1.16	SB2
SOT 3	3.04	12.07	76.83	5.32	0.55	1.20	SB2
SOT 4	2.93	13.07	74.27	6.02	0.96	1.75	SC
SOT 5	3.06	12.53	76.14	5.26	0.65	1.36	SA
SOT 6	2.96	13.10	74.47	5.78	0.98	1.70	SC
SOT 7	3.19	13.32	74.06	5.56	1.07	1.80	SC
SOT 8	2.89	12.06	76.64	5.49	0.57	1.35	SB2

Les valeurs d'oxydes sont données en wt%.

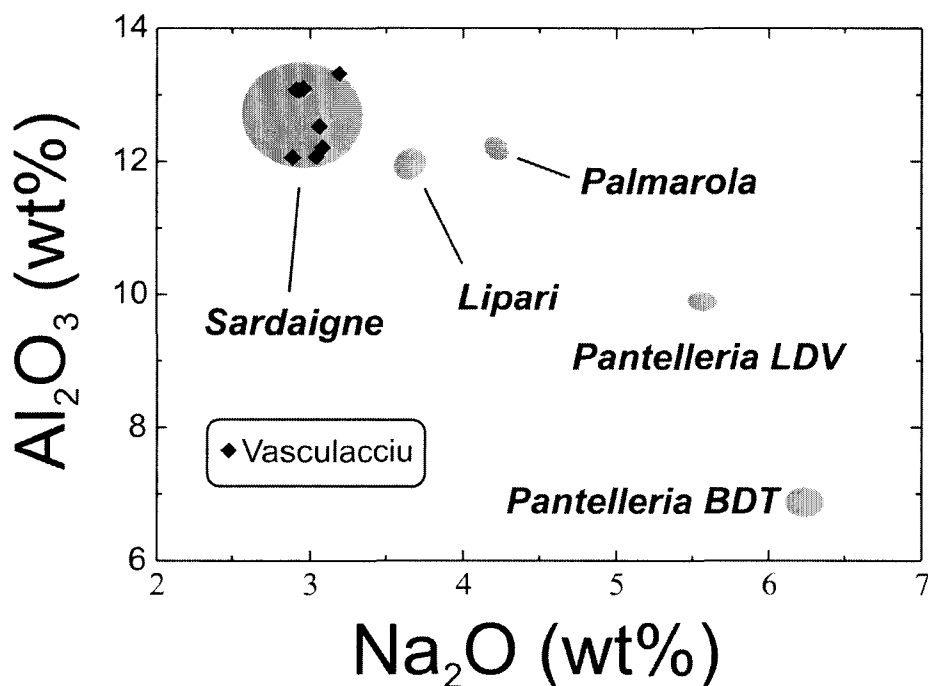


Figure III.18 – Diagramme binaire  $Al_2O_3$  vs.  $Na_2O$  illustrant la répartition des échantillons archéologiques dans les champs 'sources' préalablement définis. (Voir Figure III.16).

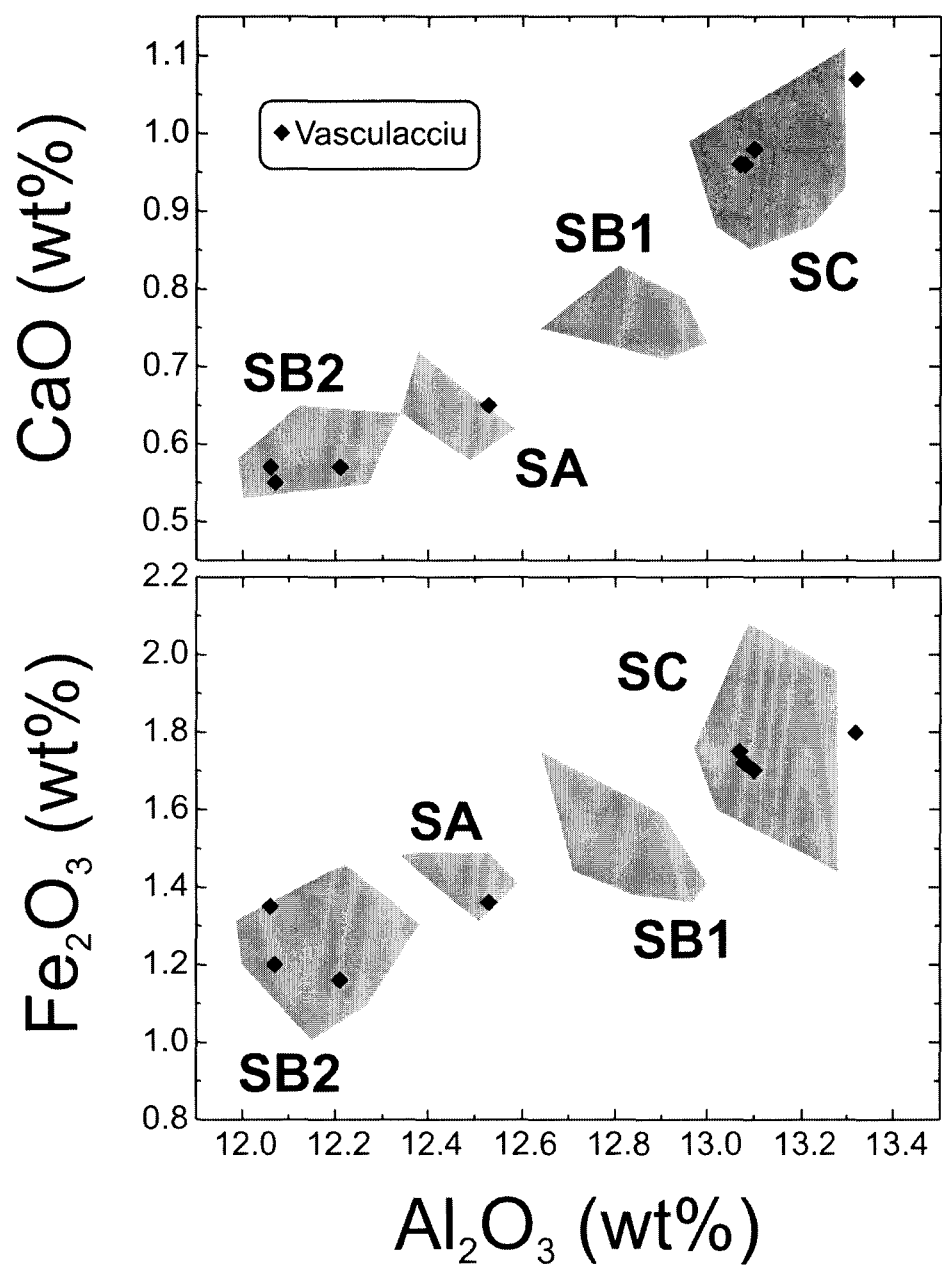


Figure III.19 – Diagrammes binaires  $CaO$  vs.  $Al_2O_3$  et  $Fe_2O_3$  vs.  $Al_2O_3$  illustrant la répartition des échantillons archéologiques dans les champs 'sources' préalablement définis. (Voir Figure III.17)

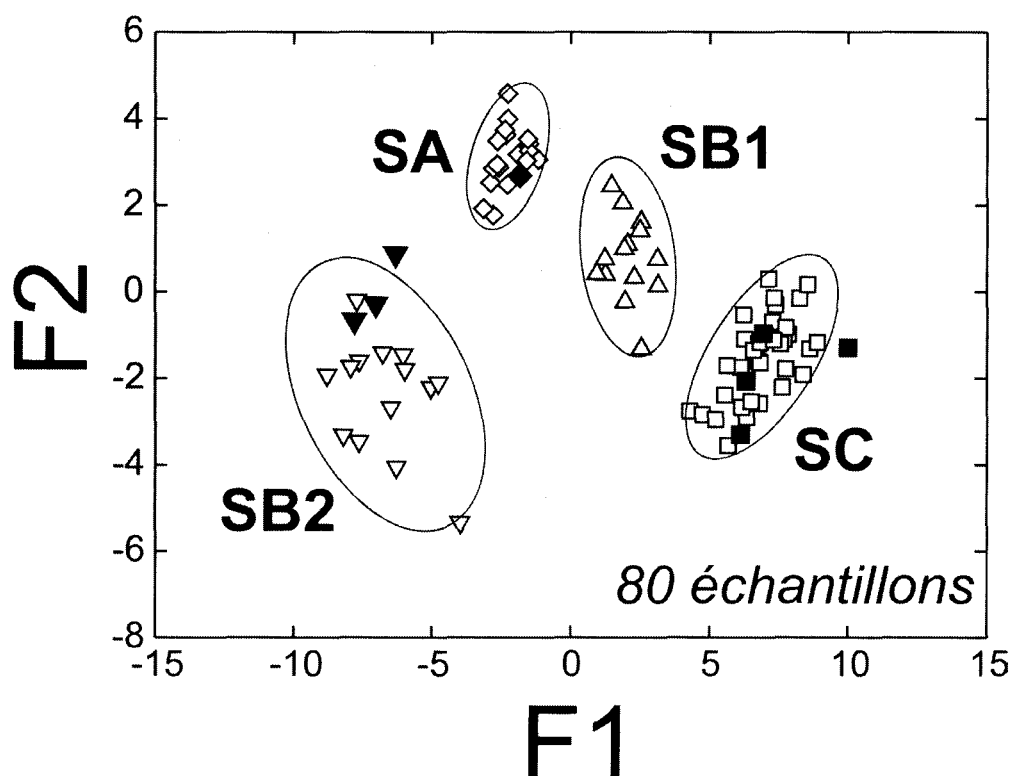


Figure III.20 – Distinction des types d'obsidiennes du Monte Arci par analyse factorielle discriminante à partir des teneurs élémentaires déterminées par SEM-EDS. Les ellipses représentent les intervalles de confiance à 95%.

Les symboles ouverts représentent les 80 échantillons géologiques. Les symboles pleins font référence aux huit artefacts du site de Vasculacciu (Corse-du-Sud).

Coefficients des fonctions discriminantes canoniques :

$$F1 = 1.579 \times Na_2O + 14.432 \times Al_2O_3 + 5.292 \times SiO_2 + 2.385 \times K_2O + 15.364 \times CaO + 9.372 \times Fe_2O_3 - 625.748.$$

$$F2 = -16.718 \times Na_2O + 8.747 \times Al_2O_3 + 0.229 \times SiO_2 - 12.840 \times K_2O - 14.694 \times CaO + 4.333 \times Fe_2O_3 - 1.914.$$

Que penser donc de l'avenir des analyses élémentaires par SEM-EDS de la matrice vitreuse pour les études de provenance ? Lorsque des analyses destructives sont autorisées (prélèvements d'échelle millimétrique sur un artefact), cette technique est aussi rapide et aussi discriminante que par EMP-WDS. Elle sera souvent, étant donné le plus grand nombre de microscopes électroniques à balayage dans les laboratoires, plus aisée à obtenir, et reste d'un coût modique. Quant à son applicabilité en mode non destructif, elle reste à démontrer, étant donné les altérations possibles de la composition superficielle d'un artefact lors de son séjour dans le sol, qui affecte tout particulièrement les cations alcalins.

### III.4 Bilan PIXE

L'apparition du PIXE en Méditerranée occidentale pour les recherches de provenance est récente. Elle a été utilisée pour 22 artefacts du Sud-Est de la France (Poupeau *et al.*, 2000) et un artefact corse de Castiglione (Oletta, Haute-Corse) (Salotti *et al.*, 2000). Bien que seuls huit échantillons de sources méditerranéennes aient pu être analysés conjointement par PIXE (Poupeau *et al.*, 2000), l'origine de toutes les obsidiennes archéologiques avait pu être déterminée.

Le matériel 'source' se limitait alors à trois échantillons pour la Sardaigne, deux pour Lipari, Palmarola et un seul pour Pantelleria. Deux des échantillons sardes étaient donnés comme étant, à juste titre, de type SA, le troisième, de manière erronée, comme SB, au lieu de SC. Cette confusion venait de la proximité des dénominations A et B de Bigazzi, issues de ses datations par TF (Bigazzi *et al.*, 2005) avec les types SA et SB de Tykot.

Quoi qu'il en soit, si la disponibilité de ces quelques échantillons avait permis une introduction du PIXE dans les études de provenance méditerranéennes, il fallait, pour passer à une étape supérieure, disposer d'un échantillonnage représentatif des sources à distinguer et s'assurer de l'exactitude des données quantitatives PIXE.

#### *Conditions expérimentales*

L'analyse élémentaire par PIXE est basée sur l'émission d'un rayonnement-X de fluorescence par un échantillon exposé à un faisceau de protons. Nous avons travaillé en mode 'faisceau extrait', avec l'Accélérateur Grand Louvre pour Analyses Élémentaires (AGLAE) (Calligaro *et al.*, 1996, 2002) du Centre de Recherche et de Restauration des Musées de France (C2RMF, Paris), et en mode 'microsonde nucléaire' sur la ligne 'microfaisceau' de l'accélérateur Van de Graaff du Centre d'Études Nucléaires de Bordeaux-Gradignan (CENBG) (Llabador *et al.*, 1990).

Dans le premier cas, le faisceau de protons n'atteint l'échantillon qu'après sortie de l'enceinte sous vide de l'accélérateur, au travers d'une fenêtre fine, constituée au C2RMF d'une feuille de 100 nm de  $\text{Si}_3\text{N}_4$   $\mu\text{m}$  d'épaisseur. Irradiation et détection des rayons-X de fluorescence se font donc dans l'atmosphère ambiante, à la pression atmosphérique. Le système AGLAE dispose de deux détecteurs Si(Li) permettant d'enregistrer en même temps les rayonnements-X respectivement de 'basse énergie' (Na, Al, Si, K, Ca, Ti, Mn, Fe) et de 'haute énergie' (Mn, Fe, Zn, Ga, Rb, Sr, Y, Zr, Nb) émis en réponse à une excitation par un faisceau de protons de 3 MeV. Afin de limiter au maximum l'absorption des rayonnements-X les plus mous (ceux qui sont émis par le sodium), on interpose entre échantillon et détecteur 'basse énergie' un flux d'hélium dont le rôle est d'abaisser le numéro atomique moyen de l'atmosphère ambiante. De plus, ce détecteur est protégé vis-à-vis des protons rétrodiffusés par l'interposition d'un aimant qui dévie les protons et empêche leur entrée (Photographie III.5 et III.6). De son côté, l'entrée du détecteur 'haute

énergie' était protégée par une feuille d'aluminium de 49  $\mu\text{m}$  d'épaisseur destinée à bloquer les rayons-X émis par les éléments plus légers que le Mn et donc à éviter la saturation du signal. Par la même occasion cette fenêtre bloquait les protons rétrodiffusés. Le grand avantage de ce système est de permettre de traiter des échantillons de grande taille pouvant atteindre l'échelle du décimètre, voire largement au-delà, pourvu que leur relief n'empêche pas d'approcher la zone à analyser à 2 millimètres de la sortie du faisceau.

Les analyses par microsonde nucléaire, travaillant sous vide, ne peuvent accepter d'aussi grands échantillons (Photographie III.7). Dans le système que nous avons utilisé, l'épaisseur maximale d'un échantillon ne devait pas dépasser  $\sim 5$  mm et les lames les plus grandes une largeur et une longueur inférieures à respectivement environ 1 et 4 cm. Pour de petites pièces (de l'ordre du cm), jusqu'à une quinzaine pouvaient être fixées sur un porte-échantillon rotatif (Photographie III.8). Dans un premier temps, un seul détecteur Si(Li) étant disponible, les analyses se faisaient en deux temps, les éléments 'légers', jusqu'au fer inclus, étant déterminés avec un faisceau de protons de 1.5 MeV et les lourds avec un faisceau de 3 MeV.

Les conditions générales d'opération des deux systèmes sont résumées dans le Tableau III.10. Afin d'assurer l'homogénéité des données obtenues, une section polie de l'obsidienne sarde ARC-URS (type SA du Monte Arci) était analysée au moins en chaque début et fin de session PIXE au cours des 5 années de ce projet. Nous avons admis comme composition élémentaire de référence pour cette obsidienne celle obtenue par Bellot-Gurlet (1998) à partir de mesures par ICP-AES et ICP-MS sur trois aliquotes.

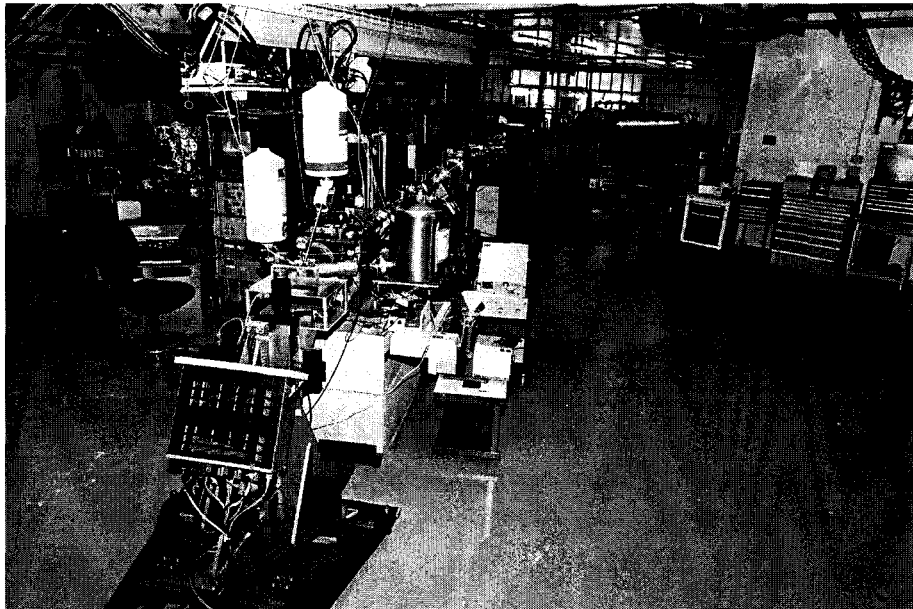
#### *Obtention des teneurs élémentaires*

La détermination des données élémentaires s'obtient par le logiciel GUPIX développé à l'Université de Guelph (Ontario, Canada) par J. A. Maxwell, W. T. Teesdale et J. C. Campbell.. Nous en avons utilisé la version 2000 (Maxwell *et al.*, 1989 ; Campbell *et al.*, 2000). Ce logiciel comporte des paramètres ajustables qu'il est possible de calibrer à partir d'un échantillon de référence de composition connue, dans notre cas l'obsidienne ARC-URS.

La première étape concerne le détecteur basse énergie (BE). Le spectre de fluorescence-X de ARC-URS ne correspond en général pas tout à fait, après traitement par GUPIX, aux teneurs élémentaires 'espérées'. On considère alors comme paramètre libre l'épaisseur d'un filtre situé à l'entrée du détecteur BE, 'filtre' de glace (dépôt de glace lors du vieillissement du détecteur) au CENBG, 'filtre C' au C2RMF, dont l'épaisseur réelle ne peut de toute façon être déterminée. On ajuste alors par itération l'épaisseur de ce filtre, jusqu'à obtenir une valeur correspondant à un spectre-X compatible avec la composition connue de l'étalon.

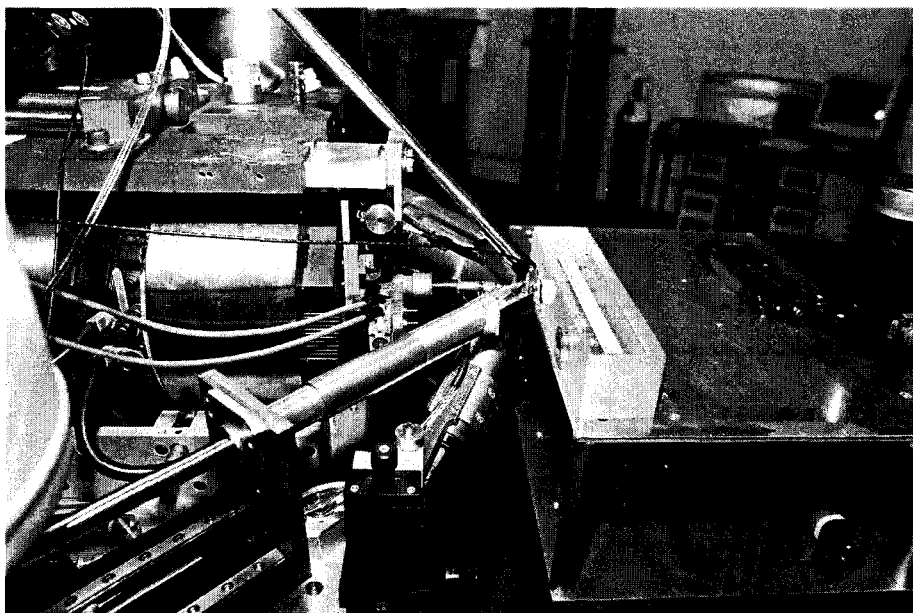


F.-X Le Bourdonnec ©



*Photographie III.5 – Vue d'ensemble du système AGLAE au C2RMF (Paris).*

F.-X Le Bourdonnec ©



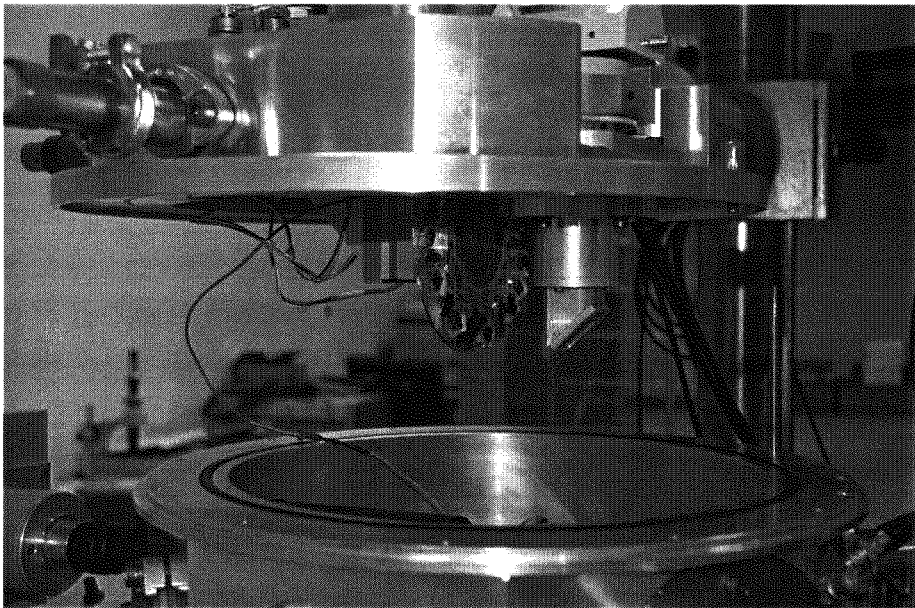
*Photographie III.6 – Extrémité de la ligne de faisceau extrait.*

F.-X Le Bourdonnec ©



*Photographie III.7 – La chambre d'analyse de la microsonde nucléaire du CENBG.*

F.-X Le Bourdonnec ©



*Photographie III.8 – Porte-échantillon utilisé sur la microsonde nucléaire.*

**Tableau III.10 – Caractéristiques des systèmes d'analyse par PIXE utilisés.**

Conditions d'opération	C2RMF	CENBG	
		Configuration 1	Configuration 2
Accélérateur	Tandem Pelletron NEC de 2 MV (AGLAE)	Van de Graaff HVEE de 4 MV Singletron HVEE de 3.5 MV (AIFIRA)	
Condition d'utilisation	faisceau extrait	microsonde nucléaire	
Particule	H <sup>+</sup>	H <sup>+</sup>	H <sup>+</sup>
Intensité	1 nA	500 pA - 2 nA	500 pA - 2 nA
Durée	5-10 min	10-15 min	10-15 min
Nombre de détecteurs Si(Li)	2	1	2
Energie des protons	3 MeV	1.5 MeV (Na → Fe) 3 MeV (Mn → Nb)	3 MeV
Fenêtre	Si <sub>3</sub> N <sub>4</sub> 100 nm	---	---
Filtre du détecteur BE*	Filtre C 0.5 µm	---	---
Filtre du détecteur HE*	Filtre Al 49 µm	Filtre C 500 µm fritté	Filtre C 500 µm fritté
Distance détec. BE-échantillon	60 mm	25 mm**	25 mm**
Débit de He	2 l/min	---	---
Distance détec. HE-échantillon	20 mm	25 mm**	25 mm**

\* BE, Base Energie ; HE, Haute Energie.

\*\* Distance minimale à ± 1 mm suivant la position de la cible.

La calibration du détecteur haute énergie (HE) utilise la teneur en Fe déterminée en BE, puisque cet élément est aussi bien détecté en HE. Mais avec cette valeur de calibration du spectre HE, on constate que les teneurs calculées après traitement du spectre-X par GUPIX ne correspondent pas non plus tout à fait avec les teneurs espérées. On procède donc à une seconde itération, portant cette fois sur l'épaisseur d'un filtre de carbone fritté (absorbant) situé devant la fenêtre du détecteur HE. Là encore, on ne connaît que l'épaisseur nominale de ce filtre et non son épaisseur réelle. L'itération, donne une valeur virtuelle qui permet à GUPIX de retrouver la valeur espérée des teneurs en éléments traces.

Ces valeurs sont acquises une fois pour toutes, pour un couple de détecteurs donnés. Cependant, les conditions analytiques sur un système PIXE sont sujettes à des variations pour des raisons intrinsèques : vieillissement des détecteurs, changement de connectique, etc. Elles peuvent entraîner une certaine déformation du spectre d'un échantillon, et par suite du calcul de sa composition élémentaire. Il est donc indispensable pour toute session d'analyse de recourir à au moins une mesure sur un échantillon de référence, dans ce cas l'obsidienne ARC-URS. Pour chaque session d'analyse, le spectre de ARC-URS est normalisé à celui de la session de calibration des détecteurs BE et HE. Les facteurs de normalisation ainsi obtenus pour chaque élément sont alors appliqués aux teneurs calculées pour les échantillons archéologiques.

C'est ce système de calibration, utilisé par Ludovic Bellot-Gurlet depuis 1995, a permis d'accumuler une banque de données homogènes depuis plus de dix ans sur les obsidiennes et pour ce qui nous concerne, d'utiliser indifféremment les systèmes PIXE du C2RMF et du CENBG pour les recherches de provenance. Bien évidemment, cette procédure implique que pour toute modification profonde du système de détection une nouvelle calibration des paramètres de GUPIX ait été nécessaire.

Le logiciel GUPIX n'autorise les déterminations de teneurs élémentaires qu'échantillon par échantillon. Il n'est pas adapté directement au traitement en continu des nombreux spectres acquis lors d'une session analytique, qui se comptent alors par dizaines (et jusqu'à près de 300). Les conditions de traitement des données a été facilité dès le début de ce projet par l'utilitaire MOULINPIX, élaboré au sein de notre équipe par Stéphane Dubernet. Développé sous Visual Basic, cet utilitaire permet en effet de traiter de façon automatique et autonome des séries importante de spectres.

### *Résultats 1 : échantillons géologiques*

Etant donné la facilité de distinction entre îles-sources de Méditerranée centrale et occidentale, l'effort de caractérisation a porté uniquement sur les obsidiennes sardes pour trois raisons : d'abord, parce qu'il était déjà démontré que les îles-sources de Méditerranée centrale et occidentale sont aisément distinguables par PIXE, (Poupeau *et al.* 2000) ; ensuite parce que seules deux obsidiennes sardes avaient été analysées par PIXE, alors qu'il en existe quatre types (Poupeau *et al.*, 2000) ; enfin parce que nous nous sommes intéressé aux obsidiennes archéologiques corses et sardes, connues pour être quasi-exclusivement d'origine sarde (voir ci-après, partie III).

Quarante quatre échantillons géologiques sardes ont été analysés, soit au C2RMF, soit au CENBG (Lugliè *et al.*, 2007a,b,c). Les données analytiques en sont données en annexe D et les teneurs élémentaires moyennes pour les obsidiennes de chacun des quatre types du Monte Arci dans le Tableau III.11. Une Analyse en Composantes Principales (ACP) réalisée avec XLSTAT sur les teneurs de tous les éléments systématiquement dosés (donc à l'exclusion de Y et Nb) permet une distinction aisée de ces types (Figure III.21 et Tableau III.12), qui peut aussi résulter d'un diagramme ternaire Zr-Zn-Sr (Figure III.22) ou d'un diagramme binaire Zr *vs.* MnO (Figure III.23). Ces différentes figures illustrent bien le fait que la majorité des éléments et en particulier Ti, Mn, Zn, Sr et Zr, participent à cette distinction. L'yttrium et le niobium n'ont pas été mesurés dans les obsidiennes SB1, traitées à une phase préliminaire de ce programme, mais leurs teneurs y sont connues par des mesures en XRF (Tykot, 2002c). On peut en conclure que si les teneurs PIXE en Nb permettent d'identifier le type SA, celles de l'yttrium, beaucoup moins variables entre types d'obsidiennes, ne sont d'aucune utilité pour les recherches de provenance.

On observe aussi que les points représentatifs d'échantillons mesurés en faisceau extrait au C2RMF ou à la microsonde nucléaire au CENBG ne se distinguent pas (Figure III.24 et III.25) ce qui démontre bien l'équivalence de ces deux systèmes analytiques lorsqu'on utilise le type de normalisation décrit plus haut.

### *Résultats 2 : artefacts archéologiques*

Cent quatre vingt dix neuf artefacts ont été analysés. Il proviennent de la France méridionale (Daurelle à Montélimar -26- et Champ Madame à Beaumont -63-), de Corse (Cardiccia, Monte Grosso, Monte Revincu, la Terrasse Nord et l'abri de Sapar'Alta d'I Calanchi) et de Sardaigne (Rio Saboccu, Su Carroppu, Is Passiabis-Pau). Les résultats analytiques sont présentés en annexe D.

Une grande majorité de ces artefacts ont été analysés en mode non destructif (172 objets). Le PIXE est particulièrement adapté à ce type d'analyse malgré la patine ou l'altération de surface que peuvent présenter certaines pièces, allant jusqu'au développement d'un cortex alvéolaire. Dans les cas d'altération avancée, les teneurs des éléments les plus légers, Na, Al, Si et K peuvent

**Tableau III.II – Compositions élémentaires moyennes des types d'obsidienne SA, SB1, SB2 et SC du Monte Arci en Sardaigne déterminées par particule induced X-ray emission (PIXE).**

Type		Na <sub>2</sub> O	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	SiO <sub>2</sub>	K <sub>2</sub> O	CaO	TiO <sub>2</sub>	MnO	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Zn	Ga	Rb	Sr	(Y)	Zr	(Nb)
SA	moy.	3.4	13.7	75.7	4.9	0.60	0.088	0.053	1.29	78	24	253	28	37	78	57
(N=8)	σ	0.1	0.1	0.1	0.1	0.01	0.006	0.002	0.06	5	1	14	4	-	8	-
SB1	moy.	3.4	13.9	74.9	5.0	0.73	0.139	0.045	1.44	72	24	251	65	nr*	121	nr*
(N=6)	σ	0.1	0.1	0.2	0.1	0.02	0.009	0.002	0.06	2	1	10	4	-	6	-
SB2	moy.	3.2	13.3	76.0	5.2	0.60	0.125	0.031	1.25	44	18	239	42	22	108	31
(N=10)	σ	0.1	0.1	0.2	0.2	0.06	0.016	0.002	0.01	3	2	14	9	5	12	-
SC	moy.	3.1	14.4	73.6	5.3	0.93	0.286	0.030	1.74	61	22	179	148	24	241	33
(N=20)	σ	0.1	0.2	0.2	0.1	0.10	0.033	0.001	0.13	4	2	10	19	2	23	5

moy : moyenne ; σ : écart-type (1 sigma) ; N : nombre d'échantillons analysés ; nr : non recherché.

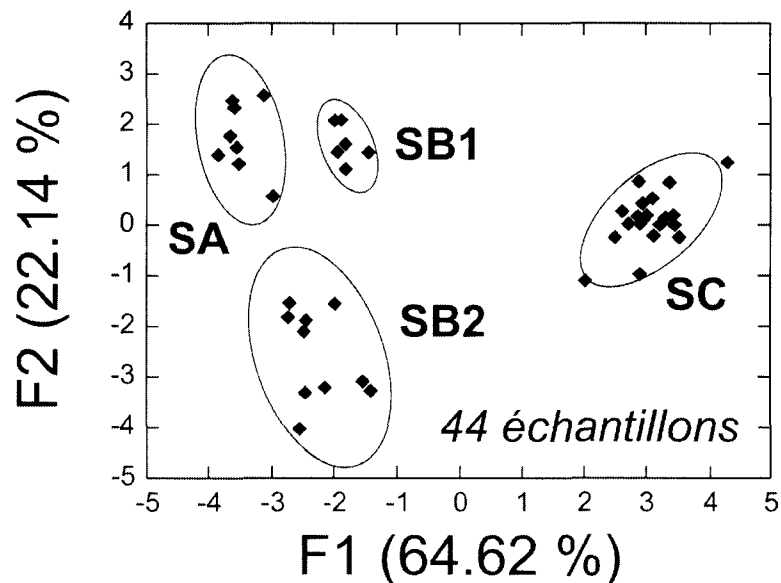
Les éléments majeurs sont donnés en pourcentage d'oxyde.

Les concentrations des éléments traces sont données en µg/g (ppm).

\* Teneurs typiques, respectivement de ~30 ppm et ~40 ppm pour Y et Nb, d'après les données XRF de Tykot (2002). Les données XRF de Tykot sont en bon accord avec les nôtres pour les obsidiennes SA, SB2 et SC.

*Tableau III.12 – Analyse en composante principale des données élémentaires obtenues sur les obsidiennes du Monte Arci. Contributions des variables (%).*

	F1	F2
Na <sub>2</sub> O	4.75	4.55
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	8.84	7.17
SiO <sub>2</sub>	10.79	2.60
K <sub>2</sub> O	6.05	6.12
CaO	9.69	1.66
TiO <sub>2</sub>	11.34	0.03
MnO	5.74	16.17
Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	9.60	2.70
Zn	0.26	30.79
Ga	0.02	27.15
Rb	10.33	0.69
Sr	11.50	0.37
Zr	11.10	0.001
Valeur propre	8.40	2.88
Variabilité (%)	64.62	22.14
% cumulé	64.62	86.76



*Figure III.21 – Analyse en composante principale des données élémentaires obtenues sur les obsidiennes du Monte Arci. Projection des deux premières composantes. Les ellipses représentent les intervalles de confiance à 95%.*

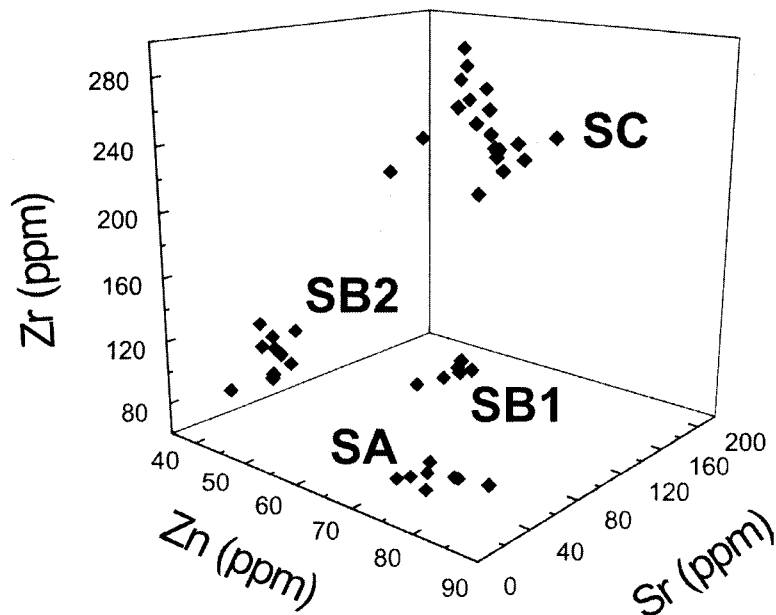


Figure III.22 – Discrimination des quatre types d'obsidiennes sardes du Monte Arci à l'aide d'un diagramme 3D utilisant les teneurs élémentaires en Zn, Sr et Zr obtenues par PIXE.

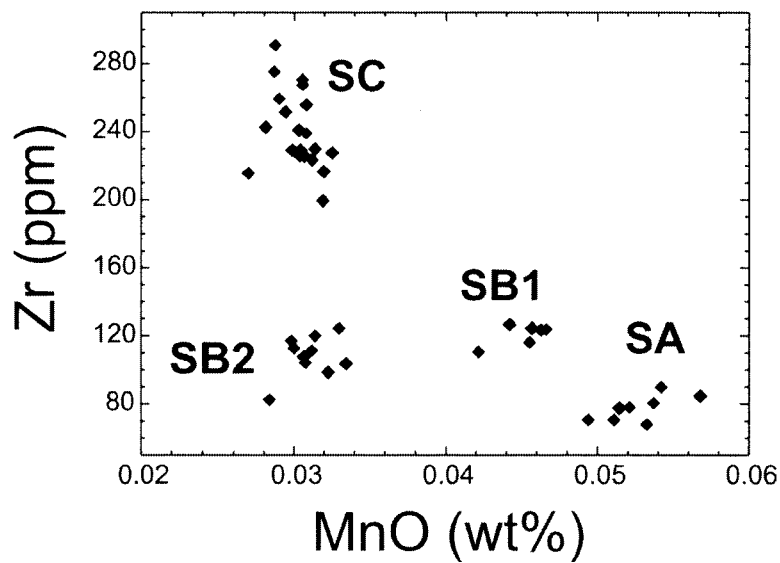


Figure III.23 – Discrimination des quatre types d'obsidienne sardes du Monte Arci à l'aide d'un diagramme binaire Zr vs. MnO.



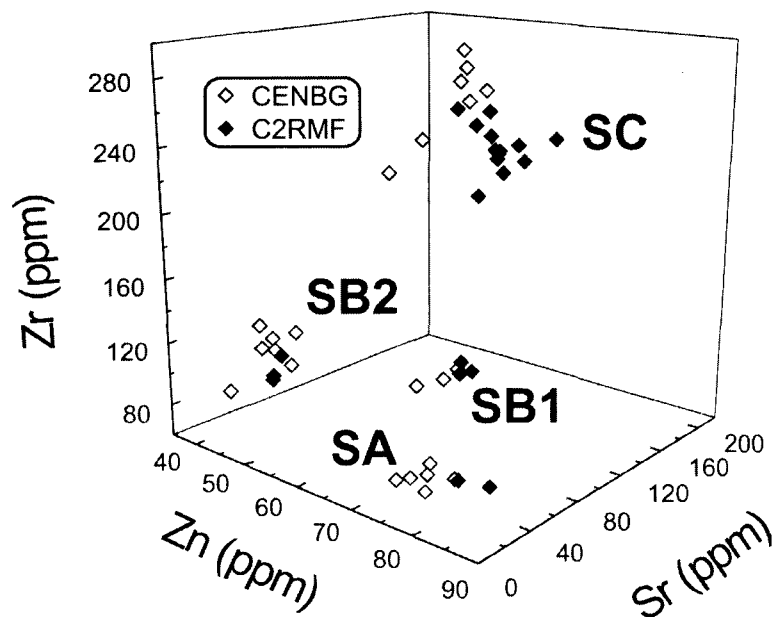


Figure III.24 – Diagramme 3D Zn-Sr-Zr montrant le bon accord qui existe entre les échantillons de sources analysés au CENBG et au C2RMF.

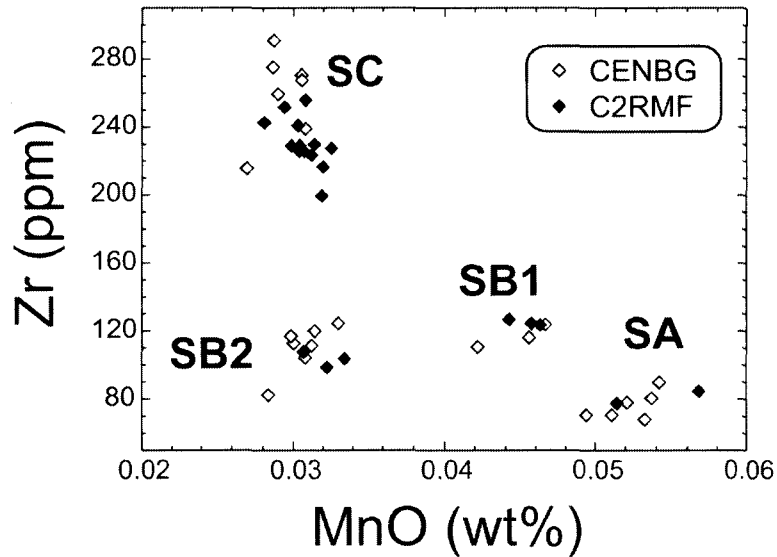


Figure III.25 – Diagramme binaire Zr vs. MnO montrant le bon accord qui existe entre les échantillons de sources analysés au CENBG et au C2RMF.

être modifiées (Tableau III.13). Cette mobilité n'affecte cependant pas les recherches de provenance, qui peuvent encore être obtenues à partir de nombreux autres éléments, principalement Ti, Mn, Zn, Rb, Sr et Zr et parmi les majeurs, Ca et Fe.

L'analyse de nos données, particulièrement les teneurs en Rb et Zr (Figure III.26), montre que l'ensemble des artefacts analysés provient de Sardaigne. Au sein de cette île-source, les objets archéologiques se répartissent dans trois grands ensembles géochimiques discrets : SA, SB2 et SC. On remarquera que le type SB1 n'est pas représenté dans les collections que nous avons étudiées comme cela est illustré dans la Figure III.27.

Nous avons calculé les compositions élémentaires 'PIXE' moyennes de chaque type géochimique obtenues respectivement au CENBG et au C2RMF, à partir de l'ensemble des 243 échantillons (géologiques et archéologiques) mesurés (Tableau III.14). Elles sont pratiquement identiques, comme le montre la Figure III.28. On retrouve ce même accord au niveau d'un objet lorsqu'il est analysé dans l'un et l'autre de ces laboratoires, comme dans le cas de trois pièces archéologiques du site corse de I Calanchi (Tableau III.15). L'équivalence entre microsonde nucléaire (CENBG) et faisceau extrait (C2RMF) pour les recherches de provenance semble donc bien établie. On peut le voir dans la Figure III.29, comprenant les mêmes points expérimentaux que dans la Figure III.27, mais cette fois-ci différenciés par le lieu d'analyse et non plus entre 'sources' et 'artefacts'.

### III.5 Bilan 'spectroscopies vibrationnelles'

Les 'spectroscopies vibrationnelles', de type Raman et InfraRouge (IR), donnent des informations sur les modes de vibration des liaisons entre les atomes d'une molécule. Elles permettent donc d'envisager 'des signatures structurales' de l'obsidienne applicables aux études de provenance. Dans ce travail, les mesures Raman ont été réalisées au *Laboratoire de Dynamique Interaction et Réactivité* (LADIR) sous la direction de Ludovic Bellot-Gurlet, et IR au Centre de Spectroscopie InfraRouge du *Muséum National d'Histoire Naturelle* (MNHN) sous celle de François Fröhlich. Quelques dizaines d'échantillons ont été analysés par chacune de ces méthodes, dont 22 par les deux (voir aussi Bellot-Gurlet *et al.*, 2004 ; Le Bourdonnec, 2003 ; Le Bourdonnec *et al.*, 2003 ; 2004).

#### *Préparation des échantillons*

- La spectroscopie Raman ne demande pas de préparation particulière. Nous avons utilisé des sections polies déjà préparées et des éclats. Nous avons tout de même pris soin de les passer sous éthanol avant analyse.

**Tableau III.13 : Comparaison entre les teneurs élémentaires déterminées par *particle induced X-ray emission* d'un échantillon (ICA10) analysé en surface et en section polie.**

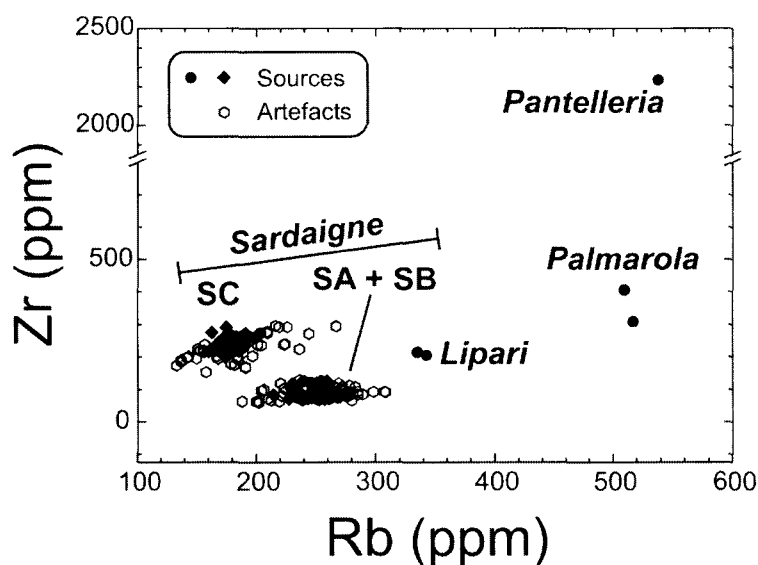
ICA10		Na <sub>2</sub> O	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	SiO <sub>2</sub>	K <sub>2</sub> O	CaO	TiO <sub>2</sub>	MnO	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Zn	Ga	Rb	Sr	Zr
Surface altérée	moy. (n=3)	1.1	14.6	72.2	8.5	0.88	0.266	0.033	1.65	61	19	170	110	205
	$\sigma$	0.2	0.2	0.7	0.4	0.01	0.038	0.005	0.24	8	3	27	16	35
Section polie	moy. (n=2)	3.1	14.2	73.5	5.5	0.90	0.244	0.032	1.76	64	22	178	155	232

moy. : moyenne ;  $\sigma$  : écart-type(1 sigma).

n : nombre de points de mesure.

Les éléments majeurs sont donnés en pourcentage d'oxyde.

Les concentrations des éléments traces sont données en  $\mu\text{g/g}$  (ppm).



**Figure III.26 – Diagramme binaire Zr vs. Rb illustrant la répartition des artefacts et des échantillons géologiques (◆, ce travail ; ●, Poupeau et al., 2000) en fonction de leurs teneurs exprimées en ppm.**

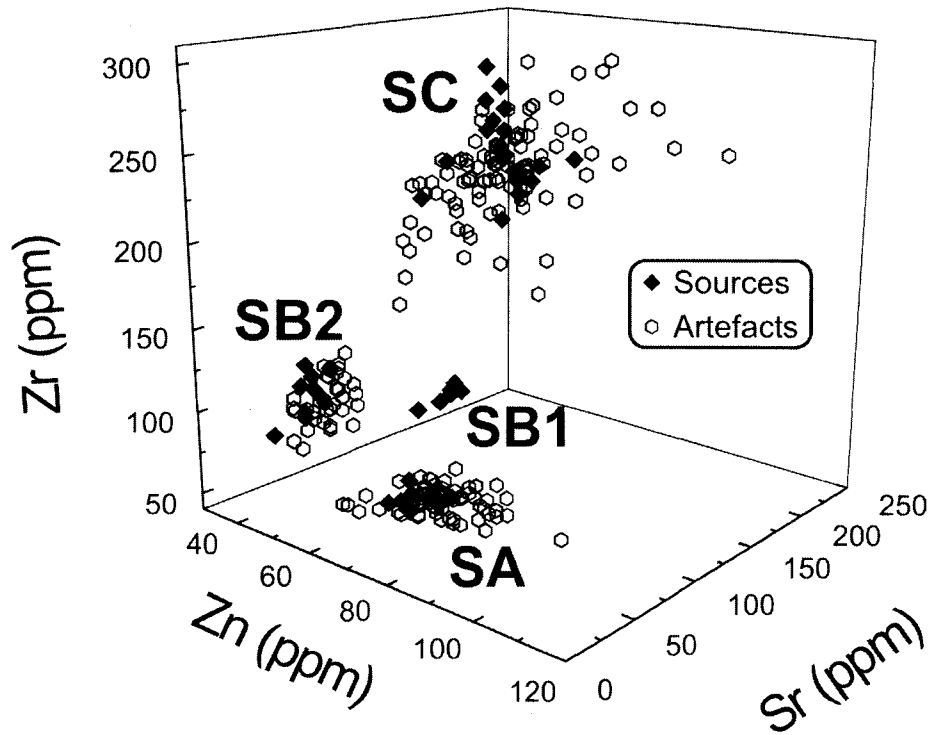


Figure III.27 – Diagramme 3D Zn-Sr-Zr illustrant la répartition des artefacts et des échantillons géologiques en fonction de leurs teneurs exprimées en ppm.

**Tableau III.14 – Comparaison entre les teneurs élémentaires moyennes des obsidiennes SA, SB1, SB2 et SC déterminées par particule induced X-ray emission (PIXE) au CENBG et au C2RMF.**

Echantillons		Na <sub>2</sub> O	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	SiO <sub>2</sub>	K <sub>2</sub> O	CaO	TiO <sub>2</sub>	MnO	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Zn	Ga	Rb	Sr	(Y)	Zr	(Nb)
<b>Type SA</b>																
CENBG (N=45)	moy.	3.07	13.72	75.46	5.23	0.65	0.092	0.053	1.25	80	24	245	29	nr	77	nr
	$\sigma$	0.42	0.26	0.56	0.72	0.06	0.009	0.005	0.09	8	2	22	6	-	9	-
	cv	13.61	1.85	0.74	13.65	9.12	10.00	8.85	7.30	9.78	9.50	8.79	20.33	-	11.81	-
C2RMF (N=35)	moy.	3.19	13.80	75.56	4.96	0.60	0.096	0.053	1.33	84	25	264	34	38	80	58
	$\sigma$	0.35	0.18	0.40	0.54	0.03	0.007	0.003	0.12	7	2	19	5	5	6	5
	cv	10.95	1.27	0.52	10.68	5.34	7.26	5.44	8.56	8.19	6.60	7.06	13.26	12.35	7.40	7.65
<b>Type SB1</b>																
CENBG (N=3)	moy.	3.43	13.79	75.07	5.07	0.74	0.142	0.045	1.39	71	24	245	63	nr	117	nr
	$\sigma$	0.03	0.03	0.04	0.03	0.01	0.012	0.002	0.05	3	1	13	5	-	7	-
	cv	0.70	0.15	0.04	0.51	1.49	6.95	4.25	2.66	2.87	4.18	4.29	6.03	-	4.63	-
C2RMF (N=3)	moy.	3.44	13.99	74.80	4.99	0.72	0.135	0.045	1.48	74	24	256	67	nr	125	nr
	$\sigma$	0.08	0.02	0.05	0.10	0.01	0.003	0.001	0.04	1	1	3	3	-	2	-
	cv	1.86	0.12	0.06	1.68	1.69	1.92	1.91	2.13	1.23	1.77	0.89	4.01	-	1.10	-
<b>Type SB2</b>																
CENBG (N=20)	moy.	3.16	13.21	76.25	5.12	0.61	0.126	0.033	1.25	46	19	242	43	20	107	37
	$\sigma$	0.14	0.22	0.62	0.28	0.05	0.020	0.004	0.13	4	4	23	9	-	14	-
	cv	4.36	1.62	0.80	5.34	7.97	15.56	11.77	9.92	9.08	19.99	9.04	20.45	-	12.71	-
C2RMF (N=25)	moy.	3.08	13.36	75.78	5.26	0.57	0.137	0.032	1.35	48	20	251	46	23	108	30
	$\sigma$	0.40	0.19	0.38	0.54	0.03	0.017	0.003	0.27	3	1	13	11	2	10	4
	cv	12.75	1.40	0.49	10.15	5.12	12.15	8.71	19.65	6.92	5.06	5.22	23.32	7.60	8.78	13.49
<b>Type SC</b>																
CENBG (N=65)	moy.	2.93	14.35	73.26	5.61	1.00	0.29	0.031	1.65	63	21	181	140	24	230	35
	$\sigma$	0.36	0.62	0.95	0.58	0.25	0.03	0.004	0.19	11	3	25	27	3	34	7
	cv	12.35	4.31	1.28	10.25	24.86	11.94	14.52	11.62	16.64	15.63	13.76	19.21	11.74	14.84	19.85
C2RMF (N=50)	moy.	3.07	14.41	73.35	5.46	0.92	0.30	0.030	1.77	63	21	182	144	25	236	31
	$\sigma$	0.20	0.31	0.57	0.24	0.09	0.03	0.002	0.15	6	1	11	20	3	14	4
	cv	6.30	2.10	0.78	4.30	10.06	10.18	6.89	8.36	8.55	4.76	5.95	13.98	11.13	5.70	12.74

moy : moyenne ;  $\sigma$  : écart-type (1 sigma) ; cv : coefficient de variation (%).

N : nombre d'échantillons analysés ; nr : non recherché.

Les éléments majeurs sont donnés en pourcentage d'oxyde.

Les concentrations des éléments traces sont données en  $\mu\text{g/g}$  (ppm).

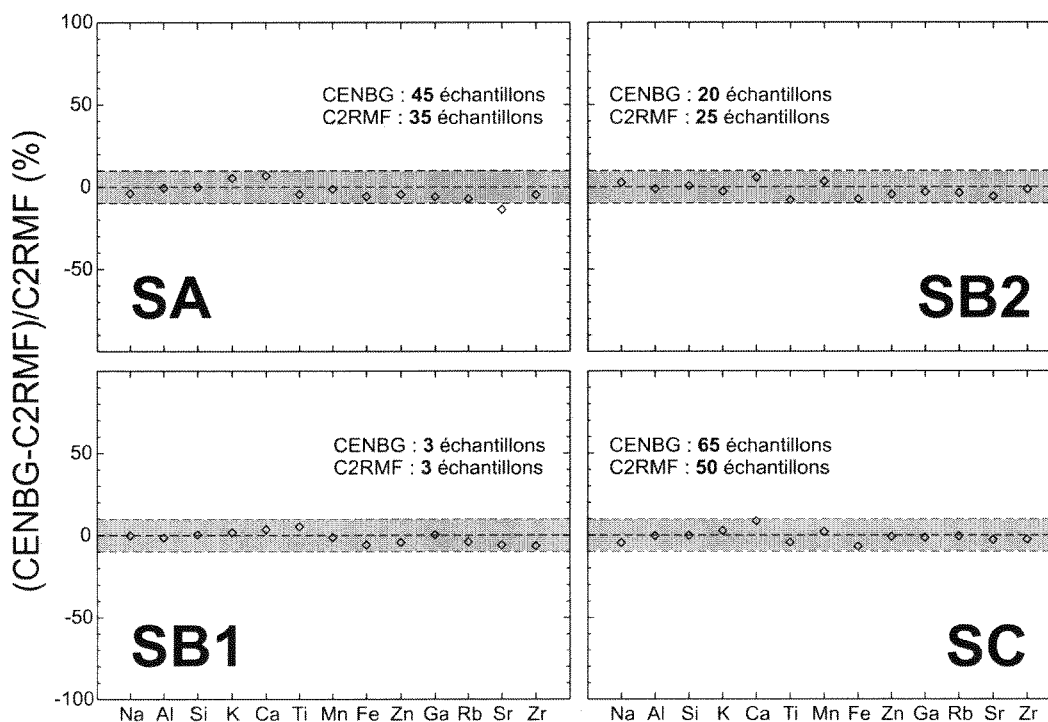


Figure III.28 – Représentation de l'écart relatif entre les mesures PIXE réalisées au CENBG et celles du C2RMF. L'axe vertical représente l'écart relatif, exprimé en pour-cent, entre les données CENBG et C2RMF, par rapport au C2RMF.

Tableau III.15 – Comparaison entre les teneurs élémentaires de trois échantillons archéologiques du site d'I Calanchi (Corse) déterminées par particle induced X-ray emission (PIXE) au CENBG et au C2RMF..

Échantillon		Na <sub>2</sub> O	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	SiO <sub>2</sub>	K <sub>2</sub> O	CaO	TiO <sub>2</sub>	MnO	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Zn	Ga	Rb	Sr	Zr
<b>ICA18</b>														
C2RMF	moy.	3.04	14.07	73.64	5.47	0.92	0.30	0.028	1.76	60	22	176	139	239
	$\sigma$	0.03	0.06	0.07	0.03	0.04	0.01	0.001	0.01	1	1	21	5	5
CENBG	moy.	3.08	13.99	73.91	5.69	0.92	0.27	0.027	1.55	51	19	151	104	224
	$\sigma$	-	-	-	-	-	-	> 0.001	0.17	2	2	5	7	19
<b>ICA23</b>														
C2RMF	moy.	3.06	13.68	75.94	4.95	0.61	0.01	0.054	1.27	77	24	245	27	76
	$\sigma$	0.08	0.06	0.03	0.04	0.02	0.01	0.003	0.12	5	2	9	3	5
CENBG	moy.	3.08	13.55	75.50	5.31	0.68	0.07	0.054	1.36	83	27	262	30	87
	$\sigma$	-	-	-	-	-	-	> 0.001	> 0.001	1	1	4	5	2
<b>ICA24</b>														
C2RMF	moy.	3.01	14.02	73.95	5.45	0.88	0.29	0.028	1.65	55	20	164	136	223
	$\sigma$	0.08	0.08	0.30	0.02	0.01	0.01	0.001	0.08	3	1	9	23	20
CENBG	moy.	3.13	14.22	73.81	5.46	0.84	0.29	0.027	1.54	49	16	137	102	190
	$\sigma$	-	-	-	-	-	-	0.001	> 0.001	1	1	9	10	7

moy. : moyenne ;  $\sigma$  : écart-type (1 sigma).

n : nombre de points de mesure.

\* La valeur donnée au CENBG pour les éléments majeurs correspond à une seule mesure.

Les éléments majeurs sont donnés en pourcentage d'oxyde.

Les concentrations des éléments traces sont données en  $\mu\text{g/g}$  (ppm).

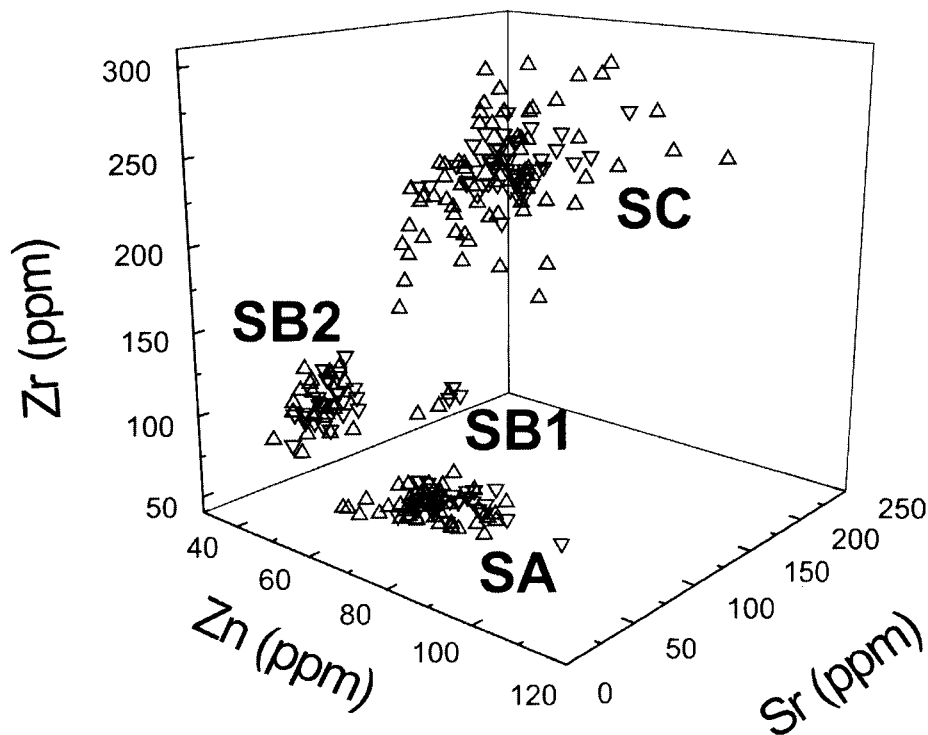


Figure III.29 – Diagramme 3D montrant le bon accord entre les mesures réalisées au CENBG ( $\Delta$ ) et au C2RMF ( $\nabla$ ) sur l'ensemble des obsidiennes (géologiques et archéologiques) caractérisées dans le cadre de ce travail.

- Pour la spectroscopie InfraRouge quantitative, l'ensemble des échantillons a été analysé en utilisant la méthode du pastillage dans le KBr (voir Fröhlich & Servant-Vildary, 1989 pour le détail complet de la méthode). Cette méthode est très faiblement consommatrice de matière (<5 mg).

### III.5.1 Caractérisation des obsidiennes sardes par spectroscopie InfraRouge Quantitative

#### *Les spectres InfraRouges et leurs traitements*

Les spectres IR ont été obtenus en transmission avec un spectromètre à transformée de Fourier (IRTF) de modèle Bruker Vector 22 entre 7500 et 370  $\text{cm}^{-1}$ . Le temps d'acquisition avoisine les 30 secondes.

La figure III.30A montre le spectre IR d'une obsidienne sarde de type SC. Il comporte typiquement trois bandes d'absorption dues à l'organisation tridimensionnelle des tétraèdres  $[\text{SiO}_4]^{4-}$  de la silice avec une bande supplémentaire vers 740  $\text{cm}^{-1}$ . Cette bande ne peut, avec certitude, et dans l'état de nos connaissances actuelles, être attribuée à un mode de vibration particulier : vibration de déformation Si-O-X ( $X=\text{Al}^{3+}$  ou autre cation, autre groupement moléculaire ou vibration de réseau d'un feldspath (Fröhlich, comm. pers.). La bande comprise entre 1000  $\text{cm}^{-1}$

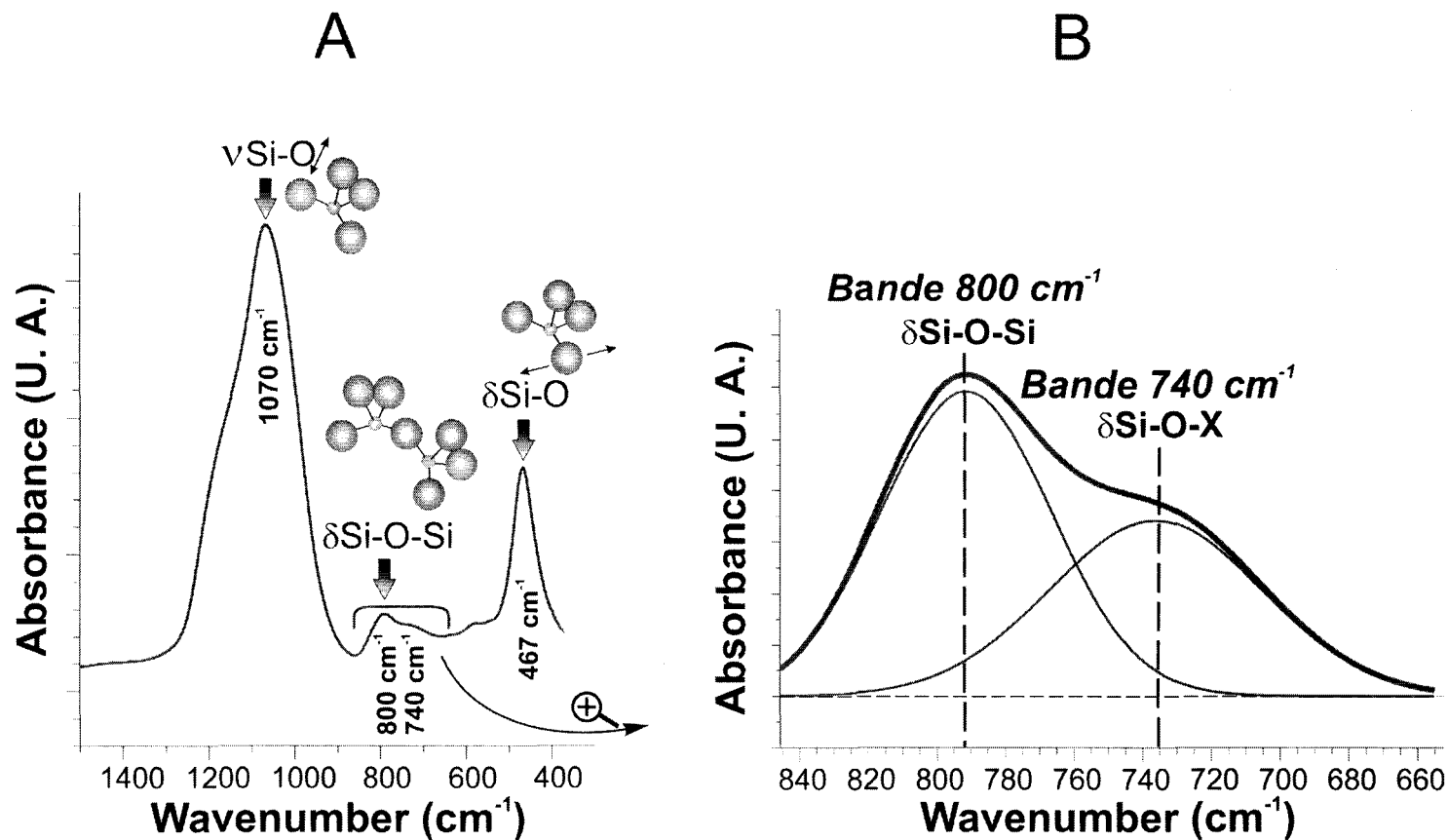


Figure III.30 – (A) : Les trois modes de vibration de la charpente moléculaire des verres de silice construite autour du groupement atomique tétraédrique [SiO<sub>4</sub>] (les atomes d'oxygène sont figurés par des cercles gris clair, les atomes de silicium par des petits cercles gris foncé, et les liaisons entre les atomes par un trait noir) et d'une obsidienne de type SC. 0,75 mg d'échantillon analysé dans une pastille de KBr. En ordonnée, pourcentage d'énergie absorbé par la pastille ; en abscisse, échelle des fréquences en nombre d'ondes par cm (cm<sup>-1</sup>). (B) : Extrait du spectre IR illustrant la déconvolution de la partie 846 cm<sup>-1</sup> – 648 cm<sup>-1</sup> à l'aide du logiciel Grams/32 (Galactic). La bande 800 cm<sup>-1</sup> correspond à un mode de vibration de déformation Si-O-Si ; la bande vers 750 cm<sup>-1</sup> pourrait être attribuée à un mode de vibration de déformation Si-O-X (X=cation ou autre groupement moléculaire). (Adapté de Le Bourdonnec et al., 2003).



et  $1100\text{ cm}^{-1}$  correspond à un mode de vibration de valence qui implique une oscillation de l'atome d'oxygène suivant la direction de la liaison Si–O. Dans l'intervalle  $430\text{ cm}^{-1} - 480\text{ cm}^{-1}$ , on trouve une seconde bande d'absorption attribuée à un mode de vibration de déformation, avec une oscillation de l'atome d'oxygène impliquant une déformation de l'angle de la liaison O–Si–O. La bande située entre  $785\text{ cm}^{-1}$  et  $800\text{ cm}^{-1}$ , d'intensité moyenne, est attribuée à une vibration de déformation Si–O–Si. (Fröhlich & Gendron-Badou, 2002).

La région d'intérêt pour les études de provenance est située entre environ  $650$  et  $850\text{ cm}^{-1}$ , dans laquelle il s'agira de déconvoluer la bande Si–O–Si et son épaulement. Ce traitement est effectué avec le logiciel *Grams/32*® version 5 (Galactic), qui détermine quatre paramètres, respectivement les fréquences et les intensités intégrées de ces deux bandes (Figure III.30B).

### *Spectroscopie InfraRouge : résultats sur les sources sardes*

Vingt sept échantillons géologiques représentatifs des quatre types d'obsidiennes sardes ont été analysés au MNHN. Leurs paramètres IRTF déterminés sont reportés en annexe E. Ils permettent une répartition des échantillons en seulement trois ensembles distincts, identifiables par un couple de diagrammes binaires. Dans la Figure III.31, les fréquences des bandes Si–O–Si et Si–O–X séparent les obsidiennes SC des obsidiennes SA, SB1 et SB2, alors que l'intensité intégrée de la bande Si–O–Si et la fréquence de la bande Si–O–X individualisent l'ensemble SB1+SB2 (Le Bourdonnec, 2003 ; Le Bourdonnec *et al.*, 2003, 2004). Les paramètres que nous avons utilisés ne permettent pas séparer les types SB1 et SB2 du Monte Arci. Cependant cette première étude, limitée à une partie réduite du spectre, semble encourageante et devra être approfondie. Malgré quelques données préliminaires, il ne peut encore être tenu pour acquis que la distinction entre îles-sources soit possible. Dans le cas négatif, cette approche expérimentale pourrait cependant se révéler utile pour la Préhistoire de la Sardaigne.

## III.5.2 Caractérisation des obsidiennes italiennes par spectroscopie Raman

### *Les spectres Raman et leurs traitements*

La plupart des mesures ont été effectuées sur un micro-spectromètre Raman Jobin Yvon LabRam Infinity (LADIR). Nous avons utilisé un laser Nd : YAG doublé émettant dans le vert à  $532\text{ nm}$ . La résolution spectrale de ce système est de l'ordre de  $2\text{ cm}^{-1}$ . Cet appareil est basé sur l'utilisation d'un filtre 'Notch' qui soustrait l'émission laser du signal mesuré. Les mesures sont réalisées avec un objectif  $100\times$  et des temps d'acquisition de  $40\text{ min}$ .

Le spectre Raman de chaque obsidienne présente tous les attributs d'un verre de silice pure (Figure III.32A). La bande majeure entre  $430$  et  $460\text{ cm}^{-1}$  souligne l'ordre à courte distance et correspond à un mode de vibration symétrique des oxygènes pontants (*bridging oxygens, BO*).

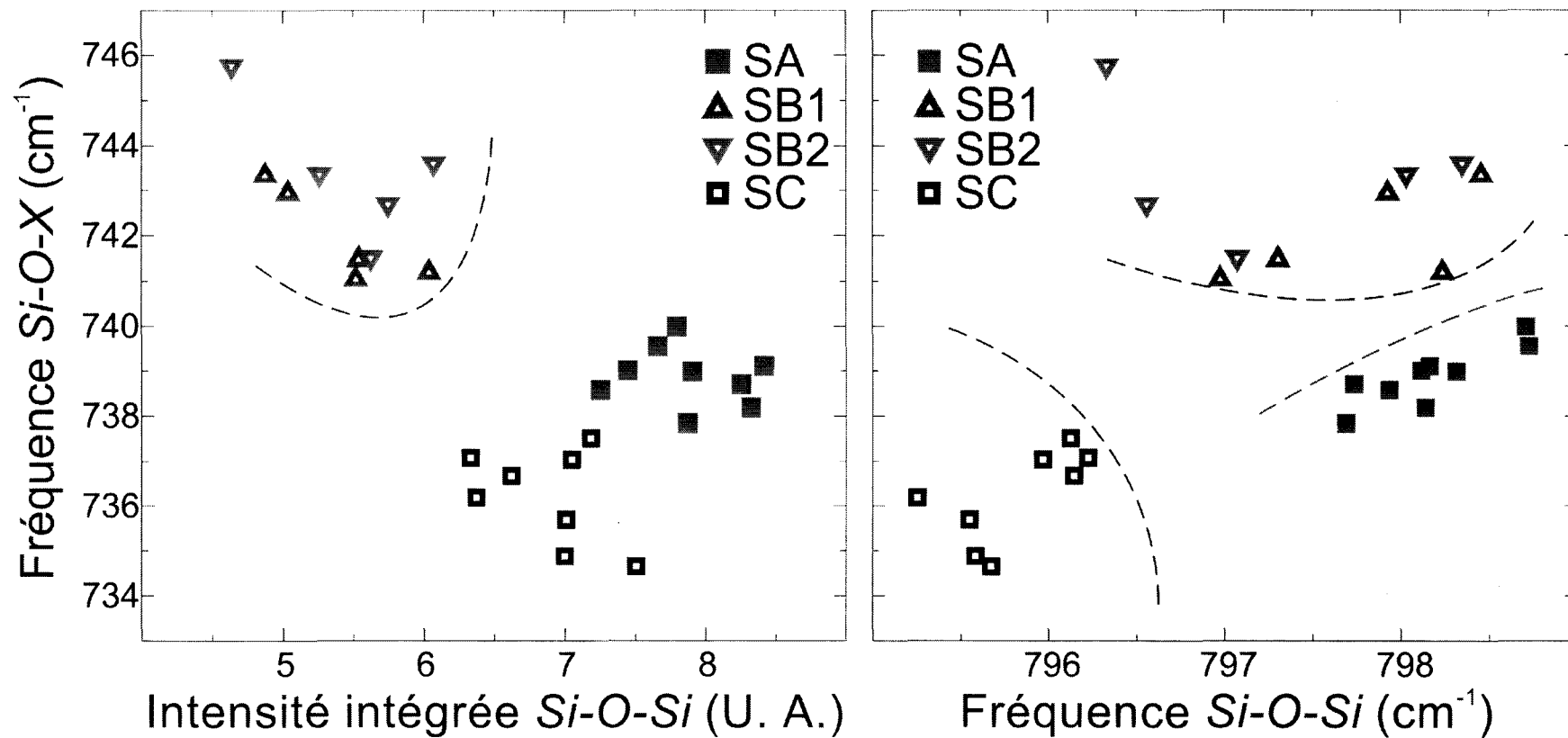


Figure III.31 – Spectroscopie IR. Diagrammes binaires 'fréquence Si-O-X vs. Intensité intégrée Si-O-Si' et 'Fréquence Si-O-X vs. Fréquence Si-O-Si' illustrant les ségrégations possibles au sein du Monte Arci (Adapté de Le Bourdonnec et al., 2003).

Les deux raies de défaut D1 et D2 associées à des cycles (Pasquarello & Car, 1998) sont aussi présentes. La bande à  $800\text{ cm}^{-1}$  est due aux mouvements des formateurs de réseaux dans les tétraèdres d'oxygène.

Le massif à haute fréquence '*stretching massif*' est composé de bandes associées aux étirements des tétraèdres et selon le nombre d'oxygènes pontants (*bridging oxygens*, BO). Elles sont nommées respectivement  $Q^4$ ,  $Q^3$  et  $Q^2$ . Leurs contributions relatives expriment l'état de polymérisation du réseau. Les variations de ce massif sont à mettre en relation avec la composition de la matrice et l'histoire thermodynamique du verre.

La variabilité de la partie haute fréquence Raman ('*stretching massif*') peut être quantifiée en déconvoluant le massif  $Q^n$  en trois contributions gaussiennes majeures (Milleville *et al.*, 2003 ; Bellot-Gurlet *et al.*, 2004). Cet ajustement est réalisé à l'aide du logiciel *Origin* (Microcal). Deux paramètres par bande peuvent être déterminés : la position et la proportion relative de l'aire d'une bande par rapport à l'aire totale du massif (Figure III.32B).

#### *Spectroscopie Raman : résultats sur les sources sardes*

Quarante échantillons géologiques provenant des quatre îles-sources de Méditerranée occidentale et centrale ont fait l'objet de cette étude (voir annexe F).

La forme du spectre permet de différencier facilement les obsidiennes de Pantelleria des obsidiennes de Sardaigne et d'un ensemble Palmarola+Lipari. Plusieurs combinaisons entre paramètres du massif haute fréquence (Aire relative  $Q^4$  vs Position  $Q^2$  ; Position  $Q^2$  vs Aire relative  $Q^3$  ; Position  $Q^4$  vs Aire Relatif  $Q^4$  ; Position  $Q^2$  et Aire relative  $Q^4$  vs. Position  $Q^4$ ) permettent une séparation des îles-sources et de l'ensemble des sources sardes archéologiquement significatives (Respectivement les Figures III.33, III.34, III.35, III.36).

### **III.6 Conclusion : Quelle stratégie pour les études de provenance en Méditerranée occidentale ?**

Rappelons tout d'abord que le but premier de tous les développements analytiques réalisés au sein du groupe bordelais est de pouvoir obtenir des méthodes de discrimination *rapides* et à *moindre coût* des sources de Méditerranée occidentale. En particulier pour *un grand nombre de pièces archéologiques* dont la matière première s'avère provenir de Sardaigne et donc pour lesquelles il est nécessaire de reconnaître les types SA, SB1, SB2 et SC du Monte Arci.

Si les méthodes présentées dans ce chapitre sont toutes efficaces pour séparer les principales sources de Méditerranée occidentale, le choix pour l'une ou l'autre d'entre elles dépendra avant tout des exigences archéologiques (analyse strictement *vs.* partiellement non-destructive), ensuite de leurs caractéristiques géométriques, enfin éventuellement (cas non encore rencontré) de particularités géochimiques ou physiques de tel ou tel échantillon.

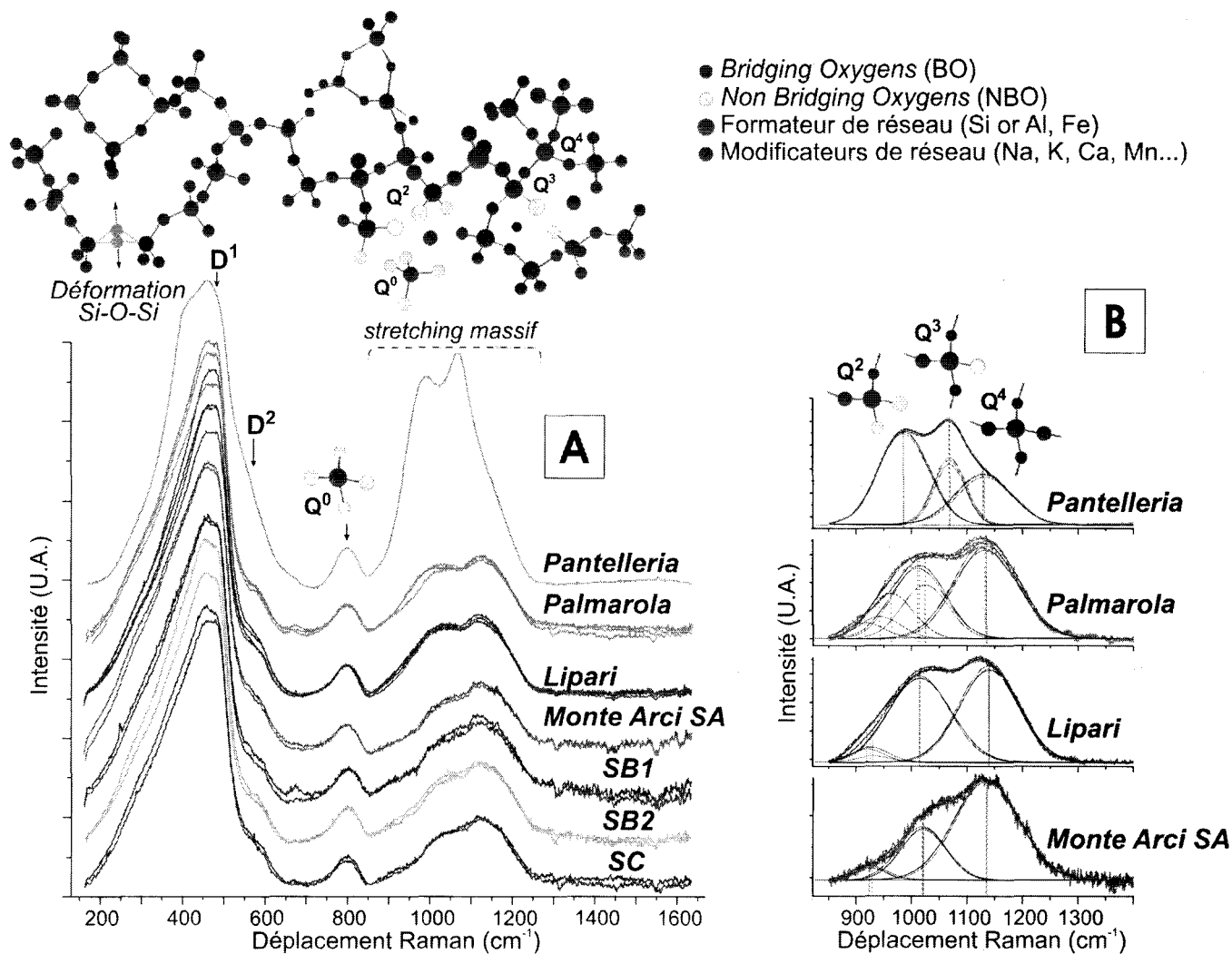


Figure III.32 – (A) : Spectres Raman des obsidiennes de Méditerranée occidentale et interprétation structurale des bandes majeures. (B) Ajustement des spectres en trois bandes des parties hautes fréquences ('stretching massif') à l'aide du logiciel Origin (Microcal) des spectres Raman des obsidiennes de Méditerranée occidentale (Adapté de le Bourdonnec et al., 2004).

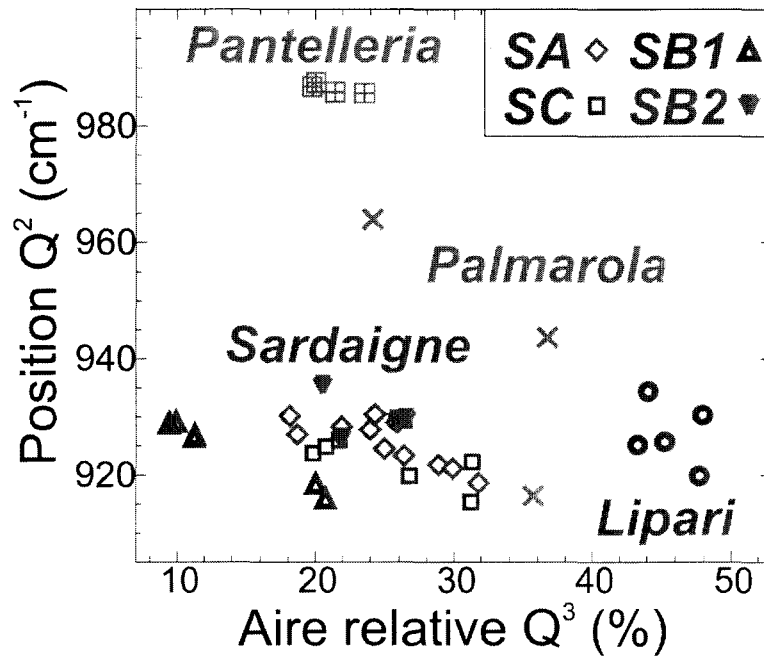


Figure III.33 – Diagramme binaire 'Aire relative Q<sup>3</sup> vs. Position Q<sup>2</sup>' permettant la discrimination des îles-sources d'obsidienne de Méditerranée occidentale (Adapté de Bellot-Gurlet et al., 2004).

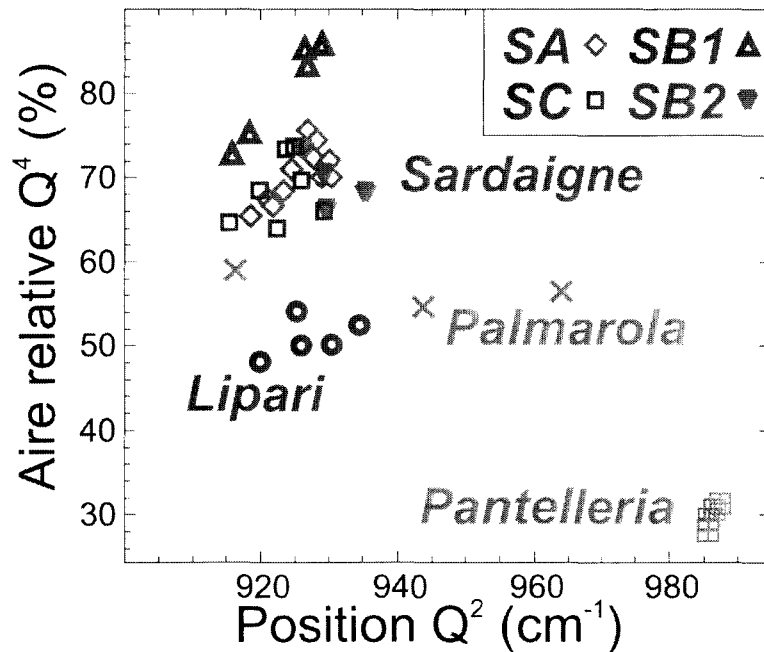


Figure III.34 – Diagramme binaire 'Position Q<sup>2</sup> vs. Aire relative Q<sup>3</sup>' permettant la discrimination des îles-sources d'obsidienne de Méditerranée occidentale (Adapté de Bellot-Gurlet et al., 2004).

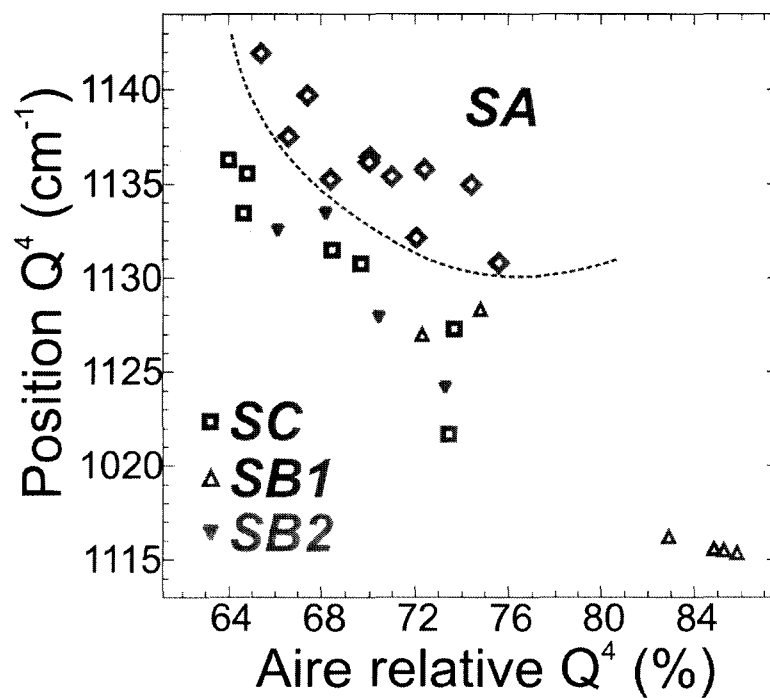


Figure III.35 – Diagramme binaire 'Position  $Q^4$  vs. Aire relative  $Q^4$ ' permettant la discrimination du type SA et d'un ensemble SB1 + SB2 + SC (Adapté de Bellot-Gurlet et al., 2004).

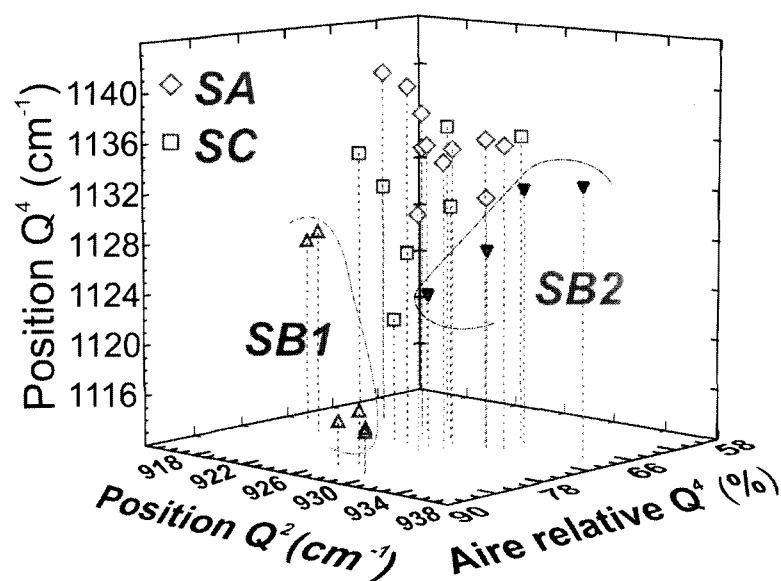


Figure III.36 – Diagramme ternaire 'Position  $Q^2$  et Aire relative  $Q^4$  vs. Position  $Q^4$ ' permettant d'individualiser les types SB de Sardaigne (Adapté de Bellot-Gurlet et al., 2004).

*Lorsqu'un prélèvement sur un artefact est permis...*

S'il est possible d'effectuer un prélèvement sur une pièce archéologique, la caractérisation par SEM-EDS s'impose naturellement. Elle ne nécessite en effet qu'un fragment millimétrique en section polie. Elle est peu coûteuse et la grande disponibilité de microscopes électroniques à balayage dans les laboratoires l'appelle à un grand avenir. Limitée à la seule détermination de six éléments majeurs, elle pourrait éventuellement, dans des cas douteux (non rencontrés cependant dans ce travail), être complétée sur la même section, par des mesures en EMP-WDS, complétant l'analyse des majeurs, voire même par des mesures en PIXE par microfaisceau à la microsonde nucléaire. La spectroscopie par IRTF, ne requérant qu'une quantité à peu près équivalente, de 5 mg de poudre, pourrait s'avérer comme une alternative intéressante pour les obsidiennes sardes.

***Dans ce cas donc, l'emploi de méthodes 'lourdes', comme l'INAA ou différentes variétés d'analyses par ICP utilisées dans le passé, ne sont donc plus vraiment à considérer en contexte Nord-tyrrhénien.***

*Lorsqu'une approche strictement non destructive est obligatoire...*

Deux méthodes sont en présence, PIXE et XRF. La première est plus 'légère', la seconde, moins accessible (liée aux disponibilités de faisceaux d'ions) demande un équipement plus lourd, ce qui est loin de l'éliminer. En effet, les équipements d'analyse par XRF exigent souvent une certaine surface d'analyse de l'échantillon, et ne peuvent de ce fait s'appliquer aux microlithes de l'industrie préhistorique. Le PIXE, dans sa variété 'microsonde nucléaire', n'éprouve pas cette limite, et permet par ailleurs dans sa variété 'faisceau extrait' de traiter aisément des séries d'échantillons de toutes tailles offrant des surfaces supérieures à quelques mm<sup>2</sup>. Le PIXE donne également accès à un plus grand nombre d'éléments, dont la plupart des majeurs, qui peuvent donner une assise plus 'substantiée' aux études de provenance. Les deux méthodes apparaissent donc comme complémentaires.

Deux autres options pourraient s'ajouter dans le futur. D'une part, la microspectroscopie Raman, dans la mesure où les temps de mesure pourraient être réduits. Présentement, leur durée ne peut que limiter impérativement cette voie à des cas très particuliers. Et d'autre part, la spectroscopie IR par réflexion, non encore testée dans ce contexte, et qui mériterait de l'être.

## Chapitre IV

# MICROSONDE ÉLECTRONIQUE ET CARACTÉRISATION DES OBSIDIENNES DE MÉDITERRANÉE OCCIDENTALE

*Introduction à l'article 'Monte Arci (Sardinia) obsidians : new geochemical data from electron microprobe and ion beam analysis' paru en 2005 dans '3<sup>e</sup> Convegno Internazionale. L'ossidiana del Monte Arci nel Mediterraneo. Atti del Convegno. Pau (Sardaigne), 25-26 septembre 2004. Edition PTM'.*

LES PREMIÈRES RECHERCHES DE PROVENANCE de l'obsidienne néolithique en Méditerranée occidentale à partir des signatures géochimiques avaient utilisé les teneurs en éléments traces obtenues par spectrométrie d'émission optique (Cann & Renfrew, 1964) et activation neutronique (Hallam *et al.*, 1976 ; Ammerman *et al.*, 1990 ; McKay & Warren 1983 ; Randle *et al.*, 1993, etc.). Une équipe italienne avait de son côté utilisé la méthode XRF à partir des intensités relatives de pics du spectre d'émission d'éléments traces tels que Nb, Y, Zr, Rb et Sr (Cisci *et al.*, 1994).

En 1997, Tykot devait montrer que la seule détermination des éléments majeurs par microsonde électronique –EMP– permettait d'une part de caractériser les obsidiennes de chaque île-source de Méditerranée centrale et occidentale et d'autre part de distinguer les quatre types d'obsidiennes de Sardaigne. (Tykot, 1997). Dans cette dernière île, Tykot avait analysé par cette méthode 125 échantillons géologiques et 600 pièces archéologiques.

Dans l'article qui suit cette introduction, publié en 2005, les résultats obtenus sur les 44 premiers échantillons d'obsidienne du Monte Arci traités par EMP dans ce travail étaient présentés sous forme graphique. Les valeurs moyennes correspondant aux quatre types d'obsidiennes du Monte Arci y étaient comparées (tableau 1) à leurs équivalentes obtenues en EMP par Tykot (1997) sur échantillons géologiques. Nous y constatons déjà un excellent accord entre les deux laboratoires, que devaient confirmer nos résultats suivants, comme le montre le Tableau actualisé II.6 (voir chapitre précédent). De plus, dans cet article (son Tableau 3) nous montrions l'équivalence entre EMP et PIXE pour la détermination des teneurs en éléments majeurs.

*Désormais, il pouvait ainsi devenir possible de travailler 'en routine' en EMP, dès lors qu'un prélèvement minime pouvait être effectué sur un objet archéologique, son 'rattachement' à un type géochimique donné pouvant alors se faire par rapport à une banque de données EMP/PIXE sur les obsidiennes géologiques.*





# Monte Arci (Sardinia) obsidians: new geochemical data from electron microprobe and ion beam analysis

F.-X. Le Bourdonnec<sup>1</sup>, C. Lugliè<sup>2</sup>, S. Dubernet<sup>1</sup>, M. Bohn<sup>3</sup> and G. Poupeau<sup>1</sup>

<sup>1</sup> Institut de Recherche sur les Archéomatériaux, UMR 5060, CNRS-Université Bordeaux 3, 33607 Pessac, France. [françois.lebourdonnec@etu.u-bordeaux3.fr](mailto:françois.lebourdonnec@etu.u-bordeaux3.fr), [Gerard.Poupeau@u-bordeaux3.fr](mailto:Gerard.Poupeau@u-bordeaux3.fr), [Stephan.Dubernet@u-bordeaux3.fr](mailto:Stephan.Dubernet@u-bordeaux3.fr).

<sup>2</sup> Dipartimento di Scienze Archeologiche e Storico-Artistiche, Università di Cagliari. [luglie@unica.it](mailto:luglie@unica.it)

<sup>3</sup> Domaines Océaniques, UMR 6538, CNRS-Université de Bretagne Occidentale, Brest, France. [Marcel.bohn@ifremer.fr](mailto:Marcel.bohn@ifremer.fr)

## Riassunto

Si presentano in questo lavoro nuovi dati geochimici sulle ossidiane del Monte Arci (Sardegna) sulla base di analisi della composizione elementare effettuate alla microsonda (EMP) e per emissione di raggi X indotta da protoni (PIXE). Le ossidiane appartenenti ai gruppi geochimici SA, SB1, SB2 ed SC possono essere discriminate in base al loro contenuto in elementi maggiori mediante EMP ed in base al loro contenuto in tracce mediante PIXE. Mentre le analisi EMP richiedono un frammento lucidato di pochi milligrammi, PIXE è un metodo del tutto non distruttivo. Sono stati analizzati quaranta campioni prelevati nell'ambito di un programma finalizzato alla caratterizzazione dei depositi secondari del Monte Arci.

## Abstract

We bring new geochemical data on Monte Arci (Sardinia) obsidians from elemental analyses by electron microprobe (EMP) and proton-induced X-ray emission (PIXE). Obsidians from the geochemical groups SA, SB1, SB2 and SC can be sorted out from their major element contents by EMP and from their trace element contents by PIXE. While EMP analysis requires for analysis a few milligrams polished fragment, PIXE is strictly non-destructive. Forty samples were part of a program aimed at the geochemical characterization of Monte Arci secondary sources.

## 1. Introduction

The Monte Arci volcanic complex was by far the most important origin of obsidians used by Neolithic men in the Ligurian area. Although up to seven discrete obsidian geochemical type-compositions were recognized among the Monte Arci sources (Tykot, 2002), for archaeological purposes -circulation and provenance of raw material studies- only four types, dubbed SA, SB1, SB2 and SC (Hallam *et al.*, 1976; Mackey and Warren, 1983; Tykot, 1997) have to be discriminated. In preceding *Convegni Internazionali* on the Monte Arci obsidians, we showed that alternatives approaches based on structural properties could easily be used to discriminate

these obsidians in quasi non-destructive to non-destructive conditions (Poupeau *et al.*, 2004a, b). In the frame of a program aimed at the geochemical mapping of Monte Arci secondary obsidian sources (Meloni *et al.*, 2004a, b ; Tanda *et al.*, 2004) and at Ligurian obsidian provenance studies (Luglié *et al.*, 2004) we are also developing conventional elemental analyses. It is the purpose of this article to present new data on Monte Arci obsidians obtained by electron microprobe (EMP) and Particle-induced X-ray emission (PIXE).

## 2. Electron Microprobe analyses

Samples polished sections were analysed with the wavelength dispersive system (WDS) of an SX50 (CAMECA) electron microprobe at IFREMER (Brest). Using a five microns diameter electron beam of 15 keV and a beam intensity of 20 nA the counting times were limited to eight seconds. Elemental compositions (as % oxides) were computed from the average of five to ten spot measurements per sample using the PAP software (Pouchou and Pichoir, 1984). The composition of one Monte Arci SA-type sample (SA-66) used as an internal obsidian standard to insure consistency between analytical sessions was systematically determined from ~20 point measurements.

Forty four samples, mostly from primary but also sub-primary (down-warped blocks and pebbles) Monte Arci sources, were analyzed. Their glassy matrix appeared to be very homogeneous. Only exceptionally some point measurements, apparently due to the presence of feldspar crystals, had to be rejected. For all samples, standard deviation of spot measurements around the mean value for major element oxides were found to be <5% for Na, Al, Si, K, <10% for Ca and <30% for Fe. They reached higher values only for the four elements with oxides contents lower than 0.3%, as for Ti (<50%), Mg, P, and Mn (<80%). A discriminant analysis showed that four types of composition corresponding to the SA, SB1, SB2 and SC Monte Arci obsidians are clearly individualized (figure 1).

Within each geochemical type, the elemental EMP composition is remarkably constant, as shown in table 1, with coefficient correlations <3% for Na, Al, Si, K, <9% Ca, and <17% for Ti. We also reported in Table 1 the EMP microprobe data given by Tykot (1997). Although the number of samples analysed by Tykot is by far larger than in this work, the agreement between the two sets of data is very good, as exhibited in figure 2. The only systematic differences concern a slight 5 to 9% in K<sub>2</sub>O contents and a factor of two in MnO contents. The large discrepancy in MnO contents might result from the fact this element is near to detection limit. This however has no influence on EMP geochemical type discrimination. Although a statistical analysis singles easily the four Monte Arci obsidian types (figure 1), binary diagrams as illustrated by figures 3 and 4 can also resolve the issue.

### 3. PIXE analyses

PIXE analyses were carried out using proton beams at *Centre d'Etude Nucléaire de Bordeaux-Gradignan* (CENBG) and at *Centre de Recherche et de Restauration des Musées de France* (C2RMF, Paris). The samples were prepared as polished sections and the measures were taken on three point of their surface in order to minimize local element content variations effects. But rare exceptions, each sample PIXE composition was calculated as the average of these three measures. Data treatments were made with the 2000 version of the GUPIX software (Maxwell *et al.*, 1989, Campbell *et al.*, 2000). Fourteen elements, Na, Al, Si, Cl, K, Ca, Ti, Mn, Fe, Zn, Ga, Rb, Sr, and Zr were systematically dosed. The only element content which was found to be highly variable inside a sample was Cl, which will not be considered in the following. Trace elements Y and Nb were found to be often near to detection level.

At CENBG we used the nuclear microprobe facility associated to a 4 MV Van de Graaff accelerator. The obsidians were fixed on the rotary sample holder of a vacuum chamber and exposed to a ~5 micrometers diameter beam operating in a scanning mode to cover a ~700x700  $\mu\text{m}^2$  surface area. As only one Si(Li) detector was available, element contents had to be determined in two steps. Light elements Na, Al, Si, K, Ca, Ti, Mn and Fe contents were dosed using a proton energy of 1.5 MeV, while Fe, Zn, Ga, Rb, Sr, and Zr required a higher 2.7 MeV energy.

At C2RMF we used the external micro-beam line of the AGLAE 2 MV accelerator tandem Van de Graaff. As two Si(Li) detectors were at disposal, light and heavy elements could be dosed in a single run (Calligaro *et al.*, 1996, 2002). On this facility, the 3 MeV protons beam is operating in the room atmosphere after its exit from the accelerator vacuum through a thin silicon nitride foil. It impinges the sample with a diameter of about 30 microns. In order to minimize the free air absorption of low-energy X-rays, a lowering of the atmospheric mean atomic number was obtained through a flux of Helium between sample and detector. The high-energy X-ray detector was protected against low-energy X-rays by an aluminium filter. A motorized stage allowed one to move the samples during irradiation in order to average the analysis over a ~200x200  $\mu\text{m}^2$  surface. An internal obsidian standard systematically analysed in all PIXE sessions insured internal consistency between the measurements realized in vacuum (at CENBG) and in the room atmosphere (C2RMF), as shown in Poupeau *et al.* (2004b) and Le Bourdonnec *et al.* (2005).

Aliquots of twenty four Monte Arci obsidians of geochemical types otherwise determined (our unpublished ICP-AES and ICP-MS data, and P. Acquafredda, G. Bigazzi and A.M. de Francesco, pers. comm.) were analysed (Poupeau *et al.*, 2004b, Le Bourdonnec *et al.*, 2005). The average PIXE elemental composition for each group is reported in Table 2, where it appears that a clear-cut discrimination between Monte Arci obsidian types can be obtained from Ti, Zn, Sr, and Zr contents, as illustrated by f. i. the binary diagrams of figures 5 and 6. Obsidians

from the SC group are also characterized by slightly higher Al, Ca, Fe and lower Si and Rb than those from types SA and SB.

Three samples were analysed by EMP and by PIXE. Eight major elements could be dosed by both methods. Taking into account the intrinsic lower precision of PIXE-determined element concentrations relative to EMP, the results obtained by these two approaches appear to be consistent, as shown in table 3.

### **Additional comments and perspectives**

In provenance studies, the relative abundances of SA, SB (sometimes subdivided into SB1 and SB2) and SC obsidians present within a Neolithic site are often reported. The meaning of these mixed obsidian populations is not always clear. We believe that one step towards their interpretation would be to characterize the pebble populations which constitute the many secondary obsidian sources around the Monte Arci, notably in river beds and terraces. Forty of the samples analysed here by EMP were selected in the field specifically to be included in a program of geochemical fingerprinting of primary to secondary sources (Meloni *et al.*, 2004b). The sampling localisation of these obsidians and their determined geochemical types are given in figure 7. These data are complementary to that given for more distant secondary sources by Meloni *et al.* (2004b). Their meaning will be discussed further with additional EMP data in a more comprehensive report in preparation.

Although “destructive” fingerprinting methods such as elemental analysis by EMP (Tykot, 1997 and this work) or structural analysis by electron spin resonance (Poupeau *et al.*, 2004b; Duttine, 2005) require only a few milligrams fragment for Western Mediterranean obsidian sourcing studies, this is still too much for some samples. Methods are required which keep absolutely the integrity of the material submitted to analyses. We have shown (Le Bourdonnec *et al.*, 2005 and in this work) that ion beam analysis by PIXE is one such method. It proved to be particularly useful for the study of early Neolithic obsidians as for the Su Carroppu Sardinian site (Lugliè *et al.*, 2004).

### **Acknowledgements**

We are very indebted to the colleagues who provided us with aliquotes of their Monte Arci obsidian samples, Pasquale Acquafredda (Bari), Giulio Bigazzi (Pisa) and Anna Maria de Francesco (Arcavata di Rende). The PIXE analyses would not have been possible without the generous collaboration of Philippe Moretto and Laurent Serani at CENBG (Gradignan) and Thomas Calligaro, Jean-Claude Dran, Brice Moignard and Laurent Pichon at C2RMF (Paris).

## References

- CALLIGARO T., MACARTHUR J. D., AND SALOMON J. 1996, *An improved experimental setup for the simultaneous PIXE analysis of heavy and light elements with a 3 Mev proton external beam*, Nuclear Instruments and Methods in Physics Research B, 109/110, pp. 125-128.
- CALLIGARO T., DRAN J.C., MOIGNARD B., PICHON L., SALOMON J., AND WALTER PH. 2002, *Ion beam analysis with external beams: Recent set-up improvements*, Nuclear Instruments and Methods in Physics Research B, 188, pp. 135-140.
- CAMPBELL J.L., HOPMAN T.L., MAXWELL J.A., AND NEJEDLY Z. 2000, *The Guelph PIXE software package III: Alternative proton database*, Nuclear Instruments and Methods in Physics Research B, 170, pp. 193-204.
- DUTTINE M. 2005, *Recherche de provenance de quartz et d'obsidiennes préhistoriques en Europe occidentale. Apports de la résonance paramagnétique électronique*, Ph. D., Université Bordeaux 3, pp. 334.
- HALLAM B. R., WARREN S. E., AND RENFREW C. 1976, *Obsidian in the western Mediterranean: characterisation by neutron activation analysis and optical emission spectroscopy*, Proceedings of the Prehistoric Society, 42, pp. 85-110.
- LE BOURDONNEC F.-X., DELERUE S., DUBERNET S., MORETTO PH., CALLIGARO T., DRAN J.C., AND POUPEAU G. 2005, *PIXE characterization of Western Mediterranean and Anatolian obsidians and Neolithic provenance studies*, Nuclear Instruments and Methods in Physics Research B, Accepted.
- LUGLIÈ C., ATZENI E., POUPEAU G., LE BOURDONNEC F.-X., DUBERNET S., AND TOURNIÉ A. 2004, *Circolazione dell'ossidiana nel Neolitico a ceramica cardiale della Sardegna: il caso del riparo di Su Carroppu di Sirri (Carbonia, CA)*, XXXIX Riunione Scientifica dell'Istituto Italiano di Preistoria e Protostoria, Firenze, 25-27 novembre 2004, Abstract and in press.
- MACKEY M. P., AND WARREN S. E. 1982, *The identification of obsidian sources in the Monte Arci region of Sardinia*, Proceedings of the 22<sup>nd</sup> Symposium on Archaeometry, University of Bradford, UK, pp. 420-431.
- MAXWELL J. A., CAMPBELL J. L., AND TEESDALE W. J. 1989, *The Guelph PIXE software package*, Nuclear Instruments and Methods in Physics Research B, 43, pp. 218-230.
- MELONI S., LUGLIÈ C., ODDONE M. AND GIODANI L. 2004a, *Characterization of Obsidian Samples from Monte Arci (Sardinia, Italy): implications for provenance investigations on obsidian artifacts*, in CASTELLI P., CAULI B., DI GREGORIO F., LUGLIÈ C., TANDA G., USAI C. (a cura di), *L'ossidiana del Monte Arci nel Mediterraneo: recupero dei valori di un territorio*, Atti del convegno, Oristano, 29 novembre -1 dicembre 2002, pp. 77-92.

- MELONI S., LUGLIÈ C., ODDONE M. AND GIODANI L. 2004b, *Ossidiana di Monte Arci: nuovi dati sulla composizione delle diverse fonti*, 2° Convegno internazionale *L'ossidiana del Monte Arci nel Mediterraneo*, Atti del convegno, Pau, 28-30 novembre 2003, pp. 311-322.
- POUCHOU J. L. AND PICHOIR F. 1984, *A new model for quantitative X-ray-microanalysis. 1. Application to the analysis of homogeneous samples*. La Recherche Aérospatiale, 1984-3, pp. 167-192.
- POUPEAU G., SCORZELLI R. B., VILLENEUVE G., DUTTINE M., DUBERNET S., STEWART S., BELLOT-GURLET L., FRÖHLICH F., LE BOURDONNEC F.-X. AND DELERUE S. 2004a, *Obsidian characterization from structural properties and provenance studies. The case of the Monte Arci (Sardinia, Italia) obsidians*, in CASTELLI P., CAULI B., DI GREGORIO F., LUGLIÈ C., TANDA G., USAI C. (a cura di), *L'ossidiana del Monte Arci nel Mediterraneo: recupero dei valori di un territorio*, Atti del convegno, Oristano, 29 novembre -1 dicembre 2002, pp. 98-106.
- POUPEAU G., LE BOURDONNEC F.-X., DUTTINE M., VILLENEUVE G., DUBERNET S., LUGLIÈ C., MORETTO PH., BELLOT-GURLET L., FRÖHLICH F., SCORZELLI R. B., SOUZA AZEVEDO I., LÓPEZ A., AND STEWART S. 2004b, *The Monte Arci obsidian: new fingerprinting approaches in provenance studies*, 2° Convegno internazionale *L'ossidiana del Monte Arci nel Mediterraneo*, Atti del convegno, Pau, 28-30 novembre 2003, pp. 323-332.
- TANDA G., LUGLIÈ C., MELONI S., ODDONE M., POUPEAU G. AND LE BOURDONNEC F.-X. 2004, *L'ossidiana del Monte Arci: nuove acquisizioni sullo sfruttamento e sulla circolazione alla luce dei dati archeometrici*, XXXIX Riunione Scientifica dell'Istituto Italiano di Preistoria e Protostoria, Firenze, 25-27 novembre 2004, Abstract.
- TYKOT R. H. 1997, *Characterization of the Monte-Arci (Sardinia) obsidian sources*, Journal of Archaeological Science, 24, pp. 467-479.
- TYKOT R.H. 2002, *Chemical Fingerprinting and Source Tracing of Obsidian: The Central Mediterranean Trade in Black Gold*, Acc. Chem. Res., 35, pp. 618-627.

**Table 1: Mean electron microprobe (EMP) compositions of SA, SB1, SB2 and SC types of Monte Arci obsidians as determined in this work and by Tykot (1997). Ave, average values (oxides %); sd, standard deviations; N, number of samples analyzed.**

	Na <sub>2</sub> O	MgO	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	SiO <sub>2</sub>	P <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	K <sub>2</sub> O	CaO	TiO <sub>2</sub>	MnO	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	BaO
<b>SA type</b>											
<i>This study</i>											
ave	3.43	0.08	13.32	74.45	0.08	5.52	0.58	0.08	0.06	1.31	nd
sd	0.09	0.01	0.01	0.47	0.01	0.06	0.03	0.01	0.01	0.07	-
N	13	13	13	13	13	13	13	13	11	13	-
<i>Tykot, 1997</i>											
ave	3.45	0.08	13.40	74.72	0.06	5.25	0.59	0.09	0.08	1.25	0.02
sd	0.11	0.01	0.15	0.25	0.01	0.13	0.03	0.01	0.01	0.09	0.02
N	204	206	205	204	60	204	205	206	60	206	201
<b>SB1 type</b>											
<i>This study</i>											
ave	3.35	0.01	13.72	74.08	0.12	6.08	0.74	0.19	0.05	1.01	nd
sd	0.03	0.04	0.02	0.19	0.01	0.06	0.01	0.02	0.02	0.18	-
N	8	8	8	8	8	8	8	8	4	8	-
<i>Tykot, 1997</i>											
ave	3.38	0.13	13.62	73.84	0.04	5.56	0.75	0.17	0.10	1.35	0.05
sd	0.10	0.04	0.10	0.35	0.01	0.20	0.06	0.03	0.02	0.17	0.02
N	28	28	28	28	21	28	28	28	21	28	28
<b>SB2 type</b>											
<i>This study</i>											
ave	3.41	0.13	13.16	75.57	0.07	5.81	0.59	0.14	0.06	1.16	nd
sd	0.05	0.03	0.14	0.47	0.01	0.06	0.03	0.02	0.02	0.12	-
N	6	6	6	6	6	6	6	6	5	6	-
<i>Tykot, 1997</i>											
ave	3.36	0.11	12.97	75.08	0.04	5.46	0.57	0.13	0.08	1.15	0.02
sd	0.06	0.02	0.14	0.27	0.01	0.11	0.02	0.02	0.01	0.09	0.02
N	128	130	129	127	81	81	130	130	81	129	130
<b>SC type</b>											
<i>This study</i>											
ave	3.30	0.14	13.92	73.70	0.11	6.33	0.84	0.27	0.04	1.25	nd
sd	0.07	0.07	0.14	0.43	0.02	0.10	0.08	0.03	0.01	0.31	-
N	17	17	17	17	17	17	17	17	11	17	-
<i>Tykot, 1997</i>											
ave	3.31	0.20	13.92	72.71	0.03	5.90	0.87	0.27	0.14	1.52	0.11
sd	0.11	0.06	0.18	0.34	0.01	0.18	0.08	0.03	0.01	0.19	0.02
N	336	335	337	336	120	336	337	338	120	330	336



*Table 2: Mean particle induced X-ray emission (PIXE) compositions of SA, SB1, SB2 and SC types of Monte Arci obsidians as determined in this work. Na to Fe contents are given in oxides %, Zn to Zr in ppm. Legends as in table 1.*

Type		Na <sub>2</sub> O	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	SiO <sub>2</sub>	K <sub>2</sub> O	CaO	TiO <sub>2</sub>	MnO	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Zn	Ga	Rb	Sr	Zr
SA	ave	3.40	13.65	75.72	4.92	0.60	0.09	0.05	1.27	76	24	251	28	77
(N=7)	sd	0.06	0.12	0.14	0.12	0.01	0.01	0.01	0.04	3	1	14	4	8
SB1	ave	3.43	13.89	74.93	5.03	0.73	0.14	0.05	1.44	72	24	251	65	121
(N=6)	sd	0.05	0.11	0.15	0.08	0.02	0.01	0.01	0.06	2	1	10	4	6
SB2	ave	3.23	13.26	75.88	5.27	0.61	0.13	0.03	1.24	44	19	237	42	108
(N=7)	sd	0.12	0.13	0.24	0.20	0.06	0.02	0.01	0.08	3	2	16	8	14
SC	ave	3.29	14.23	73.69	5.45	0.87	0.27	0.03	1.72	58	21	179	127	238
(N=4)	sd	0.07	0.13	0.17	0.11	0.03	0.02	0.01	0.14	5	2	18	20	17

*Table 3: Comparison between the elemental compositions determined respectively by EMP and PIXE for three Monte Arci obsidians. Legends as in table 1; n, number of spot measures per sample.*

Sample			Na <sub>2</sub> O	MgO	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	SiO <sub>2</sub>	P <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	K <sub>2</sub> O	CaO	TiO <sub>2</sub>	MnO	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>
<b>SA type</b>												
ARC-URS	EMP	ave	3.65	0.06	13.45	75.38	0.07	5.42	0.64	0.08	0.06	1.22
		sd	0.29	0.02	0.29	0.22	0.05	0.23	0.07	0.03	0.03	0.15
		n	5	5	5	5	3	5	5	5	3	5
	PIXE	ave	3.38	nd	13.77	75.66	nd	4.83	0.59	0.09	0.05	1.28
		sd	0.04	-	0.01	0.01	-	0.05	0.01	0.01	0.01	0.08
		n	7	-	7	7	-	7	7	7	7	7
SA-66	EMP	ave	3.52	0.07	13.34	74.64	0.08	5.51	0.59	0.08	0.07	1.24
		sd	0.34	0.02	0.23	0.38	0.04	0.27	0.11	0.03	0.05	0.12
		n	17	17	17	17	16	17	17	16	11	17
	PIXE	ave	3.43	nd	13.55	75.75	nd	4.94	0.62	0.08	0.05	1.31
		sd	0.09	-	0.05	0.14	-	0.06	0.03	0.01	0.01	0.01
		n	3	-	3	3	-	3	3	3	3	3
<b>SB2 type</b>												
SB2-74B	EMP	ave	3.47	0.15	13.17	75.51	0.08	5.78	0.58	0.16	nd	1.08
		sd	0.05	0.01	0.09	0.11	0.04	0.06	0.04	0.03	-	0.08
		n	5	5	5	5	5	5	5	5	-	5
	PIXE	ave	3.35	nd	13.21	75.65	nd	5.09	0.74	0.14	0.03	1.33
		sd	0.06	-	0.13	0.39	-	0.05	0.27	0.01	0.01	0.02
		n	3	-	3	3	-	3	3	3	3	3

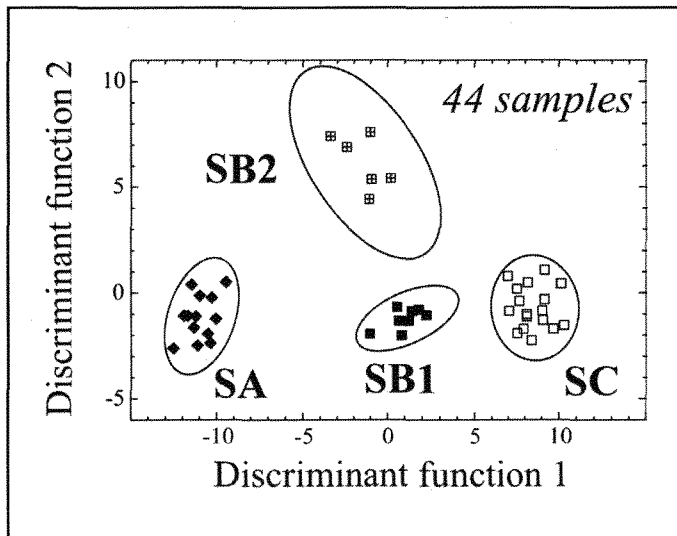


Fig. 1:  
Discriminant analysis of EMP data for 44 Monte Arci obsidians. Ellipses represent the 90% confidence level for the four Monte Arci geochemical types.

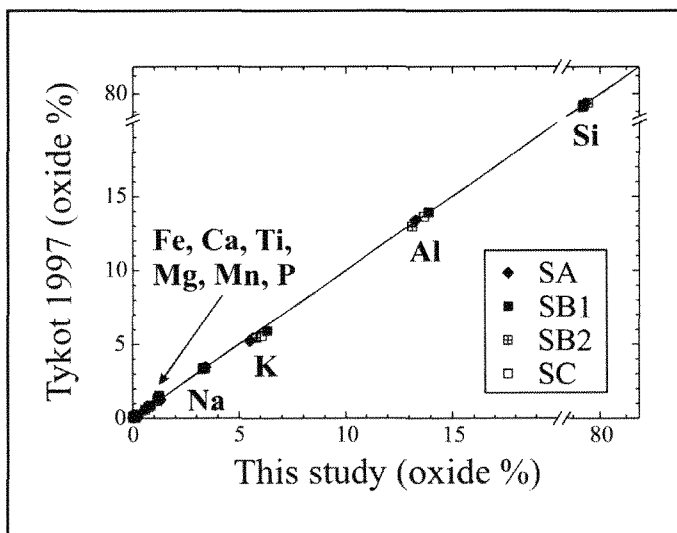


Fig. 2:  
Comparison between oxides contents determined by EMP on Monte Arci obsidians in this work and by Tykot (1997).

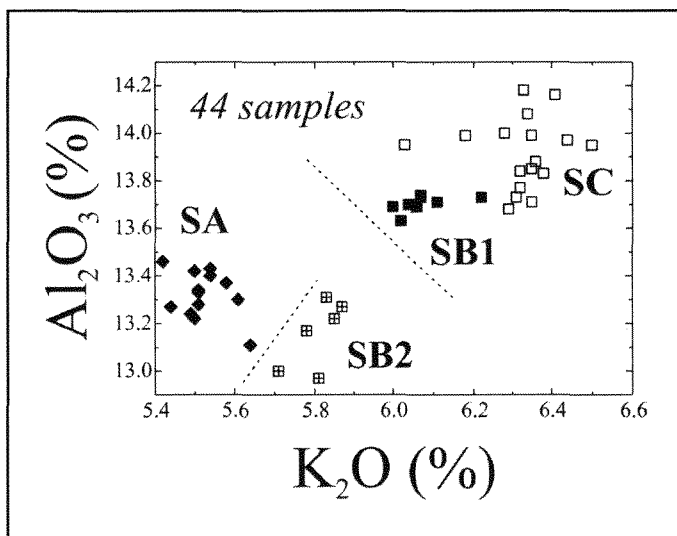
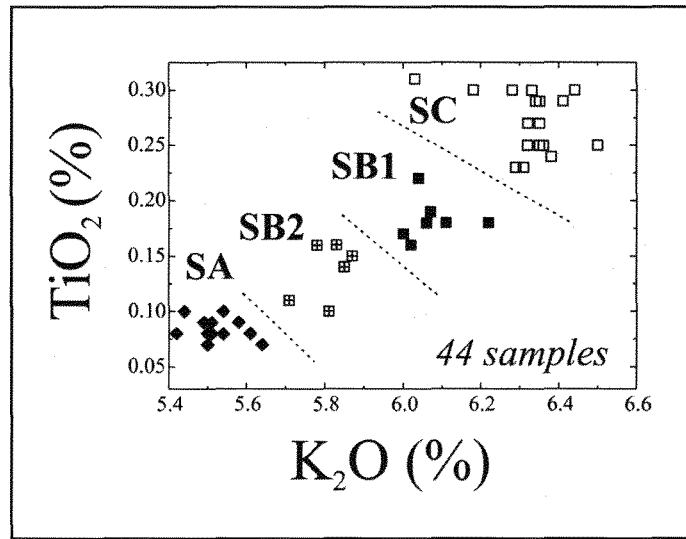
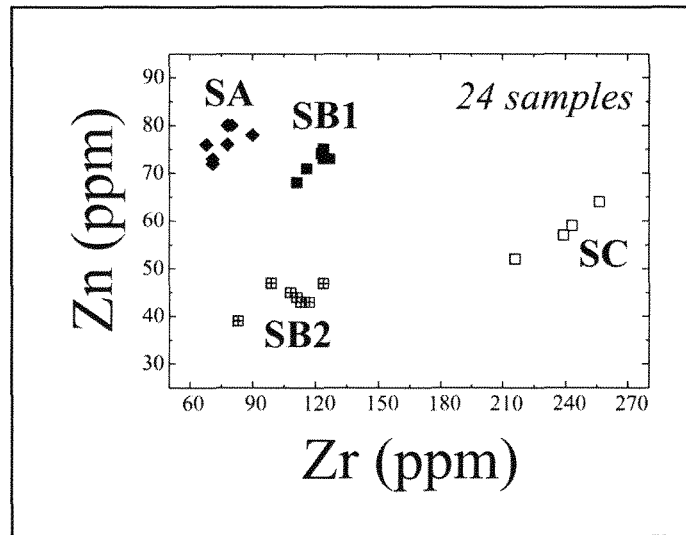


Fig. 3:  
Comparison between the  $Al_2O_3$  and  $K_2O$  contents as determined by EMP on Monte Arci obsidians.

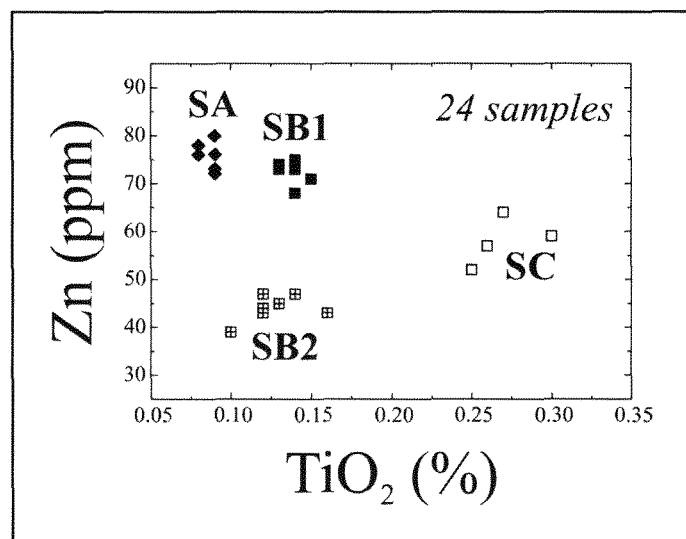
**Fig. 4:**  
*Comparison between the  $TiO_2$  and  $K_2O$  contents as determined by EMP on Monte Arci obsidians.*

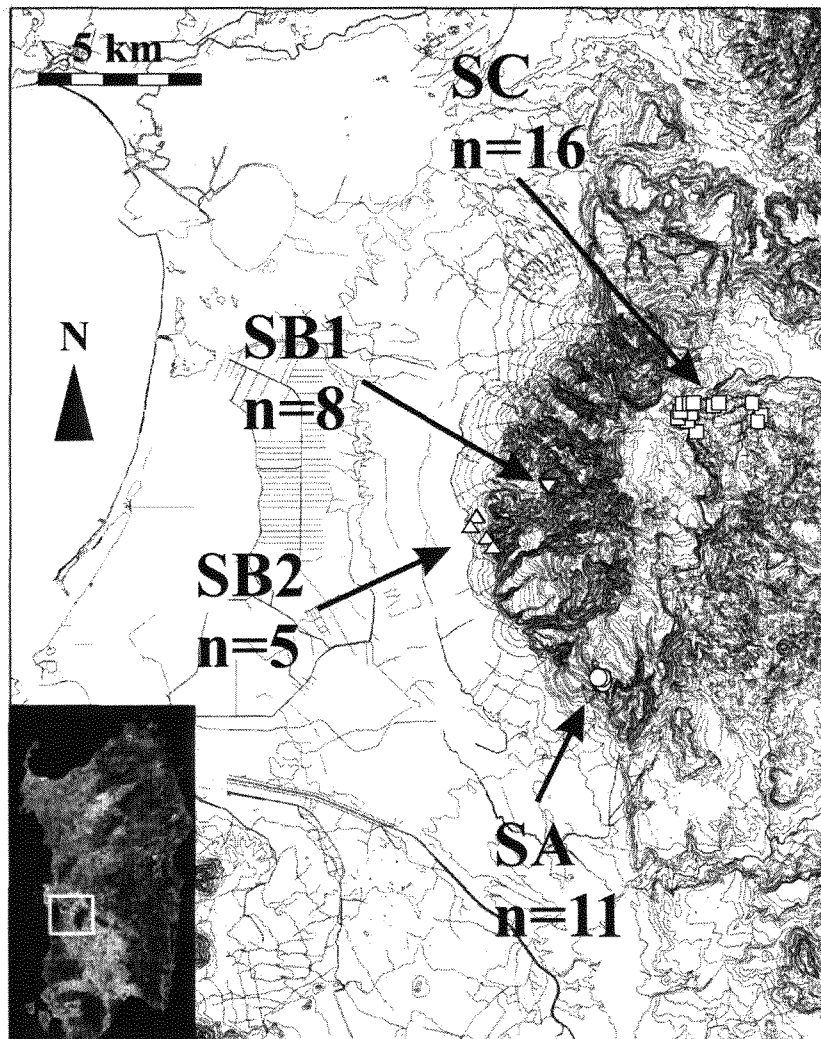


**Fig. 5:**  
*Comparison between the Zn and Zr contents as determined by PIXE on Monte Arci obsidians.*



**Fig. 6:**  
*Comparison between the Zn and  $TiO_2$  contents as determined by PIXE on Monte Arci obsidians.*





*Fig. 7: Localisation and geochemical types of 40 obsidians analyzed by EMP.*

## Chapitre V

# MICROSCOPE ÉLECTRONIQUE À BALAYAGE ET CARACTÉRISATION DES OBSIDIENNES DE MÉDITERRANÉE OCCIDENTALE

*Introduction à l'article 'SEM-EDS analysis of western Mediterranean obsidians: a new tool for Neolithic provenance studies' paru en 2006 dans les 'Comptes Rendus de l'Académie des Sciences - Geoscience'.*

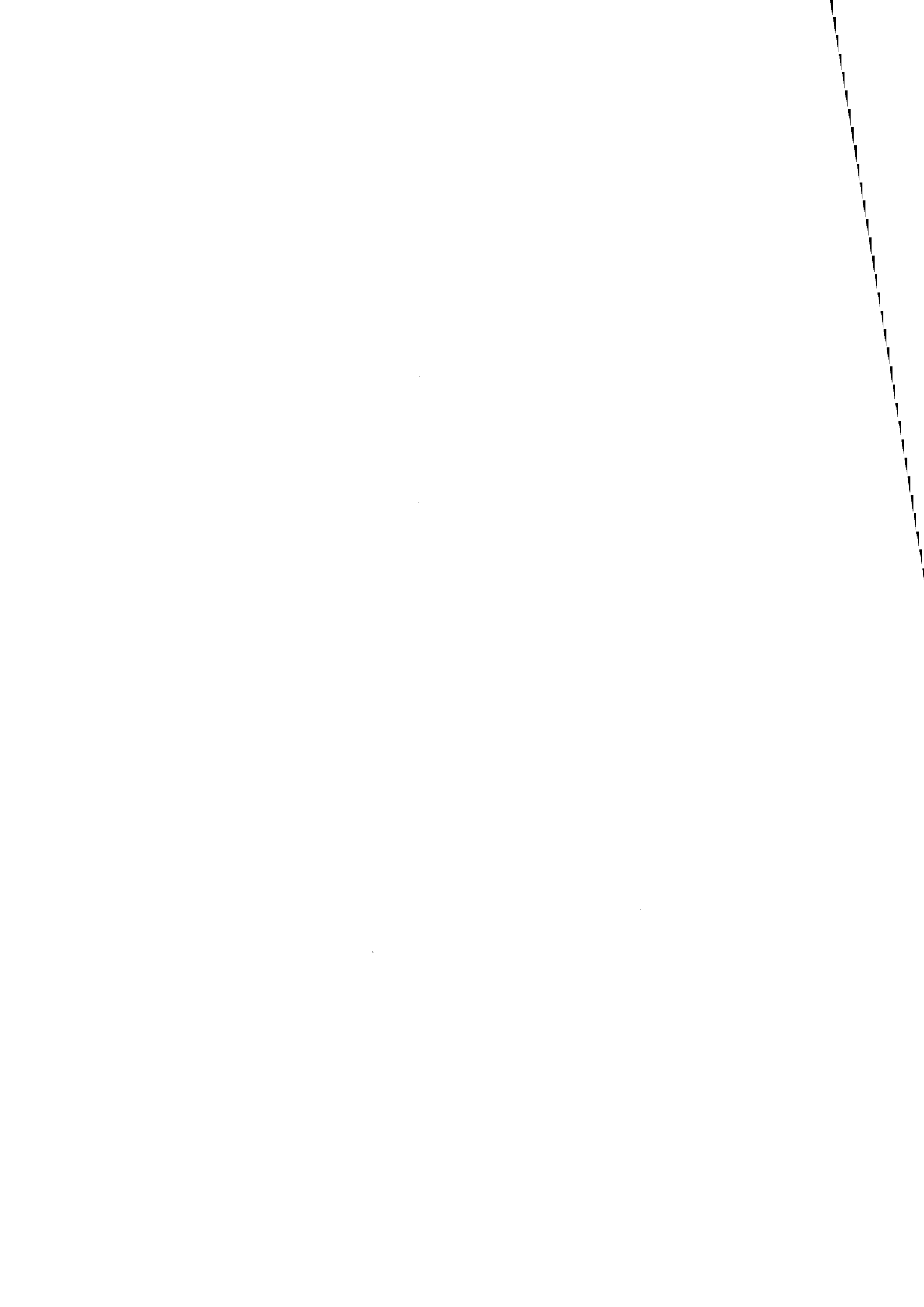
LES ANALYSES ÉLÉMENTAIRES PAR SPECTROSCOPIE en dispersion d'énergie au microscope électronique à balayage (SEM-EDS) ne sont apparues que tardivement dans les recherches de provenance d'obsidiennes archéologiques et de façon tout à fait épisodique. Elles sont restées longtemps limitées à moins de 10 mesures pour l'Anatolie néolithique (Keller & Seifried, 1990) mais semblent cependant promises à un certain avenir dans ce contexte (Delerue, 2007 ; Delerue *et al.*, 2007a).

En Méditerranée occidentale, seuls Acquafredda *et al.* (1996, 1999) s'étaient intéressés à cette technique, montrant qu'elle permettait, par la seule teneur en Na, de caractériser de manière univoque les obsidiennes des îles de Méditerranée centrale et occidentale. En Sardaigne, ces auteurs ne différenciaient que les obsidiennes du Monte Arci 'est' et 'ouest', alors que les recherches archéologiques demandaient de plus en plus une identification des quatre groupes fondamentaux SA (dans le sud du Monte Arci), SB1 et SB2 (dans l'ouest) et SC (dans l'est).

Robert H. Tykot (1997, 2002c), qui avait procédé à une étude détaillée des obsidiennes du Monte Arci par XRF, INAA et ICP devait exprimer à plusieurs reprises sa certitude que les mesures par SEM-EDS seraient incapables d'en distinguer ces types.

Lors de notre approche par EMP de ces obsidiennes, il nous est apparu qu'au moins les obsidiennes SC pourraient aisément être reconnues par SEM-EDS. Un test rapide sur sections polies a même suggéré que l'on pourrait aller plus loin. Dès lors, nous nous sommes livré à une étude systématique, en utilisant à la fois les sections polies préparées pour les mesures en EMP et de nouveaux échantillons.

*En 2006, dans l'article qui suit, nous montrons la possibilité d'études de provenance utilisant le SEM-EDS pour la Méditerranée occidentale. Cette technique présente l'avantage sur l'EMP, tout en étant aussi rapide et souvent d'un moindre coût, d'être plus aisément utilisable, dans la mesure où les microscopes à balayage équipés d'un système d'analyse par EDS sont des équipements plus fréquents dans les laboratoires et facilement accessibles. Nous pensons qu'elle pourrait aisément la suppléer dans un avenir proche.*





Geomaterials (Mineralogy)

## SEM–EDS analysis of western Mediterranean obsidians: a new tool for Neolithic provenance studies

François-Xavier Le Bourdonnec<sup>a</sup>, Gérard Poupeau<sup>a,\*</sup>, Carlo Lugliè<sup>b</sup>

<sup>a</sup> Institut de recherche sur les archéomatériaux, UMR 5060, CNRS–université Bordeaux 3, Maison de l'Archéologie, Esplanade des Antilles, 33607 Pessac, France

<sup>b</sup> Dipartimento di Scienze Archeologiche e Storico-Artistiche, Università di Cagliari, Piazza Arsenale, 1-09124 Cagliari, Italy

Received 4 May 2006; accepted after revision 17 September 2006

Available online 1 November 2006

Presented by Ždenek Johan

### Abstract

The contents of Na, Al, Si, K, Ca and Fe of 99 obsidians from the western Mediterranean islands of Lipari, Palmarola, Pantelleria and Sardinia were determined with the energy-dispersive spectrometer of a scanning electron microscope (SEM–EDS). The Na and in a lesser way other elements contents characterize any obsidian source-island. In Sardinia (80 samples), the four Monte Arci obsidian geochemical types can be discriminated from binary diagrams of element contents or by a discriminant analysis based on the six elements measured. It is concluded that SEM–EDS offers a new option for Neolithic obsidian provenance studies in this region. **To cite this article:** F.-X. Le Bourdonnec et al., *C. R. Geoscience* 338 (2006).

© 2006 Académie des sciences. Published by Elsevier Masson SAS. All rights reserved.

### Résumé

**L'analyse par MEB–EDS des obsidiennes de Méditerranée occidentale : une nouvelle approche pour les études de provenance au Néolithique.** Les teneurs en Na, Al, Si, K, Ca, Fe de 99 obsidiennes des îles de Lipari, Palmarola, Pantelleria et Sardaigne (Méditerranée occidentale) ont été déterminées en microscopie électronique à balayage par spectrométrie de dispersion d'énergie. Les teneurs en Na et, dans une moindre mesure, celles des autres éléments caractérisent les îles-sources des obsidiennes. En Sardaigne (80 échantillons), les quatre types géochimiques du Monte Arci peuvent être distingués par des diagrammes binaires de teneurs élémentaires ou par analyse discriminante à partir des six éléments analysés. Cette technique offre donc une nouvelle option dans l'étude régionale de la provenance des obsidiennes néolithiques. **Pour citer cet article :** F.-X. Le Bourdonnec et al., *C. R. Geoscience* 338 (2006).

© 2006 Académie des sciences. Published by Elsevier Masson SAS. All rights reserved.

**Keywords:** Obsidian; Western Mediterranean; SEM–EDS; Provenance studies

**Mots-clés :** Obsidienne ; Méditerranée occidentale ; MEB–EDS ; Études de provenance

### Version française abrégée

#### Introduction

L'obsidienne des sites néolithiques de Méditerranée occidentale et de ses abords provient, comme l'ont

\* Corresponding author.

E-mail addresses: [francois.lebourdonnec@etu.u-bordeaux3.fr](mailto:francois.lebourdonnec@etu.u-bordeaux3.fr) (F.-X. Le Bourdonnec), [groupeau@u-bordeaux3.fr](mailto:groupeau@u-bordeaux3.fr) (G. Poupeau), [luglie@unica.it](mailto:luglie@unica.it) (C. Lugliè).



montré depuis longtemps les datations par traces de fission [4] et analyses géochimiques, des îles de Lipari, Palmarola, Pantelleria et du complexe volcanique sarde du Monte Arci (Fig. 1). Les « sources » d'obsidienne utilisées par les néolithiques sont parfois les gisements primaires de l'obsidienne, où elle est incluse dans sa roche mère. Elles sont plus souvent des gîtes sub-primaires, provenant de la désagrégation des précédents, où l'obsidienne est présente sous forme de blocs, galets, etc., ou secondaires, parfois situés à de grandes distances et impliquant divers modes de transports naturels. Alors qu'à Lipari toutes les obsidiennes disponibles au Néolithique présentent la même composition [9,19], on en distingue trois types à Palmarola [29] et cinq à Pantelleria [10], où cependant deux sources primaires seulement sont connues. En Sardaigne, l'analyse par activation neutronique reconnaît trois types d'obsidiennes [11,18], alors que les déterminations en mode destructif par fluorescence de rayons X [17] ou à la microsonde électronique opérant en dispersion de longueur d'ondes (EMP) permettent une division du groupe SB en deux entités discrètes, SB1 et SB2 [14,24]. D'autres subdivisions, comme celles des obsidiennes SB1 en trois sous-types [25] et des obsidiennes SC en deux sous-types [9], ne présentent pas d'intérêt en archéologie, du fait que leurs sources primaires sont très proches les unes des autres et que, dès les sources sub-primaires, plus facilement accessibles, des éléments de ces sous-types sont mêlés [25].

L'obsidienne du Monte Arci a très largement diffusé dès le VI<sup>e</sup> millénaire avant notre ère en Sardaigne et au nord de cette île, de l'Italie à la France méridionale. Comme il est difficile de distinguer optiquement toutes les obsidiennes sardes, l'intervention de méthodes instrumentales pour distinguer les types SA, SB1, SB2 et SC est nécessaire. Nous montrons ici qu'un microscope électronique à balayage équipé d'un spectromètre en dispersion d'énergie (MEB-EDS) peut, contrairement à une affirmation antérieure [24], parfaitement remplir ce rôle.

#### *Échantillonnage et procédures expérimentales*

Quatre-vingt-dix-neuf obsidiennes de composition élémentaire et/ou d'origine déjà connues ont été sélectionnées : huit provenant de Lipari et de Pantelleria, analysées par MEB-EDS et/ou par fluorescence de rayons X [2], trois de Palmarola, datées par traces de fission (G. Bigazzi, commun. pers.), dont deux analysées par *Particle-Induced X-Ray Emission* (PIXE) [20] et 80 de Sardaigne, préalablement analysées par XRF (A.M. de Francesco, commun. pers.) et/ou EMP ([14] et

données non encore publiées) et PIXE [15]. La plupart des obsidiennes analysées dans ce travail avaient aussi été caractérisées par d'autres techniques utilisables pour les recherches de provenance, comme la résonance paramagnétique électronique, la spectroscopie Mössbauer et/ou les propriétés magnétiques [7,8,22,23].

La composition élémentaire des échantillons a été déterminée en section polie avec un microscope électronique à balayage JEOL équipé d'un spectromètre par dispersion d'énergie INCAx-sight (Oxford industries). Un faisceau d'électrons accéléré sous une tension de 20 kV balayait une surface d'environ 1 mm<sup>2</sup>, dix de ces mesures « ponctuelles » étant effectuées par échantillon. Les teneurs en Na, Al, Si, K, Ca et Fe ont été calculées, sur la base de 99% d'oxydes, pour tenir compte d'une teneur maximale en eau de 0,3% et du fait que la somme des teneurs en Ti, Mn (parfois détectés), Mg et P (non détectés) est largement inférieure à 1% dans les obsidiennes [14,25]. La stabilité du système analytique a été contrôlée par le passage répété d'une obsidienne de référence au cours des 18 mois d'accumulation de données. Les coefficients de variation des teneurs élémentaires de cette obsidienne obtenues au cours de cette période sont inférieurs à 3% (Tableau 1).

#### *Résultats*

Les résultats sont résumés dans le Tableau 2, où les teneurs élémentaires moyennes par type d'obsidienne sont reportées. Les coefficients de variation sont presque toujours < 5% pour Na, Al, Si, K et Ca. Ils atteignent 8% pour les pantellerites, où Ca est proche du seuil de détection. De même, pour Fe, ce coefficient atteint 7% pour Lipari et jusqu'à 10% pour les obsidiennes sardes du type SB2. Le titane n'est qu'occasionnellement dosé dans le matériel de Pantelleria (source de Balata dei Turchi) et les obsidiennes SC de Sardaigne, le manganèse seulement dans les pantellerites.

La teneur en Na constitue, à elle seule, un critère de distinction des îles-sources (Tableau 2), comme, dans une moindre mesure, celles en Al (Fig. 2) et Ca. Les quatre types d'obsidiennes sardes peuvent être différenciés les uns des autres par des diagrammes binaires utilisant les teneurs en Al, Ca et Fe (Fig. 3). Toutefois, l'ensemble des éléments dosés participe à ces distinctions. Ainsi, pour la Sardaigne, un diagramme bivarié des deux premières fonctions discriminantes, calculées avec le logiciel XLSTAT (Adinsoft) à partir des six éléments dosés, montre que les quatre types d'obsidiennes du Monte Arci se répartissent selon des champs bien individualisés. Tous les échantillons se trouvent rattachés à un type, avec une probabilité a posteriori toujours

supérieure à 99%. À titre de test, nous avons utilisé l'option « prédiction » du logiciel pour traiter huit artefacts en obsidiennes sardes de types précédemment déterminés, traités comme 'inconnus'. Ils ont été attribués avec succès à leurs types géochimiques (Fig. 4).

#### *Commentaires additionnels et conclusion*

Les recherches de provenance des obsidiennes trouvées dans les sites archéologiques requièrent que l'on puisse travailler sur des nombres d'échantillons qui peuvent être très élevés. En Méditerranée occidentale, si l'apparence visuelle est souvent suffisante pour savoir de quelle île provient une obsidienne, il n'en est pas de même pour celles du Monte Arci, en Sardaigne. Il a été montré que l'attribution visuelle à l'un des quatre types d'obsidiennes sardes n'est en accord avec les attributions instrumentales que dans moins de 70% [26,28] à 85% [16] des cas.

De nombreuses méthodes destructives sont capables de discriminer les quatre grands types d'obsidiennes sardes [21,27]. Cependant, certaines d'entre elles sont très consommatrices en temps et/ou en matière, comme la spectroscopie Mössbauer [22] et, dans une moindre mesure, l'activation neutronique [18] ou la caractérisation par les propriétés magnétiques [21]. D'autres approches, comme la spectroscopie infrarouge, sont plus économes en matière, mais demandent encore confirmation de leurs potentialités [13], ou demeurent chères, comme diverses déclinaisons des mesures par ICP. De plus, activation neutronique et spectroscopie infrarouge ne différencient pas les types SB1 et SB2. Parmi les méthodes n'exigeant que quelques milligrammes de matière, la résonance de spin électronique semble promise à un certain futur [7,8,22], et la microsonde électronique utilisant la dispersion de longueur d'onde, dont l'efficacité a été démontrée [14,24], fait déjà l'objet d'un usage courant en Méditerranée occidentale [24]. Ces dernières techniques ne sont cependant pas aussi répandues dans les laboratoires que les microscopes électroniques équipés d'un système d'analyse élémentaire par dispersion d'énergie, qui apparaissent, à l'issue de ce travail, comme une alternative peu destructive, facilement disponible, rapide et peu coûteuse.

La demande de méthodes non destructives pour la caractérisation des matériaux du patrimoine va cependant croissant. Dans le cas des obsidiennes de Méditerranée occidentale, les possibilités de la microspectroscopie Raman ne sont pas encore totalement affirmées [3], et les temps d'acquisition de données semblent encore prohibitifs, sauf peut-être pour des cas d'études très spécifiques. La microminéralogie par MEB n'a pas

encore prouvé d'éventuelles possibilités de discriminer les types d'obsidiennes sardes [1,12]. Actuellement, la seule méthode strictement non destructive pour les études de provenance de l'obsidienne employée pour cette région utilise le PIXE [16,20].

Il y a quelque années, Acquafredda et al. [2] avaient observé que les analyses élémentaires menées sur des sections polies ou sur des cassures fraîches d'obsidiennes du Monte Arci par MEB-EDS conduisaient aux mêmes résultats. Des observations de ce type sont actuellement obtenues au laboratoire de Bordeaux sur des obsidiennes anatoliennes, notamment pour des artefacts néolithiques, entre surfaces « archéologiques » et surfaces polies en laboratoire ([6] et données non publiées). Il est donc envisageable que, dans un avenir proche, un couplage MEB-EDS/PIXE puisse traiter, en mode non destructif, tous les problèmes de provenance d'obsidiennes en Méditerranée occidentale, les analyses sous faisceaux d'ions, sous leur déclinaison « faisceau extrait » [5,16] étant réservées aux objets de grandes dimensions ne pouvant entrer dans la chambre d'analyse d'un MEB.

#### **1. Introduction**

Obsidian is often present in western Mediterranean Neolithic sites. Fission track analysis (FTA) and geochemical studies have shown that all these obsidians came only from volcanic formations of the Italian islands of Lipari, Palmarola, Pantelleria and Sardinia (Fig. 1). FTA can identify from which island a Neolithic obsidian came from [4]. In each of these islands, obsidian was produced in several instances, and can be found either in 'primary sources' as segregations in their rhyolitic mother-rocks or in 'secondary sources' as more or less naturally transported blocks to pebbles resulting from the dismantlement of these rocks. Geochemical analyses have shown that from one to nine types of compositions per island could be recognized. A single type was observed for the obsidians of Lipari [9,19], three were recognized in Palmarola [29], and five in Pantelleria, although in this island only two primary sources are known [10].

The situation is more complex in Sardinia. Early determinations by neutron activation analysis (NAA) [11] sorted three types of compositions, SA, SB and SC. Further destructive analyses by X-ray fluorescence (XRF) [17] have shown that the SB type could be subdivided into two discrete subgroups, as confirmed and named SB1 and SB2 by Tykot [24], on the basis of analyses by electron microprobe (EMP) and inductively coupled-mass spectrometry (ICP-MS). It is also possible to fur-

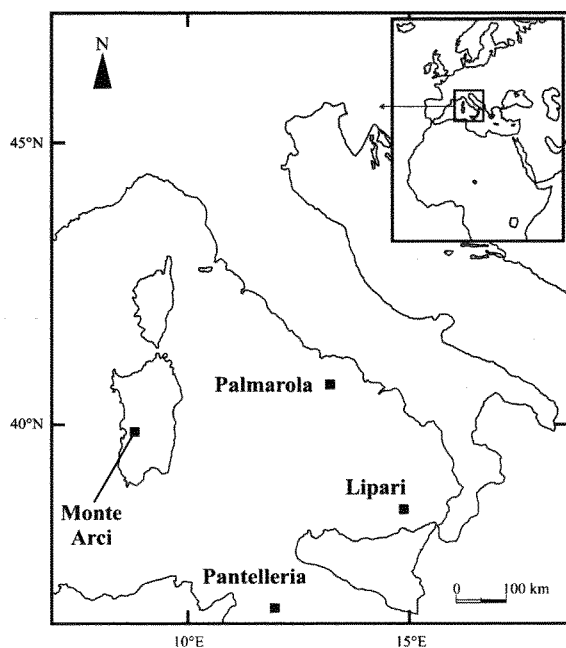


Fig. 1. Schematic map showing the source-islands of the western Mediterranean obsidians.

Fig. 1. Carte schématique montrant la localisation des îles-sources des obsidiennes de Méditerranée occidentale.

ther partition from trace element data the SB1 type into three sub-types [25] and the SC type into two sub-types [9] corresponding to as many primary sources. This last refinement is however of no interest in archaeological provenance studies, because obsidians blocks to pebbles of SB1 and of SC sub-types are commonly mixed together in secondary sources of easy access [25].

The Monte Arci obsidians were largely distributed in the northern Tyrrhenian area from the 6th millennium BC and therefore, in provenance studies, having the disposal of a fast, low-cost instrumental method to source Neolithic obsidians from this area is of the utmost importance. In addition, the archaeological demands, especially when *chaîne opératoires* reconstitutions are involved, imply that one is able to discriminate the four SA, SB1, SB2 and SC types. We show here, to the contrary of an earlier claim [24], that using a scanning electron microscope equipped with an energy-dispersive spectrometer (SEM-EDS), it is possible to discriminate not only the obsidians of the western Mediterranean islands, but also the relevant Monte Arci obsidian types.

## 2. Sampling

Ninety-nine geological samples of known origin were selected for SEM-EDS analyses, out of which

80 came from the Monte Arci. The elemental compositions of the eight Lipari and of the eight Pantelleria obsidians analysed had previously been determined by MEB-EDS and/or XRF [2]. Of the eight Pantelleria samples, three came from the Balata dei Turchi (BDT) source and five from Lago di Venere (LDV). The three Palmarola obsidians had been dated by FTA (Bigazzi, pers. commun.) and two of them analysed by Particle-Induced X-Ray Emission (PIXE) [20]. Major and trace element contents of six obsidians from Sardinia, representative of the four types, had been determined by destructive XRF (A.M. de Francesco, pers. commun.) and by PIXE [15]. All these obsidians were also characterized by electron-spin resonance (ESR) and most of all by Mössbauer spectroscopy and by their magnetic properties, three techniques shown to be alternative approaches to western Mediterranean obsidian sourcing [7,8,22,23].

Another 74 samples from primary and secondary sources of the Monte Arci were sampled by us. The content of elements Na, Mg, Al, Si, P, K, Na, Ca, Ti, Mn, Fe and Ba of all the Monte Arci samples treated in this work had been determined by EMP-WDS ([14] and unpublished data) prior to SEM-EDS measurements, from the same polished sections (see below).

## 3. Experimental procedures

Slices of about 1 cm<sup>2</sup> were cut from each sample and included in an araldite resin. About six to eleven samples were mounted together in 40-mm-diameter wafers and were given an electron-microprobe high-quality polishing. After the last polishing step (0.1-micron grain-sized polycrystalline diamond slurry) the samples were ultrasonically washed in bi-distilled water, in ethanol and were carbon-coated. The elemental compositions were realized at Bordeaux with a JEOL JMS 6460 LV scanning electron microscope operating at an 20 kV accelerating voltage. For each measurement, the electron beam diameter swept a surface of about ~ 1 mm<sup>2</sup>. Ten such measurements per sample were taken in various points. The fluorescence X-rays emitted by the samples were collected by an Oxford Industries INCAx-sight energy-dispersive spectrometer (EDS) with a 133-eV resolution at 5.9 keV. All spectra were obtained with the same (150 000) total number of counts, corresponding to acquisition times of about 70 s. The data treatment software uses a Phi-Rho-Z approach to calculate element contents as percent oxides. Only Na, Al, Si, K, Ca and Fe contents could be obtained for all samples. Elements Mg and P are always below detection level and Ti and Mn rarely above. The total

oxide content of the latter four elements in obsidians is well below 1% (see, e.g., [14,25]). Thus, taking also into account a maximum water content of 0.3%, the total oxides composition of our samples was normalized to 99%. The oxide per cent elemental composition calculated for each sample is averaged over the ten 'point' measurements realized. Only in five cases (0.5% of the spectra) had an 'anomalous' spectrum to be rejected, most probably due to the presence of a crystalline phase in the volume analysed.

The overall stability of the analytical system was controlled by repeated analyses of sample ARC-URS,

Table 1  
SEM-EDS analytical data on reference obsidian ARC-URS (see text)

Tableau 1  
Données analytiques MEB-EDS sur l'obsidienne de référence ARC-URS (voir texte)

ARC-URS (N = 6)	Na <sub>2</sub> O	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	SiO <sub>2</sub>	K <sub>2</sub> O	CaO	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>
ave	3.08	12.52	76.04	5.30	0.61	1.45
sd	0.10	0.06	0.13	0.07	0.02	0.04
vc	2.92	0.47	0.15	1.25	2.42	2.59

ave: average values (oxides wt%); sd: standard deviations;

vc: variation coefficients (%); N: number of analysis.

ave : valeurs moyennes (% massique d'oxydes);

sd : déviations standards;

vc : coefficients de variation (%); N : nombre d'analyses.

Table 2  
Element contents determined by SEM-EDS analyses in western Mediterranean obsidians

Tableau 2  
Teneurs élémentaires déterminées par MEB-EDS dans des obsidiennes de Méditerranée occidentale

Sources		Na <sub>2</sub> O	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	SiO <sub>2</sub>	K <sub>2</sub> O	CaO	TiO <sub>2</sub>	MnO	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	
<b>Lipari</b> (N = 8)	ave	3.66	11.95	75.84	5.12	0.72	nd	nd	1.70	
	sd	0.04	0.05	0.12	0.05	0.01	–	–	0.06	
<b>Palmarola</b> (N = 3)	ave	4.22	12.18	75.26	5.02	0.47	nd	nd	1.85	
	sd	0.03	0.08	0.05	0.01	0.01	–	–	0.06	
<b>Pantelleria</b>	BDT (N = 5)	ave	6.19	6.88	72.63	4.27	< 0.31	< 0.35	< 0.42	9.03
		sd	0.08	0.01	0.12	0.04	–	–	–	0.17
	LDV (N = 3)	ave	5.57	9.90	71.11	4.79	< 0.39	0.54	< 0.40	6.96
		sd	0.06	0.02	0.18	0.01	–	0.03	–	0.03
<b>Sardinia</b>	SA (N = 18)	ave	3.02	12.50	76.14	5.31	0.62	nd	nd	1.41
		sd	0.07	0.06	0.08	0.07	0.02	–	–	0.05
	SB1 (N = 14)	ave	3.05	12.84	75.27	5.55	0.77	nd	nd	1.52
		sd	0.11	0.11	0.19	0.21	0.03	–	–	0.12
	SB2 (N = 14)	ave	2.91	12.15	76.44	5.63	0.60	nd	nd	1.27
		sd	0.18	0.13	0.31	0.25	0.05	–	–	0.12
	SC (N = 34)	ave	2.95	13.12	74.22	5.91	0.96	< 0.42	nd	1.82
		sd	0.07	0.08	0.24	0.09	0.05	–	–	0.13

ave: average values (oxides wt%); sd: standard deviations; N: number of samples analyzed; nd: not detected.

ave : valeurs moyennes (% massique d'oxydes); sd : déviations standards; N : nombre d'échantillons analysés; nd : non détecté.

a type SA Sardinian obsidian. During the 18-month period of data accumulation, the ARC-URS composition was determined six times from the same polished section, each time after one re-polishing to obtain a new clean surface. Variations in element contents were found to be < 3% around the average (Table 1).

#### 4. Results

Ninety-nine obsidians were measured. The results are summarized in Table 2. All obsidian groups show a remarkable homogeneity. Elements Na, Al, Si, K and Ca present nearly always a variation coefficient < 5% from sample to sample within a group. Exceptions correspond to the Sardinian SB2 type, with 6% for Na and 8% for Ca and for the Pantellerites, where Ca is only barely detectable. As for the ARC-URS internal standard, Fe is among the elements that present the highest content dispersion. Its variation around the average is still < 5% for Lipari, Palmarola, Pantelleria and SA obsidians, but it reaches 7% for the SB1 and SC types and up to 10% for SB2 obsidians. Titanium was detected only in some 'point' measurements in Pantelleria BDT and Sardinia SC obsidians. Its content could be determined in all point measurements only in Pantelleria LDV samples. Manganese was detected only in Pantelleria samples.

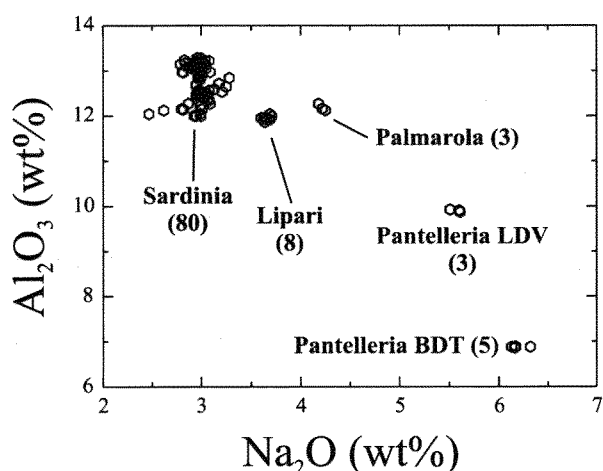


Fig. 2. Sorting of the western Mediterranean obsidian source-islands from their Na and Al contents.

Fig. 2. Distinction entre les îles-sources des obsidiennes de Méditerranée occidentale à partir de leurs teneurs en Na et Al.

The distinction between obsidians from different islands is clear-cut from their single Na content and in a lesser way by their Al contents. In a binary Na–Al contents diagram (Fig. 2), the Lipari obsidians are intercalated between Palmarola and Sardinia obsidians. However they are easily separated from the former by their Ca content. They can also be sorted from Sardinian obsidians from their lower Al and Ca than the SB1 and SC types respectively, and from their higher Fe than the SA and SB2 types. The Pantelleria peralkaline obsidians composition differ from that of the other islands by nearly all their elements contents, which singles them in first place. Moreover, the BDT and LDV Pantelleria obsidian sources can be differentiated from each other by their Na, Al, Si, K, and Fe contents.

The four Sardinian types can be fingerprinted from each other by binary diagrams based on, e.g., their Al, Ca and Fe contents (Fig. 3). However, the other elements (apart from Ti and Mn) participate to the individualisation of each type, as shown by a multivariate analysis. A bivariate plot of the first two discriminant functions determined with the XLSTAT software (Adinsoft) shows four well-defined groups of points corresponding to the SA, SB1, SB2 and SC obsidian types (Fig. 4). All geological samples were attributed their correct type (as previously determined, see Section 2 above), with a posterior probability always exceeding 99%. As a test, the prediction option in XLSTAT was used for eight artefacts of known Sardinian obsidian types, treated as ‘unknowns’. These samples were prepared in the same way as source samples, but

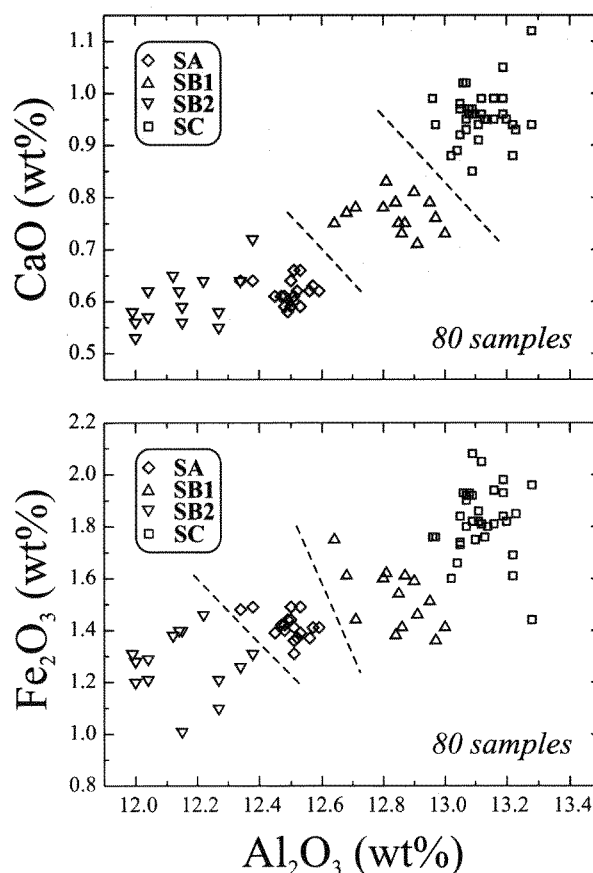


Fig. 3. Sorting of the Monte Arci (Sardinia) obsidian types from their Al, Ca and Fe contents.

Fig. 3. Distinction entre les types d'obsidienne du Monte Arci (Sardaigne) à partir de leurs teneurs en Al, Ca et Fe.

from millimetre-sized fragments. They were rightly attributed to the SA, SB2 and SC types, respectively.

## 5. Final comments and conclusion

Sourcing the obsidians found in archaeological sites requires that samples can be characterized by the hundreds, if not by the thousands. Visual appearance can in general fulfil this goal in the western Mediterranean when only the source-island of any ‘archaeological’ obsidian is looked for. However this approach is not efficient enough for the distinction of the Sardinian obsidian types. Due to facies convergences, or to the small size of some artefacts, the visual attribution of any obsidian to one of the four relevant Monte Arci obsidian types is successful only to less than 70% [26,28] to 85% [16] of the cases.

Many partly destructive methods have proven their capabilities in Monte Arci obsidian types’ sorting

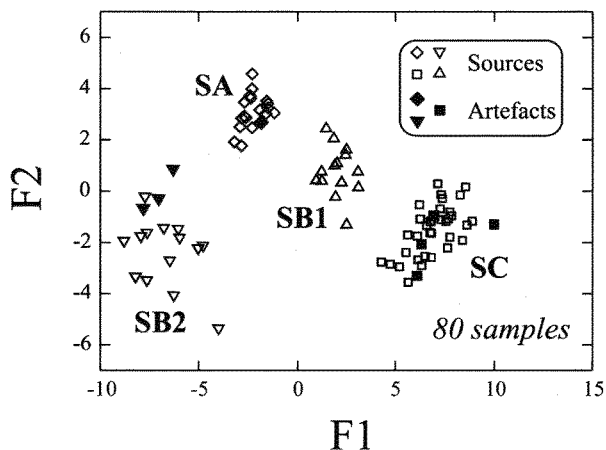


Fig. 4. Discriminant analysis of Monte Arci obsidians from element contents as determined by SEM-EDS.  $F1 = 1.579 \cdot Na_2O + 14.432 \cdot Al_2O_3 + 5.292 \cdot SiO_2 + 2.385 \cdot K_2O + 15.364 \cdot CaO + 9.372 \cdot Fe_2O_3 - 625.748$ .  $F2 = -16.718 \cdot Na_2O + 8.747 \cdot Al_2O_3 + 0.229 \cdot SiO_2 - 12.840 \cdot K_2O - 14.694 \cdot CaO + 4.333 \cdot Fe_2O_3 - 1.914$ .

Fig. 4. Distinction des types d'obsidiennes du Monte Arci par analyse discriminante à partir des teneurs élémentaires déterminées par MEB-EDS.  $F1 = 1,579 \cdot Na_2O + 14,432 \cdot Al_2O_3 + 5,292 \cdot SiO_2 + 2,385 \cdot K_2O + 15,364 \cdot CaO + 9,372 \cdot Fe_2O_3 - 625,748$ .  $F2 = -16,718 \cdot Na_2O + 8,747 \cdot Al_2O_3 + 0,229 \cdot SiO_2 - 12,840 \cdot K_2O - 14,694 \cdot CaO + 4,333 \cdot Fe_2O_3 - 1,914$ .

[21,27]. However, some of them are time- and/or matter-consuming, as Mössbauer spectroscopy [22] and in a lesser way, neutron activation analysis (NAA) [18] and magnetic properties studies [21]. Others are not yet firmly established, as infrared spectroscopy (IRS) [13], or are expensive, as the various declinations of the ICP techniques. Moreover, NAA and IRS do not discriminate the SB1 from the SB2 Monte Arci obsidian types. Among the approaches requiring no more than a millimetre-sized sampling on an obsidian artefact, electron-spin resonance seems to have a bright future [7,8,22], and only EMP operating with a wavelength-dispersion spectrometer proved its efficacy [14,24] and received a wide application in the western Mediterranean area [24]. SEMs equipped with an energy dispersion system of elemental composition analysis are by far more frequent than EMPs. We showed here that this low-cost, fast-operating technique does offer an alternative to EMP, with the only determination of six major element contents.

The demands of strictly non-destructive methods for the characterization of materials from the cultural heritage are in constant progression. In the case of western Mediterranean obsidian sourcing, the potentialities of microRaman spectroscopy are not yet fully established and the data acquisition times needed might anyway

limit the use of this technique to very specific cases [3]. SEM mineralogical determinations have not yet proven their ability to discriminate the four Monte Arci types of obsidians [1,12]. To date, the only strictly way of non-destructive sourcing used in this region of the world is by ion-beam analysis [16,20]. Several years ago, Acquafredda et al. [2] observed that the elemental analysis of Monte Arci obsidians by SEM-EDS from polished sections or from fresh fractures gave undistinguishable results. Similar data were obtained in our laboratory for Anatolian source samples and artefacts and they are currently used in provenance studies ([6] and yet unpublished data). Thus one may expect that in a near future the coupling of SEM-EDS for 'small' archaeological pieces with PIXE in its extracted beam version for the larger ones (see [5,16]) will allow one to treat any obsidian sourcing question also in the western Mediterranean area.

#### Acknowledgements

The authors wish to thank Floréal Daniel for his efficient management of the CRP2A scanning electron microscope maintenance. They also thank the colleagues who provided them with obsidian samples, Pasquale Acquafredda (Bari), Giulio Bigazzi (Pisa) and Anna Maria de Francesco (Arcavacata di Rende).

#### References

- [1] P. Acquafredda, A. Paglionico, SEM-EDS microanalysis of microphenocrysts of Mediterranean obsidians: a preliminary approach to source discrimination, *Eur. J. Mineral.* 16 (2004) 419–429.
- [2] P. Acquafredda, T. Andriani, S. Lorenzoni, E. Zanettin, Chemical characterization of obsidians from different Mediterranean sources by non-destructive SEM-EDS analytical method, *J. Archaeol. Sci.* 26 (1999) 315–325.
- [3] L. Bellot-Gurlet, F.-X. Le Bourdonnec, G. Poupeau, S. Dubernet, Raman micro-spectroscopy of western Mediterranean obsidian glass: one step towards provenance studies?, *J. Raman Spectrosc.* 35 (2004) 671–677.
- [4] G. Bigazzi, S. Meloni, M. Oddone, G. Radi, Provenance study of obsidian artifacts: trace elements analysis and data reduction, *J. Radioanal. Chem.* 98 (1986) 353–363.
- [5] T. Calligaro, J.-C. Dran, S. Dubernet, G. Poupeau, F. Gendron, E. Gonthier, O. Meslay, D. Tenorio, PIXE reveals that two Murillo's masterpieces were painted on Mexican obsidian slabs, *Nucl. Instrum. Methods Phys. Res. Sect. B – Beam Interact. Mater. At.* 240 (2005) 576–582.
- [6] S. Delerue, T. Carter, M. Milić, N.J.G. Pearce, G. Poupeau, M.S. Shackley, Characterizing obsidian from Neolithic Çatalhöyük (Konya Plain, Turkey): A chaîne opératoire approach, 36th International Symposium on Archaeometry, Quebec City, Canada, 2006 (abstract and poster).

- [7] M. Duttine, Recherche de provenance de quartz et d'obsidiennes préhistoriques en Europe occidentale. Apports de la résonance paramagnétique électronique (RPE), PhD thesis, université Michel-de-Montaigne, Bordeaux-3, France, 2005, p. 348.
- [8] M. Duttine, G. Villeneuve, G. Poupeau, A.M. Rossi, Electron spin resonance of  $Fe^{3+}$  ion in obsidians from Mediterranean islands. Application to provenance studies, *J. Non-Cryst. Solids* 323 (2003) 193–199.
- [9] V. Francaviglia, Characterization of Mediterranean obsidian sources by classical petrochemical methods, *Preist. Alp.* 20 (1984) 311–332.
- [10] V. Francaviglia, Ancient obsidian sources on Pantelleria (Italy), *J. Archaeol. Sci.* 15 (1988) 109–122.
- [11] B.R. Hallam, S.E. Warren, C. Renfrew, Obsidian in the western Mediterranean: characterisation by neutron activation analysis and optical emission spectrometry, *Proc. Prehist. Soc.* 42 (1976) 85–110.
- [12] P.I. Kayani, G. McDonnell, An assessment of back-scattered electron petrography as a method for distinguishing Mediterranean obsidians, *Archaeometry* 38 (1996) 43–58.
- [13] F.-X. Le Bourdonnec, Caractérisation par PIXE, spectrométrie Raman et infrarouge d'obsidiennes. Application aux études de provenance d'artefacts néolithiques de la zone tyrrhénienne, Master Dissertation, université Michel-de-Montaigne, Bordeaux-3, France, 2003, p. 113.
- [14] F.-X. Le Bourdonnec, C. Lugliè, S. Dubernet, M. Bohn, G. Poupeau, Monte Arci (Sardinia) obsidians: new geochemical data from electron microprobe and ion beam analysis, in: *L'ossidiana del Monte Arci nel Mediterraneo. Le vie dell'ossidiana nel Mediterraneo ed in Europa*, Atti del 3° Convegno Internazionale, Pau, Italy, 25–26 September 2004, PTM, Mogoro, 2005, pp. 129–140.
- [15] F.-X. Le Bourdonnec, S. Delerue, S. Dubernet, P. Moretto, T. Calligaro, J.-C. Dran, G. Poupeau, PIXE characterization of western Mediterranean and Anatolian obsidians and Neolithic provenance studies, *Nucl. Instrum. Methods Phys. Res. Sect. B – Beam Interact. Mater. At.* 240 (2005) 595–599.
- [16] C. Lugliè, F.-X. Le Bourdonnec, G. Poupeau, E. Atzeni, S. Dubernet, P. Moretto, L. Serani, Early Neolithic obsidians in Sardinia (Western Mediterranean): the Su Carroppu case, *J. Archaeol. Sci.*, in press.
- [17] M.P. Mackey, S.E. Warren, The identification of obsidian sources in the Monte Arci region of Sardinia, in: *Proc. 22nd Symposium on Archaeometry*, University of Bradford, UK, 1982, pp. 420–431.
- [18] S. Meloni, C. Lugliè, M. Oddone, L. Giordani, Characterization of obsidian samples from Monte Arci (Sardinia, Italy): implications for provenance investigations on obsidian artifacts, in: P. Castelli, B. Cauli, F. Di Gregorio, C. Lugliè, G. Tanda, C. Usai (Eds.), *L'ossidiana del Monte Arci nel Mediterraneo: recupero dei valori di un territorio*, Atti del Convegno Internazionale, Oristano, Pau, Italy, 29 November–1 December 2002, Tipografia Ghilarzese, Ghilarza, Italy, 2004, pp. 77–92.
- [19] M. Oddone, G. Bigazzi, Studi di provenienza delle ossidiane del bacino del Mediterraneo: Caratterizzazione delle fonti naturali di materia prima italiane, *J. Intercult. Interdisciplinary Archaeol.* (2003) 2.
- [20] G. Poupeau, L. Bellot-Gurlet, V. Brisotto, O. Dorigel, Nouvelles données sur la provenance de l'obsidienne des sites néolithiques du Sud-Est de la France, *C. R. Acad. Sci. Paris, Ser. Ila* 330 (2000) 297–303.
- [21] G. Poupeau, F.-X. Le Bourdonnec, M. Duttine, G. Villeneuve, S. Dubernet, C. Lugliè, P. Moretto, L. Bellot-Gurlet, F. Fröhlich, R.B. Scorzelli, I. Souza Azevedo, A. López, S.J. Stewart, The Monte Arci obsidian: new fingerprinting approaches in provenance studies, in: *L'ossidiana del Monte Arci nel Mediterraneo*, Atti del Convegno 28–30 November 2003, Edizioni AV, Cagliari, Italy, 2004, pp. 323–332.
- [22] R.B. Scorzelli, S. Petrick, A.M. Rossi, G. Poupeau, G. Bigazzi, Obsidian archaeological artefacts provenance studies in the western Mediterranean basin: an approach by Mössbauer spectroscopy and electron paramagnetic resonance, *C. R. Acad. Sci. Paris, Ser. Ila* 332 (2001) 769–776.
- [23] S.J. Stewart, G. Cernicchiaro, R.B. Scorzelli, G. Poupeau, P. Acquafredda, A. De Francesco, Magnetic properties and Fe-57 Mössbauer spectroscopy of Mediterranean prehistoric obsidians for provenance studies, *J. Non-Cryst. Solids* 323 (2003) 188–192.
- [24] R.H. Tykot, Characterization of the Monte-Arci (Sardinia) obsidian sources, *J. Archaeol. Sci.* 24 (1997) 467–479.
- [25] R.H. Tykot, Chemical fingerprinting and source tracing of obsidian: The central Mediterranean trade in black gold, *Acc. Chem. Res.* 35 (2002) 618–627.
- [26] R.H. Tykot, New approaches to the characterization of obsidian from the Mediterranean island sources, in: P.B. Vandiver, M. Goodway, J.R. Druzik, J.L. Mass (Eds.), *Material Issues in Art and Archaeology. VI. Material Research Society Symposium Series 712*, PA, Warrendale, PA, USA, 2002, pp. 143–157.
- [27] R.H. Tykot, Determining the source of Lithic Artifacts and Reconstructing Trade in the Ancient World, in: P.N. Kardulias, R.W. Yerkes (Eds.), *Written in Stone: The Multiple Dimensions of Lithic Analysis*, Lexington Books, MD, USA, 2003, pp. 59–85.
- [28] R.H. Tykot, A.J. Ammerman, New directions in central Mediterranean obsidian studies, *Antiquity* 71 (1997) 1000–1006.
- [29] R.H. Tykot, T. Setzer, M.D. Glascock, R.J. Speakman, Identification and Characterization of the Obsidian Sources of the Island of Palmarola, Italy, *Geoarchaeol. Bioarchaeol. Stud.* 3 (2005) 107–111.

## Chapitre VI

# CARACTÉRISATION DES OBSIDIENNES DE MÉDITERRANÉE OCCIDENTALE PAR FLUORESCENCE-X SOUS FAISCEAU D'IONS

*Introduction à l'article 'PIXE characterization of Western Mediterranean and Anatolian obsidians and Neolithic provenance studies' paru en 2005 dans 'Nuclear Instruments and Methods in Physics Research B'.*

LES SUCCÈS DE L'ANALYSE DES OBSIDIENNES par *particle induced X-ray emission* (PIXE) dans les recherches de provenance de la zone pacifique (Bird, 1991, 1994) ou de l'Amérique andine (Poupeau *et al.*, 1996 ; Bellot-Gurlet *et al.*, 1999b) ont amené à se poser la question de l'utilisation de cette approche en d'autres régions du monde, comme le bassin méditerranéen ou le Proche Orient.

***Un intérêt essentiel de cette méthode*** est de permettre des mesures non destructives pour des échantillons de toutes tailles, pourvu que l'on puisse exposer sous le faisceau de protons de quelques MeV produit en accélérateur une surface d'échantillon d'au moins 1 mm<sup>2</sup>. ***Un autre avantage*** est l'accès, au-delà des éléments majeurs, à des éléments traces non sujets à des échanges avec le milieu environnant dans le sol lors de la période d'enfouissement dès lors qu'un artefact a été abandonné par l'homme préhistorique. En effet, alors que les analyses par SEM-EDS peuvent en principe aussi être effectuées en mode non destructif, elles ne fournissent de teneurs que pour six éléments majeurs. De plus, l'expérience montre que si les teneurs en Ca et Fe peuvent être considérées comme stables, on ne peut plus se fier aux teneurs en Na et K et dans une moindre mesure, Al et Si (Delerue *et al.*, 2007b – en préparation).

En Méditerranée occidentale, les premières données PIXE ont été produites en réponse à de demandes archéologiques pour des recherches impérativement demandées en mode non destructif. Cette exigence découlait de la grande rareté de lames ou de fragments de lames d'obsidienne trouvés dans des sites néolithiques alpins à péri-alpins (Poupeau *et al.*, 2000) et dans un site corse (Salotti *et al.*, 2000). Bien que seuls un à deux échantillons géologiques par île-source aient été disponibles, ces premiers travaux ont cependant permis de montrer que toutes les pièces analysées venaient bien de cette région.



L'intérêt des archéologues pour la circulation en l'obsidienne en zone ouest-méditerranéenne prenant une certaine ampleur, il est apparu indispensable de constituer une banque de données PIXE sur les sources régionales et en particulier sur celles du Monte Arci sarde. De là une recherche accrue de temps de faisceaux PIXE, ne se limitant plus au 'faisceau extrait' du *Centre de Recherche et de Restauration des Musées de France*. Depuis 2000, une collaboration durable s'est instaurée entre notre équipe et celle du Professeur Philippe Moretto, à l'Université Bordeaux 1, pour l'utilisation de la ligne de 'microsonde nucléaire' des accélérateurs Van de Graff du *Centre d'Etude Nucléaire de Bordeaux-Gradignan*.

*Il nous fallait tout d'abord démontrer l'équivalence de ces deux machines pour les déterminations de composition élémentaire. C'est ce qui a été fait dans l'article suivant, pour des obsidiennes de Méditerranée occidentale et du Proche Orient. L'excellence des résultats obtenus a été ensuite utilisée pour des recherches de provenance d'obsidiennes néolithiques au Levant (Delerue, 2007, Delerue et al., 2007b – en préparation) et en zone Nord-Tyrrhénienne (ce travail, voir troisième partie).*



## PIXE characterization of Western Mediterranean and Anatolian obsidians and Neolithic provenance studies

F.-X. Le Bourdonnec<sup>a</sup>, S. Delerue<sup>a</sup>, S. Dubernet<sup>a</sup>, Ph. Moretto<sup>b</sup>,  
Th. Calligaro<sup>c</sup>, J.-C. Dran<sup>c</sup>, G. Poupeau<sup>a,\*</sup>

<sup>a</sup> Institut de Recherche sur les Archéomatériaux, UMR 5060 CNRS-Université Bordeaux 3, Maison de l'Archéologie,  
Esplanade des Antilles, 33607 Pessac, France

<sup>b</sup> Centre d'Etudes Nucléaires de Bordeaux-Gradignan, UMR 5797, CNRS-Université Bordeaux 1, le Haut Vigneau,  
BP 120, 33175 Gradignan Cedex, France

<sup>c</sup> Centre de Recherche et de Restauration des Musées de France, UMR 171 CNRS-Ministère de la Culture, Palais du Louvre,  
14 quai François Mitterrand, 75001 Paris, France

Available online 9 August 2005

### Abstract

The possibility of non-destructive elemental analysis makes PIXE a very attractive technique in archaeological provenance studies. This technique has been fruitfully implemented on two different facilities to address the issue of obsidian provenance in the Mediterranean and in surrounding regions. At C2RMF, we took advantage of the possibility to analyze large archaeological pieces with the external micro-beam set-up. At CENBG, we used the nuclear microprobe providing a 5  $\mu\text{m}$  beam diameter in large scans ( $700 \times 700 \mu\text{m}^2$ ) to control the homogeneity of elemental distribution. In both cases we dosed the same set of 13 elements: Na, Al, Si, K, Ca, Ti, Mn, Fe, Zn, Ga, Rb, Sr and Zr. While at C2RMF, two Si(Li) detectors were used simultaneously to measure all elements at once with 3 MeV protons, at CENBG where only one detector was available, the light elements Na to Fe were determined with a 1.5 MeV beam, and the heavy ones, including Fe, with a beam energy of 2.7 MeV.

In Western Mediterranean, it is possible with PIXE to differentiate all obsidian sources of archaeological significance. Examples are given of obsidian provenances from Neolithic sites of France and from the islands of Corsica and Sardinia. In the Near East, we can differentiate the Cappadocian and Eastern Anatolian obsidian sources used during the early Neolithic. This is illustrated by examples taken from Neolithic sites of the Middle Euphrates Valley (Syria).  
© 2005 Elsevier B.V. All rights reserved.

*PACS:* 29.27.Ac; 34.50.Bw; 82.80.Yc

*Keywords:* PIXE; Obsidian; Neolithic; Provenance studies

\* Corresponding author. Tel.: +33 05 57 12 47 89; fax: +33 05 57 12 45 50.  
E-mail address: [gerard.poupeau@u-bordeaux3.fr](mailto:gerard.poupeau@u-bordeaux3.fr) (G. Poupeau).

## 1. Introduction

Obsidian is a volcanic glassy rock frequently found in prehistoric sites located far enough from any natural outcrop to imply human transportation. In any given site, it may be present as unworked nodules, rough blocks, to more or less elaborated objects (blades, arrowheads, “mirrors”, etc.). Thus, although it is generally possible from conventional geochemical approaches to identify their original source-area, raw material “provenance” study may involve the need for non-destructive methods of characterization [1]. PIXE is quite useful in this context especially in its external beam mode, which allows one to study any artefact whatever its size.

Although the potentialities of PIXE for obsidian provenance studies were clearly demonstrated in the late seventies [2] extensive regional applications seem however to have been limited until now to the SW and Central Pacific islands [3] and to the Ecuadorian Andean regions [4].

In the Mediterranean islands and its bordering continental areas, obsidian is frequently present in Neolithic sites. We show here, using two different facilities with respectively in-vacuum and external particle beams that PIXE might be relevant for provenance studies in the Meso- and Neolithic of Western Mediterranean and for the early Neolithic in the Near East.

## 2. PIXE facilities

Obsidian elemental composition was determined either with a nuclear proton-probe operated under vacuum at the *Centre d'Etude Nucléaire de Bordeaux-Gradignan* (CENBG) or with an extracted proton beam at *Centre de Recherche et de Restauration des Musées de France* (C2RMF, Paris).

At Bordeaux we used a micro-beam (dia.  $\sim 5 \mu\text{m}$ ) generated by a 4 MV Van de Graaff accelerator (HVE corporation KN4000) and a single Si(Li) detector. As a consequence light (Na, Al, Si, K, Ca, Ti, Mn, Fe) and heavy (Fe, Zn, Ga, Rb, Sr, Nb, Y, Zr) elements were dosed in two steps, with respectively beam energies of 1.5 and 2.7 MeV. In order to take into account possible

local heterogeneities (microcrystals) each “spot” measurement was conducted over a  $700 \times 700 \mu\text{m}^2$  surface area. At C2RMF we used the external milli-beam line of the AGLAE facility, where the availability of two Si(Li) detectors made possible sample analyses with a unique exposure to a  $30 \mu\text{m}$  proton beam of 3 MeV [5]. For each sample, three “spot” measurements were performed. One reference obsidian of otherwise known elemental composition was included in each sample batch. Data treatment was made with the 2000 version of the GUPIX software [6].

## 3. Sampling

In the Western Mediterranean area all obsidians in Meso- to Neolithic sites come from one of four source-islands: Lipari, Palmarola, Pantelleria and Sardinia (Fig. 1). In an earlier work, we had shown that PIXE could easily discriminate between these four provenances [7]. However, in Sardinia, four geochemically distinct obsidian types were produced in the Monte Arci volcanic complex. We analyzed 24 Monte Arci samples representative of these four (SA, SB1, SB2 and SC) obsidian types.

In the Near East, where obsidian sources are all located in Anatolia, obsidian artefacts may be present from the beginning of the Neolithisation process as far southward as Central Israël. During its first millennia, only two obsidian source-areas are represented in Levant human settlements. We measured by PIXE obsidians from the relevant sources, respectively in Cappadocia (East Göllü Dag and Nenezi Dag volcanoes) and Eastern Anatolia (Bingöl area). In the latter, obsidians of two types of elemental composition (Bingöl A and B) are known. While Bingöl B obsidians are found only in discrete sources within at most  $\sim 40$  km from the Bingöl city, obsidians with a Bingöl A composition can be collected both around Bingöl and also associated with the Nemrut Dag volcano, some 150 km East.

## 4. Results and comments

Thirteen elemental contents were systematically determined in all samples analyzed. The results are

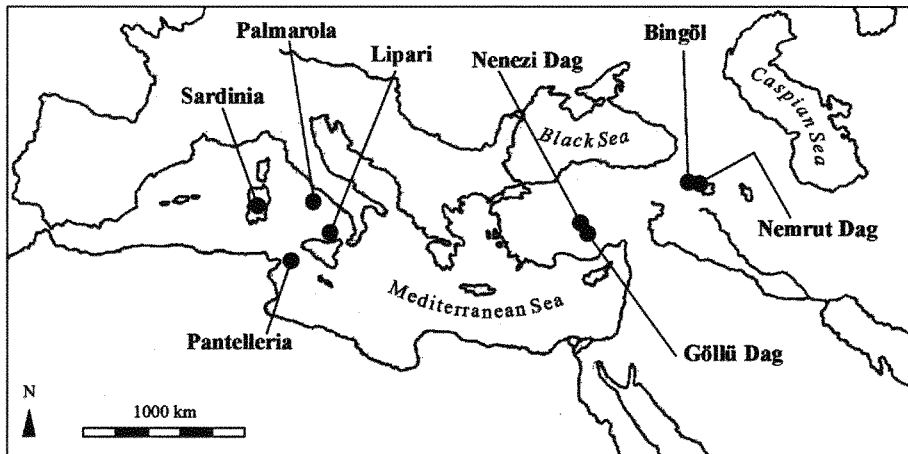


Fig. 1. Schematic map of the Mediterranean area showing the localisation of the obsidian sources cited in the text.

given in Table 1. Almost without exception the values reported in Table 1 are averaged over three to four spot measurements. Not reported in Table 1 are the Y contents, dosed only in the Bingöl A peralkaline obsidian (136 ppm). In the other obsidians, all being of the calco-alkaline type, the Y content are near to below the detection limit.

*Western Mediterranean.* In an earlier work [7], we had shown that PIXE could discriminate between the Western Mediterranean obsidian source-islands. At that time only three Sardinian obsidians belonging to the SA and SB types had been measured. The data reported in Table 1 confirm the capability of PIXE to characterize obsidians of

Table 1  
PIXE analytical data

Sample	<i>n</i>	Na	Al	Si	K	Ca	Ti	Mn	Fe	Zn	Ga	Rb	Sr	Zr	
<i>Sardinia</i>															
SA type	ave	7	25233	72267	353945	40870	4317	522	404	8862	76	23	250	28	77
	sd		482	616	636	971	104	30	13	290	3	1	14	4	7
SB1 type	ave	6	25468	73525	350263	41771	5224	832	350	10042	72	24	250	65	121
	sd		393	584	716	678	135	53	13	422	2	1	10	4	6
SB2 type	ave	7	23950	70194	354679	43744	4375	763	239	8647	44	19	237	42	108
	sd		864	695	1141	1669	442	110	12	536	3	2	16	8	14
SC type	ave	4	24375	75299	344465	45274	6220	1615	226	12024	58	21	178	127	238
	sd		520	677	781	886	237	116	15	981	5	2	18	20	17
<i>Anatolia</i>															
<i>Central Anatolia</i>															
East Göllü Dag	1	32133	69466	358549	34084	2933	300	476	6259	20	15	191	9	68	
Nenezi Dag	1	29891	71633	352482	34073	7730	577	624	8465	40	15	166	96	97	
<i>Eastern Anatolia</i>															
Bingöl A	1	46746	58592	347521	26600	1575	1087	570	28930	210	39	205	–	1324	
Bingöl B	1	35627	78602	338185	40318	4837	1179	300	12316	49	21	219	41	326	
<i>Detection limit</i>		296	301	185	139	263	81	6	171	2	2	8	6	13	

Elements contents are given in ppm. When *n* samples are analysed, as for Sardinia obsidians, the data reported are the average element content (ave) and its standard deviation (sd).

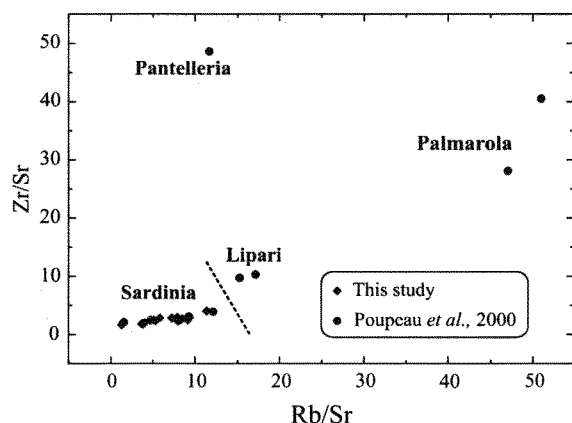


Fig. 2. Discrimination of Western Mediterranean obsidian source-islands from the Zr/Sr and Rb/Sr ratios. Measurements by Poupeau et al. (2000) on the four islands were realised on the C2RMF facility, those of the present work on Sardinia on the C2RMF and on the CENBG facility.

this island. Key element contents to distinguish Sardinian obsidians from other island obsidians by PIXE are Na, Zn, Rb, Zr, as illustrated for trace elements in the Zr/Sr versus Rb/Sr diagram of Fig. 2.

The present data on Sardinian obsidians show that PIXE is able to characterize its four geochemical types. The SC type is the most easily sorted, from its Al, Si, Ca, Ti, Fe, Rb, Sr and Zr contents. SA obsidians have the lowest Ti, Sr and Zr contents, and SB2 the lowest Zn contents. The separation between SB1 and SB2 is also easily obtained by a comparison between their Sr contents, and to a lesser extent, between their Si, Ca, Fe, Ga and Zr contents.

The Monte Arci types distinction is therefore easily obtained by binary diagrams as in Fig. 3, which compares the Zr and Zn contents of the analyzed samples. One can observe a good agreement between the data obtained at CENBG and C2RMF.

In the binary diagram of Fig. 4 we added to these source data the results obtained on 94 artefacts coming from 15 Neolithic sites from SE France [7] and from the islands of Corsica and Sardinia. The dispersion of artefacts representative points in this diagram is larger than that observed for source samples. This is probably related to the fact that these artefacts represent a larger sampling of the source areas and therefore they may be more

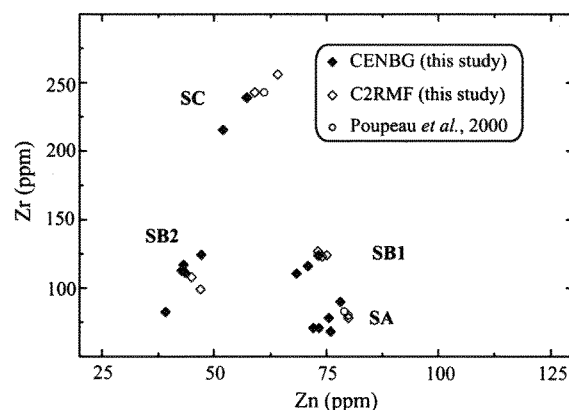


Fig. 3. Discrimination of the four Monte Arci (Sardinia) obsidian types from a Zn versus Zr contents diagram.

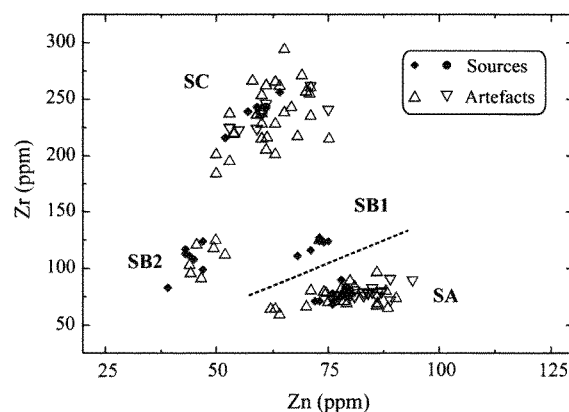


Fig. 4. Discrimination of Western Mediterranean artefacts with a Sardinia-type composition respectively measured on the CENBG ( $\Delta$ ) and C2RMF ( $\nabla$ ) facilities as regards to the four Monte Arci obsidian types, based on a comparison between their Zn and Zr contents.

representative of the geochemical variability inside each obsidian type. However, there is no ambiguity for the attribution of an artefact to a given obsidian type.

*Near East.* The work on Near East obsidians is in a more preliminary phase. However, it can be seen in Table 1 that the four geochemical types of obsidians related to the source-areas used during the Early Neolithic are easily sorted by PIXE. The obsidian of Bingöl A type is singled by its Na, Al, Si, Ca, Fe, Zn, Zr and possibly Ga contents. Among the three other samples the very low Sr

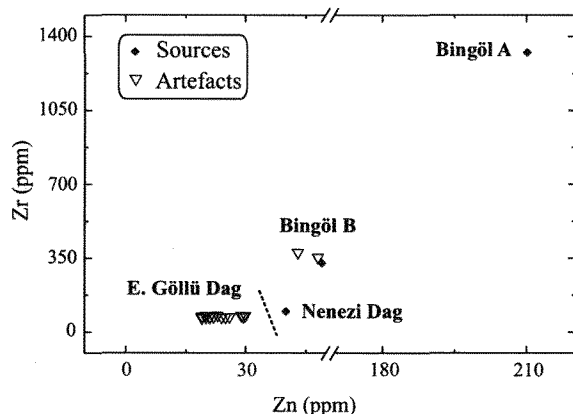


Fig. 5. Discrimination of Anatolian obsidian sources and of some ancient Neolithic artefacts from the Middle Euphrates valley, from their Zn and Zr contents. Measurements performed at C2RMF.

content alone is a good marker for Eastern Göllü Dag obsidians, as is the Zr content for Bingöl B obsidians, and Ca for Nenezi Dag materials. Other elements such as Al, Si, K, Ca, Ti, Fe and Zn might contribute to differentiate the East Göllü Dag, Nenezi Dag and Bingöl B type obsidians from each other. Future measurements on additional source samples will allow one to fully evaluate the capability of PIXE. However, as shown in Fig. 5, the first data obtained on 26 artefacts from four sites of the Middle Euphrates valley suggest that PIXE could be for the Levant Neolithic a valuable alternative to more classical analytical techniques in provenance studies with the advantage of being non-destructive.

## 5. Conclusion

In the West Mediterranean area, obsidian was used by ancient man from the Mesolithic and during the Neolithic, until the bronze age, i.e. from the VIIth to about the IIIrd millennium B.C. During this time span, the only obsidian sources exploited were those of the four islands of Lipari, Palmarola, Pantelleria and Sardinia [8]. We show elsewhere that it is possible to discriminate the four Sardinian obsidian types and obsidians from the other islands from each other using their major element

contents, as determined by electron microprobe (EMP) [9]. However, EMP is partly destructive. We demonstrated here that PIXE analyses conducted under vacuum or with an external beam are equivalent and that they provide the same ability of discrimination as EMP, with the advantage of being strictly non-destructive.

In archaeological obsidian provenance studies, non-destructive analyses are often compulsory only for a fraction of the samples to be analysed. We are presently taking advantage of the complementarity of PIXE and EMP in this respect to study the Meso- and Early Neolithic obsidian trade in Western Mediterranean. On Near East obsidians, the preliminary PIXE results presented here and yet unpublished EMP data suggest that a similar methodology might be applied to archaeological sites of the first millennia of Neolithisation process in the Levant.

## Acknowledgements

This work was partly funded by the *Groupement de Recherche 2114 "CHIMART"* of CNRS.

## References

- [1] M.S. Shackley (Ed.), *Archaeological Obsidian Studies. Method and Theory*, Plenum Press, New York, 1998.
- [2] Z. Gopher, *Physical studies of archaeological materials*, *Rep. Progress Physics* 46 (1983) 1193.
- [3] G.R. Summerhayes, J.R. Bird, R. Fullagar, C. Gosden, J. Specht, R. Torrence, in: M.S. Shackley (Ed.), *Archaeological Obsidian Studies, Method and Theory*, Plenum Press, New York, 1998, p. 129.
- [4] L. Bellot-Gurlet, G. Poupeau, O. Doriguel, Th. Calligaro, J.-C. Dran, J. Salomon, *J. Archaeol. Sci.* 26 (1999) 855.
- [5] T. Calligaro, J.D. MacArthur, J. Salomon, *Nucl. Instr. and Meth. B* 109/110 (1996) 125.
- [6] J.A. Maxwell, J.L. Campbell, W.J. Teesdale, *Nucl. Instr. and Meth. B* 43 (1989) 218.
- [7] G. Poupeau, L. Bellot-Gurlet, V. Brisotto, O. Doriguel, *C.R. Acad. Sci. Paris Sciences de la Terre et des Planètes* 330 (1999) 297.
- [8] R. Tykot, *Acc. Chem. Res.* 35 (2002) 618.
- [9] F.-X. Le Bourdonnec, C. Lugliè, S. Dubernet, M. Bohn, G. Poupeau, *Proceedings of IIIrd International Workshop on the Monte Arci (Sardinia) Obsidian*, September 25–26, 2004, Pau (Sardinia), in press.



## Chapitre VII

### SPECTROSCOPIE RAMAN ET RECHERCHES DE PROVENANCE DE L'OBSIDIENNE

*Introduction à l'article 'Raman micro-spectroscopy of western Mediterranean obsidian glass: one step towards provenance studies?' paru en 2004 dans le 'Journal of Raman Spectroscopy'.*

LE DÉMARRAGE DE L'INTÉRÊT DE LA SPECTROSCOPIE RAMAN pour les recherches de provenance d'obsidiennes date de l'article pionnier de Milleville *et al.* (2003) portant sur quatre échantillons provenant respectivement de Çavuşlar (Bingöl, Anatolie orientale) du volcan Göllü Dağ (Cappadoce), de l'île de Lipari (Méditerranée occidentale) et de Sierra de Pachuca (Mexique). Ces auteurs ont montré que les intensités relatives des bandes du spectre d'absorption et leurs positions variaient significativement d'un spectre à l'autre, et en particulier au sein du massif de haute fréquence entre 850 et 1300  $\text{cm}^{-1}$ . Ils en concluaient que l'utilisation de ces propriétés pourrait s'avérer utile dans les études de provenance des obsidiennes archéologiques.

Nous avons repris la méthodologie exposée dans cet article pour l'appliquer aux obsidiennes des sources de Méditerranée occidentale. Les résultats obtenus suggèrent que la microspectroscopie Raman serait apparemment bien adaptée à l'identification de l'île-source d'une obsidienne archéologique. Elle serait même capable de reconnaître les quatre types d'obsidiennes du Monte Arci. Cependant, la durée de l'acquisition des données pour chaque échantillon : trois à quatre mesures ponctuelles (pour éliminer toute possibilité de spectre 'anormal', dû à une inhomogénéité locale de la matrice vitreuse), chacune de l'ordre de 30 minutes, limiterait sérieusement, dans les conditions actuelles, son application à des cas très spécifiques. L'un d'entre eux pourrait concerner la différenciation des deux sources d'obsidiennes peralcalines de la région de Bingöl et du lac Van (Anatolie orientale) respectivement, qu'il est difficile à impossible de différencier par d'autres moyens (Bellot-Gurlet, 1998 ; Bellot-Gurlet *et al.*, 1999d). La possibilité de mesures non destructives constitue aussi, en dépit des temps de mesure, l'un des attraits de cette méthode, dont l'exploration des potentialités dans les recherches de provenance commence à peine.





# Raman micro-spectroscopy of western Mediterranean obsidian glass: one step towards provenance studies?

Ludovic Bellot-Gurlet,<sup>1\*</sup> François-Xavier Le Bourdonnec,<sup>2</sup> Gérard Poupeau<sup>2</sup> and Stephan Dubernet<sup>2</sup>

<sup>1</sup> Laboratoire de Dynamique, Interactions et Réactivité (LADIR), UMR 7075 CNRS, Université Pierre et Marie Curie Paris VI, 2 rue Henri Dunant, 94320 Thiais, France

<sup>2</sup> CRP2A-IRAMAT, UMR 5060 CNRS, Université Michel de Montaigne-Bordeaux 3, Maison de l'Archéologie, Esplanade des Antilles, 33607 Pessac, France

Received 5 September 2003; Accepted 25 December 2003

This paper presents the first results of the Raman characterization of obsidians from the western Mediterranean. About 40 geological samples, from the islands of Lipari, Palmarola, Pantelleria and Sardinia, representative of the seven archaeologically significant obsidian sources, were analysed. Apart from the general shape of the spectra, which characterize three islands, a detailed treatment of the stretching massif part was performed to obtain quantitative discriminating parameters. The combination of these factors seems to provide a complete discrimination of all archaeologically significant western Mediterranean sources. These sources have provided raw material of Meso- and Neolithic artefacts distributed around the Tyrrhenian basin and nowadays provide key evidence of ancient exchange networks. Because some alternatives to classical geochemical fingerprinting are currently being sought, Raman spectroscopy could be a complementary or even alternative technique in provenance studies of archaeological obsidians. Copyright © 2004 John Wiley & Sons, Ltd.

**KEYWORDS:** western Mediterranean obsidians; natural glass; provenance studies; structural fingerprinting; micro-Raman spectroscopy

## INTRODUCTION

Obsidian, a natural glass of volcanic origin, was often used by prehistoric men for tool making because it was easily knapped, thanks to its homogeneity, hardness and brittleness, and possibly because of its remarkable aesthetic qualities (brightness and colour). Obsidian is also a preferred material to study ancient 'trade' of material goods because, as a glassy rock, it can be characterized easily by a large number of techniques and because each obsidian having a particular chemical and thermal history can be easily 'fingerprinted'. Hence in principle the origin of any obsidian found in an archaeological site can be determined. This goal, since the pioneering work of Cann and Renfrew,<sup>1</sup> was, until recently, achieved almost solely on the basis of geochemistry<sup>2</sup> and seldom on fission-track dating, associated<sup>3</sup> or not<sup>4</sup> with elemental analyses.

For various reasons, such as limitations of geochemical fingerprinting,<sup>5</sup> searches for alternative techniques—faster, cheaper, non-destructive, etc.—other approaches dealing with solid-state properties were tested. Thus it was shown that, in particular for western Mediterranean obsidians, Mössbauer spectroscopy,<sup>6,7</sup> electron spin resonance (ESR)<sup>8,9</sup> and magnetization<sup>10,11</sup> could be used in provenance studies. These techniques are, however, partially destructive and cannot be used for rare and/or very elaborate objects, which must be studied non-destructively.

In this respect, Raman micro-spectroscopy is a possible alternative as a non-geochemical, non-destructive approach. It seems particularly attractive for archaeological sample owing to its easy implementation and the fact that it operates in a non-destructive mode without consideration of artefact size. To our knowledge, very few Raman spectra of obsidians have been published.<sup>12</sup> Recently, the use of Raman spectroscopy was suggested to identify the geological provenance of obsidians found in prehistoric sites.<sup>13</sup> This paper gives an account of the first results of an exploratory case dealing with western Mediterranean obsidians, widely used by Meso- and Neolithic men.

\*Correspondence to: Ludovic Bellot-Gurlet, Laboratoire de Dynamique, Interactions et Réactivité (LADIR), UMR 7075 CNRS, Université Pierre et Marie Curie Paris VI, 2 rue Henri Dunant, 94320 Thiais, France. E-mail: bellot-gurlet@glvt-cnrs.fr  
Contract/grant sponsor: CNRS; Contract/grant number: GDR 2114.

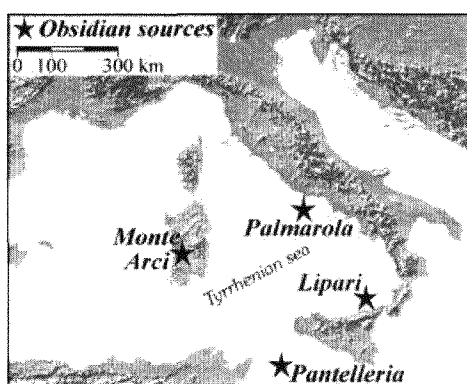
### Obsidian sources in the western Mediterranean

In the western Mediterranean area, essentially from Tunisia to the Italian Peninsula and southern France, obsidian was one of the raw materials of the Neolithic stone industry. Since Cann and Renfrew's studies,<sup>1</sup> many elemental characterizations (e.g. Ref. 14) of these 'archaeological' obsidians have demonstrated that they all came from only the four islands of Lipari, Palmarola, Pantelleria and Sardinia (Fig. 1). In each of these islands, several obsidian occurrences (or 'sources') with specific geochemical compositions are known. Earlier provenance studies have shown that it was most important not only to be able to determine from which of these islands an archaeological obsidian came, but also, in the case of Sardinia, from which specific source of the Monte Arci volcanic complex.

Some geochemical characteristics of these obsidians are presented in Table 1. From their major to trace element

contents, it can be seen that whereas Pantelleria obsidians are peralkaline, all others present a calco-alkaline composition (see also, e.g., Ref. 14).

Located in south-western Sardinia, the Monte Arci volcanic area presents a number of obsidian outcrops distributed in four discrete areas of the massif, each characterized by a particular chemical composition: obsidians of different compositional groups<sup>14,15</sup> are found on the south-western (SA group), western (SB1 and SB2) and eastern (SC) sides of the massif. It is important from an archaeological point of view to discriminate these obsidians because of their accessibility, their form of occurrence, their knapping qualities, etc., which may differ from one group to another. In the SC and SB1 obsidians, subtle discrete compositional variations were found<sup>14</sup> but as obsidians of these subgroups are found together on some secondary sources with easier access, their distinction is unnecessary.



**Figure 1.** Locations of western Mediterranean obsidian sources.

### EXPERIMENTAL

Measurements were performed at Laboratoire de Dynamique Interaction et Réactivité (LADIR) with a LabRam Infinity micro-Raman notch-based spectrometer (Jobin Yvon-Horiba) using radiation at 532 nm from a frequency-doubled Nd:YAG laser. The samples prepared as unpolished glass flakes or as polished sections were observed under an Olympus microscope with 10× and long-focus 50× and 100× Leitz objectives. With the 100× objective the laser beam waist diameter is about 3 μm. The spectrometer setting offers a spectral resolution around 2 cm<sup>-1</sup>. Signal detection is performed with a Peltier-based cooled charge-coupled device (CCD) detector. Density filters may modulate the laser power

**Table 1.** Typical chemical compositions (% , ppm) of the seven compositional groups of western Mediterranean obsidians<sup>a</sup>

Component	Monte Arci (Sardinia)				Lipari	Palmarola	Pantelleria
	SA	SB1	SB2	SC			
SiO <sub>2</sub>	75.57	74.84	75.96	73.68	74.87	74.51	71.20
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	13.88	14.02	13.44	14.33	13.25	13.45	7.66
Na <sub>2</sub> O	3.55	3.49	3.36	3.30	4.16	4.79	6.84
K <sub>2</sub> O	4.71	4.88	4.99	5.31	4.66	4.43	3.72
CaO	0.57	0.70	0.54	0.85	0.69	0.44	0.25
TiO <sub>2</sub>	0.09	0.14	0.13	0.30	0.07	0.08	0.19
MnO	0.05	0.04	0.03	0.03	0.06	0.07	0.27
Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	1.28	1.48	1.23	1.75	1.63	1.61	8.11
Zn	82	77	48	64	52	45	462
Ga	28	26	21	23	21	22	39
Rb	279	266	268	201	338	513	537
Sr	28	62	37	131	21	10	46
Zr	89	135	112	270	210	357	2235

<sup>a</sup> Measurements by particle-induced x-ray emission (PIXE) analyses following the procedure described in Ref. 30. For Pantelleria, the composition presented is related to the Balata dei Turcchi outcrop.

All oxides in percent, all elements in PPM.

on sample, but as obsidians are not highly sensitive to laser irradiation, we used the full laser power of about 5.2 mW on the sample with the 100× objective. Additional experiments were performed with a Dilor XY micro-Raman spectrometer coupled with an Olympus BH-2 microscope using 457.9 nm radiation from an Ar-Kr ion laser from Coherent.

Acquisition and basic treatment of spectra were carried out with LabSpec software (Jobin Yvon-Horiba). As some obsidians showed on their Raman spectra a continuous baseline linked to luminescence (Fig. 2), we first removed a basic polynomial fit. After using Origin software (Microcal Software), selected parts of the Raman spectra were fitted using Gaussian functions in order to characterize the Raman bands. Some macros developed in the laboratory for the peak fitting Origin module were used to standardize and ensure treatment reproducibility.

RESULTS AND DISCUSSION

The obsidian Raman spectrum

As an aluminosilicate glass, the obsidian structure can be schematized as a partially depolymerized silica network. Hence it is not surprising that the Raman spectrum of any obsidian shows all the attributes of pure silica glass (Fig. 3). The major band between 430 and 460 cm<sup>-1</sup> underlines the short medium range order and corresponds to vibration of bridging oxygens.<sup>16</sup> The two so-called 'defect lines' D<sub>1</sub> and D<sub>2</sub> which appear as shoulders around 495 and 606 cm<sup>-1</sup> had been thought for a long time to correspond to the breathing

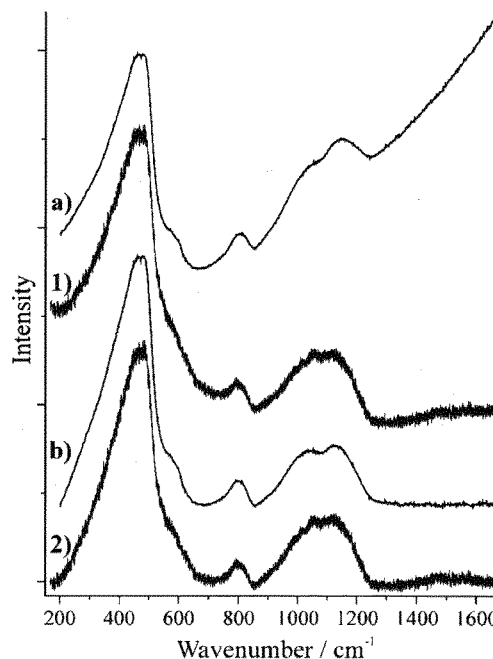


Figure 2. Raman spectra of a Lipari sample. (a) and (b) Infinity spectrometer, λ = 532 nm, one acquisition of 40 min; (1) and (2) XY spectrometer, λ = 457.9 nm, two acquisitions of 60 min. (a) and (1) Rough spectrum; (b) and (2) spectrum after baseline correction.

mode of four- and three-ringed structures, respectively.<sup>17,18</sup> This interpretation was confirmed by modelling.<sup>19</sup>

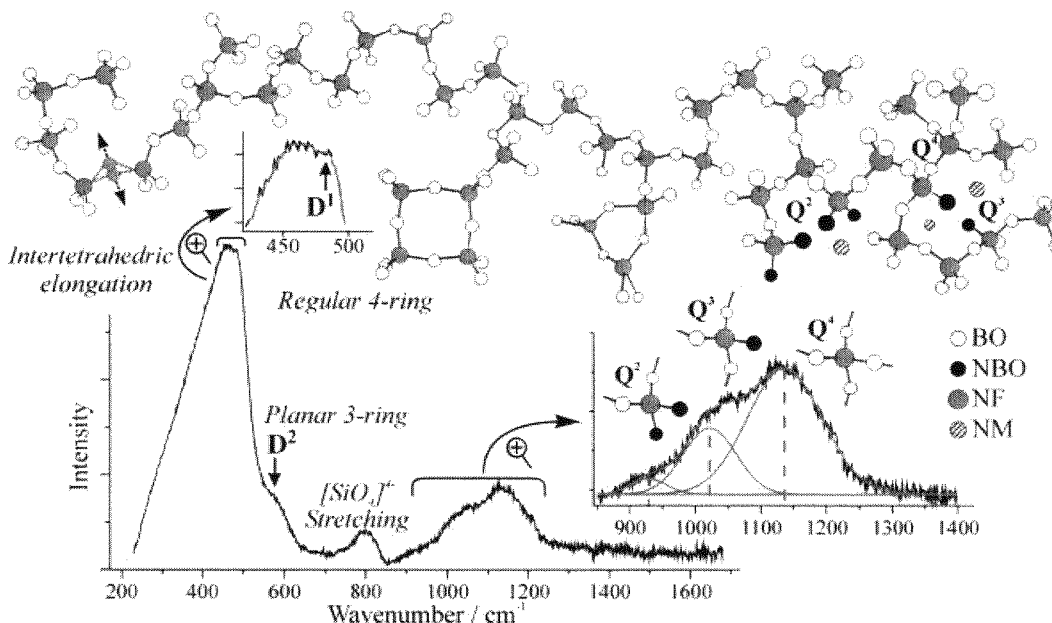


Figure 3. Raman spectrum of a Sardinian obsidian (Monte Arci SA) and structural interpretation of major bands illustrated by a sketch of glass structure. The [SiO<sub>4</sub>]<sup>4-</sup> tetrahedron chains linked with bridging oxygens (BO) are sometimes broken (depolymerization) by non-bridging oxygens (NBO). Al and Fe may replace Si as network forming (NF), local charge is maintained by network modifiers (NM: Na, K, Ca, Mn, etc.) in interstitial sites.

At higher wavenumbers the spectrum presents a band centred at  $800\text{ cm}^{-1}$  and a large massif between  $950$  and  $1150\text{ cm}^{-1}$ . In the literature, the  $800\text{ cm}^{-1}$  band is generally related to the stretching of isolated  $[\text{SiO}_4]^{4-}$  tetrahedra, also called  $Q^0$  species, as it corresponds to silica with four non-bridging oxygens.<sup>16,20,21</sup> The  $950\text{--}1150\text{ cm}^{-1}$  massif, specific to glasses containing network modifiers,<sup>16</sup> is interpreted as a complex of three bands,  $Q^4$ ,  $Q^3$  and  $Q^2$ , associated with vibrations of silica units with zero to two non-bridging oxygens<sup>22–24</sup> (Fig. 3).

As a first approximation, this stretching massif can be modelled as the sum of three major Gaussian components as illustrated by Figs 3 and 5. Using a larger number of Gaussians does not increase the fit quality significantly.<sup>20</sup> Even if some additional band(s) linked to minor component(s) are taken into account, such as replacement of Si by Al,<sup>25</sup> their relative contributions to the spectrum were shown to be of minor importance in practice.<sup>26,27</sup> The smooth spectral shapes of obsidians do not constrain these minor contributions sufficiently to allow one to use them to differentiate and characterize properly rhyolitic obsidians.

### Western Mediterranean obsidian spectra and source discrimination

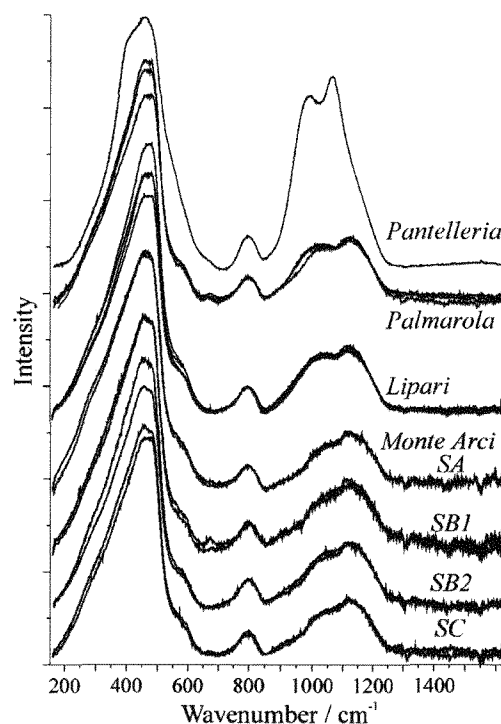
We analysed samples from all the western Mediterranean obsidian sources to be considered in provenance studies. Several samples were analysed for each source with special emphasis on Sardinian samples (Table 2) as these were largely predominant in the Tyrrhenian area from the middle Neolithic period. Five Lipari samples, also much used during the Neolithic period (see Fig. 6 in Ref. 14), were analysed. Four obsidians from Pantelleria and three others from the island of Palmarola (less exploited by ancient humans) were used as a complement to this sampling.

All western Mediterranean obsidians contain a small proportion of micro-minerals which can be individually analysed with the confocal set-up of micro-Raman spectrometers.<sup>13</sup> Because we were here interested specifically in the structural characteristics of glass, we had to select areas where only glass spectra could be recorded. This goal was easily achieved with a  $100\times$  objective, even with the SC group obsidians, where the mineral content was the highest.

Except for the Pantelleria obsidians, the spectra of the western Mediterranean obsidians always show a luminescent background with the  $532\text{ nm}$  excitation that is used for our standard analysis of obsidians. The use of a  $457.9\text{ nm}$  laser associated with a Dilor XY spectrometer greatly reduces

the luminescent contribution (Fig. 2) but it takes two long acquisitions to obtain the whole spectral window of interest (between  $\sim 200$  and  $1500\text{ cm}^{-1}$ ). The comparison of spectra obtained by the two experimental setups after a baseline subtraction shows an excellent agreement (Fig. 2) although the signal-to-background ratio is less favourable in the case of the  $532\text{ nm}$  excitation. Using a wavelength to the red did not improve the signal contribution, and with a laser at  $785\text{ nm}$  the appearance of intense electronic Raman lines (due to trace contents of rare earth elements) causes severe overlap in the high wavenumber part of the spectrum.

For each sample, from one to three Raman spectra of the glassy matrix were taken. The reproducibility within a single sample was excellent. Typical Raman spectra of western Mediterranean obsidians are presented in Fig. 4. In addition to the glassy matrix-related spectrum common to all obsidian samples, the Palmarola and Monte Arci SB1 samples reveal at  $670\text{ cm}^{-1}$  a small band indicating traces of magnetite structure in the analysed volume.



**Figure 4.** Raman spectra (after baseline correction) of western Mediterranean obsidians. To illustrate reproducibility, several spectra from different samples are shown for all groups (except Pantelleria).

**Table 2.** Number of samples analysed by islands and geochemical sub-types

	Monte Arci				Lipari	Palmarola	Pantelleria
	SA	SB1	SB2	SC			
No. of samples analysed	11	6	4	7	5	3	4

One to three spectra per island, or compositional group in the case of Monte Arci obsidians, are given to illustrate the sample-to-sample reproducibility inside a single island or source. Significant differences were only observed in the case of Palmarola in the stretching massif. This might come from slightly different compositions between these samples which belong to two compositionally discrete sub-groups<sup>28</sup> on Palmarola island.

The island (or source) spectra differ mainly in their high-wavenumber part and especially in the shape and relative amplitude of their stretching massifs. This indicates various degrees of network (de)polymerisation mainly related to the obsidian matrix composition (essentially with alkali or transition metal content, Table 1) but maybe also with the conditions of formation of the glasses or the thermal history. The peralkaline, Fe-rich Pantelleria samples, present by far the most depolymerized network, and thus an unambiguous characteristic spectrum to recognize this source. Among the calco-alkaline obsidians, the Monte Arci samples have the most polymerized network, an intermediate stage being represented by both Lipari and Palmarola obsidians.

For Raman discrimination of the obsidian sources, major differences between the shapes of the spectra (Fig. 4) make it easy to distinguish obsidians of Pantelleria or Sardinia origin from Lipari or Palmarola origin. Hence, in order to discriminate between obsidians from Lipari, from Palmarola and from each of the four Sardinia types, a quantitative treatment of the spectra is needed.

As some differences seem to appear in the stretching massif, a detailed fitting of this region was performed. In this way, we obtain the  $Q^n$  band characteristics. For each band, we retain the fitted band position and relative area compared with the whole massif surface range: quantification of the massif shape may then be achieved. Examples of such spectra fitting are presented in Fig. 5 to illustrate the stretching massif pattern variability between sources. When more than one spectrum per sample was recorded, we adopted for the peak position and relative surface area the average of the values obtained for each spectrum.

As the six parameters obtained for each sample are not independent, we used only binary and ternary plots to visualize eventual obsidian source specific signatures. For example, the  $Q^2$  position vs  $Q^4$  relative area plot (Fig. 6) isolates clearly the Pantelleria obsidians but does not separate the Lipari from Palmarola obsidians, and does not reveal any detailed structure among the Sardinia sources (except possibly in the case of SB1 samples). A  $Q^3$  relative area vs  $Q^2$  position plot (Fig. 7), which keeps Pantelleria apart, seems to resolve the Lipari vs Palmarola obsidians. The resolution of Sardinia obsidian signatures needs two more diagrams: in a binary  $Q^4$  position vs  $Q^4$  relative area plot (Fig. 8), the 11 SA obsidians lie in the upper part of the diagram separated from the part occupied by the other samples. SB1 samples fall into two sub-groups which may

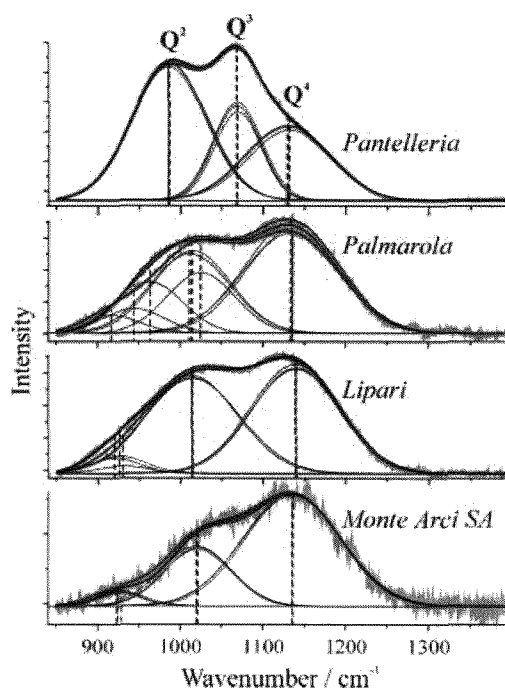


Figure 5. Examples of stretching massif fitting of western Mediterranean obsidian Raman spectra.

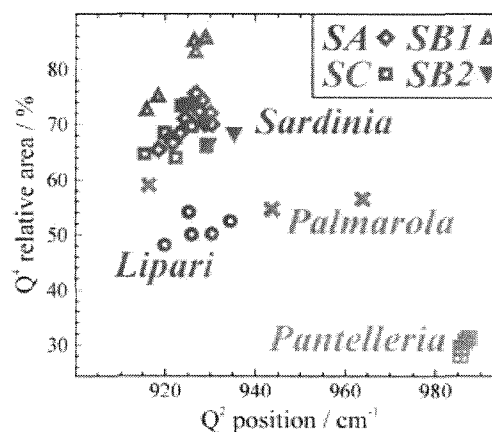
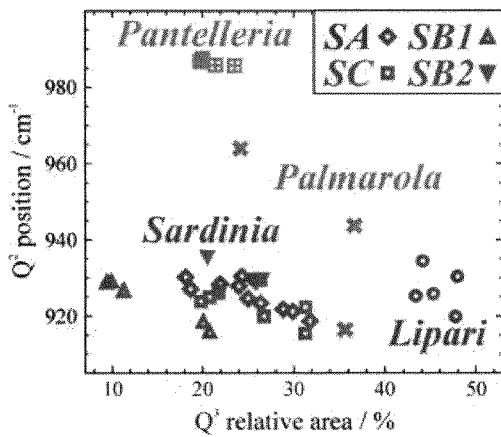


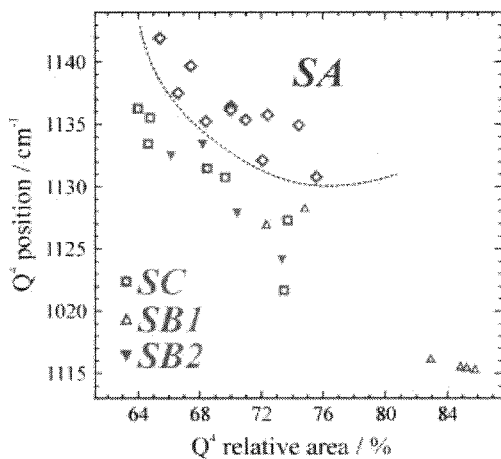
Figure 6. Source discrimination by plotting  $Q^4$  relative area versus  $Q^2$  position for all samples analysed.

be related to the known geochemically discrete SB1 sub-groups.<sup>14</sup> Differentiating obsidians from the SB1, SB2 and SC groups needs a ternary plot such as that in Fig. 9. SB1 samples are clearly isolated and the analysed SB2 samples spread in a separate field. Combined in a sequential way, these representations seem to achieve a complete discrimination of all archaeologically significant sources.

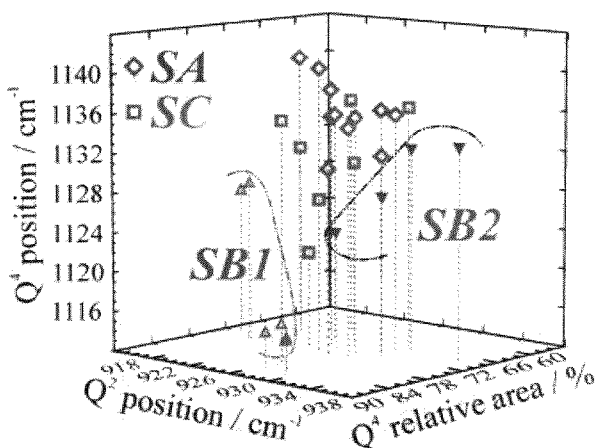
Hence obsidians from western Mediterranean sources might be distinguished by Raman analysis of their glassy matrix. If these could be confirmed from a larger sampling and eventually including other Raman parameters, a new research field could open up in provenance studies of archaeological obsidians.



**Figure 7.** Source discrimination by plotting  $Q^2$  position versus  $Q^3$  relative area for all samples analysed.



**Figure 8.** Discrimination between Sardinian sub-groups using the diagram of  $Q^4$  relative area versus  $Q^2$  position.



**Figure 9.** Discrimination of Sardinian SB sub-types with a ternary plot of  $Q^2$  position and  $Q^4$  relative area versus  $Q^4$  position.

## CONCLUSION

Raman spectroscopy has for many years been a well-established non-destructive technique for the characterization of cultural heritage artefacts. It was recently proposed as a possible alternative way of deciphering the origin of obsidians collected in prehistoric sites.<sup>13</sup> Our study, dealing with geological obsidians from the western Mediterranean, is the first step in the line of investigation. Our sample was guided by the importance of these obsidian sources in the local Meso- and Neolithic evolution.

We have shown, from a sampling of ~40 obsidians, that Raman spectroscopy was able to discriminate the four source islands of Lipari, Palmarola, Pantelleria and Sardinia. Inside Sardinia, although differences between obsidians are more subtle, it seems that Raman spectroscopy might also distinguish the four archaeologically significant groups. These separations were obtained from the characteristics of the stretching massif part of the glassy matrix spectra.

This contribution, carried out within the framework of a multi-parametric characterization test program,<sup>29</sup> already shows that Raman spectroscopy of obsidians can be at least one complementary technique. Further work focusing on a more extended sampling and on other Raman data (e.g. Raman micro-mineralogy) will show to what extent this technique can be used in obsidian provenance studies.

## Acknowledgements

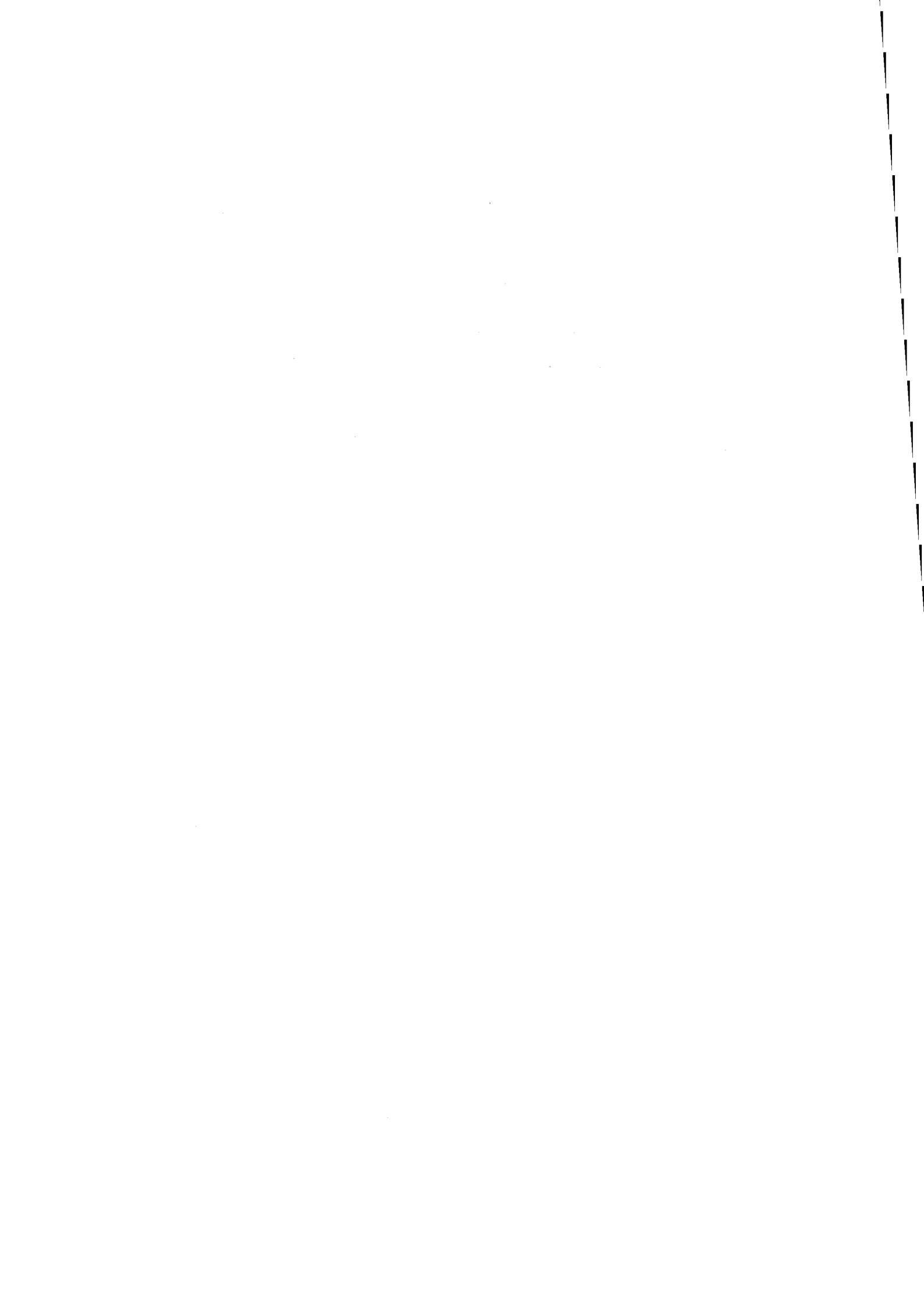
We are indebted to colleagues who provided the studied samples: G. Bigazzi (CNR, Pisa, Italy), C. Luglié (Cagliari University, Italy), A. M. De Francesco (Università della Calabria, Italy) and V. Francaviglia (CNR, Rome, Italy). We also thank the GDR 2114 of CNRS, 'Physico-Chimie des Matériaux du Patrimoine Culturel' (CHIMART), which contributed to supporting this work, and the Centre de Recherche et de Restauration des Musées de France (C2RMF-URM171), where PIXE analyses were performed.

## REFERENCES

1. Cann JR, Renfrew C. *Prehistoric Soc.* 1964; **30**: 111.
2. Shackley MS. *Archaeological Obsidian Studies. Method and Theory. Advances in Archaeological and Museum Science 3.* Plenum Press: New York, 1998; 243.
3. Bellot-Gurlet L, Calligaro Th, Dorighel O, Dran J-C, Poupeau G, Salomon J. *Nucl. Instrum. Methods Phys. Res. B* 1999; **150**: 616.
4. Bigazzi G, Poupeau G, Bellot-Gurlet L, Yegingil Z. In *l'Obsidienne au Proche et Moyen Orient. Du Volcan à l'Outil*, Cauvin M-C, Gourgaud A, Gratuze B, Arnaud N, Poupeau G, Poidevin J-L, Chataigner C (eds). *BAR International Series*, 738. Hadrian Books: Oxford, 1998; 69–89.
5. Bellot-Gurlet L, Poupeau G, Dorighel O, Calligaro Th, Dran J-C, Salomon J. *J. Archaeol. Sci.* 1999; **26**: 855.
6. Longworth G, Warren SE. *J. Archaeol. Sci.* 1979; **6**: 179.
7. Duttine M, Villeneuve G, Poupeau G, Rossi AM, Scorzelli RB. *J. Non-Cryst. Solids* 2003; **323**: 193.
8. Chávez-Rivas F, Zamorano-Ulloa R, Galland D, Regnard JR, Chappert J. *J. Appl. Phys.* 1991; **69**: 5468.
9. Scorzelli RB, Petrick S, Rossi AM, Poupeau G, Bigazzi G. *C. R. Acad. Sci. Earth Planet. Sci.* 2001; **332**: 769.
10. McDougall JM, Tarling DH, Warren SE. *J. Archaeol. Sci.* 1983; **10**: 441.

11. Stewart SJ, Cernicchiaro G, Scorzelli RB, Acquafredda P, De Francesco AM. *J. Non-Cryst. Solids* 2003; **323**: 188.
12. White WB, Minser DG. *J. Non-Cryst. Solids* 1984; **67**: 45.
13. Milleville A, Bellot-Gurlet L, Champagnon B. *Santallie Revue d'Archéométrie*. 2003; **27**: 123.
14. Tykot RH. *J. Archaeol. Sci.* 1997; **24**: 467.
15. Mackey MP, Warren SE. In *Proceedings of the 22nd Symposium on Archaeometry*, University of Bradford: 1982; 420–431.
16. McMillan P. *Am. Mineral.* 1984; **69**: 622.
17. Galeener FL. *J. Non-Cryst. Solids* 1982; **49**: 53.
18. Barrio RA, Galeener FL, Martínez E, Elliott RJ. *Phys. Rev. B* 1993; **48**: 15 672.
19. Pasquarello A, Car R. *Phys. Rev. Lett.* 1998; **80**: 5145.
20. Seifert F, Mysen BO, Virgo D. *Am. Mineral.* 1982; **67**: 696.
21. Colomban Ph. *J. Non-Crystall. Solids* 2003; **323**: 180.
22. Mysen BO, Virgo D, Scarfe CM. *Am. Mineral.* 1980; **65**: 690.
23. Sharma SK, Simons B. *Am. Mineral.* 1981; **66**: 118.
24. Zotov N, Ebbsjö I, Timpel D, Keppler H. *Phys. Rev. B* 1999; **60**: 6383.
25. McMillan P, Piriou B, Navrotsky A. *Geochim. Cosmochim. Acta* 1982; **46**: 2021.
26. Mysen BO, Finger LW, Virgo D, Seifert F. *Am. Mineral.* 1982; **67**: 686.
27. Mysen BO. *Geochim. Cosmochim. Acta* 1995; **59**: 455.
28. Poupeau G, Bellot-Gurlet L, Brisotto V, Doriguel O. *C. R. Acad. Sci. Earth Planet. Sci.* 2000; **330**: 297.
29. Poupeau G, Scorzelli RB, Villeneuve G, Duttine M, Dubernet S, Stewart S, Bellot-Gurlet L, Fröhlich F, Le Bourdonnec F-X, Delerue S. In *Actes de la Convention Internationale sur l'Obsidienne du Monte Arci (Sardaigne)*, Oristano, 28–29 November 2002, in press.
30. Bellot-Gurlet L, Keller F, Poupeau G. *Int. Assoc. Obsidian Stud. Bull.* 1999; **23**: 13.





**TROISIÈME PARTIE**

---

**LA CIRCULATION DE L'OBSIDIENNE  
AU NÉOLITHIQUE : CORSE ET SARDAIGNE**



## Chapitre VIII

### NÉOLITHIQUE ET OBSIDIENNE DANS LA ZONE NORD TYRRHÉNIENNE

C'EST AU COURS DU VII<sup>e</sup> MILLÉNAIRE que s'instaure peu à peu en Italie du sud le processus de néolithisation. Dès la fin de ce millénaire, des communautés rurales y sont déjà installées et la poterie apparaît. La néolithisation va, au cours du VI<sup>e</sup> millénaire, progresser vers le nord le long de la péninsule italienne, vers les domaines adriatique et tyrrhénien. La plaine du Pô sera atteinte dès avant la fin de ce millénaire, où elle rencontrera des influences multiples.

L'apparition de la navigation en Méditerranée se situerait vers le XII<sup>e</sup> millénaire, notamment en Mer Egée. En Méditerranée occidentale, son usage est amplement attesté dès le Mésolithique (Mohen & Taborin, 1998).

C'est ainsi qu'en Corse, quelques groupes auraient laissé des vestiges d'une occupation entre les IX<sup>e</sup> et VIII<sup>e</sup> millénaires, comme le suggèrent par exemple les datations par <sup>14</sup>C des sites d'Araguina-Sennola, Curacchiaghju (Lanfranchi & Weiss 1973), Strette (Magdeleine, 1984), Gritulu, Monte Leone et Torre d'Aquila (Costa, 2001). Jusque dans le courant du VII<sup>e</sup> millénaire, ces populations mésolithiques n'ont utilisé comme matière première de leur industrie lithique que les ressources locales. L'obsidienne, dont il n'existe aucun affleurement dans l'île, en est donc absente.

En Sardaigne, c'est dès le Paléolithique supérieur que des chasseurs-cueilleurs auraient peut-être séjourné sur l'île. En témoignerait la fréquentation pléistocène par des chasseurs de la *Grotta Corbeddu* (Oliena) vers 20000 ans BP (voir Lugliè, 2006a, chapitre III.2 et références relatives, p. 80).

C'est cependant au cours du VI<sup>e</sup> millénaire que la Corse et la Sardaigne vont être définitivement peuplées, par des groupes de producteurs néolithiques qui amènent avec eux des animaux domestiques auparavant inconnus dans ces îles. Ces populations confectionnent aussi une céramique 'cardiale' que l'on retrouve avec des variations décoratives importantes en Méditerranée occidentale, de l'Espagne à l'Italie péninsulaire, voire bien au-delà à l'est.

L'obsidienne des îles de Méditerranée occidentale aurait commencé à circuler dès l'apparition de la navigation. Ainsi, au VII<sup>e</sup> millénaire, l'obsidienne de Pantelleria aurait pu parvenir au VII<sup>e</sup>

millénaire sur les côtes tunisiennes. Mais c'est à partir du VI<sup>e</sup> millénaire qu'elle prendra une grande ampleur, atteignant les îles voisines et qu'on la retrouvera de la Tunisie à l'Italie péninsulaire, la France méridionale et le nord-est de l'Espagne. Le déclin de l'obsidienne surviendra avec les débuts du Chalcolithique, au III<sup>e</sup> millénaire.

### **VIII.1 Obsidienne dans le Néolithique nord tyrrhénien**

Des artefacts en obsidienne ont été identifiés dans plus de 1000 sites néolithiques en Méditerranée occidentale (Tykot, 1995). Cependant, la répartition de ces objets est très inégale (Figure VIII.1). Ainsi, si l'obsidienne liparote est présente dans pratiquement tout l'espace considéré, celle de Sardaigne n'a été répandue que dans la zone nord tyrrhénienne et les pantellerites en Méditerranée centrale. Quant à celle de Palmarola, beaucoup plus anecdotique, elle peut se rencontrer par de rares éléments ici et là.

En termes de nombre de pièces, tous sites et périodes confondus, si l'on n'en connaît que quelques-unes en Espagne, quelques centaines en France méridionale et dans l'est du Magrheb, on en compte déjà plus d'un millier sur la côte tyrrhénienne de l'Italie à plusieurs dizaines de milliers en Corse (Costa, 2006), sans tenir compte de leur grande abondance dans les îles-sources.

*En France*, les études de provenance montre une prédominance pour l'obsidienne sarde, avec une très grande majorité du type SA (Binder & Courtin, 1994 ; Poupeau *et al.*, 2000). L'obsidienne liparote ne représente qu'un faible pourcentage (<20%) des assemblages (Hallam *et al.*, 1976, Crisci *et al.*, 1994). Seules deux pièces en 'pantellerites' ont été mises au jour, dans un niveau du Néolithique final du dolmen de San Sebastien (Var) à près de 850 km de la source (Williams-Thorpe *et al.*, 1984 ; Crisci *et al.*, 1994), et aucune obsidienne de Palmarola n'a pour l'heure été identifiée.

*Dans le Nord de l'Italie*, les proportions relatives des types d'obsidienne diffèrent de ce schéma. En effet, les obsidiennes sardes sont moins dominatrices, les types SA, SB et SC étant alors à peu près également représentés, celles de Lipari et de Pamarola apportant le complément (Williams-Thorpe *et al.*, 1979 ; Polglase, 1990 ; Ammerman & Polglase 1993 ; 1995). *En Italie méridionale*, l'obsidienne liparote, beaucoup plus proche des sites qui l'utilisent, devient très largement majoritaire.

Pour la même raison, à *Malte* ne co-existent que les obsidiennes de Lipari et de Pantelleria (Cann & Renfrew, 1964, Hallam *et al.*, 1976 ; Francaviglia & Piperno, 1987) et cette dernière dominerait très largement en Tunisie (Mulazzani, 2005).

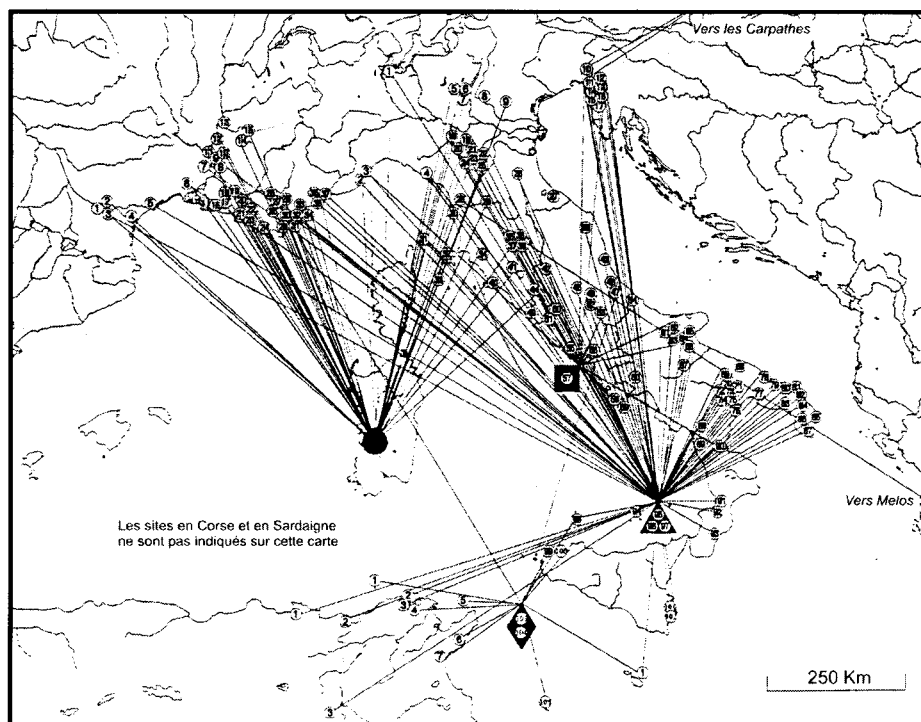


Figure VIII.1 – Distribution de l'obsidienne en Méditerranée occidentale (Tykot, 1997)

*Pour la Corse et la Sardaigne, qui font l'objet de cette partie, le bilan des recherches de provenance réalisées à partir d'analyses élémentaires, avant notre intervention, s'établit ainsi :*

— *En Corse*, l'intégralité des obsidiennes mises aux jours est d'origine sarde à l'exception d'une pièce de Palmarola retrouvée sur le site Castiglione (Oletta) daté par  $^{14}\text{C}$  du VI<sup>e</sup> millénaire avant notre ère (Salotti *et al.*, 2000). C'est à Robert H. Tykot (1996) que l'on doit l'analyse de 400 artefacts, provenant de 11 sites, dont certains sur plusieurs horizons culturels. Ce travail, réalisé durant sa thèse (Tykot, 1995) venait compléter un *corpus* naissant de seulement 28 pièces, analysées pour six sites entre 1976 et 1994 (Hallam *et al.*, 1976 ; Lamfranchi, 1987 ; Crisci *et al.*, 1994). L'examen de ces données montre que la majorité des collections compte principalement deux types d'obsidienne SA et SC (voir Tykot, 1996 ; Costa, 2006 ; Bressy *et al.*, 2007-soumis).

— *En Sardaigne*, le *corpus* s'élève, par de plus nombreux travaux (Cann & Renfrew, 1964 ; Hallam *et al.*, 1976 ; Mackey & Warren, 1983 ; Francaviglia, 1984 ; Michels *et al.*, 1984 ; Tykot, 1995 ; Meloni *et al.*, 2004) à également un peu plus de 400 pièces pour près de 60 sites. Dans ce cas, seule l'obsidienne autochtone est présente.

## VIII.2 Nouvelles données sur l'obsidienne en Corse

Dans le cadre d'un Programme Collectif de Recherche (ACR : '*Premiers peuplements holocènes des îles tyrrhéniennes*'), notre équipe était chargée des études de provenance d'obsidienne des sites corses de Cardiccia (Sartène – Corse-du-Sud), I Calanchi / Sappar'Alta (Sollacaro – Corse-du-Sud), Monte Grosso (Biguglia – Haute-Corse), Monte Revincu (Santu Pietro di Tenda – Haute-Corse) et Vasculacciu (Figari – Corse-du-Sud). A ce titre nous avons reçu un ensemble de pièces archéologiques. Il s'est malheureusement avéré par la suite que ces échantillons transmis par Laurent-Jacques Costa n'étaient rattachés à aucun contexte précis.

Par ailleurs, nous avons également travaillé sur le site d'A Teppa di U Lupinu (Santu Pietro di Tenda – Haute-Corse) dans le cadre d'une collaboration de longue date avec Madame Michelle Salotti (Corte).

### VIII.2.1 Echantillonnage

#### *A Teppa di U Lupinu (Santu Pietro di Tenda, Haute-Corse)* – v<sup>e</sup> millénaire av. J.-C.

La falaise de calcaire métamorphique située en bordure nord du village de Santu-Petru-di-Tenda, en Haute-Corse présente, témoin d'un ancien réseau karstique, une cavité de 15 m de profondeur, nommée A Teppa di U Lupinu. Fouillée par Forsyth Major au début du xx<sup>e</sup> siècle, elle a été redécouverte en 2001 par une association de spéléologie. Des fouilles effectuées en 2003 et 2004 ont révélé une très importante quantité de sédiments extraordinairement riches en fossiles datés de la fin du Pléistocène et du tout début de l'Holocène (Salotti *et al.*, en prép.). Le peu de matériel archéologique retrouvé (céramiques et artefacts lithiques) a pu être attribué au Néolithique moyen à partir de critères morphologiques et technologiques des céramiques mises au jour (Paolini-Saez *et al.*, 2006).

L'obsidienne est un phénomène tout à fait 'exotique' dans ce site, deux pièces seulement ayant été découvertes en 2003 et une en 2004 (respectivement deux lames, de numéros d'inventaire 24 et 30 et un éclat de référencé 69).

Nous avons analysé ces pièces ainsi que trois éclats de la collection de Forsyth Major conservés au musée de Bastia (références MEC. 56.13.568, MEC.56.13.569 et MEC. 56.13.570) (Paolini-Saez *et al.*, 2007). Elles nous ont été transmises par M Salotti.

#### *Dolmen de Cardiccia (Sartène, Corse-du-Sud)* – IV<sup>e</sup> millénaire av. J.-C.

Le site de Cardiccia, connu depuis le début du xx<sup>e</sup> siècle, est situé sur le plateau de Cauria, à plus de 6 km du rivage. Il est constitué d'un dolmen fortement endommagé et de quatre coffres mégalithiques. La fouille du dolmen entreprise par P. Nebbia et J.-C. Ottaviani en 1981, a per-

mis la mise au jour d'une quantité importante de pièces lithiques (790 dont 89% d'obsidienne). Ce mobilier est très homogène et possède les caractéristiques de productions du IV<sup>e</sup> millénaire (Giroux, 1914 ; Costa 2000 ; Costa & Cesari 2003).

Les 28 artefacts analysés dans le cadre de ce travail proviennent d'un ramassage en surface réalisé en 1989 sur l'un des côtés du dolmen (Costa, comm. pers.).

*I Calanchi / Sapar'Alta (Sollacaro, Corse-du-Sud)*  
*– III<sup>e</sup> millénaire – II<sup>e</sup> – millénaire av. J.-C.*

Le site d'I Calanchi occupe une petite colline dominant la plaine de Tarovo, à environ 4 km du rivage et s'étend sur une superficie de 7 ha. Le site présente plusieurs zones importantes : la partie sommitale ouest (Âge du Bronze), la terrasse nord et l'abri de Sapar'Alta (III<sup>e</sup> millénaire). Ces deux dernières zones sont situées côte à côte sur la partie nord de la colline et regroupent plusieurs *taffoni* funéraires<sup>c</sup> et structures d'habitation. Le site est fouillé par J. Cesari et G. Tanda depuis les années 80 pour la terrasse nord (Cesari, 1988 ; Cesari : 1997) et 1991 pour l'abri de Sapar'Alta (Tanda, 1999).

La *terrasse nord* a livré des arases de larges murs disposés entre des masses rocheuses, formant trois rectangles emboîtés. Ils représentent des restes d'une habitation (18 m<sup>2</sup>), qui ont été ultérieurement recouverts par des dépôts colluvionnaires riches en matériel archéologique (couches A1 et A2), provenant de terrasses situées juste au-dessus, où se trouvent aussi des structures archéologiques (Costa, 2001). Les obsidiennes sont associées à de nombreux autres vestiges<sup>d</sup>. Le mobilier étudié, très homogène, date de la fin du III<sup>e</sup> millénaire ou du début du II<sup>e</sup> millénaire. L'abri de *Sapar'Alta* est une 'structure d'habitation', construite dans un chaos granitique englobant un vaste *taffonu*. Elle s'étend sur près de 100 m<sup>2</sup>. Ces fouilles ont mis au jour une stratigraphie complexe, dans laquelle les niveaux 'terriniens' se superposent sur plus d'un mètre d'épaisseur. Cependant, les fouilles ont révélé des niveaux beaucoup moins riches que pour la *terrasse nord*, car ils correspondent à des sols entretenus contenant de nombreux tessons céramiques très fragmentés (piétinement) et peu d'éléments lithiques. Par conséquent, il paraît difficile

---

c. *Un taffonu est un abri naturel, utilisé par les préhistoriques, qui résulte de l'érosion particulière des roches granitiques du site.*

d. *Le mobilier trouvé au niveau de la terrasse nord comprend des restes de céramiques (plusieurs centaines de milliers), de nombreux vestiges lithiques (3811 pièces), des fragments de meules et de molettes, sept outils de percussion lancée en pierre polie, quelques perles en céramique et en roche tendre, des fragments de creusets (4), quelques petits fragments de métal, une grosse aiguille en cuivre et des restes osseux très fragmentés (plus d'une centaine) (Costa, 2001).*



d'appréhender l'évolution chronologique 'terrinienne' de cet abri. Les niveaux stratigraphiques fournissent indifféremment matériaux lithiques et produits finis<sup>e</sup>.

Au bilan, ce sont plus de 5000 pièces lithiques qui ont été mise au jour à I Calanchi, dont moins de deux pour cent seulement s'avèrent être de l'obsidienne (89 artefacts).

Les 44 artefacts analysées dans le cadre de ce travail ont été échantillonnés en 2001 par L.-J. Costa et proviennent des deux secteurs du site.

*Monte Grosso (Biguglia, Haute-Corse)*

– IV<sup>e</sup> millénaire ; III<sup>e</sup>/II<sup>e</sup> millénaire av. J.-C.

Fouillé entre 1968 et 1976 par J. Magdelaine, le site du Monte Grosso est situé sur une petite butte en bordure de l'étang de Biguglia. Les sondages réalisés sur les différentes terrasses qu'il occupe ont permis de reconnaître un site d'habitat qui a livré une quantité importante de vestiges céramiques. Sur les plus de 2000 pièces lithiques retrouvées, l'obsidienne représente 74% des assemblages.

Plusieurs niveaux ont été mis en évidence. La céramique ainsi que l'outillage lithique provenant des couches III, IV et V possèdent les caractéristiques générales des productions du VI<sup>e</sup> millénaire. Les couches I et II, quant à elle, contenaient en faible proportion des éléments présentant des caractéristiques communes avec les industries de la fin du troisième millénaire ou du début du second (Magdelaine 1973 ; 1979).

Huit pièces du Néolithique moyen sélectionnées par L.-J. Costa ont fait l'objet d'une étude de provenance.

*Monte Revincu (Santo Pietro di Tenda, Haute-Corse)*

– V<sup>e</sup> millénaire av. J.-C.

Découvert à la fin du XIX<sup>e</sup> siècle par A. de Mortillet, le site du Monte Revincu, fouillé depuis 1995 par F. Léandri est localisé à l'entrée de la plaine des *Agriates*, sur une petite crête dominant une plaine littorale, à environ 2 km du golfe de Saint Florent. (Leandri 1998 ; Leandri *et al.*, 2000, 2002). Le site comporte plus d'une quarantaine de structure en pierre, parmi lesquelles trois dolmens, au moins cinq coffres et 35 structures rectangulaires (restes d'habitats) ont pu être identifiés. La datation <sup>14</sup>C de six structures entre 4300 et 4000 BC situe cet ensemble, habitations comme sépultures, de la fin du V<sup>e</sup> millénaire.

Sur les près de 7000 pièces lithiques trouvées, l'obsidienne représente moins de 1%.

Dans ce travail, 11 pièces ont fait l'objet d'une étude de provenance.

---

*e. Ces niveaux ont livré 1500 pièces céramiques, 1198 fragments lithiques dont la plupart sous forme d'esquilles, quelques déchets métalliques, un creuset et de nombreuses esquilles d'os (Tanda, 1999).*

*Vasculacciu (Figari, Corse-du-Sud )*  
– IV<sup>e</sup> millénaire avant J.-C.

Vasculacciu, situé au sud de l'île, à la limite nord-est de la commune de Figari, à 2.5 km du village de Sotta est un site de plein air qui combine nécropole mégalithique et habitat. La nécropole regroupe huit à dix sépultures mégalithiques associées à plusieurs menhirs. Fouillé pour la première fois dans les années 1960 par Liegeois et Grosjean (Liegeois et Grosjean, 1964), Vasculacciu fait l'objet de nouvelles investigations menées depuis 1999 par P. Tramoni. Aucune datation numérique n'est pour l'heure disponible. Cependant une estimation basée sur la chronotypologie céramique permet de rattacher le site à une phase précoce du Néolithique moyen, soit de la seconde moitié du v<sup>e</sup> millénaire av. J.-C (Tramoni *et al.*, 2003, 2004).

Plus de 2800 pièces ont été mise au jour sur surface d'approximativement 9 ha. L'obsidienne représente près 80% des objets.

Les 41 pièces fournis par Laurent-Jacques Costa et mesurées ici proviennent de ramassages de surface.

## VIII.2.2 Résultats

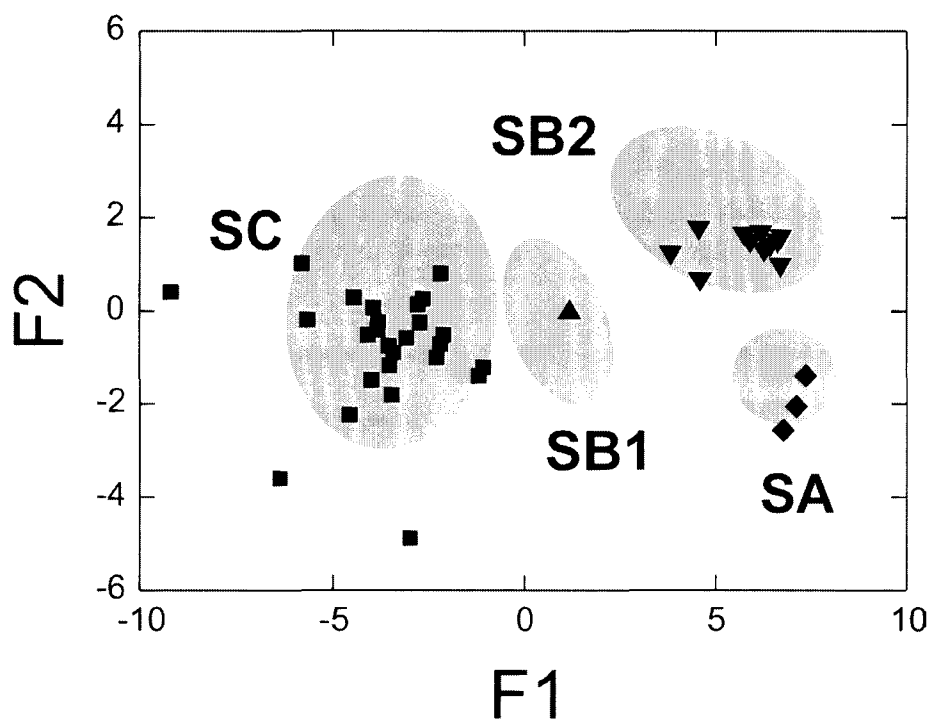
Les analyses ont été réalisées soit par EMP-WDS en mode partiellement destructif, soit par PIXE en mode non destructif à l'exception de l'échantillon ICA10 du site d'I Calanchi. Les mesures effectuées en PIXE sur surfaces 'archéologiques' présentaient en effet des teneurs anormalement basses en Na<sub>2</sub>O et SiO<sub>2</sub> et très élevées en K<sub>2</sub>O pour une obsidienne. D'où la nécessité de réaliser sur cet échantillon un prélèvement pour vérifier que les altérations pédogénétiques ne modifiaient en rien les attribution de provenance (voir chapitre III, Tableau III.13).

Les données analytiques complètes obtenues sur les artefacts de Corse sont regroupées dans les annexes B (EMP-WDS) et D (PIXE).

### *Analyses par EMP-WDS*

Ces analyses ont été limitées aux obsidiennes de Vasculacciu. Les recherches de provenances ont été réalisées par comparaison avec les données obtenues dans les mêmes conditions expérimentales pour des échantillons de sources sardes (chapitre III et Tableau III.6), et avec celles obtenues par Tykot (1997) pour les trois autres îles-sources.

Les teneurs en Na permettent à elles seules d'exclure une origine autre que sarde. Les autres éléments participent aussi, bien qu'à un moindre degré, à cette distinction. De même, tous les éléments majeurs participent à la caractérisation des types d'obsidienne sarde. Nous avons utilisé cette propriété pour procéder à l'attribution des obsidiennes archéologiques à l'un des quatre types du Monte Arci au moyen d'une analyse factorielle discriminante, la série de données dont nous disposons étant particulièrement adaptée à ce type de traitement (Baxter, 1992, 1994a,



*Figure VIII.2 – Analyse factorielle discriminante des données EMP-WDS des artefacts de Vasculacciu. Les zones grisées correspondent aux ellipses de confiance à 95% calculées sur les échantillons géologiques (voir Figure III.11). Le choix des figurés est dicté par les probabilités d'attribution données par XLSTAT (voir annexe B).*

1994b, 2003). Nous avons utilisé, dans le logiciel XLSTAT (Addinsoft, 2007), l'option 'prédiction' qui permet d'obtenir une probabilité pour l'appartenance de chaque artefact à un type donné. Nous en donnons une interprétation graphique dans la Figure VIII.2 où sont tracées les deux premières fonctions discriminantes. Le détail du traitement des données a été reporté dans l'annexe B. Chaque échantillon a été ainsi attribué sans ambiguïté à un type géochimique du Monte Arci, avec une probabilité supérieure à 95% dans 80% des cas.

### *Analyses par PIXE*

Les obsidiennes des autres sites ont été mesurées par PIXE. Dans un diagramme Zr *vs.* Rb (Figure VIII.3), il apparaît que la seule source possible est encore la Sardaigne. La distinction entre les types sardes du Monte Arci est alors réalisée en utilisant différents types de diagrammes binaires ou ternaires comparant les teneurs en différents éléments. Nous donnons un exemple dans la Figure VIII.4.

Dans les échantillons de A Teppa di U Lupinu n'ont été déterminés que les abondances relatives des éléments avec un numéro atomique compris entre 25 et 40 (Mn → Zr). Il est cependant possible de leur attribuer une provenance au moyen de diagrammes binaires comparant des rapports élémentaires (Figures VIII.5 et VIII.6). Ces derniers types de diagrammes pourraient également être utilisés en 'routine' concurremment à des diagrammes binaires ou ternaires en teneurs élémentaires, voire aussi à partir d'analyses factorielles multivariées de type ACP.

### VIII.2.3 Commentaires et conclusion

Des recherches de provenance d'obsidiennes antérieures aux nôtres avaient déjà été publiées sur certains des sites précédents. Nous avons reporté dans le Tableau VIII.1 à la fois ces données et l'ensemble des nôtres. On y constate que les obsidiennes du Monte Arci n'y sont pas indifféremment représentées. En particulier, les obsidiennes SB1 sont rares à absentes, un caractère commun à pratiquement tous les sites comportant des obsidiennes sardes.

Depuis une trentaine d'années, dans les recherches de provenance, les proportions relatives des différents types d'obsidienne sardes, SA, SB1, SB2, SC ou SA, SB(1+2), SC, selon la 'qualité' des analyses, sont toujours reportées. Cependant -hormis le cas SB1-, les variations observées restent pour une bonne part difficiles à interpréter.

Les obsidiennes SB1 semblent en effet avoir été négligées pour leurs mauvaises aptitudes à la taille, beaucoup plus que par des problèmes d'accessibilité ou par le module des éléments géologiques. Pour les autres, on manque actuellement à la fois d'analyses technologiques et de provenances, ces dernières n'ayant sauf exceptions été réalisées que sur de faibles fractions des obsidiennes disponibles sur un site. Par contre, dès que de telles données sont disponibles, comme elles commencent à l'être, par exemple, pour la période *Early Neolithic* sarde, des hypothèses de travail peuvent être proposées (voir chapitres X et XI).

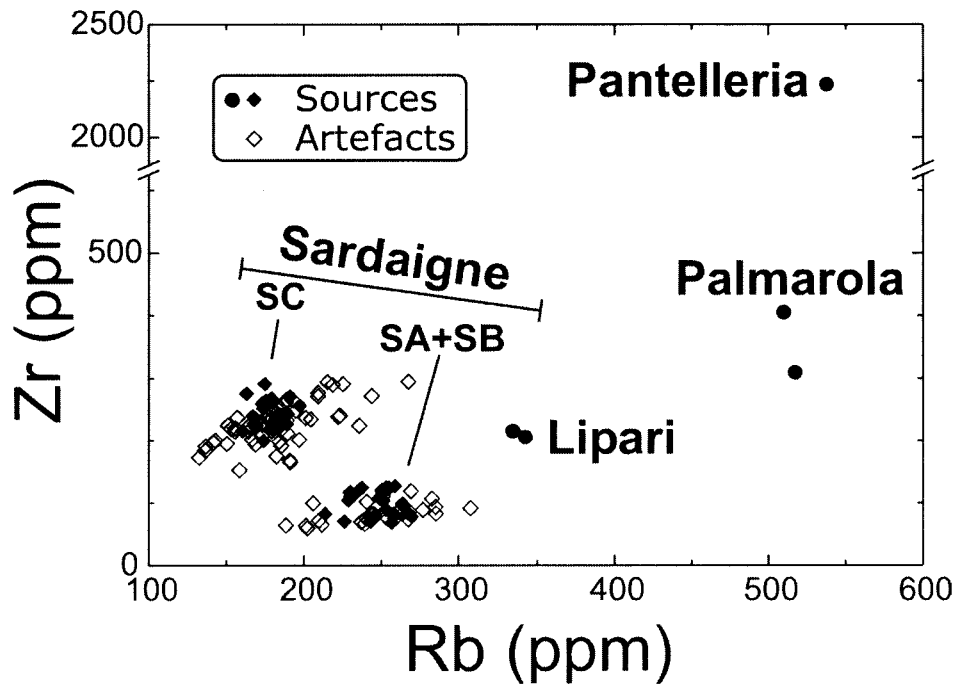


Figure VIII.3 – Diagramme binaire Zr vs. Rb illustrant la répartition des artefacts corses et des échantillons géologiques (◆, ce travail ; ●, Poupeau et al., 2000) en fonction de leurs teneurs exprimées en ppm.

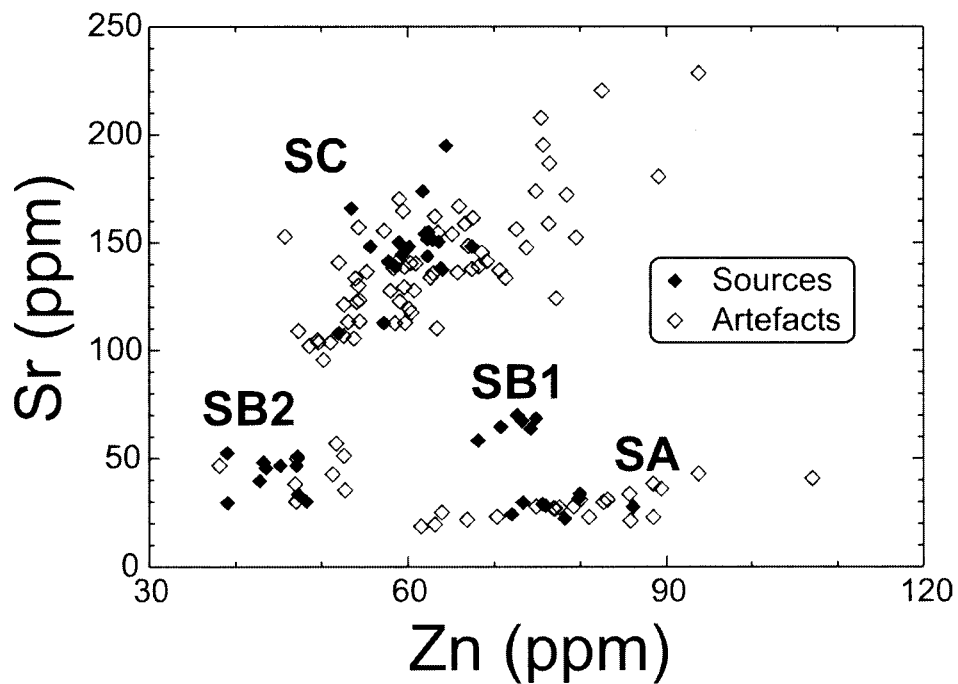
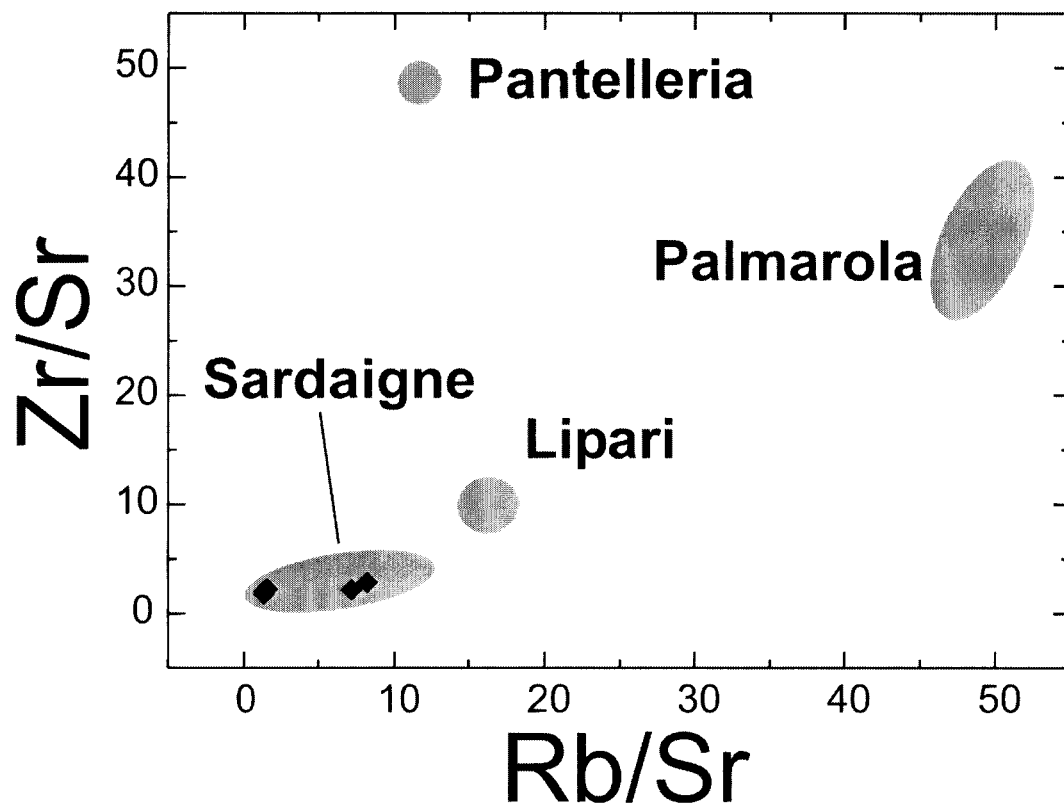


Figure VIII.4 – Diagramme binaire Sr vs. Zn illustrant la répartition des artefacts et des sources sardes en fonction de leurs teneurs exprimées en ppm.



*Figure VIII.5 – Comparaison entre les rapports des teneurs élémentaires Zr/Sr et Rb/Sr des obsidiennes de A Teppa di U Lupinu et ceux d'obsidiennes de Méditerranée occidentale (Adapté de Paolini-Saez et al., 2007).*

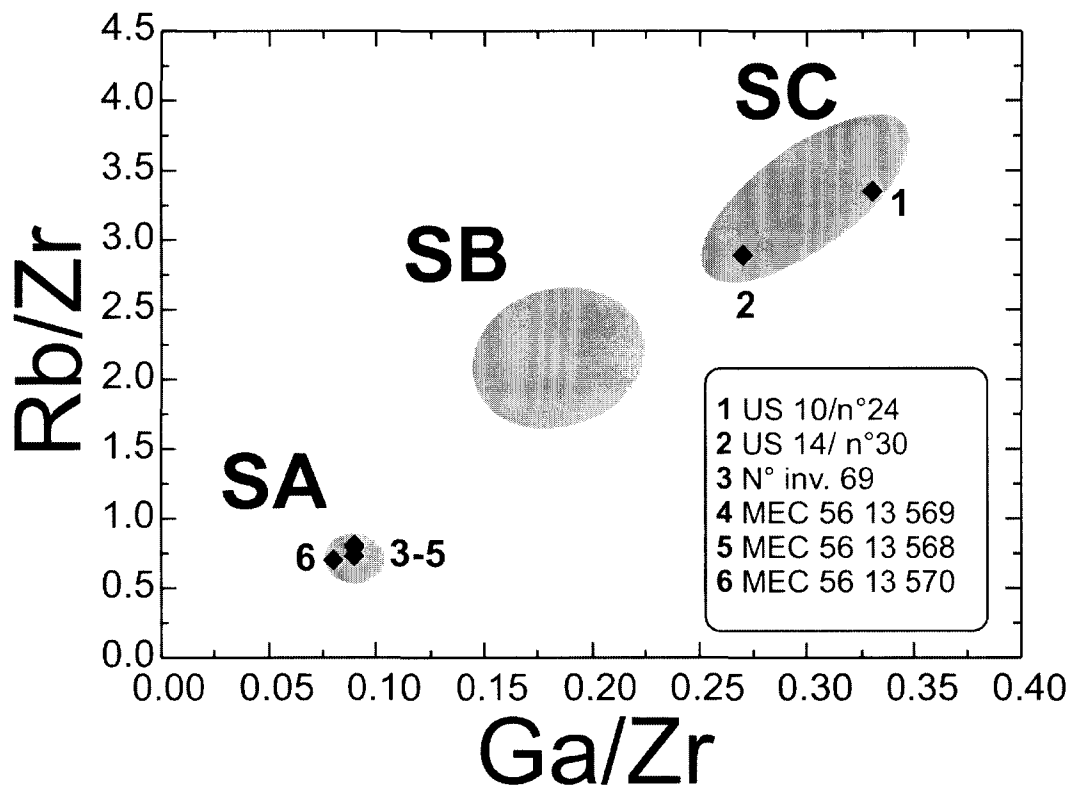


Figure VIII.6 – Comparaison entre les rapports des teneurs élémentaires  $Zr/Sr$  et  $Rb/Sr$  des obsidiennes de *A Teppa di U Lupinu* et ceux d'obsidiennes du complexe de Monte Arci (Adapté de Paolini-Saez et al., 2007).

*Tableau VIII.1 – Bilan des analyses de provenance des obsidiennes archéologiques corses réalisées dans le cadre de ce travail. Comparaison avec des données antérieures.*

Site	Nombre de pièces analysées	Détermination	Références
A Teppa di U Lupinu	6	SA : 4 SC : 2	Ce travail <sup>a</sup>
Dolmen de Cardiccia	28	SA : 2 SB2 : 6 SC : 20	Ce travail
Dolmen de Cardiccia	40	SB2 : 22 SC : 18	Tykot, 1995
I Calanchi (taffonu 2)	21	SA : 9 SC : 12	Ce travail
I Calanchi (taffonu 2)	40	SA : 14 SC : 26	Tykot, 1995
I Calanchi (terrasse nord)	23	SA : 4 SC : 19	Ce travail
I Calanchi (taffonu 6)	19	SA : 6 SC : 13	Tykot, 1995
Monte Grosso	8	SC : 8	Ce travail
Monte Grosso	20	SA : 6 SB1 : 1 SC : 13	Tykot, 1995
Monte Revincu	11	SA : 5 SB2 : 2 SC : 4	Ce travail <sup>b</sup>
Vasculacciu	41	SA : 3 SB1 : 1 SB2 : 11 SC : 26	Ce travail <sup>b</sup>
Vasculacciu	3	SC : 3	Hallam <i>et al.</i> , 1976

<sup>a</sup> Soumis à publication dans le Bulletin de la Société préhistorique française (Paolini-Saez *et al.*, 2007).

<sup>b</sup> Soumis à publication dans C. R. Palevol (Bressy *et al.*, 2007).





## Chapitre IX

### UNE CARTOGRAPHIE DES SOURCES D'OBSIDIENNE DU MONTE ARCI

*Introduction à l'article 'A map of the Monte Arci (Sardinia Island, Western Mediterranean) obsidian primary to secondary sources. Implications for Neolithic provenance studies' paru en 2006 dans les 'Comptes Rendus de l'Académie des Sciences – Palevol'.*

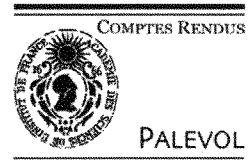
RECHERCHER LA 'PROVENANCE' D'UNE OBSIDIENNE ARCHÉOLOGIQUE par des méthodes physico-chimiques revient à l'assimiler à tel ou tel type d'obsidienne géologique, donc à telle ou telle 'source'. Mais pour un type donné, il existe le plus souvent, hormis la source primaire, d'extension fréquemment très limitée, des sources secondaires parfois distribuées sur de très grandes surfaces. Il est donc nécessaire de connaître l'extension et les caractéristiques de ces sources secondaires.

En Sardaigne, si la localisation des sources primaires du Monte Arci est connue depuis très longtemps (Washington, 1913), celle des sources secondaires restait étonnamment très mal référencée. Pourtant, dans un article fondateur et fondamental, Puxeddu avait montré dès 1958 qu'en de nombreux points des plaines environnant le Monte Arci des blocs ou galets d'obsidienne de dimensions convenables étaient présents en abondance suffisante pour une exploitation. Et d'ailleurs, Puxeddu avait relevé un certain nombre d'ateliers de taille associés à ces sources secondaires.

Dans le monde nord tyrrhénien (Sardaigne, Corse, Italie septentrionale et France méridionale), l'obsidienne du Monte Arci a été de loin la plus répandue et de très loin la plus importante. Cependant, dans la littérature sur les provenances d'obsidienne de cette région, aucun effort n'avait été apporté à la connaissance détaillée des sources secondaires de ce massif, pas plus qu'à l'importance qu'elles pouvaient avoir eu en terme d'approvisionnement.

*Dans l'article qui suit, nous apportons, après quelques résultats préliminaires présentés antérieurement (Tanda et al., 2006) la première carte des sources primaires et secondaires du Monte Arci. Nous y montrons aussi comment, pour un artefact, une combinaison entre détermination géochimique d'un type d'obsidienne et observation visuelle peut éventuellement conduire à préciser le type de source exploitée, ce qui peut se révéler comme très informatif, tout particulièrement pour les sites proches du Monte Arci. Nous montrons dans les deux chapitres suivants quel enrichissement des données 'provenance' elle procure.*

*Il est important de noter qu'une telle carte n'a pu être réalisée que grâce à une collaboration très suivie de plusieurs années de trois équipes, comportant une longue série de prospections et d'échantillonnages de la part de Carlo Lugliè, archéologue de l'Université de Cagliari (Sardaigne) et d'analyses par INAA à l'Université de Pavie et par PIXE et EMP dans notre équipe.*



Human palaeontology and prehistory (Prehistoric archaeology)

## A map of the Monte Arci (Sardinia Island, Western Mediterranean) obsidian primary to secondary sources. Implications for Neolithic provenance studies

Carlo Lugliè<sup>a,\*</sup>, François-Xavier Le Bourdonnec<sup>b</sup>, Gérard Poupeau<sup>b</sup>, Marcel Bohn<sup>c</sup>, Sandro Meloni<sup>d</sup>, Massimo Oddone<sup>d</sup>, Giuseppa Tanda<sup>a</sup>

<sup>a</sup> Dipartimento di scienze archeologiche e storico-artistiche, università di Cagliari, Piazza Arsenale, 8 -09124 Cagliari, Italy

<sup>b</sup> Institut de recherche sur les archéomatériaux, UMR 5060, CNRS–université Bordeaux-3, Maison de l'Archéologie, esplanade des Antilles, 33607 Pessac, France

<sup>c</sup> Domaines océaniques, UMR 6538, CNRS–université de Bretagne occidentale, Brest, France

<sup>d</sup> Istituto per l'energetica e le interfasi, CNR, Sezione di Pavia, dipartimento di chimica generale, università di Pavia, 27100 Pavia, Italy

Received 3 August 2006; accepted after revision 11 September 2006

Available online 30 October 2006

### Abstract

Four types of obsidians from the Monte Arci volcanic complex (Sardinia) were used by Neolithic men in the North Tyrrhenian area of the western Mediterranean. A map of their occurrences from primary sources (mother rocks) to distant secondary deposits in the surrounding plains is presented. Some 1457 specimens were macroscopically characterized and in addition ~15% of them fingerprinted from their elemental compositions as determined by electron microprobe, neutron activation analysis or ion beam analysis. The results show that secondary sources, up to now largely neglected in provenance studies of 'archaeological' obsidians will have from now to be taken into account. **To cite this article:** C. Lugliè et al., *C. R. Palevol* 5 (2006).

© 2006 Académie des sciences. Published by Elsevier Masson SAS. All rights reserved.

### Résumé

**Une cartographie des sources primaires et secondaires de l'obsidienne du Monte Arci (Sardaigne, Méditerranée occidentale). Implications pour les études de provenance au Néolithique.** Quatre types d'obsidiennes du complexe volcanique du Monte Arci (Sardaigne) ont été utilisées par les néolithiques dans le secteur nord-tyrrhénien de la Méditerranée occidentale. Une carte de leurs gisements naturels, des sources primaires (roches mères) jusqu'à des gîtes secondaires parfois relativement éloignés, dans les plaines qui entourent le massif, est présentée. Plus de mille (1457) spécimens ont été caractérisés optiquement, dont ~15% également par leur composition élémentaire, déterminée par microsonde électronique, activation neutronique ou analyse sous faisceau d'ions. Les résultats montrent qu'il faudra dorénavant, dans les études de provenance d'obsidiennes archéologiques, prendre en compte les sources secondaires, jusqu'ici largement négligées. **Pour citer cet article :** C. Lugliè et al., *C. R. Palevol* 5 (2006).

© 2006 Académie des sciences. Published by Elsevier Masson SAS. All rights reserved.

\* Corresponding author.

E-mail addresses: [luglie@unica.it](mailto:luglie@unica.it) (C. Lugliè), [francois.lebourdonnec@etu.u-bordeaux3.fr](mailto:francois.lebourdonnec@etu.u-bordeaux3.fr) (F.-X. Le Bourdonnec), [goupeau@u-bordeaux3.fr](mailto:goupeau@u-bordeaux3.fr) (G. Poupeau), [Marcel.Bohn@ifremer.fr](mailto:Marcel.Bohn@ifremer.fr) (M. Bohn), [meloni@unipv.it](mailto:meloni@unipv.it) (S. Meloni), [oddone@unipv.it](mailto:oddone@unipv.it) (M. Oddone).

**Keywords:** Obsidian; Monte Arci; Sardinia; Provenance studies

**Mots clés :** Obsidienne ; Monte Arci ; Sardaigne ; Études de provenance

## Version française abrégée

### Introduction

L'obsidienne, présente dans de nombreux sites néolithiques de Méditerranée occidentale, provient de gîtes situés dans les îles Lipari, Palmarola, Pantelleria ou de Sardaigne (voir par exemple [2,27]) (Fig. 1). L'obsidienne sarde, produite au sein du complexe volcanique du Monte Arci, dans le Centre-Ouest de l'île, n'a largement diffusé que dans la partie nord de la mer Tyrrhénienne et sur ses bordures continentales. L'obsidienne du Monte Arci [3] n'affleure pas seulement au sein de ses roches mères rhyolitiques (« sources primaires ») ou à leur voisinage immédiat, par suite de leur désagrégation (« sources sub-primaires »), mais encore à l'état de blocs et de galets, dans les sédiments des plaines environnantes (« sources secondaires ») [1,25]. Neuf types de compositions élémentaires y ont été reconnus, ne différant parfois que par les teneurs en quelques éléments traces [30], correspondant à autant de sources primaires. Toutefois, les obsidiennes de certains d'entre eux se trouvant mélangées dès les gîtes sub-primaires, il suffit, pour les études de provenance d'obsidiennes néolithiques, de ne reconnaître que trois, SA, SB et SC [9], voire quatre, SA, SB1, SB2 et SC [8], de ces types.

L'importance des gîtes secondaires d'obsidienne, peu considérés jusqu'alors, a été récemment soulignée [7,12,13]. Nous avons donc entrepris leur relevé, couplé à l'analyse d'une sélection d'échantillons [11,18,19,24,26], dont nous présentons ici la première carte géochimique.

### Caractérisation de l'obsidienne

L'obsidienne du Monte Arci a été caractérisée visuellement et instrumentalement. La reconnaissance visuelle des types SA, SB1, SB2 et SC a été établie à partir de critères discutés précédemment [15] et renforcée, dans les cas les plus délicats, par des déterminations de composition élémentaire. Pour ce faire, de telles déterminations ont été réalisées sur des échantillons de sources primaires, pour établir un référentiel. Les analyses « ponctuelles » réalisées sur sections polies à la microsonde électronique (10 éléments majeurs et mineurs [11]) et par émission de rayons X

sous faisceau d'ions – PIXE – (15 éléments majeurs à traces [10]) distinguent sans ambiguïté les types SA, SB1, SB2 et SC d'obsidiennes. En revanche, les analyses par activation neutronique (33 éléments majeurs à traces) sur des aliquotes de 250 mg de poudres obtenues par broyage ne reconnaissent que trois ensembles, SA, SB (SB1 + SB2) et SC [18,19].

### Échantillonnage et résultats

Un secteur d'environ 400 km<sup>2</sup>, centré sur le Monte Arci, a été prospecté par l'un d'entre nous (C.L.) et 1430 échantillons d'obsidienne de localisation précisément obtenue par repérage GPS, collectés. Alors que les sources primaires (d'altitudes comprises entre 120 et 720 m) et sub-primaires sont toutes situées à l'intérieur du massif, les sources secondaires sont essentiellement distribuées dans les plaines environnantes plio-quaternaires. Les obsidiennes y affleurent en surface de dépôts d'origine colluviale à alluviale, souvent remaniés, ou sur les berges des rios Mannu et Mogoro. Des déterminations de composition élémentaire ont été effectuées sur 217 échantillons, dont 190 positionnés par GPS. Elles ont concerné principalement les obsidiennes de type SB1, SB2 et SC, dont les gîtes sont plus étendus que ceux des obsidiennes SA. En ce qui concerne les obsidiennes qualifiées de SB par l'analyse en activation neutronique, leur subdivision en SB1 et SB2, pour celles des sources secondaires, a été rendue possible par leurs apparences visuelles très caractéristiques [15]. Le résultat global des caractérisations visuelles et instrumentales est présenté dans la Fig. 2 sous la forme d'une carte géochimique. On y observe que seules les obsidiennes de type SB2 et SC débordent largement du massif. Vers le sud, le champ d'épandage de ces dernières est nettement séparé de celui, très réduit du fait de la géomorphologie locale, des obsidiennes SA. À l'ouest, il ne semble pas rejoindre celui des obsidiennes SB2. Les obsidiennes SB2 et SC, bien que présentant en sources secondaires des cortex très comparables, diffèrent nettement par leurs caractéristiques visuelles (inclusions minérales, transparence, etc.). Il en est de même entre obsidiennes SA et SC, les premières marquées, en outre, par une absence de cortex.

Par ailleurs, chaque type de composition élémentaire est très homogène (Le Bourdonnec et al., en prépara-

tion). Si l'on considère que l'échantillonnage a concerné des obsidiennes mises au jour aussi bien récemment par l'érosion (dans les sources primaires) qu'à différents moments (depuis la formation de ces obsidiennes, il s'est passé plus de 3 Ma), cela signifie que les roches mères présentaient une composition très homogène, une information importante pour les études de provenance des obsidiennes néolithiques.

#### *Conséquences pour les études de provenance et conclusion*

Bien que la présence d'obsidienne dans les plaines proches du Monte Arci ait été signalée depuis longtemps (voir par exemple [16,25]), aucune étude n'avait été consacrée spécifiquement à ces « sources » potentielles. Nous montrons ici que, pour les types SB2 et SC, elles sont en réalité très étendues. De plus, les obsidiennes qu'elles renferment présentent des dimensions pluricentimétriques, les rendant aptes à la production d'artefacts. Enfin, la « densité » (nombre de blocs ou de galets d'obsidienne par mètre carré) est apparue, en bien des lieux, comme suffisante pour qu'elles puissent avoir contribué significativement comme sources de matière première. Cependant, l'accessibilité de ces sources pour l'homme ancien, en raison du couvert végétal, pourrait avoir été moindre qu'aujourd'hui. Il n'en reste pas moins, pour les obsidiennes SC, que les rives du système rio Mannu–rio Mogoro devaient offrir de larges possibilités d'échantillonnage d'obsidiennes.

La confrontation entre ces données et les données archéologiques sardes atteste l'utilisation de sources secondaires du Monte Arci, pour les sites de la « zone d'approvisionnement directe » (*supply zone* des auteurs) au Néolithique ancien et moyen, comme le montrent les cortex résiduels de certains artefacts façonnés à partir d'obsidiennes SB2 ou SC. Il s'agissait alors d'obtenir une industrie au caractère microlithique très marqué, obtenue à partir d'éclats détachés par percussion. À la fin du Néolithique moyen et au cours du Néolithique tardif (fin du V<sup>e</sup>–IV<sup>e</sup> millénaire avant notre ère), un changement dans les stratégies de réduction de l'obsidienne s'opère, plus orienté vers la production de lames. On observe aussi une augmentation importante de la production, basée sur l'exploitation dominante de sources primaires à sub-primaires. De vastes ateliers de taille apparaissent à proximité des roches mères des obsidiennes de type SA et SC. C'est aussi l'époque où une plus grande diversification de leur circulation dans la zone tyrrhénienne s'instaure. Les sources secon-

naires ne semblent plus employées qu'occasionnellement pour un usage local.

Il est devenu d'usage de relever les proportions relatives d'obsidiennes de type SA, SB1, SB2 et SC dans les séries néolithiques. Les résultats présentés ici montrent que l'appartenance à un type géochimique ne permet pas de préciser l'origine géographique d'une obsidienne taillée. C'est la combinaison caractérisation par la composition élémentaire/observation visuelle, avec notamment la présence ou non de cortex résiduel, qui pourra éventuellement permettre de remonter au type de source utilisée. Il est ainsi clair que les proportions relatives des types d'obsidienne dans un site ou un niveau culturel n'auront pas la même signification au Néolithique ancien et moyen, d'une part, et au Néolithique tardif, d'autre part.

Enfin, si les caractéristiques optiques suffisent, en pratique, à déterminer le type d'une obsidienne prise dans un gîte naturel associé au Monte Arci, il n'en est plus de même pour les obsidiennes taillées, parce qu'il peut s'agir, soit de petits objets à l'allure pétrographique apparente peu caractéristique, soit d'objets plus volumineux, mais opaques, et qu'il est peu judicieux, voire inadmissible, de fragmenter afin d'obtenir de meilleures conditions d'observation. Ainsi, des examens menés à la fois visuellement et instrumentalement ont montré que la part de succès dans l'attribution d'un type à une obsidienne sarde pouvait n'atteindre que 65–69% [28,29], voire au mieux 85% [15]. La première esquisse de banque de données sur les compositions élémentaires des obsidiennes du Monte Arci, constituée ici pour réaliser une cartographie de leurs gîtes, a déjà puissamment contribué à renforcer la justesse d'études de provenance portant sur de grands nombres d'obsidiennes dans des sites néolithiques sardes [14,15].

## **1. Introduction**

Obsidian artefacts are often present in Neolithic sites of the Tyrrhenian Islands (western Mediterranean) and of surrounding continental regions, from eastern Algeria to Italy and southern France. Provenance studies based on fission track dating and/or elemental analyses have shown that the raw materials of this industry were exclusively coming from the four Italian islands of Lipari, Palmarola, Pantelleria and Sardinia (see, e.g., [2, 27]) (Fig. 1). Whereas obsidians from the first three islands are found, albeit by times in quite small numbers, in about all this area, the diffusion of Sardinian obsidians seem to have been restricted to nearby Tyr-

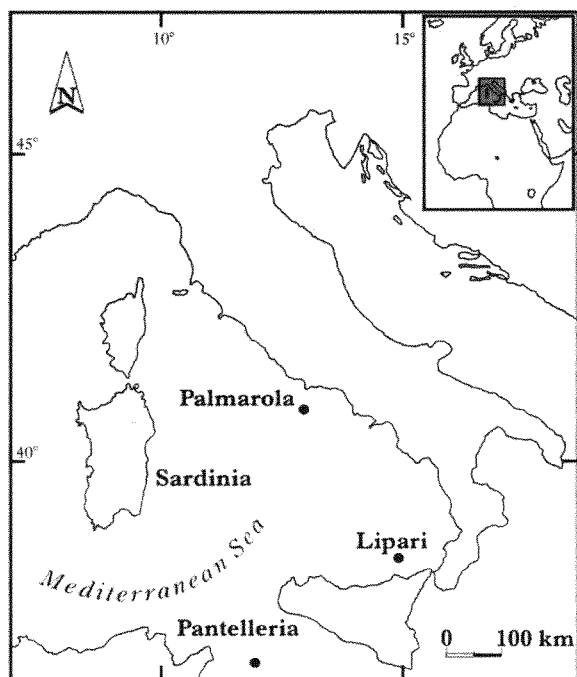


Fig. 1. Schematic map of western Mediterranean showing the obsidian source-islands.

Fig. 1. Carte schématique de la Méditerranée occidentale montrant les îles-sources d'obsidienne.

rhenian Islands and from northwestern Italy to southwestern France.

Sardinian obsidians were formed some 3.2 Ma ago in the Plio-Pleistocene Monte Arci volcanic complex dominating the coastal plain to the East of the Oristano Gulf [3]. As a consequence of weathering, erosion and natural transports, obsidian occurs not only in these 'primary sources', but also in their immediate proximity, in 'sub-primary' sources, as more or less angular down-warped blocks and cobbles [1]. They are also found in more distant 'secondary sources', as rounded pebbles along the river beds and in the plains sediments surrounding the southern half of the massif [25]. Nine elemental types of composition were identified among the Monte Arci obsidians, corresponding to as many primary sources [30]. However, as obsidians of several of these types, only discernible from some trace element contents, are found together from easily accessible sub-primary sources, for provenance studies only three, SA, SB, SC [9] to four obsidian types, resulting from the partition of SB into SB1 and SB2 types, have to be distinguished [8].

The importance of distant secondary sources in Neolithic man raw material procurement strategies in Sardinia was recently pointed out [7,12,13]. Hence the need,

for Neolithic obsidian provenance studies, to know the geochemical fingerprinting of these sources [11,18,19, 24], their geographical extensions and their potential 'productivities'. We give here the status of an ongoing program aimed at a better knowledge of the Monte Arci-related obsidians (see also [26]) and the first detailed map of their field occurrences.

## 2. Obsidian characterization methods

All the obsidians sampled were first visually characterized. In most cases a type (SA, SB1, SB2 or SC) attribution could be obtained directly from visual examination with the naked eye and/or with the help of a stereomicroscope (100×). Our visual criteria for obsidian-type identification are discussed elsewhere [15]. Ambiguous cases were resolved by instrumental determination of the elemental composition, which in turn contributed to refine the visual criteria [15].

A majority of samples were analysed by instrumental neutron activation analysis (INAA); the elemental compositions were performed using the standard techniques adopted in the Radiochemistry Laboratory of the Department of General Chemistry of the University of Pavia [20,21]. The obsidian samples were ground to a fine powder in an agate mortar, of which aliquots of 250 mg were sealed in polyethylene vials and irradiated for 12 h in the Triga Mark II reactor of the University of Pavia with a nominal thermal flux of  $1 \times 10^{12} \text{ n cm}^{-2} \text{ s}^{-1}$ . The contents of elements Na, K, Ca, Sc, Cr, Fe, Ni, Co, Zn, Ga, As, Se, Rb, Sr, Zr, Sb, Cs, Ba, La, Ce, Nd, Sm, Eu, Gd, Tb, Ho, Tm, Yb, Lu, Hf, Ta, Th and U were determined by  $\gamma$ -ray spectrometry using a Ge HP detector connected to a multichannel pulse height analyser and to a personal computer. Counting was started after 3 h of decay time to determine radionuclides with half-lives less than one day and was repeated after three and 15 days to determine the other elements. Data reduction was carried out using a personal computer with software for spectral analysis. A geological standard from the National Institute of Standards and Technology (obsidian rock NIST-SRM 278) and a nitric solution of the analysed elements were irradiated together with the samples as reference standards. Accuracy was evaluated by comparing determined and certified abundances for the NIST-SRM 278 standard [20].

Although the Ba content is in itself a good discriminator of the SA, SB and SC obsidian types of Hallam et al. [9], most elements do contribute to this separation, as shown by multivariate analysis, and more clearly

even by the rare-earth elements contents and patterns [18,19]. NAA does not allow one to partition the SB obsidians into SB1 and SB2 types [18].

A second group of samples were analysed from polished sections with the SX50 (CAMECA) electron microprobe (EMP) of IFREMER (Brest, France). Analyses were performed on polished sections with a 20-nA and 15-keV defocused (5- $\mu$ m diameter) electron beam. To insure internal consistency between analytical sessions, the Monte Arci SA type sample SA-66 was repeatedly measured. The element Na, Mg, Al, Si, P, K, C, Ti, Mn and Fe contents were computed with the PAP software [22] as 100% oxides. Concentration in Al, K, Ca and Ti allows one to easily separate the SA, SB1, SB2 and SC obsidian types. A discriminant analysis derived from the Na, Al, Si, K, Ca, Ti and Fe contents highlights this separation [11].

Finally, several obsidians were treated also in the form of polished sections by ion-beam analysis. Analyses by particle induced X-ray emission (PIXE) were carried out with the AGLAE facility (external beam) of the 'Centre de recherche et de restauration des musées de France' (C2RMF, Paris, France). As two Si(Li) detectors were available, light elements Na, Al, Si, K, Ca, Ti, Mn and Fe and heavy elements Zn, Ga, Rb, Sr, Y, Zr and Nb were determined simultaneously with a 3-MeV proton beam [4,5]. The elemental quantification of the detected elements was realized with the 2000 version of the GUPIX software [6,17]. The SA, SB1, SB2 and SC obsidian types can be singled out, among other elements, from their Ti, Zn, Sr, Y, Zr and Nb contents [10,23].

### 3. Sampling and results

An area of some 400 km<sup>2</sup> centred on the Monte Arci was systematically prospected and sampled by one of us (C.L.). The localisations of the 1430 obsidians collected during this survey were systematically GPS-recorded. Whereas primary sources, at altitudes between 120 and 720 m a.s.l. and sub-primary sources are all located in the Monte Arci massif s.s., the secondary sources are almost entirely situated in the Plio-Quaternary sediments of the surrounding plains. Obsidian pebbles often outcrop on the surface of these more or less reworked colluvial to alluvial deposits. The secondary source samples collected were taken either in such terrains or along river (Rio Mogoro, Rio Mannu) banks. Internal reference values for the SA, SB1, SB2 and SC types of elemental compositions were obtained from samples taken in primary to sub-primary sources. In all, 217 samples were

analysed, of which 190 with GPS-recorded localisations. As can be seen in Table 1, special attention was given to SB and SC obsidians. This is due to the larger extension of their secondary sources as compared to that of SA obsidians (see below). For obsidians from secondary sources, the agreement between optical and instrumental obsidian type attributions was excellent. The two SB types, not singled from each other by NAA, were easily sorted from their visual characteristics (colour, transparency, mineral inclusions, etc [15]). The overall result of our Monte Arci obsidian characterizations is summarized in the form of the geochemical map presented in Fig. 2. The contours of the four greyed areas are those of the field-recorded distribution of obsidian occurrences. The points reported give the localisation of the samples whose geochemical type was determined strictly instrumentally (EMP, NAA, PIXE) or by using a combined visual/instrumental (NAA) characterization (for SB obsidians). The largest source area of a given type is by far that of SC obsidians. It extends from the primary sources east of the Monte Arci to the plains surrounding the eastern, southern and southwestern parts of the massif; while in primary sources the SC obsidians may be coated by a thin patina, in secondary sources, where they are more or less rounded, they present a well-developed cortex that testifies at different degrees to their more or less complex transportation/sedimentary history. In the South of Monte Arci, there is a gap between the SC spreading field and the SA obsidians. The latter are situated in a low topographic position and accordingly are distributed only in the immediate vicinity of their primary source. In any case, they are easily discriminated by the naked eye from that of the SC type. The SC obsidians are still convenient for knapping purposes 5 km from the Gulf

Table 1  
Samples characterized by instrumental methods

Tableau 1  
Échantillons caractérisés par méthodes instrumentales

Method	<i>n</i>	SA	SB1	SB2	SC	Reference
NAA	110	11	34 <sup>a,b</sup>	18 <sup>a,b</sup>	47	[19] and this work
EMP	67	12	10	7	38	[11] and this work
PIXE	13	1	0	1	11	This work
	27	9	6	7	5	[15,23] <sup>c,d</sup>

*n*, number of samples analysed / nombre d'échantillons analysés.

<sup>a</sup> SB1 and SB2 types sorted visually from the type determined by NAA as SB (see text).

<sup>b</sup> Types SB1 et SB2 différenciés visuellement à partir du type déterminé par NAA comme SB (voir texte).

<sup>c</sup> Samples without GPS positioning, not reported in the map of Fig. 2.

<sup>d</sup> Échantillons non référencés par GPS, non reportés sur la carte de la Fig. 2.



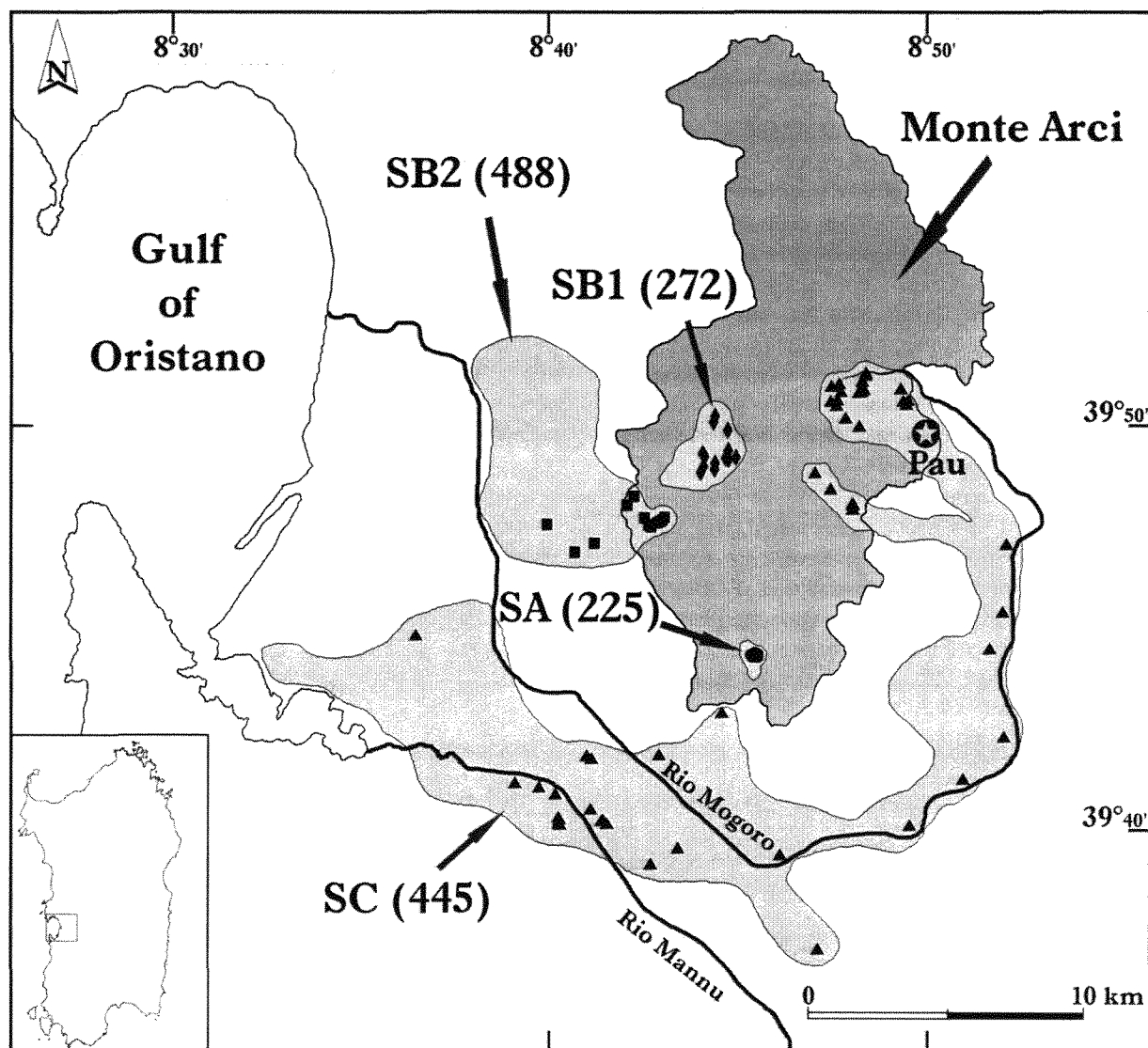


Fig. 2. Geochemical map showing the extension of SA, SB1, SB2 and SC obsidian sources. All primary and sub-primary sources are localised inside the Monte Arci massif. Between parentheses, the number of samples characterized.

Fig. 2. Carte géochimique montrant l'extension des sources d'obsidiennes de types SA, SB1, SB2 et SC. Les sources primaires et sub-primaires des obsidiennes sont toutes situées à l'intérieur du massif du Monte Arci. Entre parenthèses, le nombre d'échantillons caractérisés.

of Oristano shoreline. On the western side of the Monte Arci, although the SB1 and SB2 primary sources are localised not far from each other; the local morphology seems to have prevented their mixing in secondary sources. While SB1 obsidians are found only at proximity of its mother rock, SB2 obsidians are found up to several kilometres from its sources in the coastal plain, where however their field of occurrence does not seem to overlap that of the SC obsidians.

As discussed elsewhere, each one of the instrumentally determined type of elemental composition is very homogenous (Le Bourdonnec, et al. in preparation). Considering that obsidians from primary sources may have been denuded by erosion at different times since 3.2 Ma, this shows that the corresponding mother rock compositions are also quite homogenous, an important point for further regional Neolithic obsidian provenance studies based on elemental composition.

#### 4. Consequences for provenance studies and conclusion

The presence of scattered obsidians in the Campidano Plain, south of Monte Arci, is known since long (see, e.g., [16,25]). However, the importance of this and of the other plains surrounding the massif as potential obsidian secondary sources had not been taken into consideration. The map in Fig. 2 suggests that for SB2 and especially SC obsidians, these plains may have had a significant role in procurement strategies, especially as they present pebbles of convenient sizes for making them valuable raw materials. Thus SB2 obsidians lay on the ground surface in the form of rounded to well-rounded pebbles of the order of 1.5 kg at 1.5 km from their primary source, down to 0.5 kg at 2.5 km. At greater distances SB2 obsidians can be found in smaller subprismatic, from subangular to subrounded blocks. Small cm-sized samples are still workable 6 km from the primary source. The observed frequency of SB2 secondary deposits is actually strongly biased (lowered) by modern land reclamations. Nevertheless, good concentrations of excellent pebbles can still be easily found in the plain, some 4 km from their mother rocks. The SC obsidian secondary deposits, still workable 5 km from the Gulf of Oristano shoreline, increase notably in density (up to about one piece per square meter) at a distance of ~15 km inland. The SA and SB1 'secondary deposits' are more concentrated near to the primary sources and therefore are less suspect of having influenced Neolithic sourcing strategies. Testifying of the short distances of secondary sources from the primary ones, their obsidian cobble surfaces are not much weathered, which makes them often not easily distinguishable from post-depositional patinas on artefacts.

Another question is that of the suitability to Neolithic man of these secondary obsidian resources. Few data are actually available for a detailed reconstruction of the landscape and vegetation of the Monte Arci area during these times: the most general and commonly accepted picture is that of a land entirely covered by forests and vegetation, which might have hidden the obsidian secondary sources in the plains, especially to the West and the South of the massif. Some pedostratigraphic data referring to the 6<sup>th</sup> millennium BC demonstrated the presence of a Mediterranean climate with biostatic conditions developed on sandsoils belonging to stage 2. It could thus be argued that, at least along riverbeds of the Rio Mannu–Rio Mogoro system, some superficial erosion might have brought to light

obsidian-bearing alluvial deposits, offering to Early Neolithic man their first contacts with this raw material. Further agricultural advances might have enhanced the erosion and visibility of the ground, giving to Neolithic communities a more detailed outline and awareness of obsidian secondary deposits and of related outcrops as well.

Several lines of evidence, notably the eventual presence of cortex remnants on artefacts, show that Early to Middle Neolithic man of the so-called 'supply zone', up to 30 km far from Monte Arci, used these secondary sources. The shape and size of their cobbles were in effect convenient to produce a toolkit exhibiting a strongly microlithic character. This small-size industry is generally and almost exclusively obtained from flakes detached with direct percussion reduction techniques and counts for the largest part of the archaeological assemblages. At the end of Middle Neolithic and during the Late Neolithic (late 5<sup>th</sup>–4<sup>th</sup> millennium BC), one observes both a shift in the obsidian reduction strategies, which became more oriented towards blade production and a high increase in the production rate. The secondary deposits seem then to be only scarcely exploited, for local and expedient production essentially, whilst large obsidian workshops appear directly close to the lavas outcrops, chiefly of the SA and SC types. This new acquiring strategies and scales of production are reflected in the coeval increase and more diversified circulation of SC obsidian from these workshops to the whole northward Tyrrhenian area.

In the western Mediterranean region, it has become usual, since the late 1970s, to note the percent relative abundances of SA, SB (or SB1, SB2) and SC Monte Arci obsidians in provenance studies. The belonging of a group of archaeological obsidians to a given geochemical type was in practice equated to their common provenance of the same 'source'. The results presented here show that the relative abundances of SA, SB1, SB2 and SC obsidians in a Neolithic series cannot be interpreted in the same way in the Early/Middle Neolithic and in the Late Neolithic. It also shows the need to closely associate technological and 'sourcing' studies on the same archaeological pieces.

Finally, we would point out the usefulness of instrumental type determinations of archaeological artefacts. We observed here a one-to-one agreement between visual and instrumental determination of obsidian types SA, SB1, SB2 (or SB1+SB2 for NAA) and SC. This was possible because the only geological samples collected were those of a size large enough to be potentially used for the production of at least a microlithic

industry. Moreover, these samples could be broken, to best reveal to the naked eye its mineral inclusions, fresh fractures brightness, transparency, etc. Neolithic artefacts may be too small or too thick to allow the observer a good determination. Combined visual and instrumental determinations have shown that, depending on the series, from about 15% [15] to 31–35% [28,29] of the visual determinations can be erroneous. Thus instrumental determinations will keep essential in any future ‘provenance’ study. The data bank accumulated for the making of the map presented here strongly contributed to recent provenance studies [14,15]. We expect from its increase and from the related enrichment of visual criteria in progress in our laboratories some refinements in future provenance studies.

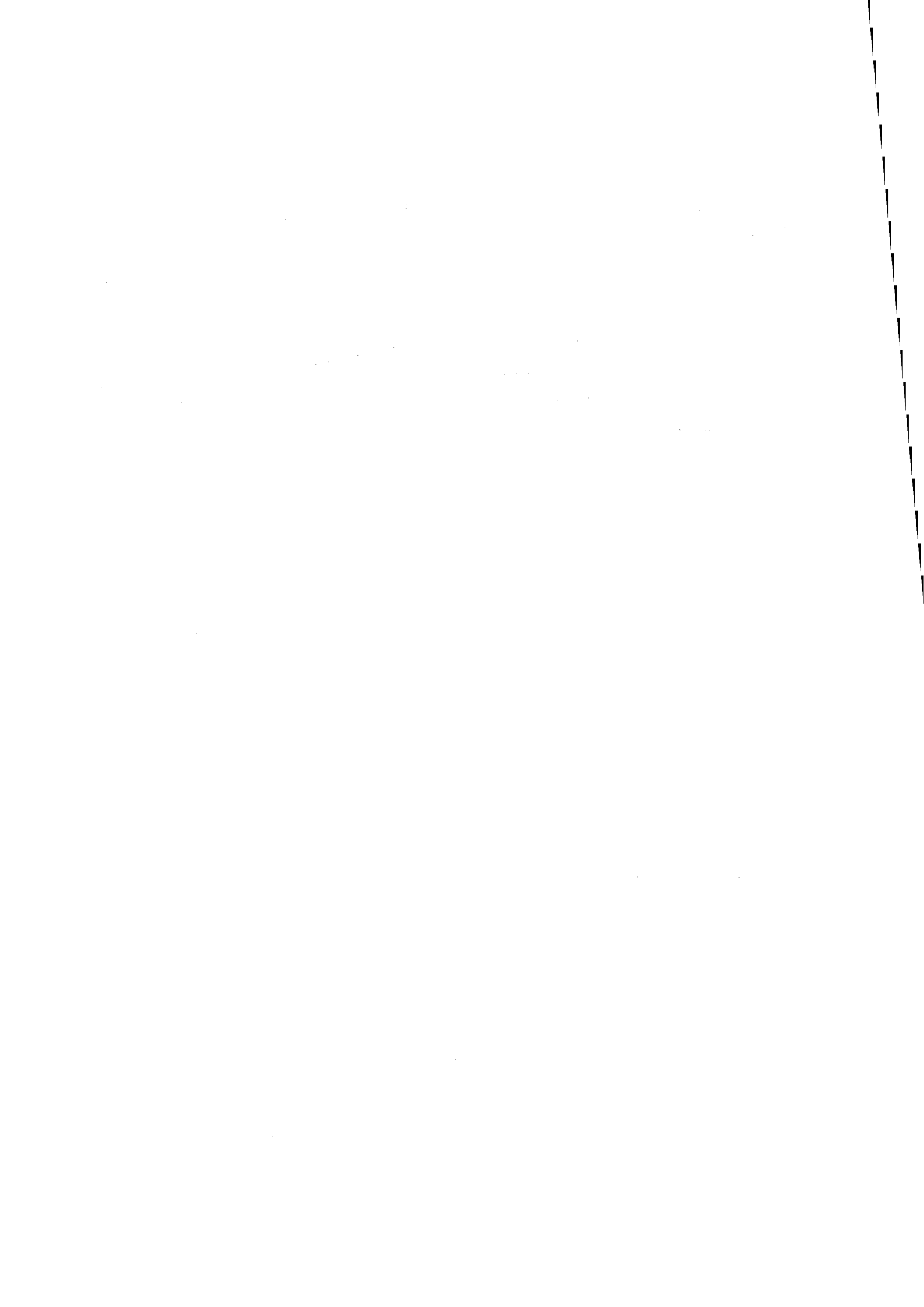
### Acknowledgements

The authors wish to thank the AGLAE (‘Centre de recherche et de restauration des musées de France’, Paris) team for their help with the PIXE facilities. One of us (F.-X. L.B.) was partly supported during field work by a CNRS ‘PCR’ funding. Gérard Poupeau and François-Xavier Le Bourdonnec thank the generous invitations of the ‘Regione autonoma della Sardegna’, the ‘Amministrazione provinciale di Oristano’ and the ‘Amministrazione comunale di Pau’ (Italy). The PIXE analyses were partly funded by the French GDR ‘CHIMART’ of CNRS and by the European Community Eu-ARTECH program.

### References

- [1] A. Assorgia, L. Beccaluva, G. di Paola, L. Maccioni, M. Puxeddu, R. Santacroce, G. Venturelli, Il complesso vulcanico di Monte Arci (Sardegna Centro-Occidentale). Nota illustrativa alla carta geopetrografica 1:50 000, Boll. Soc. Geol. Ital. 95 (1976) 371–401.
- [2] G. Bigazzi, S. Meloni, M. Oddone, G. Radi, Provenance study of obsidian artifacts: trace elements analysis and data reduction, J. Radioanal. Chem. 98 (1986) 353–363.
- [3] G. Bigazzi, M. Oddone, G. Radi, The Italian obsidian sources, Archeometriai Muhely I (2005) 1–13.
- [4] T. Calligaro, J.D. MacArthur, J. Salomon, An improved experimental setup for the simultaneous PIXE analysis of heavy and light elements with a 3-MeV proton external beam, Nucl. Instrum. Methods Phys. Res. Sect. B 109/110 (1996) 125–128.
- [5] T. Calligaro, J.-C. Dran, B. Moignard, L. Pichon, J. Salomon, P. Walter, Ion beam analysis with external beams: Recent set-up improvements, Nucl. Instrum. Methods Phys. Res. Sect. B 188 (2002) 135–140.
- [6] J.L. Campbell, T.L. Hopman, J.A. Maxwell, Z. Nejedly, The Guelph PIXE software package III: Alternative proton database, Nucl. Instrum. Methods Phys. Res. Sect. B 170 (2000) 193–204.
- [7] N. de Bruijn, Obsidian exploitation and production at Bucca Colorus (S. Nicolò d’Arcidano, OR), L’ossidiana del Monte Arci nel Mediterraneo. La ricerca archeologica e la salvaguardia del paesaggio per lo sviluppo delle zone interne della Sardegna, in: Atti del 2° Convegno Internazionale, Pau (Italy), 28–30 November 2003, Edizioni AV, Cagliari, Italy, 2004, pp. 221–230.
- [8] V. Francaviglia, Characterization of Mediterranean obsidian sources by classical petrochemical methods, Preist. Alp. 20 (1984) 311–332.
- [9] B.R. Hallam, S.E. Warren, C. Renfrew, Obsidian in the western Mediterranean: characterisation by neutron activation analysis and optical emission spectrometry, Proc. Prehist. Soc. 42 (1976) 85–110.
- [10] F.-X. Le Bourdonnec, S. Delerue, S. Dubernet, P. Moretto, T. Calligaro, J.-C. Dran, G. Poupeau, PIXE characterization of western Mediterranean and Anatolian obsidians and Neolithic provenance studies, Nucl. Instrum. Methods Phys. Res. Sect. B 240 (2005) 595–599.
- [11] F.-X. Le Bourdonnec, C. Lugliè, S. Dubernet, M. Bohn, G. Poupeau, Monte Arci (Sardinia) obsidians: new geochemical data from electron microprobe and ion beam analysis, L’ossidiana del Monte Arci nel Mediterraneo. Le vie dell’ossidiana nel Mediterraneo ed in Europa, Atti del 3° Convegno Internazionale, Pau, Italy, 25–26 September 2004, PTM, Mogoro, Italy, 2005 (pp. 129–140).
- [12] C. Lugliè, First report on the study of obsidian prehistoric workshops in the eastern side of Monte Arci (Sardinia), in: Les matières premières lithiques en préhistoire, Aurillac, Cantal 20–22 juin 2002, Préhistoire du Sud-Ouest, supplément n° 5, Association Préhistorique du Sud-Ouest, Cressensac, 2003, pp. 207–209.
- [13] C. Lugliè, Modalità di acquisizione dell’ossidiana del Monte Arci nel Neolitico, in: P. Castelli, B. Cauli, F. Di Gregorio, C. Lugliè, G. Tanda, C. Usai (Eds.), L’ossidiana del Monte Arci nel Mediterraneo: recupero dei valori di un territorio, Atti del Convegno Internazionale, Pau, Oristano, Italy, 29 November–1 dicembre 2002, Tipografia Ghilarzese, Ghilarza, 2004, pp. 47–70.
- [14] C. Lugliè, C. Congia, F.-X. Le Bourdonnec, S. Dubernet, T. Calligaro, I. Sanna, G. Poupeau, M.-H. Moncel, Obsidian economy in the Rio Saboccu open-air Early Neolithic site (Sardinia), XVth Congress of the International Union for Prehistoric and Protohistoric Sciences, Lisbon, 4–9 September, 2006 (poster).
- [15] C. Lugliè, F.-X. Le Bourdonnec, G. Poupeau, E. Atzeni, S. Dubernet, P. Moretto, L. Serani, Early Neolithic obsidians in Sardinia (Western Mediterranean): the Su Carroppu case, J. Archaeol. Sci. (accepted).
- [16] M.P. Mackey, S.E. Warren, The identification of obsidian sources in the Monte Arci region of Sardinia, Proceedings of the 22nd Symposium on Archaeometry, University of Bradford, UK, 1982 (pp. 420–431).
- [17] J.A. Maxwell, J.L. Campbell, W.J. Teesdale, The Guelph PIXE software package, Nucl. Instrum. Methods Phys. Res. Sect. B 43 (1989) 218–230.
- [18] S. Meloni, C. Lugliè, M. Oddone, L. Giordani, Characterization of obsidian samples from Monte Arci (Sardinia, Italy): implications for provenance investigations on obsidian artifacts, in: P. Castelli, B. Cauli, F. Di Gregorio, C. Lugliè, G. Tanda, C. Usai (Eds.), L’ossidiana del Monte Arci nel Mediterraneo: recupero dei valori di un territorio, Atti del Convegno Internazionale,

- Oristano–Pau, Italy, 29 November–1 Dicembre 2002, Tipografia Ghilarzese, Ghilarza, 2004, pp. 77–92.
- [19] S. Meloni, C. Lugliè, M. Oddone, L. Giordani, Ossidiana di Monte Arci: nuovi dati sulla composizione delle diverse fonti, L'ossidiana del Monte Arci nel Mediterraneo. La ricerca archeologica e la salvaguardia del paesaggio per lo sviluppo delle zone interne della Sardegna, Atti del 2° Convegno Internazionale, Pau, 28–30 novembre 2003, Edizioni AV, Cagliari, 2004 (pp. 311–321).
- [20] M. Oddone, Z. Yeğingil, G. Bigazzi, T. Ercan, M. Özdoğan, Chemical characterisations of Anatolian obsidian by instrumental and epithermal neutron activation analysis, *J. Radioanal. Nucl. Chem.* 224 (1997) 27–38.
- [21] M. Oddone, G. Bigazzi, S. Keheyian, S. Meloni, Characterisation of Armenian obsidians: Implications for raw material supply for prehistoric artifacts, *J. Radioanal. Nucl. Chem.* 243 (2000) 673–682.
- [22] J.-L. Pouchou, F. Pichoir, A new model for quantitative X-ray-microanalysis. 1. Application to the analysis of homogeneous samples, *La Recherche aérospatiale* 3 (1984) 167–192.
- [23] G. Poupeau, L. Bellot-Gurlet, V. Brisotto, O. Dorighel, Nouvelles données sur la provenance de l'obsidienne des sites néolithiques du Sud-Est de la France, *C. R. Acad. Sci. Paris, Ser. Ila* 330 (2000) 297–303.
- [24] G. Poupeau, F.-X. Le Bourdonnec, M. Duttine, G. Villeneuve, S. Dubernet, C. Lugliè, P. Moretto, L. Bellot-Gurlet, Fröhlich, R.B. Scorzelli, I. Souza Azevedo, A. López, S.J. Stewart, The Monte Arci obsidian: new fingerprinting approaches in provenance studies, L'ossidiana del Monte Arci nel Mediterraneo, Atti del Convegno 28–30 novembre 2003, Edizioni AV, Cagliari, 2004 (pp. 323–332).
- [25] C. Puxeddu, Giacimenti di ossidina del Monte Arci in Sardegna e sua irradiazione, *Studi Sardi* 14–15 (1958) 10–66.
- [26] G. Tanda, C. Lugliè, S. Meloni, M. Oddone, G. Poupeau, F.-X. Le Bourdonnec, L'ossidiana del Monte Arci: nuove acquisizioni sullo sfruttamento e sulla circolazione alla luce dei dati archeometrici, *Materie prime e scambi nella Preistoria italiana. Atti della XXXIX Riunione Scientifica dell'Istituto Italiano di Preistoria e Protostoria*, Firenze, Italy, 25–27 November 2004, IIPP, Firenze, Italy, 2006 (pp. 461–481).
- [27] R.H. Tykot, Characterization of the Monte-Arci (Sardinia) obsidian sources, *J. Archaeol. Sci.* 24 (1997) 467–479.
- [28] R.H. Tykot, A.J. Ammerman, New directions in central Mediterranean obsidian studies, *Antiquity* 71 (1997) 1000–1006.
- [29] R.H. Tykot, New Approaches to the Characterization of obsidian from the Mediterranean Island Sources, in: P.B. Vandiven, M. Goodway, J.R. Druzik, J.L. Mass (Eds.), *Material Issues in Art and Archaeology, VI, Material Research Society Symposium Series 712*, PA, Warrendale, 2002, pp. 143–157.
- [30] R.H. Tykot, Chemical fingerprinting and source tracing of obsidian: the Central Mediterranean trade in black gold, *Acc. Chem. Res.* 35 (2002) 618–627.



## Chapitre X

### L'OBSIDIENNE *EARLY NEOLITHIC* EN SARDAIGNE

#### 1° : SU CARROPPU

*Introduction à l'article 'Early Neolithic obsidians in Sardinia (Western Mediterranean): the Su Carroppu case' paru en 2007 dans le Journal of Archaeological Science.*

LA SARDAIGNE N'A ÉTÉ PEUPLÉE QU'AU DÉBUT DU NÉOLITHIQUE, après quelques 'évidences' contestées de présence humaine antérieure. Sur les quelque 74 sites *Early Neolithic* (EN) répertoriés, seuls quelques-uns, situés dans le nord de l'île, là où existent des ressources en silex, ne renferment pas d'obsidienne. Seuls sept avaient fait l'objet de fouilles, dont les résultats n'avaient pas toujours été publiés complètement. Des recherches de provenance des obsidiennes n'avaient été faites que sur trois de ces sites, portant dans le plus détaillé des cas sur moins de trente échantillons. Toutes les obsidiennes analysées provenaient du Monte Arci. L'analyse technotypologique de ces obsidiennes manquait.

*Le site de Su Carroppu, dans le SW de la Sardaigne, avec 101 obsidiennes, offrait l'opportunité exceptionnelle d'une étude exhaustive de série lithique EN des points de vue provenance, typologie, technologie, chaîne opératoire(s). Cette collection unique demandait cependant à être préservée, d'où l'intervention d'une technique non destructive. Nous avons opté pour le PIXE. Etant donné le grand nombre d'échantillons au regard de la disponibilité de faisceaux d'ions, nous avons décidé une approche visuelle/instrumentale pour les déterminations de provenance, reposant sur l'expérience acquise durant la phase de cartographie des sources du Monte Arci.*

Il a ainsi été montré que l'homme de Su Carroppu pratiquait dès la phase EN un choix parmi les obsidiennes qu'il utilisait, toutes issues du Monte Arci. Seuls les types SA, SB2 et SC étaient sélectionnés, aux dépens du type SB1, aux obsidiennes pourtant aussi facilement accessibles. Le même comportement avait été relevé pour les trois autres sites sardes EN pour lesquels des analyses de provenance avaient été faites. De plus, la combinaison de cette étude avec l'examen typo-technologique des artefacts révèle qu'à Su Carroppu chaque type d'obsidienne semble avoir été préférentiellement utilisé pour la réalisation de formes spécifiques, selon au moins deux chaînes opératoires.



## Early Neolithic obsidians in Sardinia (Western Mediterranean): the Su Carroppu case

Carlo Lugliè<sup>a</sup>, François-Xavier Le Bourdonnec<sup>b</sup>, Gérard Poupeau<sup>b,\*</sup>, Enrico Atzeni<sup>a</sup>,  
Stéphan Dubernet<sup>b</sup>, Philippe Moretto<sup>c</sup>, Laurent Serani<sup>c</sup>

<sup>a</sup> *Dipartimento di Scienze Archeologiche e Storico-Artistiche, Università di Cagliari, Piazza Arsenale, 1-09124 Cagliari, Italy*

<sup>b</sup> *Institut de Recherche sur les Archéomatériaux, UMR 5060, CNRS-Université Bordeaux 3,  
Maison de l'Archéologie, Esplanade des Antilles, 33607 Pessac, France*

<sup>c</sup> *Centre d'Etude Nucléaire de Bordeaux Gradignan (CENBG), UMR 5797, CNRS-Université Bordeaux 1,  
le Haut Vigneau, BP 120, 33175 Gradignan Cedex, France*

Received 23 January 2006; received in revised form 27 April 2006; accepted 13 June 2006

### Abstract

All the obsidians from the undisturbed Early Neolithic (Cardial ware phase I) layer of the Su Carroppu rock-shelter (Sardinia island) were studied. Their elemental composition and that of obsidians from the Monte Arci (Sardinia) volcanic complex was determined by ion beam analysis (PIXE). A comparison between the composition of Su Carroppu artefacts, analysed non-destructively, and that of Western Mediterranean analysed in the same conditions shows that the archaeological material belongs to the SA, SB2 and SC Monte Arci-types, to the exclusion of the SB1 type. The typological/technological study of this industry allowed us to reconstruct two *chaînes opératoires*, for the production of blades (using predominantly SC obsidians) and of flakes (based exclusively on SA and SB2 obsidians), respectively, but on the whole, assemblage blade/bladelet production was performed somewhat preferably with SA and SB2 types. Thus, in the earliest EN culture known on the island, ancient man had, for the making of its obsidian toolkit, a highly adaptive behaviour applied to the reduction of different useful obsidian sources. © 2006 Elsevier Ltd. All rights reserved.

**Keywords:** Obsidian sourcing; Obsidian *chaînes opératoires*; PIXE; Early Neolithic; Su Carroppu rock-shelter; Sardinia

### 1. Introduction

The first contacts of ancient man with Sardinia were not linked for long with obsidian. The stone industry considered by many authors [2,40,42,43] as the earliest, Middle Pleistocene, of the island (Anglona region, Northern Sardinia) was based only on local flint. The next most ancient pieces of evidence of a Palaeolithic man presence are found in the Corbeddu Cave (Fig. 1). An Upper Palaeolithic human phalanx

was indirectly dated by <sup>14</sup>C ages and stratigraphic correlations between two trenches at about 20 ky, while the Epipalaeolithic human remains found in one of these trenches were dated by <sup>14</sup>C at 8750 ± 140 BP. Obsidian was absent in these excavations [33,32,51–53], as in the only two other known Epipalaeolithic sites of Sardinia [20,21,31,32,55,56]. All are coastal or sub-coastal sites, probably related to occasional trips or short seasonal settlements on the island. According to the available numerical datings, they would pre-date by at least some five centuries the major coastal migrations which took place in the Western Mediterranean during the Neolithic transition. In the Tyrrhenian area, pre-Neolithic obsidian was claimed to be found in the three sites at Arma dello Stefanin, Riparo Mochi (Liguria) and Perriere Sottano (Sicily) [1,36,41]. However, many scholars believe that these “ancient” occurrences (one

\* Corresponding author. Tel.: +33 5 57 12 47 89; fax: +33 5 57 12 45 50.  
E-mail addresses: [luglie@unica.it](mailto:luglie@unica.it) (C. Lugliè), [francois.Jebourdonnec@etu.u-bordeaux3.fr](mailto:francois.Jebourdonnec@etu.u-bordeaux3.fr) (F.-X. Le Bourdonnec), [gpoupeau@u-bordeaux3.fr](mailto:gpoupeau@u-bordeaux3.fr) (G. Poupeau), [stephan.dubernet@u-bordeaux3.fr](mailto:stephan.dubernet@u-bordeaux3.fr) (S. Dubernet), [moretto@cenbg.in2p3.fr](mailto:moretto@cenbg.in2p3.fr) (P. Moretto), [serani@cenbg.in2p3.fr](mailto:serani@cenbg.in2p3.fr) (L. Serani).



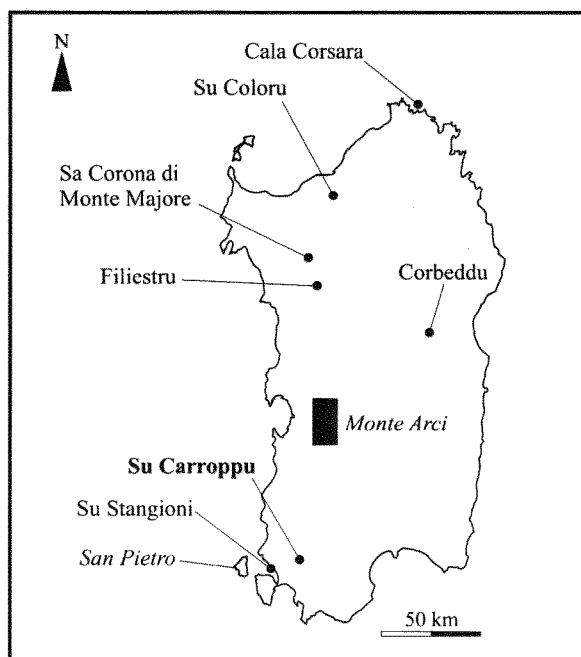


Fig. 1. Localisation of the Sardinian Early Neolithic excavated sites cited in the text and of jasper (San Pietro Island) and obsidian (Monte Arci volcanic complex) sources.

artefact in each of these sites) are the result of stratigraphic reworking and contaminations from upper levels.

It was only from the beginning of the VIth millennium that Sardinia was permanently populated. Some 69 cave and rock-shelter sites and open-air settlements, distributed over the whole island, are shown to belong to that millenium through their  $^{14}\text{C}$  ages, typology of pottery, as reconstructed by sherds fragments, and/or lithic toolkits (Fig. 1). Obsidian is abundant in nearly all these Early Neolithic (thereafter referred as EN) sites. Exceptions are in the North of the island where other local resources like flint and chert were nearly exclusively exploited during the first phases of the colonisation. Only seven EN obsidian-bearing sites were excavated and the results at least partly published: the Cala Corsara [22] and Su Carroppu [5] rock-shelters, the Corbeddu [50], Corona di Monte Majore [23,24], Filiestru [57] and Su Coloru [20,21] caves and the Su Stangioni open-air settlement [65]. In general, these excavations consisted in trenches cutting relatively small sections of the whole occupied areas; moreover, sometimes the stratigraphic contexts had previously been severely disturbed by ancient and/or modern human activities. In the other sites, the lithic series were mostly the result of surface collections.

The potential obsidian sources are either “local”, in and around the Monte Arci volcanic complex localised in the Central-West part of Sardinia, or allochthonous, in the islands of Lipari, Palmarola and Pantelleria. Thirty years of provenance studies have shown that all Sardinian “archaeological”

obsidians come from the Monte Arci sources (e.g. [9,10,16–18,25,27,28,59,61–64,66]). In Sardinia obsidian-producing events did occur some 3.5 Ma ago in the Monte Arci volcanic complex [47]. The primary sources of these obsidians are located in different areas of the Eastern, Southern and South-western flanks of the massif (Fig. 2). In addition, as a consequence of erosion/transportation processes, obsidian blocks and/or chunks can be found in sub-primary sources (such as down-warped blocks and pebbles) eventually of easier access. Elemental analyses have shown that nine discrete compositional groups (related in principle to as many primary sources) could be distinguished among these obsidians, but for practical purposes in provenance studies, due to obsidian mixing in sub-primary sources, only four (SA, SB1, SB2 and SC) types have to be clearly separated [54,59]. Obsidians of the SC-type can also be found in secondary sources up to ~20 km from their original outcrop [37,38,54 and Lugliè et al., in prep.].

Provenance studies based on an instrumental method (electron microprobe) on obsidians from EN levels of excavated sites were conducted so far only for the Filiestru and Monte Majore caves [62,63] and the Su Carroppu rock-shelter (Tykot Ph.D., 1995). However, only fewer than 30 samples per EN cultural level were sourced. Only for the Filiestru Cave was some information available about obsidian reduction technology and use-wear analyses [29,30]. Moreover, at Su Carroppu, the obsidians analysed came from a perturbed stratigraphic horizon. The importance of the latter site

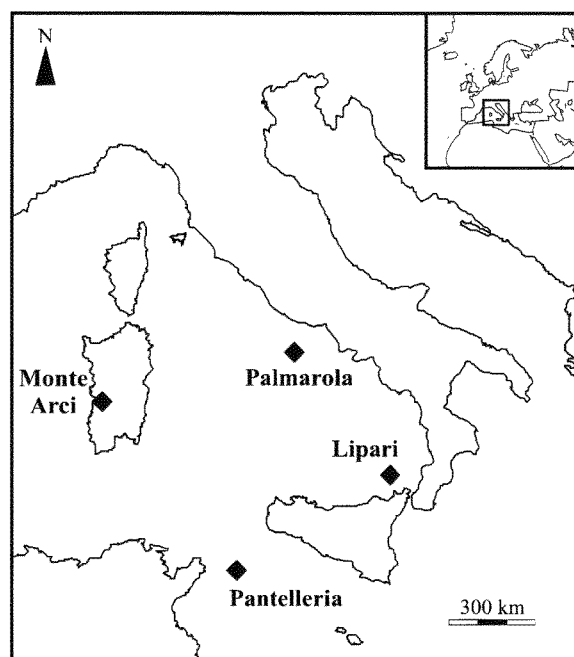


Fig. 2. Localisation of Western Mediterranean obsidians source-islands and of the Monte Arci in Sardinia.

in terms of Sardinian Neolithic obsidian studies is due to the large number of pieces in its (deepest) EN horizon and in its age, estimated as >5500 BC from its ceramics industry (Cardial phase I).

Here, we present the results of a comprehensive, typological and technological study of the Su Carroppu EN obsidians, and a provenance study of these pieces. In order to preserve the integrity of these rare materials, all instrumental determinations were conducted non-destructively by Particle-Induced X-Ray Emission (PIXE), an approach which allows one to discriminate obsidians from the Western Mediterranean source-islands [48] and from the relevant Monte Arci type compositions [34].

## 2. The Su Carroppu site and its lithic industry

The Su Carroppu rock-shelter is opened at 350 m asl. in a Palaeozoic limestone relief of the Sulcis mountain massif, some 10 km as the crow flies from the South-western coast of Sardinia. The rock-shelter dominates a small valley crossed by a stream swallowed by a karst-chasm. Its now partially fallen roof initially protected an area of about 50 m<sup>2</sup>. Until the last century the site was seasonally exploited by shepherds who built a stonewall enclosure in the front of the shelter. The site was discovered in the 1960's [3]. After a systematic excavations in the 1960, several tests and excavations carried out, in 1969 and 1976 showed it was periodically occupied from the Early Neolithic to the first Iron Age [5,6].

The deepest cultural layer so far excavated is the eponym of the Su Carroppu *facies*, as identified from a single cardial impressed potsherd, and from other associated not decorated potteries. These ceramics are considered as some of the earliest examples of the Geometric Cardial Ware Style, known also as the Thyrrhenian *facies* of the Western Mediterranean Early Neolithic. This *facies* developed around the first half of the VIth millennium cal BC from <sup>14</sup>C ages obtained for the Filiestru Cave layer B12 (2σ cal BC 5730–5491, [57]) and the Su Coloru Cave layer I,1 (2σ cal BC 5893–5570, [21]) (calibrated ages recalculated with the intcal04 <sup>14</sup>C routine, [49]).

The site yielded a large collection of faunal remains as well as lithics and potsherds belonging to several prehistoric periods. Unfortunately, the stratigraphic context appeared so deeply perturbed that it was not possible to ascertain rigorous associations to the many pieces found. Because of the first appearance in a Sardinian site of cardial ware potsherds, whilst the first Neolithic presence of man was still dated to the IIIrd millennium BC, a new excavation campaign was carried out in 1978 [6]. Two different trial-trenches were opened along the rock-walls, named, respectively, Test1 (southward), and Test2 (northeastward) (Fig. 3a). Whereas, Test1 was stopped early when a layer of big boulders was reached, the second test revealed a sediment sequence composed of four distinct stratigraphic layers (Fig. 3b). The first three strata were clearly dug in mixed and perturbed sediments, as a consequence of the collapse of the roof and of human/animal activity; in the deepest, U2.4 layer (at a depth of 1.40–1.55 m) an intact floor was recognized on a restricted extension of about 4 m<sup>2</sup> with a small

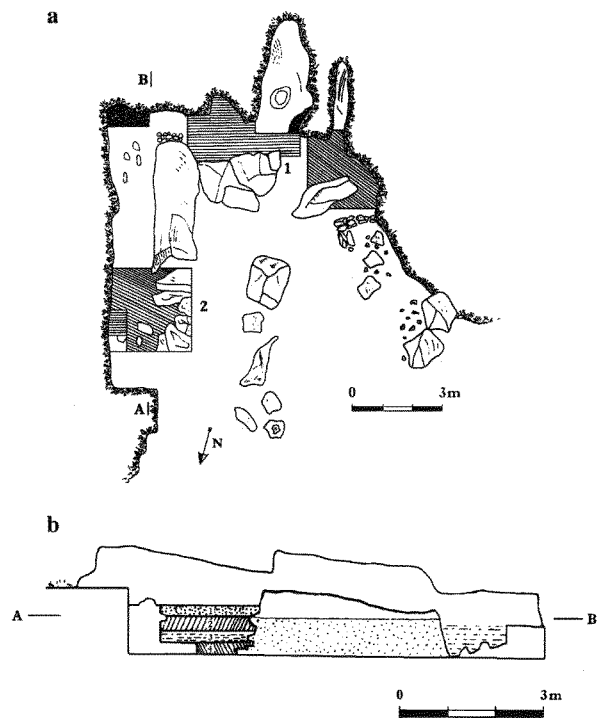


Fig. 3. The Su Carroppu site: map (a) showing the two tests (1,2) and stratigraphic profile (b) of the Test2 with the four layers (1–4).

part of a thick hearth included in the stratigraphic section. It was not possible to pursue the excavation because big boulders from the collapse of the vault were lying on the bottom.

In addition to potsherds, some faunal remains and 123 lithic elements (for a total of 332.5 g) were collected in layer U2.4, of which 101 obsidian artefacts. The other identified lithotypes are chert, quartzite and jasper. Only three elements were not determined. Cherts and quartzites are probably of local origin, as potential sources are known in the vicinity of the rock-shelter, whilst its very particular visual appearance relates jasper to the Becco source, in the little Island of San Pietro some 8 km from the South-western coast of Sardinia and <25 km W of Su Carroppu [39]. The lithics appear relatively unaltered in hand sample, although some pieces exhibit extended thermal surface modifications. A large fraction (64%) of the lithics is fragmented, due partly to the use of (formal and expedient) tools and to their taphonomic evolution.

Obsidians count for about 82% of lithics but only for 53% in weight. Although natural blocks and pebbles, as well as complete cores, are well documented in other raw materials, they are missing among the obsidian artefacts, so that raw material morphology can only be inferred from the remnant cortical surfaces of flakes and of formal tools. All obsidians seem to have been collected in primary or sub-primary deposits, as all blocks are angular to sub-angular and, most frequently, their original surfaces are only slightly weathered.

It is estimated that the largest obsidian module is a block of an initial length of no more than ~120 mm. The largest

dimension of obsidian formal tools is <30 mm. Fifty-seven pieces, of which 55 obsidians, are formal tools which show intentional organized retouch (Table 1). Besides three angular debris (core shatters), the remaining pieces are elements of *débitage* employed as expedient tools, as documented by ancient damage and use wears along the unretouched cutting edges. A general survey of blanks either among *débitage* or among differentiated tools show a tendency of this industry toward a flake production and a systematic utilization of these flakes for the shaping of a large part of the toolkit. Frequently even cortical flakes (13%) or blades are employed for the production of the most elaborated tools. The production of blade and bladelets are documented almost exclusively in obsidian, because of the generally bad quality of other local raw materials for blade production. Many obsidian geometrics were found close to the partly excavated hearth.

### 3. Obsidian provenance

#### 3.1. Provenance determinations from PIXE analysis

PIXE elemental composition was determined either with the nuclear probe of *Centre d'Etude Nucléaire de Bordeaux-Gradignan* (CENBG) or with the *Centre de Recherche et de Restauration des Musées de France* (C2RMF) extracted beam facility. We have shown in an earlier work [34] that both systems produced similar results. While geological samples were prepared as polished sections, archaeological artefacts were analysed non-destructively from their ancient man-knap surfaces.

About half the obsidians were analysed in the vacuum chamber of the CENBG nuclear probe, using the 3 MeV proton micro-beam generated by a 4 MV Van de Graaff accelerator. The 5  $\mu\text{m}$  diameter beam was swept over a surface area of  $\sim 700 \times 700 \mu\text{m}^2$ , allowing one to control eventual element distribution heterogeneities in real time. In order to take possible elemental variations of composition on a millimetre scale into account, three to four such "spot" measurements per sample were taken. For geological samples, as only one Si(Li) detector was available, element contents had to be determined

in two steps. "Light" elements, Na, Al, Si, Cl, K, Ca, Ti, Mn, and Fe were dosed with an 1.5 MeV proton beam and "heavy" elements Fe, Zn, Ga, Rb, Sr and Zr, with a 3 MeV beam. For archaeological samples, the adjunction of a second Si(Li) detector made the simultaneous determination of these elements possible with a 3 MeV proton beam, the light and heavy elements X-rays being recorded in a "low-energy" and a "high energy" detector, respectively. At C2RMF the samples were exposed to the extracted proton beam produced in a 2 MV tandem Van de Graaff. The samples were positioned outside the accelerator vacuum 2 mm from the exit window of the accelerator. At this distance, the impinging beam had a diameter of  $\sim 30 \mu\text{m}$ . The energy of the 3 MeV proton beam was not significantly altered by its passage through the 100 nm thick  $\text{Si}_3\text{N}_4$  exit window. An He flux between this window and the samples lowered the mean atmospheric mass enough not to alter the samples fluorescence X-ray spectra. As at CENBG, all elements were measured at once with two Si(Li) detectors [13,14].

Data treatment was realized with the 2000 version of the GUPIX software [15,44] which computes major element contents as 100% oxides. To insure internal consistency of data within each analytical batch and from batch to batch, we systematically measured the same SA-type Monte Arci obsidian (ARC-URS). The reference major element composition of this sample was taken as the average of several ICP-AES determinations (Bellot-Gurlet, pers. comm.; see also for our ICP procedures, [7]). As Fe fluorescence X-rays were recorded both in the low-energy and in the high energy detectors, its low-energy determined concentration was used to calibrate the high energy spectra for trace (heavy) elements contents. The Cl content was found to be highly variable inside each sample and therefore will not be considered in the following. Trace elements Y and Nb were nearly always found above detection level, but only rarely could their concentration be determined. In no case were they found above 33 ppm for Y and 55 for Nb. The latter seem to be more abundant in obsidians of the SA-type, in accordance with ICP-MS analyses [61].

Twenty-four geological samples representative of the four geochemical types of the Monte Arci were analysed, of which 16 at CENBG and nine at C2RMF. The results are reported in Table 2 together with the PIXE data obtained previously by Ref. [48] on three other Monte Arci obsidians at C2RMF. Although in this early work Poupeau et al. used another reference obsidian as internal standard, their data are agree with ours (see f. i. reference sample ARC-URS). The element contents reported for each sample are the average value of the several spot measurements performed. Obsidians of the SC-type are the most easily sorted, from their Al, Si, Ca, Ti, Fe, Rb, Sr and Zr contents. SA obsidians have the lowest Ti, Sr and Zr contents, and SB2 the lowest Zn contents. Finally, the separation between SB1 and SB2 is easy, through a comparison between their Sr contents, and to a lesser extent between their Si, Ca, Fe, Ga and Zr contents. Our PIXE compositions are in good agreement for major elements with electron microprobe analyses [35,59] and for trace elements with ICP-MS [8,61] determinations.

Sixty-three obsidians from Caroppu were analysed, 33 at CENBG and 30 at C2RMF, respectively (Table 3). It appears

Table 1  
Typology of lithic artefacts from undisturbed EN layer U2.4 of the Su Carroppu rock-shelter

Raw material	Débitage			Retouched tools			
	Flake	Blade	Bladelet	Flake	Blade	Bladelet	Not determ.
Obsidian <sup>a</sup>							
SA	10	3	4	10	8	2	2
SB2	10	2	–	5	5	–	3
SC	11	2	1	11	6	2	1
Chert	6	–	–	–	–	1	–
Jasper	2	–	–	–	–	–	–
Quartzite	4	–	–	–	–	–	–
Other	2	–	–	–	–	–	1
Total	45	7	5	26	19	5	7

<sup>a</sup> Obsidian types as determined in this work.

Table 2  
PIXE elemental composition of Monte Arci (Sardinia) obsidian source materials

Sample	<sup>a</sup>	Na <sub>2</sub> O	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	SiO <sub>2</sub>	K <sub>2</sub> O	CaO	TiO <sub>2</sub>	MnO	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Zn	Ga	Rb	Sr	Zr
SA-type														
ARC-URS	1	3.38	13.77	75.66	4.83	0.59	0.09	0.05	1.28	80	25	259	31	80
SA44	2	3.49	13.85	75.45	4.79	0.59	0.09	0.05	1.34	80	25	270	34	78
SA47	1	3.29	13.53	75.72	5.15	0.63	0.09	0.05	1.23	72	23	227	24	71
SA49	1	3.37	13.66	75.85	4.91	0.60	0.08	0.05	1.24	76	24	246	29	78
SA55	1	3.39	13.60	75.81	4.95	0.60	0.09	0.05	1.23	73	23	243	30	71
SA66	1	3.43	13.55	75.75	4.94	0.62	0.08	0.05	1.31	78	23	253	22	90
SA67	1	3.46	13.63	75.81	4.89	0.60	0.09	0.05	1.26	76	22	257	28	68
ARC-URS	2	<i>3.61</i>	<i>13.91</i>	<i>75.59</i>	<i>4.69</i>	<i>0.56</i>	<i>0.08</i>	<i>0.05</i>	<i>1.24</i>	<i>81</i>	<i>30</i>	<i>279</i>	<i>23</i>	<i>90</i>
<i>M. Arci 4.81.9</i>	2	<i>3.49</i>	<i>13.85</i>	<i>75.60</i>	<i>4.75</i>	<i>0.57</i>	<i>0.08</i>	<i>0.05</i>	<i>1.31</i>	<i>80</i>	<i>29</i>	<i>278</i>	<i>30</i>	<i>93</i>
SB1 type														
SB 201	2	3.49	13.99	74.77	4.96	0.73	0.14	0.05	1.43	75	24	253	69	124
SB 213B	2	3.47	13.97	74.86	4.91	0.70	0.13	0.05	1.51	74	24	255	64	123
SB1-08	2	3.35	14.01	74.76	5.11	0.72	0.14	0.04	1.50	73	23	259	70	127
SB1-52	1	3.45	13.80	75.02	5.06	0.76	0.13	0.05	1.43	73	23	255	67	124
SB1-64B	1	3.44	13.82	75.08	5.05	0.74	0.14	0.04	1.34	68	24	231	58	111
SB1-65	1	3.40	13.77	75.10	5.11	0.74	0.15	0.05	1.41	71	25	251	65	116
SB2 type														
SB 113	2	3.27	13.37	75.94	5.12	0.55	0.12	0.03	1.29	47	20	263	33	99
SB 114	1	3.19	13.20	76.01	5.34	0.59	0.12	0.03	1.19	43	18	232	40	113
SB 115	1	3.17	13.09	76.34	5.25	0.59	0.10	0.03	1.09	39	16	214	30	83
SB2-48B	1	3.22	13.20	75.70	5.45	0.64	0.16	0.03	1.25	43	18	230	48	117
SB2-26B	2	3.37	13.49	75.75	5.05	0.58	0.13	0.03	1.26	45	19	249	47	108
SB2-74B	1	3.35	13.21	75.65	5.09	0.74	0.14	0.03	1.33	47	20	238	51	124
SB2-75B	1	3.03	13.29	75.75	5.59	0.60	0.12	0.03	1.25	44	19	232	46	111
SC-type														
SC01	2	3.23	14.20	73.67	5.50	0.85	0.27	0.03	1.89	64	21	198	137	256
SC02	2	3.29	14.41	73.47	5.36	0.90	0.30	0.03	1.73	59	22	189	150	243
SC7A	1	3.38	14.19	73.86	5.37	0.89	0.25	0.03	1.55	52	19	160	108	216
SC9	1	3.24	14.11	73.77	5.58	0.83	0.26	0.03	1.71	57	23	167	113	239
<i>M. Arci A3</i>	2	<i>3.35</i>	<i>14.42</i>	<i>73.52</i>	<i>5.26</i>	<i>0.87</i>	<i>0.28</i>	<i>0.03</i>	<i>1.67</i>	<i>62</i>	<i>24</i>	<i>203</i>	<i>130</i>	<i>272</i>
MDL		0.08	0.05	0.02	0.02	0.03	0.01	<0.01	0.02	2	2	6	4	10

Contents in oxides are in % and contents in elements in ppm. MDL indicates the mean detection limit. *In italics: data from [48].*

<sup>a</sup> Measures performed respectively at CENBG (1) and C2RMF (2) (see text).

from a Rb vs. Zr contents diagram (Fig. 4) that the PIXE compositions of the Su Carroppu samples is only compatible with that of obsidians from Sardinia, to the exclusion of the other potential source-islands of the Western Mediterranean. Only three compositional types are present, all typical of a Monte Arci origin, with 27 of the SA-type and 18, respectively, the SB2 and SC types. This appears clearly in a ternary diagram comparing their Zn, Sr and Zr contents with that of Monte Arci obsidians (Fig. 5).

In archaeological samples, the Na and K contents are, respectively, lower and higher than in the geological samples. As the surfaces analysed in the former are the ones knapped by ancient man, this might be understood as a consequence of ion exchanges with the ambient medium during the artefacts burial period in soils. However, as the calculated Na<sub>2</sub>O + K<sub>2</sub>O content keeps within the ranges of the Monte Arci-types obsidians (Table 3) this does not alter provenance discriminations.

### 3.2. Provenance from visual determinations

Although unambiguous visual determination is not always possible, as previously noted by Tykot [60,63], the bulk

appearance of obsidian may still be useful for a first obsidian type sorting of an archaeological series. Thus, SB1 and SC obsidian types are most often easily differentiated from the other types. While the former presents a large number of phenocrysts and a flawed flaked surface, the latter is almost always opaque and usually shows coarse grained surfaces, with matte luster. The SA and SB2 obsidians can most often be discriminated from each other through their relative frequency of rounded opaline inclusions, colour, transparency, surface granularity, etc. However, obsidians of the SA and SB2 types may present some facies convergencies, notably in their light transmittance, presence of rounded small phenocrysts, diamantine luster of surfaces, etc. preventing discrimination. One of us (CL) tested these qualitative criteria for many Monte Arci source samples and for some 140 archaeological and secondary source specimens whose elemental composition was determined by instrumental neutron activation analysis (INAA) [45,46], PIXE [34] and/or EMP [35]. In all but 21 cases, visual obsidian type attributions were consistent with instrumental attributions. Disagreements between visual and instrumental type attributions were found either because of an SA–SB2 facies convergency or in the case of very small and/or relatively

Table 3  
PIXE elemental composition of Su Carroppu level U2.4 obsidian artefacts

Artefacts	<sup>a</sup>	Na <sub>2</sub> O	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	SiO <sub>2</sub>	K <sub>2</sub> O	CaO	TiO <sub>2</sub>	MnO	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Zn	Ga	Rb	Sr	Zr	Type
CAR01	2	3.12	14.08	73.70	5.51	0.81	0.29	0.03	1.68	60	20	174	122	229	SC
CAR02	2	3.28	13.62	75.74	4.96	0.55	0.10	0.05	1.30	78	24	244	24	78	SA
CAR03	2	2.75	13.18	76.56	5.32	0.52	0.13	0.03	1.11	44	20	251	33	101	SB2
CAR04	2	3.10	14.14	73.55	5.50	0.83	0.30	0.03	1.80	62	22	181	127	242	SC
CAR05	2	2.93	14.25	73.06	5.73	0.94	0.30	0.03	1.75	64	20	182	130	237	SC
CAR06	2	3.16	13.10	76.18	5.11	0.55	0.13	0.03	1.29	49	21	265	38	109	SB2
CAR07	2	3.19	13.57	75.89	4.98	0.57	0.09	0.05	1.26	81	24	249	30	75	SA
CAR08	2	2.98	14.14	73.53	5.56	0.85	0.31	0.03	1.80	65	21	184	126	239	SC
CAR09	1	3.28	13.90	75.82	4.73	0.60	0.09	0.05	1.15	72	23	232	32	81	SA
CAR10	2	3.00	14.28	73.49	5.57	0.88	0.30	0.03	1.69	63	20	172	124	228	SC
CAR11	1	2.87	13.74	75.14	5.40	0.81	0.10	0.05	1.25	88	25	261	41	69	SA
CAR12	1	3.22	13.70	75.52	4.92	0.63	0.11	0.06	1.42	90	25	280	40	65	SA
CAR13	2	3.31	13.84	75.50	4.97	0.62	0.09	0.05	1.25	78	24	236	36	74	SA
CAR14	2	2.99	14.08	74.14	5.65	0.76	0.29	0.03	1.37	53	20	177	104	226	SC
CAR15	1	3.34	13.92	75.53	4.73	0.67	0.10	0.05	1.19	81	19	240	37	80	SA
CAR16	1	3.34	13.41	76.03	4.88	0.62	0.16	0.03	1.14	45	17	204	53	96	SB2
CAR17	1	1.46	14.19	71.52	8.27	1.32	0.31	0.03	1.52	77	17	169	154	217	SC
CAR18	1	3.28	13.48	75.77	4.97	0.64	0.15	0.03	1.22	50	17	220	54	119	SB2
CAR19	1	2.23	13.68	73.97	7.25	0.68	0.10	0.05	1.13	80	23	237	22	72	SA
CAR20	1	3.30	13.65	75.54	4.92	0.68	0.10	0.05	1.32	82	24	252	32	67	SA
CAR21	1	2.13	13.82	75.43	6.07	0.64	0.10	0.05	1.15	76	21	240	38	79	SA
CAR22	1	3.26	14.39	73.63	5.22	0.94	0.34	0.03	1.64	62	19	165	164	218	SC
CAR23	1	3.41	13.79	75.58	4.72	0.75	0.09	0.05	1.19	92	23	236	42	74	SA
CAR24	2	2.89	14.14	73.50	5.66	0.88	0.28	0.03	1.59	75	20	179	121	240	SC
CAR25	2	3.20	13.63	75.89	4.95	0.55	0.09	0.05	1.25	79	23	249	26	75	SA
CAR26	2	3.20	14.32	73.54	5.39	0.86	0.29	0.03	1.65	63	19	174	119	237	SC
CAR27	2	3.35	13.56	75.61	5.07	0.61	0.15	0.03	1.19	47	20	255	57	109	SB2
CAR28	2	3.49	13.92	75.31	4.92	0.61	0.08	0.06	1.24	81	25	256	32	76	SA
CAR29	1	3.08	14.25	72.81	5.59	0.98	0.30	0.04	1.93	70	23	189	132	256	SC
CAR30	1	2.13	13.65	74.99	6.45	0.64	0.08	0.05	1.19	79	22	239	25	69	SA
CAR31	1	3.24	13.77	75.47	4.93	0.69	0.10	0.06	1.35	93	24	266	33	80	SA
CAR32	1	2.58	13.41	73.84	7.15	0.68	0.09	0.05	1.23	79	22	221	30	80	SA
CAR33	2	3.37	13.61	75.55	5.02	0.59	0.14	0.03	1.27	47	19	230	51	99	SB2
CAR34	2	3.32	13.37	76.01	5.06	0.58	0.12	0.03	1.16	49	21	272	41	109	SB2
CAR35	2	3.26	13.49	75.94	5.08	0.59	0.15	0.03	1.07	45	20	252	61	117	SB2
CAR36	1	3.31	13.67	75.60	4.99	0.60	0.09	0.06	1.31	83	26	252	27	80	SA
CAR37	1	3.14	13.20	76.40	4.98	0.58	0.09	0.03	1.16	44	19	261	32	103	SB2
CAR38	2	3.23	14.58	73.18	5.33	0.92	0.30	0.03	1.66	59	21	164	132	219	SC
CAR39	1	3.14	14.26	72.75	5.46	1.27	0.28	0.03	1.77	86	21	183	125	263	SC
CAR40	1	2.88	13.18	76.03	5.38	0.58	0.12	0.04	1.28	50	20	258	30	125	SB2
CAR41	1	2.12	13.52	74.52	6.78	0.69	0.10	0.05	1.22	86	23	246	29	72	SA
CAR42	2	3.40	13.89	75.52	4.90	0.60	0.10	0.05	1.21	82	22	251	31	77	SA
CAR43	1	3.37	13.69	75.56	4.83	0.65	0.10	0.05	1.33	91	27	262	30	95	SA
CAR44	2	3.32	13.40	76.00	5.04	0.56	0.11	0.03	1.15	44	18	239	31	83	SB2
CAR45	1	3.11	13.40	75.65	5.21	0.65	0.13	0.03	1.28	46	20	246	54	121	SB2
CAR46	2	3.17	14.25	73.57	5.41	0.87	0.28	0.03	1.80	63	21	184	144	239	SC
CAR47	2	3.34	13.58	75.47	5.16	0.60	0.15	0.03	1.28	48	19	234	53	111	SB2
CAR48	1	2.39	13.71	75.52	5.74	0.61	0.10	0.05	1.27	80	25	235	27	79	SA
CAR49	1	2.08	13.26	71.12	7.27	2.77	0.31	0.04	1.50	67	18	174	126	243	SC
CAR50	2	3.26	14.31	73.12	5.68	0.87	0.27	0.03	1.77	67	20	180	145	235	SC
CAR51	1	3.13	13.37	75.52	5.20	0.65	0.14	0.03	1.41	48	19	240	55	126	SB2
CAR52	2	2.27	13.26	75.46	6.49	0.54	0.13	0.04	1.23	58	21	278	42	112	SB2
CAR53	2	3.19	14.03	73.46	5.48	0.78	0.27	0.03	2.12	81	23	191	114	247	SC
CAR54	1	3.22	13.83	75.66	4.89	0.67	0.09	0.05	1.22	86	23	257	23	96	SA
CAR55	2	2.98	14.35	73.10	5.84	0.89	0.29	0.03	1.74	64	22	181	156	218	SC
CAR56	1	3.33	13.75	75.61	4.87	0.63	0.09	0.05	1.29	82	25	260	29	72	SA
CAR57	2	1.55	12.88	75.22	7.41	0.51	0.13	0.03	1.40	50	20	250	32	101	SB2
CAR58	1	3.33	13.62	75.81	4.89	0.63	0.08	0.06	1.27	78	24	233	23	76	SA
CAR59	1	3.27	13.70	75.58	4.92	0.61	0.08	0.06	1.40	86	27	271	31	100	SA
CAR60	1	3.13	13.74	75.62	4.94	0.61	0.08	0.05	1.29	79	28	276	25	77	SA
CAR61	1	2.73	13.62	75.54	5.45	0.61	0.10	0.05	1.30	86	25	252	29	83	SA
CAR62	1	3.26	13.15	75.64	5.71	0.53	0.12	0.04	1.11	47	16	253	34	91	SB2
CAR63	2	3.42	13.18	75.60	5.17	0.56	0.12	0.04	1.40	50	21	255	38	97	SB2

Contents in oxides are in % and contents elements in ppm.

<sup>a</sup> Measures performed respectively at CENBG (1) and C2RMF (2) (see text).

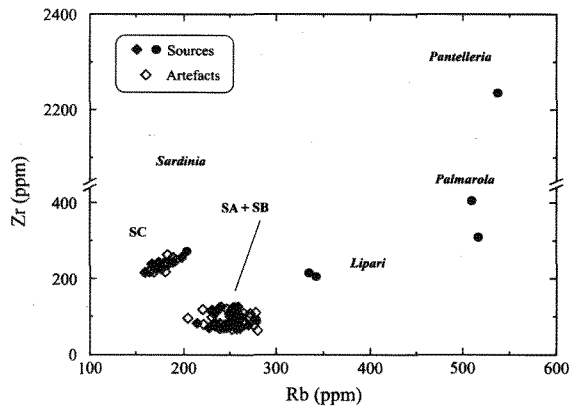


Fig. 4. Comparison between the Zr and Rb contents (ppm) as determined by PIXE in obsidians from Western Mediterranean sources and in obsidian artefacts from EN layer U2.4 of Su Carroppu (source samples: (●) [48] and (◆) this work).

thick artefacts. The 85% success in source visual attribution, as compared to instrumental attribution, is not very different, although higher, from the 67.5% observed by f. i. Tykot and Ammerman [64] or the 69% of Tykot [63].

At Su Carroppu, in addition to the 63 obsidians determined by PIXE, the remaining 38 pieces were visually determined. From the observational experience of one of us (CL), 13 could be attributed with certainty to the SA-type, seven to the SB2 type and 16 to the SC-type. One could belong either to the SA or SB2 type, another to the SA or SC-type. As with PIXE, no obsidian was attributed to the SB1 type. Interestingly enough, among the 20 pieces analysed by EMP in the whole reworked stratigraphy of Su Carroppu by Tykot (Ph.D. and [58]), only one was found to be an SB1 obsidian.

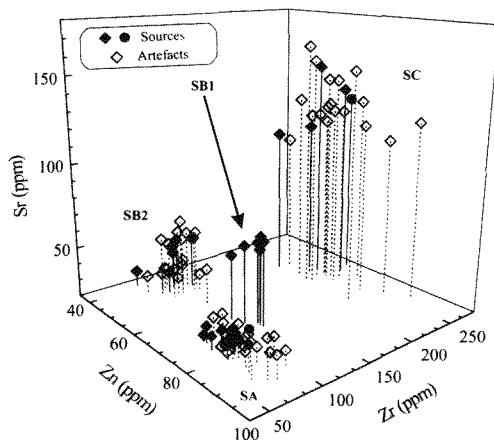


Fig. 5. Three dimensional diagram comparing the contents (ppm) of Zn, Sr and Zr determined by PIXE in Sardinian obsidians of the SA, SB1, SB2 and SC types and in the 63 Su Carroppu obsidian artefacts from Su Carroppu EN layer U2.4 (symbols as in Fig. 4).

#### 4. Obsidian provenance and chaînes opératoires

In level U2.4, only unretouched and retouched tools were found. Two pieces were rejoined and two more partially refitted from the same core. Except for the presence of three cores in quartz, the reduction of raw materials was therefore done mostly elsewhere outside the excavated area. However, this area covers only a small fraction of the site and the high percentage of unretouched flakes and of cortical flakes (see below) suggests that some reduction activity had been done *in situ* in the rock-shelter rather than in the vicinity of their natural outcrops, where obsidian chunks and pebbles could have been eventually tested. Among the 98 obsidians (taking into account those two couples of pieces which could be refitted) of level U2.4, the numbers of SA, SB2 and SC specimens are not very different, with, respectively, 39, 25 and 34 pieces. The majority of them are flakes, both in *débitage* and in retouched tools (Table 1). The retouched tools, mostly geometrics, were about equally realized with SA, SB2 and SC obsidians (Table 5); the distribution of blades (taking into account the individual blade fragments) into the three obsidian sources seems to be nearly the same, with a slight preference for SA (46%) and SB2 (38%) compared with SC-type (32%). However, if one takes into account the artefacts' geochemical types in the analysis of the reduction sequences, only two chaînes opératoires were identified.

A first sequence, aimed at blade production, employs SC and occasionally SA and SB2 obsidian blocks introduced in the site probably entire or just tested. Preparation of cores was performed through a crested blade at one cortical versant prepared with blows hit from a transverse direction to the axis of percussion, as attested elsewhere in Provence during the advanced cardial ware *facies* (f. i. at Lombard Cave, Saint-Vallier-de-Thiery: [12]; Baratin, Courthezon: [11]). Then, in the following stage, blade production resulted from a direct percussion technique, mainly following a clockwise rotation of the core that leaves a portion of the original cortical surface. During the *débitage* of blades/bladelets one or more rotations of the core could take place in multiple orthogonal directions, with faceted platforms (mainly on SA and SB2 obsidian). Very few regular thin blades and laminar blanks, with dorsal straight and parallel ridges, are used to produce differentiated tools: this type of blades could have been detached by a pressure technique. In a final stage, a flake *débitage* by bipolar percussion exploits the thicker flakes on both surfaces.

A second flake production sequence is developed by direct hard hammer percussion on smaller blocks of SA and SB2 obsidians with unidirectional blows from a single scar platform (more seldom with a bipolar technique on an anvil).

In all reduction sequences, a higher accuracy seems to be obtained for the *débitage* products of SA-type obsidians for which the inner angles of percussion present the smallest dispersion ( $86.5 \pm 6.65^\circ$ ). In blades and bladelets, the low or absent longitudinal cintrage, the higher frequency of simple platforms, together with low standardization in the width to thickness ratio (Fig. 6) testifies to the wide application of the direct percussion technique.

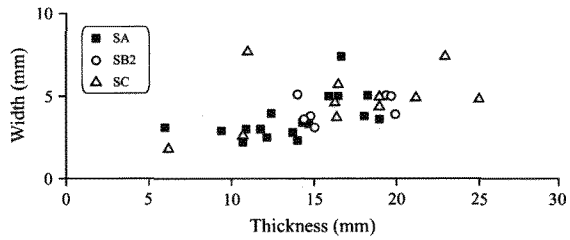


Fig. 6. Width/thickness ratio of retouched Su Carroppu obsidian artefacts.

The Su Carroppu Early Neolithic obsidian industry of level U2.4 is remarkable by its absence of blocks and cores. Retouched tools represent about half the toolkit, with pieces requiring a major technical investment, where geometrics with bitruncations represent one third of the entire collection. The

latter class of tools is equally produced from flakes or blades/bladelets, denoting a highly opportunistic behaviour. The most frequent types show several low angular uni- and bi-directional retouches on the upper surface, moving from one or both inverse truncations (Fig. 7). In the first tests from a perturbed stratigraphy, the bitruncated geometric microliths with exclusive abrupt retouches (mainly short symmetrical trapezes and triangles with concave truncations, see [4]) were thought to be the most characteristic lithic tools of Early Neolithic. Those types are however poorly represented (<10%) in level U2.4, which is dominated by geometric microliths with a high frequency (72%) of characteristic fractures. This f. i. is the case of pseudo-burin facets on the points between the larger base and one truncation, which are interpreted as the consequence of their use as arrowheads [19,26]. Finally, finding geometric microliths close to a hearth

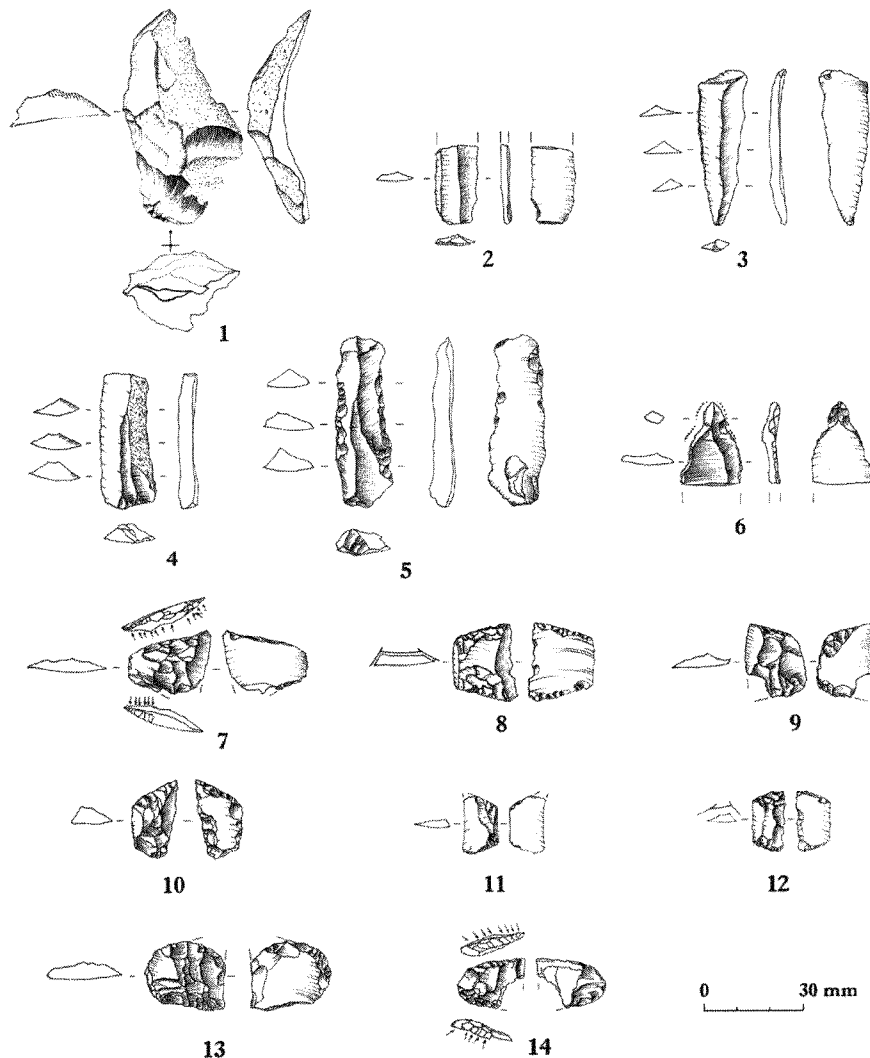


Fig. 7. Some Su Carroppu EN layer U2.4 obsidian artefacts made from SA (2, 5–6, 8–9, 12–13), SB2 (3, 10, 14) and SC (1, 4, 7, 11) types.

Table 4  
Instrumentally determined provenances of obsidian from Sardinian Early Neolithic sites/levels

Site	Phase	n	SA	SB1	SB2	SC	Method	Ref
<b>Excavation</b>								
Filiestru Cave	Filiestru	20	4	0	10	6	EMP	[63]
	Cardial ware	27	4	1	18	4	EMP	[62]
Sa Corona di Monte Majore Cave	Filiestru	26	1	0	15	10	EMP	[63]
Su Carroppu rock-shelter	Undetermined	15	8	1	0	6	EMP	Tykot <sup>a</sup>
	Cardial ware 1	63	27	0	18	18	PIXE	This work
	Cardial ware 1	38	20	0		18	visual	This work
<b>Surface finds</b>								
Su Paris de Sa Turre	Cardial ware (phase 1?)	2		2			INAA	[45]
Coddu isAbionis	Cardial ware (? No pottery)	4	1	2		1?	INAA	[45]

n, total number of obsidians analysed; EMP, electron microprobe; PIXE, particle-induced X-ray analysis; visual, naked eye and binocular observation (10×).

<sup>a</sup> Ph.D., 1995, data partially published in [58].

or a burned area is not infrequent in hunting campsites during Early Neolithic of cardial ware phase, like at Saint-Vallier-de-Thieu (Provence, SE France) [12].

## 5. Final comments and conclusion

### 5.1. Obsidians in EN Sardinian sites

We reported in Table 4 our data on Su Carroppu provenance studies, along with those obtained by EMP and INAA by other authors on Sardinian EN obsidians. To our knowledge, such determinations were limited to the excavated cave sites of Filiestru and of Monte Majore and to the surface sites of Coddu is Abionis (near Terralba) and of Su Paris de Sa Turre (Cuglieri), some 11 km SW and 40 km NW from Monte Arci, respectively. Strikingly, but for one sample in the Filiestru cave, SB1 obsidians are essentially absent in EN layers of excavated sites. Although at the moment the data are still rather scarce, it suggests that Sardinian ancient men operated a selection of obsidian types for the making of their toolkit very early. It may also be noted that this is observed for sites localised either south or far north of the Monte Arci (Fig. 1). Although quite few samples from surface sites were analysed, they confirm that EN man used SA, SB and SC obsidians, but unfortunately the INAA technique did not allowed one to discriminate between the SB1 and SB2 types.

The absence of interest for SB1 obsidians is probably related at least to its poor mechanical properties. The abundance of large phenocrysts in its glassy matrix induces flaws and affects removal control during the reduction processes. Moreover, the generally small size of these obsidians limits their knapping possibilities. It would be premature yet to discuss the meaning of the relative abundances of SA, SB2 and SC obsidians, considering the generally small surface excavated per site, the few sites excavated, and not least of all, the importance of secondary sources, especially in the case of SC obsidians [37,38,54 and Lugliè et al., in prep.].

The deciphering of Sardinian obsidian economy during the Neolithic is only possible if one is first able to recognize to which obsidian type, SA, SB1, SB2 or SC, any artefact belongs. Su Carroppu is one of the only seven Neolithic sites where an EN layer was excavated. It is however the only one for which a comprehensive study of the collected obsidians was made. The number of EN obsidians sourced in that level (layer U2.4) exceeds by far that of the obsidians sourced in the EN layers of the Filiestru and of the Corona di Monte Majore caves. Still, only 101 obsidian artefacts were collected at Su Carroppu. The conclusions drawn from the analysis of this corpus, sampled over an area which represents probably less than 10% of the site area, will therefore have to be considered cautiously and might be subject to eventual modifications, should new excavations produce more lithic artefacts.

Table 5  
Typological distribution of the 57 tools from Su Carroppu level U2.4

Artefact type	Obsidian			Chert	Others
	SA	SB2	SC		
Scraper	–	–	1	–	–
Side non backed	2	2	3	–	1
Side-backed	1	–	2	1	–
Geometrics	18	10	11	–	–
Low angle retouched	1	–	–	–	–
Boring point	–	–	1	–	–
Denticular	–	1	–	–	–
Esquillées	–	–	2	–	–
Total	22	13	20	1	1

### 5.2. Summary and conclusion

For chaînes opératoires and for obsidian economy studies, it is of the utmost importance that all obsidian fragments of undisturbed cultural layers be sourced. As layer U2.4 of Su Carroppu testifies to the oldest known EN culture in Sardinia, all lithic determinations had to be done non-destructively. An association of visual characterization and PIXE elemental compositions determinations allowed us to show that the layer U2.4 obsidian toolkit was made of SA, SB2 and SC types of Monte Arci raw materials. The only Monte Arci obsidian type not represented is SB1. Taking that data into account, two chaînes opératoires were inferred, based mainly on SC



obsidians for the making of blades, or using only SA and SB2 obsidians for flakes, respectively. Besides, other production of blades was performed elsewhere (on site?) preferably exploiting SA and SB2 obsidian types.

In the three EN levels from Sardinian excavated cave sites studied so far, including Su Carroppu, almost uniquely SA, SB2 and SC Monte Arci obsidian are present. Considering the geographical localisation of these sites (Fig. 1), this suggests that ancient Sardinian man had determined the obsidian raw material qualities most adapted to his toolkit making, possibly from his very earliest EN implantations.

## Acknowledgements

The authors wish to thank T. Calligaro, B. Moignard, L. Pichon and J. Salomon (Centre de Recherche et de Restauration des Musées de France, Paris) for their assistance on the AGLAE PIXE facility and L. Bellot-Gurlet (LADIR, Thiais, France) for sharing his experience on obsidian analysis. This article benefited greatly from very helpful comments by Céline Bressy and by an unknown reviewer. The authors are indebted to Jean-Yves Le Bourdonnec for the English revision of the text. This work was partly funded by the GDR “CHIMART” (Centre National de la Recherche Scientifique, France).

## References

- [1] B. Aranguren, A. Revedin, Problemi relativi all'insorgenza del Mesolitico in Sicilia, in: R. Leighton (Ed.), *Early Societies in Sicily*. New Developments, 1996, pp. 31–39.
- [2] M. Arca, F. Martini, G. Pitzalis, C. Tuveri, A. Ulzega, Il Paleolitico dell'Anglona (Sardegna Settentrionale). Ricerche 1979–80. Quaderni della Soprintendenza Archeologica per le Province di Sassari e Nuoro 12, Soprintendenza Archeologica per le Province di Sassari e Nuoro, Sassari, 1982.
- [3] E. Atzeni, Notiziario: Su Carroppu di Sirri (Carbonia), *Rivista di Scienze Preistoriche XXVII* (1972) 478–479.
- [4] E. Atzeni, Nuovi idoli della Sardegna prenuragica (Nota preliminare), *Studi Sardi XXIII* (1975) 3–51.
- [5] E. Atzeni, Notiziario – Sardegna: Provincia di Cagliari. Riparo sotto roccia di «Su Carròppu» (Sirri-Carbonia), *Rivista di Scienze Preistoriche XXXII* (1978) 357–358.
- [6] E. Atzeni, C. Lugliè, M.V.G. Migaletto, L'ossidiana del Monte Arci nel riparo neolitico di Su Carroppu di Sirri (Carbonia), L'ossidiana del Monte Arci nel Mediterraneo, La ricerca archeologica e la salvaguardia del paesaggio per lo sviluppo delle zone interne della Sardegna, Atti del 2° Convegno Internazionale, Pau, 28–30 novembre 2003, Edizioni AV, Cagliari, 2004, pp. 185–200.
- [7] L. Bellot-Gurlet, F. Keller, G. Poupeau, Description of the procedures for ICP-AES and ICP-MS analysis at Grenoble, France, in: M.D. Glascock (Ed.), *An Inter-laboratory Comparison of Element Compositions for Two Obsidian Sources*, vol. 23, International Association for Obsidian Studies Bulletin, 1999, pp. 13–25.
- [8] L. Bellot-Gurlet, G. Poupeau, J. Salomon, T. Calligaro, B. Moignard, J.-C. Dran, J.-A. Barrat, L. Pichon, Obsidian provenance studies in archaeology: a comparison between PIXE, ICP-AES and ICP-MS, *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research B* 240 (2005) 583–588.
- [9] G. Bigazzi, G. Radi, Datazione con le tracce di fissione per l'identificazione della provenienza dei manufatti di ossidiana, *Rivista di Scienze Preistoriche XXXVI* (1981) 223–250.
- [10] G. Bigazzi, S. Meloni, M. Oddone, G. Radi, Provenance studies of obsidian artifacts: trace elements analysis and data reduction, *Journal of Radioanalytical Chemistry* 98 (1986) 353–363.
- [11] D. Binder, Le Néolithique Ancien Provençal. Typologie et technologie des outillages lithiques, *Gallia Préhistoire XXIV* supplément (1987).
- [12] D. Binder, Les outillages lithiques. Technologie, in: D. Binder (Ed.), *Une économie de chasse au Néolithique ancien. La grotte Lombard à Saint-Vallier de Thiey (Alpes-Maritimes)*. Monographie du Centre de Recherche Archéologique 5, CNRS, Paris, 1991, pp. 29–51.
- [13] T. Calligaro, J.D. MacArthur, J. Salomon, An improved experimental setup for the simultaneous PIXE analysis of heavy and light elements with a 3 MeV proton external beam, *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research B* 109/110 (1996) 125–128.
- [14] T. Calligaro, J.C. Dran, B. Moignard, L. Pichon, J. Salomon, P. Walter, Ion beam analysis with external beams: recent set-up improvements, *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research B* 188 (2002) 135–140.
- [15] J.L. Campbell, T.L. Hopman, J.A. Maxwell, Z. Nejedly, The Guelph PIXE software package III: alternative proton database, *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research B* 170 (2000) 193–204.
- [16] J.R. Cann, C. Renfrew, The characterization of obsidian and its application to the Mediterranean region, *Proceedings of the Prehistoric Society* 30 (1964) 111–133.
- [17] G.M. Crisci, M. Ricq-de Bouard, U. Lanzafame, A.M. De Francesco, Les obsidiennes du Midi de la France I. Nouvelle Méthode d'analyse et provenance de l'ensemble des obsidiennes néolithiques du Midi de la France, *Gallia Préhistoire* 36 (1994) 299–309.
- [18] A.M. De Francesco, G.M. Crisci, Provenienza delle ossidiane dei siti archeologici di Pianosa (Arcipelago Toscano) e Lumaca (Corsica) con il metodo analitico non distruttivo in fluorescenza X, in: C. Tozzi, M.C. Weiss (Eds.), *Les premier peuplements olocenes de l'aire Corse-Toscane*, ETS, Pisa, 2000, pp. 253–258.
- [19] R.A. Domingo Martínez, La funcionalidad de los microlitos geométricos. Bases experimentales para su estudio, Universidad de Zaragoza, Zaragoza, 2005.
- [20] P. Fenu, F. Martini, G. Pitzalis, Gli scavi nella grotta Su Coloru (Sassari): primi risultati e prospettive di ricerca, *Rivista di Scienze Preistoriche L* (2000) 165–187.
- [21] P. Fenu, F. Martini, G. Pitzalis, L. Sarti, Le datazioni radiometriche della Grotta Su Coloru (Sassari) nella transizione Mesolitico – Neolitico, *Rivista di Scienze Preistoriche LII* (2002) 327–335.
- [22] M.L. Ferrarese Ceruti, G. Pitzalis, Il tafone di Cala Corsara nell'isola di Spargi (La Maddalena – Sassari). Atti della XXVI Riunione Scientifica dell'Istituto Italiano di Preistoria e Protostoria «Il Neolitico in Italia», Firenze, 7–10 novembre 1985, IUPP, Firenze, 1987, pp. 871–886.
- [23] A. Foschi Nieddu, La grotta Sa Corona di Monte Maggiore (Thiesi, Sassari). Primi risultati dello scavo 1980, Atti della XXVI Riunione Scientifica dell'Istituto Italiano di Preistoria e Protostoria «Il Neolitico in Italia» 7–10 novembre 1985, Firenze, Firenze, 1987, pp. 859–870.
- [24] A. Foschi Nieddu, Grotta Sa Corona, in: M.A. Fugazzola Delpino, A. Pessina, V. Tiné (Eds.), *Le ceramiche impresse nel Neolitico antico. Italia e Mediterraneo*. Studi di Paleontologia I, Soprintendenza Speciale al Museo Nazionale Preistorico Etnografico, L. Pigorini, Roma, 2002, pp. 433–439.
- [25] V. Francaviglia, Characterization of Mediterranean obsidian sources by classical petrochemical methods, *Preistoria Alpina* 20 (1986) 311–332.
- [26] B. Gassin, Les outillages lithiques. Étude fonctionnelle, in: D. Binder (Ed.), *Une économie de chasse au Néolithique ancien. La grotte Lombard à Saint-Vallier de Thiey (Alpes-Maritimes)*. Monographie du Centre de Recherche Archéologique 5, CNRS, Paris, 1991.
- [27] B.R. Hallam, S.E. Warren, Neutron activation analysis of pre-Chalcolithic Western Mediterranean obsidians, *Proceedings of the international conference on nuclear physics* 10 (1973) 718.
- [28] B.R. Hallam, S.E. Warren, C. Renfrew, Obsidian in the western Mediterranean: characterisation by neutron activation analysis and optical emission spectrometry, *Proceedings of the Prehistoric Society* 42 (1976) 85–110.
- [29] L. Hurcombe, The restricted function of Neolithic obsidian tools at grotta Filiestru, Sardinia, in: P. Anderson, S. Beyries, M. Otte, H. Plisson (Eds.), *Traces et Fonction: Les Gestes Retrouvés*, ERAUL, Liège, 1993, pp. 87–96.

- [30] L. Hurcombe, P. Phillips, Obsidian usage at the Filiestru Cave, Sardinia: choices and functions in the Early and Middle Neolithic periods, in: M.S. Balmuth, R.H. Tykot (Eds.), *Sardinian and Aegean Chronology – towards the resolution of relative and absolute dating in the Mediterranean*. Proceedings of the international colloquium “Sardinian Stratigraphy and Mediterranean Chronology”, studies in Sardinian archaeology V, Tufts University, Medford, Massachusetts, March 17–19 1995, Oxbow Books, Oxford, 1998, pp. 93–102.
- [31] G. Klein Hofmeijer, F. Martini, M. Sanges, P.Y. Sondaar, A. Ulzega, La fine del Pleistocene nella Grotta Corbeddu in Sardegna. Fossili umani, aspetti paleontologici e cultura materiale, *Rivista di Scienze Preistoriche* 41 (1987–1988) 29–64.
- [32] G. Klein Hofmeijer, P.Y. Sondaar, C. Alderliesten, K. van der Borg, A.F.M. de Jong, Indications of Pleistocene man on Sardinia, *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research B* 29 (1987) 166–168.
- [33] G. Klein Hofmeijer, C. Alderliesten, K. van der Borg, C.M. Houston, A.F.M. de Jong, F. Martini, M. Sanges, P.Y. Sondaar, H. de Visser, Dating of the upper Pleistocene lithic industry of Sardinia, *Radiocarbon* 31 (1989) 986–991.
- [34] F.-X. Le Bourdonnec, S. Delerue, S. Dubernet, P. Moretto, T. Calligaro, J.C. Dran, G. Poupeau, PIXE characterization of Western Mediterranean and Anatolian obsidians and Neolithic provenance studies, *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research B* 240 (2005) 595–599.
- [35] F.-X. Le Bourdonnec, C. Lugliè, S. Dubernet, M. Bohn, G. Poupeau, Monte Arci (Sardinia) obsidians: new geochemical data from electron microprobe and ion beam analysis, *L'ossidiana del Monte Arci nel Mediterraneo*. Le vie dell'ossidiana nel Mediterraneo ed in Europa, Atti del 3° Convegno Internazionale, Pau, 25–26 September 2004, PTM, Mogoro, 2005, pp. 129–140.
- [36] M. Leale Anfossi, Il giacimento dell'Arma dello Stefanin (Val Pennavaira – Albenga). Scavi 1952–1962, *Rivista di Scienze Preistoriche* 27 (1972) 249–322.
- [37] C. Lugliè, First report on the study of obsidian prehistoric workshops in the eastern side of Monte Arci (Sardinia), *Les matières premières lithiques en préhistoire*, Aurillac, Cantal 20–22 juin 2002, *Préhistoire du Sud-Ouest supplément n° 5*, Association Préhistorique du Sud-Ouest, Cressensac, 2003, pp. 207–209.
- [38] C. Lugliè, Modalità di acquisizione dell'ossidiana del Monte Arci nel Neolitico, in: P. Castelli, B. Cauli, F. Di Gregorio, C. Lugliè, G. Tanda, C. Usai (Eds.), *L'ossidiana del Monte Arci nel Mediterraneo: recupero dei valori di un territorio*, Atti del Convegno Internazionale, Oristano – Pau, 29 novembre–1 dicembre 2002, Tipografia Ghilanzese, Ghilanza, 2004, pp. 47–70.
- [39] C. Lugliè, G. Vacca, A. Zara, Il diaspro dell'Isola di San Pietro (Sardegna Sud-occidentale): prime osservazioni sullo sfruttamento e la circolazione durante il Neolitico, *Materie prime e scambi nella Preistoria italiana*, Atti della XXXIX Riunione Scientifica dell'Istituto Italiano di Preistoria e Protostoria, Firenze, 25–27 novembre 2004, IIPP, Firenze, 2006, pp. 376–379.
- [40] F. Martini, Sardegna paleolitica. Studi sul più antico popolamento dell'isola, Museo Fiorentino di Preistoria «Paolo Graziosi», Firenze, 1999.
- [41] F. Martini, L'Italia pre-neolitica, in: M.A. Fugazzola Delpino, A. Pessina, V. Tinè (Eds.), *Le ceramiche impresse nel Neolitico antico*. Italia e Mediterraneo, Soprintendenza Speciale al Museo Nazionale Preistorico Etnografico, L. Pigorini, Roma, 2002, pp. 73–89.
- [42] F. Martini, G. Pitzalis, Il Paleolitico in Sardegna, in: E. Atzeni, F. Barreca, M.L. Ferrarese Ceruti, E. Contu, G. Lilliu, F. Lo Schiavo, F. Nicosia, E. Equini Schneider (Eds.), *Ichnussa*. La Sardegna dalle origini all'età classica, Scheiwiller, Milano, 1981, pp. 603–604.
- [43] F. Martini, G. Pitzalis, Il Paleolitico Inferiore in Sardegna, Atti della XXIII Riunione Scientifica dell'Istituto Italiano di Preistoria e Protostoria, Firenze, IIPP, Firenze, 1982, pp. 249–255.
- [44] J.A. Maxwell, J.L. Campbell, W.J. Teesdale, The guelph PIXE software package, *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research B* 43 (1989) 218–230.
- [45] S. Meloni, C. Lugliè, M. Oddone, L. Giordani, Characterization of obsidian samples from Monte Arci (Sardinia, Italy): implications for provenance investigations on obsidian artifacts, in: P. Castelli, B. Cauli, F. Di Gregorio, C. Lugliè, G. Tanda, C. Usai (Eds.), *L'ossidiana del Monte Arci nel Mediterraneo: recupero dei valori di un territorio*, Atti del Convegno Internazionale, Oristano – Pau, 29 novembre–1 dicembre 2002, Tipografia Ghilanzese, Ghilanza, 2004, pp. 77–92.
- [46] S. Meloni, C. Lugliè, M. Oddone, L. Giordani, Ossidiana di Monte Arci: nuovi dati sulla composizione delle diverse fonti, *L'ossidiana del Monte Arci nel Mediterraneo*, La ricerca archeologica e la salvaguardia del paesaggio per lo sviluppo delle zone interne della Sardegna, Atti del 2° Convegno Internazionale, Pau, 28–30 novembre 2003, Edizioni AV, Cagliari, 2004, pp. 311–321.
- [47] M. Oddone, C. Lugliè, S. Meloni, L'ossidiana del Monte Arci nel Mediterraneo. Le vie dell'ossidiana nel Mediterraneo ed in Europa. Atti del 3° Convegno Internazionale, Pau, 25–26 September 2004, PTM, Mogoro, 2005, pp. 141–152.
- [48] G. Poupeau, L. Bellot-Gurlet, V. Brisotto, O. Dorighel, Nouvelles Données sur la Provenance de l'obsidienne des Sites Néolithiques du Sud-Est de la France, *Comptes Rendus de l'Académie des Sciences Paris Sciences de la Terre et des Planètes* 330 (2000) 297–303.
- [49] P.J. Reimer, M.G.L. Baillie, E. Bard, A. Bayliss, J.W. Beck, C.J.H. Bertrand, P.G. Blackwell, C.E. Buck, G.S. Burr, K.B. Cutler, P.E. Damon, R.L. Edwards, R.G. Fairbanks, M. Friedrich, T.P. Guilderson, A.G. Hogg, K.A. Hughen, B. Kromer, F.G. McCormac, S.W. Manning, C.B. Ramsey, R.W. Reimer, S. Remmele, J.R. Southon, M. Stuiver, S. Talamo, F.W. Taylor, J. van der Plicht, C.E. Weyhenmeyer, Intcal04 terrestrial radiocarbon age calibration, 26-0 ka BP, *Radiocarbon* 46 (2004) 1029–1058.
- [50] M. Sanges, Gli strati del Neolitico antico e medio nella Grotta Corbeddu di Oliena (Nuoro), Nota preliminare, Atti della XXVI Riunione Scientifica dell'Istituto Italiano di Preistoria e Protostoria «Il Neolitico in Italia», Firenze, 7–10 Novembre 1985, IIPP, Firenze, 1987, pp. 825–830.
- [51] P.Y. Sondaar, M. Sanges, The Pleistocene deer hunter of Sardinia, *Geobios* XIX (1986) 17–25.
- [52] P.Y. Sondaar, P.L.S.M. de Boer, T. Kotsakis, D. Esu, First report on a Paleolithic culture in Sardinia, in: W.H. Waldren, R.W. Chapman, J.G. Lewthwaite, R.-C. Kennard (Eds.), *The Deya Conference of Prehistory: Early Settlement in the Western Mediterranean Islands and their Peripheral Areas*. British Archaeological Reports, International Series 229, Oxford, 1984, pp. 29–60.
- [53] P.Y. Sondaar, R. Elburg, G. Klein Hofmeijer, F. Martini, M. Sanges, A. Spaan, H. de Visser, The human colonization of Sardinia: a Late-Pleistocene human fossil from Corbeddu Cave, *Comptes Rendus de l'Académie des Sciences Paris (ser. IIa)* 320 (1995) 145–150.
- [54] G. Tanda, C. Lugliè, S. Meloni, M. Oddone, G. Poupeau, F.-X. Le Bourdonnec, L'ossidiana del Monte Arci: nuove acquisizioni sullo sfruttamento e sulla circolazione alla luce dei dati archeometrici, *Materie prime e scambi nella Preistoria italiana*. Atti della XXXIX Riunione Scientifica dell'Istituto Italiano di Preistoria e Protostoria, Firenze, 25–27 Novembre 2004, IIPP, Firenze, 2006, pp. 461–481.
- [55] C. Tozzi, Le peuplement pléistocène et de l'Holocène de la Sardaigne, in: F. Lanfranchi, M.C. Weiss (Eds.), *L'aventure humaine préhistorique en Corse*, Albiana, Ajaccio, 1997, pp. 72–78.
- [56] C. Tozzi, M.C. Weiss, *Les premiers peuplements holocène de l'aire Corso-Toscane*, ETS, Pisa, 2000.
- [57] D.H. Trump, La Grotta di Filiestru a Mara (SS). Quaderni della Soprintendenza ai Beni Archeologici per le Province di Sassari e Nuoro 13 (1983) 1–108.
- [58] R.H. Tykot, The sources and distribution of Sardinian obsidian, in: R.H. Tykot, T.K. Andrews (Eds.), *Sardinia in the Mediterranean: A Footprint in the Sea*. Studies in Sardinian Archaeology Presented to Miriam S. Balmuth, Monograph in Mediterranean Archaeology, Sheffield Academic Press, Sheffield, 1992, pp. 57–70.
- [59] R.H. Tykot, Characterization of the Monte-Arci (Sardinia) obsidian sources, *Journal of Archaeological Science* 24 (1997) 467–479.
- [60] R.H. Tykot, Mediterranean Island and multiple flows. The sources and exploitation of Sardinian obsidian, in: M.S. Shackley (Ed.), *Archaeological Obsidian Studies. Method and Theory*. Advances in Archaeological and Museum Science 3, Plenum Press, New York and London, 1998, pp. 67–82.

- [61] R.H. Tykot, Chemical fingerprinting and source tracing of Obsidian: The Central Mediterranean Trade in Black Gold, *Accounts of Chemical Research* 35 (2002) 618–627.
- [62] R.H. Tykot, Geochemical analysis of Obsidian and the reconstruction of trade mechanisms in the Early Neolithic period of the Western Mediterranean, in: K. Jakes (Ed.), *Archaeological Chemistry. Materials, Methods, and Meaning*. ACS Symposium Series, American Chemical Society, Washington, DC, 2002, pp. 169–184.
- [63] R.H. Tykot, New approaches to the characterization of Obsidian from the Mediterranean Island sources, in: P.B. Vandiven, M. Goodway, J.R. Druzik, M.J.L. (Eds.), *Material issues in art and archaeology VI*. Material Research Society Symposium Series 712, PA, Warrendale, 2002, pp. 143–157.
- [64] R.H. Tykot, A.J. Ammerman, New directions in central Mediterranean obsidian studies, *Antiquity* 71 (1997) 1000–1006.
- [65] L. Usai, Su Stangioni, in: M.A. Fugazzola Delpino, A. Pessina, V. Tiné (Eds.), *Le ceramiche impresse nel Neolitico antico. Italia e Mediterraneo*. Studi di Paleontologia I, Soprintendenza Speciale al Museo Nazionale Preistorico Etnografico, L. Pigorini, Roma, 2002, pp. 445–452.
- [66] O. Williams-Thorpe, S.E. Warren, L.H. Barfield, The sources and distribution of archaeological obsidian in Northern Italy, *Preistoria Alpina* 15 (1981) 73–92.

## Chapitre XI

### L'OBSDIENNE *EARLY NEOLITHIC* EN SARDAIGNE 2° : RIO SABOCCU

*Introduction à l'article 'Obsidian Economy in the Rio Saboccu Open-Air Early Neolithic Site (Sardinia, Italy)' sous presse (2007) dans les Actes du XV<sup>th</sup> Congress of the International Union for Prehistoric and Protohistoric Sciences' et à l'article 'Obsidians in the Rio Saboccu (Sardinia, Italy) campsite: provenance, reduction and relations with the wider Early Neolithic Tyrrhenian area' accepté pour publication (2007) dans les 'Comptes Rendus de l'Académie des Sciences – Palevol'.*

Le site EN de Rio Saboccu est particulièrement intéressant, du point de vue de l'obsidienne, par le grand nombre de pièces (plus de mille) qu'il renferme, comme par sa localisation géographique.

Du point de vue des recherches de provenance, ce site est un exemple typique des cas où, en raison du grand nombre de pièces collectées s'impose la méthodologie de recherche de provenance prônée par Tykot (2002a) et Lugliè *et al.* (2007a), combinant détermination visuelle et, là où elle s'avère ambiguë, détermination instrumentale. La première de ces approches montre que comme toujours en Sardaigne, l'obsidienne ne peut être que d'origine 'autochtone', à l'exclusion de toute autre île. L'observation macroscopique a aussi permis de rattacher de façon univoque 1007 obsidiennes à l'un des quatre types du Monte Arci, seules 40 nécessitant une analyse élémentaire (non destructive) pour résoudre des cas de convergences de faciès (essentiellement SA/SB2).

La structure de Rio Saboccu est située dans une plaine côtière du centre-ouest de l'île, à seulement 12 km du Monte Arci, dans la zone d'extension des sources secondaires de ses obsidiennes du type SC. Elle est donc dans une position privilégiée pour étudier dans quelle mesure l'exploitation EN de l'obsidienne était locale ou si, fonction éventuellement des produits finaux espérés, la matière première en était exploitée dans des sources primaires éloignées d'une vingtaine de kilomètres. La présence ou non d'un cortex sur les surfaces naturelles résiduelles de certains artefacts devait de ce dernier point de vue être décisive, comme la détermination du module maximum des blocs et galets choisis par les néolithiques pour réaliser leurs artefacts.

Du point de vue de la détermination des 'chaînes opératoires', la disposition de sa très riche collection d'artefacts, dont chacun avait pu être rattaché à l'un des types d'obsidienne du Monte Arci, a fait de Rio Saboccu un exceptionnel site EN.

Les résultats montrent que l'approvisionnement de l'obsidienne était largement 'non-opportuniste', qu'une certaine standardisation des outils 'formels' étaient réalisés avec les obsidiennes SA. Alors que dans le premier article à suivre (Lugliè *et al.* 2007c) détaille les analyses de provenance et typo-technologiques, dans le second (Lugliè *et al.*, 2007b), après les avoir résumées, il est surtout souligné que le type d'industrie de l'obsidienne de Rio Saboccu se retrouve dans les autres sites du sud-ouest du Monte Arci, et qu'elle présente des similitudes avec celles de la zone nord-tyrrhénienne, notamment par son choix de matériaux initiaux de petite taille, par leurs faibles pourcentages de lames, par une abondance relative d'obsidiennes SB2 relativement constante. Il y est aussi remarqué des similitudes technologiques et de décoration des poteries, suggestives de relations structurelles entre communautés de la région. Une hypothèse de travail y est proposée, que ces populations proches du Monte Arci aient pu exercer à leur insu, un certain rôle de 'filtre' dans la propagation des obsidiennes du Monte Arci.

## Obsidian Economy in the Rio Saboccu Open-Air Early Neolithic Site (Sardinia, Italy)

Carlo Lugliè<sup>1</sup>, François-Xavier Le Bourdonnec<sup>2</sup>, Gérard Poupeau<sup>2</sup>, Consuelo Congia<sup>1</sup>,  
Thomas Calligaro<sup>3</sup>, Ignazio Sanna<sup>5</sup> and Stéphan Dubernet<sup>2</sup>

<sup>1</sup> *Dipartimento di Scienze Archeologiche e Storico-Artistiche, Università di Cagliari, Piazza Arsenale, 8 - 09124 Cagliari, Italy. Email: luglie@unica.it*

<sup>2</sup> *Institut de Recherche sur les Archéomatériaux, UMR 5060, CNRS-Université Bordeaux 3, Maison de l'Archéologie, Esplanade des Antilles, 33607 Pessac Cedex, France. Email: francois.lebourdonnec@etu.u-bordeaux3.fr, gpoupeau@u-bordeaux3.fr*

<sup>3</sup> *Centre de Recherche et de Restauration des Musées de France, UMR 171, CNRS-Ministère de la Culture, Palais du Louvre, Porte des Lions, 14 Quai François Mitterrand, 75001 Paris. Email: thomas.calligaro@culture.gouv.fr*

<sup>4</sup> *Soprintendenza per i Beni Archeologici per le Province di Cagliari e Oristano, Piazza dell'Indipendenza 7, 09124 Cagliari, Italy. Email: sanna@beniculturali.it*

### **Abstract**

Integrated provenance/typo-technologic/*chaînes opératoires* studies on obsidians from Early Neolithic (EN) assemblages are still quite exceptional in the western Mediterranean region. The Rio Saboccu S1-S2 EN dwelling structures (Central-western Sardinia) <sup>14</sup>C dated to the last three centuries of the VI<sup>th</sup> millennium BC provided us with an opportunity to apply such an approach. A comprehensive provenance study of its 1,114 obsidian artefacts was realized through a combined visual/instrumental approach. Elemental compositions were determined mostly by ion beam analysis (PIXE) and by electron microprobe (SEM-EDS).

The S1-S2 structures are situated inside the so-called supply zone of the Monte Arci volcanic complex. A technological analysis of the implements revealed a non-opportunistic behaviour in relation to obsidian procurement among the four (SA, SB1, SB2, SC) Monte Arci types locally available in various contexts (from primary to secondary sources). A comparison with other Sardinian EN sites suggests that the human groups settled near the Monte Arci sources might have acted as a 'filter' in the first stages of the diffusion of obsidians in Sardinia and possibly elsewhere in the northern Tyrrhenian area.

**Keywords:** obsidian provenance, PIXE, Early Neolithic, Rio Saboccu, Sardinia

### **Résumé**

Les études intégrées de provenance/typo-technologie/*chaînes opératoires* d'obsidiennes de séries Early Neolithic (EN) sont encore exceptionnelles en Méditerranée occidentale. La structure d'habitation S1-S2 de Rio Saboccu (Centre-ouest Sardaigne), datée par <sup>14</sup>C des trois derniers siècles du III<sup>e</sup> millénaire BP a offert une telle opportunité. Une étude de provenance de ses 1114 pièces d'obsidienne a été menée par une approche combinée visuelle/instrumentale. Les

déterminations de composition élémentaire ont été réalisées par analyses sous faisceaux d'ions (PIXE) ou par microsonde électronique (MEB-EDS).

Les structures S1-S2 sont situées dans la zone d'approvisionnement direct des obsidiennes du complexe volcanique du Monte Arci. Une analyse technologique du matériel a révélé des comportements non-opportunistes dans la collecte des quatre (SA, SB1, SB2, SC) types d'obsidiennes du Monte Arci, disponibles localement en diverses situations (gîtes primaires à secondaires). Une comparaison avec les autres sites EN de Sardaigne suggère que les choix des groupes humains installés à proximité du Monte Arci auraient pu constituer une sorte de 'filtre' et exercer une influence sur les premiers stades de la diffusion de l'obsidienne en Sardaigne et au-delà, dans la zone nord-tyrrhénienne.

**Mots clés :** provenance d'obsidienne, PIXE, Néolithique ancien, Rio Saboccu, Sardaigne

## **Introduction**

During the last twenty years, intensive archaeological surveys between the shoreline of the Gulf of Oristano and the nearby Monte Arci volcanic complex of Sardinia yielded an entirely unexpected presence of Early Neolithic (EN) settlements. In this area, previously considered in the past as an unpopulated region during this period, no less than nine open-air sites with ages estimated to the VI<sup>th</sup> millennium BC were discovered. Among those is the Rio Saboccu campsite which was discovered in the 1980s (Lugliè 2004, 2006a). Obsidian, whose Sardinian sources are all linked to the Monte Arci massif, counts for almost the total of all lithic assemblages from these sites, which suggests that the EN populations in this coastal plain may have played an important role in the exploitation and the diffusion of this lithic raw material.

Earlier studies have shown that Sardinian obsidians have their primary sources (as inclusions in their volcanic parent rocks) in the Monte Arci volcanic massif. Four types, SA, SB1, SB2 and SC can be distinguished from each other for provenance studies on the basis of their elemental compositions (Hallam *et al.* 1976; Tykot 1997) or their physical properties (Scorzelli *et al.* 2001; Stewart *et al.* 2003). More subtle subdivisions between these types (Francaviglia 1984; Tykot 2002a) are only of interest in volcanologic studies. Some of us have recently shown that the occurrences of these obsidians were not limited to their primary sources, but could be much more extended, especially for SB2 and SC obsidians in 'secondary' sources as blocs and cobbles as the result of erosion and transportation by natural agents (Lugliè *et al.* 2006). Although Sardinian obsidians may present various compositions, they are easily distinguished from other western Mediterranean obsidians (Fig. 1) through their major and trace element contents (Le Bourdonnec *et al.* 2006).

So far, provenance studies of EN obsidians in Sardinia involved only very few sites (see Lugliè *et al.* 2007) and were often limited to a small fraction of the available material. Only in the

Su Carroppu case (SW Sardinia) this kind of investigation was comprehensive and associated with study of the *chaîne opératoire* of production (Lugliè *et al.* 2007). In this paper, we present a similar approach of the Rio Saboccu obsidians, including sourcing, typo- and technological descriptions and an attempt to identify the particular *chaînes opératoires* followed by local knappers.

### **The Rio Saboccu site in his context**

The Rio Saboccu site is situated less than 5 km away from the shoreline of the Gulf of Oristano on the northern edge of a Würmian terrace dominating the San Giovanni-Marceddi lagoon (Fig. 2). Over an area of about 10,000 m<sup>2</sup>, the terrace surface contains several obsidian concentrations which were uncovered by present agricultural activities. At an altitude of about 5 m above sea level, the site itself is on a steep scarp created by rising lagoon waters under the influence of a strong wind ('Mistral') coming at times from the north-west. It is the regressing erosion of this terrace which brought to light the natural stratigraphic profiles of two artefact-bearing structures, S1 and S2, at only 3 m from the bank of the lagoon. This phenomenon possibly started with the eustatic sea-rise accompanying the latest phases of the Tardiglacial.

These structures, partially dug out into a gravelly soil some 30 cm below the actual eroded terrace surface, are backfilled by a dark-brown anthropogenic soil with charcoal, faunal remains and artefacts. Both, the great homogeneity of this soil and the fact that artefacts collected at different depths can be refitted together suggest a short formation time of the structures. Several integral systematic collections of artefacts exposed in the profiles yielded a handful of small and thick potsherds with coarse non-decorated surfaces of indeterminate typology (mainly simple bowls with rounded rims), as well as more than 1,000 lithic artefacts. Two radiocarbon dates on charcoal of *Arbutus unedo* L. sampled from the lower layer of the larger structure S2 (9.5 m long x 1.3 m deep) provided calibrated ages for this context slightly older than the VI<sup>th</sup> millennium BC, namely 6266±48 BP (5341-5066 cal 2σ, AA-58899) and 6230±60 BP (5320-5027 cal 2σ, Ly-3010) respectively (calibrations from the routine dataset *intcal04.14c*, Reimer *et al.* 2004). This corresponds to the late EN, or the Phase III of the Sardinian EN (Foschi 1982; Atzeni 1987; Tanda 1988, 1998).

Among the faunal remains some terrestrial species like goat were identified. Marine species which are predominant in the nearby (4 km NW) coeval Neolithic dwelling structure of Sa Punta-Marceddi (Terralba) are absent at Rio Saboccu. Based on palaeontological and sedimentological data, the paleoenvironment of the site can be described as one of an alluvial terrace covered by xerophil Mediterranean woodland and maquis with *Juniperus* sp. on the border of river-streams. Geomorphological evidence of old river bed meanders clearly indicates a time-decreasing flow energy which might be related to a prograding sea-level. In such a landscape,



human subsistence might have been oriented more towards hunting and ovi-caprines rearing activities than cultivating.

### **The lithic collection: raw materials**

1,058 chipped stone artefacts have been collected exclusively from the stratigraphic profiles of the S1 and S2 structures, 1,047 of which are obsidians. The artefacts look generally fresh, with a low degree of weathering of the flaked and retouched surfaces which strengthens the hypothesis of a rapid formation of the stratigraphic deposits. On rare occasions, evidence of thermal alteration is ascribed to accidental exposure to fire.

Based on the presence of almost all the stages of the reduction sequence, an *in situ* obsidian flaking activity is inferred. Other rocks, such as chert and chalcedony also appear to have been exploited for tool production (Table 1). All these raw materials are easily accessible locally in secondary alluvial deposits and putative volcanic primary sources are known in the Monte Arci (Fig. 2).

The obsidian provenance is discussed below. Among the other raw materials, chert and chalcedony are most probably of a local origin, as they are readily available in secondary alluvial deposits in the plain surrounding the site and the San Giovanni lagoon. They owe their formation to a miocenic post-aquitania diagenetic process linked to underwater volcanism (pillow-lavas) which occurred during the early stages of the Monte Arci development and whose major traces lie in the Morgongiori-Masullas area some 25 km East from Rio Saboccu.

### **Obsidian provenance**

Nearly all obsidians were visually assigned to one of the four geochemical Monte Arci types. Forty artefacts of ambiguous macroscopic determination were also fingerprinted based on their elemental composition.

The contents of elements Na, Al, Si, K, Ca, Ti, Mn, Fe, Zn, Rb, Sr, Y, Zr and Nb were determined on 38 Rio Saboccu obsidians through particle induced X-ray emission (PIXE) at *Centre de Recherche et de Restauration des Musées de France* (Paris). The analyses were carried out using the 'extracted' beam line of the AGLAE facility (Calligaro *et al.* 1996; Calligaro *et al.* 2002), where element contents are determined simultaneously using two Si(Li) detectors (Le Bourdonnec *et al.* 2005). Twenty six samples were derived from polished sections and twelve artefacts analysed non-destructively. The results are presented in Table 2. It appears from a Zr *vs.* Rb content diagram that the only possible origin of these obsidians is Sardinia (Fig. 3). Type attributions (last column on right) were determined from the data obtained on forty geological samples under the same conditions. Analytical data are given for thirteen of these samples in Table 3 and for materials analysed previously in Lugliè *et al.* (2007) and Poupeau *et al.* (2000). All geological samples were analysed in the form of polished sections. Twenty one artefacts are of

the SA type and nine and eight of the SB2 and SC types respectively, as shown in a Zn-Sr-Zr diagram (Fig. 4).

In two other archaeological pieces, the major element Na, Al, Si, K, Ca and Fe contents were obtained from polished sections at the Bordeaux laboratory using the energy dispersive spectrometer of a scanning electron microscope (SEM-EDS). A comparison between the element contents in these samples and in 99 geological samples analysed under the same conditions (Le Bourdonnec *et al.* 2006) shows that they belong to the SB1 clan.

Among the forty obsidians classified both, visually and instrumentally the former determination was correct in only 67 percent of the cases. This is a 'success' rate equivalent to that achieved by Tykot (2002b) and Tykot and Ammerman (1997) for various Sardinian sites and lower than the 85 percent obtained by Lugliè *et al.* (2007) for the Su Carroppu EN Sardinian site. If one takes into account the forty instrumental determinations and the visual attributions on the other Rio Saboccu obsidians, 56 percent of the obsidians are of the SA type, 29 percent of the SB2 type, and fourteen percent of the SC type. As is common on Neolithic sites, obsidians of the SB1 type are almost totally absent (less than one percent).

### **Technological characteristics of the obsidian assemblage**

The overall distribution of the typo-technological categories in the obsidian assemblage is dominated by debitage, followed by retouched pieces and cores (Table 4); surprisingly despite careful screening, less than five percent of debris and shatter under 10 mm in size were recorded inside the S1-S2 structures, which raises the problem of the location of flaking activities on the campsite. Debitage is mainly represented by flakes (57.4 percent) and less frequent blade(let)s (together 7.1 percent). The first stages of the reduction sequences are present as shown by the large number of cortical upper surfaces preserved on the retouched pieces (a total of 386 implements or 37 percent). Cortical remains belonging to the four Monte Arci obsidian types were identified which implies that core preparation took place *in situ* on blocks and cobbles. Different cortical surface typologies in debitage products and cores fall into two broad categories, (i) either as in most cases, one with angular and sub-angular shapes and only slight or no surface weathering, consistent with an origin in primary and/or sub-primary geological contexts (65.5 percent) or (ii) less frequently, another one with rounded to well rounded and highly crenulated surfaces, typical of cobbles gathered from secondary plain deposits (among them 63 percent of the SC type).

Butt typologies are usually plain and only among the more specialized pieces such as blade(let)s show a slightly higher preparation of the platform (Table 5). The bulbs of percussion are rarely pronounced (twelve percent) and in general show a high frequency of bulb scars (53 percent). The technological features of debitage products suggest an almost exclusive application of

direct percussion techniques, regardless of the obsidian type exploited. The scars observed on the upper faces of 954 flaked pieces reveal a marked preference for the single-platform flaking method, whilst very rare patterns from double opposed platforms are possibly related to the maintenance of the flaking surface of the cores (Table 6). This typical behaviour is also attested in all obsidian types and other raw materials including chert through the presence of several technical pieces such as intentional plunging flakes/blades and one core tablet, which all deal with the optimization of inclination and *cintrage* of generally short core flanks and small platforms.

The main tendency of the Rio Saboccu industry is towards a high, in some cases extreme, raw material exploitation, which occasionally led to the use of large and thick flakes as flake-cores. One can recognize this behaviour even in the debitage economy, where unspecialized blanks are usually exploited to produce scrapers and other expedient and informal tools, irrespective of formal and dimensional standardization (for instance, plunging blades and the single core tablet are similarly retouched).

In comparison with the available data for Sardinian EN sites, the relatively high number (31) of cores found at Rio Saboccu allowed a detailed analysis of the reduction methods with the purpose of identifying the main aspects of the *chaînes opératoires*. Nine cores are fragmented, two exhausted and six are shaped from core tablets. The others show the earlier or the final stages of exploitation respectively, thus offer opportunities to identify the sizes and morphologies of the initial pieces. The relative frequencies of obsidian types are not very different compared to those found for the whole assemblage, with SA at 50 percent, SB2 at 33 percent and SC at seventeen percent. From cortical surface remnants on the cores, a maximum dimension of about 80 mm of the initial blocks/pebbles can be inferred. This approximate limit is confirmed by the medium length of both, the total debitage and toolkit from Rio Saboccu S1-S2. Regarding the initial morphologies, blocks and chunks are dominant in SA/SB2 cores (average 65 percent), whilst sub-rounded and rounded shapes, less present in these types, are exclusive in the SC obsidians. Flat core platforms are dominant as well as cores are mainly reduced with a polyhedral shape, partly depending on the nature of the raw materials (Tables 7-8).

Given the small size of the initial raw material pieces and/or the generalized use of the direct percussion technique which limits the maintenance of the optimal flaking surface, the orientation had to be changed during the reduction process. Such technical gestures involve a shift of the striking platform, whose sequence shows one, two or more rotations of 90 degrees in the opposite or in several different directions (Fig. 5). In these cases, a new platform did not need to be created, as the scar of a side removal of the previous sequence functioned as a new platform. Sometimes, this was done after a rough adaptation of the overhang which is helpful when a soft stone hammer is used. Less frequently, the reduction method was carried out on a single

striking platform with a complete uniaxial rotation of the core (debitage *tournant*) (Table 9). When the core size reached its smallest dimensions and the use of the direct percussion technique became impossible without using an immobilization tool, the last stages of reduction were carried out using a bipolar percussion on an anvil, as evident in the typical scaled detachments opposite the last striking platform. Following core exhaustion, generally indicated by several reflected strikes or the unexpected appearance of flaws in the raw material, some cores were subsequently retouched and used as expedient tools before their ultimate discard.

### **Obsidian toolkit typology**

The final products of obsidian reduction sequences are present in the Rio Saboccu S1-S2 assemblage in the form of very few formal tool categories (Fig. 6). Among them, geometrics are somewhat more standardized despite the heterogeneity of the blanks, the majority being flakes (64.3 percent), imposes a variety of shapes and dimensions onto them. With regard to the raw material type, SA obsidians are almost exclusively used for the production of geometrics (up to 93 percent) which show abrupt retouch on both truncations. They are generally produced on flakes or blade(let)s with a small notch on a side on which a transverse fracture is successfully obtained by flexion. This process is evident through the refitting of a geometric to the truncation of the proximal portion of a flake (Fig. 7) and in the high number of notches joined to a transverse simple truncation (51.9 percent of all the indentions found in the site).

All other formal tools such as backed and double backed pieces, burins and scrapers are almost exclusively produced on flakes with almost the same distribution of sources as seen in the whole assemblage. However, a slight dominance of SB2 use is observed among the scrapers (42.3 percent), while SC obsidians always seem to be less numerous (eleven percent). Among the blades, SC obsidians are more frequently met (circa 20 percent of all blade(let)s) than in the other technological categories. One possible explanation for this would be that SC tool production was performed in this area, while the tools were subsequently used elsewhere. The remainder of the retouched pieces are all expedient tools, made essentially on a variety of flakes with a relative distribution of sources as previously seen among formal tools. In general, a relatively low technical investment could be considered as a characteristic of the entire lithic production at Rio Saboccu.

### **Conclusion: obsidian economy and production strategies**

The technological characteristics of the Rio Saboccu lithic industry give a general impression of homogeneity with regards to both, the reduction strategies or the typological aspects of the toolkit. This might reflect the supposedly short occupation span of the site. However, a full interpretation of the assemblage is not possible considering the size of the contexts analysed (two stratigraphic profiles) and the lack of a detailed excavation of this partially eroded campsite.

The S1-S2 site is virtually situated on the nearest SC secondary deposit, only about 9 km from SB2 secondary deposits and 16 km from the SA source (Lugliè 2004; Lugliè 2006a, 2006b; Tanda *et al.* 2006) (Fig. 2). This makes the fact that 55 percent of the S1-S2 toolkit is made of SA obsidian highly significant (Table 1), revealing a non-opportunistic procurement strategy. There is also a tendency for the production of the more standardized formal tools in the use of SA obsidians. At least four other sites, San Giovanni, Pauli Putzu, Bau Angius and Sa Punta, less than 6 km from Rio Saboccu and with quite similar archaeological features can be attributed to the Phase III EN (Lugliè 2003; Lugliè 2006b). Such a density of virtually contemporary sites suggests that they were inhabited by the same community or distinct human groups with high affinities. However in both cases, they had most probably a different economic specialization. Similar to that of Rio Saboccu, the other EN communities in Sardinia generally appear to have used a low technical investment in core-shaping, a low incidence of blade(let)s and a low degree of blank standardization, a high frequency of expedient technologies and the dominant use of direct percussion techniques (often on anvil) with a core reduction strategy that implies several sequential rotations of the striking platforms. Another aspect of the Rio Saboccu obsidian reduction technology that is frequently shared with other EN obsidian assemblages in Sardinia concerns the deliberate selection of small pebbles and blocks of the different Monte Arci types to the near-exclusion of SB1 obsidians, in spite of the easy availability of larger natural samples mainly exploited in primary deposits.

As at Rio Saboccu, a composite raw material procurement strategy is very common in the plains to the south and to the west of the Monte Arci with a very prominent exploitation of secondary alluvial deposits (almost exclusive for SC obsidians). Similarly, the relatively high frequency of SB2 obsidians as at Rio Saboccu S1-S2 is a character common to virtually all EN sites in Sardinia, Corsica and the wider North Tyrrhenian region, where Monte Arci obsidian was distributed.

The procurement strategies of the EN Sardinian Neolithic communities were therefore clearly controlled by cultural criteria rather than by natural constraints (Lugliè 2006b). This phenomenon, which is even more emphasized in the direct procurement region, led us to suggest that the communities settled inside this area could possibly have acted as a 'filter' in the system of obsidian exchange within and around Sardinia. Such a hypothesis needs to be tested by way of collecting more qualitative and quantitative data from a larger number of sites of this region. The integrated visual and compositional fingerprinting approach applied to the whole assemblage of several EN settlements could be an effective tool in future research regarding the interpretation of the nature and of the importance of a possible intermediary role played by the EN communities around the Monte Arci region in the obsidian distribution process.

## Acknowledgements

The PIXE analyses at *Centre de Recherche et de Restauration des Musées de France* (C2RMF, Paris) were realized thanks to the European Eu-ARTECH grant 06-05. The visit of C. Lugliè to C2RMF was funded by Eu-ARTECH and that of F.-X. Le Bourdonnec and G. Poupeau partly by the *Centre de Recherche en Physique Appliquée à l'Archéologie* (IRAMAT) and by the CNRS (France) GDR 'CHIMART'. The two radiocarbon dates from Rio Saboccu were obtained thanks to the ACR project "*Premiers peuplements holocènes dans les îles tyrrhéniennes*" coordinated by L. J. Costa.

The authors wish to thank Farina Sternke for her very useful final editing of the text.

## References

- ATZENI, E. (1987) - Il Neolitico della Sardegna. in Atti della XXVI Riunione Scientifica dell'Istituto Italiano di Preistoria e Protostoria «Il Neolitico in Italia» (Firenze, 7-10 novembre 1985); Firenze: I.I.P.P. p. 381-400.
- CALLIGARO, T.; DRAN, J.-C.; MOIGNARD, B.; PICHON, L.; SALOMON, J.; WALTER, P. (2002) - Ion beam analysis with external beams: Recent set-up improvements. *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research Section B*. 188, p. 135-140.
- CALLIGARO, T.; MACARTHUR, J. D.; SALOMON, J. (1996) - An improved experimental setup for the simultaneous PIXE analysis of heavy and light elements with a 3-MeV proton external beam. *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research Section B*. 109/110, p. 125-128.
- FOSCHI, A. (1982) - Il neolitico antico della grotta Sa Korona di Monte Majore (Thiesi, Sassari). Nota preliminare. In MONTJARDIN, R., ed. - *Le Néolithique Ancien Méditerranéen*. Actes du Colloque International de Préhistoire (Montpellier). p. 339-346. *Archéologie en Languedoc*.
- FRANCAVIGLIA, V. (1984) - Characterization of Mediterranean obsidian sources by classical petrochemical methods. *Preistoria Alpina*. 20, p. 311-332.
- HALLAM, B. R.; WARREN, S. E.; RENFREW, C. (1976) - Obsidian in the western Mediterranean: characterisation by neutron activation analysis and optical emission spectroscopy. *Proceedings of the Prehistoric Society*. 42, p. 85-110.
- LE BOURDONNOC, F.-X.; DELERUE, S.; DUBERNET, S.; MORETTO, P.; CALLIGARO, T.; DRAN, J.-C.; POUPEAU, G. (2005) - PIXE characterisation of western Mediterranean and Anatolian obsidians and Neolithic provenance studies. *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research, Section B*. 240, p. 595-599.

- LE BOURDONNEC, F.-X.; POUPEAU, G.; LUGLIÈ, C. (2006) - SEM-EDS analysis of Western Mediterranean obsidians: a new tool for Neolithic provenance studies. *C. R. Geoscience*. 338, p. 1150-1157.
- LUGLIÈ, C. (2003) - La corrente a ceramiche impresse nel Neolitico antico della Sardegna: alcuni dati inediti dall'alto Campidano (Sardegna centro-occidentale). In *Le comunità della preistoria italiana. Studi e ricerche sul Neolitico e le Età dei metalli*. Atti della XXXV Riunione Scientifica dell'Istituto Italiano di Preistoria e Protostoria in memoria di Luigi Bernabò Brea (Lipari, 2-7 giugno 2000). Firenze: IIPP. p. 969-972.
- LUGLIÈ, C. (2004) - Modalità di acquisizione dell'ossidiana del Monte Arci nel Neolitico. In CAULI, B.; CASTELLI, P. M.; DI GREGORIO, F.; LUGLIÈ C.; TANDA, G.; USAI C., eds. - *L'ossidiana del Monte Arci nel Mediterraneo: recupero dei valori di un territorio*, Atti del Convegno Internazionale (Oristano-Pau, 29 novembre -1 dicembre 2002). Ghilarza: Tipografia Ghilarzese. p. 47-60.
- LUGLIÈ, C. (2006a) - Les modalités d'acquisition et de diffusion de l'obsidienne du Monte Arci (Sardaigne) pendant le Néolithique: une révision critique à la lumière de nouvelles données. In *Relations, échanges et coopération en Méditerranée*. Actes du 128<sup>e</sup> Congrès des sociétés historiques et scientifiques (Bastia, 14-21 avril 2003). CTHS. p. 123-131.
- LUGLIÈ, C. (2006b) - Risorse litiche e tecnologia della pietra scheggiata nel Neolitico antico della Sardegna. Roma: Università di Roma «La Sapienza». 413 p. (Ph.D. dissertation).
- LUGLIÈ, C.; LE BOURDONNEC, F.-X.; POUPEAU, G.; ATZENI, E.; DUBERNET, S.; MORETTO, P.; SERANI, L. (2007) - Early Neolithic obsidians in Sardinia (Western Mediterranean): the Su Carroppu case. *Journal of Archaeological Science*. 34, p. 428-439.
- LUGLIÈ, C.; LE BOURDONNEC, F.-X.; POUPEAU, G.; BOHN, M.; MELONI, S.; ODDONE, M.; TANDA, G. (2006) - A map of the Monte Arci (Sardinia Island, Western Mediterranean) obsidian primary to secondary sources. Implications for Neolithic provenance studies. *C. R. Palevol*. 5, p. 995-1003.
- POUPEAU, G.; BELLOT-GURLET, L.; BRISOTTO, V.; DORIGHEL, O. (2000) - Nouvelles données sur la provenance de l'obsidienne des sites néolithiques du Sud-Est de la France. *C. R. Acad. Sci. Paris, Sciences de la Terre et des planètes*. 330, p. 297-303.
- REIMER, P. J.; BAILLIE, M. G. L.; BARD, E.; BAYLISS, A.; BECK, J. W.; BERTRAND, C. J. H.; BLACKWELL, P. G.; BUCK, C. E.; BURR, G. S.; CUTLER, K. B.; DAMON, P. E.; EDWARDS, R. L.; FAIRBANKS, R. G.; FRIEDRICH, M.; GUILDERTSON, T. P.; HOGG, A. G.; HUGHEN, K. A.; KROMER, B.; MCCORMAC, G.; MANNING, S.; RAMSEY, C. B.; REIMER, R. W.; REMMELE, S.; SOUTHON, J. R.; STUIVER, M.; TALAMO, S.; TAYLOR, F. W.; VAN DER PLICHT, J.; WEYHENMEYER, C. E. (2004) - Intcal04 Terrestrial radiocarbon age calibration, 26 - 0 cal kyr BP. *Radiocarbon*. 46: 3. p. 1029-1058.

- SCORZELLI, R. B.; PETRICK, S.; ROSSI, A. M.; POUPEAU, G.; BIGAZZI, G. (2001) - Obsidian archaeological artefacts provenance studies in the western Mediterranean basin: an approach by Mössbauer spectroscopy and electron paramagnetic resonance. *Comptes Rendus de l'Académie des Sciences, Paris. Série Sciences de la Terre et des Planètes*. 332, p. 769-776.
- STEWART, S. J.; CERNICCHIARO, G.; SCORZELLI, R. B.; POUPEAU, G.; ACQUAFREDDA, P.; DE FRANCESCO, A. M. (2003) - Magnetic properties and Fe-57 Mössbauer spectroscopy of Mediterranean prehistoric obsidians for provenance studies. *Journal of Non-Crystalline Solids*. 323, p. 188-192.
- TANDA, G. (1988) - A proposito delle figurine «a clessidra» di Tisiennari, Bortigiadas. In *Studi in onore di Pietro Meloni*. Sassari. p. 205-231.
- TANDA, G. (1998) - Articolazione e cronologia del Neolitico Antico. In BALMUTH, M. S.; TYKOT, R. H., ed. - *Sardinian and Aegean Chronology. Towards the Resolution of Relative and Absolute Dating in the Mediterranean. Proceedings of the International Colloquium «Sardinian Stratigraphy and Mediterranean Chronology»* (Tufts University, Medford, Massachusetts, March 17-19 1995). Oxford: Oxbow Books. p. 77-92. (Studies in Sardinian Archaeology V).
- TANDA, G.; LUGLIÈ, C.; MELONI, S.; ODDONE, M.; POUPEAU, G.; LE BOURDONNEC, F.-X. (2006) - L'ossidiana del Monte Arci (Sardegna centro-occidentale): nuove acquisizioni sulle fonti e sullo sfruttamento della materia prima alla luce dei dati archeometrici. In *Materie prime e scambi nella Preistoria italiana. Atti della XXXIX Riunione Scientifica dell'Istituto Italiano di Preistoria e Protostoria* (Firenze, 25-27 novembre 2004). Firenze: IIPP. p. 461-481.
- TYKOT, R. H. (1997) - Characterization of the Monte Arci (Sardinia) Obsidian Sources. *Journal of Archaeological Science*. 24, p. 467-479.
- TYKOT, R. H. (2002a) - Chemical Fingerprinting and Source Tracing of Obsidian: The Central Mediterranean Trade in Black Gold. *Accounts of Chemical Research*. 35, p. 618-627.
- TYKOT, R. H. (2002b) - New Approaches to the Characterization and Interpretation of Obsidian from the Mediterranean Island Sources. In VANDIVER, P. B.; GOODWAY, M.; DRUZIK, J. R.; MASS, J. L., eds. - *Material Issues in Art and Archaeology VI*. Warrendale, PA. p. 143-157. (Material Research Society Symposium Series 712).
- TYKOT, R. H.; AMMERMAN, A. J. (1997) - New directions in central Mediterranean obsidian studies. *Antiquity*. 71, p. 1000-1006.



**Table 1: Absolute and relative distribution of raw materials at Rio Saboccu S1-S2.**

	SA	SB1	obsidian		undetermined*	chert	chalcedony
			SB2	SC			
number	585	4	300	146	12	8	3
%	55.2	0.3	28.3	13.7	1.1	0.7	0.2

\*Elemental compositions not yet determined

**Table 2: PIXE elemental compositions of obsidians from the Rio Saboccu S1-S2 structure.**

Sample	Na <sub>2</sub> O	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	SiO <sub>2</sub>	K <sub>2</sub> O	CaO	TiO <sub>2</sub>	MnO	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Zn	Ga	Rb	Sr	Y	Zr	Nb	Type	*
SAB5	2.91	15.26	72.65	5.43	0.99	0.31	0.02	1.77	68	21	176	138	27	223	29	SC	ND
SAB20	3.01	14.32	73.84	5.40	0.86	0.27	0.03	1.68	60	21	182	144	27	245	30	SC	D
SAB24	3.02	14.38	73.87	5.42	0.83	0.28	0.03	1.75	60	20	189	129	24	249	34	SC	D
SAB44	3.03	14.30	73.55	5.33	0.98	0.32	0.03	1.90	62	23	185	153	31	248	35	SC	D
SAB85	3.29	13.71	75.87	4.83	0.60	0.01	0.05	1.18	72	22	219	31	34	63	45	SA	ND
SAB92	3.12	13.49	75.58	5.11	0.60	0.16	0.03	1.45	46	19	236	65	21	129	28	SB2	D
SAB93	3.05	14.66	72.96	5.51	0.99	0.33	0.03	1.88	62	21	182	189	29	238	40	SC	D
SAB97	3.19	13.61	76.11	4.85	0.60	0.09	0.05	1.15	73	25	254	44	27	80	52	SA	D
SAB104	3.26	13.75	75.71	4.87	0.61	0.10	0.05	1.29	82	25	252	31	37	77	55	SA	ND
SAB108	3.41	14.12	75.46	4.72	0.64	0.09	0.05	1.20	77	24	259	39	35	84	58	SA	D
SAB131	3.19	14.01	75.18	4.91	0.65	0.10	0.06	1.51	90	27	276	36	41	81	56	SA	ND
SAB133	3.25	13.65	75.67	4.92	0.61	0.01	0.05	1.36	92	29	307	42	45	92	64	SA	ND
SAB138	3.27	13.83	75.79	4.76	0.62	0.09	0.05	1.27	76	24	256	38	34	74	61	SA	D
SAB139	3.17	13.48	75.65	5.09	0.60	0.15	0.03	1.43	46	20	245	60	23	121	32	SB2	D
SAB161	3.25	13.77	75.64	4.82	0.58	0.01	0.05	1.44	82	25	261	28	39	76	64	SA	D
SAB176	3.04	13.27	75.36	4.89	0.55	0.13	0.03	2.42	52	21	247	47	24	111	27	SB2	D
SAB203	3.19	13.78	75.80	4.81	0.57	0.01	0.05	1.36	80	24	263	34	36	86	61	SA	D
SAB244	3.14	13.70	75.99	4.81	0.57	0.09	0.05	1.33	80	25	262	34	39	85	56	SA	D
SAB276	3.15	13.75	75.58	4.82	0.58	0.10	0.05	1.61	87	25	273	31	31	85	66	SA	D
SAB317	3.09	13.39	76.13	5.11	0.58	0.14	0.03	1.16	45	19	248	55	22	117	30	SB2	D
SAB373	3.15	13.73	75.95	4.85	0.58	0.08	0.05	1.26	80	25	257	36	41	78	58	SA	D
SAB378	3.02	13.25	76.39	4.99	0.55	0.11	0.03	1.30	47	20	267	34	20	104	37	SB2	D
SAB388	3.11	14.24	74.87	4.88	0.61	0.11	0.05	1.66	97	28	277	34	39	82	58	SA	ND
SAB459	3.03	13.67	75.92	4.95	0.60	0.09	0.05	1.28	89	27	298	32	41	92	60	SA	ND
SAB481	3.34	13.84	75.71	4.74	0.59	0.09	0.05	1.30	81	24	262	33	35	82	60	SA	D
SAB552	3.20	14.23	75.19	4.80	0.66	0.10	0.05	1.30	91	27	289	38	45	84	61	SA	ND
SAB569	3.11	14.46	73.61	5.31	0.96	0.27	0.03	1.73	60	22	179	161	26	247	36	SC	D
SAB707	3.32	13.96	75.17	4.88	0.63	0.11	0.06	1.45	86	26	267	34	43	82	54	SA	ND
SAB755	3.09	13.38	76.18	5.07	0.58	0.14	0.03	1.19	43	18	244	57	21	121	36	SB2	D
SAB767	3.29	13.78	75.69	4.81	0.61	0.09	0.06	1.33	85	26	267	36	35	84	61	SA	D
SAB769	3.14	13.47	75.49	5.06	0.61	0.16	0.03	1.72	51	22	253	58	24	115	29	SB2	D
SAB800	2.98	14.57	73.46	5.38	0.94	0.30	0.03	1.78	63	22	177	159	26	225	35	SC	D
SAB872	3.19	13.75	75.83	4.81	0.59	0.09	0.05	1.28	85	26	253	29	46	72	60	SA	D
SAB902	3.04	13.78	75.04	5.28	0.62	0.16	0.03	1.41	51	19	223	49	24	102	25	SB2	ND
SAB903	3.15	13.12	75.99	5.09	0.57	0.13	0.04	1.50	53	21	259	35	23	98	30	SB2	ND
SAB948	3.19	13.94	75.23	4.94	0.60	0.10	0.06	1.55	92	26	265	33	44	82	55	SA	D
SAB968	3.10	14.51	73.49	5.41	0.92	0.28	0.03	1.80	62	21	187	146	29	233	28	SC	D
SAB992	3.25	13.63	75.82	4.90	0.58	0.09	0.05	1.28	82	26	279	32	41	83	57	SA	ND
MDL	0.05	0.09	0.04	0.03	0.03	0.01	0.001	0.01	1	1	5	3	11	6	5		

Contents in oxides are in wt% and contents in elements in ppm.

MDL indicates the mean detection limit.

ND: non-destructive analysis; D: partially destructive analysis.

**Table 3: PIXE elemental compositions of Monte Arci obsidian**

Sample	Na <sub>2</sub> O	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	SiO <sub>2</sub>	K <sub>2</sub> O	CaO	TiO <sub>2</sub>	MnO	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Zn	Ga	Rb	Sr	Y	Zr	Nb	Type
428	3.13	14.45	73.58	5.30	0.94	0.31	0.03	1.79	64	21	180	150	25	216	34	SC
429	3.11	13.85	75.66	4.89	0.59	0.01	0.06	1.42	86	25	267	28	37	85	57	SA
430	3.00	14.46	73.57	5.45	0.94	0.30	0.03	1.81	63	22	185	155	21	226	30	SC
431	3.14	14.62	73.01	5.26	1.09	0.36	0.03	2.00	65	23	182	195	23	230	31	SC
432	2.98	14.50	73.57	5.42	0.91	0.30	0.03	1.81	63	23	180	151	22	229	28	SC
433	2.99	14.33	73.65	5.40	0.85	0.32	0.03	1.97	68	21	189	148	27	226	32	SC
435	3.07	14.49	73.53	5.42	0.91	0.30	0.03	1.77	62	21	187	152	22	229	32	SC
436	3.12	14.55	73.50	5.30	0.97	0.28	0.03	1.76	62	22	185	154	24	223	34	SC
437	2.96	14.41	73.71	5.47	0.86	0.28	0.03	1.78	64	21	185	138	23	241	30	SC
438	3.15	14.53	73.51	5.04	1.06	0.29	0.03	1.88	62	22	168	174	22	228	35	SC
442	3.24	13.27	76.04	4.92	0.55	0.12	0.03	1.46	48	20	251	30	26	104	25	SB2
444	3.10	14.08	73.85	5.45	0.86	0.32	0.03	1.65	56	20	174	148	26	252	29	SC
449	3.47	14.28	73.21	5.07	1.23	0.34	0.03	1.72	60	21	174	148	26	199	32	SC
MDL	0.05	0.06	0.03	0.02	0.03	0.01	0.001	0.01	2	2	5	3	13	8	5	

Contents in oxides are in wt% and contents in elements in ppm.

MDL indicates the mean detection limit.

**Table 4: Absolute and relative distribution of technological categories at Rio Saboccu S1-S2.**

	pebbles /blocks	retouched pieces	cores	flakes	debitage blade(let)s	debris/shatters
number	2	292	31	608	76	49
%	0.2	27.6	2.9	57.4	7.1	4.6

**Table 5: Butt typology distribution among different technological categories at Rio Saboccu S1-S2**

butt	technological categories							
	flakes		blades		bladelets		retouched pieces	
	n	%	n	%	n	%	n	%
cortical	42	13.25	1	4.76			17	13.82
plain	171	53.94	12	57.14	11	61.11	56	45.52
punctiform	33	10.41	3	14.28	5	27.77	16	13.01
dihedral	25	7.88	1	4.76	1	5.55	6	4.87
facetted	26	8.2	3	14.28	1	5.55	22	17.88
retouched	20	6.31	1	4.76			6	4.87
total	317	99.99	21	99.98	18	99.98	123	100

**Table 6: Upper face pattern distribution among debitage and retouched pieces at Rio Saboccu S1-S2**

upper face patterns	debitage				retouched pieces					
	flakes		blade(let)s		flakes		blade(let)s		indeterminate	
	n	%	n	%	n	%	n	%	n	%
unidirectional	403	68.77	72	92.3	193	82.12	41	95.34	11	91.66
bidirectional	49	8.36	5	6.41	23	9.78	2	4.65	1	8.33
multidirectional	7	1.19			6	2.55				
indeterminate	127	21.67	1	1.28	13	5.53				
total	586	99.99	78	99.99	235	99.98	43	99.99	12	99.99

**Table 7: Absolute and relative distribution of core platform typologies at Rio Saboccu S1-S2**

	core platform typology			total*
	natural	plain	prepared	
n	1	10	3	14
%	7.1	71.4	21.4	99.9

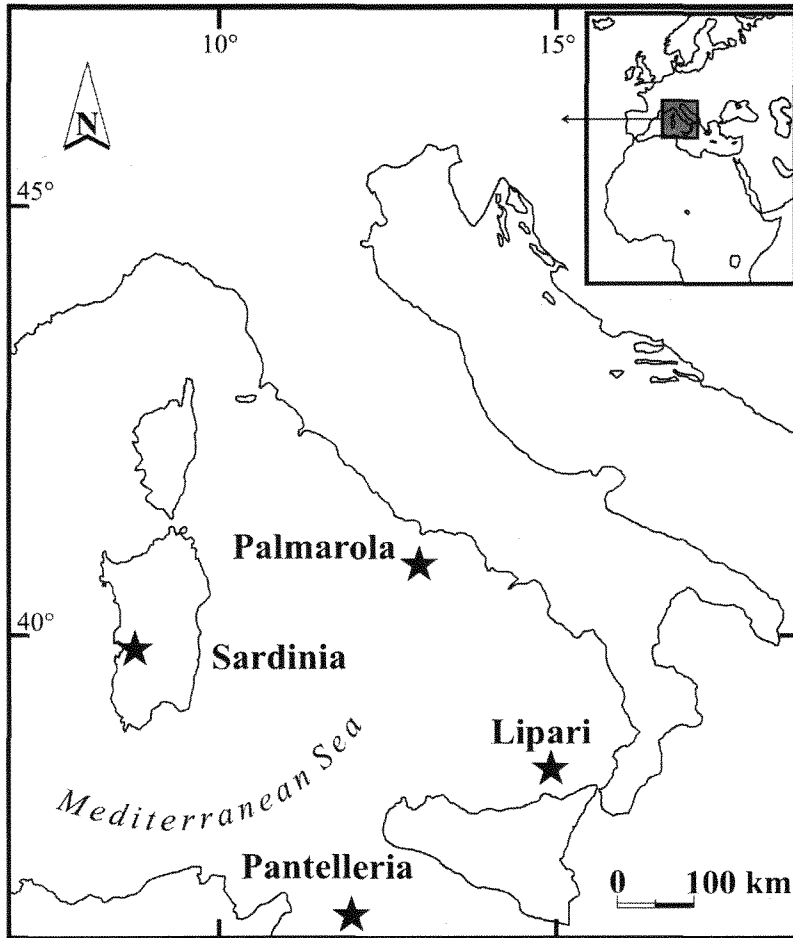
\*fragmented, exhausted cores, and cores from flakes not counted

**Table 8: Absolute and relative distribution of obsidian core morphologies at Rio Saboccu S1-S2**

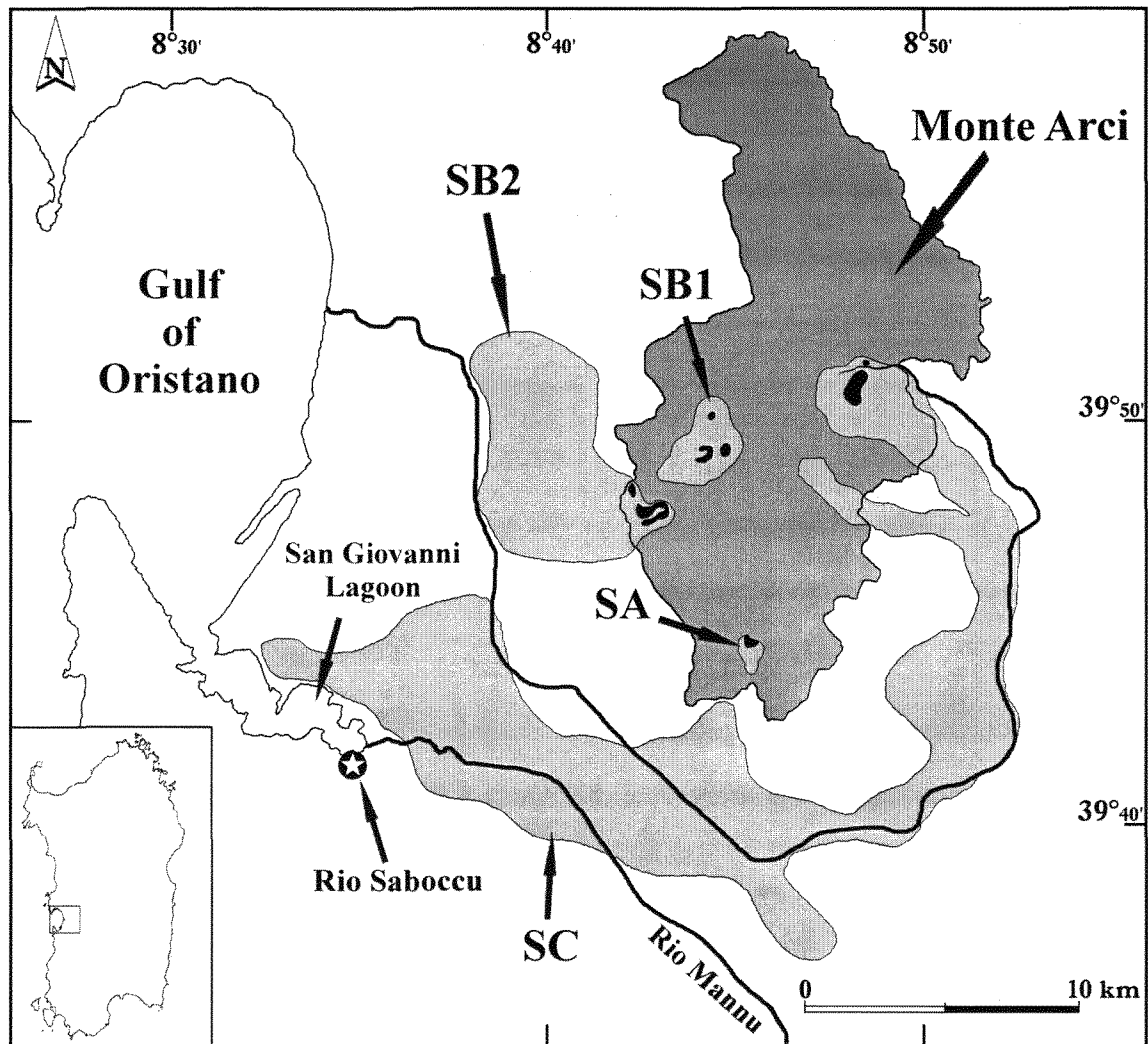
	general core morphology				total
	polyhedral	pyramidal	sub-discoid	discoid	
n	7	3	3	3	16
%	43.75	18.75	18.75	18.75	100

**Table 9: Distribution of the method of debitage among Rio Saboccu S1-S2 obsidian cores**

	unidirectional	method of debitage		multidirectional	total
		90 degrees platform rotation			
		single rotation	multiple rotations		
n	5	4 (40%)	6 (60%)	2	17
%	29.41	58.82		11.76	99.99



*Fig. 1: Schematic maps of the western Mediterranean showing the obsidian source-islands Lipari, Palmarola, Pantelleria and Sardinia.*



*Fig. 2: Location of the Rio Saboccu S1-S2 site and of the Monte Arci volcanic complex in Sardinia. The secondary obsidian sources are distributed in the light gray areas and the primary sources, all located inside the Monte Arci massif, are indicated (in these areas) in black (adapted from Lugliè et al., 2006b).*

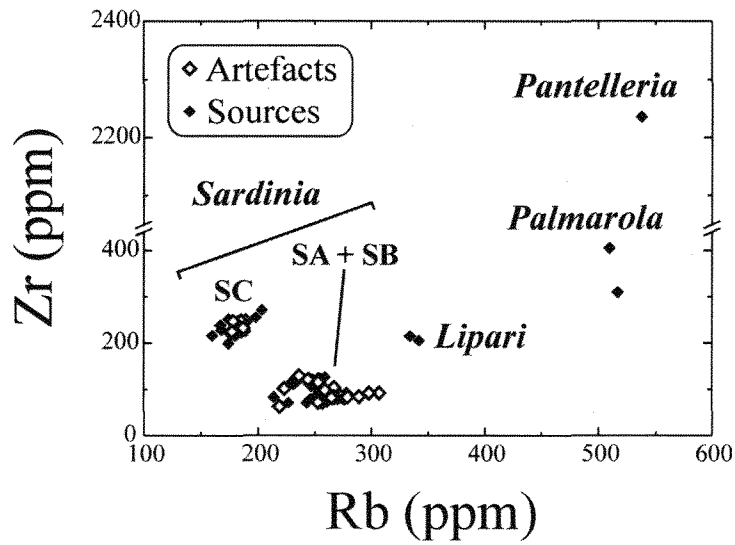


Fig. 3: Binary diagram comparing the Rb and Zr contents in obsidians of the Rio Saboccu S1-S2 structures and from the western Mediterranean source-islands. The Sardinian obsidians are separated into two groups with the SC and SA+SB sample types respectively (SB = obsidians of the SB1+SB2 types). Data on obsidian from sources, this work (Table 3), Poupeau *et al.* (2000) and Lugliè *et al.* (2006a).

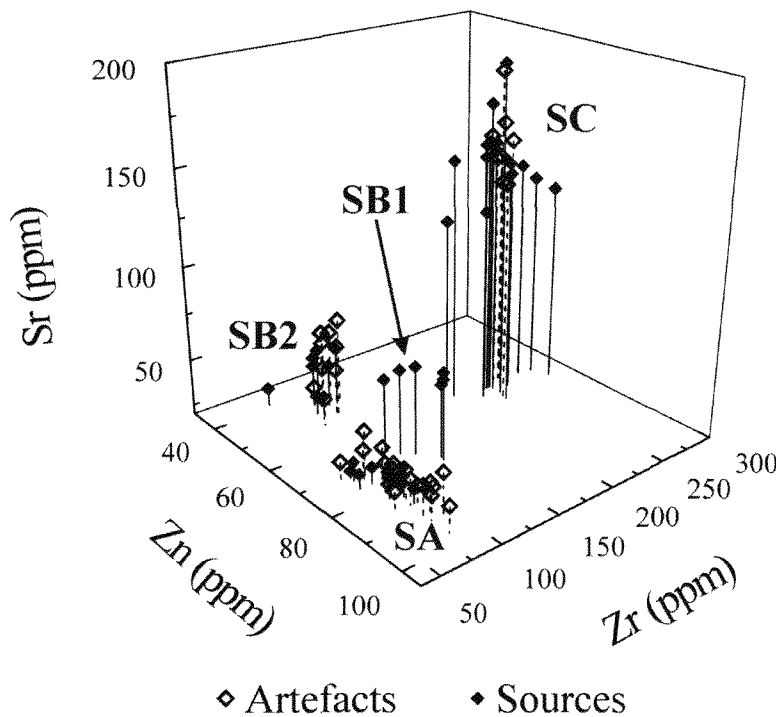
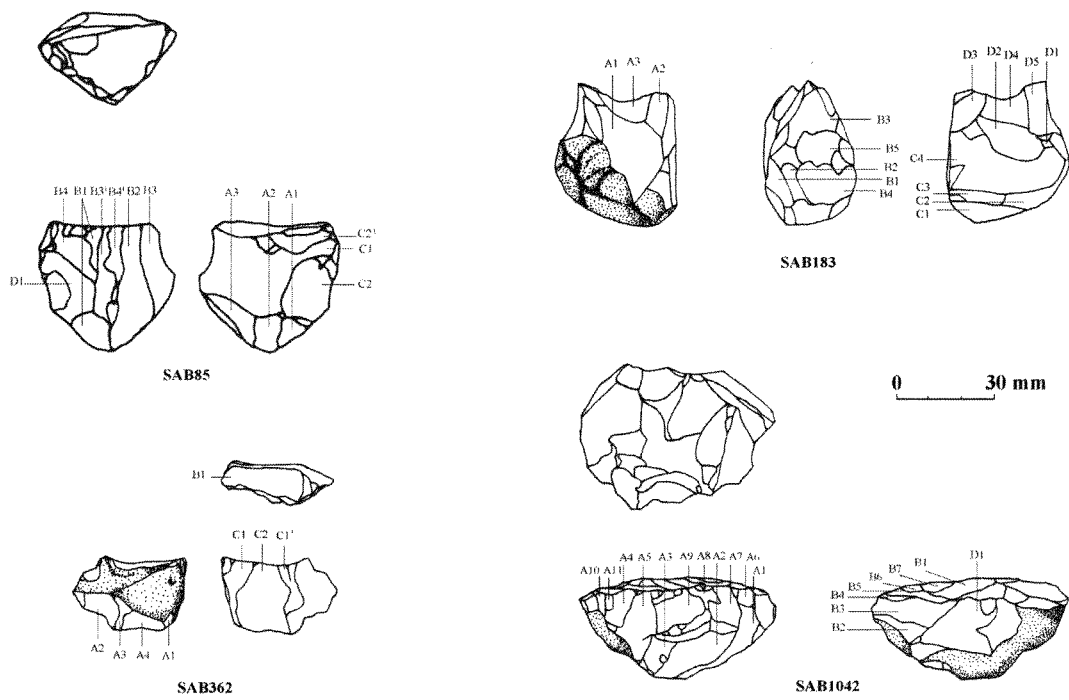
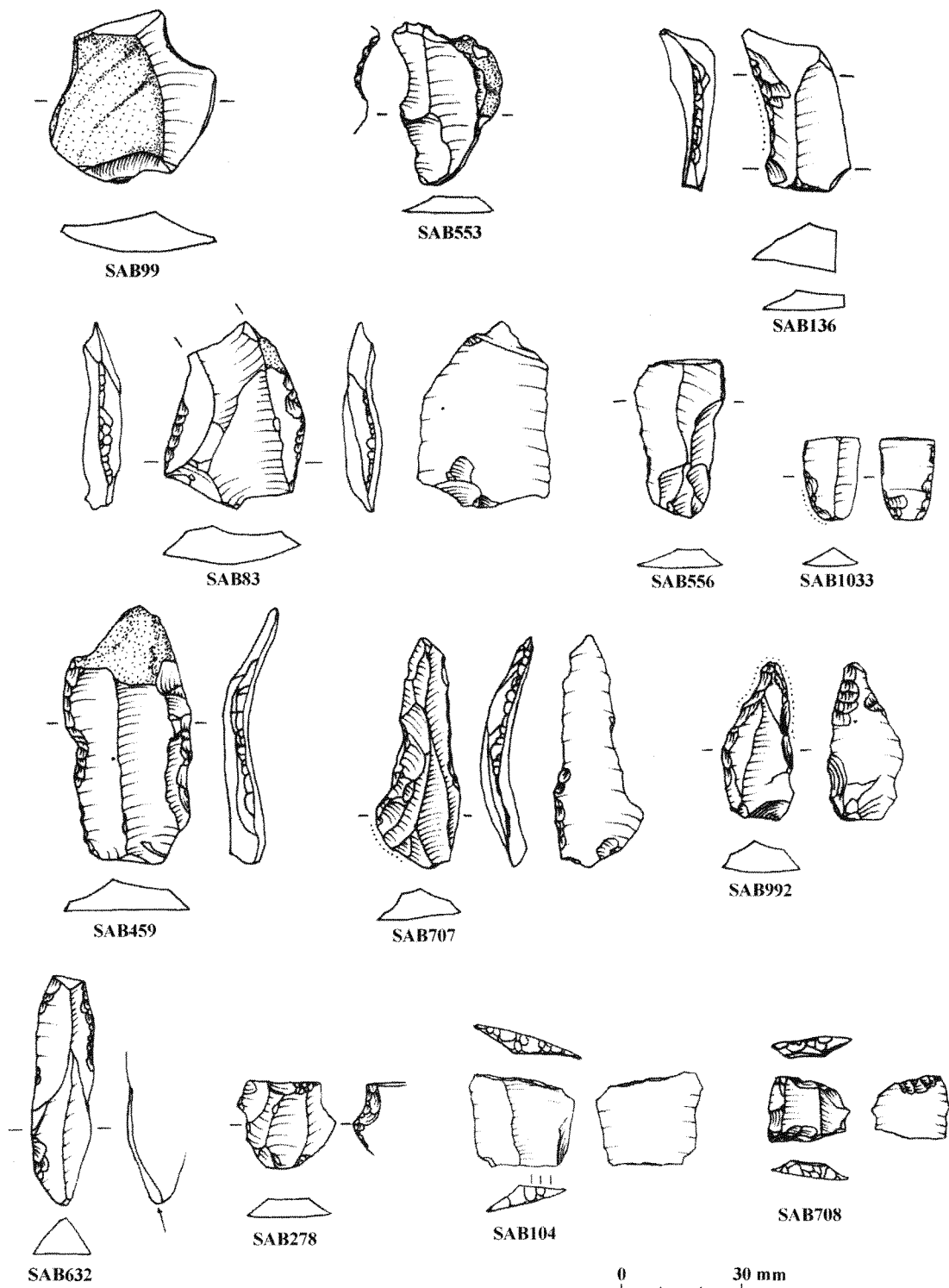


Fig. 4: Ternary diagram comparing the Zn, Sr and Zr contents in obsidians from the Rio Saboccu S1-S2 structures and from the Monte Arci. Data on obsidian from sources, same as in Figure 3.

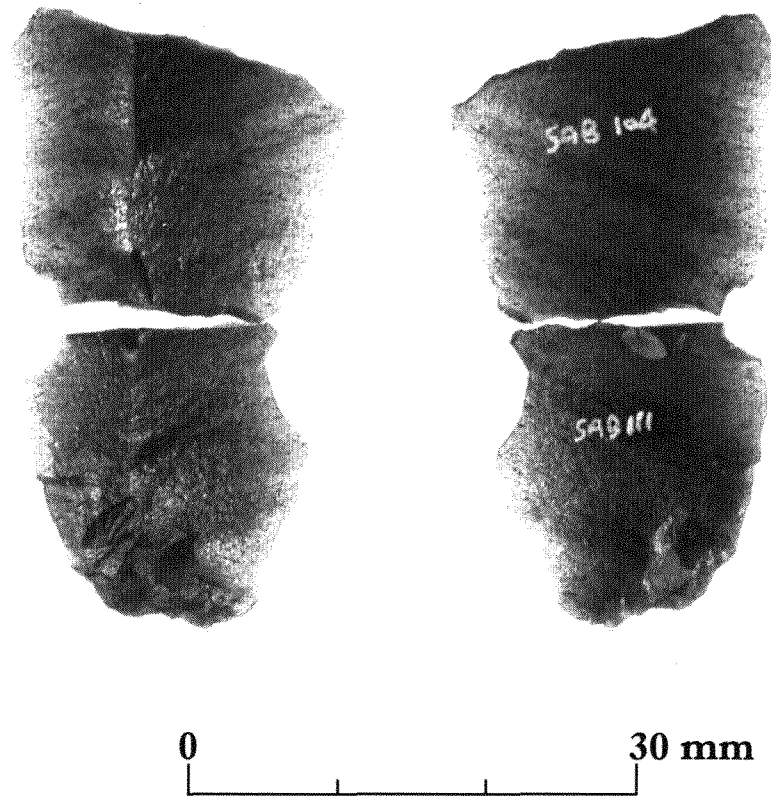


*Fig. 5: Obsidian cores with poli-orthogonal rotation during the reduction sequence.*



*Fig. 6: Formal obsidian tools. Enchoches (SAB99, 553), side scrapers (SAB136, 83), truncations (SAB556, 1033), side abrupt piece (SAB459), backed pieces (SAB707, 992), side burin (SAB632), notched piece (SAB278) and geometrics (SAB104, 708).*





*Fig. 7: Refitting of a geometric tool in SA obsidian type with the proximal part of a truncated flake.*

## Obsidians in the Rio Saboccu (Sardinia, Italy) campsite: provenance, reduction and relations with the wider Early Neolithic Tyrrhenian area

### *Les obsidiennes du site de Rio Saboccu : provenances, transformations et relations avec le Néolithique ancien de la zone tyrrhénienne*

Carlo Lugliè<sup>a</sup>, François-Xavier Le Bourdonnec<sup>b</sup>, Gérard Poupeau<sup>b</sup>, Consuelo Congia<sup>a</sup>,  
Philippe Moretto<sup>c</sup>, Thomas Calligaro<sup>d</sup>, Ignazio Sanna<sup>e</sup>, Stéphan Dubernet<sup>b</sup>

<sup>a</sup> *Dipartimento di scienze archeologiche e storico-artistiche, università di Cagliari, Piazza Arsenale, 8 – 09124 Cagliari, Italy. luglie@unica.it tel. 0039 070 6757600; fax 0039 070 6757622*

<sup>b</sup> *Institut de recherche sur les archéomatériaux, UMR 5060, CNRS–université Bordeaux–3, Maison de l'Archéologie, esplanade des Antilles, 33607 Pessac, France. francois.lebourdonnec@etu.u-bordeaux3.fr, gpoupeau@u-bordeaux3.fr, stephan.dubernet@u-bordeaux3.fr*

<sup>c</sup> *Centre d'étude nucléaire de Bordeaux Gradignan (CENBG), UMR 5797, CNRS–université Bordeaux 1, le Haut Vigneau, BP 120, 33175 Gradignan, France. moretto@cenbg.in2p3.fr*

<sup>d</sup> *Centre de recherche et de restauration des musées de France, UMR 171, CNRS, Ministère de la culture, Paris, France. thomas.calligaro@culture.gouv.fr*

<sup>e</sup> *Soprintendenza per i beni archeologici per le province di Cagliari e Oristano, Ministero per i beni e le attività culturali, piazza dell'indipendenza 7, 09124 Cagliari, Italy. sanna@beniculturali.it*

#### **Abstract**

Technologic analyses of Neolithic obsidian assemblages are quite rare in Sardinia like in the wider western Mediterranean. Such an approach is presented here in conjunction with a visual/instrumental provenance study for the Rio Saboccu Early Neolithic (EN) site which yielded more than 1100 obsidian artefacts. It is shown that this mostly expedient industry was realized from a non-opportunistic exploitation of the four obsidian types of the nearby Monte Arci (Sardinia) volcanic massif. The choice of the raw materials were chiefly guided by their intrinsic knapping qualities and in function of the maximum size of the expected final products. Hence some selection in the (primary and/or secondary) sources exploited.

The obsidian industries of EN sites from the Northern tyrrhenian area present clearly some affinities with that of Rio Saboccu and of other EN Sardinian sites, mainly those located in its vicinity. This suggests a regional influence of the EN communities settled in the proximity of the Monte Arci.

#### **Résumé**

Très peu d'analyses technologiques ont été effectuées sur des assemblages du Néolithique ancien d'obsidiennes sardes et plus généralement de Méditerranée occidentale. Une telle approche est présentée ici, en association avec une étude visuelle/instrumentale de provenance, pour le site néolithique ancien de Rio Saboccu, où plus de 1100 artefacts en ont été collectés. Il est montré que cette industrie pour l'ensemble peu investie a été réalisée à partir d'une exploitation non

opportuniste des quatre types d'obsidiennes du massif volcanique voisin du Monte Arci. Le choix de la matière première a principalement été guidé par la dimension des produits finaux espérés et les aptitudes à la taille, d'où la détermination de lieux d'exploitation spécifiques (sources primaires et/ou secondaires).

Les industries en obsidienne des sites du Néolithique ancien de la zone nord-tyrrhénienne présentent des affinités certaines avec celles de Rio Saboccu et d'autres sites voisins. Il semblerait donc que les communautés proches du Monte Arci aient pu à cette époque exercer une certaine influence régionale.

### ***Keywords***

Obsidian provenance; PIXE; SEM-EDS; *Chaînes opératoires*; Early Neolithic; Rio Saboccu; Sardinia

### ***Mots clés***

Provenance d'obsidienne ; PIXE ; MEB-EDS ; Chaînes opératoires ; Néolithique Ancien ; Rio Saboccu ; Sardaigne

### **Version française abrégée**

#### **1. Introduction**

C'est au Néolithique ancien que la Sardaigne a été colonisée durablement, après peut-être quelques incursions au Paléolithique [1, 3-5, 16]. On connaît actuellement quelque 74 sites datant de cette période [11]. Le site de Rio Saboccu, au sud-ouest du massif volcanique du Monte Arci, est l'un des dix sites du Néolithique ancien récemment découverts sur une terrasse alluviale située au sud-ouest du massif volcanique du Monte Arci [9] (Figure 1).

Bien que plusieurs îles de Méditerranée occidentale offrent de l'obsidienne (Figure 2), celle des sites néolithique de Sardaigne est exclusivement locale [13, 24]. Elle provient du Monte Arci, où elle affleure en position primaire dans sa roche-mère, mais elle est également présente en positions secondaires dans les plaines environnantes sous forme de blocs et galets de dépôts fluviaux [10, 14]. Quatre types principaux d'obsidiennes ont été produits dans le Monte Arci, qui diffèrent par leurs propriétés physico-chimiques [22, 23, 25, 27] et souvent par leur aspect optique [11, 26, 29]. De plus, elles présentent un cortex plus ou moins développé en source secondaire [11, 13].

Le site de Rio Saboccu, implanté à proximité de sources secondaires exploitables d'obsidiennes, renferme plus de 1000 artefacts lithiques, essentiellement en obsidienne.

## 2. Le site de Rio Saboccu

Ce site, en bordure de lagune a été révélé par l'érosion régressive d'une terrasse würmienne sous l'action des vagues d'une lagune côtière. Il se présente en coupe, sur le talus terminal de cette terrasse, sous la forme de deux profondes poches, S1 et S2, de sédiments anthropisés homogènes. Leur sommet se situe environ 30 cm sous la surface actuelle de la terrasse et elles atteignent une profondeur de respectivement 0,9 et 1,3 m, pour une extension latérale de 9,5 m pour la plus grande (S2). Quelques fragments de poterie et des restes de faune et de flore terrestres accompagnent un abondant mobilier lithique. L'homogénéité du sédiment suggère une formation rapide, renforcée par le remontage de pièces à partir de fragments collectés à des profondeurs différentes (voir Figure 7 dans [15]). Le site est daté par  $^{14}\text{C}$  sur des fragments charbonneux de la base de S2 à respectivement  $6662\pm 48$  BP et  $6230\pm 60$  BP. Ages  $^{14}\text{C}$  et poteries dateraient le contexte de Rio Saboccu de la phase III du Néolithique ancien sarde, vers la fin du VI<sup>e</sup> millénaire avant notre ère.

## 3. La série lithique

Elle comporte 1058 pièces, dont 1047 obsidiennes, le reste se composant de *cherts* et de calcédoines. La plus grande partie des pièces d'obsidienne proviennent de débitage. La présence de tous les stades principaux de réduction étant attestée, on peut admettre que le façonnage de l'obsidienne ait été réalisé presque entièrement sur place. Les pièces qui présentent des restes de surfaces corticales montrent que la matière première a été exploitée en position primaire ou sub-primaire, mais aussi en position secondaire à proximité du site. Un nombre conséquent de nucleus montre que l'échantillonnage de la matière première était orienté vers des blocs ou des galets de petit module (longueur initiale de 80 mm tout au plus). La réduction était opérée par percussion directe à la pierre tendre pour l'obtention principalement d'éclats unipolaires avec décalage récurrent du plan de frappe. Les 31 nucleus témoignent d'une utilisation maximale. Les préformes laminaires, surtout les lamelles ne représentent que 12% de l'assemblage. Il s'agit essentiellement d'une production techniquement peu investie où peu de pièces formelles peuvent être reconnues. Parmi ces dernières, la catégorie la plus standardisée est celle des pièces géométriques, tandis que les autres, principalement burins et racloirs, montrent une grande variabilité dans la mesure où elles étaient produites à partir de préformes de tailles et de morphologies très variables (Figure 5).

## 4. Provenance des matières premières lithiques et stratégies d'approvisionnement

L'aspect visuel des obsidiennes de Méditerranée occidentale permet de reconnaître de quelle île-source provient la matière première d'un artefact [voir par ex. 26] et le plus souvent de distinguer les quatre types sardes, SA, SB1, SB2 et SC [11, 13, 14, 26, 28]. Cependant en raison de faciès de convergence, en particulier entre les types SA et SB2 [28], il est nécessaire pour 15 à

30% des obsidiennes du Monte Arci de recourir à des déterminations instrumentales [15, 26]. A Rio Saboccu, toutes les obsidiennes sont d'origine locale mais l'origine de 40 d'entre elles a dû être déterminée à partir de leur composition élémentaire, déterminée par fluorescence-X en dispersion d'énergie.

Douze de ces artefacts ont été analysées en mode non destructif par *particle induced X-ray emission* (PIXE) et 26 autres, de même que 47 obsidiennes du Monte Arci, à partir de sections polies. Les teneurs élémentaires en Na, Al, Si, K, Ca, Ti, Mn, Fe, Zn, Ga, Rb, Sr et Zr ont été obtenues selon des modes opératoires et traitements de données exposés précédemment [2, 13, 15, 17, 19] (Figure 3). Les teneurs élémentaires en Na, Al, Si, K, Ca et Fe ont été obtenues à partir de sections polies sur deux autres artefacts. Elles avaient été précédemment aussi déterminées sur 80 échantillons géologiques du Monte Arci [8] (Figure 4).

Au total, il s'avère que les artefacts ont été presque uniquement obtenus sur des obsidiennes SA, SB2 et SC, dans respectivement 56,5%, 28,9 et 14,1% des cas. L'obsidienne SB1 n'a été relevée que pour quatre objets. Alors que les obsidiennes SA et SB1 proviennent de localisations primaires à sub-primaires, situées respectivement à quelques 16-17 km au nord-est et à l'est de Rio Saboccu, celles du type SB2 ont été prises à la fois dans ces types de sources, à 14 km au nord-ouest, mais aussi dans des sources secondaires plus proches, vers 9 km dans la même direction. Les obsidiennes SC, comme en témoignent les pièces corticales plus arrondies et avec des cortex évolués proviendraient, elles, uniquement des sources secondaires situées à proximité immédiate de Rio Saboccu. L'exploitation de l'obsidienne apparaît donc largement comme non opportuniste, entre autres parce que les variétés SA, plus vitreuse et transparente, et SB2, dont les sources sont plus lointaines, ont cependant été plus utilisées que celles, plus proches, du type SC. Les contraintes techniques ne semblent pas être intervenues dans ce choix, étant donné la similitude de dimensions des pièces initiales et des pourcentages des produits finaux. Tout au contraire, la rareté des artefacts réalisés avec les obsidiennes SB1, riches en phénocristaux, pourrait être due à de moins bonnes qualités de taille, comme le suggère l'expérimentation.

Les *cherts* et calcédoines, dont les sources primaires sont situées 25 km à l'est sont à peu près aussi abondants que les obsidiennes dans la terrasse de Rio Saboccu. Ces roches siliceuses très peu employées présentent des aptitudes à la taille très diverses et une exploitation opportuniste ne peut dans leur cas être exclue.

## **5. Rio Saboccu dans le Néolithique ancien de Méditerranée occidentale**

La sélection des matières premières et les modes de réduction observés à Rio Saboccu sont aussi caractéristiques des sites voisins de Pauli Putzu, Orri et Sa Punta (Figure 1) [9, 11]. L'utilisation de matériaux bruts de dimensions restreintes, alors que blocs et galets de tailles supérieures sont aussi fréquents résulte donc d'un choix de nature culturelle. De là résulte le faible pourcentage

de lames dans les assemblages du Néolithique ancien de Sardaigne et plus généralement de la région tyrrhénienne [11, 20]. Les tendances générales décrites dans l'industrie de Rio Sabocu, y compris le faible pourcentage d'obsidiennes SB1 se retrouvent dans les sites du Néolithique ancien de Méditerranée occidentale. Ces similitudes suggèrent l'existence de relations sociales structurées entre des communautés caractérisées par un haut niveau d'échanges par voie marine, comme en témoigneraient aussi de grandes analogies dans la technique de fabrication et de décoration de poteries [12, 18]. Ainsi, au Néolithique ancien, les groupes proches du Monte Arci auraient pu, en ce qui concerne l'obsidienne, influencer à leur insu sur les groupes humains de la zone nord-tyrrhénienne.



## 1. Introduction

After rare and still debated human incursions during the Palaeolithic [1, 3, 4, 5, 16], the island of Sardinia (western Mediterranean) was permanently populated only from the VIth millenium BC with the arrival of Early Neolithic (EN) men first bringing the impressed cardial ware pottery. It is now up to 74 EN sites which are known all over the island [11]. Whilst the use of obsidian in pre-Neolithic contexts still lacks of evidence, like in the wider western mediterranean region, it makes a sizeable fraction of EN sites lithic industries, especially near to the Monte Arci volcanic complex. The few exceptions concern EN sites of northern Sardinia, where good lithic materials like flint offer an alternative to obsidian. During the last twenty years, ten open-air EN sites were discovered in the alluvial plains SW of Monte Arci massif, along Quaternary alluvial terraces of the Rio Mannu and Rio Mogoro rivers, with an average frequency of one per 4.5 km<sup>2</sup> [9] (Figure 1). Their lithic implements are almost exclusively composed of obsidian.

Earlier studies have shown that the Sardinian 'archaeological' obsidians came exclusively from the Monte Arci, in spite of other natural occurrences in the Tyrrhenian island of Palmarola, the Eolian archipelago island of Lipari and in the southernmost Pantelleria, between Sicilia and Tunisia [13, 24, among others] (Figure 2). However provenance studies have to take into account four types of Monte Arci obsidians differering both by their elemental compositions [25, 27], their physical properties [22, 23] and also partly by their visual characteristics [11, 26, 29]. They have also to consider that obsidian was available to prehistoric men not only in 'primary sources' in their parent-rocks inside the Monte Arci, or in their immediate proximity as dismantled materials, but also in 'secondary sources' in its surrounding plains as decimetric and pluri-decimetric cobbles [10, 14]. Differences in macroscopic properties (size, shape, presence or not and characteristics of a cortex) of obsidian from primary to secondary sources may be used to refine provenance studies [11, 13].

The Rio Saboccu context is one of the EN sites of the coastal plain SW of Monte Arci where obsidian of workable quality is still dispersed in secondary sources. Its more than 1000 collected lithic artefacts are almost only made of obsidian, which offers a unique opportunity to investigate one procurement-reduction-use system elaborated by the first inhabitants of the island in the vicinity of raw materials sources. After the Early Neolithic site of Su Carroppu [13], Rio Saboccu will be the second Sardinian Neolithic assemblage whose industry is investigated with an integrated provenance/*chaîne opératoire* approach.

## 2. The Rio Saboccu site

The Rio Saboccu site is located on a low elevation Würmian terrace dominating the San Giovanni Pond, at 4.5 km from the actual southern shoreline of the Gulf of Oristano (Figure 1). The terrace, which extends from the foot of the Monte Arcuentu to the coastal pond, presents an average elevation of 6 m a.s.l. slowly decreasing northwestward. It ends abruptly by an 3 m high scarp dominating the pond. This abrupt morphology results from the erosive action of the pond waters when blown toward the terrace by a strong regional wind ('Mistral'). It is in this way that the Rio Saboccu archaeological contexts, situated on this scarp, were unveiled. This was not totally unexpected, as in its immediate vicinity, on some 10,000 m<sup>2</sup> modern ploughing dispersed on the terrace surface many lithic artefacts. The Rio Saboccu context is composed of two deep pockets, S1 and S2, filled with an homogeneous anthropogenic dark-brown soil rich in organic remains including charcoal fragments. They extend from the depth of about 0,3 m underneath the surface of the terrace to depths of respectively 0,9 and 1,3 m. The apparent lateral expansion of the structures reaches no more than 9,5 m (S2). The uniformity of the filling suggests a fast formation process.

The S1/S2 structures contained a large number of lithic artefacts but very few pottery fragments. The sherds present very simple shapes, mostly hemispheric bowls and their surfaces are not decorated. Anthracological analysis carried on charcoal from the bottom of the S2 structure profile indicate a partially wooded land with *buxus sempervirens* and *juniperus* sp. The few animal remains are limited to terrestrial fauna, particularly goats. Two concordant radiocarbon dates of 6266±48 BP (5341-5066 cal 2σ, AA-58899) and 6230±60 BP (5320-5027 cal 2σ, Ly-3010) respectively were obtained from charcoals collected at the base of the S2 structure (calibration from the routine dataset intcal04.14c [21]). Therefore they date the Rio Saboccu contexts to phase III of the Sardinian EN, by the end of the VI<sup>th</sup> millennium BC.

At this stage of the excavations, is not possible to ascertain that the surface artefacts concentrations scattered about the Rio Saboccu site area are related or not to its S1/S2 structures, in spite of great technico-typological affinities of the respective lithic assemblages and of their almost total absence of pottery. In any case, at the time of its EN occupation the sea level was still

lower than today, and the Rio Saboccu campsite more extended in the direction of the pond. Thus we can only observe now the remnant fraction of the terrace occupied by EN men.

### **3. The lithic collection: technology and typology**

The assemblage collected at Rio Saboccu S1 and S2 structures amounts to 1058 chipped-stone artefacts, among which 1047 are obsidians and the remainder are local cherts and chalcedony. The technological analysis of the entire collection clearly shows that obsidian reduction was almost entirely performed *in situ*, given the presence of all the main stages of the reduction sequence. The greatest part of the obsidian assemblage is debitage. A number of pieces showing portions of cortical surfaces bear witness to the exploitation of obsidians both from primary deposits (close to the original geological context) and from secondary alluvial deposits. A relatively high number of cores found in the site reveal that sourcing strategies were oriented in both cases towards little angular blocks or small rounded pebbles (maximum length of less than 80 mm). As revealed by the generalized plain type of butts with no or minimum preparation, reduction was carried out with direct percussion technique with a soft stone and aimed mainly at producing flakes with a unipolar method and a recurrent shift of the striking platform. This strategy was usually performed through one or multiple 90° rotations of the piece. The 31 exhausted cores show a tendency to an intensive and extreme raw material exploitation, until reaching the technical limits for further reduction. The whole laminar blanks (mainly bladelets) are rare, and their general frequency keeps below twelve percent of the total lithic collection. Given the main character of expedient production which well describes the Rio Saboccu assemblage, very few formal tools can be recognized. Among them the more standardized category is the one of geometric pieces, whilst other formal tools, mainly backed and double backed pieces, burins and scrapers, show a high variability as they were produced from flake blanks of very different size and morphology (Figure 5).

### **4. Obsidian provenance**

For practical reasons, it is not possible to source by instrumental means all obsidians of large lithic series. By chance, in western Mediterranean the number of obsidian sources to consider is limited and it is relatively easy to identify by the unaided eye the source-island of any archaeological obsidian [see f.i. 26]. It could be determined in this way that at Rio Saboccu, as for other Sardinian Neolithic sites, all obsidians are of local origin. The distinction between the Monte Arci obsidian types, SA, SB1, SB2 and SC can also mostly be accomplished by visual observation [11, 13, 14, 26, 28]. However, due to some facies convergences, mostly between the SA and SB2 types [28] it is necessary to call for a complementary instrumental way of characterization, typically for 15% to more than 30% of a site series [15, 26]. At Rio Saboccu, 40 obsidians were



from their optical properties of dubious origin and therefore had to be provenanced by their elemental composition.

Thirty eight artefacts [15] and 24 Monte Arci obsidians [13, 15, 19] were analyzed by particle induced X-ray emission (PIXE) at the AGLAE extracted beam facility of *Centre de Recherche et de Restauration des Musées de France* (Paris). Two other sets of respectively 16 [13] and 7 (Table 1) geological samples were also analyzed by PIXE using the nuclear microprobe lines of a Van de Graaff accelerator and of the new AIFIRA facility respectively of *Centre d'Etudes Nucléaires de Bordeaux-Gradignan* (CENBG). Twelve artefacts were measured in a non destructive mode, the others and the geological samples from polished sections.

At AGLAE and AIFIRA, proton beams of 3 MeV and 1 nA were used to analyse an obsidian surface of about 0.5 mm<sup>2</sup>. The fluorescence X-rays emitted by the samples were simultaneously collected by two Si(Li) detectors, respectively for the low-energy (Na, Al, Si, K, Ca, Ti, Mn, Fe) and high energy (Mn, Fe, Zn, Ga, Rb, Sr, Zr) parts of the spectrum. As at the second nuclear microprobe of CENBG only one detector was available, the 'light' and 'heavy' element contents were successively obtained from proton beams of 1.5 and 2.7 MeV respectively [13]. To insure internal consistency, one Monte Arci obsidian ('ARC-URS'), was analyzed in all runs. Data treatments were performed by the 2000 version of the GUPIX software [2, 17]. It appears that only three Monte Arci obsidian types, SA, SB2 and SC are present in the set analyzed by PIXE (Figure 3).

The major elements compositions (Na, Al, Si, K, Ca, Fe) of two other artefacts [15] and of 80 geological samples [8] were determined from polished sections by energy dispersive X-ray spectrometry with a JEOL scanning electron microscope (SEM-EDS) operating at 20 kV at *Centre de Recherche de Physique Appliquée à l'Archéologie* (Bordeaux). Data treatment followed a Phi-Rho-Z approach. Binary plots of Al-Fe and Al-Ca contents show that these two artefacts are of the SB1 type (Figure 4).

Finally, from visual and instrumental determinations, 56.5%, 28.9% and 14.1% of the artefacts belong to the SA, SB2 and SC types respectively. Apparently, SB1 obsidians, with only 4 artefacts (0.5%), were nearly not used at Rio Saboccu.

## **5. The Rio Saboccu obsidian procurement and reduction strategy in its wider sub-regional context**

As demonstrated elsewhere [6; 15], the obsidian collection from Rio Saboccu S1-S2 structures can be considered a well homogeneous complex as regards the technological features. The presence of conjoining/refitting pieces lying at different depths confirms the sedimentologic and pedologic impression of a brief formation time of the deposit. Thus the collected assemblage allows us to get insights about the lithic sourcing strategies applied by the Rio Saboccu EN

human group. From a general standpoint, all the lithotypes exploited at Rio Saboccu should be considered as local. The cherts and chalcedony can easily be found in the skeleton of the alluvial sediments around the site. They were formed during the Miocenic post-Aquitania diagenetic phase associated to the outcrop of underwater volcanic formations of the Masullas region, some 25 km eastwards from the site. The four obsidian types characterised at Rio Saboccu come from various deposits. Very rare pieces of SB1 type were occasionally gathered in their primary and sub-primary deposits, located in an inner area of the Monte Arci massif at a minimum distance of about 17 km to the NE. Among the other geochemical types, the most abundant SA obsidians were systematically acquired at their primary deposit of Conca 'e Cannas, 16 km E, whilst the SB2 secondary and primary/subprimary deposits were closer, 9 km and 14 km NW respectively. On the contrary, SC obsidians secondary deposits occurred up to the site position and in its immediate vicinity and were (although but less intensively than the other types) the only ones exploited, as indicated by the incidence of well rounded and evolved SC cortical pieces.

All these aspects bear evidence of a mostly non-opportunist exploitation of obsidian. In spite of the *in situ* availability of SC obsidians, and nearby SB2 obsidians there is a marked preference for the more transparent and vitreous SA type, whose exploitation necessitated however a major energy investment, given the greater distance of its source from the site. Apparently it is not technical constraints which have guided the obsidian types selection, given the similar percentages of blade(let)s production and the homogeneous morphological-dimensional characters of the selected blocks and cobbles. To the contrary, the quasi-absence of SB1 obsidians, rich in phenocrysts and internal flaws, might be accounted for by its lower knapping qualities, as shown by present-days experimentation.

Cherts and calcedonies, which exhibit quite variable knapping attitudes, are about as frequent as obsidian on the Rio Saboccu terrace. These raw materials, probably because they were less adapted to the EN men needs, were however much less frequently used. We cannot exclude for them an opportunistic behaviour.

## **6. From Rio Saboccu to the EN of Western Mediterranean**

The raw material selection and the chipping reduction in practice at Rio Saboccu were shared by the other EN sites SW of Monte Arci, as in the open-air sites of Pauli Putzu, Orri and Sa Punta (Figure 1) [9]. There also SA, SB2 and SC obsidians are well represented, whilst SB1 obsidians are very rare to absent [11] and an intensive exploitation of secondary alluvial deposit is common, especially for the SC quality. The small size of the selected raw materials is a culturally-oriented choice, given the presence of a wide range of dimensions of pebbles and blocks both in primary and in secondary sources. The selection of small raw material units is in good agreement with the low percentage of blade production which is a general tendency of the EN

assemblages in Sardinia and in the wider Tyrrhenian region [11, 20]. All the above mentioned aspects and mainly the consistent percentage of SB2 among the small obsidian assemblages in the EN contexts of the Western Mediterranean suggest the presence of structured social interactions between communities characterized by high levels of on-sea mobility, as supported by the close technological and decorative affinities in the pottery production [12, 18]. Thus, in the composite distribution of Sardinian obsidians in the EN assemblages from the northern Tyrrhenian region the human groups settled close to the Monte Arci source could have acted (although possibly unwitting) as a “filter”.

Further studies couplings visual/instrumental sourcing with technological/typological determinations on obsidian artefact series from other EN sites of western Mediterranean might allow to test the reliability of this hypothesis.

## References

- [1] M. Arca, F. Martini, G. Pitzalis, C. Tuveri, A. Ulzega, Il deposito quaternario con industria del Paleolitico inferiore di Sa Pedrosa-Pantallinu (Sassari), *Riv. Sc. Preist.* 37 (1982) 31-53.
- [2] J. L. Campbell, T. L. Hopman, J. A. Maxwell, Z. Nejedly, The Guelph PIXE software package III: alternative proton database, *Nucl. Instr. Meth. Phys. Res. B* 170 (2000) 193-204.
- [3] G. Camps, *Préhistoire d'une île. Les origines de la Corse*, Paris 1988.
- [4] J. Cherry, The first colonisation of the Mediterranean Islands, *Journ. Medit. Arch.* 3 (1990) 145-221.
- [5] J. Cherry, Palaeolithic Sardinians? Some questions of evidence and method, in: R. H. Tykot, T. K. Andrews (Eds.), *Sardinia in the Mediterranean: a Footprint in the Sea*, Sheffield Academic Press, Sheffield, 1992, pp. 28-39.
- [6] C. Congia, C. Lugliè, I. Sanna, Gestione e metodi di riduzione dell'ossidiana nel sito all'aperto di Rio Saboccu (Guspini, Prov. del Medio Campidano), in *L'ossidiana del Monte Arci nel Mediterraneo. Le vie dell'ossidiana nel Mediterraneo ed in Europa: tecnologia delle risorse e identità culturale nella preistoria*, Atti del 4° Convegno Internazionale (Pau, 17 dicembre 2005), PTM Editrice, Mogoro, 2006, pp. 45-60.
- [7] B. R. Hallam, S. E. Warren, C. Renfrew, Obsidian in the western Mediterranean: characterisation by neutron activation analysis and optical emission spectroscopy, *Proc. Prehist. Soc.* 42 (1976) 85-110.
- [8] F.-X. Le Bourdonnec, G. Poupeau, C. Lugliè, SEM-EDS analysis of Western Mediterranean obsidians: a new tool for Neolithic provenance studies, *C. R. Geoscience* 338 (2006) 1150-1157.

- [9] C. Lugliè, La corrente a ceramiche impresse nel neolitico antico della Sardegna. Analisi di alcuni dati inediti dell'alto Campidano (Sardegna centro-occidentale), in: Atti della XXXV Riunione Scientifica dell'Istituto Italiano di Preistoria e Protostoria *Le comunità della preistoria italiana. Studi e ricerche sul neolitico e le età dei metalli in memoria di Luigi Bernabò Brea* (Lipari, 2-7 giugno 2000), I.I.P.P., Firenze, 2003, pp. 969-972.
- [10] C. Lugliè, Modalità di acquisizione dell'ossidiana del Monte Arci nel Neolitico, in: B. Cauli, P. M. Castelli, F. Di Gregorio, C. Lugliè, G. Tanda, C. Usai (Eds.), *L'ossidiana del Monte Arci nel Mediterraneo: recupero dei valori di un territorio*, Atti del Convegno Internazionale (Oristano-Pau, 29 novembre -1 dicembre 2002), Tipografia Ghilarzese, Ghilarza, 2004, pp. 47-60.
- [11] C. Lugliè, Risorse litiche e tecnologia della pietra scheggiata nel Neolitico antico della Sardegna, Università di Roma «La Sapienza», Roma, 2006, 413 p. (Ph.D. dissertation).
- [12] C. Lugliè, Elementi di débitage laminare in ossidiana di provenienza sarda dal sito di Basi (Serra di Ferro, Corse-du-Sud): osservazioni sulla materia prima e sulla tecnologia di produzione, in: *Patrimonio Archeologico ed Architettonico Sardo-Corso: Affinità e Differenze*, Editrice Democratica Sarda, Sassari, 2007, pp. 167-193.
- [13] C. Lugliè, F.-X. Le Bourdonnec, G. Poupeau, E. Atzeni, S. Dubernet, P. Moretto, L. Serani, Early Neolithic obsidians in Sardinia (Western Mediterranean): the Su Carroppu case, *J. Archaeol. Sc.* 34 (2007) 428-439.
- [14] C. Lugliè, F.-X. Le Bourdonnec, G. Poupeau, M. Bohn, S. Meloni, M. Oddone, G. Tanda, A map of the Monte Arci (Sardinia Island, Western Mediterranean) obsidian primary to secondary sources. Implications for Neolithic provenance studies, *C. R. Palevol* 5 (2006) 995-1003.
- [15] C. Lugliè, F. X. Le Bourdonnec, G. Poupeau, C. Congia, T. Calligaro, I. Sanna, S. Dubernet, Obsidian economy in the Rio Saboccu open-air Early Neolithic site (Sardinia, Italy), *Proceedings of the XV<sup>th</sup> UISPP Congress (Lisboa, September 4-9 2006)*, BAR, 2007 (in press).
- [16] F. Martini (ed.), *Sardegna paleolitica. Studi sul più antico popolamento dell'isola*, Firenze, 1999, 271 p.
- [17] J.A. Maxwell, J.L. Campbell, W.J. Teesdale, The Guelph PIXE software package, *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research B* 43 (1989) 218-230.
- [18] H. Paolini-Saez, P. Mameli, Les habitudes techniques des potiers sardes de 5500 a.C. Studio archeologico ed archeometrico su ceramiche sarde di età compresa tra il 5500 ed il 4500 a.C., *Sardinia Corsica et Baleares antiquae* 2 (2004) 9-20.
- [19] G. Poupeau, L. Bellot-Gurlet, V. Brisotto, O. Dorighel, Nouvelles données sur la provenance de l'obsidienne des sites néolithiques du Sud-Est de la France, *C. R. Acad. Sci. Paris, Ser.IIa* 330 (2000) 297-303.

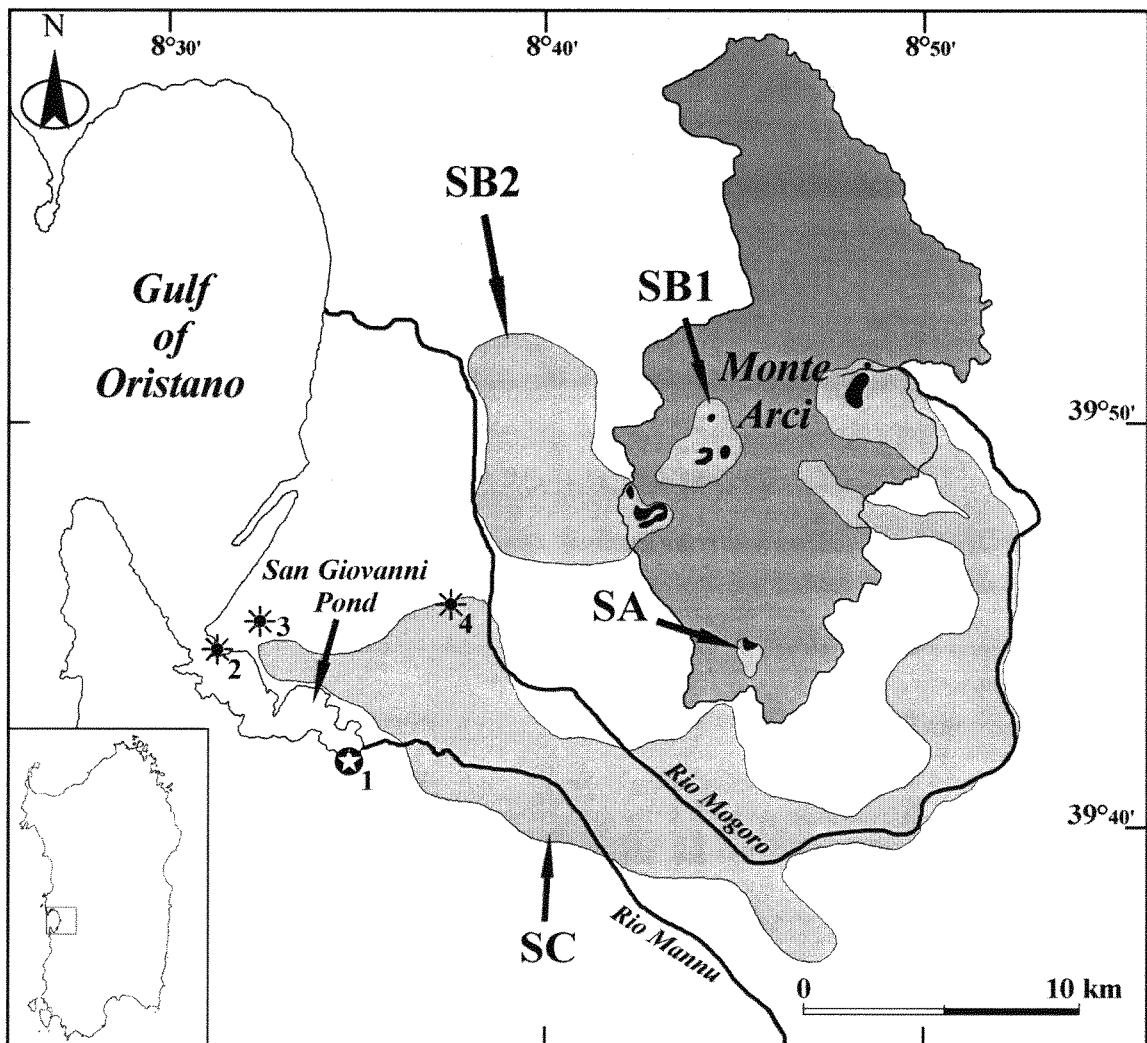
- [20] G. Radi, A. Ronchitelli, Le industrie litiche, in : M. A. Fugazzola Delpino, A. Pessina, V. Tinè (Eds.), *Le ceramiche impresse nel Neolitico antico. Italia e Mediterraneo*, Soprintendenza Speciale al Museo Nazionale Preistorico Etnografico "L. Pigorini", Roma, 2002, pp. 251-268.
- [21] P. J. Reimer, M. G. L. Baillie, E. Bard, A. Bayliss, J. W. Beck, C. J. H. Bertrand, P. G. Blackwell, C. E. Buck, G. S. Burr, K. B. Cutler, P. E. Damon, R. L. Edwards, R. G. Fairbanks, M. Friedrich, T. P. Guilderson, A. G. Hogg, K. A. Hughen, B. Kromer, G. McCormac, S. Manning, C. B. Ramsey, R. W. Reimer, S. Remmele, J. R. Southon, M. Stuiver, S. Talamo, F. W. Taylor, J. Van Der Plicht, C. E. Weyhenmeyer, Intcal04 Terrestrial radiocarbon age calibration, 26 - 0 cal kyr BP, *Radiocarb.* 46, 3 (2004) 1029-1058.
- [22] R. B. Scorzelli, S. Petrick, A. M. Rossi, G. Poupeau, G. Bigazzi, Obsidian archaeological artefacts provenance studies in the western Mediterranean basin: an approach by Mössbauer spectroscopy and electron paramagnetic resonance, *C. R. Ac. Sci. Paris. Sér. Sciences de la Terre et des Planètes* 332 (2001) 769-776.
- [23] S. J. Stewart, G. Cernicchiaro, R. B. Scorzelli, G. Poupeau, P. Acquafredda, A. M. De Francesco, Magnetic properties and Fe-57 Mössbauer spectroscopy of Mediterranean prehistoric obsidians for provenance studies, *J. Non-Crystal. Sol.* 323 (2003) 188-192.
- [24] R. H. Tykot, Obsidian Procurement and Distribution in the Central and Western Mediterranean, *Journ. Medit. Arch.* 9 (1996) 39-82.
- [25] R. H. Tykot, Characterization of the Monte Arci (Sardinia) Obsidian Sources. *J. Archaeol. Sc.* 24 (1997) 467-479.
- [26] R. H. Tykot, Mediterranean islands and multiple flows. The sources and exploitation of Sardinian obsidian, in: M. S. Shackley (Ed.), *Archaeological Obsidian Studies. Method and Theory*, Plenum Press, New York-London, 1998, pp. 67-82.
- [27] R. H. Tykot, Chemical fingerprinting and source tracing of obsidian: the central Mediterranean trade in black gold, *Acc. Chem. Res.* 35 (2002a) 618-627.
- [28] R. H. Tykot, New approaches to the characterization and interpretation of obsidian from the Mediterranean island sources, in: P. B. Vandiver, M. Goodway, J. R. Druzik, J. L. Mass (Eds.), *Material Issues in Art and Archaeology*, Warrendale PA, 2002b, pp. 143-157.
- [29] R. H. Tykot, A. J. Ammerman, New directions in central Mediterranean obsidian studies, *Antiquity* 71 (1997) 1000-1006.

*Table 1: Elemental compositions of Monte Arci (Sardinia) obsidians as determined by PIXE.*

*Tableau 1: Composition élémentaire de quelques obsidiennes du Monte Arci (Sardaigne) déterminées par PIXE.*

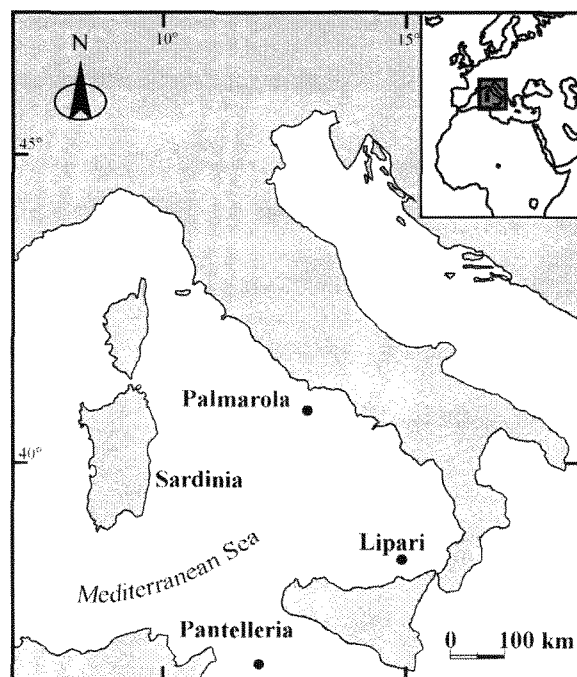
Sample	Na <sub>2</sub> O	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	SiO <sub>2</sub>	K <sub>2</sub> O	CaO	TiO <sub>2</sub>	MnO	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Zn	Ga	Rb	Sr	Zr	Type
SB-106	3.2	13.4	76.2	4.9	0.58	0.133	0.031	1.23	39	21	250	53	120	SB2
SB2-50B	3.1	13.5	76.2	4.9	0.55	0.114	0.031	1.17	47	—	229	47	104	SB2
191	3.0	14.6	73.5	5.2	1.03	0.250	0.029	1.59	54	22	163	166	275	SC
193	3.1	14.3	73.5	5.3	0.87	0.252	0.031	1.63	58	24	191	141	271	SC
SCgp1	3.0	14.3	73.6	5.4	0.87	0.253	0.031	1.67	62	23	179	144	268	SC
SCgp2	2.9	14.4	74.0	5.2	0.88	0.257	0.029	1.55	59	26	175	139	291	SC
SCgp3	3.0	14.4	73.8	5.3	0.89	0.245	0.029	1.58	59	24	173	144	259	SC

Contents in oxides are in wt% and contents in elements in µg/g (ppm).



*Fig. 1: Schematic map of the Monte Arci region (Sardinia) (adapted from [14]). The secondary obsidian sources are distributed in the light gray areas and the primary sources, all located inside the Monte Arci massif, are indicated (in these areas) in black. Star symbols refer to the localisation of the Rio Saboccu site and of the other Early Neolithic sites cited in the text. 1, Rio Saboccu; 2, Sa Punta; 3, Orri; 4, Pauli Putzu.*

*Fig. 1: Carte schématique de la région du Monte Arci (Sardaigne) (modifiée d'après [14]). Les sources secondaires d'obsidienne se repartissent dans les zones grises et les sources primaires, toutes localisés sur le Monte Arci, sont indiqués en noir. Les étoiles indiquent la position du site du Rio Saboccu et des autres sites mentionnés dans le texte. 1, Rio Saboccu; 2, Sa Punta; 3, Orri; 4, Pauli Putzu.*



*Fig. 2: Map of the Western Mediterranean showing the localisation of the obsidian island-sources.*

*Fig. 2: Carte de la Méditerranée occidentale montrant la localisation des îles-sources d'obsidienne.*



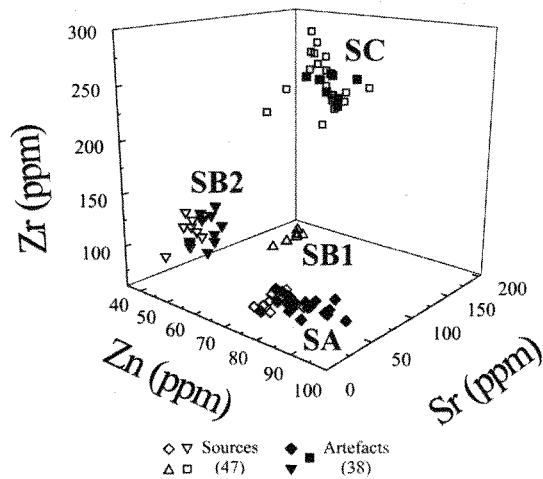


Fig. 3: 3D PIXE diagram comparing the contents of Zn, Sr and Zr in 38 Rio Saboccu obsidian artefacts [15] and in 47 Monte Arci geological samples (data from Table 1, [13] [15] and [19]).

Fig. 3: Diagramme PIXE 3D comparant les teneurs en Zn, Sr et Zr de 38 artefacts en obsidienne de Rio Saboccu [15] et 47 échantillons géologiques du Monte Arci (source des données : tableau 1, [13] [15] et [19]).

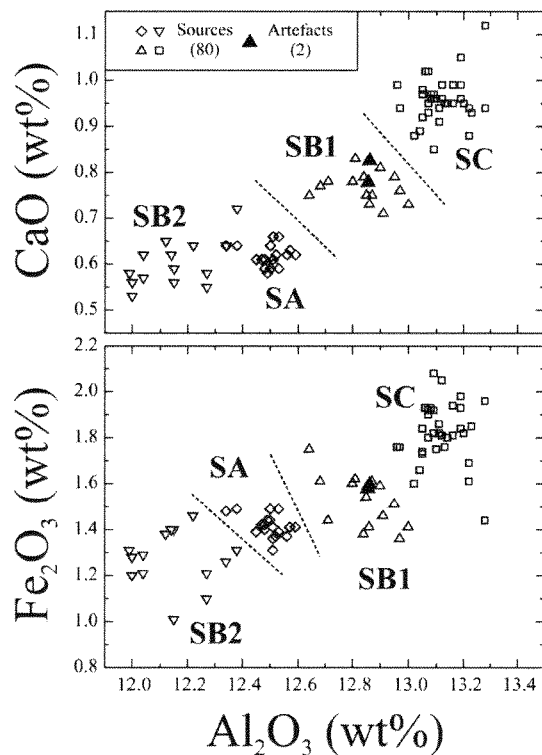
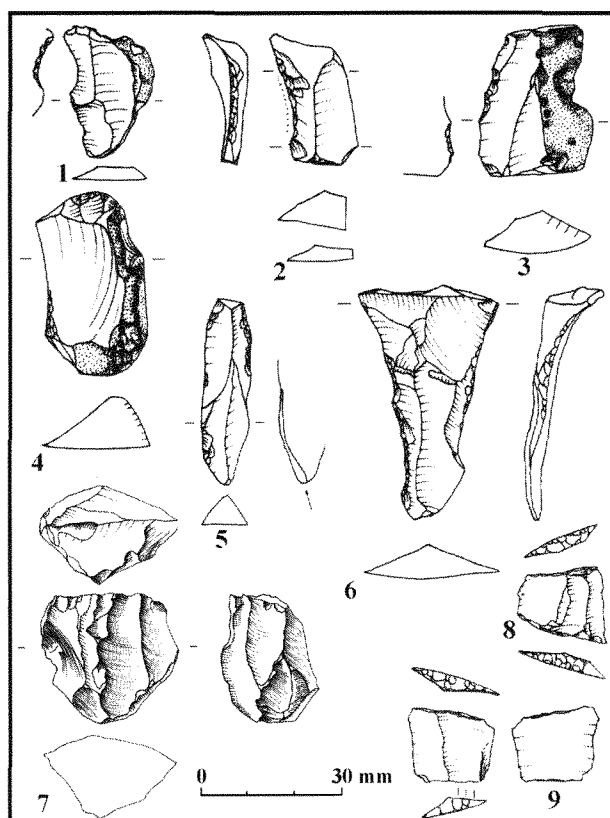


Fig. 4: Binary diagrams comparing the Al, Fe and Ca contents of two Rio Saboccu obsidian artefacts (this work) and of 80 Monte Arci geological samples [8] as determined by EDS with a scanning electron microscope.

Fig. 4: Diagrammes binaires comparant les teneurs en Al, Fe et Ca dans deux artefacts en obsidienne de Rio Saboccu (ce travail) et 80 échantillons géologiques du Monte Arci [8] déterminés en microscopie électronique à balayage par EDS.



*Fig. 5: Rio Saboccu S1 obsidian artefacts (SA: 1, 7-9; SB2, 2-5; SC, 6): notched piece (1), side scraper (2), denticulated scraper (3), end scraper (4), side burin (5), double backed piece (6), core (7) and geometrics (8-9).*

*Fig. 5 : Artefacts en obsidienne de la poche S1 de Rio Saboccu (SA: 1, 7-9; SB2, 2-5; SC, 6) : encoche (1), racloir latéral (2), denticulé (3), grattoir (4), burin (5), pièce à double dos (6), nucleus (7) et géométriques (8-9).*



**QUATRIÈME PARTIE**

---

**L'OBSIDIENNE  
AU PALÉOLITHIQUE INFÉRIEUR :  
MELKA KUNTURÉ (ÉTHIOPIE)**



## Chapitre XII

### L'OBSIDIENNE DE MELKA KUNTURÉ, DES SOURCES AUX ARTEFACTS

L'UTILISATION DE L'OBSIDIENNE est loin de dater des débuts du Néolithique. On sait ainsi depuis plusieurs dizaines d'années qu'elle a été utilisée dès le Paléolithique inférieur dans le rift est-africain. C'est le cas dans le secteur de Melka Kunturé (Éthiopie) à quelque 50 km au sud d'Addis Ababa (Figure XII.1) depuis plus de 1.7 Ma (Chavaillon, 1976 ; Chavaillon *et al.*, 1979 ; Chavaillon & Berthelet, 2004). Il est même considéré (Piperno *et al.*, sous presse – voir chapitre XIII) que c'est à Melka Kunturé que se trouveraient les évidences les plus anciennes d'une utilisation majeure de cette roche dans l'industrie préhistorique.

Le site de Melka Kunturé, dans le bassin supérieur de l'Awash, a été découvert en 1963 par l'hydrogéologue Gérard Dekker. C'était alors le premier gisement éthiopien où se trouvaient réunis de très nombreuses pièces datant du Paléolithique inférieur. Dès 1965, Jean Chavaillon en organise les premières fouilles qui se poursuivent jusqu'en 1995. A partir de 1999, de nouvelles campagnes de prospection et de fouilles sont entreprises, sous la direction de Marcello Piperno, de l'Université 'La Sapienza' de Rome et dans le cadre du GDR 1122 du CNRS *Hommes et volcans avant l'Histoire* et du contrat Région Aquitaine « Origines » dirigés par Jean-Paul Raynal.

L'obsidienne de Melka Kunturé a été utilisée jusque dans les périodes historiques (Chavaillon & Piperno, 2004). Si celle des sites du Paléolithique inférieur a fait l'objet d'études détaillées des points de vue typologique et technologique (Chavaillon & Piperno, 2004), il n'existait, à l'aube des années 2000, qu'une seule étude de provenance, ne portant que sur quelques éléments (Muir & Hivernel, 1976). La source primaire d'obsidienne la plus proche est le petit massif volcanique de Balchit à près de 7 km au nord de Melka Kunturé. Cependant, les alluvions quaternaires de l'Awash et de ses tributaires renferment de nombreux blocs d'obsidienne, qui ont pu constituer des sources secondaires tout à fait exploitables (voir plus loin).

Les recherches de provenance de l'obsidienne de Melka Kunturé ont véritablement commencé depuis moins de cinq ans, avec les travaux de Poupeau *et al.* (2004) et Negash *et al.* (2006). Nous nous sommes inscrits dans ce mouvement dès 2005 (Raynal *et al.*, 2005 ; Bulgarelli *et al.*, 2006 ; Le Bourdonnec *et al.*, 2007). Nous présentons dans ce chapitre notre contribution à la cartographie et à la géochimie des sources primaires et secondaires proches de Melka Kunturé et à la provenance de pièces archéologiques extraites de sédiments fluviatiles quaternaires anciens de Simbiro III.

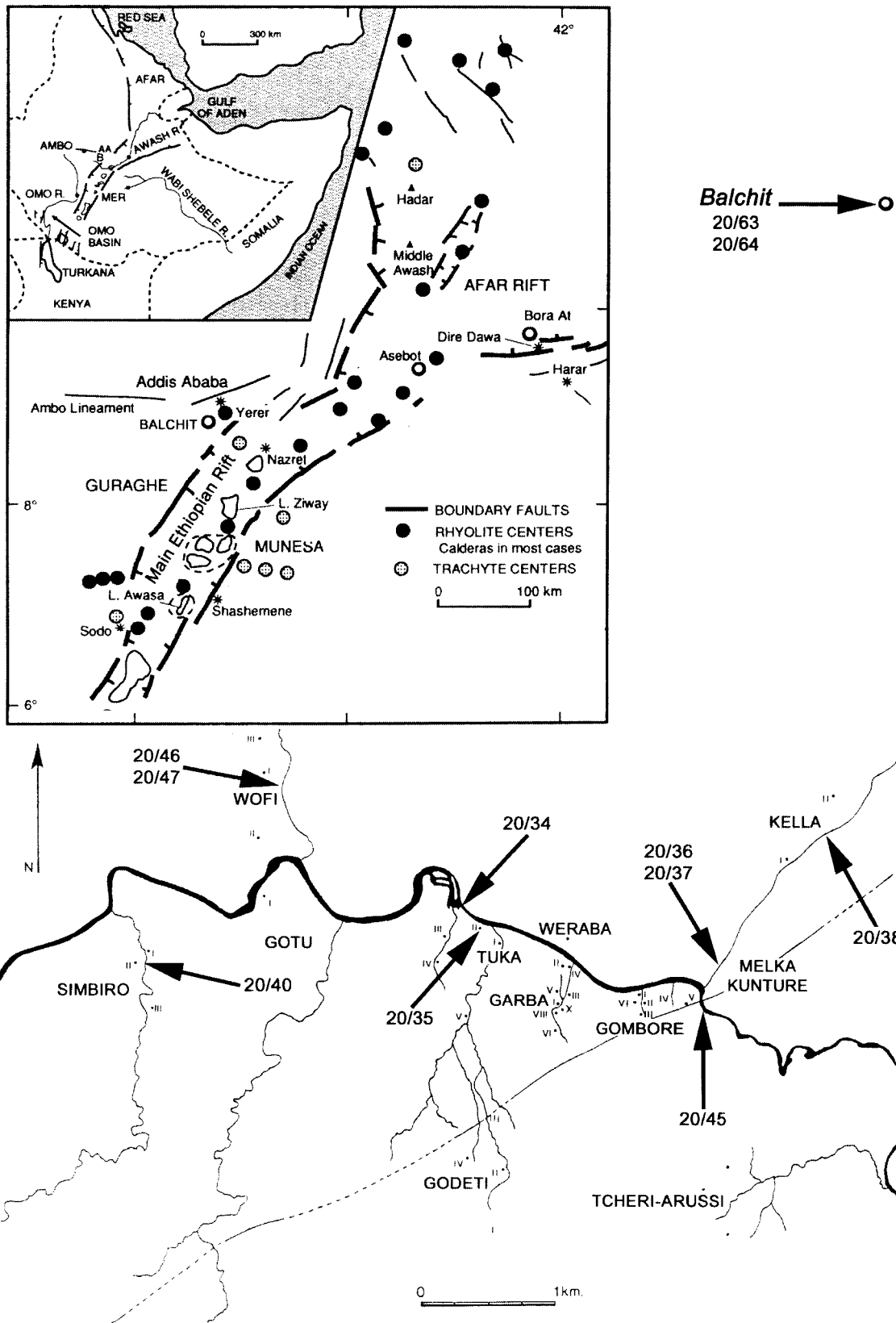


Figure XII.1 – Cartes montrant la localisation des sites de Melka Kunturé et du Massif de Balchit. Les numéro indiqués sur la carte correspondent aux échantillons analysés préalablement par ICP-MS (d'après Poupeau et al., 2004).

## XII.1 Contexte géologique et échantillonnage

### XII.1.1 Le massif de Balchit

Le massif volcanique de Balchit est situé sur la bordure ouest du principal rift éthiopien. Il fait partie intégrante des centres d'émission de la formation du *Wachacha* sur la marge Pliocène du rift. Récemment, son âge a été établi à  $4.37 \pm 0.07$  Ma par des mesures K-Ar (Chernet *et al.*, 1998). Le massif est un dôme-coulée qui offre une large variété de faciès éruptifs. Il est le mieux exposé sur sa bordure NNE, au niveau d'un ravin de plusieurs mètres de profondeur. On y observe des laves à structures fluidales (Photographie XII.1), presque toujours verticales et qui pourraient marquer un flux extrusif ou souligner une rampe dans la coulée. Perlites et lythophyses<sup>f</sup> grisâtres à blanches sont abondantes dans de fines bandes de lave que l'on retrouve parfois associées à l'obsidienne. Les lythophyses se retrouvent aussi sous la forme de larges sphérulithes de feldspath ou de verre dévitrifié (Photographie XII.2 et XII.3).

L'obsidienne se rencontre sous forme de larges plages qui fournissent des blocs décimétriques sous l'action de l'érosion. La couleur dominante est noire, mais des faciès localement bleus, verts, rouges ou beiges ont pu être observés et échantillonnés. Les blocs non altérés permettent toujours d'obtenir de belles cassures conchoïdales avec des éclats qui peuvent être plus ou moins transparents. Ces obsidiennes présentent une composition calco-alcaline (Muir & Hivernel, 1976).

Nous avons relevé et échantillonné les affleurements d'obsidienne du massif de Balchit. La Figure XII. 2 présente la première cartographie des sources primaires du massif, dans lequel quarante-quatre échantillons ont été prélevés pour analyse lors de la campagne de 2004.

### XII.1.2 Le site de Simbiro

Le site de Simbiro III a été identifié pour la première fois par Maurice Taieb. Il est situé à 5 km à l'ouest de Melka Kunturé sur un tributaire de rive droite de l'Awash.

Les échantillons analysés proviennent d'une section de formation fluviale recoupée par l'érosion. Vers la base de cette coupe, deux niveaux B et C sont riches en obsidienne sous la forme de fragments divers, travaillés ou non par l'Homme.

Le niveau inférieur C comporte presque exclusivement des objets en obsidienne, et ils y sont de dimensions assez grandes. Il est séparé du niveau à obsidienne supérieur (B) par une couche de matériel volcano-sédimentaire de près d'un mètre. Dans ce dernier, les obsidiennes sont beaucoup moins nombreuses et sont en moyenne plus petites.

---

f. Formation cristalline sphérique.



J.-P. Raynal - F.-X. Le Bourdonnec ©

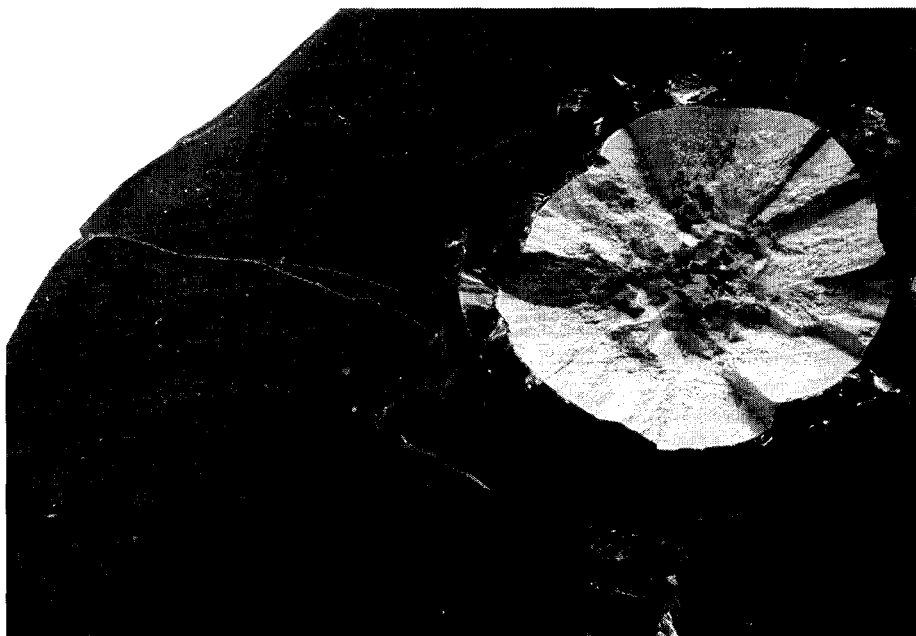


*Photographie XII.1 – Détail d'une structure fluidale.*

J.-P. Raynal ©



*Photographie XII.2 – Perlites et lythophyses associées à l'obsidienne.*



J.-P. Raynal ©

*Photographie XII.3 – Sphérulithe de dévitrification caractéristique de l'obsidienne de Balchit.*

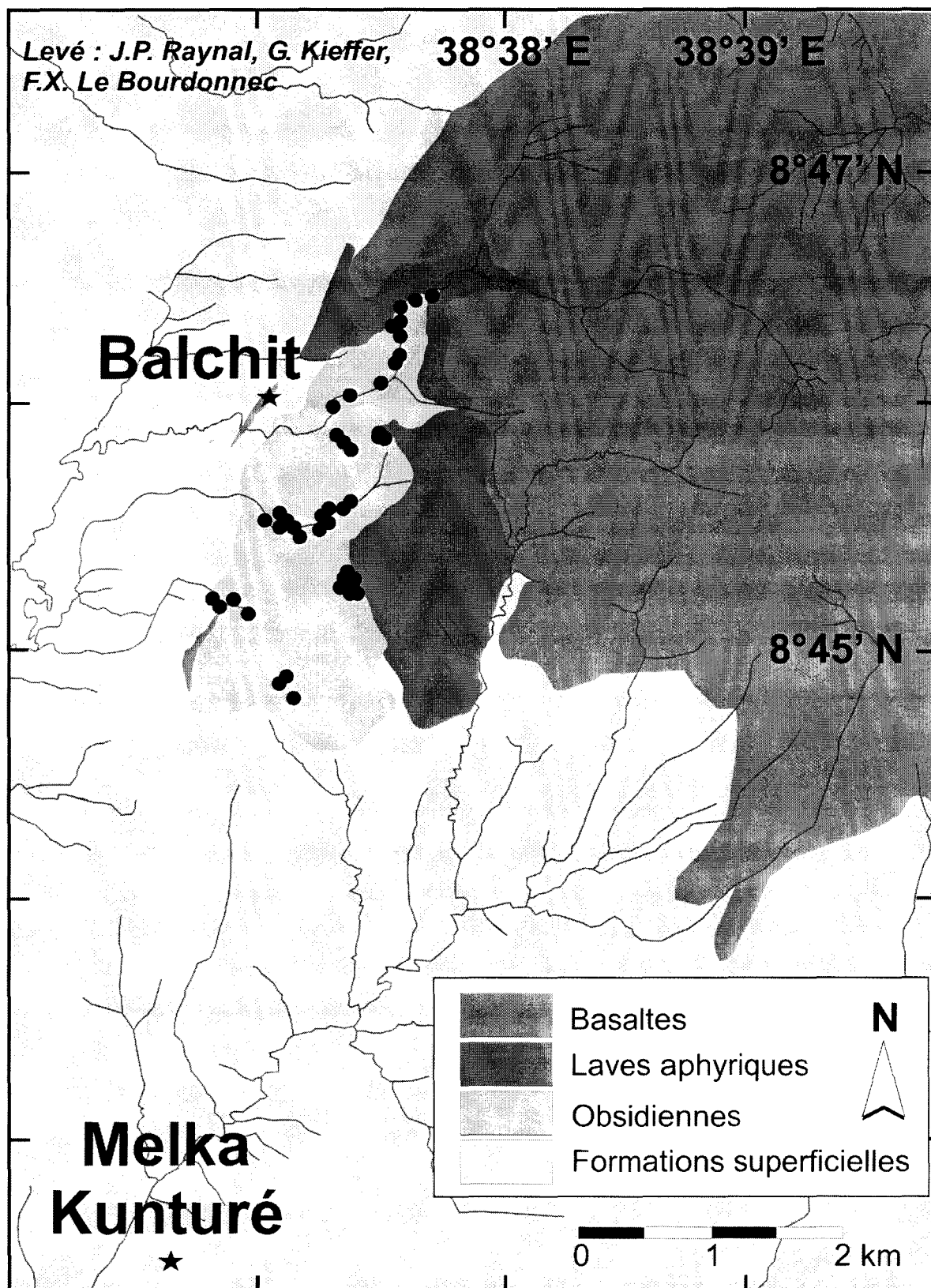


Figure XII. 2 – Carte géologique schématique du massif de Balchit et localisation des échantillons prélevés dans le cadre de ce travail (●).

*Tableau XII.1 – L'échantillonnage des obsidiennes de Simbiro III.*

Échantillons Simbiro III	Description
<b>Niveau C</b>	
Simbi3C-1	Fragment d'objet
Simbi3C-2	Éclat retouché
Simbi3C-3	Fragment d'objet retouché
Simbi3C-4	Fragment d'objet
Simbi3C-5	Naturel
Simbi3C-6	Fragment d'objet
Simbi3C-7	Naturel
Simbi3C-8	Débris
Simbi3C-9	Débris
Simbi3C-10	Naturel
<b>Niveau B</b>	
Simbi3B-1	Éclat
Simbi3B-2	Éclat
Simbi3B-3	Débris
Simbi3B-4	Galet
Simbi3B-5	Galet
Simbi3B-6	Débris
Simbi3B-7	Débris
Simbi3B-8	Galet
Simbi3B-9	Débris
Simbi3B-10	Biface cassé

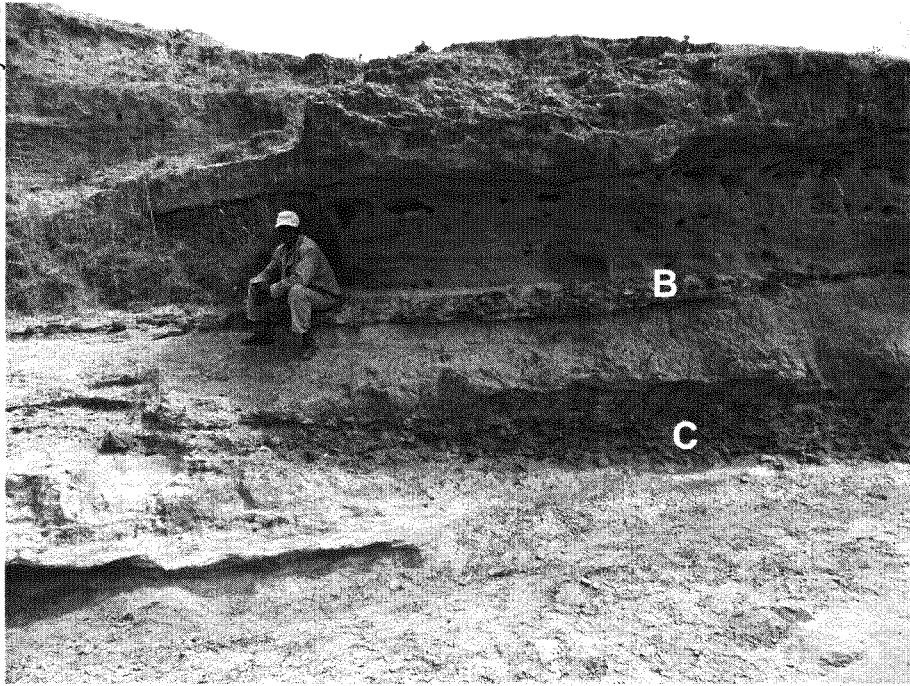
On estime que le dépôt des couches B à C se situerait vers 1 Ma, par corrélation régionale (Raynal, comm. pers.), à confirmer par la datation directe des tufs sommitaux de la séquence.

Nous avons prélevé 10 échantillons dans chacun des niveaux B et C (Photographie XII.4 et XII.5, Tableau XII.1).

## **XII.2 Méthodes et Résultats**

Tous les échantillons prélevés au cours de ce travail ainsi que les onze échantillons précédemment analysés par Poupeau *et al.* (2004) par ICP-MS pour la détermination des éléments traces ont été envoyés sous forme de sections polies à l'IFREMER de Brest pour la détermination à l'aide d'une microsonde électronique (CAMECA SX50) de onze éléments majeurs et mineurs. Ces derniers échantillons comprenaient neuf obsidiennes prélevées respectivement dans différentes alluvions de l'Awash et dans une source primaire de Balchit (Figure XII.1). Les analyses

J.-P. Raynal ©



*Photographie XII.4 – La coupe de Simbiro III montrant les niveaux B et C.*



J.-P. Raynal - F.-X. Le Bourdonnec ©

*Photographie XII.5 – La base du niveau C.*

ont été effectuées par M. Bohn, en suivant le protocole expérimental décrit au chapitre III. L'ensemble des mesures a été réalisé à l'aide d'un faisceau défocalisé (~20 µm de diamètre). Vingt mesures ont été effectuées par échantillon. Les données complètes sont reportées dans l'annexe B. Nous donnons dans le Tableau XII.2 une version synthétique.

### *Les obsidiennes de Balchit*

La composition des obsidiennes primaires de Balchit présente certaines variations, comme le montre la Figure XII.3. Les teneurs en Mg et respectivement Al, Si, K, Ca et Fe varient en effet linéairement entre échantillons, indiquant que le magma qui a produit ces obsidiennes ne présentait pas une composition identique en tout point. Ces corrélations montrent un accroissement du composant 'mafique' (Mg, Fe, Ca), au détriment du 'pôle acide' Al, Si, K, c'est à dire sans doute en relation avec des proportions variables des cristaux mafiques (type pyroxènes)/feldspaths. Les autres éléments ne montrent pas de différence détectable entre échantillons. A l'échelle de quelques mètres, des différences de composition sensibles sont apparentes entre échantillons, alors qu'on peut trouver des obsidiennes de compositions 'identiques' en des points éloignés au sein du massif. Ces différences de composition sont donc sans rapport avec la situation d'une obsidienne au sein du dôme-coulée.

### *Autres échantillons*

Les vingt échantillons des niveau C et B de Simbiro III (ce travail) et les huit déjà analysés par Poupeau *et al.* (2004) suivent la même logique. D'une part les teneurs élémentaires présentent la même distribution que pour les obsidiennes de Balchit comme le montrent la Figure XII.4. D'autre part, les variations de teneurs en Mg, Al, Si, K, Ca et Fe entre échantillons s'inscrivent dans les linéarités définies pour Balchit (Figure XII.5).

Ces résultats suggèrent (i) que les obsidiennes des sources en positions secondaires pourraient ne provenir que du massif de Balchit, (ii) qu'on ne peut donc savoir si les hommes du Paléolithique ancien de Melka Kunturé ont prélevé leur matière première dans des sources secondaires proches ou/et à Balchit même, à moins de mettre en œuvre une étude détaillée des altérations des surfaces naturelles comme cela a été récemment proposé et appliqué avec succès pour le silex (Fernandes *et. al.*, 2007).

### *Comparaison avec les données antérieures*

À partir des données obtenues par ICP-MS sur les teneurs en éléments traces de neuf échantillons provenant de formations fluviales de l'Awash et de ses affluents, Poupeau *et al.* (2004) avaient inféré qu'il pouvait y avoir au moins quatre types, A à D, de compositions élémentaires. L'observation macroscopique de la seule obsidienne du type D (échantillon MK20/40) devait

*Tableau XII.2 – Données EMP-WDS synthétiques obtenues sur les obsidiennes de Balchit, Simbiro III et celles des alluvions de l'Awash.*

Échantillons	n		Na <sub>2</sub> O	MgO	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	SiO <sub>2</sub>	P <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	K <sub>2</sub> O	CaO	TiO <sub>2</sub>	Cr <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	MnO	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>
Balchit	46	moy.	3.96	0.08	13.35	75.85	< 0.03	5.22	0.58	0.19	< 0.04	< 0.05	0.93
		σ	0.06	0.04	0.06	0.31		0.07	0.08	0.01			0.24
Simbiro	20	moy.	3.97	0.09	13.33	75.72	< 0.03	5.19	0.60	0.19	< 0.04	< 0.05	1.03
		σ	0.03	0.04	0.06	0.26		0.04	0.07	0.01			0.17
	1		3.78	0.04	12.41	72.14	< 0.02	5.56	0.12	0.13	< 0.04	0.11	2.40
Alluvions*	8	moy.	3.81	0.08	13.29	75.61	< 0.03	5.21	0.57	0.19	< 0.04	< 0.05	1.00
		σ	0.26	0.05	0.06	0.32		0.05	0.09	0.01			0.26

n, nombre d'échantillons analysés ; moy., valeurs moyennes; σ, écart-type.

\* Obsidiennes des formations fluviales de l'Awash et de ses affluents à l'exception de MK 20/40 (voir texte).

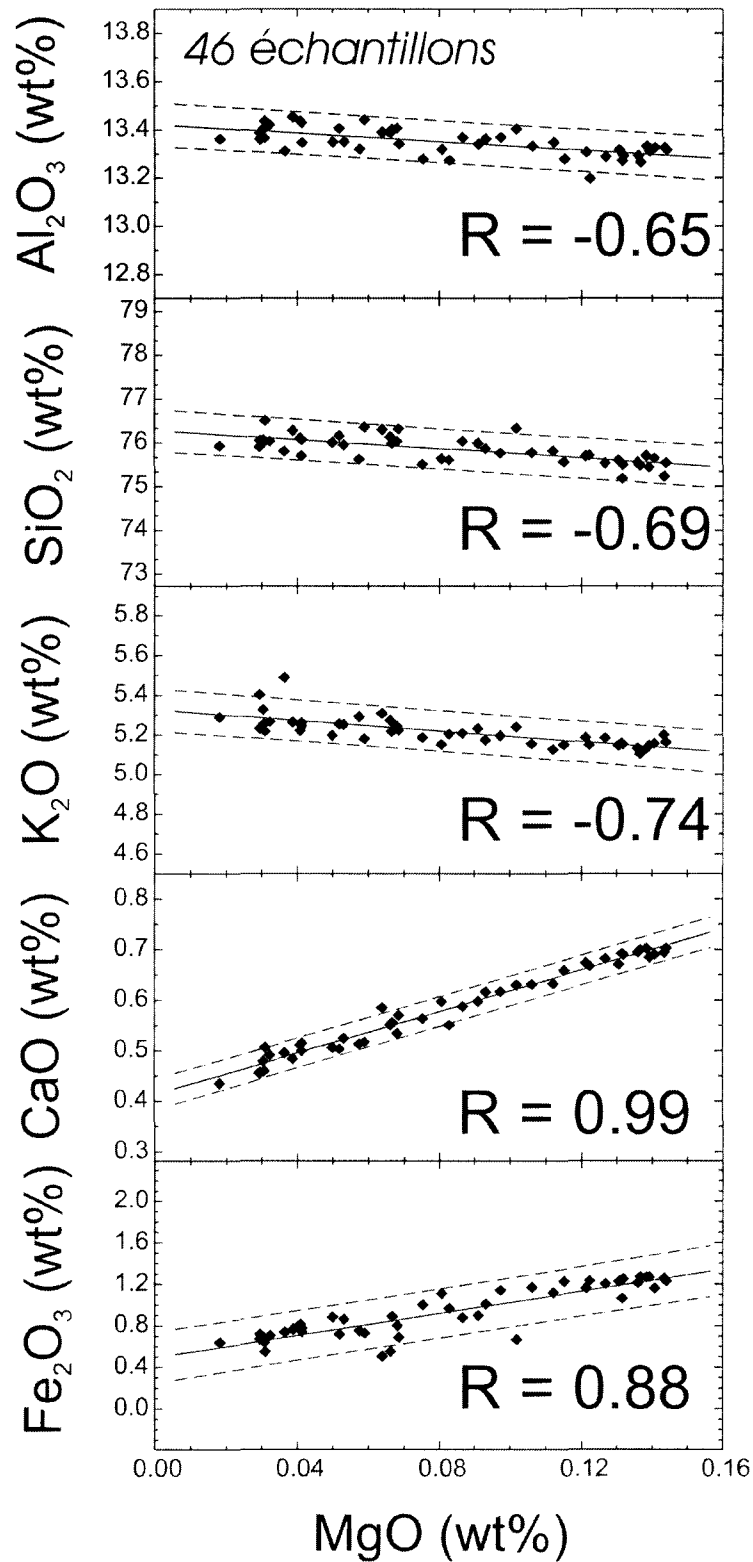


Figure XII.3 – Diagramme binaire comparant la teneur du Mg à celle de divers éléments déterminés par EMP-WDS ( $R$ : coefficient de régression). Les lignes en pointillé délimitent les intervalles de prédiction à 95%.



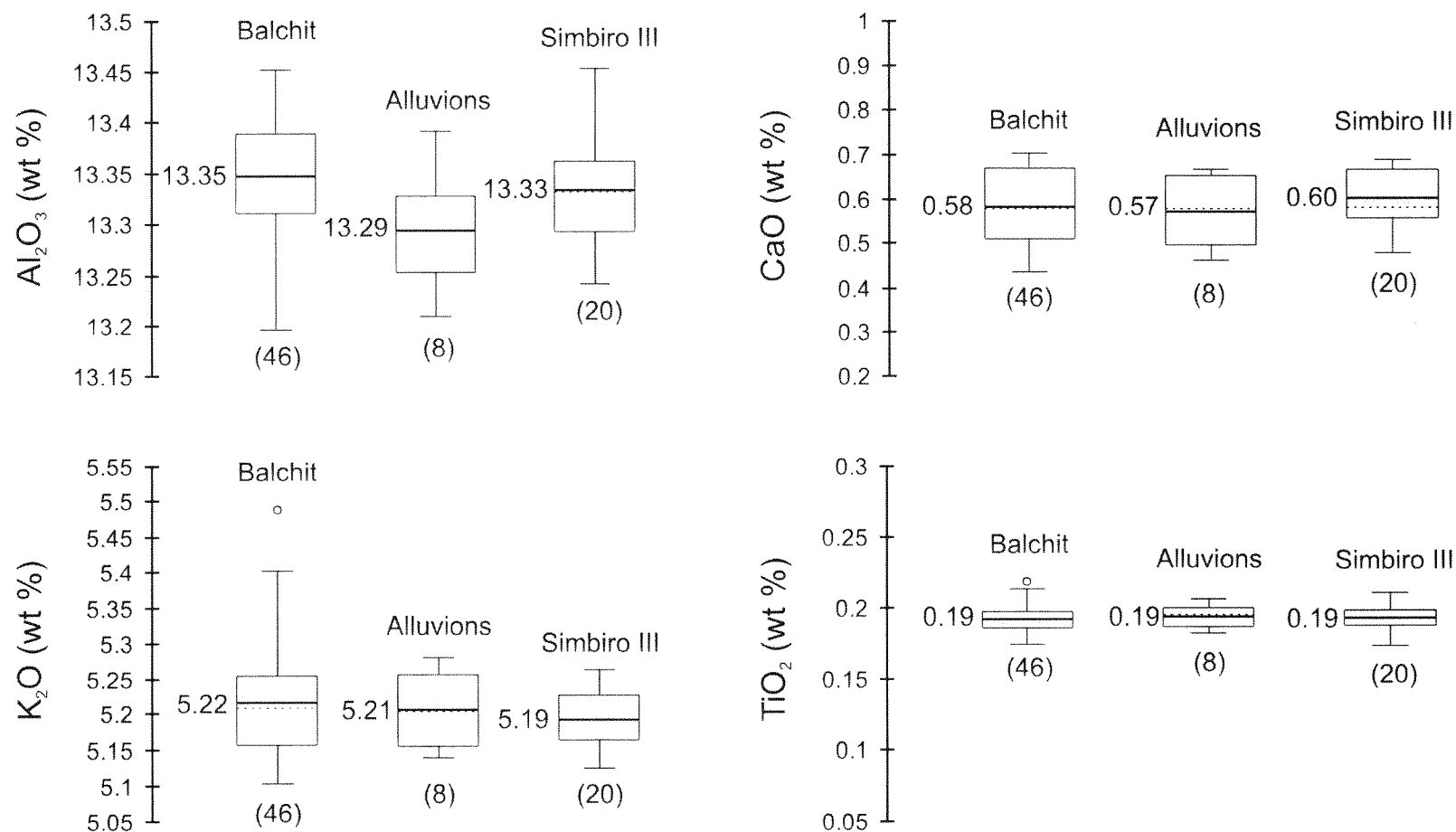


Figure XII.4 – ‘Box plot’ permettant une comparaison entre les teneurs élémentaires (wt%) des obsidiennes de Balchit, des alluvions et de Simbiro III, obtenues par EMP-WDS (entre parenthèses, le nombre d'échantillon analysés). L'extrémité basse de la boîte représente le premier quartile  $Q1$ ; la ligne en pointillé correspond à la médiane, la ligne épaisse à la moyenne et l'extrémité supérieure de la boîte au troisième quartile  $Q3$ . Les deux intervalles satellites sont définis à l'aide de  $Q1$  et  $Q3$ :  
 $IQ1 = [Q1 - 1.5 \times (Q3 - Q1), Q1]$ ;  $IQ3 = [Q3, Q3 + 1.5 \times (Q3 - Q1)]$

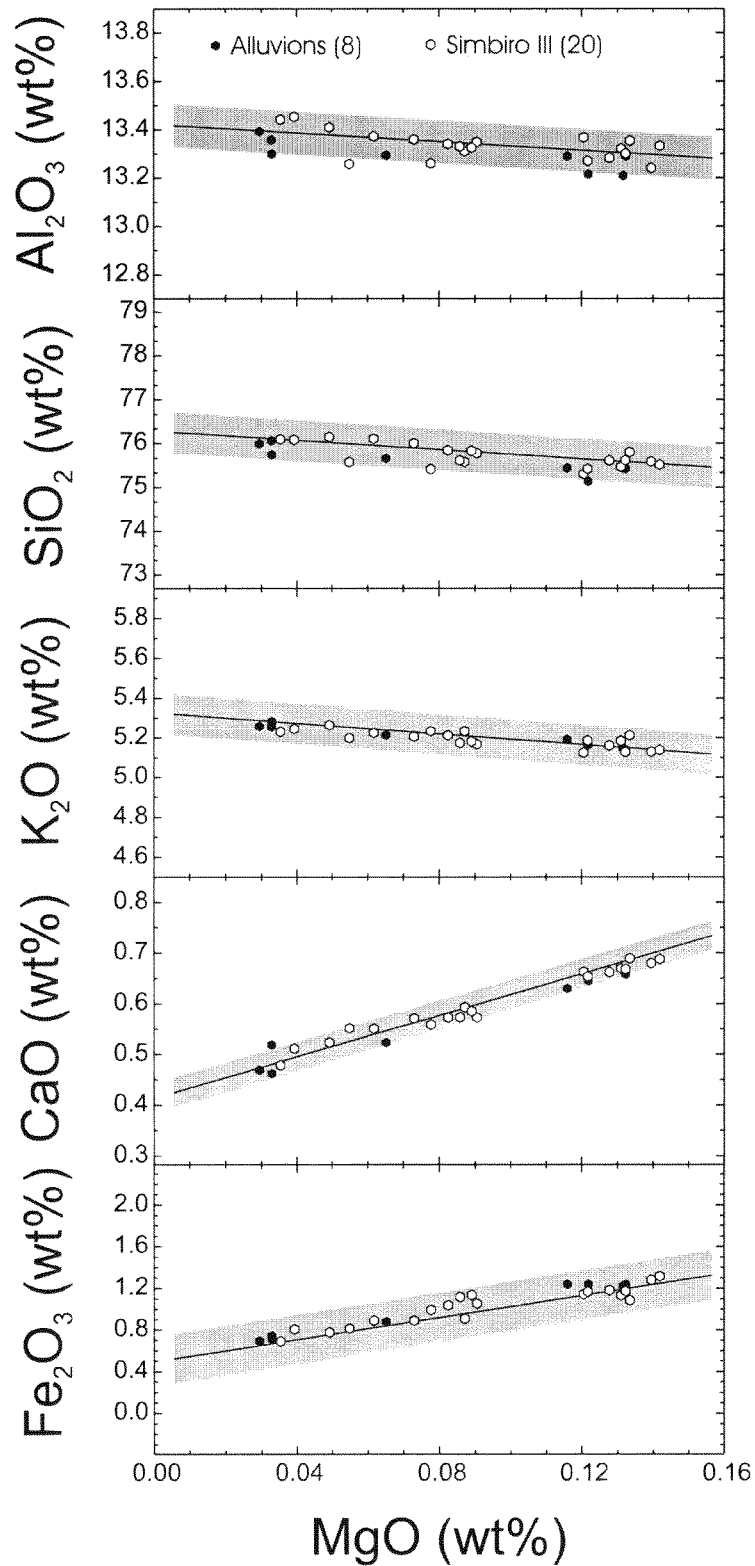


Figure XII.5 – Répartition des obsidiennes de Simbiro III et des alluvions dans les linéarités définies pour le massif de Balchit (voir Figure XII.4).

*Tableau XII.3 – Données EMP-WDS et ICP-MS des obsidiennes de la zone de Melka Kunturé. Les données ICP-MS sont issues de Poupeau et al. (2004) et de Poupeau (2007, comm. pers.).*

Élément	Balchit		Alluvions								
	MK	MK	MK	MK	MK	MK	MK	MK	MK	MK	MK
	2001/63	2001/64	20/34-2	20/36	20/38	20/45	20/46-3	20/47-1	20/35-5	20/37	20/40
EMP											
Na <sub>2</sub> O	3.74	3.82	3.85	3.96	3.97	3.90	3.18	3.97	3.90	3.79	3.78
MgO	0.14	0.06	0.03	0.07	0.03	0.13	0.12	0.03	0.13	0.12	0.04
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	13.33	13.32	13.30	13.29	13.39	13.21	13.29	13.36	13.29	13.22	12.41
SiO <sub>2</sub>	75.23	75.62	75.74	75.66	75.99	75.44	75.43	76.06	75.43	75.12	72.14
P <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	< 0.03	< 0.02	< 0.05	< 0.03	< 0.03	< 0.03	< 0.03	< 0.04	< 0.03	< 0.04	< 0.02
K <sub>2</sub> O	5.20	5.29	5.28	5.21	5.26	5.15	5.19	5.26	5.14	5.16	5.56
CaO	0.69	0.51	0.46	0.52	0.47	0.67	0.63	0.52	0.66	0.65	0.12
TiO <sub>2</sub>	0.18	0.19	0.20	0.18	0.20	0.19	0.21	0.20	0.19	0.19	0.13
Cr <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	< 0.03	< 0.02	< 0.03	< 0.03	< 0.03	< 0.02	< 0.03	< 0.03	< 0.05	< 0.06	< 0.04
MnO	< 0.04	< 0.05	< 0.05	< 0.06	< 0.05	< 0.06	< 0.04	< 0.04	< 0.07	< 0.06	0.11
Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	1.26	0.75	0.71	0.88	0.69	1.22	1.24	0.74	1.24	1.24	2.40
ICP-MS											
Co	0.84	0.87		0.84	0.76	0.82	0.86	0.89			4.49
Cu	2.75	2.92		2.78	3.21	3.14	3.07	3.11			6.69
Zn	37	38		48	37	38	41	40			108
Ga	18	18	18	18	17	17	17	18	19	19	23
Rb	180	179	193	182	167	171	174	185	196	136	139
Sr	71	70	63	69	65	67	67	73	61	20	20
Y	27	27	27	26	25	26	26	28	25	9	64
Zr	219	219	205	223	205	211	212	231	212	221	581
Nb	48	50	39	59	43	44	49	51	47	50	76
Ba	384	389	399	384	370	368	375	405	404	152	202
La	41.93	42.21	42.00	40.00	40.20	40.74	40.52	43.33	36.46	8.40	91.3
Ce	74.61	72.96	76.00	73.00	70.11	70.76	69.82	75.17	65.69	15.47	159
Pr	7.57	7.36	7.03	7.29	7.12	7.01	7.13	7.49	4.05	2.04	
Nd	22.66	22.31	22.00	22.00	21.71	21.47	21.80	23.62	12.58	7.35	70.09
Sm	4.07	3.94	3.85	3.85	3.91	3.76	3.89	4.19	2.58	2.00	12.69
Eu	0.45	0.45	0.44	0.45	0.43	0.43	0.45	0.43	0.12	0.02	1.01
Gd	3.81	3.82	3.25	3.73	3.46	3.69	3.72	3.81	2.31	2.14	11.21
Tb	0.66	0.66	0.62	0.66	0.67	0.64	0.63	0.65	0.43	0.41	1.90
Dy	4.19	4.17	4.15	4.18	4.23	4.14	4.03	4.35	2.87	2.86	11.08
Ho	0.94	0.93	0.88	0.88	0.90	0.89	0.91	0.94	0.61	0.62	2.35
Er	2.88	2.90	2.75	2.81	2.92	2.92	2.81	2.86	1.78	1.86	6.61
Tm			0.49						0.32	0.34	
Yb	3.28	3.29	3.16	3.20	3.24	3.24	3.16	3.27	2.01	2.20	6.67
Lu	0.51	0.52	0.50	0.51	0.52	0.50	0.50	0.52	0.32	0.35	1.04
Hf	6.00	6.09	5.66	5.85	6.03	6.02	5.95	6.24	2.39	2.45	13.30
Ta			1.85						3.56	1.90	
Pb			29.00						27.00	23.00	
Th	23.5	24.0	18.0		24.5	23.7	23.4	22.6	15.2	5.8	15.8
U	5.06	5.25	5.22		5.17	5.24	5.29	5.08	4.80	4.66	3.33

Les éléments déterminés par EMP-WDS et ICP-MS sont donnés respectivement en wt% et ppm.

*Tableau XII.4 – Comparaison des analyses réalisées par divers laboratoires sur les obsidiennes de Balchit.*

Méthode	n		TiO <sub>2</sub>	MnO	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Zn	Ga	Rb	Sr	Y	Zr	Nb
<i>Balchit (Éthiopie)</i>												
ED-XRF <sup>1</sup>	10	moy.	0.22	0.04	1.44	44	21	185	78	27	201	57
		σ	0.02	0.004	0.07	5	1	5	4	3	5	7
ICP-MS <sup>2</sup>	2	moy.	nr	nr	nr	37	18	179	70	27	219	49
EMP-WDS <sup>3</sup>	46	moy.	0.19	< 0.05	0.93	nr	nr	nr	nr	nr	nr	nr
		σ	0.01	-	0.24	-	-	-	-	-	-	-

n, nombre d'échantillons mesurés ; moy., moyenne ; σ, écart-type (1 sigma) ; nr, non recherché.

Les teneurs en oxydes sont en wt% et les teneurs en éléments en µg/g (ppm).

<sup>1</sup> Negash *et al.*, 2006

<sup>2</sup> Poupeau *et al.*, 2004

<sup>3</sup> Ce travail

montrer qu'il s'agissait d'une semelle d'ignimbrite, avec une composition unique en majeurs et mineurs (Tableau XII.1 et XII.3), en particulier par ses teneurs en Al, Si, K, Ca, Mn et Fe.

En revanche, aux variations observées dans les teneurs en éléments traces par Poupeau *et al.* ne correspond aucune différenciation par les éléments majeurs et mineurs des obsidiennes A, B et C. De futures analyses seront nécessaires pour discerner dans quelle mesure les variations en éléments traces suivent un continuum, comme pour les majeurs, où si les types proposés s'affirment.

Il est enfin à remarquer que les analyses d'obsidiennes de Balchit de Negash *et al.* par XRF (2006), de Poupeau *et al.* par ICP-MS (2004) et les nôtres par EMP-WDS comportent quelques éléments communs. Nous les avons reportés dans le Tableau XII.4. On constate l'excellent accord entre ces trois approches.

### **XII. 3 Conclusions**

Le secteur de Melka Kunturé n'est pas le seul en Ethiopie où le volcanisme associé au rifting ait produit de l'obsidienne. On en trouve par exemple à Assebot, au niveau d'un centre volcanique mio-pliocène, le long de la marge sud du rift de l'Afar à l'Est de Melka Kunturé, où les hominidés du Paléolithique inférieur ont aussi utilisé ces obsidiennes. Actuellement, ces obsidiennes sont étudiées du point de vue de leurs compositions élémentaires (Negash *et al.*, 2006a,b ; 2007) et de leurs âges de formation (Vogel *et al.*, 2006), à des fins d'utilisation dans les recherches de provenance. C'est donc tout un domaine qui est en train de s'ouvrir, sur le rayonnement de ces obsidiennes au moment de leurs plus anciennes utilisations par l'homme. Notre première contribution dans ce domaine a été exprimée dans diverses conférences (Raynal *et al.*, 2005 ; Bulgarelli *et al.*, 2006 ; Le Bourdonnec *et al.*, 2007), dans ce chapitre et dans le suivant.

## Chapitre XIII

# OBSIDIAN EXPLOITATION AND UTILIZATION DURING THE OLDOWAN AT MELKA KUNTURE (ETHIOPIA)

*Sous presse dans : Multidisciplinary Approaches to the Oldowan, E. Hovers & D. R. Braun Eds, Vertebrate Paleobiology and Paleoanthropology Book Series, Springer.*

### MARCELLO PIPERNO<sup>1</sup>

*Dipartimento di Scienze Storiche, Archeologiche e Antropologiche dell'Antichità,  
Università di Roma "La Sapienza"  
Via Palestro, 63 – 00185 Roma, Italy  
m.piperno@tin.it*

### CARMINE COLLINA<sup>2</sup>

*Université de Provence (Aix-Marseille I)-CEPAM, CNRS, ; MSH de Nice  
250 rue Albert Einstein, bât. 1, 06560 Valbonne, France  
Dipartimento di Scienze Storiche, Archeologiche e Antropologiche dell'Antichità,  
Università di Roma "La Sapienza"  
Via Palestro, 63 – 00185 Roma, Italy  
barnum\_it@yahoo.fr*

### ROSALIA GALLOTTI<sup>3</sup>

*Dipartimento di Scienze Storiche, Archeologiche e Antropologiche dell'Antichità,  
Università di Roma "La Sapienza"  
Via Palestro, 63 – 00185 Roma, Italy  
rosaliagallotti@yahoo.it*

### JEAN-PAUL RAYNAL<sup>4</sup>

*CNRS, UMR 5199 PACEA, IPGQ, Université de Bordeaux 1  
Bâtiment B18, avenue des Facultés, 33405 Talence, France  
jpraynal@wanadoo.fr*

### GUY KIEFFER<sup>5</sup>

*22 rue Paul Gaubin, 63450 Le Crest, France et UMR 6042 CNRS*

### FRANÇOIS-XAVIER LE BOURDONNEC<sup>6</sup>

*Institut de Recherche sur les Archéomatériaux, UMR 5060 CNRS-Université Bordeaux 3  
Maison de l'Archéologie, Esplanade des Antilles, 33607 Pessac, France  
francois.lebourdonnec@etu.u-bordeaux3.fr*

### GERARD POUPEAU<sup>7</sup>

*Institut de Recherche sur les Archéomatériaux, UMR 5060 CNRS-Université Bordeaux 3  
Maison de l'Archéologie, Esplanade des Antilles, 33607 Pessac, France  
g.poupeau@u-bordeaux3.fr*

### DENIS GERAADS<sup>8</sup>

*UPR 2147 CNRS  
44 rue de l'Amiral Mouchez, 75014 Paris, France  
dgeraads@ivry.cnrs.fr*

**Keywords:** Oldowan, Melka Kunture, obsidian, exploitation strategies

### ***Abstract***

The Oldowan assemblages of Melka Kunture represent the earliest known example of obsidian utilization. The proximity of primary and secondary sources of Balchit obsidian, a high quality raw material easily available in large quantities, is a unique situation among East African Oldowan sites. Obsidian represents a large component of lithic assemblages at Melka Kunture, not only during the Oldowan but during the Acheulian times as well. Other volcanic rocks are incorporated into the technological system at Melka Kunture such as basalts, ignimbrites, trachytes and trachybasalts, which represent completely different characteristics for knapping.

### **Introduction**

With a few exceptions, the exploitation of obsidian at Melka Kunture can be considered as a leitmotiv for more than 1.7 million years, because it represents the first utilization of this material during the Oldowan. Sites of various ages including Oldowan sites (Karre I, Gombore I, Garba IV, Gombore Iy), Acheulian and the Middle Stone Age sites (Garba XIII, Simbiro III, Gombore II, Garba III), with ages ranging between 1.7 and 0.2 Ma, show that obsidian was an important component of the lithic assemblages (Figure 1a). During the Later Stone Age and in recent times obsidian became the dominant raw material (Chavaillon et al., 1979; Chavaillon and Berthelet, 2004; Chavaillon and Piperno, 2004).

The obsidian-dominated Oldowan assemblages of Melka Kunture represent the earliest known example of utilization of this raw material. At Balchit, 7 km North of Melka Kunture on the western border of the Main Ethiopian Rift, the primary source of obsidian is a dome-flow which belongs to the Pliocene rift margin silicic centres of the Wachacha Formation. However, Quaternary alluviums constitute rich and numerous secondary sources in the area (Poupeau et al., 2004).

East Africa is one of the few geographic areas with abundant obsidian sources. Apart from the Ethiopian evidence, most of the sources are located in Kenya, close to the Lake Naivasha basin and Mount Eburru. Potential, but apparently relatively minor sources of volcanic glass are present in the northern portions of Kenya, east of Lake Turkana and in the southern end of the Suguta Valley (Watkins, 1981). The southern Kenyan rift zone and northern Tanzania near Mount Kilimanjaro may also have been a significant source of obsidian (Merrick and Brown, 1984).

The exploitation of obsidian is more or less continuous at Melka Kunture throughout the Acheulian. Otherwise it is known from only two other Acheulian sites that record the use of obsidian - Kariandusi and Kilombe, around 0.7 Ma. However, even Kilombe only records a few pieces of worked obsidian. Obsidian represents approximately 15% of the industry at Kariandusi (Gowlett, 1993; Gowlett and Crompton, 1994). From the Middle Stone Age onwards, obsidian

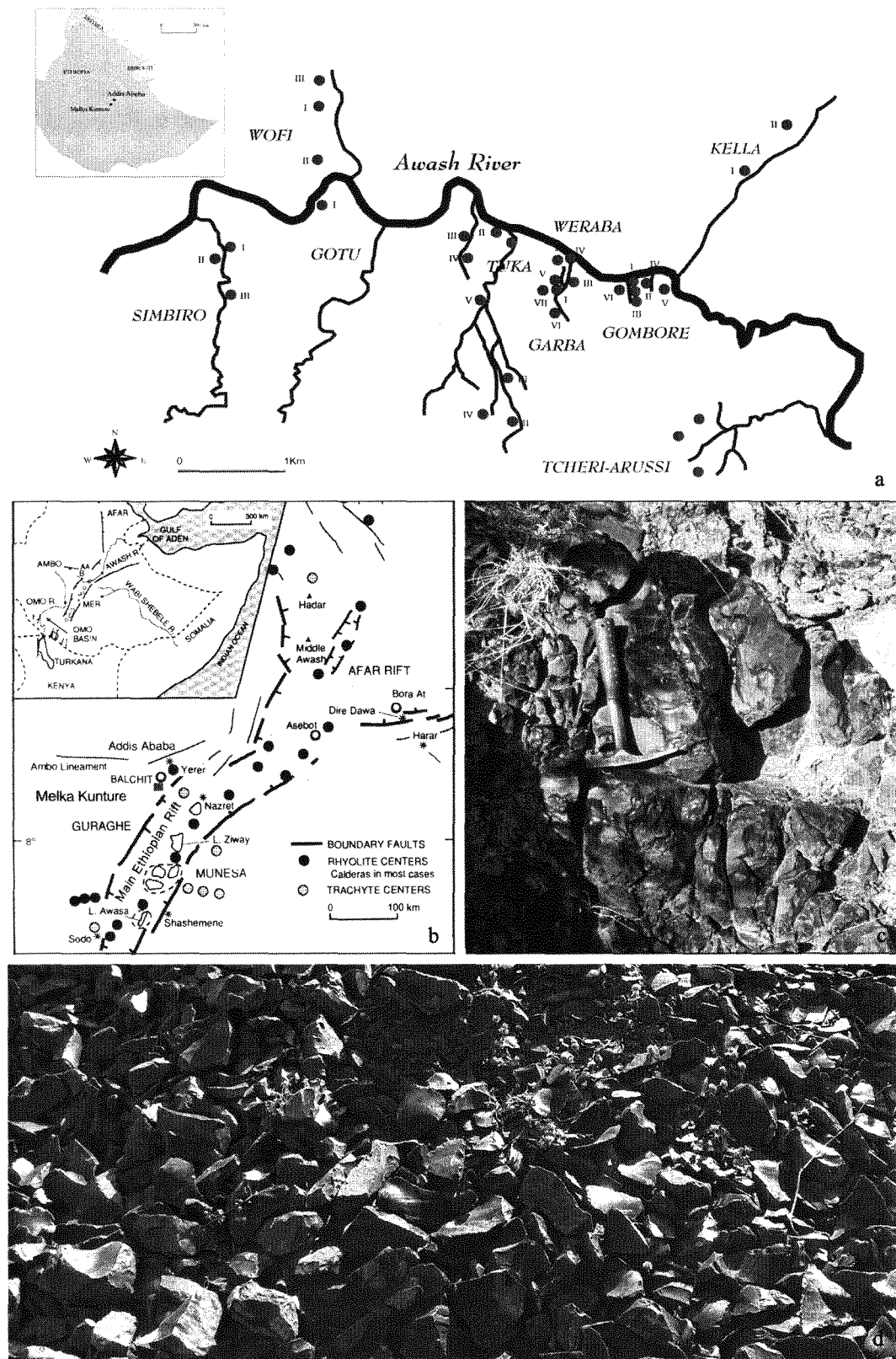


Figure 1. a: location of the Melka Kunture sites; b: location of the Balchit obsidian outcrops (general setting after Woldegabriel et al., 1992); c: unweathered massive obsidian; d: view of obsidian debris at Balchit locality.



was frequently utilized in almost all East African sites (Merrick et al., 1994) and is generally dominant in Later Stone Age lithic assemblages in the region.

The physical properties of obsidian, in particular its mode of fracture, make it particularly suitable for the manufacture of many types of tools. In the case of Melka Kunture, the volcanic rocks utilized for knapping were different types of basalts, ignimbrites, trachytes and trachybasalts on one hand and obsidian on the other hand. These two groups of raw materials represent completely different qualities for stone knapping. This unique situation raises a series of questions and could add to the current debate on the criteria that identify the Oldowan Industrial Complex (Texier, 1995, 2005; de la Torre et al., 2003; Martinez-Moreno et al., 2003; de la Torre, 2004; Delagne and Roche, 2005; de la Torre and Mora, 2005; Stout et al., 2005; Bishop et al., 2006).

### **Geological background**

The sites of Melka Kunture are localized in a demi-graben depression that belongs to the Upper Awash basin on the Ethiopian Plateau (Figure 1b). The basin surface area is around 3,000 km<sup>2</sup> and it is delimited by Pliocene volcanoes. The main volcanic centers are Wachacha and Furi in the north, Boti and Agoiabi in the south. Its eastern limit is marked by the main graben of the Ethiopian Rift belonging to the large East African rift system (Mohr, 1999). The Melka Kunture area is made up of valleys whose inner terraces resisted erosion. The visible thickness of these deposits is around 30 m, but the cumulative thickness of the various levels is about 100 m. A recent structural, tephrostratigraphic and lithostratigraphic approach provides new insights into the evolution of the environmental background for hominin activities in this area (Bardin et al., 2004; Kieffer et al., 2002, 2004; Raynal and Kieffer, 2004).

Volcanism in the Melka Kunture region was characterized by multiple eruptions, correlated with the Mio-Plio-Pleistocene evolution of the Ethiopian Rift. Ancient episodes of this event are represented on the landscape as basaltic hills. With the exception of the products of the initial local eruptive manifestations, the secondary basaltic flows originated from volcanoes several tens of kilometres away from the site. The volcanoes were mostly explosive, as indicated by the differentiated nature of the magmas. Beginning about 4 or 5 Ma ago, these volcanoes underwent multiple eruptions. Some of the pyroclastic material arrived directly to localities that later became occupied by hominins. In particular various ignimbrites, aerial ash and pumiceous fallouts from repeated phreato-magmatic eruptions fell on the sites. These types of eruptions have a high destructive strength. The periods of human occupation post-date these large eruptions that produced the wide sheets of welded ignimbrites. Nevertheless, very violent late eruptions have on several occasions completely erased any evidence of the presence of hominins along the course of the Upper Awash.

The valley of the Awash River has been a focus of hominin occupation since 4 to 5 Ma. The Awash regularly re-established its course after each important volcanic episode and each time established a new basal level of erosion. The water flow of this river and its tributaries provided the sedimentary context of reworked volcanic materials that buried and preserved the archaeological sites within the Melka Kunture Formation. This sedimentation was a consequence of the reactivation of the border faults that provoked on several occasions the subsidence of the demi-graben. This process of burial was assisted by the input of pyroclastic materials during eruptions. The influx of sediment considerably increased the river's bed load. However, this cycle was largely controlled by the level of the Awash sill, at the exit of the basin. This may have remained high for a long period of time, reducing the likelihood of local erosion. Its position upstream of the river gorges separated it until recently from the regressive erosion processes. The alluvium of the right bank tributaries demonstrate an evolution in time related to the different geodynamic phases of the Melka Kunture fault and the associated volcanism. Those of the left bank recorded the different stages of dismantling of superficial formations covering the part of the valley between Melka Kunture and the Wachacha volcanic center.

### **The volcanic raw materials**

The lavas found near Melka Kunture are associated with the different volcanic episodes that occurred in the area over the last several million years. These lavas are abundant in the alluvial sediments of the Awash River and its tributaries in the vicinity of Melka Kunture. Moreover, the less fragile facies of the lavas cobbles are preserved in the different archaeological sites. We have identified (Kieffer et al., 2004): aphyric to porphyric basalts, microdoleritic basalts, trachy-basalts, trachy-andesites, trachytes, rhyolites including obsidian and various welded ignimbrites. We note here a magmatic bimodality, with melanocratic basalts on one hand and trachytes/rhyolites on the other. The intermediary facies seem less well represented, which is consistent with the regional magmatic phases (Woldegabriel et al., 1992; Chernet et al., 1998). The different volcanic rocks have been introduced into the sites as cobbles, fragments or blocks. Rare small-sized flint and opal fragments are known, which are suitable for small tool shaping. These most probably correspond to precipitations of amorphous silica from hydrothermal circulations directly linked to volcanism. Among these different raw materials the use of obsidian is a distinctive feature of the Oldowan assemblages of Melka Kunture. The closest primary obsidian sources are known at Balchit, seven kilometres north of the site.

The obsidian dome-flow of Balchit is spotted by extended flaking areas where cores, flakes, blades and debris have been accumulated on several thousands of square metres since prehistoric times. The first studies of the Balchit area and of the obsidian Later Stone Age assemblages were conducted in 1973 and in 1976 (Chavaillon, 1976; Hivernel, 1976; Hivernel-Guerre, 1976; Soulier, 1976). Since 1999, special attention was paid to obsidian artifacts and their primary

and secondary sources. Analyses were performed on several obsidian samples from various sites including the outcrops of Balchit and reworked debris or pebbles and cobbles from different alluvial formations of the Awash River and its tributaries (Poupeau et al., 2004; Raynal et al., 2005).

The massif of Balchit belongs to the Pliocene rift margin silicic centres of the Wachacha Formation, located on the western border of the Main Ethiopian Rift, in the Addis Ababa Rift Embayment (Figure 1b). Recently, the age of the massif has been established at  $4.37 \pm 0.07$  Ma by K-Ar measurements (Chernet et al., 1998). It is a flat dome-flow, outcropping over an area of about four square kilometres with a wide variety of eruptive facies. The formation is better exposed at the north-northeast limit of the outcrop, in a gully a few metres deep. A well developed fluidal structure, almost vertical, could possibly indicate an extrusive flow or represent ramp structures in a flow. Perlites and greyish to white lithophysae are abundant in a sometimes perlitised finely banded lava; the lithophysae are either spherulithic growths of feldspar or devitrified glass in which the original banding of the lava is still visible.

Amygdales up to 1 meter long of pure and massive obsidian are scattered among the lava dome-flow and preserved among the weathered rock (Figure 1c). The obsidian colour is dominantly black but locally blue, green, red and beige colours have been observed. It corresponds to an obsidian *sensu stricto*, and it is different from other volcanic glasses derived from quick cooling, such as the base of the nearby ignimbrites. The obsidian flow appears *in situ* only in peripheral banded and deformed facies found on the Jimjima plateau and close to the village of Balchit. The entire structure could have been transformed by pumice formation and devitrification in a bright and fluidal lava, where subsisted amygdales veins and blocks of this obsidian. The not weathered lava selected for knapping is massive, uniformly black and very finely banded and breaks easily with conchoidal fracture, giving more or less translucent flakes with excellent cutting edges.

The obsidians from Melka Kunture are of calc-alkaline composition (Muir and Hivernel, 1976). Four compositional types were recognized on the basis of concentrations derived from the ICP-MS analysis of 23 to 26 trace elements (Poupeau et al., 2004). Type A composition was isolated from two Balchit obsidians and six nearby samples from alluvial deposit of the Awash River. Three other samples from alluvial deposits have different compositions, labelled B, C and D. While the Type B composition differs from Type A group essentially by the content of rare earth elements (REE), Type C presents in general lower trace element content and Type D has a higher content of some trace elements, especially Y, Zr, Hf and the REE. More recently, Negash et al. (2006) analysed by XRF the composition of 10 Balchit obsidian samples. The contents obtained for Ti, Mn, Fe, Rb, Sr, Y, Zr and Nb are in excellent agreement with our Type A composition.

Thus to date, only one elemental composition was found for the 12 Balchit obsidians recently analysed by Poupeau et al. (2004) and Negash et al. (2006). The same composition was found for 10 artifacts from Gombore I and II and Garba IV (Negash et al., 2006) and two obsidians from alluvial deposits (Poupeau et al., 2003). These comparisons are significant, as an inter-laboratory comparison program in progress shows that these two groups of researchers obtain similar results on obsidians from various volcanic provinces (unpublished results). A comparison with the data by Muir and Hivernel (1976) would be more uncertain, although their results do not seem contradictory with a type A composition.

Further field sampling and analyses will be necessary to understand if the B and C types of composition reflect only minor variations in Balchit obsidians or if they have to be referred to yet unidentified sources upstream or on the left bank basin of the Awash River. The obsidian of Type D collected south of the Awash River in the Simbiro creek formation is a grey vitreous fluidal lava with a porphyric microstructure; quartz and feldspar crystals are oriented according to the fluidal structure. This material appears to have an ignimbrite facies and might be a bedsole rapidly cooled when in contact with the substratum. Similar ignimbrite facies were actually observed in this area.

Obsidian debris were widely distributed across the palaeo landscape in secondary sources (Figure 1d) as products of erosion from the primary source. Large blocks, cobbles, and gravels are found in Quaternary alluviums and in minor river beds and form secondary sources which were available for prehistoric groups.

### **The Oldowan sites**

The Oldowan sites discovered at Melka Kunture are Karre I, Gombore I, Gombore Iy and Garba IV, dated between 1.7 and 1.4 Ma (Schmitt et al., 1977; Westphal et al., 1979; Cressier, 1980). The localities of Karre I and Gombore Iy have been excavated over limited areas, respectively of around 10 m<sup>2</sup> and 12 m<sup>2</sup>. The sites of Gombore I and Garba IV, characterized by several archaeological layers that have been extensively excavated and investigated in greater detail (Chavaillon and Berthelet, 2004).

### ***Methodology***

In this paper we introduce the general features of the archaeological contexts related to the sites of Gombore I and Garba IV and give details of the preliminary results of a technological analysis of the lithic series of Layer E in Garba IV which results from the research carried out in 2005. The lithic assemblages of Gombore IB2 and of Garba IVD are presented using Leakey's (1971) typological scheme, successively revisited by Chavaillon et al. (2004). This scheme has been widely utilized during the eighties and nineties.

In the Tables 1 and 2 the term shaping refers to a “knapping operation carried out for the purpose of manufacturing a single artifact by sculpting the raw material in accordance with the desired form” (Inizan et al., 1999, p. 138). The category shaping products includes the types classified as tools on pebble (choppers, polyhedrons, spheroids, heavy end-scrapers, rabots, various pebble tools), handaxes and cleavers by Chavaillon et al. (2004). The technological analyses in progress will try to verify if these artifacts were indeed the products of the activities of shaping or instead the results (cores) of the activities of flaking. The word flaking is used in this paper as “an intentional flaking of blocks of raw material, in order to obtain products that will either be subsequently shaped or retouched, or directly used without further modification” (Inizan et al., 1999, p. 155).

The term percussion material refers to pebbles and cobbles with fairly numerous impact marks on one or several faces and to pebbles and cobbles with one, two, three or more fractures (Chavaillon, 1979; Chavaillon et al., 2004).

The classification used for Garba IVE lithic assemblage is necessarily different in consideration of the different methodological approach; it considers the description of the structural criteria identifying the reduction process (de la Torre, 2003; Delagne and Roche, 2005). Waiting for the completion of the technological study, the lithic assemblages of Gombore IB2 and Garba IVD currently are not comparable with that of Garba IVE from a technological point of view.

### ***Gombore I***

This site, discovered in 1965 by J. Chavaillon, was excavated up until 1982, reaching an exposure of about 250 m<sup>2</sup>. Various Oldowan layers were discovered. Layer B was divided into three sub-layers: the most important (B2) is, at various locations, separated from the underlying layer B3 by a layer of volcanic ash. Two limited excavations have been carried out at this site in order to reach layers C and D. A left distal humerus of *Homo erectus* was discovered in 1976 in the southern sector of the excavation (Chavaillon and Coppens, 1986). A total of 20,403 archaeological items have been discovered in B2, 10,411 (51%) of which are lithic artifacts, 1,832 (9%) faunal remains and 8,160 (40%) unmodified pebbles.

### ***Stratigraphy and environment***

The stratigraphy of the Gombore sequence has been recently re-examined (Raynal et al., 2004). The deposits at Gombore I belong to the lowest parts of the Melka Kunture Formation (Raynal et al., 2004), which consists mainly of the accumulation of pyroclastic air-fall and of pyroclastic material in secondary deposition within fluvial systems volcano-derived (Figure 2a). A test pit opened at Gombore I shows the deposits below archaeological layer B of Chavaillon's (2004) excavations. From top to bottom these consist of:

- Silty coarse sands, very poorly sorted with a multi-modal grain-size curve;
- A tuff unit between archaeological layers B2 and B3 was sampled by J. Chavaillon during his excavations at Gombore I. This silty-sandy tuffaceous material is a rhyolitic air-fall, quasi-identical to the “Grazia tuff” at the bottom of the Garba IV series (Raynal and Kieffer, 2004). The magnetic polarity of the tuff itself has not been established but units below and above show reverse polarity (Cressier, 1980) corresponding to the Matuyama Reversal Chron.

We assume that earlier units form the bottom of the visible series, even if there is no observed connection between these deposits and those preserved and observed along the Gombore Gully sections.

The palynological analysis, based on several samples from Units IB and IC (Bonnefille, 1976), clearly indicates thicket/scrub vegetation (bush) and the presence of a nearby forest. The percentage of *Juniperus* and *Podocarpus* pollens is high and these pollens are associated with those of high altitude thickets. The Gramineae represent 63% of the total pollens and the trees only 29%. Among the trees, *Juniperus* (80%) represents 21% of the total pollens while it accounts for only 1.5% nowadays. This indicates a humid climate, which cooled during the time of Gombore IB. A fragment of liana (*Cesalpinioxilon* sp.) was also recovered at the base of level B2.

The fragmentary nature of the materials made it difficult to identify all faunal fragments, yet several specimens were identified to family or species level. The site nevertheless yielded well-preserved specimens of hippopotamus (*Hippopotamus amphibius*) and suids (*Metridiochelus* and *Kolpochoerus*). There are also some remains of giraffe. Elephants (*Elephas recki*) and crocodiles are very rare. Bovids are abundant (*Connochaetes* cf. *gentryi* and *Damaliscus*) and equids are represented by *Hipparion*.

It is hard to draw precise biochronological estimations from this fragmentary fauna, but the *Connochaetes* is definitely not *C. olduvaiensis*, which appears at Olduvai Bed II, and reminds more of *C. gentryi* from earlier levels of Olduvai and the Turkana basin (Geraads et al., 2004). Based on the magnetostratigraphy and the faunal evidence, we place the age of Gombore I at 1.9-1.6 Ma.

#### *Lithic production*

The raw materials utilized for the lithic production (Figure 2b) consist of obsidian (19%) and other volcanic rocks previously described (81%).

A large part (58%) of the assemblage consists of percussion materials, namely cobbles and/or blocks of raw material with impact marks or fractures, whose anthropic origin is often difficult to identify. The most commonly used raw materials are the welded ignimbrites, various basalts and trachytes. Obsidian is extremely rare. The composition of the remaining part of the lithic assemblage is shown in the following table:

**Table 1. Gombore IB2: lithic assemblage components without percussion material**

Category	Obsidian			Others			Total	
	N	% in relation to the total of the category	% in relation to the total of the obsidian artefacts	N	% in relation to the total of the category	% in relation to the total of artefacts on other volcanic rocks	N	%
Shaping products	190	10	14	1719	90	57.9	1909	44.1
Cores	120	48	8.8	130	52	4.4	250	5.8
Flakes	726	46.5	53.3	835	53.5	28.1	1561	36
Retouched flakes	99	53.8	7.3	85	46.2	2.9	184	4.3
Tools on flake	172	48.5	12.6	183	51.5	6.2	355	8.2
Indeterminable fragments	54	77.1	4	16	22.9	0.5	70	1.6
<b>Total</b>	<b>1361</b>			<b>2968</b>			<b>4329</b>	

Excluding the percussion material, the obsidian constitutes 31.5% of the total lithic series and around 50% of each category, except for the shaping products (10%). The numbers of obsidian flakes and cores are more or less similar to those of other volcanic rocks. The production of obsidian flakes seems more or less equally related to shaping and flaking. Flakes of other volcanic rocks appear to be mainly the result of shaping. 51% of the flakes have been retouched and nearly half of them are on obsidian (Figure 3).

#### **Garba IV**

The site of Garba IV is located on the right bank of the Awash. The river has destroyed an unknown portion of the northern part of the site. The site, discovered by J. Chavaillon in 1972, was excavated from 1972 until 1982. The excavation and preliminary stratigraphic reconstruction allowed the identification of a sequence composed of five main archaeology-bearing stratigraphic units (C-G). The uppermost ones (C-D) were completely exposed, documented and removed.

In 1982 a 4 m<sup>2</sup> test trench was excavated below D in order to verify the thickness and nature of the underlying levels. Those were until then only seen in natural sections. An occupation level with fauna and lithic industry, corresponding to E, was reached about 60 cm below the base of D (Piperno and Bulgarelli, 2004). In this level, a fragmented mandible of a 2/3 years old *Homo erectus* child was discovered (Condemi, 2004).

A new series of excavations in 2005 explored E on a surface of 8 m<sup>2</sup> and F on a surface of 6 m<sup>2</sup>, allowing the clarification of the lower part of the Garba IV stratigraphic sequence.

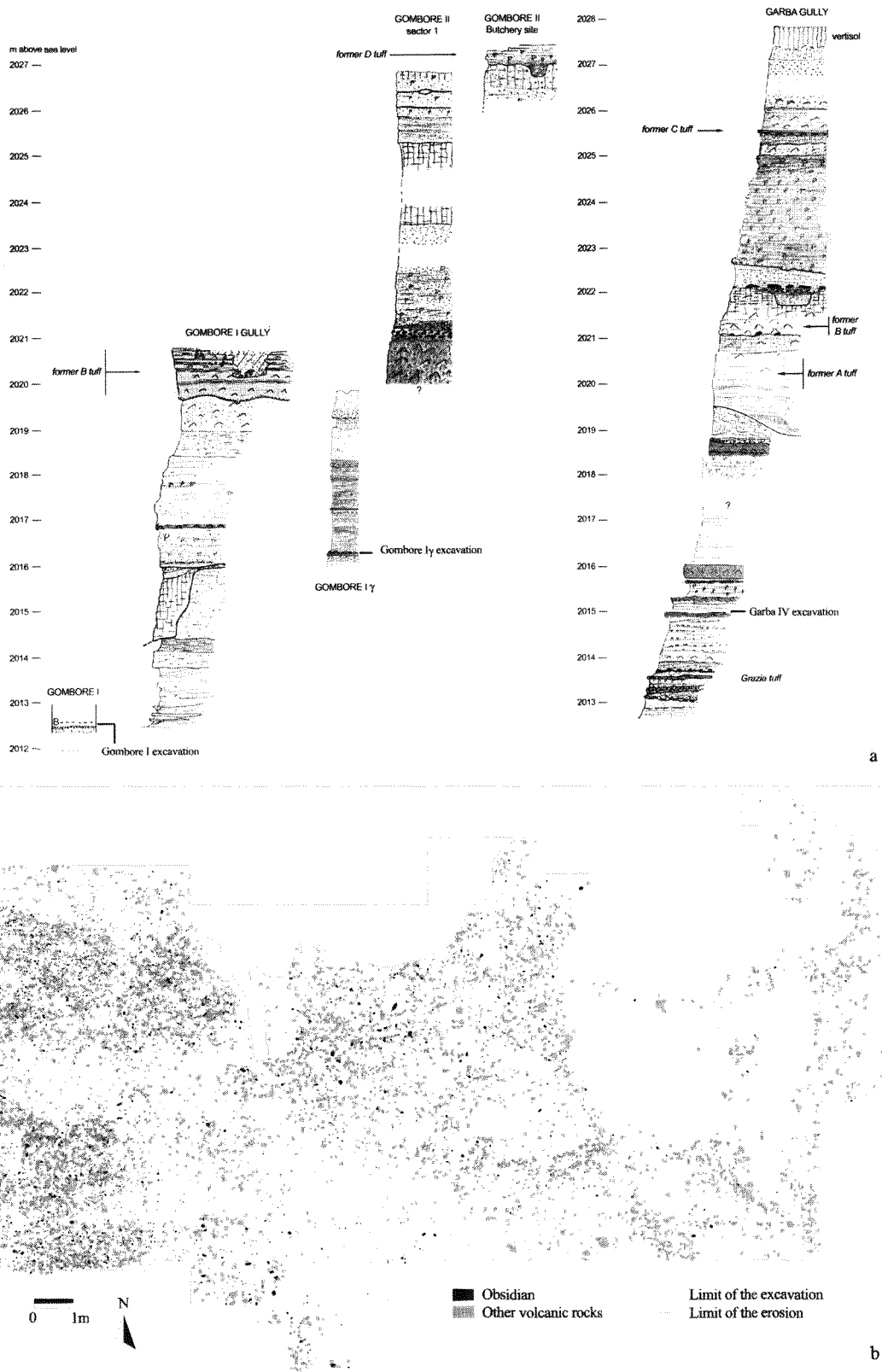


Figure 2. a: Gombore I series in the context of the Melka Kunture Formation; b: Gombore IB2, plan of the lithic artefacts.



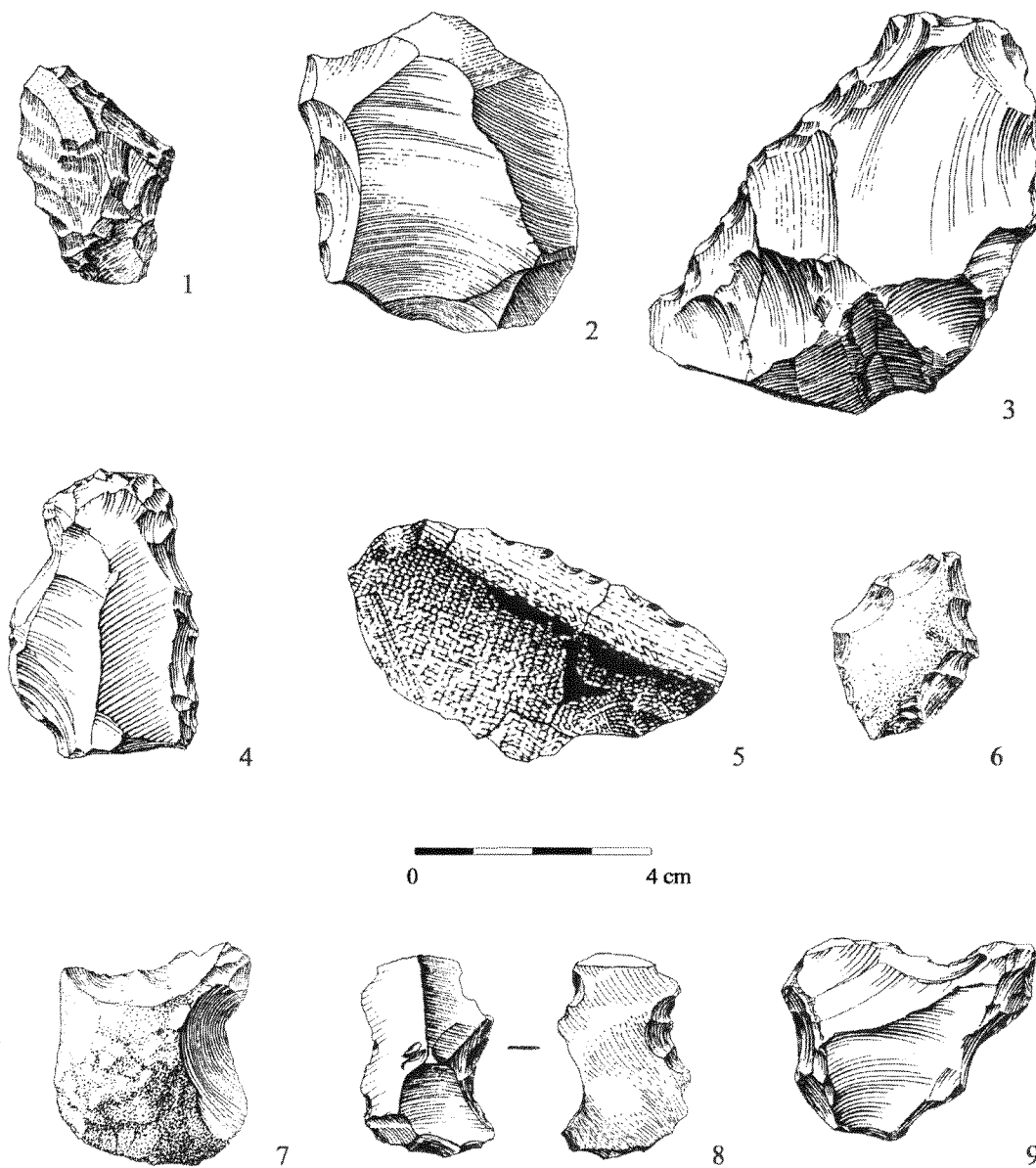


Figure 3. Gombore IB2. Obsidian. 1-3: straight simple side-scrapers; 4: convex simple side-scraper; 5: transversal convex side-scraper; 6: biconvex convergent side-scraper; 7-9: notches.

### *Lithostratigraphy*

Three stratigraphic units (1-3 from the bottom to the top) were recognized within the sedimentary fluvial series (Figure 4a) with a thickness of about 3 m (Kieffer et al., 2002; Raynal and Kieffer, 2004; Raynal et al., 2004).

*Stratigraphic Unit 1* at the base of the sequence is a layer of greenish silty sands, typical sediment gravity flow deposit, only the top of which has been excavated.

*Stratigraphic Unit 2* is divided into 10 sub-units. From bottom to top it consists of:

- 1 Silty sands of a sediment gravity flow deposit containing the lower archaeostratigraphic unit G.
- 2 Light-gray ashy sands indicative of sediment-gravity to plane-bed flow deposit.
- 3 Silty sand layer of plane-bed flow deposit.
- 4 More or less coarse sands.
- 5 Grey pumiceous silty sand layer which includes archaeostratigraphic units F and E.
- 6 Gravel layer with obsidian granules.
- 7 Pumiceous sand layer with coarsely stratified pumice, probably derived from a distant airfall ash.
- 8 White tuff of a distal direct airfall ash.
- 9 Fine sandy layer.
- 10 Green silty sands of sediment gravity flow deposit.

*Stratigraphic Unit 3* is composed of eight sub-units. From bottom to top those are:

- 1 A clast supported, massive gravel deposit that constitutes archaeostratigraphic unit D.
- 2 Upward refining (from coarse to fine) bedded sands.
- 3 Coarse massive sand containing archaeostratigraphic unit C.
- 4 Coarse sands and gravels with fine interbedded stratification, cradle and lenses, which indicate a lateral evolution of ephemeral shallow channels.
- 5 A cineritic layer of irregular thickness.
- 6 A layer of redeposited white tuff, muddy flow coulee type with surf structures.
- 7 A layer of obliquely stratified sands indicative of low flow regime.
- 8 A white sandy tuff (8).

Sub-units five to eight form a single reworked tuff unit.

### *Archaeological Unit D*

Archaeostratigraphic Unit D represents the most important paleo-surface of the entire sequence. The area, which was excavated systematically over about 100 m<sup>2</sup>, is divided into two sectors, a western (WS) and an eastern one (ES), separated by an erosion channel formed when a tributary of the Awash River destroyed the central part of the deposit. Of the total number of 19,055 finds, 2,580 are faunal remains and one coprolite, 6,654 are unmodified pebbles, and 9,821 are lithic artifacts.

The most frequently identified animals (Geraads et al., 2004) are bovids (*Pelorovis* sp., *Connochaetes gentryi*, *Damaliscus strepsiceras*, *Gazella* sp.), equids (including *Hipparion* sp.), suids (*Kolpochoerus* and *Metridiochoerus*), giraffe (including *Sivatherium*), hippopotamus, elephant, and a primate related to the modern Gelada Baboon (*Theropithecus*). Some of the bovids differ

little from those of Gombore I and suggest that the two sites are not much different in age. The *Connochaetes* is an endemic subspecies of the wildebeest found at Olduvai Bed I to lowermost middle Bed II, later replaced by *C. taurinus*. The striking abundance of its horn-cores, together with the extreme fragmentation of most bone remains, preclude natural deposition and imply anthropic intervention.

Our hypothesis for the genesis of the archaeological unit in the Garba IV D case is that of an anthropic intervention on a lag deposit which contained unmodified cobbles of ignimbrites or other volcanic rocks, including obsidian pieces. The hominins settled on the lag deposit where they used the raw material available on the spot to manufacture lithic tools, after the water had receded. The bone remains belong to animals hunted or scavenged by hominins and consumed at this locality. All elements abandoned on the site have been partly reworked when sands of unit 3.2 deposited (Raynal et al., 2004).

Superficially the spatial distribution of the finds appears totally random. Nevertheless, in contrast to Gombore IB2, when a detailed analysis of the spatial trends is applied to the different categories of finds, it appears possible that some zones of paleo-surface D may harbour a kind of “memory”, if not of their original distribution, at least of some associations attributable to anthropogenic action (D’Andrea et al., 2002; Gallotti and Piperno, 2004). Although the zones with high and low concentrations of objects remain more or less constant regardless of both raw material and object category, variations in frequencies could provide some interesting information.

The lower half of the WS is the largest high-density zone. Here, all the categories of finds (unmodified materials, lithic artifacts and faunal remains) are present in significant quantities, but without noteworthy differences in their spatial distribution. There is slightly less material in the upper half of the area, but it does not show any significant spatial patterns. The only noteworthy element – with the exception of a semicircular barren area – is the recurrent spatial association of large basalt blocks with large faunal remains. This association is also observable in the ES, but here one also finds a very high number of obsidian cores, modified and unmodified flakes, and especially obsidian tools on flake and small debris (Figure 4b). Indeed, the two areas in the ES with the highest densities seem to be connected to, and possibly determined by, the presence of the large basalt blocks more directly than in the WS. In the same zones one also finds many unmodified pebbles strewn all over the surface of the WS, while pebble tools and broken and battered pebbles are extremely rare.

The obsidian industry represents 41% of the total which is more than at Gombore IB2. Excluding the percussion material, which is less abundant (27%) than at Gombore IB2, the obsidian artifacts constitutes 55% of the total.

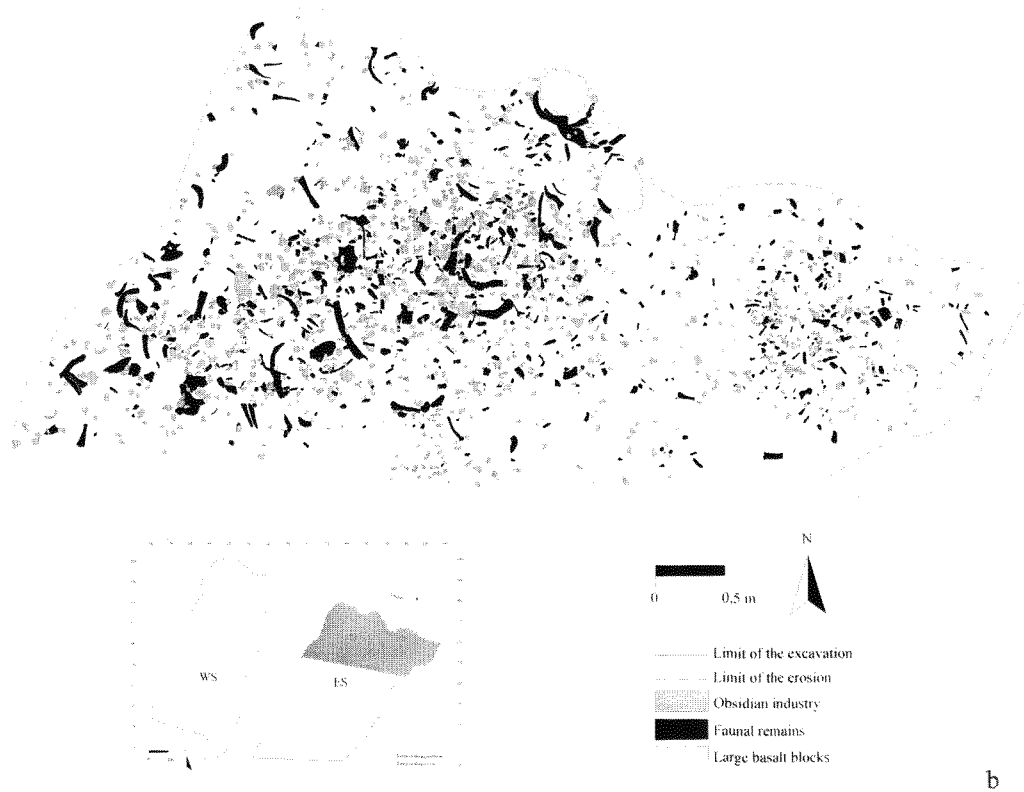
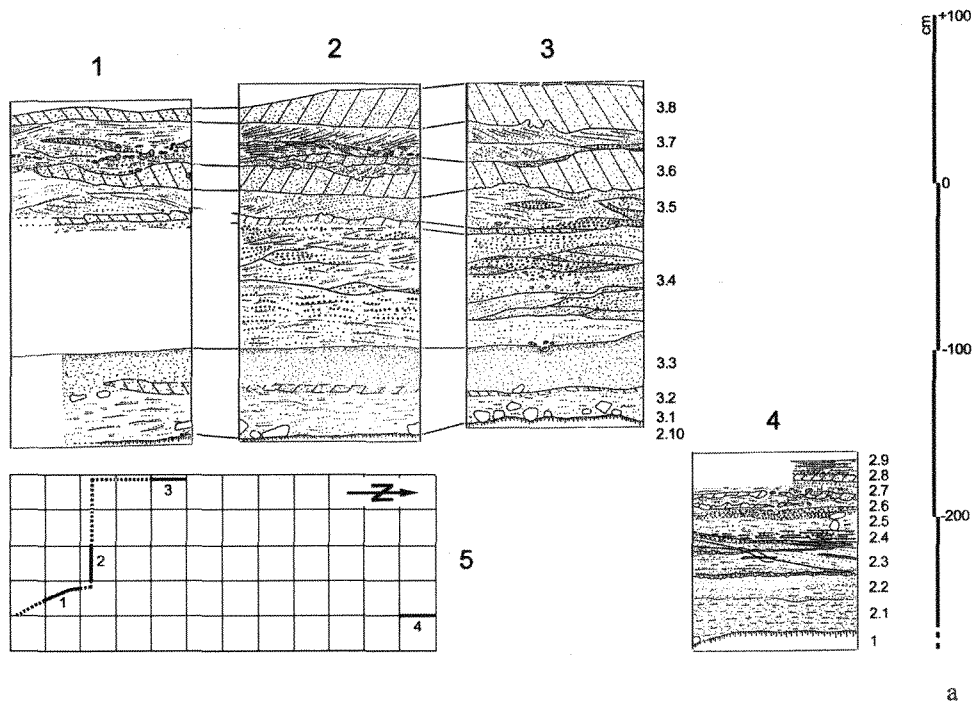


Figure 4. a: 1-4: stratigraphic sections at Garba IV. 5: localisation of the 1-4 sections in the Western Sector of the excavated area at Garba IV; b: a detail of the northern part of the Eastern Sector of Garba IVD archaeological unit, where faunal remains and obsidian industry are concentrated around some large basalt blocks.

*Table 2. Garba IVD: lithic assemblage components without percussion material.*

Category	Obsidian			Others			Total	
	N	% in relation to the total of the category	% in relation to the total of the obsidian artefacts	N	% in relation to the total of the category	% in relation to the total of artefacts on other volcanic rocks	N	%
Shaping products	50	4.3	1.3	1110	95.7	34.6	1160	16.2
Cores	338	55.1	8.5	275	44.9	8.6	613	8.5
Flakes	2558	64.3	64.3	1420	35.7	44.1	3978	55.3
Retouched flakes	212	73.9	5.3	75	26.1	2.3	287	4
Tools on flake	405	78.5	10.2	111	21.5	3.5	516	7.2
Debris	414	65.2	10.4	221	34.8	6.9	635	8.8
<b>Total</b>	<b>3977</b>			<b>3212</b>			<b>7189</b>	

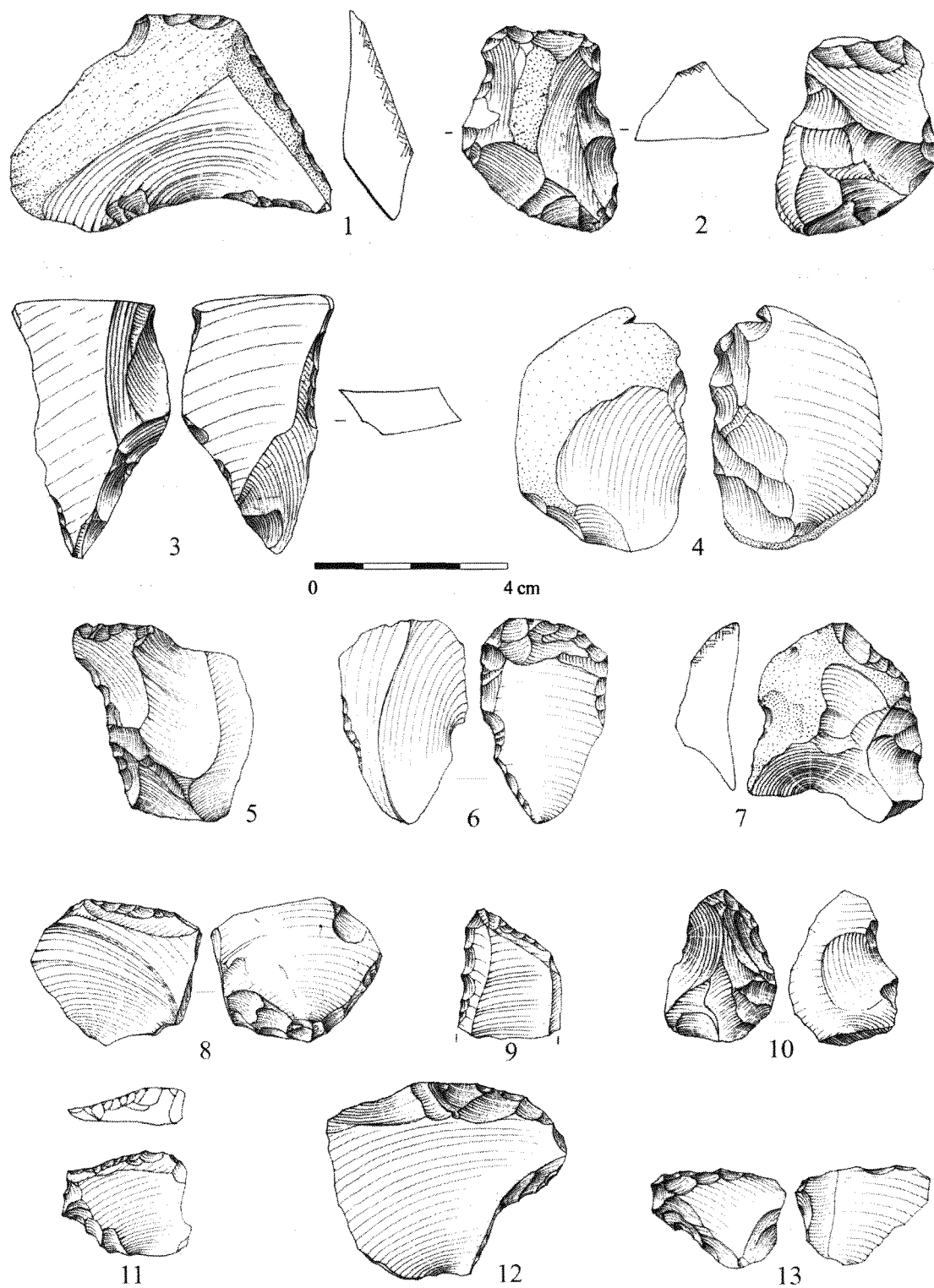
As shown in Table 2, obsidian was used almost exclusively for flake production and only sporadically for pebble tools (rare obsidian choppers). The number of obsidian flakes is almost twice that of other volcanic rocks. Comparatively to Gombore IB2, the flakes seem here to be the result of flaking activities, when considering the small number of shaping products. Moreover, while at Gombore IB2 the number of the retouched flakes (as defined by Chavaillon et al., 2004) and tools on flakes, such as for example side-scrapers, denticulates and notches, is not very different for the other raw materials, at Garba IVD 75% of them are of obsidian. Compared to Gombore IB2, artifacts from Garba IVD are often surprisingly small with intense retouch (Figure 5).

#### *Archaeological Unit E*

Archaeostratigraphic Unit E was explored in 1982 on a surface of 4 m<sup>2</sup>. At this locality 78 finds were discovered, of which 50 were faunal remains, 27 were lithic artifacts and one was a fragmentary mandible of a 2/3 years *Homo erectus* child (Condemi, 2004; Piperno and Bulgarelli, 2004). In 2005, a new series of excavations explored E on a surface of about 8 m<sup>2</sup>, where 429 pieces were brought to light. Of these 194 were faunal elements.

The palaeontological material is extremely fragmentary and only 30% of the assemblage could be identified to families. Hippopotamus is the best represented genus with 55 finds, mostly dental fragments, followed by bovids, among which *Connochaetes* sp. and *Kobus* sp. were identifiable. Two metatarsal fragments of *Kobus*, discovered in the same square meter, could be refitted. Equids are represented by *Equus* sp.

The composition of the lithic assemblage from the 2005 excavation is shown in the Table 3.



*Figure 5. Garba IVD. Obsidian. 1: simple straight side-scraper; 2, 6, 8,11,12: transversal side-scrapers; 3: side-scraper with alternate retouch; 4: inverse side-scraper; 5: simple concave side-scraper; 7, 10: simple convex side-scrapers; 9: convergent side-scraper; 13: déjeté side-scraper.*

*Table 3. Garba IVE: lithic assemblage components*

<i>Category</i>	<i>Obsidian</i>	<i>Others</i>	<i>Total</i>
Flakes	26	11	37
Retouched pieces	2	1	3
Indeterminable fragments	5	12	17
Cores	15	6	21
Bolas	0	1	1
Modified pebbles and cobbles	0	18	18
Modified blocks	0	7	7
Broken pebbles and cobbles	0	11	11
Unmodified pebbles and cobbles	4	105	109
Unmodified blocks	0	1	1
Natural fragments	0	9	9
<b>Total</b>	<b>52</b>	<b>182</b>	<b>234</b>

Besides an angular block and nine natural fragments of welded ignimbrites, most of the lithic objects are unmodified cobbles: 96 are of welded ignimbrites, 23 of various basalts, four of obsidian, two of trachybasalt, one of trachyte and 10 of a still undetermined lava. The median size of unmodified cobbles is 74.5x 64x 44.5 mm for welded ignimbrite, 107.5x 77x 61 mm for basalts, 97x 87x 60 mm for other lavas and 75x 52x 48 mm for obsidian. Apart from the unmodified material, 11 broken pebbles, 18 modified pebbles and seven modified blocks are present and more than half are of welded ignimbrites (62%). In this case, the word 'modified' is used to identify pebbles, cobbles and blocks presenting discrete and dispersed impact marks, but no percussion zone that would enable them to be defined as hammerstones.

Even if the welded ignimbrite is abundantly available in the alluvium at a close range to the site, it has not been used for knapping activities, except for four cortical flakes and the production of a bola stone, a unique testimony of shaping activity in this unit.

A classification of the cores has been carried out with the following criteria: identification of the number of the flaking platforms (unifacial = one flaking surface; bifacial = two flaking surfaces; multifacial = more than two flaking surfaces); the direction of flaking, which allows a distinction between unipolar, bipolar, centripetal (from a continuous peripheral striking platform) and multipolar (from separate striking platforms) exploitation, and the presence or

absence of a distinct prepared striking platform. Considering these attributes, the core analysis allowed us to identify exploitation modalities, the management of volumes and the presence or absence of a hierarchical organization of the surfaces. The following flaking strategies have been identified for the two most commonly used raw material groups, namely obsidian and other volcanic rocks.

Six flaking strategies have been distinguished for obsidian (Figures 6, 7):

- Unifacial bipolar flaking. A single surface of the core has been flaked through two series of bipolar removals. Flaking is carried out from an unprepared striking platform on the cortical surface of a reworked pebble.

- Unifacial centripetal flaking. These cores present a single flaked surface by series of centripetal removals. The original blank consists of a reworked cobble whose cortical surface acts as the striking platform.

- Unifacial centripetal flaking with a prepared striking platform. These cores are characterized by a single flaked surface, through one or two series of centripetal removals which originate from a prepared striking platform generated by unipolar removals.

- Bifacial centripetal flaking. Two options have been recognized:

- 1) Flakes are alternatively removed from the two flaking surfaces which are convex and share an intersection plane; no hierarchical organization of the surfaces can be seen. This option fits the basic criteria first outlined by Boëda (1993) for the identification of the bifacial discoid method;

- 2) These cores present two parallel flaking surfaces with centripetal exploitation and several removals intended to rectify a peripheral striking platform rather than to create a hierarchical organization of the surfaces. In one case, in the final phase of core exploitation, a change in the role of the surfaces is obvious: the last removal is localized on the previous striking platform.

- Partial bifacial flaking. Flaking starts from an unprepared striking surface, which is the cortical surface of a cobble, and continues alternatively from the negative scar.

- Multifacial multipolar irregular flaking. These cores present several independent flaking surfaces. In one case the natural blank is an angular block.

The median size of obsidian cores is 63x 51x 41 mm, consistent with the size of the available cobbles.

Three flaking strategies have been identified for other volcanic raw materials:

- Unipolar partial peripheral flaking. One core shows two series of perpendicular removals in relation with a striking platform on a pebble's natural surface.

- Partial bifacial flaking. The process is identical to the one described for obsidian.



- Multifacial multipolar irregular flaking. The cores are of relatively small size and present a great number of removals, suggesting that they were overexploited.

In the case of the multifacial multipolar irregular flaking on different volcanic rocks, the relatively small dimensions of the cores (58x 55.4x 43 mm) could be explained by the intensity of their exploitation.

The number of flakes is not in agreement with the mean number of negative scars observed on the cores (16 for obsidian and eight for other volcanic rocks), especially if we consider that the total of scars does not realistically reflect the number of flakes detached and that some cores have been heavily exploited, as already pointed out by other authors (Braun et al., 2005, 2006; Kimura, 2006). Flakes with cortical surface are the more abundant (62%) and indicate the prevalence of the initial reduction stage. In the case of obsidian, the flakes of full reduction stage present almost three negative scars on the dorsal face and the butts, generally cortical ones, are faceted for five items. Only three flakes have been retouched: one of them is a transversal side-scraper of small dimensions.

## **Conclusions**

Obsidian represents a large, even major, component of the Oldowan lithic assemblages: 31.5% at Gombore IB2 and 55% at Garba IVD, when the percussion material is excluded from the artifact inventories. The data are not statistically significant for level E of Garba IV, due to the insufficient sample size from the small excavated area.

Generally, the patterns of raw material utilization during Oldowan times were determined by local resource availability. In fact, almost all obsidian cores were produced from small to medium sized cobbles and in only a few cases are the original blanks represented by angular blocks, suggesting preferential use of secondary sources. In the case of two obsidian handaxe-like artifact from Garba IVD, the original blanks were large flakes, whose manner of supply is difficult to explain based on the size of obsidian cobbles and blocks currently available in the alluvial deposits.

The utilization of the other volcanic rocks follows the same supply modalities; the only difference being the quantitative availability in the alluvium of unmodified cobbles and pebbles, of which very few specimens are obsidian.

On the basis of the general typological information from Gombore IB2 and Garba IVD, the detached pieces are the most abundant artifact type. In particular, the number of obsidian flakes at Garba IVD is almost twice that of other volcanic rocks. In contrast to Gombore IB2, these flakes seem to be the result of flaking rather than shaping activities. The relative importance of obsidian use at Garba IVD compared to Gombore IB2 is highlighted by the number of retouched pieces, 75% being in obsidian.

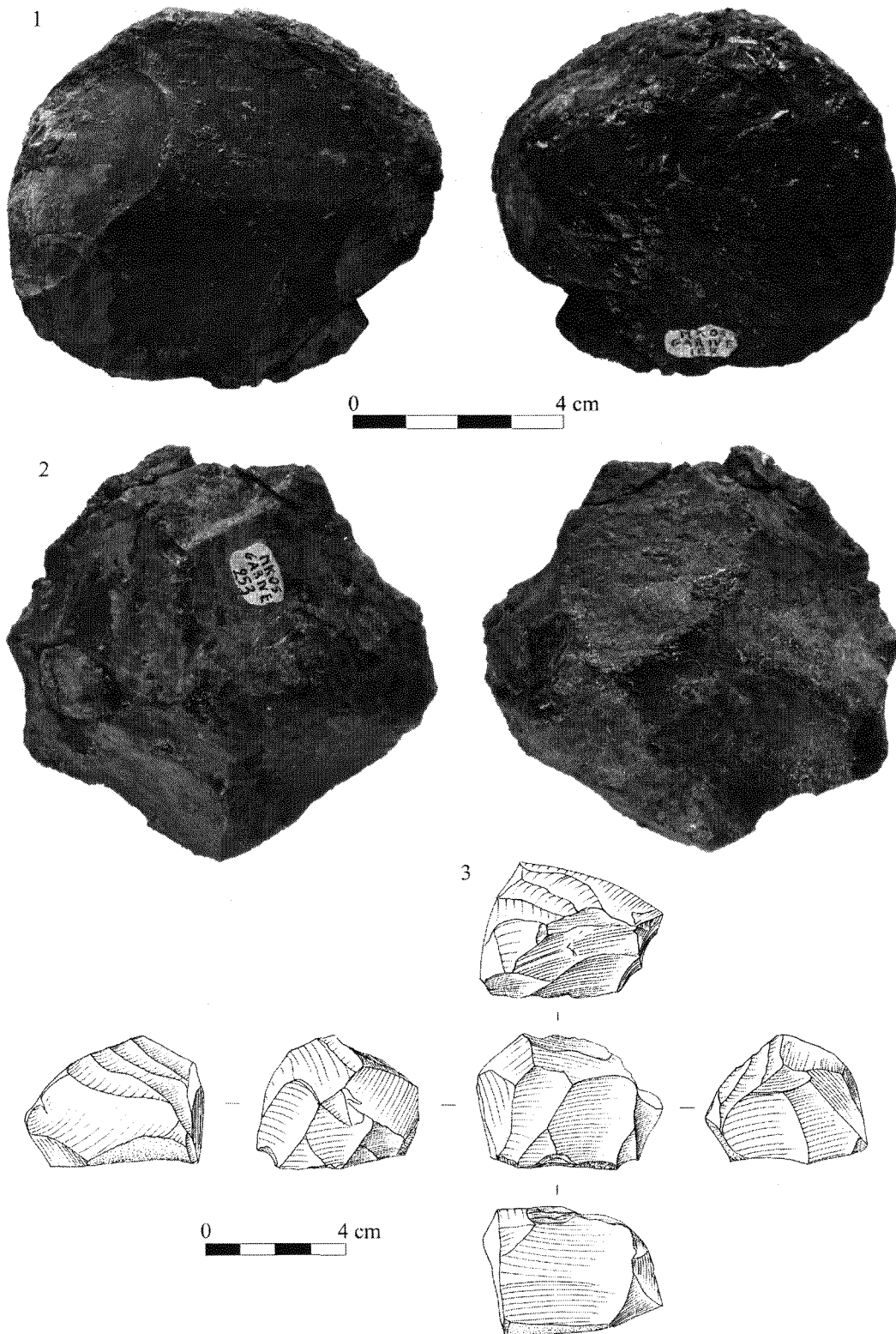


Figure 6. Cores from Garba IVE. Obsidian. 1: unifacial centripetal flaking; 2: bifacial centripetal flaking with alternate series of removals; 3: multifacial multipolar irregular flaking.

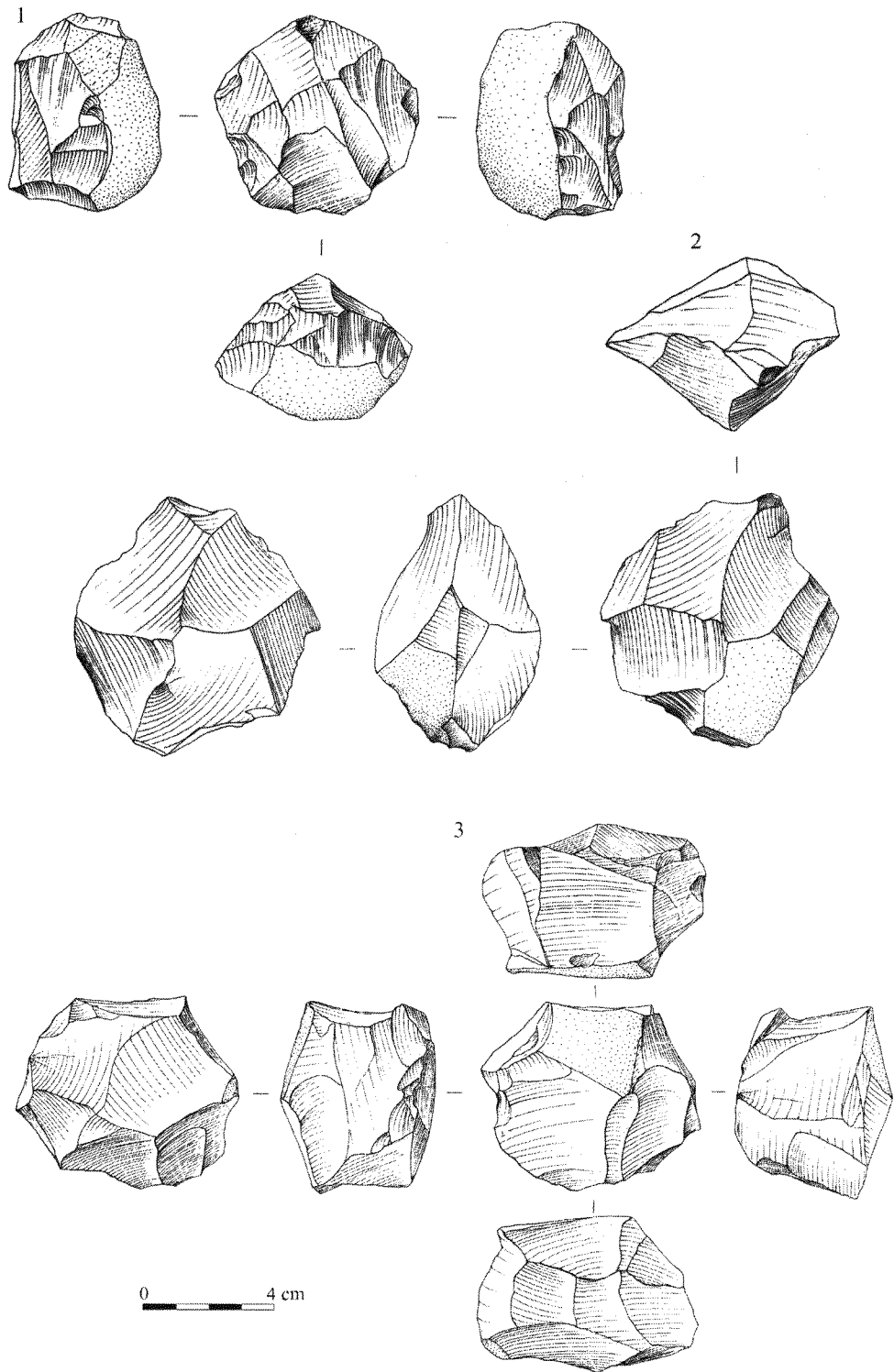


Figure 7. Cores from Garba IVE. Obsidian. 1: unifacial bipolar flaking; 2: bifacial centripetal flaking. The removals alternate on the two convex flaking surfaces which share an intersection plane; no hierarchical organization of the surfaces can be seen; 3: bifacial centripetal flaking with two parallel surfaces and several removals to rectify a peripheral striking platform; no hierarchical organization of the surfaces. In the final phase of core exploitation, a change in the role of the surfaces is visible: the last removal is localised on the previous striking platform.

We would like to re-emphasized that the technological analysis for these sites is forthcoming and that this article is essentially focused on describing the unusual early use of very high-quality raw materials. Nevertheless the data presented concerning the lithic assemblage of Garba IVE permits some tentative conclusion and suggests interesting directions for future research.

Preliminary results of the technological analysis of the lithic assemblage from Garba IVE demonstrate that the raw material composition is the major source of technological variation in contexts where the supply modalities are not dependent on the type of utilized volcanic material.

The differential flaking strategies identified for the two raw material types are characterized by some essential features. First of all, the variability of the obsidian flaking strategies is more significant compared to that on other volcanic rocks. This variability is not linked to the morphological and dimensional variability of the obsidian original blanks. Furthermore, a hierarchical organization of the surfaces is generally lacking, except in the case of unifacial centripetal flaking with prepared striking platforms. The variability of the flaking strategies identified, the presence of prepared striking platforms and the change in the role of the surfaces, indicate a good control of the volumes of the obsidian cores.

The completion of the technological analysis of the Gombore IB2 and Garba IVD lithic assemblages will add further information about exploitation strategies in the context of the Oldowan of Eastern Africa. In particular, these data allow a quantitative approach to define how the enormous availability of raw material determined a human response to the specificities of each of the lithic resources recognisable within the exploitation strategies.

Finally, the abundance and availability of raw material in the alluvium systems of Melka Kunture, the proximity of the primary supply source of Balchit obsidian and the high quality of this material, could explain the extensive use of obsidian in the lithic assemblages of Gombore IB2 and in particular Garba IV. The local supply modality is in accordance with the evidence from the East African Oldowan sites of Olduvai (Hay, 1976), Koobi Fora (Isaac et al., 1997), Peninj (de la Torre et al., 2003), Nyabusosi (Texier, 1995) and Kanjera South (Plummer et al., 1999), which indicate that Oldowan toolmakers systematically used raw materials abundant in local channels. The few documented exceptions are known at Olduvai (Hay, 1976; Potts, 1988) and at the Late Pliocene KS1 and KS2 Beds at Kanjera South (Plummer et al., 1999; Braun et al., 2006), where the high quality raw material derives from non-local sources. In this framework the availability of a high quality raw material such as the Balchit obsidian in a primary source and in the alluvium system represents a further exception in the Oldowan context.

## References

Bardin, G., Raynal, J.-P., Kieffer, G., 2004. Drainage patterns and regional morphostructure at Melka Kunture (Upper Awash, Ethiopia). In: Chavaillon, J., Piperno, M., (Eds.), Studies on the Early Paleolithic site of Melka Kunture, Ethiopia. Origines, Firenze, 83-92.

Barrat, J.A., Blichert-Toft, J., Gillet, Ph., Keller, F., 2000. The differentiation of eucrites: the role of *in-situ* crystallization. Meteoritic & Planetary Science 35, 1087-1100.

Bishop, L.C., Plummer, T.W., Ferraro, J.V., Braun, D., Ditchfield, P.W., Hertel, F., Kingston, J.D., Hicks, J., Potts, R., 2006. Recent research into Oldowan Hominin Activities at Kanjera South, Western Kenya. African Archaeological Review 23, 31-40.

Boëda, E., 1993. Le débitage discoïde et le débitage Levallois récurrent centripète. Bulletin de la Société Préhistorique Française 90, 6, 392-404.

Bonnefille, R., 1976. Végétations et climats des temps oldowayens et acheuléens à Melka-Kunturé (Ethiopie). L'Ethiopie avant l'Histoire 1, CNRS, 55-71.

Braun, D., Plummer, T., Bishop, L., Ditchfield, P., Ferraro, J., 2006. Kanjera South: Pliocene technological diversity. Paper presented in the Symposium "Interdisciplinary Approaches to the Oldowan", 71<sup>st</sup> Annual Meeting of the Society of American Archaeology, Puerto Rico, April 2006.

Braun, D.R., Tactikos, J.C., Ferraro, J.V., Harris, J.W.K., 2005. Flake recovery rates and inferences of Oldowan hominin behavior: a response to Kimura 1999, 2002. Journal of Human Evolution 48, 525-531.

Braun, D.R., Tactikos, J.C., Ferraro, J.V., Harris, J.W.K., 2006. Archaeological inference and Oldowan behavior. Journal of Human Evolution 51, 106-108.

Chavaillon, J., 1976. Melka-Kunturé : campagnes de fouilles 1971-1973. Annales d'Ethiopie 10, 1-18.

Chavaillon, J., 1979. Essai pour une typologie du matériel de percussion. Bulletin de la Société Préhistorique Française 76, 8, 230-233.

Chavaillon, J., 2004. Discovery, geological introduction and study of percussion material and tools on pebble. In: Chavaillon, J., Piperno, M., (Eds.), Studies on the Early Paleolithic site of Melka Kunture, Ethiopia. Origines, Firenze, 253-369.

Chavaillon, J., Berthelet, A., 2004. The archaeological sites of Melka Kunture. In: Chavaillon, J., Piperno, M., (Eds.), Studies on the Early Paleolithic site of Melka Kunture, Ethiopia. Origines, Firenze, 25-80.

Chavaillon, J., Chavaillon, N., Berthelet, A., 2004. Methodology. In: Chavaillon, J., Piperno, M., (Eds.), Studies on the Early Paleolithic site of Melka Kunture, Ethiopia. Origines, Firenze, 195-209.

Chavaillon, J., Chavaillon, N., Hours, F., Piperno, M., 1979. From the Oldowan to the Middle Stone Age at Melka-Kunture (Ethiopia). Understanding cultural changes. *Quaternaria XXI*, 87-114.

Chavaillon, J., Coppens, Y., 1986. Nouvelle découverte d'*Homo erectus* à Melka-Kunturé. *Comptes Rendus de l'Académie des Sciences, Paris*, 303, II, 1, 99-104.

Chavaillon, J., Piperno, M., (Eds.) 2004. Studies on the Early Paleolithic site of Melka Kunture, Ethiopia. *Origines, Firenze*.

Chernet, T., Hart, W.K., Aronson, J.L., Walter, R.C., 1998. New age constraints on the timing of volcanism and tectonism in the northern Main Ethiopian Rift-southern Afar transition zone (Ethiopia). *Journal of Volcanology and Geothermal Research* 80, 267-280.

Conдеми, S., 2004. The Garba IV E mandible. In: Chavaillon, J., Piperno, M., (Eds.), Studies on the Early Paleolithic site of Melka Kunture, Ethiopia. *Origines, Firenze*, 687-701.

Cressier, P., 1980. Magnétostratigraphie du gisement pléistocène de Melka-Kunturé (Ethiopie). Datation des niveaux oldowayens et acheuléens. Ph.D. Dissertation. University Louis Pasteur. Strasbourg.

D'Andrea, A., Gallotti, R., Piperno, M., 2002. Taphonomic interpretation of the Developed Oldowan site of Garba IV (Melka Kunture, Ethiopia) through a GIS application. *Antiquity* 76, 294, 991-1001.

Delagnes, A., Roche, H., 2005. Late Pliocene knapping skills: The case of Lokalalei 2C, West Turkana, Kenya. *Journal of Human Evolution* 48, 435-472. de la Torre, I., 2004. Omo revisited. *Current Anthropology* 45, 4, 439-465.

de la Torre, I., Mora, R., 2005. Technological Strategies in the Lower Pleistocene at Olduvai Beds I & II, Éditions Eraul, Liège.

de la Torre, I., Mora, R., Domínguez-Rodrigo, M., de Luque, L., Alcalá, L., 2003. The Oldowan industry of Peninj and its bearing on the reconstruction of the technological skills of Lower Pleistocene hominids. *Journal of Human Evolution* 44, 203-224.

Gallotti, R., Piperno, M., 2004. The site of Garba IV. Spatial analysis of the lithic material from level D. In: Chavaillon J., Piperno M. (Eds.), Studies on the Early Paleolithic site of Melka Kunture, Ethiopia. *Origines, Firenze*, 599-635.

Geraads, D., Eisenmann, V., Petter, G., 2004. The large mammal fauna of the Oldowan sites of Melka Kunture. In: Chavaillon J., Piperno M. (Eds.), Studies on the Early Paleolithic site of Melka Kunture, Ethiopia. *Origines, Firenze*, 169-192.

Gowlett, J.A.J., 1993. Le site Acheuleen de Kilombe: stratigraphie, géochronologie, habitat et industrie lithique. *L'Anthropologie* 97, 69-84.

Gowlett, J.A.J., Crompton, R. H., 1994. Kariandusi: Acheulian morphology and the question of allometry. *The African Archaeological Review* 12, 3-42.

Hay, R.L., 1976. *Geology of the Olduvai Gorge: A Study of Sedimentation in a Semi-arid Basin*. University of California Press, Berkeley, CA.

Hivernel, F., 1976. Etude préliminaire du gisement de Wofi III (Melka-Kunturé). *L'Ethiopie avant l'Histoire* 1, CNRS, 45-49.

Hivernel-Guerre, F., 1976. Les industries du Late Stone Age dans la région de Melka-Kunturé. In: Berhanou, J., Chavaillon, J., Sutton, R. (Eds.), *Proceedings of the VII Panafrican Congress of Quaternary Studies, 1971*. Addis Abeba, 93-98.

Inizan, M.-L., Reduron-Ballinger, M., Roche, H., Tixier, J., 1999. Technology of and terminology of knapped stone. *Préhistoire de la Pierre Taillée* 5, CREP, Nanterre.

Isaac, G.L.I., Harris, J.W.K., Kroll, E., 1997. The stone artefact assemblage: a comparative study. In: Isaac, G., Isaac, B. (Eds.), *Koobi Fora Research Project, volume 5: Plio-Pleistocene Archaeology*. Clarendon Press, Oxford, 262-299.

Kieffer, G., Raynal, J.-P., Bardin, G., 2002. Cadre structural et volcanologiques des sites du Paléolithique ancien de Melka Kunture (Awash, Ethiopie): premiers résultats. In: Raynal, J.-P., Albore-Livadie, C., Piperno, M. (Eds.), *Hommes Et Volcans. De l'éruption à l'objet. Les Dossiers de l'Archéo-Logis* 2, *Proceedings Symposium 15.2*, XIV UISPP Congress, Liège, 2001, 77-92.

Kieffer, G., Raynal, J.-P., Bardin, G., 2004. Volcanic markers in coarse alluvium at Melka Kunture (Upper Awash, Ethiopia). In: Chavaillon, J., Piperno, M. (Eds.), *Studies on the Early Paleolithic site of Melka Kunture, Ethiopia*. Origines, Firenze, 93-101.

Kimura, Y., 2006. On the critique of flake recovery rate and behavioral inference for early hominids: A reply to Braun et al. (2005). *Journal of Human Evolution* 51:102-105.

Leakey, M.D., 1971. *Olduvai Gorge. Volume 3. Excavations in Bed I and II, 1960-1963*. Cambridge University Press, Cambridge.

Martínez-Moreno, J., Mora, R., de La Torre, I., 2003. Oldowan, rather more than smashing stones: An introduction to "The Technology of First Humans" workshop. In: Martínez-Moreno, J., Mora, R., de la Torre, I. (Eds.), *Oldowan: Rather more than smashing stones. First Hominid Technology Workshop, Bellaterra, December 2001*, Barcelona. *Treballs d'Arqueologia* 9, 11-35.

Merrick, H.V., Brown, F.H., 1984. Obsidian sources and patterns of source utilization in Kenya and northern Tanzania: some initial findings. *The African Archaeological Review* 2, 129-152.

Merrick, H.V., Brown, F.H., Nash, W. P., 1994. Use and movement of obsidian in the Early and Middle Stone Ages of Kenya and northern Tanzania. In: Childs, S.T. (Ed.), *Society, culture, and technology in Africa*. MASCA 11, 29-44.

Mohr, P., 1999. Le système des rifts Africains. Environnement géologique et géographique. In: Gally, A. (Ed.), *Comment l'Homme ? À la découverte des premiers hominidés d'Afrique de l'Est*. Éditions Errance, Paris, 231-288.

Muir, I.D., Hivernel, F., 1976. Obsidians from the Melka-Konture prehistoric site, Ethiopia. *Journal of Archaeological Science* 3, 211-217.

Negash, A., Shackley, M.S., Alene, M., 2006. Source provenance of obsidian artifacts from the Early Stone Age (ESA) site of Melka Kunture, Ethiopia. *Journal of Archaeological Science* 33, 1647-1650.

Piperno, M., Bulgarelli G.M., 2004. The site of Garba IV. Excavations 1973-1982. In: Chavaillon, J., Piperno, M., (Eds.), *Studies on the Early Paleolithic site of Melka Kunture, Ethiopia*. Origines, Firenze, 449-458.

Plummer, T.W., Bishop, L.C., Ditchfield, P., Hicks, J., 1999. Research on Late Pliocene Oldowan sites at Kanjera South, Kenya. *Journal of Human Evolution* 36, 151-170.

Potts, R., 1988. *Early Hominid Activities at Olduvai*. Aldine de Gruyter. New York.

Poupeau, G., Kieffer, G., Raynal, J.P., Milton, A., Delerue, S., 2004. Trace element geochemistry in Balchit obsidian (Upper Awash, Ethiopia). In: Chavaillon, J., Piperno, M. (Eds.), *Studies on the Early Paleolithic site of Melka Kunture, Ethiopia*. Origines, Firenze, 103-110.

Raynal, J.-P., Kieffer, G., 2004. Lithology, dynamism and volcanic successions at Melka Kunture (Upper Awash, Ethiopia). In: Chavaillon, J., Piperno, M., (Eds.), *Studies on the Early Paleolithic site of Melka Kunture, Ethiopia*. Origines, Firenze, 111-135.

Raynal, J.-P., Kieffer, G., Bardin, G., 2004. Garba IV and the *Melka Kunture Formation*. A preliminary lithostratigraphic approach. In: Chavaillon, J., Piperno, M. (Eds.), *Studies on the Early Paleolithic site of Melka Kunture, Ethiopia*. Origines, Firenze, 137-166.

Raynal, J.-P., Poupeau, G., Kieffer, G., Piperno, M., Milton, A.J., Delerue, S., Le Bourdonnec, F.-X., 2005. Balchit obsidian (Upper Awash, Ethiopia). Colloquium GMPCA "Archéométrie 2005". INSTN-CEA, Saclay, 19-22 April 2005.

Soulier, Ph., 1976. Prospection du site à obsidienne de Balchit. *L'Ethiopie avant l'Histoire* 1, CNRS, 51-54.

Stout, D., Quade, J., Semaw, S., Rogers, M., Levin, N.E., 2005. Raw material selectivity of the earliest stone toolmakers at Gona, Afar, Ethiopia. *Journal of Human Evolution* 48, 365-380.

Taieb, M., 1974. Evolution quaternaire du bassin de l'Awash (Rift éthiopien et Afar). Ph D. Dissertation, University of Paris VI.



Texier, P.-J., 1995. The Oldowan assemblage from NY18 site at Nyabusosi (Toro-Uganda). *Comptes rendus de l'Académie des Sciences, Paris*, t. 320, série IIa, 647-653.

Texier, P.-J., 2005. L'Oldowayen dans le Grand Rift occidental : le site NY18 à Nyabusosi, Ouganda. In: Sahnouni, M. (Ed.), *Le Paléolithique en Afrique. L'histoire la plus longue*. Éditions Errance, Paris, 83-98.

Watkins, R. T., 1981. The geochemistry of rhyolitic and tholeiitic rocks from east of Lake Turkana, northern Kenya. M.Sc. Thesis, University of Leeds.

Westphal, M., Chavaillon, J., Jaeger, J.J., 1979. Magnétostratigraphie des dépôts pléistocènes de Melka-Kunturé (Éthiopie) : premières données. *Bulletin de la Société géologique de France* XXI, 3, 237-241.

Woldegabriel, G., Aronson, J.A., Walter, R.C., 1992. Geochronology and distribution of silicic volcanic rocks of Plio-Pleistocene age from the central sector of the main Ethiopian Rift. *Quaternary International* 13/14, 69-76.

## CONCLUSION GENERALE

CETTE THÈSE AVAIT TROIS OBJECTIFS. D'une part, proposer des méthodes alternatives pour les recherches de provenance des obsidiennes paléolithiques et néolithiques, pour répondre aux besoins croissants de l'archéologie. D'autre part, procurer des informations détaillées sur des sources d'obsidiennes qui ont été très largement exploitées par l'homme préhistorique, en Éthiopie et en Sardaigne. Enfin d'amorcer des programmes régionaux d'étude intégrée, provenance/chaînes opératoires/économie de l'obsidienne.



Le premier de ces objectifs a été centré sur les obsidiennes de Méditerranée occidentale, très largement diffusées durant le Néolithique et tout particulièrement sur les obsidiennes sardes qui ont dominé la zone nord-tyrrhénienne. Nous avons montré les potentialités et les limites de trois techniques analytiques et confirmé les possibilités d'une quatrième.

Jusque vers le milieu des années 1990, avant que Robert H. Tykot ait proposé que les seules teneurs en éléments majeurs déterminées par microsonde électronique étaient suffisantes, les études de provenance en Méditerranée occidentale, reposaient essentiellement sur la géochimie des éléments traces (déterminés par OES, INAA ou différentes déclinaisons des mesures par ICP). La datation par traces de fission ne constituait qu'un apport mineur et d'autres approches, reposant sur les propriétés physiques de l'obsidienne, n'avaient pas encore fait l'objet d'études approfondies.

Nous avons confirmé la puissance de la microsonde électronique dans la caractérisation des obsidiennes de Méditerranée occidentale. Nous avons démontré que les analyses par faisceaux d'ions -PIXE-, abordées par Poupeau *et al.* (2000) pour l'identification des îles-sources de

Méditerranée possédaient aussi la capacité de distinguer entre elles les différents types d'obsidiennes sardes.

Une technique d'analyse plus aisément abordable que la microsonde électronique (EMP) mais qui ne procure les teneurs que d'un nombre plus réduit d'éléments (six contre une dizaine) utilise le spectromètre en dispersion d'énergie dont sont souvent dotés les microscopies électroniques à balayage. Il était communément admis que ce type d'appareillage (SEM-EDS) n'avait pas une résolution suffisante pour les études de provenance en zone tyrrhénienne. Nous avons démontré qu'il n'en était rien et que s'ouvrait là une opportunité pour traiter aisément de grands nombres de pièces archéologiques.

Enfin, du côté des méthodes physiques, nous avons montré, en collaboration avec Ludovic Bellot-Gurlet (Laboratoire de Dynamique Interaction et Réactivité, Thiais) que la méthode de caractérisation par micro-spectrométrie Raman qu'il avait proposée en 2003 pourrait permettre de distinguer les grands types d'obsidiennes sardes.

D'un point de vue pratique, EMP, SEM-EDS et PIXE sont d'ores et déjà opérationnels. Alors que les deux premières techniques sont peu destructrices (elles n'exigent qu'un prélèvement millimétrique sur une pièce archéologique), le PIXE est strictement non-destructif, mais avec l'inconvénient d'une moindre accessibilité, les temps d'accélérateur ne pouvant être obtenus aussi 'libéralement' que des sessions d'analyse par EMP ou SEM-EDS.

La microspectrométrie Raman présente aussi l'avantage d'être non destructrice, plus aisément disponible, mais pour le moment les temps d'acquisition de données, très longs, limitent son utilisation sur une grande échelle. Ses potentialités ne sont par ailleurs pas encore complètement établies.



Le second objectif a consisté à clarifier les notions de 'sources' pour les gîtes d'obsidienne de Sardaigne et d'Éthiopie.

En Sardaigne, les obsidiennes ont accompagné le cortège volcanique pliocène du massif du Monte Arci. On sait depuis une cinquantaine d'années, avec l'article fondamental de Cornelio Puxeddu (1958) que de l'obsidienne a été exploitée au Néolithique dans les plaines environnantes, donc à partir de sources 'secondaires', alimentées par les produits de désagrégation des roches-mères primaires. Cependant, dans les études de provenance menées ultérieurement, les obsidiennes identifiées comme 'sardes' étaient toujours peu précisément rapportées au 'Monte Arci'.

Avec le temps, cette 'localisation' est apparue comme trop vague, et tout spécialement dans le cas d'obsidiennes provenant de sites sardes. D'où la nécessité d'entreprendre un relevé détaillé des sources primaires et secondaires des obsidiennes 'du Monte Arci' et d'en dresser une cartographie géochimique tenant compte, pour chacun des quatre types, de l'extension de ses sources primaires et secondaires.

Ce travail a pris plusieurs années, tout d'abord d'une prospection sur plus de 400 km<sup>2</sup>, entreprise par Carlo Lugliè, de l'Université de Cagliari (Sardaigne), avec qui j'ai pu parcourir le Monte Arci et ses environs. C'est ensuite un long travail de caractérisation de plus d'un millier d'échantillons, entrepris avec Carlo Lugliè et nos collègues Sandro Meloni (†) et Massimo Oddone, de l'Université de Pavie, qui nous a permis de présenter la première carte des affleurements d'obsidiennes du, ou originaires du, Monte Arci. Cette carte a révélé la très inégale extension des sources d'obsidienne exploitables, et pour certaines visiblement exploitées, par l'homme néolithique. Par ailleurs, le relevé de certaines caractéristiques visuelles (cortex plus ou moins développé sur les obsidiennes de sources secondaires) permet maintenant, en association avec des déterminations de compositions élémentaires, d'affiner les mesures de provenance (voir plus loin).

En Éthiopie, c'est dans la région de Melka Kunturé qu'une connaissance des sources d'obsidienne s'imposait. Les gisements du Paléolithique inférieur des environs de Melka Kunturé sont parfois considérés comme les premiers, ou parmi les premiers, où l'obsidienne a été intensément utilisée. Dans une approche préliminaire sur des obsidiennes de gisements secondaires d'origine fluviale, Poupeau *et al.* (2004) avaient montré que, si certaines d'entre elles pouvaient provenir du petit massif volcanique de Balchit, situé à quelques kilomètres seulement de certains sites, des variations de teneurs en éléments traces entre différents échantillons suggéraient la possibilité de l'existence de plusieurs sources primaires proches. Ce travail avait été effectué en prévision de travaux sur l'origine des obsidiennes utilisées par l'*Homo erectus* du *Early Stone Age*.

Nous avons donc participé en 2004 à une mission de terrain destinée à la cartographie précise des gîtes primaires à sub-primaires d'obsidiennes du massif de Balchit et à un échantillonnage en stratigraphie de celles du site de Simbiro III, dans des lits sédimentaires d'âge estimé à près de 1 Ma. L'examen des obsidiennes de Simbiro a révélé ultérieurement que certaines d'entre elles avaient été utilisées par l'*Homo erectus*. Nous avons montré que les compositions en éléments majeurs des obsidiennes de Balchit révélaient leur nature cogénétique et que les obsidiennes de Simbiro, comme celles précédemment analysées pour leurs éléments traces par Poupeau *et al.* (2004) s'inscrivant dans la même suite géochimique, ne nécessitaient pas l'invocation d'une autre source. Restera à comprendre dans un second temps la nature des variations en éléments traces observées dans quelques obsidiennes de gisements majeurs par les auteurs précédents.

La cartographie géochimique des gisements secondaires des obsidiennes du secteur de Melka Kunturé, et plus généralement de celles du *Main Ethiopian Rift* ne fait que commencer (voir aussi Negash *et al.*, 2006a, b, 2007). Elle sera indispensable pour comprendre les variations temporelles de l'utilisation de ces obsidiennes, qui ont été utilisées tout au long de la Préhistoire.



Le troisième objectif de ce travail était double. Il s'agissait de montrer comment, en Sardaigne, une meilleure connaissance de la géographie des sources d'obsidiennes locales pouvait permettre d'affiner les études de provenance et, par une utilisation combinée de reconnaissance visuelle et instrumentale des obsidiennes du Monte Arci, de travailler enfin sur des séries longues -exhaustives- d'échantillons, ce dernier point facilitant l'établissement de chaînes opératoires.

Deux sites du premier néolithique sarde ont été sélectionnés, en collaboration avec Carlo Lugliè, pour les débuts d'exploitation des méthodes et des données établis précédemment, respectivement l'abri sous roche de Su Carroppu, dans le Sud-ouest de l'île, et deux structures affleurant en coupe à Rio Saboccu, dans le centre-ouest, à une quinzaine de kilomètres au sud-ouest du Monte Arci. Les études de séries ont été exhaustives, portant respectivement sur les 101 pièces en obsidienne de Su Carroppu et les plus de 1100 pièces de Rio Saboccu.

Il a ainsi pu être montré que dès son arrivée en Sardaigne, l'homme néolithique a très rapidement opéré une sélection parmi les quatre types d'obsidiennes du Monte Arci pour la réalisation de son 'outillage' lithique et que parmi les types d'obsidienne sélectionnés, il pouvait opérer un choix pour tel ou tel type, en fonction du produit final espéré. Au-delà, c'est de façon majoritairement non opportuniste que des obsidiennes de sources secondaires ou primaires étaient utilisées. Une comparaison entre l'industrie en obsidienne des sites néolithiques anciens proches du Monte Arci et le peu que l'on sait déjà sur celles élaborées à partir des obsidiennes sardes dans le monde tyrrhénien suggère que, selon Carlo Lugliè, les groupes proches du Monte Arci auraient pu exercer, peut-être à leur insu, un rôle de médiation, une sorte de 'filtre à l'exportation' des obsidiennes du Monte Arci.



Ce travail marque une étape dans un projet plus vaste sur l'archéométrie de l'obsidienne.

D'un point de vue méthodologique, les mesures non-destructives seront à l'avenir à favoriser parce que certaines pièces ne doivent pas être altérées et parce que d'autres ne peuvent être déplacées vers le laboratoire. Les mesures utilisant des appareils portables pour les détermina-

tions de composition élémentaires par XRF vont être appelées à se développer. Nous participons déjà à des comparaisons entre données obtenues par XRF et PIXE en mode non destructif (Carter *et al.* 2007 et à paraître).

Au plan des caractérisations d'obsidiennes par les propriétés physiques, nous comptons reprendre les travaux préliminaires entrepris avec le Professeur François Fröhlich lors d'un stage de DEA sur les potentialités de la spectroscopie InfraRouge (Le Bourdonnec, 2003), approfondir la recherche sur la microspectroscopie Raman et voir les relations entre les apports de ces méthodes et ceux de l'analyse par résonance de spin électronique réalisées dans notre équipe par Mathieu Duttine (2005).

Du point de vue des thématiques archéologiques, le chantier 'Méditerranée occidentale' est déjà en expansion. Les quelques interventions réalisées pour des sites corses (chapitre VIII) ont donné lieu à des articles actuellement soumis pour publication (Paolini-Saez *et al.*, 2007 ; Bressy *et al.*, 2007) ; les premières données PIXE d'un programme pluri-institutionnel franco-italo-tunisien portant sur la Tunisie néolithique sont déjà diffusées (Le Bourdonnec & Poupeau, 2007) et une seconde série de données est en cours de traitement.

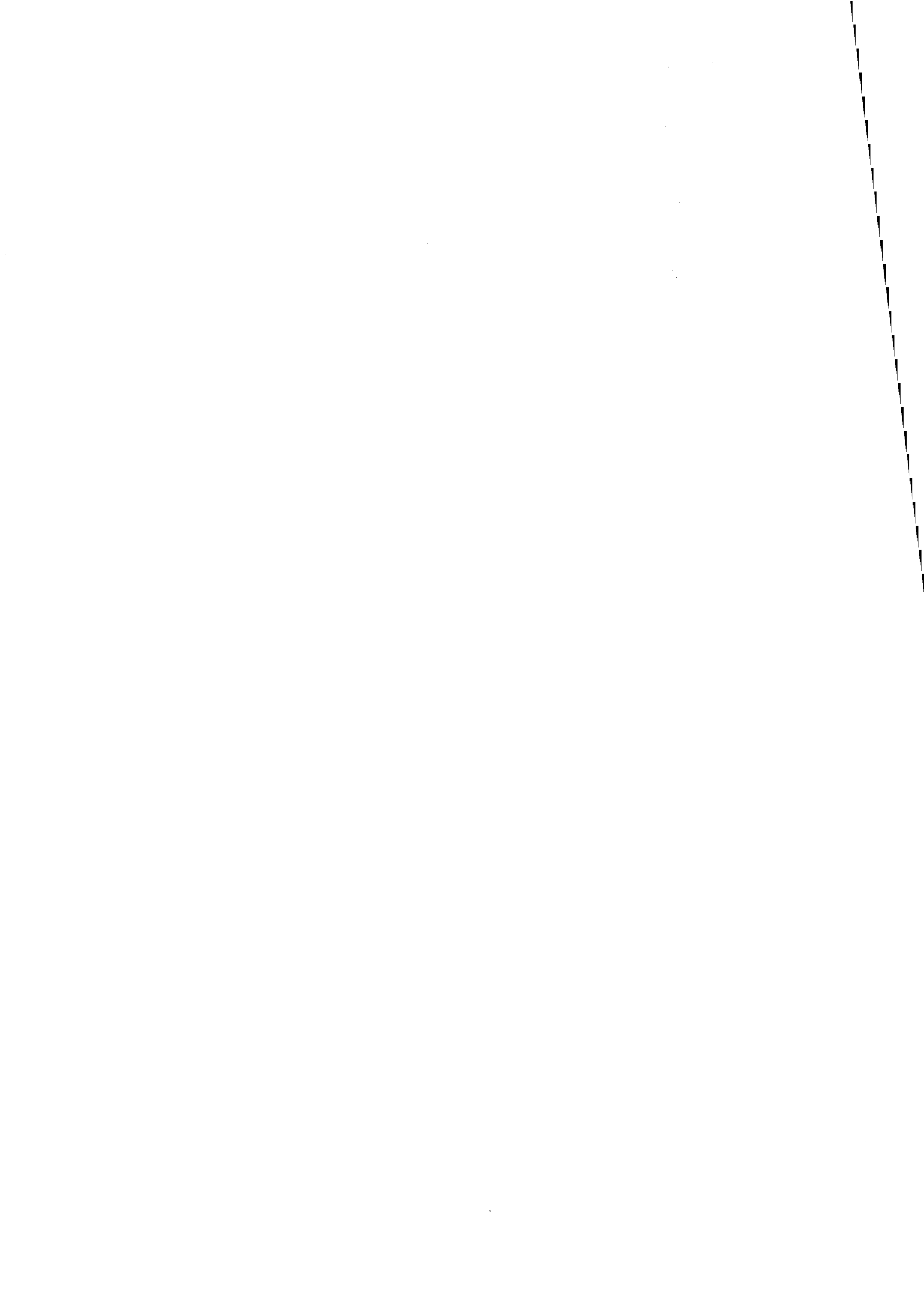
Au Proche Orient, c'est un nouveau programme qui est en train de s'ouvrir entre l'équipe de Bordeaux et Tristan Carter (McMaster University, Hamilton, Canada) sur divers sites néolithiques de Turquie, notamment à Çatalhöyük (Carter *et al.*, 2007).

Enfin, de nouvelles analyses sont prévues pour les sites de Melka Kunturé



À l'issue de ce travail, nous disposons donc d'un appareil méthodologique enrichi pour les déterminations instrumentales de provenances d'obsidiennes 'archéologiques'. Les méthodes développées ou élaborées comptent parmi les moins consommatrices de matière ou sont non-destructives. On peut donc penser qu'avec des techniques classiques devenues aisément transportables, comme pour les analyses par XRF, elles sont appelées à un avenir prometteur.

La richesse des informations récemment fournies par les études intégrées typo-technologique/provenance appelle à un développement encore accru de la demande analytique, comme dans le domaines méditerranéen ou les Proche et Moyen Orient pour le Néolithique, l'Afrique orientale et en particulier l'Éthiopie, pour une période temporelle beaucoup plus étendue, depuis le Paléolithique inférieur. On doit donc s'attendre à de nombreux travaux novateurs dans un futur proche, aussi bien dans la relation de l'homme à l'obsidienne, qu'à de meilleures connaissances, par la médiation de l'obsidienne, d'anciens réseaux de contacts et d'échanges et de transferts de savoir-faire.



## RÉFÉRENCES BIBLIOGRAPHIQUES

ABBÈS, F., CAUVIN, M.-C., GRATUZE, B., BELLOT-GURLET, L., BRESSY, C. & POUPEAU, G. (2001) Nouvelles Recherches sur l'Obsidienne de Cheikh Hassan (Vallée de l'Euphrate, Syrie) au Néolithique : PPNA et PPNB ancien. *Syria*, 78, 5-17.

ACQUAFREDDA, P. & PAGLIONICO, A. (2004) SEM-EDS microanalysis of microphenocrysts of Mediterranean obsidians: a preliminary approach to source discrimination. *European Journal Of Mineralogy*, 16, 419-429.

ACQUAFREDDA, P., LORENZONI, S. & ZANETTIN, E. (1996) Discrimination of Melos, Lipari, Palmarola obsidian using SEM-EDS. IN DEMIRCI, S., ÖZER, A. M. & SUMMERS, G. D. (Eds.) *The proceedings of the 29th International Symposium on Archaeometry, Ankara 1994*. Ankara, Tübitak.

ACQUAFREDDA, P., ANDRIANI, T., LORENZONI, S. & ZANETTIN, E. (1999) Chemical characterization of obsidians from different Mediterranean sources by non-destructive SEM-EDS analytical method. *Journal of Archaeological Science*, 26, 315-325.

ADDINSOFT (2007) XLSTAT - data analysis solution. Paris.

AMMERMAN, A. J. (1979) A study of obsidian exchange networks in Calabria. *World Archaeology*, 11, 95-110.

AMMERMAN, A. J. & POLGLASE, C. (1993) New evidence on the exchange of obsidian in Italy. IN SCARE, C. & HEALY, F. (Eds.) *Trade and exchange in European Prehistory*. Oxford, Oxbow Books.

AMMERMAN, A. J. & POLGLASE, C. (1995) Analyses and descriptions of the obsidian collection from Arene Candide. *Quaternaria (Festschrift for L. Bernabò Brea)*.



- AMMERMAN, A. J., CESANA, A., POLGLASE, C. & TERRANI, M. (1990) Neutron Activation Analysis of obsidian from two neolithic sites in Italy. *Journal of archaeological science*, 17, 209-220.
- ARAMU, F., MAXIA, V., SERCI, S. & URAS, I. (1983) Mössbauer study of Mount Arci (Sardinia) obsidian. *Lettere al Nuovo Cimento*, 36, 102-104.
- ARANGUREN, B. & REVEDIN, A. (1996) Problemi relativi all'insorgenza del Mesolitico in Sicilia. IN LEIGHTON, R. (Ed.) *Early Societies in Sicily. New Developments*.
- ARCA, M., MARTINI, F., PITZALIS, G., TUVERI, C. & ULZEGA, A. (1982) *Il Paleolitico dell'Anglona (Sardegna Settentrionale). Ricerche 1979-80, Quaderni della Soprintendenza Archeologica per le Province di Sassari e Nuoro 12*, Sassari, Soprintendenza Archeologica per le Province di Sassari e Nuoro.
- ARIAS, C., BIGAZZI, G., BONADONNA, F. P., CIPOLLONI, M., HADLER, N. J. C., LATTES, C. M. G. & RADI, G. (1984) Fission track dating in Archaeology. A useful application. IN PARRINI, P. L. (Ed.) *Scientific Methodologies Applied to Works of Arts*. Montedison Progetto Cultura.
- ARIAS, C., BERNARDES, C., BIGAZZI, G., BONADONNA, F. P., CESAR, M. F., HADLER NETO, J. C., LATTES, C. M. G., OLIVEIRA, J. X., OSORIO ARAYA, A. M. & RADI, G. (1986) Identificação da proveniência de manufaturados de obsidiana através da datação com o método do traços de fissão. *Ciência e cultura*, 32, 285-308.
- ARIAS-RADI, G., BIGAZZI, G. & BONADONNA, F. P. (1972) Le tracce di fissione. Un metodo per lo studio della vie di commercio dell'ossidiana. *Origini*, 6, 155-170.
- ARNAUD, N. & POUPEAU, G. (1998) La datation des obsidiennes. IN CAUVIN, M. C., GOURGAUD, A., GRATUZE, B., ARNAUD, N., POUPEAU, G., POIDEVIN, J.-L. & CHATAIGNER, C. (Eds.) *L'obsidienne au Proche et Moyen Orient : du volcan á l'outil*. Oxford, Archaeopress.
- ASSORGIA, A., BECCALUVA, L., DI PAOLA, G., MACCIONI, L., PUXEDDU, M., SANTACROCE, R. & VENTURELLI, G. (1976) Il complesso vulcanico di Monte Arci (Sardegna Centro-Occidentale). Nota illustrativa alla carta geopetrografica 1 : 50000. *Bollettino della Società Geologica Italiana*, 95, 371-401.
- ATTANASIO, D., ARMIENTO, G., BRILLI, M., EMANUELE, M. C., PLATANIA, R. & TURI, B. (2000) Multi-method marble provenance determinations: the Carrara marbles as a case study for the combined use of isotopic, electron spin resonance and petrographic data. *Archaeometry*, 42, 257-272.

ATZENI, E. (1972) Notiziario: Su Carroppu di Sirri (Carbonia). *Rivista di Scienze Preistoriche* XXVII, 478-479.

ATZENI, E. (1975) Nuovi idoli della Sardegna prenuragica (Nota preliminare). *Studi Sardi*, XXIII, 3-51.

ATZENI, E. (1978) Notiziario - Sardegna: Provincia di Cagliari. Riparo sotto roccia di «Su Carròppu» (Sirri-Carbonia). *Rivista di Scienze Preistoriche*, XXXII, 357-358.

ATZENI, E. (1987) Il Neolitico della Sardegna. *Atti della XXVI Riunione Scientifica dell'Istituto Italiano di Preistoria e Protostoria «Il Neolitico in Italia» (Firenze, 7-10 novembre 1985)*. Firenze, I. I. P. P.

ATZENI, E., LUGLIÈ, C. & MIGALEDU, M. V. G. (2004) L'ossidiana del Monte Arci nel riparo neolitico di Su Carroppu di Sirri (Carbonia). *L'ossidiana del Monte Arci nel Mediterraneo. La ricerca archeologica e la salvaguardia del paesaggio per lo sviluppo delle zone interne della Sardegna, Atti del 2° Convegno Internazionale, Pau, 28-30 novembre 2003* Cagliari, Edizioni AV.

AVANZINELLI, R., BINDI, L., MENCHETTI, L. & CONTICELLI, S. (2004) Crystallisation and genesis of peralkaline magmas from Pantelleria Volcano, Italy: an integrated petrological and crystal-chemical study. *Lithos*, 73, 41-69.

BARBERI, F., BORSI, S., FERRARA, G. & INNOCENTI, F. (1967) Contributo alla conoscenza vulcanologica e magmatologica delle isole dell'arcipelago Pontino. *Memorie della Società Geologica Italiana*, 6, 581-606.

BARCA, D., DE FRANCESCO, A. M. & CRISCI, G. M. (2007) Application of Laser Ablation ICP-MS for characterization of obsidian fragments from peri-Tyrrhenian area. *Journal of Cultural Heritage*, 8, 141-150.

BARDIN, G., RAYNAL, J.-P. & KIEFFER, G. (2004) Drainage patterns and regional morphostructure at Melka Kunture (Upper Awash, Ethiopia). IN CHAVAILLON, J. & PIPERNO, M. (Eds.) *Studies on the Early Paleolithic site of Melka Kunture*. Firenze, Origines.

BARRAT, J.-A., BLICHERT-TOFT, J., GILLET, P. & KELLER, F. (2000) The differentiation of eucrites: the role of in-situ crystallization. *Meteoritic & Planetary Science*, 35, 1087-1100.

BARRIO, R. A., GALEENER, F. L., MARTÌNEZ, E. & ELLIOTT, R. J. (1993) Regular ring dynamics in AX<sub>2</sub> tetrahedral glasses *Physical Review B*, 48, 15672 - 15689.

BAXTER, M. (1992) Statistical analysis of chemical compositional data and the comparison of analyses. *Archaeometry*, 34, 267-277.

BAXTER, M. (1994a) *Exploratory Multivariate Analysis in Archaeology*, Edinburgh, Edinburgh University Press.

BAXTER, M. (2003) *Statistics in Archaeology*, London, Arnold.

BAXTER, M. J. (1994b) Stepwise discriminant analysis in archaeometry : a critique. *Journal of Archaeological Science*, 21, 659-666.

BECCALUVA, L., DERIU, M., MACCIONI, L., MACCIOTTA, G. & VENTURELLI, G. (1974) Il massiccio vulcanico di M.te Arci (Sardinia centro-occidentale). Nota preliminare. *Rendiconti della Società Italiana di Mineralogia e Petrologia*, 30, 1069-1080.

BELLOT-GURLET, L. (1998) Caractérisation par analyse élémentaire (PIXE et ICP-MS/AES) d'un verre naturel : l'obsidienne. Application à l'étude de provenance d'objets archéologiques. *Spécialité Physique*. Grenoble, Université Joseph Fourier, Grenoble I.

BELLOT-GURLET, L., KELLER, F. & POUPEAU, G. (1999a) Description of the procedures for ICP-AES and ICP-MS analysis at Grenoble, France. IN GLASCOCK, M. D. (Ed.) *An Inter-laboratory Comparison of Element Compositions for Two Obsidian Sources, International Association for Obsidian Studies Bulletin 23*.

BELLOT-GURLET, L., DORIGHEL, O. & POUPEAU, G. (2007) Obsidian provenance studies in Colombia and Ecuador: obsidian sources revisited. *Journal of Archaeological Science*, In Press, Corrected Proof, doi:10.1016/j.jas.2007.03.008.

BELLOT-GURLET, L., LE BOURDONNEC, F. X., POUPEAU, G. & DUBERNET, S. (2004) Raman micro-spectroscopy of western Mediterranean obsidian glass: one step towards provenance studies? *Journal Of Raman Spectroscopy*, 35, 671-677.

BELLOT-GURLET, L., POUPEAU, G., DORIGHEL, O., CALLIGARO, T., DRAN, J.-C. & SALOMON, J. (1999b) A PIXE/Fission-track dating approach to sourcing studies of obsidian artefacts in Colombia and Ecuador. *Journal of Archaeological Science*, 26, 855-860.

BELLOT-GURLET, L., CALLIGARO, T., DORIGHEL, O., DRAN, J. C., POUPEAU, G. & SALOMON, J. (1999c) PIXE analysis and fission track dating of obsidian from South American prehispanic cultures: an insight over the circulation of a lithic industry raw material. *Nuclear Instruments & Methods in Physics Research Section B*, 150, 616-621.

BELLOT-GURLET, L., BIGAZZI, G., DORIGHEL, O., ODDONE, M., POUPEAU, G. & YEGINGIL, Z. (1999d) The fission-track analysis: An alternative technique for provenance studies of prehistoric obsidian artefacts. *Radiation Measurements*, 31, 639-644.

- BELLOT-GURLET, L., POUPEAU, G., SALOMON, J., CALLIGARO, T., MOIGNARD, B., DRAN, J.-C., BARRAT, J.-A. & PICHON, L. (2005) Obsidian provenance studies in archaeology: A comparison between PIXE, ICP-AES and ICP-MS. *Nuclear Instruments & Methods In Physics Research Section B-Beam Interactions With Materials And Atoms*, 240, 583-588.
- BELLUOMINI, G. A., DISCENDENTI, A., MALPIERI, L. & NICOLETTI, M. (1970) Studi sulle ossidiane italiane. II. - Contenuto in  $^{40}\text{Ar}$  radiogenico e possibilità di datazione. *Periodico di Mineralogia*, 39, 469-470.
- BIGAZZI, G. & BONADONNA, F. P. (1973) Fission track dating of the obsidian of Lipari island (Italy). *Nature*, 242, 322-323.
- BIGAZZI, G. & RADÌ, G. (1981) Datazione con le tracce di fissione per l'identificazione della provenienza dei manufatti di ossidiana. *Rivista di Scienze Preistoriche*, XXXVI, 223-250.
- BIGAZZI, G. & RADÌ, G. (1998) Prehistoric exploitation of obsidian for tool making in the Italian peninsula: a picture from a rich fission-track data-set. *XIII International Congress of Prehistoric and Protohistoric Sciences*. Forlì, Italy, September 8-14, 1996.
- BIGAZZI, G., ODDONE, M. & RADÌ, G. (2005) The Italian obsidian sources. *Archeometriai Műhely*, 1, 1-13.
- BIGAZZI, G., BANADONNA, F. P., BELLUOMINI, G. & MALPIERI, L. (1971) Studi sulle ossidiane italiane. IV. Datazione con il metodo delle tracce di fissione. *Bollettino della Società Geologica Italiana*, 90, 469-480.
- BIGAZZI, G., BANADONNA, F. P., MACCIONI, L. & PECORINI, G. (1976) Research on Monte Arci (Sardinia) subaerial volcanic complex using the fission track method. *Bollettino della Società Geologica Italiana*, 95, 1555-1570.
- BIGAZZI, G., MELONI, S., ODDONE, M. & RADÌ, G. (1986) Provenance study of obsidian artifacts: trace elements analysis and data reduction. *Journal of Radioanalytical Chemistry*, 98, 353-363.
- BIGAZZI, G., MARTON, P., NORELLI, P. & ROZLOZNIK, L. (1990) Fission track dating of Carpathian obsidians and provenance identification. *Nuclear Tracks and Radiation Measurements*, 17, 391-396.

- BIGAZZI, G., POUPEAU, G., YEGINGIL, Z. & BELLOT-GURLET, L. (1998) Provenance studies of obsidian artefacts in Anatolia using the fission-track dating method : an overview. IN CAUVIN, M. C., GOURGAUD, A., GRATUZE, B., ARNAUD, N., POUPEAU, G., POIDEVIN, J.-L. & CHATAIGNER, C. (Eds.) *L'Obsidienne au Proche et Moyen Orient, Du volcan à l'outil*. Oxford, Archaeopress.
- BIGAZZI, G., COLTELLI, M., HADLER, N. J. C., OSORIO ARAYA, A. M., ODDONE, M. & SALAZAR, E. (1992) Obsidian-bearing lava flows and pre-Colombian artifacts from the Ecuadorian Andes : first new multidisciplinary data. *Journal of South American Earth Sciences*, 6, 21-32.
- BINDER, D. (1987) Le Néolithique Ancien Provençal. Typologie et technologie des outillages lithiques. *Gallia Préhistoire*, XXIV<sup>e</sup> supplément.
- BINDER, D. (1991) Les outillages lithiques. Technologie. IN BINDER, D. (Ed.) *Une économie de chasse au Néolithique ancien. La grotte Lombard à Saint-Vallier de Thiey (Alpes-Maritimes)*. Monographie du Centre de Recherche Archéologique 5. Paris, CNRS.
- BINDER, D. & COURTIN, J. (1994) Un point sur la circulation de l'obsidienne dans le domaine Provençal. *Gallia Préhistoire*, 36, 310-322.
- BIRD, R., TORRENCE, R., BAILEY, G. M. & SUMMERHAYES, G. R. (1994) Recent advances in PIXE-PIGME analysis of New Britain obsidian towards finer distinctions. *Paper presented at : 5<sup>th</sup> conference on Australasian Archaeometry, Feb, 9 p.*
- BIRD, R. J. (1991) Obsidian characterisation and the peopling of the Pacific. *La pierre Préhistorique, Actes du séminaire des 13 et 14 décembre 1990, Laboratoire de Recherche des Musées de France*, 59-70.
- BISHOP, L. C., PLUMMER, T. W., FERRARO, J. W., BRAUN, D., DITCHFIELD, P. W., HERTL, F., KINGSTON, J. D., HICKS, J. & POTTS, R. (2006) Recent research into Oldowan Hominin Activities at Kanjera South, Western Kenya. *African Archaeological Review*, 23, 31-40.
- BOËDA, E. (1993) Le débitage discoïde et le débitage Levallois récurrent centripète. *Bulletin de la Société Préhistorique Française*, 90, 392-404.
- BONETTI, R., GUGLIELMETTI, A., MALERBA, F., MIGLIORINI, E., ODDONE, M. & BIRD, R. (1998) Age determination of obsidian source samples from North Queensland and New South Wales, Australia. IN VAN DEN HAUTE, P. & DE CORTE, F. (Eds.) *Advances in Fission-Track Geochronology*. Dordrecht., Kluwer Academic Publishers.

- BONNEFILLE, R. (1976) Végétations et climats des temps oldowayens et acheuléens à Melka-Kunturé (Ethiopie). *L’Ethiopie avant l’Histoire 1*, CNRS, 55-71.
- BOWEN, N. L. (1928) *The evolution of the Igneous Rocks*, New-York, Princenton Univ. Press (fac similé. Dover Publication, 1956).
- BOWMAN, H. R., ASARO, F. & PERLMAN, I. (1973) Composition variations in obsidian sources and the archaeological implications. *Archaeometry*, 15, 123-127.
- BRAUN, D., PLUMMER, T., BISHOP, L., DITCHFIELD, P. & FERRARO, J. (2006a) Kanjera South: Pliocene technological diversity. Paper presented in the Symposium “Interdisciplinary Approaches to the Oldowan”. *71st Annual Meeting of the Society of American Archaeology*. Puerto Rico, April 2006.
- BRAUN, D. R., TACTIKOS, J. C., FERRARO, J. V. & HARRIS, J. W. K. (2005) Flake recovery rates and inferences of Oldowan hominin behavior: a response to Kimura 1999, 2002. *Journal of Human Evolution*, 48, 525-531.
- BRAUN, D. R., TACTIKOS, J. C., FERRARO, J. V. & HARRIS, J. W. K. (2006b) Archaeological inference and Oldowan behavior. *Journal of Human Evolution*, 51, 106-108.
- BRESSY, C. (2002) Caractérisation et gestion du silex des sites mésolithiques et néolithiques du nord-ouest de l’arc alpin. Une approche pétrographique et géochimique. Université Aix-Marseille 1.
- BRESSY, C., POUPEAU, G. & YENER, K. A. (2005) Cultural interactions during the Ubaid and Halaf periods: Tell Kurdu (Amuq Valley, Turkey) obsidian sourcing. *Journal of Archaeological Science*, 32, 1560-1565.
- BRESSY, C., D’ANNA, A., LEANDRI, F., BELLOT-GURLET, L., LE BOURDONNEC, F.-X., DEMOUCHE, F., POUPEAU, G. & TRAMONI, P. (2007) Flint and obsidian procurement of three Corsican sites during the VI<sup>th</sup> and V<sup>th</sup> Millenium BC. *Comptes Rendus Palevol*, Soumis.
- BROCHWELL, D. R. & HIGGS, E. S. (Eds.) (1963) *Science in Archaeology*, New-York, Basic Books, Inc.
- BUCHNER, G. (1949) Ricerche sui giacimenti e sulle industrie ossidiane in italia. *Rivista di Scienze Preistoriche*, 4, 162-186.

- BULGARELLI, G. M., COLLINA, C., GALLOTTI, R., KIEFFER, G., LE BOURDONNEC, F.-X., PIPERNO, M., POUPEAU, G. & RAYNAL, J. P. (2006) L'utilisation de l'obsidienne à Melka Kunture (Haute Vallée de l'Awash, Ethiopie). *XV<sup>th</sup> Congress of the International Union for Prehistoric and Protohistoric Sciences*. Lisbonne (Portugal), 4-9 septembre 2006.
- BUSTAMANTE, A., MONTOYA, J., DELGADO, M., SCORZELLI, R. B., ROSSI, A. M. & POUPEAU, G. (2003) Characterization by Mössbauer Spectroscopy and Electron Paramagnetic Resonance of Peruvian Obsidians for Provenience Studies: A Preliminary Study. *Hyperfine Interactions*, 148/149, 73-77.
- BUSTAMANTE, A. D., PETRICK, S., SCORZELLI, R. B., ROSSI, A. M., POUPEAU, G. & SEELENFREUND, A. (1998) Mössbauer and ESR studies of obsidian provenience in the northern Andes. *J. Hyperfine Interactions (C)*, 3, 360-363.
- CALLIGARO, T., MACARTHUR, J. D. & SALOMON, J. (1996) An improved experimental setup for the simultaneous PIXE analysis of heavy and light elements with a 3 MeV proton external beam. *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research Section B*, 109/110, 125-128.
- CALLIGARO, T., DRAN, J.-C., MOIGNARD, B., PICHON, L., SALOMON, J. & WALTER, P. (2002) Ion beam analysis with external beams: Recent set-up improvements. *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research Section B*, 188, 135-140.
- CALLIGARO, T., DRAN, J.-C., DUBERNET, S., POUPEAU, G., GENDRON, F., GONTHIER, E., MESLAY, O. & TENORIO, D. (2005) PIXE reveals that two Murillo's masterpieces were painted on Mexican obsidian slabs. *Nuclear Instruments & Methods In Physics Research Section B-Beam Interactions With Materials And Atoms*, 240, 576-582.
- CAMPBELL, J. L., HOPMAN, T. L., MAXWELL, J. A. & NEJEDLY, Z. (2000) The Guelph PIXE software package III: Alternative proton database. *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research Section B*, 170, 193-204.
- CAMPS, G. (1988) *Préhistoire d'une île. Les origines de la Corse*, Paris, Errance.
- CANN, J. R. & RENFREW, C. (1964) The characterization of obsidian and its application to the Mediterranean region. *Proceedings of the Prehistoric Society*, 30, 111-133.
- CARTER, T., POUPEAU, G., BRESSY, C. & PEARCE, N. J. G. (2005) From chemistry to consumption: towards a history of obsidian use at Çatalhöyük through a programme of inter-laboratory trace-elemental characterization. IN HODDER, I. (Ed.) *Changing Materialities at Çatalhöyük: Reports from the 1995-1999 Seasons*. Cambridge, McDonald Institute Monographs and BIAA.

- CARTER, T., POUPEAU, G., BRESSY, C. & PEARCE, N. J. G. (2006) A new programme of obsidian characterization at Çatalhöyük, Turkey. *Journal of Archaeological Science*, 33, 893-909.
- CARTER, T., POUPEAU, G., SHACKLEY, M. S., DUBERNET, S., KING, R. & LE BOURDONNEC, F.-X. (2007) Eastern Anatolian Obsidians at Çatalhöyük and the Reconfiguration of Regional Interaction in the Early Pottery Neolithic. *Antiquity*, Accepted.
- CASTIGLIONI, O., FUSSI, F. & D'AGNOLO, G. (1962) Indagini sulla provenienza dell'ossidina utilizzata nelle industrie preistoriche del Mediterraneo. Parte prima. *Atti Soc. It. Sci. Nat. and Mus. Civ. Sci. Nat. Milano*, 101, 12-18.
- CASTIGLIONI, O., FUSSI, F. & D'AGNOLO, G. (1963) Indagini sulla provenienza dell'ossidina utilizzata nelle industrie preistoriche del Mediterraneo occidentale. *Atti Soc. It. Sci. Nat. and Mus. Civ. Sci. Nat. Milano*, 102, 310-322.
- CAUVIN, M.-C., BALKAN, N., BESNUS, Y. & SAROGLU, F. (1986) Origine de l'obsidienne de Cafer Höyük (Turquie) : premiers résultats. *Paléorient*, 12, 87-97.
- CAUVIN, M. C., GOURGAUD, A., GRATUZE, B., ARNAUD, N., POUPEAU, G., POIDEVIN, J.-L. & CHATAIGNER, C. (Eds.) (1998) *L'obsidienne au Proche et Moyen Orient : du volcan à l'outil*, Oxford, Archaeopress.
- CAVARRETTA, G. (1997) Microanalisi WD-ED: confronto e integrazione. *Plinius*, 18, 225-236.
- CERNICCHIARO, G., STEWART, S. J., SCORZELLI, R. B., TAKEUCHI, Y., POUPEAU, G. & BIGAZZI, G. (2005) Magnetic Properties of obsidian and Provenance Studies in the Neolithic of Mediterranean Basin. IN KARS, H. & BURKE, E. (Eds.) *Geoarchaeological and Bioarchaeological Studies 3*. Amsterdam, Vrije Universiteit.
- CESARI, J. (1988) Le Terrinien du site des Calanchi (Sollacaro - Corse du Sud). IN CAMPS, E. G. (Ed.) *Terrina et le Terrinien: Recherches sur le Chalcolithique de la Corse*. Ecole Française de Rome.
- CESARI, J. (1997) Influence de la culture d'Ozieri dans les productions céramiques des Calanchi et des autres sites du sud de la Corse. *La Cultura di Ozieri, la Sardegna e il Mediterraneo nel IVe et IIIe millenio a. C.*, Edizioni il Torchietto.
- CHAVAILLON, J. (1976) Melka-Kunturé : campagnes de fouilles 1971-1973. *Annales d'Ethiopie*, 10, 1-18.
- CHAVAILLON, J. (1979) Essai pour une typologie du matériel de percussion. *Bulletin de la Société Préhistorique Française*, 76, 230-233.



- CHAVAILLON, J. (2004) Discovery, geological introduction and study of percussion material and tools on pebble. IN CHAVAILLON, J. & PIPERNO, M. (Eds.) *Studies on the Early Paleolithic site of Melka Kunture, Ethiopia*. Firenze, Origines.
- CHAVAILLON, J. & COPPENS, Y. (1986) Nouvelle découverte d'Homo erectus à Melka-Kunturé. *Comptes Rendus de l'Académie des Sciences, Paris*, 303, 99-104.
- CHAVAILLON, J. & BERTHELET, A. (2004) The archaeological sites of Melka Kunture. IN CHAVAILLON, J. & PIPERNO, M. (Eds.) *Studies on the Early Paleolithic site of Melka Kunture, Ethiopia*. Firenze, Origines.
- CHAVAILLON, J. & PIPERNO, M. (Eds.) (2004) *Studies on the Early Paleolithic site of Melka Kunture, Ethiopia*, Firenze, Origines.
- CHAVAILLON, J., CHAVAILLON, N. & BERTHELET, A. (2004) Methodology. IN CHAVAILLON, J. & PIPERNO, M. (Eds.) *Studies on the Early Paleolithic site of Melka Kunture, Ethiopia*. Firenze, Origines.
- CHAVAILLON, J., CHAVAILLON, N., HOURS, F. & PIPERNO, M. (1979) From the Oldowan to the Middle Stone Age at Melka-Kunture (Ethiopia). Understanding cultural changes. *Quaternaria XXI*, 87-114.
- CHÁVEZ-RIVAS, F., ZAMORANO-ULLOA, R., GALLAND, D., REGNARD, J. R. & CHAPPERT, J. (1991) Magnetic resonance and magnetization studies of natural volcanic glasses: Lipari obsidians (abstract). *Journal of Applied Physics*, 69, 5468.
- CHERNET, T., HART, W. K., ARONSON, J. L. & WALTER, R. C. (1998) New age constraints on the timing of volcanism and tectonism in the northern Main Ethiopian Rift-southern Afar transition zone (Ethiopia). *Journal of Volcanology and Geothermal Research*, 80, 267-280.
- CHERRY, J. (1990) The first colonisation of the Mediterranean Islands. *Journal of Mediterranean Archaeology*, 3, 145-221.
- CHERRY, J. (1992) Paleolithic Sardinians? some questions of evidence and method. IN TYKOT, R. H. & ANDREWS, T. K. (Eds.) *Sardinia in the Mediterranean: a Footprint in the Sea*. Sheffield, Sheffield Academic Press.
- CIVETTA, L., CORNETTE, Y., GILLOT, P. Y. & ORSI, G. (1988) The eruptive history of Pantelleria (Sicily Channel) in the last 50 Ka. *Bulletin of Volcanology*, 50, 47-57.

- CIVETTA, L., CORNETTE, Y., CRISCI, G. M., GILLOT, P. Y., ORSI, G. & REQUEJOS, C. S. (1984) Geology, geochronology and chemical evolution of the island of Pantelleria. *Geological Magazine*, 121, 541-668.
- CLOCCHIATTI, R. & WESTERCAMP, D. (1974) Nature et origine des phénocristaux de quartz des laves de Martinique, Petites Antilles. *Bulletin of Volcanology*, 38, 44-64.
- COLOMBAN, P. (2003) Polymerization degree and Raman identification of ancient glasses used for jewelry, ceramic enamels and mosaics *Journal of Non-Crystalline Solids*, 323, 180-187.
- CONDEMI, S. (2004) The Garba IV E mandible. IN CHAVAILLON, J. & PIPERNO, M. (Eds.) *Studies on the Early Paleolithic site of Melka Kunture, Ethiopia*. Firenze, Origines.
- CONGIA, C., LUGLIÈ, C. & SANNA, I. (2006) Gestione e metodi di riduzione dell'ossidiana nel sito all'aperto di Rio Saboccu (Guspini, Prov. del Medio Campidano). *L'ossidiana del Monte Arci nel Mediterraneo. Le vie dell'ossidiana nel Mediterraneo ed in Europa: tecnologia delle risorse e identità culturale nella preistoria, Atti del 4° Convegno Internazionale (Pau, 17 dicembre 2005)*,. Mogoro, PTM Editrice.
- CORTESE, M., FRAZZETTA, G. & LA VOLPE, L. (1986) Volcanic history of Lipari (Aeolian Islands, Italy) during the last 10,000 years. *Journal of Volcanology and Geothermal Research*, 27, 117-133.
- COSTA, L. J. (2000) Espaces et sépultures mégalithiques en Corse. *Des comportements techniques dans la préhistoire (table ronde du Laboratoire de Préhistoire et Technologie, mars 1999)*.
- COSTA, L. J. (2001) Espaces et productions lithiques taillées en Corse (9<sup>e</sup> - 2<sup>e</sup> millénaire cal. BC). Paris, Paris X - Nanterre.
- COSTA, L. J. (2006) Récents acquis sur la circulation préhistorique de l'obsidienne en Corse. *Bulletin de la Société Préhistorique Française*, 103, 71-85.
- COSTA, L. J. & CESARI, J. (2003) Elements de réflexions pour une approche des données sur l'exploitation de l'obsidienne en Corse. *Sardinia, Corsica et Baleares Antiquae*, I, 3-14.
- CRESSIER, P. (1980) Magnétostratigraphie du gisement pléistocène de Melka-Kunturé (Ethiopie). Datation des niveaux oldowayens et acheuléens. Strasbourg, Université Louis Pasteur.
- CRISCI, G. M., RICQ-DE BOUARD, M., LANZAFRAME, U. & DE FRANCESCO, A. M. (1994) Les obsidiennes du Midi de la France I. Nouvelle Méthode d'analyse et provenance de l'ensemble des obsidiennes néolithiques du Midi de la France. *Gallia Préhistoire*, 36, 299-309.

CRISCI, G. M., DE ROSA, R., ESPERANCA, S., MAZZUOLI, R. & SONNINO, M. (1991) Temporal evolution of three component system: the island of Lipari (Aeolian Arc, southern Italy). *Bulletin of Volcanology*, 53, 207-221.

D'ANDREA, A., GALLOTTI, R. & PIPERNO, M. (2002) Taphonomic interpretation of the Developed Oldowan site of Garba IV (Melka Kunture, Ethiopia) through a GIS application. *Antiquity*, 76, 991-1001.

DAVIS, M. K., JACKSON, T. L., SHACKLEY, M. S., TEAGUE, T. & HAMPEL, J. H. (1998) Factors affecting the Energy-Dispersive X-Ray Fluorescence (EDXRF) analysis of archaeological obsidian. IN SHACKLEY, M. S. (Ed.) *In : Archaeological obsidian studies. Method and theory*. New York and London, Plenum Press,.

DE BRUIJN, N. (2004) Obsidian exploitation and production at Bucca Colorus (S. Nicolò d'Arcidano, OR). *L'ossidiana del Monte Arci nel Mediterraneo. La ricerca archeologica e la salvaguardia del paesaggio per lo sviluppo delle zone interne della Sardegna, Atti del 2° Convegno Internazionale, Pau, 28-30 novembre 2003* Cagliari, Edizioni AV.

DE FRANCESCO, A. M. & CRISCI, G. M. (2000) Provenienza delle ossidiane dei siti archeologici di Pianosa (Arcipelago Toscano) e Lumaca (Corsica) con il metodo analitico non distruttivo in fluorescenza X. IN TOZZI, C. & WEISS, M. C. (Eds.) *Les premier peuplements olocenes de l'aire Corso-Toscane*. Pisa, ETS.

DE FRANCESCO, A. M., BOCCI, M. & CRISCI, G. M. (2004) Provenienza dal Monte Arci per le ossidiane di alcuni siti archeologici dell'Italia Centrale e della Francia Meridionale. *L'ossidiana del Monte Arci nel Mediterraneo. La ricerca archeologica e la salvaguardia del paesaggio per lo sviluppo delle zone interne della Sardegna, Atti del 2° Convegno Internazionale, Pau, 28-30 novembre 2003*. Cagliari, Edizioni AV.

DE FRANCESCO, A. M., CRISCI, G. M., BOCCI, M. & LANZAFAME, U. (2002a) Provenienza delle ossidiane archeologiche di alcuni siti neolitici italiani. *Plinius, supplemento italiano all'European Journal of Mineralogy* 28 Settembre 2002, 137-138.

DE FRANCESCO, A. M., CRISCI, G. M., RADI, G., TOZZI, C., PERAZZI, P. & DUCCI, S. (2002b) Provenance of the obsidians coming from Catignano (Abruzzo), Pianosa (Tuscany Archipelago) and Lumaca (Corsica) Neolithic sites with non-destructive X-ray Fluorescence analytical method. *2° Congresso Nazionale Scienza e Beni Culturali*. Bologna, 29 gennaio-1 febbraio 2002.

DE LA TORRE, I. & MORA, R. (2005) *Technological Strategies in the Lower Pleistocene at Olduvai Beds I & II*, Liège.

- DE LA TORRE, I., MORA, R., DOMÍNGUEZ-RODRIGO, M., DE LUQUE, L. & ALCALÁ, L. (2003) The Oldowan industry of Peninj and its bearing on the reconstruction of the technological skills of Lower Pleistocene hominids. *Journal of Human Evolution*, 4, 203-224.
- DE RITA, D., FUNICIELLO, R., PANTOSI, D., SALVINI, F., SPOSATO, A. & VELONA, M. (1986) Geological and structural characteristics of the Pontine Islands (Italy) and implications with the evolution of the Tyrrhenian margin. *Mem. Soc. Geol. It.*, 55-65.
- DELAGNES, A. & ROCHE, H. (2005) Late Pliocene knapping skills: The case of Lokalalei 2C, West Turkana, Kenya. *Journal of Human Evolution*, 48, 435-472.
- DELERUE, S. (2007) L'obsidienne dans le processus de néolithisation du Proche-Orient (12000-6500 BC). Pessac, Université Michel de Montaigne, Bordeaux 3.
- DELERUE, S., POUPEAU, G., DUBERNET, S., BALKAN, N. & MOLIST, M. (2007a) Provenance of some obsidians from the Neolithic site of Akarçay (Sanliurfa, Turkey). IN MOLIST, M. (Ed.) *Akarçay monograph*.
- DELERUE, S., CARTER, T., MILIĆ, M., PEARCE, N. J. G., POUPEAU, G. & SHACKLEY, M. S. (2006) Characterizing obsidian from Neolithic Çatalhöyük (Konya Plain, Turkey): A chaîne opératoire approach. *36 th International Symposium on Archaeometry*. Quebec City.
- DELERUE, S., POUPEAU, G., CARTER, T., LE BOURDONNEC, F.-X., DUBERNET, S., MORETTO, P. & CALLIGARO, T. (2007b) The use of PIXE and SEM-EDS for Obsidian Provenance Studies in the Near East: A case study from Neolithic Çatalhöyük (central Anatolia). *Journal of Archaeological Science*, En préparation.
- DICKIN, A. P. (1995) *Radiogenic Isotope Geology*, Cambridge, University Press.
- DOMINGO MARTÍNEZ, R. A. (2005) *La funcionalidad de los microlitos geométricos. Bases experimentales para su estudio*, Zaragoza, Universidad de Zaragoza.
- DORIGHEL, O. (2000) La diffusion de l'obsidienne préhispanique dans l'air andine équatoriale de 3500 BC à 1500 AD. Proposition d'une première modélisation des échanges par Traces de Fission et Géochimie. Université Panthéon-Sorbonne, Paris I.
- DORIGHEL, O., POUPEAU, G., BELLOT-GURLET, L. & LABRIN, E. (1998) Fission track dating and provenience of archaeological obsidian artefacts in Colombia and Ecuador. IN VAN DEN HAUTE, P. & DE CORTE, F. (Eds.) *Advances in Fission-Track Geochronology*. Dordrecht, Kluwer Academic Publishers.

- DUERDEN, P., CLAYTON, E. & BIRD, J. R. (1986) Recent ion beam analysis studies in archaeology and art. *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research B*, 14, 50-57.
- DUERDEN, P., BIRD, J. R., SCOTT, M. D., CLAYTON, E., RUSSELL, L. H. & COHEN, D. D. (1980) PIXE-PIGME studies of artefacts. *Nuclear Instruments and Methods*, 168, 447-452.
- DUFFIELD, W. A. & DALRYMPHE, G. B. (1990) The Taylor Creek rhyolite of New-Mexico: a rapidly emplaced field of lava domes and flows. *Bulletin of Volcanology*, 52, 475-487.
- DURRANI, S. A., KHAN, H. A., TAJ, M. & RENFREW, C. (1971) Obsidian source identification by fission track analysis. *Nature*, 223, 242-245.
- DUTTINE, M. (2005) Recherche de provenance de quartz et d'obsidiennes préhistoriques en Europe Occidentale. Apports de la Résonance Paramagnétique Electronique (RPE). Pessac, Université Michel de Montaigne - Bordeaux 3.
- DUTTINE, M., VILLENEUVE, G., POUPEAU, G., ROSSI, A. M. & SCORZELLI, R. B. (2003) Electron spin resonance of Fe<sup>3+</sup> ion in obsidians from Mediterranean islands. Application to provenance studies. *Journal of Non-Crystalline Solids*, 323, 193-199.
- DUTTINE, M., SCORZELLI, R. B., CERNICCHIARO, G. R. C., POUPEAU, G. & GUILLAUME-GENTIL, N. (2007) Magnetic properties and electron spin resonance of Ecuadorian obsidians. Application to provenance research of archaeological samples. *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, Sous presse.
- FENU, P., MARTINI, F. & PITZALIS, G. (2000) Gli scavi nella grotta Su Coloru (Sassari): primi risultati e prospettive di ricerca. *Rivista di Scienze Preistoriche*, L, 165-187.
- FENU, P., MARTINI, F., PITZALIS, G. & SARTI, L. (2002) Le datazioni radiometriche della Grotta Su Coloru (Sassari) nella transizione Mesolitico - Neolitico. *Rivista di Scienze Preistoriche*, LII, 327-335.
- FERNANDES, P. & RAYNAL, J. P. (2006) Petroarchaeology of flint artefacts - a return to the source. *Comptes Rendus Palevol*, 5, 829-837.
- FERNANDES, P., LE BOURDONNEC, F.-X., RAYNAL, J. P., POUPEAU, G., PIBOULE, M. & MONCEL, M.-H. (2007) Origins of prehistoric flints: the neocortex memory revealed by Scanning Electron Microscopy. *Comptes Rendus Palevol*, Soumis.
- FERRARESE CERUTI, M. L. & PITZALIS, G. (1987) Il tafone di Cala Corsara nell'isola di Spargi (La Maddalena - Sassari). *Atti della XXVI Riunione Scientifica dell'Istituto Italiano di Preistoria e Protostoria «Il Neolitico in Italia», Firenze, 7-10 novembre 1985*. Firenze, IUPP.

FINK, J. H. & MANLEY, C. R. (1987) Origin of pumiceous and glassy texture in rhyolitic flows and domes. *Geological Society of America Special Paper*, 212, 77-78.

FOERSTNER, H. (1881) Nota preliminare sulla geologia dell'isola di Pantelleria secondo gli studi fatti negli anni 1874 e 1881. *Bollettino del R. Comitato Geologico d'Italia*, 12, 532-556.

FOSCHI, A. (1982) Il neolitico antico della grotta Sa Korona di Monte Majore (Thiesi, Sassari). Nota preliminare. IN MONTJARDIN, R. (Ed.) *Le Néolithique Ancien Méditerranéen. Actes du Colloque International de Préhistoire (Montpellier)*. Archéologie en Languedoc.

FOSCHI NIEDDU, A. (1987) La grotta Sa Korona di Monte Majore (Thiesi, Sassari). Primi risultati dello scavo 1980. *Atti della XXVI Riunione Scientifica dell'Istituto Italiano di Preistoria e Protostoria «Il Neolitico in Italia», Firenze, 7-10 novembre 1985*. Firenze.

FOSCHI NIEDDU, A. (2002) Grotta Sa Korona. IN FUGAZZOLA DELPINO, M. A., PESSINA, A. & TINÉ, V. (Eds.) *Le ceramiche impresse nel Neolitico antico. Italia e Mediterraneo. Studi di Paleontologia I*. Roma, Soprintendenza Speciale al Museo Nazionale Preistorico Etnografico «L. Pigorini».

FRANCAVIGLIA, V. (1984) Characterization of Mediterranean obsidian sources by classical petrochemical methods. *Preistoria Alpina*, 20, 311-332.

FRANCAVIGLIA, V. (1988) Ancient obsidian sources on Pantelleria (Italy). *Journal of Archaeological Science*, 15, 109-122.

FRANCAVIGLIA, V. & PIPERNO, M. (1987) La répartition et la provenance de l'obsidienne archéologique de la Grotta dell'Uzzo et de monte Cofano (Sicile). *Revue d'Archéométrie*, 11, 31-39.

FRÖHLICH, F. & SERVANT-VILDARY, S. (1989) Evaluation of diatom content by counting and infrared analysis in Quaternary fluvio-lacustrine deposits from Bolivia. *Diatom Research*, 4, 241-248.

FRÖHLICH, F. & GENDRON-BADOU, A. (2002) La spectroscopie infrarouge, un outil polyvalent. *Géologie de la préhistoire*. Paris, Geopré Presse universitaire de Perpignan, Association pour l'étude de l'environnement géologique de la préhistoire.

GALEENER, F. L. (1982) Planar rings in vitreous silica. *Journal of Non-Crystalline Solids*, 49, 53-62.

GALLOTTI, R. & PIPERNO, M. (2004) The site of Garba IV. Spatial analysis of the lithic material from level D. IN CHAVAILLON, J. & PIPERNO, M. (Eds.) *Studies on the Early Paleolithic site of Melka Kunture, Ethiopia*. Firenze, Origines.

- GASSIN, B. (1991) Les outillages lithiques. Étude fonctionnelle. IN D., B. (Ed.) *Une économie de chasse au Néolithique ancien. La grotte Lombard à Saint-Vallier de Thieu (Alpes-Maritimes). Monographie du Centre de Recherche Archéologique 5*. Paris, CNRS.
- GERAADS, D., EISENMANN, V. & PÉTER, G. (2004) The large mammal fauna of the Oldowan sites of Melka Kunture. IN CHAVAILLON, J. & PIPERNO, M. (Eds.) *Studies on the Early Paleolithic site of Melka Kunture, Ethiopia*. Firenze, Origines.
- GIMENO, D. (2003) Devitrification of natural rhyolitic obsidian glasses: petrographic and microstructural study (SEM+EDS) of recent (Lipari island) and ancient (Sarrabus, SE Sardinia) samples. *Journal of Non-Crystalline Solids*, 323, 84-90.
- GIRAUX, L. (1914) Les monuments mégalithique de la région de Sartène. *Comptes Rendus de l'Association Française pour l'Avancement des Sciences*. Congrès du Havre.
- GLASCOCK, M. D., BRASWELL, G. E. & COBEAN, R. H. (1998) A systematic approach to obsidian source characterization. IN SHACKLEY, M. S. (Ed.) *Archaeological obsidian studies. Method and theory, Advances in Archaeological and Museum Science 3*. New York and London, Plenum Press.
- GOFFER, Z. (1983) Physical studies of archaeological materials. *Rep. Progress Physics*, 46, 1193-1234.
- GORDUS, A. A., WRIGHT, G. A. & GRIFFIN, J. B. (1968) Obsidian sources characterized by neutron activation analysis. *Science*, 161, 382-384.
- GOURGAUD, A. (1998) Géologie de l'obsidienne. IN CAUVIN, M. C., GOURGAUD, A., GRATUZE, B., ARNAUD, N., POUPEAU, G., POIDEVIN, J.-L. & CHATAIGNER, C. (Eds.) *L'Obsidienne au Proche et Moyen Orient, Du volcan à l'outil*. Oxford, Archaeopress.
- GOWLETT, J. A. J. (1993) Le site Acheuleen de Kilombe: stratigraphie, géochronologie, habitat et industrie lithique. *L'Anthropologie* 97, 69-84.
- GOWLETT, J. A. J. & CROMPTON, R. H. (1994) Kariandusi: Acheulian morphology and the question of allometry. *The African Archaeological Review*, 12, 3-42.
- GRATUZE, B. (1998) Les méthodes de caractérisation de l'obsidienne. IN CAUVIN, M. C., GOURGAUD, A., GRATUZE, B., ARNAUD, N., POUPEAU, G., POIDEVIN, J.-L. & CHATAIGNER, C. (Eds.) *L'Obsidienne au Proche et Moyen Orient, Du volcan à l'outil*. Oxford, Archaeopress.

- GRATUZE, B. (1999) Obsidian Characterization by Laser Ablation ICP-MS and its Application to Prehistoric Trade in the Mediterranean and the Near East: Sources and Distribution of Obsidian within the Aegean and Anatolia. *Journal of Archaeological Science*, 26, 869.
- GRATUZE, B., BARRANDON, J.-N., BUBIN, L. & AL ISA, K. (1992) Ancient glassy material analyses : a new bulk non destructive method based on fast neutron activation analysis with a cyclotron. *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research B*, 71, 70-80.
- GRATUZE, B., BARRANDON, J.-N., AL ISA, K. & CAUVIN, M.-C. (1993) Non-destructive analysis of obsidian artefacts using nuclear techniques : investigation of provenance of Near Eastern artefacts. *Archaeometry*, 35, 11-21.
- GROSJEAN, R. & LIEGEOIS, L. (1964) Les coffres mégalithiques de la région de Porto-Vecchio. *L'Anthropologie*, 68, 527-548.
- GUILAINE, J. (1994) *La mer partagée. La méditerranée avant l'écriture, 7000-2000 BC*, Paris, Hachette.
- GUILAINE, J. & VAQUER, J. (1994) Les obsidiennes à l'ouest du Rhône. *Gallia Préhistoire*, 36, 323-327.
- HALL, M. & KIMURA, H. (2002) Quantitative EDXRF Studies of Obsidian Sources in Northern Hokkaido. *Journal of Archaeological Science*, 29, 259-266.
- HALLAM, B. R. & WARREN, S. E. (1973) Neutron Activation Analysis of Pre-Chalcolithic Western Mediterranean Obsidians. *Proceedings of the International Conference on Nuclear Physics*, 10, 718.
- HALLAM, B. R., WARREN, S. E. & RENFREW, C. (1976) Obsidian in the western Mediterranean : characterisation by neutron activation analysis and optical emission spectrometry. *Proceedings of the Prehistoric Society*, 42, 85-110.
- HAMILTON, W. J. (1842) *Researches on Antiquities and Geology in Asia Minor*, London, Pontus and Armenia.
- HAY, R. L. (1976) *Geology of the Olduvai Gorge: A Study of Sedimentation in a Semiarid Basin*, Berkeley, CA, California Press.
- HEROLD, G. (1986) Mineralogische, Chemische und Physikalische Untersuchungen an den Obsidianen Sardiniens und Palmarolas. Grundlagen zur Rekonstruktion Prähistorischer Handelswege im Mittelmeerraum., Universität (TH) Fridericiana Karlsruhe.



- HEYWORTH, M. P., HUNTER, J. R. & WARREN, S. E. (1988) The analysis of archaeological materials using inductively coupled plasma spectrometry. IN SLATER, E. A. & TATE, J. O. (Eds.) *Science and Archaeology, Glasgow 1987*. Oxford, British Archaeological Reports.
- HIVERNEL, F. (1976) Etude préliminaire du gisement de Wofi III (Melka-Kunturé). L'Ethiopie avant l'Histoire 1. *CNRS*, 45-49.
- HIVERNEL-GUERRE, F. (1976) Les industries du Late Stone Age dans la région de Melka-Kunturé. IN BERHANOU, J., CHAVAILLON, J. & SUTTON, R. (Eds.) *Proceedings of the VII Panafrikan Congress of Quaternary Studies, 1971*. Addis Abeba.
- HUGHES, R. E. & SMITH, R. L. (1993) Archaeology, geology, and geochemistry in obsidian provenance studies. *Geological Society of America*, Special Paper 283, 79-91.
- HURCOMBE, L. (1993) The restricted function of Neolithic obsidian tools at grotta Filiestru, Sardinia. IN ANDERSON, P., BEYRIES, S., OTTE, M. & PLISSON, H. (Eds.) *Traces et Fonction: Les Gestes Retrouvés*. Liège, ERAUL.
- HURCOMBE, L. & PHILLIPS, P. (1998) Obsidian Usage at the Filiestru Cave, Sardinia: Choices and Functions in the Early and Middle Neolithic Periods. IN BALMUTH, M. S. & TYKOT, R. H. (Eds.) *Sardinian and Aegean Chronology - Towards the Resolution of Relative and Absolute Dating in the Mediterranean. Proceedings of the International Colloquium «Sardinian Stratigraphy and Mediterranean Chronology», Studies in Sardinian Archaeology V, Tufts University, Medford, Massachusetts, March 17-19 1995*. Oxford, Oxbow Books.
- INIZAN, M.-L., REDURON- BALLINGER, M., ROCHE, H. & TIXIER, J. (1999) *Technology of and terminology of knapped stone*, Nanterre, CREP.
- ISAAC, G. L. L., HARRIS, J. W. K. & KROLL, E. (1997) The stone artefact assemblage: a comparative study. IN ISAAC, G. & ISAAC, B. (Eds.) *Koobi Fora Research Project, volume 5: Plio-Pleistocene Archaeology*. Oxford, Clarendon Press.
- KAYANI, P. I. & MCDONNELL, G. (1996) An assessment of back-scattered electron petrography as a method for distinguishing Mediterranean obsidians. *Archaeometry*, 43-58.
- KELLER, J. & SEIFRIED, C. (1990) The present status of obsidian source identification in Anatolia and the Near-East. *PACT*, 25, 57-87.

- KIEFFER, G., RAYNAL, J.-P. & BARDIN, G. (2002) Cadre structural et volcanologiques des sites du Paléolithique ancien de Melka Kunture (Awash, Ethiopie): premiers résultats. IN RAYNAL, J.-P., ALBORE-LIVADIE, C. & PIPERNO, M. (Eds.) *Hommes Et Volcans. De l'éruption à l'objet. Les Dossiers de l'Archéo-Logis 2, Proceedings Symposium 15.2, XIV UISPP Congress, Liège, 2001.*
- KIEFFER, G., RAYNAL, J.-P. & BARDIN, G. (2004) Volcanic markers in coarse alluvium at Melka Kunture (Upper Awash, Ethiopia). IN CHAVAILLON, J. & PIPERNO, M. (Eds.) *Studies on the Early Paleolithic site of Melka Kunture, Ethiopia.* Firenze, Firenze.
- KIMURA, Y. (2006) On the critique of flake recovery rate and behavioral inference for early hominids: A reply to Braun et al. (2005). *Journal of Human Evolution*, 51, 102-105.
- KLEIN HOFMEIJER, G., SONDAAR, P. Y., ALDERLIESTEN, C., VAN DER BORG, K. & DE JONG, A. F. M. (1987) Indications of Pleistocene man on Sardinia. *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research B*, 29, 166-168.
- KLEIN HOFMEIJER, G., MARTINI, F., SANGES, M., SONDAAR, P. Y. & ULZEGA, A. (1987-1988) La fine del Pleistocene nella Grotta Corbeddu in Sardegna. Fossili umani, aspetti paleontologici e cultura materiale. *Rivista di Scienze Preistoriche*, 41, 29-64.
- KLINKENBERG HUUB, VAN BORM WERNER & SOUREN FRANS (1996) A theoretical adaptation of the classical isotope dilution technique for practical routine analytical determinations by means of inductively coupled plasma mass spectrometry. *Spectrochimica Acta Part B*, 51, 139-153.
- LANFRANCHI, F. (1987) Le Néolithique de Curacchiaghju. Position chronologique et culture matérielle. Son importance dans l'ensemble corso-sarde. IN GUILAINE, J., COURTIN, J., ROUDIL, J. L. & VERNET, J. L. (Eds.) *Premières communautés paysanne en Méditerranée occidentale, colloque international du CNRS, Montpellier, 1983.* Paris, Edition du CNRS.
- LANFRANCHI, F. & WEISS, M. C. (1973) La sépulture préneolithique de la couche XVIII de l'abri d'Araguina-Sennola (Bonifacio, Corse). *Bull. Sc. Sc. hist. et nat. de la Corse*, 606, 7-17.
- LE BOURDONNEC, F.-X. (2003) Caractérisation par PIXE, spectrométries Raman et InfraRouge d'obsidiennes. Application aux études de provenance d'artefacts néolithiques de la zone tyrrhénienne. Pessac, Michel de Montaigne-Bordeaux 3.
- LE BOURDONNEC, F.-X. & POUPEAU, G. (2007) Tunisian Neolithic Obsidians Project, Internal Progress Report 1 Pessac, CNRS-Université Bordeaux 3.

- LE BOURDONNEC, F.-X., POUPEAU, G. & LUGLIÈ, C. (2006) SEM-EDS analysis of western Mediterranean obsidians: a new tool for Neolithic provenance studies. *Comptes Rendus Geoscience*, 338, 1150-1157.
- LE BOURDONNEC, F.-X., FRÖHLICH, F., DUBERNET, S. & POUPEAU, G. (2003) La spectroscopie InfraRouge pourrait-elle devenir un moyen d'étude de la provenance des obsidiennes rencontrées dans les gisements néolithiques du bassin méditerranéen occidental ? *Spectroscopies Vibratoires Appliquées à la Matière Minérale : des Gemmes aux Verres et Céramiques d'Hier et de Demain*. Muséum National d'Histoire Naturelle, Paris (France), 26-29 novembre 2003.
- LE BOURDONNEC, F.-X., BELLOT-GURLET, L., POUPEAU, G., FRÖHLICH, F. & DUBERNET, S. (2004) Infrared and Raman spectroscopies: alternatives in Neolithic artefacts provenance studies? The case of Western Mediterranean obsidians. *Archaeometry 2004*. Saragosse (Espagne), 3-7 mai 2004.
- LE BOURDONNEC, F.-X., LUGLIÈ, C., DUBERNET, S., BOHN, M. & POUPEAU, G. (2005a) Monte Arci (Sardinia) obsidians: new geochemical data from electron microprobe and ion beam analysis. *L'ossidiana del Monte Arci nel Mediterraneo. Le vie dell'ossidiana nel Mediterraneo ed in Europa, Atti del 3° Convegno Internazionale, Pau, 25-26 settembre 2004*. Mogoro, PTM.
- LE BOURDONNEC, F.-X., RAYNAL, J. P., KIEFFER, G., POUPEAU, G. & PIPERNO, M. (2007) Une source majeure dans les assemblages paléolithiques de Melka Kunturé : l'obsidienne de Balchit (Upper Awash, Éthiopie). *Archéométrie 2007*. Aix-en-Provence (France), 18-21 avril 2007.
- LE BOURDONNEC, F.-X., DELERUE, S., DUBERNET, S., MORETTO, P., CALLIGARO, T., DRAN, J. C. & POUPEAU, G. (2005b) PIXE characterization of Western Mediterranean and Anatolian obsidians and Neolithic provenance studies. *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research Section B*, 240, 595-599.
- LEAKEY, M. D. (1971) *Olduvai Gorge, volume 3: Excavations in Beds I and II, 1960-63*, Cambridge, Cambridge University Press.
- LEALE ANFOSSI, M. (1972) Il giacimento dell'Arma dello Stefanin (Val Pennavaira - Albenga). Scavi 1952-1962. *Rivista di Scienze Preistoriche*, 27, 249-322.
- LEANDRI, F. (1998) Premiers travaux sur le site mégalithique du Monte Revincu (Santo-Pietro-di-Tenda, Haute-Corse). IN D'ANNA, A. & BINDER, D. (Eds.) *Production et identité culturelle, (Actes du colloques d'Antibes, novembre, 1996)*. Edition APDCA.

LEANDRI, F. (2000) Note sur la fouille du Monte Revincu et les prospections dans le Nebbio et les Agriates. IN D'ANNA, A. (Ed.) *Aspects du mégalitisme de la Corse, recherches en cours et perspectives (Actes de la table ronde de Casta, septembre, 1999)*. Préhistoire et Anthropologie méditerranéen.

LEANDRI, F., DEMOUCHE, F., COSTA, J.J., TRAMONI, P., GILABERT, C., BÉRAUD, A. & JORDA, C. (2007) Le site du Monte-Revincu (Santo-Pietro-di-Tenda, Haute-Corse) : Contribution à la connaissance du Néolithique moyen de la Corse. IN D'ANNA, A., CESARI, J., OGEL, L. & VAQUER, J. (Eds.) *Corse et Sardaigne préhistoriques, relations et échanges dans le contexte méditerranéen, Actes des congrès nationaux des sociétés historiques et scientifiques, 128e, Bastia, 2003, Documents préhistoriques n°22*.

LLABADOR, Y., BERTAULT, D., GOULLAUD, J. C. & MORETTO, P. (1990) Advantages of high speed scanning for microprobe analysis of biological samples. *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research Section B: Beam Interactions with Materials and Atoms*, 49, 435-440.

LOFGREN, G. E. (1971) Experimentally produced devitrification textures in natural rhyolitic glasses. *Geological Society of America Bulletin*, 82, 111-123.

LONGWORTH, G. & WARREN, S. E. (1979) The application of Mössbauer spectroscopy to the characterisation of Western Mediterranean Obsidian. *Journal of Archaeological Science*, 6, 179-193.

LUDMAN, A. & COCH, N. K. (1982) *Physical Geology*, New-York, McGraw-Hill.

LUEDKE, R. G. & SMITH, R. L. (1983) Map showing distribution, composition, and age of late Cenozoic volcanic centers in the western conterminous United States. *U.S. Geol. Surv. Misc. Inv.*, Series Map I-1523.

LUGLIÈ, C. (2003a) La corrente a ceramiche impresse nel Neolitico antico della Sardegna: alcuni dati inediti dall'alto Campidano (Sardegna centro-occidentale). *Atti della XXXV Riunione Scientifica dell'Istituto Italiano di Preistoria e Protostoria in memoria di Luigi Bernabò Brea (Lipari, 2-7 giugno 2000)*. Firenze, I. I. P. P.

LUGLIÈ, C. (2003b) First report on the study of obsidian prehistoric workshops in the eastern side of Monte Arci (Sardinia). *Les matières premières lithiques en préhistoire, Aurillac, Cantal 20-22 juin 2002, Préhistoire du Sud-Ouest supplément n° 5*. Cressensac, Association Préhistorique du Sud-Ouest.

LUGLIÈ, C. (2004) Modalità di acquisizione dell'ossidiana del Monte Arci nel Neolitico. IN CASTELLI, P., CAULI, B., DI GRÉGORIO, F., LUGLIÈ, C., TANDA, G. & USAI, C. (Eds.) *L'ossidiana del Monte Arci nel Mediterraneo: recupero dei valori di un territorio, Atti del Convegno Internazionale, Oristano - Pau, 29 novembre-1 dicembre 2002*. Ghilarza, Tipografia Ghilarzese.

LUGLIÈ, C. (2006a) Risorse litiche e tecnologia nel Neolitico antico della Sardegna. *Dipartimento di Scienze Storiche, Archeologiche e Antropologiche dell'Antichità*. Rome, Università degli studi di Roma «La Sapienza».

LUGLIÈ, C. (2006b) Les modalités d'acquisition et de diffusion de l'obsidienne du Monte Arci (Sardaigne) pendant le Néolithique : une révision critique à la lumière de nouvelles données. *Relations, échanges et coopération en Méditerranée. Actes du 128e Congrès des Sociétés historiques et scientifiques (Bastia, 14-21 avril 2003)*. CTHS.

LUGLIÈ, C. (2007) Elementi di débitage laminare in ossidiana di provenienza sarda dal sito di Basi (Serra di Ferro, Corse-du-Sud): osservazioni sulla materia prima e sulla tecnologia di produzione. *Patrimonio Archeologico ed Architettonico Sardo-Corso: Affinità e Differenze*. Sassari, Editrice Democratica.

LUGLIÈ, C., VACCA, G. & ZARA, A. (2005) Il diaspro dell'Isola di San Pietro (Sardegna Sud-occidentale): prime osservazioni sullo sfruttamento e la circolazione durante il Neolitico. *Materie prime e scambi nella Preistoria italiana. Atti della XXXIX Riunione Scientifica dell'Istituto Italiano di Preistoria e Protostoria, Firenze, 25-27 novembre 2004*. Firenze, IIPP.

LUGLIÈ, C., ATZENI, E., POUPEAU, G., LE BOURDONNEC, F.-X., DUBERNET, S. & TOURNIÉ, A. (2004) Circolazione dell'ossidiana nel Neolitico a ceramica cardiale della Sardegna: il caso del riparo di Su Carroppu di Sirri (Carbonia, CA). *XXXIX Riunione Scientifica dell'Istituto Italiano di Preistoria e Protostoria*. Firenze, 25-27 novembre 2004.

LUGLIÈ, C., LE BOURDONNEC, F.-X., POUPEAU, G., BOHN, M., MELONI, S., ODDONE, M. & TANDA, G. (2006) A map of the Monte Arci (Sardinia Island, Western Mediterranean) obsidian primary to secondary sources. Implications for Neolithic provenance studies. *Comptes Rendus Palevol*, 5, 995-1003.

LUGLIÈ, C., LE BOURDONNEC, F.-X., POUPEAU, G., ATZENI, E., DUBERNET, S., MORETTO, P. & SERANI, L. (2007a) Early Neolithic obsidians in Sardinia (Western Mediterranean): the Su Carroppu case. *Journal of Archaeological Science*, 34, 428-439.

LUGLIÈ, C., LE BOURDONNEC, F.-X., POUPEAU, G., CONGIA, C., MORETTO, P., CALLIGARO, T., SANNA, I. & DUBERNET, S. (2007b) Obsidians in the Rio Saboccu (Sardinia, Italy) campsite: provenance, reduction and relations with the wider Early Neolithic Tyrrhenian area. *Comptes Rendus Palevol*, *Accepted*.

LUGLIÈ, C., CONGIA, C., LE BOURDONNEC, F.-X., BOHN, M., DUBERNET, S., MORETTO, P., SANNA, I. & POUPEAU, G. (2007c) Obsidian economy in the Rio Saboccu open-air Early Neolithic site (Sardinia). *Proceedings of the XV<sup>th</sup> Congress of the International Union for Prehistoric and Protohistoric Sciences, Lisbon, September 4-9 2006*. Oxford, Archaeopress.

MACDONALD, R. & BAILEY, D. K. (1973) Chapter N. Chemistry of Igneous Rocks. Part 1. The chemistry of the peralkaline over-saturated obsidians. IN FLEISCHER, M. (Ed.) *Data of Geochemistry*. Washington, D. C., U.S. Government Printing Office.

MACDONALD, R., SMITH, R. L. & THOMAS, J. E. (1992) *Chemistry of the subalkalic silicic obsidians*, Washington, DC, Government Printing Office.

MACKEY, M. P. & WARREN, S. E. (1983) The identification of obsidian sources in the Monte Arci region of Sardinia. *Proceedings of the 22<sup>nd</sup> Symposium on Archaeometry* University of Bradford, UK.

MAGDELEINE, J. (1973) Le gisement préhistorique du Monte Grosso à Biguglia (résultat des premiers sondages). *Bulletin de la Société des Sciences Historiques et Naturelles de la Corse*, 606, 9-26.

MAGDELEINE, J. (1979) L'occupation préhistorique du Monte Grosso I et du Monte Grosso II. Commune de Biguglia Haute-Corse. *Archeologia corsa, Etudes et Mémoires*, 4, 23-42.

MAGDELEINE, J. (1984) Les premières occupations humaines de Strette. *Archeologia corsa*, 8-9 (1983-1984), 24-31.

MAHOOD, G. A. & HILDRETH, W. (1986) Geology of the peralkaline volcano at Pantelleria, Strait of Sicily. *Bulletin of Volcanology*, 48, 143-172.

MARCOS, J. G., ALVAREZ PEREZ, A. & BIGAZZI, G. (1998) El tráfico a distancia temprano entre la hoya de Quito y la península de Santa Elena : las evidencias de Real Alto. IN CÁRDENAS-ARROYO, F. & BRAY, T. (Eds.) *Intercambio y Comercio Entre Costa, Andes y Selva*.

- MARTÍNEZ-MORENO, J., MORA, R. & DE LA TORRE, I. (2003) Oldowan, rather more than smashing stones: An introduction to “The Technology of First Humans” workshop. IN MARTÍNEZ-MORENO, J., MORA, R. & DE LA TORRE, I. (Eds.) *Oldowan: Rather more than smashing stones. First Hominid Technology Workshop, Bellaterra, December 2001, Barcelona. Treballs d'Arqueologia* 9.
- MARTINI, F. (1999a) *Sardegna paleolitica. Studi sul più antico popolamento dell'isola*, Firenze, Museo Fiorentino di Preistoria «Paolo Graziosi».
- MARTINI, F. (Ed.) (1999b) *Sardegna paleolitica. studi sul più antico popolamento dell'isola*, Firenze.
- MARTINI, F. (2002) L'Italia pre-neolitica. IN FUGAZZOLA DELPINO, M. A., PESSINA, A. & TINÉ, V. (Eds.) *Le ceramiche impresse nel Neolitico antico. Italia e Mediterraneo*. Roma, Soprintendenza Speciale al Museo Nazionale Preistorico Etnografico «L. Pigorini».
- MARTINI, F. & PITZALIS, G. (1981) Il Paleolitico in Sardegna. IN ATZENI, E., BARRECA, F., FERRARESE CERUTI, M. L., CONTU, E., LILLIU, G., LO SCHIAVO, F., NICOSIA, F. & EQUINI SCHNEIDER, E. (Eds.) *Ichnussa. La Sardegna dalle origini all'età classica*. Milano, Scheiwiller.
- MARTINI, F. & PITZALIS, G. (1982) Il Paleolitico Inferiore in Sardegna. *Atti della XXIII Riunione Scientifica dell'Istituto Italiano di Preistoria e Protostoria, Firenze*. Firenze, IIPP.
- MAXWELL, J. A., CAMPBELL, J. L. & TEESDALE, W. J. (1989) The Guelph PIXE software package. *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research B*, 43, 218-230.
- MCDOUGALL, J. M., TARLING, D. H. & WARREN, S. E. (1983) The magnetic sourcing of obsidian samples from Mediterranean and Near Eastern sources. *Journal of Archaeological Science*, 10, 441-452.
- MCMILLAN, P. (1984) Structural studies of silicate glasses and melts - applications and limitations of Raman spectroscopy. *American Mineralogist*, 69, 622-644.
- MCMILLAN, P., PIRIOU, B. & NAVROTSKY, A. (1982) A Raman spectroscopic study of glasses along the joins silica-calcium aluminate, silica-sodium aluminate, and silica-potassium aluminate. *Geochimica Et Cosmochimica Acta*, 46, 2021-2037.
- MELLO, E. (1983) Indagini scientifiche per l'individuazione della provenienza dei manufatti di ossidina. *Passo di Corvo e la civiltà neolitica del Tavoliere*. Gênes, Sagep Editrice.

MELONI, S., LUGLIÈ, C., ODDONE, M. & GIORDANI, L. (2004a) Ossidiana di Monte Arci: nuovi dati sulla composizione delle diverse fonti. *L'ossidiana del Monte Arci nel Mediterraneo. La ricerca archeologica e la salvaguardia del paesaggio per lo sviluppo delle zone interne della Sardegna, Atti del 2° Convegno Internazionale, Pau, 28-30 novembre 2003* Cagliari, Edizioni AV.

MELONI, S., LUGLIÈ, C., ODDONE, M. & GIORDANI, L. (2004b) Characterization of obsidian samples from Monte Arci (Sardinia, Italy): implications for provenance investigations on obsidian artifacts. IN CASTELLI, P., CAULI, B., DI GREGORIO, F., LUGLIÈ, C., TANDA, G. & USAI, C. (Eds.) *L'ossidiana del Monte Arci nel Mediterraneo: recupero dei valori di un territorio, Atti del Convegno Internazionale, Oristano - Pau, 29 novembre-1 dicembre 2002*. Ghilarza, Tipografia Ghilarzese.

MELONI, S., LUGLIÈ, C., ODDONE, M. & GIORDANI, L. (2007) Diffusion of obsidian in the Mediterranean basin in the neolithic period: A trace element characterization of obsidian from Sardinia by instrumental neutron activation analysis. *Journal of Radioanalytical and Nuclear Chemistry*, 271, 533-539.

MERRICK, H. V. & BROWN, F. H. (1984) Rapid chemical characterization of obsidian artifacts by electron microprobe analysis. *Archaeometry*, 26, 230-236.

MERRICK, H. V., BROWN, F. H. & NASH, W. P. (1994) Use and movement of obsidian in the Early and Middle Stone Ages of Kenya and northern Tanzania. IN CHILDS, S. T. (Ed.) *Society, culture, and technology in Africa. MASCA 11*.

MICHELS, J., ATZENI, E., TSONG, I. S. T. & SMITH, G. A. (1984) Obsidian Hydration Dating in Sardinia. IN BALMUTH, M. S. & ROWLAND, R. J. (Eds.) *Studies in Sardinian Archaeology*. Ann Arbor, University of Michigan.

MICHELS, J. W. (1982) Bulk element composition versus trace element composition in the reconstruction of an obsidian source system. *Journal of Archaeological Science*, 9, 113-123.

MILLEVILLE, A., BELLOT GURLET, L., CHAMPAGNON, B. & SANTALLIER, D. (2003) La micro-spectroscopie Raman pour l'étude des obsidiennes : Structure, micro-inclusions, et études de provenance ? *Revue d'Archéométrie*, 27, 123-130.

MOHEN, J. P. & TABORIN, Y. (1998) *Les sociétés de la Préhistoire*, Paris, Hachette.

MOHR, P. (1999) Le système des rifts Africains. Environnement géologique et géographique. IN GALLAY, A. (Ed.) *Comment l'Homme ? À la découverte des premiers hominidés d'Afrique de l'Est*. Paris, Errance.



- MONTANINI, A. & VILLA, I. M. (1990) New  $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$  dating of Monte Arci volcanic complex (Sardinia, Italy). *Plinius*, 3, 77-79.
- MONTANINI, A. & VILLA, I. M. (1993)  $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$  chronostratigraphy of Monte Arci volcanic complex (Western Sardinia Italy). *Acta Vulcanologica*, 3, 229-233.
- MUIR, I. D. & HIVERNEL, F. (1976) Obsidians from the Melka-Konture prehistoric site, Ethiopia. *Journal of Archaeological Science*, 211-217.
- MYSEN, B. O. (1995) Structural behavior of  $\text{Al}^{3+}$  in silicate melts: In situ, high-temperature measurements as a function of bulk chemical composition. *Geochimica Et Cosmochimica Acta*, 59, 455-474.
- MYSEN, B. O., VIRGO, D. & SCARFE, C. M. (1980) Relation between the anionic structure and viscosity of silicate melts - a Raman spectroscopic study. *American Mineralogist*, 65, 690-710.
- MYSEN, B. O., FINGER, L. W., VIRGO, D. & SEIFERT, F. A. (1982) Curve-fitting of Raman spectra of silicate glasses. *American Mineralogist*, 67, 686-695.
- NEGASH, A. & SHACKLEY, M. S. (2006) Geochemical provenance of obsidian artefacts from the MSA site of Porc Epic, Ethiopia. *Archaeometry*, 48, 1-12.
- NEGASH, A., SHACKLEY, M. S. & ALENE, M. (2006) Source provenance of obsidian artifacts from the Early Stone Age (ESA) site of Melka Konture, Ethiopia. *Journal of Archaeological Science*, 33, 1647-1650.
- NEGASH, A., ALENE, M., BROWN, F. H., NASH, B. P. & SHACKLEY, M. S. (2007) Geochemical sources for the terminal Pleistocene/early Holocene obsidian artifacts of the site of Beseka, central Ethiopia. *Journal of Archaeological Science*, 34, 1205-1210.
- NELSON, D. E., D'AURIA, J. M. & BENNETT, R. B. (1975) Characterization of Pacific Northwest Coast obsidian by X-ray fluorescence analysis. *Archaeometry*, 17, 85-97.
- NEWMAN, S., STOLPER, E. M. & EPSTEIN, S. (1986) Measurement of Water in Rhyolitic Glasses - Calibration of an Infrared Spectroscopic Technique. *American Mineralogist*, 71, 1527-1541.
- NEWMAN, S., EPSTEIN, S. & STOLPER, E. (1988) Water, Carbon-Dioxide, and Hydrogen Isotopes in Glasses from the Ca 1340 Ad Eruption of the Mono Craters, California - Constraints on Degassing Phenomena and Initial Volatile Content. *Journal of Volcanology and Geothermal Research*, 35, 75-96.

ODDONE, M. & BIGAZZI, G. (2003) Studi di provenienza delle ossidiane del bacino del Mediterraneo: Caratterizzazione delle fonti naturali di materia prima italiane. *Journal of Intercultural and Interdisciplinary Archaeology*.

ODDONE, M., LUGLIÈ, C. & MELONI, S. (2005) L'ossidiana del Monte Arci nel contesto delle fonti del Mediterraneo occidentale. *L'ossidiana del Monte Arci nel Mediterraneo. Le vie dell'ossidiana nel Mediterraneo ed in Europa. Atti del 3° Convegno Internazionale, Pau, 25-26 settembre 2004*. Mogoro, PTM.

ODDONE, M., BIGAZZI, G., KEHEYAN, S. & MELONI, S. (2000) Characterisation of Armenian obsidians: Implications for raw material supply for prehistoric artifacts. *Journal of Radioanalytical and Nuclear Chemistry*, 243, 673-682.

ODDONE, M., YEĞİNGİL, Z., BIGAZZI, G., ERCAN, T. & ÖZDOĞAN, M. (1997) Chemical characterisations of Anatolian obsidian by instrumental and epithermal neutron activation analysis. *Journal of Radioanalytical and Nuclear Chemistry*, 224, 27-38.

ORDONEZ, E. (1892) Algunas Obsidias de Mexico. *Memorias de la Sociedad Científica Antonio Alzate*, 6, 33-45.

PAOLINI-SAEZ, H. & MAMELI, P. (2004) Les habitudes techniques des potiers sardes de 5500 a.C. Studio archeologico ed archeometrico su ceramiche sarde di età compresa tra il 5500 ed il 4500 a.C. *Sardinia Corsica et Baleares antiquae*, 2, 9-20.

PAOLINI-SAEZ, H., OTTAVIANI-SPELLA, M.-M. & BERLINGHI, A. (2006) Utilisation de matière première atypique pour certaines céramiques corses du V<sup>e</sup> millénaire. 6<sup>e</sup> *Rencontres Méridionales de Préhistoire Récente*. Périgueux, 2004, Coédition ADRAHP-PSO.

PAOLINI-SAEZ, H., LE BOURDONNEC, F.-X., POUPEAU, G., BRESSY, C., OTTAVIANI-SPELLA, M.-M., PEREIRA, E., TRAMONI, P., BERLINGHI, A., LORENZO, S., I TOPI PINNUTI & SALOTTI, M. (2007) A Teppa di U Lupinu : étude de provenance du mobilier des hommes établis a Santu-Petru-di-Tenda (Haute-Corse) au Néolithique moyen. *Bulletin de la Société Préhistorique Française*, Soumis.

PASQUARELLO, A. & CAR, R. (1998) Identification of Raman defect lines as signature of ring structures in vitreous silica *Physical Review Letters*, 80, 5145-5147.

PEREIRA, C. E. D. B. (2000) Otimização de metodologias para a análise multiementar de obsidias por ICP-MS com Amostragem por ablação a laser e aplicações em estudos de proveniência de artefactos arqueológicos. PUC-Rio.

- PEREIRA, C. E. D. B., MIEKELEY, N., POUPEAU, G. & KÜCHLER, I. L. (2001) Determination of minor and trace elements in obsidian rock samples and archaeological artifacts by laser ablation inductively coupled plasma mass spectrometry using synthetic obsidian standards. *Spectrochimica Acta Part B*, 56, 1927-1940.
- PETRICK, S., SCORZELLI, R. B., ROSSI, A. M., POUPEAU, G. & SELENFREUND, A. (1997) Mössbauer spectroscopy: one clue for the deciphering of obsidian archaeological artefacts provenience? *Hyperfine Interactions (C)*, 2, 10-13.
- PIPERNO, M. & BULGARELLI, G. M. (2004) The site of Garba IV. Excavations 1973-1982. IN CHAVAILLON, J. & PIPERNO, M. (Eds.) *Studies on the Early Paleolithic site of Melka Kunture, Ethiopia*. Firenze, Origines.
- PIPERNO, M., COLLINA, C., GALLOTTI, R., RAYNAL, J. P., LE BOURDONNEC, F.-X., POUPEAU, G. & GERAADS, D. (2007) Obsidian exploitation and utilization during the Oldowan at Melka Kunture (Ethiopia). IN HOVERS, E. & BRAUN, D. R. (Eds.) *Vertebrate Paleobiology and Paleoanthropology Book Serie*. Springer.
- PLUMMER, T. W., BISHOP, L. C., DITCHFIELD, P. & HICKS, J. (1999) Research on Late Pliocene Oldowan sites at Kanjera South, Kenya. *Journal of Human Evolution*, 36, 151-170.
- POIDEVIN, J.-L. (1998) Les gisements d'obsidienne de Turquie et de Transcaucasie : géologie, géochimie et chronométrie. IN CAUVIN, M.-C., GOURGAUD, A., GRATUZE, B., ARNAUD, N., POUPEAU, G., POIDEVIN, J.-L. & CHATAIGNER, C. (Eds.) *L'Obsidienne au Proche et Moyen Orient, Du volcan à l'outil*. Oxford, Archaeopress.
- POLGLASE, C. (1990) Appendice I. IN BERNABÒ BREA, M., GHIRETTI, A., POLGLASE, C. & VISCONTI, V. (Eds.) *I siti neolitici lungo il torrente Cinghio (Parma), Preistoria Alpina*.
- POLLMANN, H. O. (1993) *Obsidian im nordwestmediterranen Raum. Seine Verbreitung und Nutzung im Neolithikum und Äneolithikum.*, Oxford, Tempus Reparatum.
- POTTS, R. (1988) *Early Hominid Activities at Olduvai*, New York, Aldine de Gruyter.
- POUCHOU, J. L. & PICHOR, F. (1984) A new model for quantitative X-ray-microanalysis. 1. Application to the analysis of homogeneous samples. *La Recherche Aérospatiale*, 3, 167-192.
- POUPEAU, G., BIGAZZI, G., BELLOT-GURLET, L. & DORIGHEL, O. (1998) Fission-track dating of obsidians and archaeology. IN CAUVIN, M. C., GOURGAUD, A., GRATUZE, B., ARNAUD, N., POUPEAU, G., POIDEVIN, J.-L. & CHATAIGNER, C. (Eds.) *L'Obsidienne au Proche et Moyen Orient, Du volcan à l'outil*. Oxford, Archaeopress.

- POUPEAU, G., BELLOT-GURLET, L., BRISOTTO, V. & DORIGHEL, O. (2000) Nouvelles données sur la provenance de l'obsidienne des sites néolithiques du Sud-Est de la France. *C. R. Acad. Sci. Paris, Sciences de la Terre et des Planètes*, 330, 297-303.
- POUPEAU, G., KIEFFER, G., RAYNAL, J.-P., MILTON, A. & DELERUE, S. (2004a) Trace element geochemistry in Balchit obsidian (Upper Awash, Ethiopia). IN CHAVAILLON, J. & PIPERNO, M. (Eds.) *Studies on the Early Paleolithic site of Melka Kunture, Ethiopia*. Firenze, Origines.
- POUPEAU, G., BELLOT-GURLET, L., DORIGHEL, O., CALLIGARO, T., DRAN, J. C. & SALOMON, J. (1996) Obsidian circulation in prehispanic times in Colombia and Ecuador: A coupled PIXE/fission track dating approach. *C. R. Acad. Sci. Paris, Sciences de la Terre et des Planètes*, 323, 443-450.
- POUPEAU, G., SCORZELLI, R. B., VILLENEUVE, G., DUTTINE, M., DUBERNET, S., STEWART, S., BELLOT-GURLET, L., FRÖHLICH, F., LE BOURDONNEC, F.-X. & DELERUE, S. (2004b) Obsidian characterization from structural properties and provenance studies. The case of the Monte Arci (Sardinia, Italy) obsidians. IN CASTELLI, P., CAULI, B., DI GRÉGORIO, F., LUGLIÈ, C., TANDA, G. & USAI, C. (Eds.) *L'ossidiana del Monte Arci nel Mediterraneo: recupero dei valori di un territorio, Atti del Convegno Internazionale, Oristano - Pau, 29 novembre-1 dicembre 2002*. Ghilarza, Tipografia Ghilarzese.
- POUPEAU, G., LE BOURDONNEC, F. X., DUTTINE, M., VILLENEUVE, G., DUBERNET, S., LUGLIÈ, C., MORETTO, P., BELLOT-GURLET, L., FRÖHLICH, F., SCORZELLI, R. B., SOUZA AZEVEDO, I., LÓPEZ, A. & STEWART, S. J. (2004c) The Monte Arci obsidian: new fingerprinting approaches in provenance studies. *L'ossidiana del Monte Arci nel Mediterraneo, Atti del Convegno 28-30 novembre 2003*. Cagliari, Edizioni AV.
- PUXEDDU, C. (1958) Giacimenti di ossidiana del Monte Arci in Sardegna e sua irradiazione. *Studi Sardi*, 14-15, 10-66.
- RADI, G. & RONCHITELLI, A. Le industrie litiche. IN FUGAZZOLA DELPINO, M. A., PESSINA, A. & TINÉ, V. (Eds.) *Le ceramiche impresse nel Neolitico antico. Italia e Mediterraneo, Soprintendenza Speciale al Museo Nazionale Preistorico Etnografico "L. Pigorini"*. Roma.
- RANDLE, K., BARFIELD, L. H. & BAGOLINI, B. (1993) Recent Italian obsidian analyses. *Journal of Archaeological Science*, 20, 503-509.
- RAYNAL, J.-P. & KIEFFER, G. (2004) Lithology, dynamism and volcanic successions at Melka Kunture (Upper Awash, Ethiopia). IN CHAVAILLON, J. & PIPERNO, M. (Eds.) *Studies on the Early Paleolithic site of Melka Kunture, Ethiopia*. Firenze, Origines.

- RAYNAL, J.-P., KIEFFER, G. & BARDIN, G. (2004) Garba IV and the Melka Kunture Formation. A preliminary lithostratigraphic approach. IN CHAVAILLON, J. & PIPERNO, M. (Eds.) *Studies on the Early Paleolithic site of Melka Kunture, Ethiopia*. Firenze, Origines.
- RAYNAL, J.-P., POUPEAU, G., KIEFFER, G. P., M., MILTON, A. J., DELERUE, S. & LE BOURDONNEC, F.-X. (2005) Balchit obsidian (Upper Awash, Ethiopia). *Colloquium GMPCA «Archéométrie 2005»*. INSTN-CEA, Saclay, 19-22 April 2005.
- REIMER, P. J., BAILLIE, M. G. L., BARD, E., BAYLISS, A., BECK, J. W., BERTRAND, C. J. H., BLACKWELL, P. G., BUCK, C. E., BURR, G. S., CUTLER, K. B., DAMON, P. E., EDWARDS, R. L., FAIRBANKS, R. G., FRIEDRICH, M., GUILDERTSON, T. P., HOGG, A. G., HUGHEN, K. A., KROMER, B., MCCORMAC, F. G., MANNING, S. W., RAMSEY, C. B., REIMER, R. W., REMMELE, S., SOUTHON, J. R., STUIVER, M., TALAMO, S., TAYLOR, F. W., VAN DER PLICHT, J. & WEYHENMEYER, C. E. (2004) Intcal04 Terrestrial radiocarbon age calibration, 26 - 0 ka BP. *Radiocarbon*, 46, 1029-1058.
- RENFREW, C., DIXON, J. E. & CANN, J. R. (1966) Obsidian and early cultural contact in the Near East. *Proceedings of the Prehistoric Society*, XXXII, 30-72.
- RUSTE, J. (1979) X-Ray spectrometry. IN MAURICE, F., MENY, L. & TIXIER, R. (Eds.) *Microanalysis and Scanning Electron Microscopy, Summer School St-Martin-d'Hères, France, September 11-16, 1978*. Orsay, Les Editions de Physique.
- SALOTTI, M., BELLOT-GURLET, L., COURTOIS, J.-Y., DUBOIS, J.-N., LOUCHART, A., MOURER-CHAUVIRE, C., OBERLIN, C., PEREIRA, E., POUPEAU, G. & TRAMONI, P. (2000) La fin du Pléistocène supérieur et le début de l'Holocène en Corse : Apports paléontologique et archéologique du site de Castiglione (Oletta, Haute-Corse). *Quaternaire*, 11, 219-230.
- SANGES, M. (1987) Gli strati del Neolitico antico e medio nella Grotta Corbeddu di Oliena (Nuoro). Nota preliminare. *Atti della XXVI Riunione Scientifica dell'Istituto Italiano di Preistoria e Protostoria «Il Neolitico in Italia», Firenze, 7-10 novembre 1985*. Firenze, IIPP.
- SCORZELLI, R. B., PETRICK, S., ROSSI, A. M., POUPEAU, G. & BIGAZZI, G. (2001) Obsidian archaeological artefacts provenance studies in the Western Mediterranean basin: an approach by Mossbauer spectroscopy and electron paramagnetic resonance. *C. R. Acad. Sci. Paris Sciences de la Terre et des Planètes*, 332, 769-776.
- SEIFERT, F., MYSEN, B. O. & VIRGO, D. (1982) Three-dimensional network structure of quenched melts (glass) in the systems  $\text{SiO}_2\text{-NaAlO}_2$ ,  $\text{SiO}_2\text{-CaAl}_2\text{O}_4$  and  $\text{SiO}_2\text{-MgAl}_2\text{O}_4$ . *American Mineralogist*, 67, 696-717.

SHACKLEY, M. S. (Ed.) (1998a) *Archaeological obsidian studies : method and theory*, London and New York, Plenum Press.

SHACKLEY, S. M. (1998b) Intrasource chemical variability and secondary depositional processes in sources of archaeological obsidian : a case study from the American Southwest. IN SHACKLEY, M. S. (Ed.) *Archaeological obsidian studies. Method and theory, Advances in Archaeological and Museum Science 3*. New York and London, Plenum Press.

SHARMA, S. K. & SIMONS, B. (1981) Raman study of crystalline polymorphs and glasses of spodumene composition quenched from various pressures. *American Mineralogist*, 66, 118-126.

SHARP, T. G., STEVENSON, R. J. & DINGWELL, D. B. (1996) Microlites and "nanolites" in rhyolitic glass: Microstructural and chemical characterization. *Bulletin of Volcanology*, 57, 631-640.

SONDAAR, P. Y. & SANGES, M. (1986) The Pleistocene deer hunter of Sardinia. *Geobios*, XIX, 17-25.

SONDAAR, P. Y., DE BOER, P. L. S. M., KOTSAKIS, T. & ESU, D. (1984) First report on a Paleolithic culture in Sardinia. IN WALDREN, W. H., CHAPMAN, R. W., LEWTHWAITE, J. G. & KENNARD, R.-C. (Eds.) *The Deya Conference of Prehistory: Early Settlement in the Western Mediterranean Islands and their Peripheral Areas. British Archaeological Reports. International Series 229*. Oxford.

SONDAAR, P. Y., ELBURG, R., KLEIN HOFMEIJER, G., MARTINI, F., SANGES, M., SPAAN, A. & DE VISSER, H. (1995) The human colonization of Sardinia: a Late-Pleistocene human fossil from Corbeddu cave. *C. R. Acad. Sci. Paris (ser. IIa)*, 320, 145-150.

SOULIER, P. (1976) Prospection du site à obsidienne de Balchit. L'Ethiopie avant l'Histoire 1. 51-54.

SQUIER, E. G. & DAVIS, E. H. (1848) *Ancient monuments of the Mississippi valley*, Washington, Smithsonian Contributions to knowledge I.

STEVENSON, D. P., STROSS, F. H. & HEIZER, R. F. (1971) An evaluation of X-ray fluorescence analysis as a method for correlating obsidian artefacts with source location. *Archaeometry*, 29, 17-25.

- STEWART, S. J., CERNICCHIARO, G., SCORZELLI, R. B., POUPEAU, G., ACQUAFREDDA, P. & DE FRANCESCO, A. (2003) Magnetic properties and Fe-57 Mossbauer spectroscopy of Mediterranean prehistoric obsidians for provenance studies. *Journal Of Non-Crystalline Solids*, 323, 188-192.
- STOLPER, E. (1982) The Speciation of Water in Silicate Melts. *Geochimica Et Cosmochimica Acta*, 46, 2609-2620.
- STOUT, D., QUADE, J., SEMAW, S., ROGERS, M. & LEVIN, N. E. (2005) Raw material selectivity of the earliest stone toolmakers at Gona, Afar, Ethiopia. *Journal of Human Evolution*, 48, 365-380.
- SUMMERHAYES, G. R., BIRD, J. R., FULLAGAR, R., GOSDEN, C., SPECHT, J. & TORRENCE, R. (1998) Application of PIXE-PIGME to archaeological analysis of changing patterns of obsidian use in the West New Britain, Papua New Guinea. IN SHACKLEY, M. S. (Ed.) *Archaeological obsidian studies. Method and theory*. New York and London, Plenum Press.
- SUZUKI, M. (1973) Chronology of prehistoric human activity in Kanto, Japan. *Journal of the faculty of science, the university of Tokyo*, Sec. V, Vol. IV, Part 3 et 4, 241-469.
- SWANSON, S. E., NANEY, M. T., WESTRICH, H. R. & EICHELBERGER, J. C. (1989) Crystallization history of Obsidian Dome, Inyo Domes, California. *Bulletin of Volcanology*, 51, 161-176.
- TAIEB, M. (1974) Évolution quaternaire du bassin de l'Awash (Rift éthiopien et Afar). Paris, University de Paris VI.
- TANDA, G. (1988) A proposito delle figurine «a clessidra» di Tisiennari, Bortigiadas. *Studi in onore di Pietro Meloni*. Sassari.
- TANDA, G. (1998) Articolazione e cronologia del Neolitico Antico. IN BALMUTH, M. S. & TYKOT, R. H. (Eds.) *Sardinian and Aegean Chronology. Towards the Resolution of Relative and Absolute Dating in the Mediterranean. Proceedings of the International Colloquium «Sardinian Stratigraphy and Mediterranean Chronology» (Tufts University, Medford, Massachusetts, March 17-19 1995)*. Oxford, Oxbow Books.
- TANDA, G. (1999) Gli scavi nell'abri 1 o Sapar'Alta, in località I Calanchi (Sollacaro, Corse du Sud). *Campagne 1991-96, Antichità Sarde, studi e ricerche* 5. Università degli Studi di Sassari.

- TANDA, G., LUGLIÈ, C., MELONI, S., ODDONE, M., POUPEAU, G. & LE BOURDONNEC, F.-X. (2006) L'ossidiana del Monte Arci: nuove acquisizioni sullo sfruttamento e sulla circolazione alla luce dei dati archeometrici. *Materie prime e scambi nella Preistoria italiana. Atti della XXXIX Riunione Scientifica dell'Istituto Italiano di Preistoria e Protostoria, Firenze, 25-27 novembre 2004*. Firenze, IIPP.
- TEXIER, P.-J. (1995) The Oldowan assemblage from NY18 site at Nyabusosi (Toro-Uganda). *Comptes Rendus de l'Académie des Sciences, Paris*, 320, série IIa, 647-653.
- TEXIER, P.-J. (2005) L'Oldowayen dans le Grand Rift occidental : le site NY18 à Nyabusosi, Ouganda. IN SAHNOUNI, M. (Ed.) *Le Paléolithique en Afrique. L'histoire la plus longue*. Paris, Errance.
- TOZZI, C. (1997) Le peuplement pléistocène et de l'Holocène de la Sardaigne. IN LANFRANCHI, F. & WEISS, M. C. (Eds.) *L'aventure humaine préhistorique en Corse*. Ajaccio, Albiana.
- TOZZI, C. & WEISS, M. C. (2000) *Les premières peuplements olocènes de l'aire Corso-Toscane*, Pisa, ETS.
- TRAMONI, P., D'ANNA, A., GUENDON, J. L., ORSINI, J.-B. & PINET, L. (2003) Vasculacciu : une grande nécropole mégalithique du Sud de la Corse. *Etudes Corses* 56, 1-28.
- TRAMONI, P., D'ANNA, A., PINET, L., GUENDON, J.-L. & ORSINI, J.-B. (2004) La nécropole mégalithique de Vasculacciu (Figari, Corse-du-Sud). IN DARTEVELLE, H. (Ed.) *Auvergne et Midi - Actualité de la recherche : actes de la cinquième session des Rencontres méridionales de Préhistoire récente, Clermont-Ferrand (Puy-de-Dôme), 8 et 9 novembre 2002*. Préhistoire du Sud-Ouest.
- TRUMP, D. H. (1983) La Grotta di Filiestru a Mara (SS), . *Quaderni della Soprintendenza ai Beni Archeologici per le Provincie di Sassari e Nuoro*, 13, 1-108.
- TUFANO, E. (2005) Studio tipologico e caratterizzazione chimica dell'industria litica su ossidina di Pantelleria, alla luce dei rinvenimenti di una fonte di approvvigionamento e di un sito archeologico dell'Età del Rame in località Bagno dell'Acqua. Napoli, Università degli Studi Suor Orsola Benincasa Napoli.
- TYKOT, R. H. (1992) The sources and distribution of Sardinian obsidian. IN TYKOT, R. H. & ANDREWS, T. K. (Eds.) *Sardinia in the Mediterranean : a footprint in the sea. Studies in Sardinian Archaeology presented to Miriam S. Balmuth, Monograph in Mediterranean Archaeology*. Sheffield, Sheffield Academic Press.



- TYKOT, R. H. (1995) Prehistoric Trade in the Western Mediterranean: The sources and distribution of Sardinian obsidian. *Anthropology*. Cambridge, Massachusetts, Harvard.
- TYKOT, R. H. (1996) Obsidian Procurement and Distribution in the Central and Western Mediterranean. *Journal of Mediterranean Archaeology*, 9, 39-82.
- TYKOT, R. H. (1997) Characterization of the Monte-Arci (Sardinia) obsidian sources. *Journal of Archaeological Science*, 24, 467-479.
- TYKOT, R. H. (1998) Mediterranean Island and multiple flows. The sources and exploitation of Sardinian obsidian. IN SHACKLEY, M. S. (Ed.) *Archaeological obsidian studies. Method and theory. Advances in Archaeological and Museum Science 3*. New York and London, Plenum Press.
- TYKOT, R. H. (2001) Neolithic Exploitation and Trade of Obsidian in the Central Mediterranean: New Results and Implications for Cultural Interaction. *UISPP, Liege, sous presse*.
- TYKOT, R. H. (2002a) New Approaches to the Characterization of obsidian from the Mediterranean Island Sources. IN VANDIVEN, P. B., GOODWAY, M., DRUZIK, J. R. & MASSN, J. L. (Eds.) *Material Issues in Art and Archaeology VI. Material Research Society Symposium Series 712*. Warrendale, PA.
- TYKOT, R. H. (2002b) Geochemical Analysis of Obsidian and the Reconstruction of Trade Mechanisms in the Early Neolithic Period of the Western Mediterranean. IN JAKES, K. (Ed.) *Archaeological Chemistry. Materials, Methods, and Meaning. ACS Symposium Series*. Washington, DC, American Chemical Society.
- TYKOT, R. H. (2002c) Chemical fingerprinting and source tracing of obsidian : the Central Mediterranean trade in black gold. *Accounts of Chemical Research*, 35, 618-627.
- TYKOT, R. H. (2003) Determining the source of Lithic Artifacts and Reconstructing Trade in the Ancient World. IN KARDULIAS, P. N. & YERKES, R. W. (Eds.) *Written in Stone: The Multiple Dimensions of Lithic Analysis*. Maryland, Lexington Books.
- TYKOT, R. H. & YOUNG, S. M. M. (1996) Archaeological applications of Inductively Coupled Plasma-Mass Spectrometry. IN ORNA, M. V. (Ed.) *ACS Symposium Series 625, Archaeological Chemistry, Organic, Inorganic, and Biochemical Analysis*. Washington DC, American Chemical Society.
- TYKOT, R. H. & AMMERMAN, A. J. (1997) New directions in central Mediterranean obsidian studies. *Antiquity*, 71, 1000-1006.

- TYKOT, R. H., SETZER, T., GLASCOCK, M. D. & SPEAKMAN, R. J. (2005) Identification and Characterization of the Obsidian Sources of the Island of Palmarola, Italy. *Geoarchaeological and Bioarchaeological Studies*, 3, 107-111.
- USAI, L. (2002) Su Stangioni. IN FUGAZZOLA DELPINO, M. A., PESSINA, A. & TINÉ, V. (Eds.) *Le ceramiche impresse nel Neolitico antico. Italia e Mediterraneo. Studi di Paleontologia I*. Roma, Soprintendenza Speciale al Museo Nazionale Preistorico Etnografico «L. Pigorini».
- VAQUER, J. (2006) La diffusion de l'obsidienne dans le Néolithique de Corse, du Midi de la France et de Catalogne. *XXXIX Riunione Scientifica del I.I.P.P. «Materie prime e scambi nella preistoria italiana nel cinquantenario della fondazione dell'Istituto Italiano di Preistoria e Protostoria»*. Firenze, 25-27 novembre 2004, IIPP.
- VILLARI, L. (1974) The island of Pantelleria. *Bulletin volcanologique*, 38, 680-724.
- VOGEL, N., NOMADE, S., NEGASH, A. & RENNE, P. R. (2006) Forensic  $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$  dating: a provenance study of Middle Stone Age obsidian artifacts from Ethiopia. *Journal of Archaeological Science*, 33, 1749-1765.
- WAGNER, G. A., STORZER, D. & KELLER, J. (1976) Spaltspurendatierung quartärer Gesteinsgläser aus dem Mittelmeerraum. *Neues Jahrbuch für Mineralogie. Monatshefte*, 22, 84-94.
- WASHINGTON, H. (1913) Some lavas of Monte Arci, Sardinia. *American Journal of Science*, 36, 577-577.
- WATKINS, R. T. (1981) The geochemistry of rhyolitic and tholeiitic rocks from east of Lake Turkana, northern Kenya. University of Leeds.
- WESTPHAL, M., CHAVAILLON, J. & JAEGER, J. J. (1979) Magnétostratigraphie des dépôts pléistocènes de Melka-Kunturé (Éthiopie) : premières données. *Bulletin de la Société géologique de France*, XXI, 237-241.
- WHITE, W. B. & MINSER, D. G. (1984) Raman-Spectra and Structure of Natural Glasses. *Journal of Non-Crystalline Solids*, 67, 45-59.
- WILLIAMS-THORPE, O., WARREN, S. E. & BARFIELD, L. H. (1979) The distribution and sources of archaeological obsidian from Northern Italy. *Preistoria Alpina*, 15, 73-92.
- WILLIAMS-THORPE, O., WARREN, S. E. & COURTIN, J. (1984) The distribution and sources of archaeological obsidian from Southern France. *Journal of Archaeological Science*, 11, 135-146.

WOLDEGABRIEL, G., ARONSON, J. A. & WALTER, R. C. (1992) Geochronology and distribution of silicic volcanic rocks of Plio-Pleistocene age from the central sector of the main Ethiopian Rift. *Quaternary International*, 13/14, 69-76.

YELLIN, J. (1995) Trace element characteristics of Central Anatolian obsidian flows and their relevance to pre-history. *Israel Journal of Chemistry*, 35, 175-190.

ZHANG, Y. X. (1999) H<sub>2</sub>O in rhyolitic glasses and melts: Measurement, speciation, solubility, and diffusion. *Reviews of Geophysics*, 37, 493-516.

ZOTOV, N., EBBSJÖ, I., TIMPEL, D. & KEPPLER, H. (1999) Calculation of Raman spectra and vibrational properties of silicate glasses: Comparison between Na<sub>2</sub>Si<sub>4</sub>O<sub>9</sub> and SiO<sub>2</sub> glasses. *Physical Review B*, 60, 6383-6397.

**ANNEXE A**

---

**LISTE DES ÉCHANTILLONS COLLECTÉS**



## Annexe A1

### LISTE DES ÉCHANTILLONS DU MONTE ARCI

(Lugliè, 2006a)

Ech.	Coordonnée N.	Coordonnée E.	Commune	Détermination visuelle
100	39°46.917'	8°42.647'	MARRUBIU	SB1
101	39°46.917'	8°42.649'	MARRUBIU	SB1
102	39°46.917'	8°42.647'	MARRUBIU	SB1
103	39°46.917'	8°42.649'	MARRUBIU	SB1
104	39°46.936'	8°42.659'	MARRUBIU	SB1
105	39°46.936'	8°42.659'	MARRUBIU	SB1
106	39°46.936'	8°42.659'	MARRUBIU	SB1
107	39°46.936'	8°42.659'	MARRUBIU	SB1
108	39°46.936'	8°42.659'	MARRUBIU	SB1
109	39°46.936'	8°42.659'	MARRUBIU	SB1
110	39°46.893'	8°42.638'	MARRUBIU	SB1
111	39°46.893'	8°42.638'	MARRUBIU	SB1
112	39°46.899'	8°42.650'	MARRUBIU	SB1
113	39°46.899'	8°42.650'	MARRUBIU	SB1
114	39°46.891'	8°42.644'	MARRUBIU	SB1
115	39°46.891'	8°42.644'	MARRUBIU	SB1
116	39°46.915'	8°42.664'	MARRUBIU	SB1
117	39°46.915'	8°42.664'	MARRUBIU	SB1
118	39°46.369'	8°40.921'	MARRUBIU	SB2
119	39°46.369'	8°40.921'	MARRUBIU	SB2
120	39°46.917'	8°42.647'	MARRUBIU	SB1
121	39°46.917'	8°42.647'	MARRUBIU	SB1
122	39°46.917'	8°42.649'	MARRUBIU	SB1
123	39°46.893'	8°42.638'	MARRUBIU	SB1
124	39°45.767'	8°41.347'	MARRUBIU	SB2
125	39°45.767'	8°41.347'	MARRUBIU	SB2
126	39°45.769'	8°41.344'	MARRUBIU	SB2
127	39°45.769'	8°41.344'	MARRUBIU	SB2
128	39°46.368'	8°40.924'	MARRUBIU	SB2
129	39°46.368'	8°40.924'	MARRUBIU	SB2
130	39°46.361'	8°40.927'	MARRUBIU	SB2
131	39°46.361'	8°40.927'	MARRUBIU	SB2

Ech.	Coordonnée N.	Coordonnée E.	Commune	Détermination visuelle
132	39°43.319'	8°43.969'	MASULLAS	SA
133	39°43.319'	8°43.969'	MASULLAS	SA
134	39°43.315'	8°43.958'	MASULLAS	SA
135	39°43.315'	8°43.958'	MASULLAS	SA
136	39°43.319'	8°43.950'	MASULLAS	SA
137	39°43.319'	8°43.950'	MASULLAS	SA
138	39°45.948'	8°41.183'	MARRUBIU	SB2
139	39°45.948'	8°41.183'	MARRUBIU	SB2
140	39°45.818'	8°41.309'	MARRUBIU	SB2
141	39°46.178'	8°40.750'	MARRUBIU	SB2
142	39°46.178'	8°40.750'	MARRUBIU	SB2
143	39°43.299'	8°44.042'	MASULLAS	SA
144	39°43.299'	8°44.042'	MASULLAS	SA
145	39°43.299'	8°44.042'	MASULLAS	SA
146	39°43.299'	8°44.042'	MASULLAS	SA
147	39°43.269'	8°44.043'	MASULLAS	SA
148	39°43.269'	8°44.043'	MASULLAS	SA
149	39°43.269'	8°44.040'	MASULLAS	SA
150	39°43.269'	8°44.040'	MASULLAS	SA
151	39°43.244'	8°44.042'	MASULLAS	SA
152	39°43.244'	8°44.042'	MASULLAS	SA
153	39°43.244'	8°44.041'	MASULLAS	SA
154	39°43.244'	8°44.041'	MASULLAS	SA
155	39°43.230'	8°44.018'	MASULLAS	SA
156	39°43.230'	8°44.018'	MASULLAS	SA
157	39°43.231'	8°44.020'	MASULLAS	SA
158	39°43.231'	8°44.020'	MASULLAS	SA
159	39°48.455685'	8°45.899332'	PAU	SC
160	39°48.466090'	8°45.972447'	PAU	SC
161	39°48.461946'	8°46.036745'	PAU	SC
162	39°48.497053'	8°46.066552'	PAU	SC
163	39°48.423619'	8°46.575478'	PAU	SC
164	39°48.412447'	8°46.585180'	PAU	SC
165	39°48.420849'	8°46.588783'	PAU	SC
166	39°48.433897'	8°46.587529'	PAU	SC
167	39°48.440448'	8°46.598385'	PAU	SC
168	39°48.425556'	8°46.612942'	PAU	SC
169	39°48.428383'	8°46.629860'	PAU	SC
170	39°48.465438'	8°46.693566'	PAU	SC
171	39°48.473347'	8°46.699393'	PAU	SC
172	39°48.477863'	8°46.700107'	PAU	SC

Ech.	Coordonnée N.	Coordonnée E.	Commune	Détermination visuelle
173	39°48.488416'	8°46.094488'	PAU	SC
174	39°48.466153'	8°46.045499'	PAU	SC
175	39°48.491264'	8°47.602153'	PAU	SC
176	39°48.245985'	8°47.686291'	PAU	SC
177	39°48.253756'	8°47.801212'	PAU	SC
178	39°48.179640'	8°47.769891'	PAU	SC
179	39°48.167722'	8°47.755909'	PAU	SC
180	39°48.173145'	8°47.765705'	PAU	SC
181	39°48.487966'	8°46.140049'	PAU	SC
182	39°48.459753'	8°46.088977'	PAU	SC
183	39°48.427364'	8°46.112216'	PAU	SC
184	39°48.428381'	8°46.079970'	PAU	SC
185	39°48.156352'	8°46.024115'	PAU	SC
186	39°48.155823'	8°46.029724'	PAU	SC
187	39°48.151504'	8°46.032542'	PAU	SC
188	39°48.150386'	8°46.014323'	PAU	SC
189	39°48.243081'	8°45.872433'	PAU	SC
190	39°48.238331'	8°45.929220'	PAU	SC
191	39°48.261782'	8°46.031469'	PAU	SC
192	39°48.307931'	8°46.130839'	PAU	SC
193	39°47.935154'	8°46.247022'	PAU	SC
194	39°47.910761'	8°46.213464'	PAU	SC
195	39°39.516'	8°42.045'	SAN NICOLO' ARCIDANO	SC
196	39°39.512'	8°42.038'	SAN NICOLO' ARCIDANO	SC
197	39°39.513'	8°42.041'	SAN NICOLO' ARCIDANO	SC
198	39°40.272'	8°39.870'	SAN NICOLO' ARCIDANO	SC
199	39°40.272'	8°39.868'	SAN NICOLO' ARCIDANO	SC
200	39°40.269'	8°39.866'	SAN NICOLO' ARCIDANO	SC
201	39°39.204'	8°41.361'	SAN NICOLO' ARCIDANO	SC
202	39°39.202'	8°41.360'	SAN NICOLO' ARCIDANO	SC
203	39°39.200'	8°41.360'	SAN NICOLO' ARCIDANO	SC
204	39°40.056'	8°40.177'	SAN NICOLO' ARCIDANO	SC
205	39°40.050'	8°40.150'	SAN NICOLO' ARCIDANO	SC
206	39°40.049'	8°40.155'	SAN NICOLO' ARCIDANO	SC
207	39°40.780'	8°37.946'	SAN NICOLO' ARCIDANO	SC
208	39°40.782'	8°37.940'	SAN NICOLO' ARCIDANO	SC
209	39°40.782'	8°37.940'	SAN NICOLO' ARCIDANO	SC
210	39°39.204'	8°41.358'	SAN NICOLO' ARCIDANO	SC
211	39°45.884'	8°41.571'	MARRUBIU	SB2
212	39°45.877'	8°41.674'	MORGONGIORI	SB2
213	39°45.912'	8°41.712'	MORGONGIORI	SB2



Ech.	Coordonnée N.	Coordonnée E.	Commune	Détermination visuelle
214	39°45.832'	8°41.438'	MARRUBIU	SB2
215	39°43.231'	8°44.020'	MASULLAS	SA
216	39°45.972'	8°41.701'	MORGONGIORI	SB2
217	39°45.867'	8°41.507'	MARRUBIU	SB2
218	39°45.948'	8°41.183'	MARRUBIU	SB2
219	39°43.319'	8°43.950'	MASULLAS	SA
220	39°46.361'	8°40.927'	MARRUBIU	SB2
221	39°46.917'	8°42.647'	MARRUBIU	SB1
222	39°47.009'	8°42.975'	MARRUBIU	SB1
223	39°47.021'	8°42.959'	MARRUBIU	SB1
224	39°47.014'	8°42.959	MARRUBIU	SB1
225	39°47.003'	8°42.945'	MARRUBIU	SB1
226	39°47.008'	8°42.955'	MARRUBIU	SB1
227	39°47.097'	8°43.264'	MARRUBIU	SB1
228	39°47.089'	8°43.259'	MARRUBIU	SB1
229	39°48.009'	8°42.796'	MARRUBIU	SB1
230	39°47.286'	8°43.594'	MARRUBIU	SB1
231	39°47.195'	8°42.658'	MARRUBIU	SB1
232	39°45.425'	8°39.900'	MARRUBIU	SB2
233	39°45.228'	8°39.487'	MARRUBIU	SB2
234	39°39.383'	8°44.593'	MOGORO	SC
235	39°39.383'	8°44.593'	MOGORO	SC
236	39°40.109'	8°39.064'	SAN NICOLO' ARCIDANO	SC
237	39°40.017'	8°39.096'	SAN NICOLO' ARCIDANO	SC
238	39°44.076143	8°37.038224	TERRALBA	SC
239	39°47.712'	8°46.311'	PAU	SC
240	39°43.656985	8°35.458646	TERRALBA	SC
241	39°47.774'	8°46.324'	PAU	SC
242	39°47.779'	8°46.444'	PAU	SC
243	39°47.285'	8°43.540'	MARRUBIU	SB1
244	39°47.215'	8°43.367'	MARRUBIU	SB1
245	39°47.137'	8°43.457'	MARRUBIU	SB1
246	39°47.121'	8°43.474'	MARRUBIU	SB1
247	39°47.206'	8°43.369'	MARRUBIU	SB1
248	39°47.219'	8°43.365'	MARRUBIU	SB1
249	39°47.194'	8°43.329'	MARRUBIU	SB1
250	39°47.144'	8°43.274'	MARRUBIU	SB1
251	39°47.123'	8°43.250'	MARRUBIU	SB1
252	39°47.112'	8°43.248'	MARRUBIU	SB1
253	39°47.108'	8°43.257'	MARRUBIU	SB1
254	39°47.099'	8°43.247'	MARRUBIU	SB1

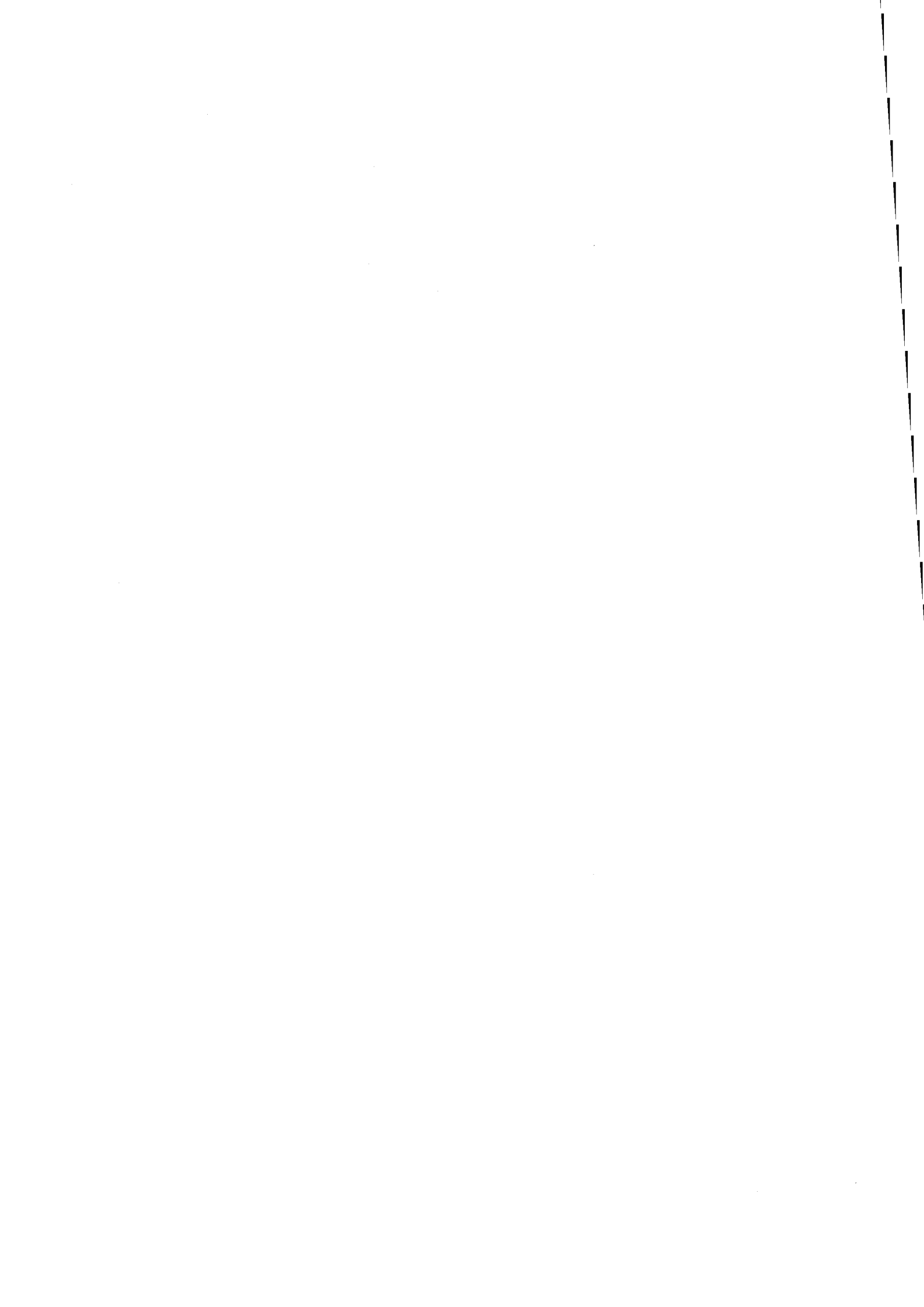
Ech.	Coordonnée N.	Coordonnée E.	Commune	Détermination visuelle
255	39°47.113'	8°43.262'	MARRUBIU	SB1
256	39°47.091'	8°43.262'	MARRUBIU	SB1
257	39°47.094'	8°43.289'	MARRUBIU	SB1
258	39°47.095'	8°43.254'	MARRUBIU	SB1
259	39°47.088'	8°43.254'	MARRUBIU	SB1
260	39°47.272'	8°43.298'	MARRUBIU	SB1
261	39°47.321'	8°43.509'	MARRUBIU	SB1
262	39°47.272'	8°43.582'	MARRUBIU	SB1
263	39°47.661'	8°43.269'	MARRUBIU	SB1
264	39°47.824'	8°42.914'	MARRUBIU	SB1
265	39°47.930'	8°42.958'	MARRUBIU	SB1
266	39°47.011'	8°42.971'	MARRUBIU	SB1
267	39°47.023'	8°42.958'	MARRUBIU	SB1
268	39°47.024'	8°42.959'	MARRUBIU	SB1
269	39°46.903'	8°42.959'	MARRUBIU	SB1
270	39°45.793'	8°41.386'	MARRUBIU	SB2
271	39°45.822'	8°41.426'	MARRUBIU	SB2
272	39°47.304'	8°43.556'	MARRUBIU	SB1
273	39°47.009'	8°42.975'	MARRUBIU	SB1
274	39°47.144'	8°43.273'	MARRUBIU	SB1
275	39°47.103'	8°43.253'	MARRUBIU	SB1
276	39°47.308'	8°43.518'	MARRUBIU	SB1
277	39°48.393'	8°45.924'	PAU	SC
278	39°47.159'	8°42.692'	MARRUBIU	SB1
279	39°40.078'	8°39.077'	SAN NICOLO' ARCIDANO	SC
280	39°40.111'	8°39.067'	SAN NICOLO' ARCIDANO	SC
281	39°40.103'	8°39.070'	SAN NICOLO' ARCIDANO	SC
282	39°40.099'	8°39.077'	SAN NICOLO' ARCIDANO	SC
283	39°39.978'	8°39.098'	SAN NICOLO' ARCIDANO	SC
284	39°47.758'	8°46.570'	PAU	SC
215	39°43.231'	8°44.020'	MASULLAS	SA
216	39°45.972'	8°41.701'	MORGONGIORI	SB2
217	39°45.867'	8°41.507'	MARRUBIU	SB2
218	39°45.948'	8°41.183'	MARRUBIU	SB2
219	39°43.319'	8°43.950'	MASULLAS	SA
220	39°46.361'	8°40.927'	MARRUBIU	SB2
221	39°46.917'	8°42.647'	MARRUBIU	SB1
222	39°47.009'	8°42.975'	MARRUBIU	SB1
223	39°47.021'	8°42.959'	MARRUBIU	SB1
224	39°47.014'	8°42.959	MARRUBIU	SB1
225	39°47.003'	8°42.945'	MARRUBIU	SB1

Ech.	Coordonnée N.	Coordonnée E.	Commune	Détermination visuelle
226	39°47.008'	8°42.955'	MARRUBIU	SB1
227	39°47.097'	8°43.264'	MARRUBIU	SB1
228	39°47.089'	8°43.259'	MARRUBIU	SB1
229	39°48.009'	8°42.796'	MARRUBIU	SB1
230	39°47.286'	8°43.594'	MARRUBIU	SB1
231	39°47.195'	8°42.658'	MARRUBIU	SB1
232	39°45.425'	8°39.900'	MARRUBIU	SB2
233	39°45.228'	8°39.487'	MARRUBIU	SB2
234	39°39.383'	8°44.593'	MOGORO	SC
235	39°39.383'	8°44.593'	MOGORO	SC
236	39°40.109'	8°39.064'	SAN NICOLO' ARCIDANO	SC
237	39°40.017'	8°39.096'	SAN NICOLO' ARCIDANO	SC
238	39°44.076143	8°37.038224	TERRALBA	SC
239	39°47.712'	8°46.311'	PAU	SC
240	39°43.656985	8°35.458646	TERRALBA	SC
241	39°47.774'	8°46.324'	PAU	SC
242	39°47.779'	8°46.444'	PAU	SC
243	39°47.285'	8°43.540'	MARRUBIU	SB1
244	39°47.215'	8°43.367'	MARRUBIU	SB1
245	39°47.137'	8°43.457'	MARRUBIU	SB1
246	39°47.121'	8°43.474'	MARRUBIU	SB1
247	39°47.206'	8°43.369'	MARRUBIU	SB1
248	39°47.219'	8°43.365'	MARRUBIU	SB1
249	39°47.194'	8°43.329'	MARRUBIU	SB1
250	39°47.144'	8°43.274'	MARRUBIU	SB1
251	39°47.123'	8°43.250'	MARRUBIU	SB1
252	39°47.112'	8°43.248'	MARRUBIU	SB1
253	39°47.108'	8°43.257'	MARRUBIU	SB1
254	39°47.099'	8°43.247'	MARRUBIU	SB1
255	39°47.113'	8°43.262'	MARRUBIU	SB1
256	39°47.091'	8°43.262'	MARRUBIU	SB1
257	39°47.094'	8°43.289'	MARRUBIU	SB1
258	39°47.095'	8°43.254'	MARRUBIU	SB1
259	39°47.088'	8°43.254'	MARRUBIU	SB1
260	39°47.272'	8°43.298'	MARRUBIU	SB1
261	39°47.321'	8°43.509'	MARRUBIU	SB1
262	39°47.272'	8°43.582'	MARRUBIU	SB1
263	39°47.661'	8°43.269'	MARRUBIU	SB1
264	39°47.824'	8°42.914'	MARRUBIU	SB1
265	39°47.930'	8°42.958'	MARRUBIU	SB1
266	39°47.011'	8°42.971'	MARRUBIU	SB1

Ech.	Coordonnée N.	Coordonnée E.	Commune	Détermination visuelle
267	39°47.023'	8°42.958'	MARRUBIU	SB1
268	39°47.024'	8°42.959'	MARRUBIU	SB1
269	39°46.903'	8°42.959'	MARRUBIU	SB1
270	39°45.793'	8°41.386'	MARRUBIU	SB2
271	39°45.822'	8°41.426'	MARRUBIU	SB2
272	39°47.304'	8°43.556'	MARRUBIU	SB1
273	39°47.009'	8°42.975'	MARRUBIU	SB1
274	39°47.144'	8°43.273'	MARRUBIU	SB1
275	39°47.103'	8°43.253'	MARRUBIU	SB1
276	39°47.308'	8°43.518'	MARRUBIU	SB1
277	39°48.393'	8°45.924'	PAU	SC
278	39°47.159'	8°42.692'	MARRUBIU	SB1
279	39°40.078'	8°39.077'	SAN NICOLO' ARCIDANO	SC
280	39°40.111'	8°39.067'	SAN NICOLO' ARCIDANO	SC
281	39°40.103'	8°39.070'	SAN NICOLO' ARCIDANO	SC
282	39°40.099'	8°39.077'	SAN NICOLO' ARCIDANO	SC
283	39°39.978'	8°39.098'	SAN NICOLO' ARCIDANO	SC
284	39°47.758'	8°46.570'	PAU	SC
285	39°43.257'	8°43.887'	MASULLAS	SA
286	39°43.274'	8°43.886'	MASULLAS	SA
287	39°43.271'	8°43.890'	MASULLAS	SA
288	39°45.452'	8°39.958'	MARRUBIU	SB2
289	39°39.973'	8°39.115'	SAN NICOLO' ARCIDANO	SC
290	39°39.994'	8°39.069'	SAN NICOLO' ARCIDANO	SC
291	39°45.452'	8°39.958'	MARRUBIU	SB2
292	39°45.424'	8°39.858'	MARRUBIU	SB2
293	39°45.418'	8°39.837'	MARRUBIU	SB2
294	39°45.395'	8°39.749'	MARRUBIU	SB2
295	39°45.382'	8°39.701'	MARRUBIU	SB2
296	39°45.361'	8°39.662'	MARRUBIU	SB2
297	39°45.316'	8°39.580'	MARRUBIU	SB2
298	39°45.300'	8°39.571'	MARRUBIU	SB2
299	39°45.293'	8°39.515'	MARRUBIU	SB2
300	39°45.275'	8°39.465'	MARRUBIU	SB2
301	39°45.257'	8°39.475'	MARRUBIU	SB2
302	39°45.251'	8°39.550'	MARRUBIU	SB2
303	39°45.259'	8°39.577'	MARRUBIU	SB2
304	39°45.287'	8°39.641'	MARRUBIU	SB2
305	39°46.920'	8°42.649'	MARRUBIU	SB1
306	39°39.990'	8°40.278'	SAN NICOLO' ARCIDANO	SC
307	39°46.841'	8°42.607'	MARRUBIU	SB1

Ech.	Coordonnée N.	Coordonnée E.	Commune	Détermination visuelle
308	39°41.008'	8°36.370'	SAN NICOLO' ARCIDANO	SC
309	39°39.393'	8°44.598'	MOGORO	SC
310	39°46.919'	8°42.648'	MARRUBIU	SB1
311	39°46.940'	8°42.663'	MARRUBIU	SB1
312	39°40.569'	8°38.979'	SAN NICOLO' ARCIDANO	SC
313	39°40.698'	8°38.553'	SAN NICOLO' ARCIDANO	SC
314	39°44.561'	8°45.151'	MORGONGIORI	SB2
315	39°44.644'	8°45.113'	MORGONGIORI	SB2
316	39°46.050'	8°44.614'	MORGONGIORI	SB2
317	39°46.025'	8°44.629'	MORGONGIORI	SB2
318	39°46.023'	8°44.663'	MORGONGIORI	SB2
319	39°46.211'	8°44.477'	MORGONGIORI	SB2
320	39°46.215'	8°44.486'	MORGONGIORI	SB2
321	39°46.232'	8°44.489'	MORGONGIORI	SB2
322	39°46.214'	8°44.479'	MORGONGIORI	SB2
323	39°46.337'	8°44.515'	MORGONGIORI	SB2
324	39°46.201'	8°46.426'	MORGONGIORI	SC
325	39°46.192'	8°46.454'	MORGONGIORI	SC
326	39°46.539'	8°45.877'	MORGONGIORI	SC
327	39°46.734'	8°45.629'	MORGONGIORI	SB2
328	39°46.839'	8°45.469'	MORGONGIORI	SC
329	39°37.554'	8°45.547'	SARDARA	SC
330	39°48.518'	8°45.999'	PAU	SC
331	39°46.141'	8°46.423'	MORGONGIORI	SC
332	39°48.642'	8°46.655'	PAU	SC
333	39°47.017'	8°42.955'	MARRUBIU	SB1
334	39°46.228'	8°46.409'	MORGONGIORI	SC
335	39°48.547'	8°45.879'	PAU	SC
336	39°45.906'	8°41.652'	MORGONGIORI	SB2
337	39°48.578'	8°46.073'	PAU	SC
338	39°45.894'	8°41.684'	MORGONGIORI	SB2
339	39°45.956'	8°41.703'	MORGONGIORI	SB2
340	39°48.519'	8°45.999'	PAU	SC
341	39°48.485'	8°45.993'	PAU	SC
342	39°45.342'	8°40.657'	MARRUBIU	SB2
343	39°48.795'	8°46.745'	PAU	SC
344	39°45.807'	8°41.285'	MARRUBIU	SB2
345	39°45.767'	8°41.347'	MARRUBIU	SB2
346	39°45.948'	8°41.183'	MARRUBIU	SB2
347	39°45.818'	8°41.309'	MARRUBIU	SB2
348	39°47.666'	8°47.198'	PAU	SC

Ech.	Coordonnée N.	Coordonnée E.	Commune	Détermination visuelle
349	39°48.742'	8°46.740'	PAU	SC
350	39°46.178'	8°40.750'	MARRUBIU	SB2
351	39°46.368'	8°40.924'	MARRUBIU	SB2



## Annexe A2

### LISTE DES ÉCHANTILLONS DU MONTE ARCI

(Le Bourdonnec - Mission ACR 2004)

Echantillon	Détermination visuelle	Localisation / Remarques
LB01	SC	MURREDDU - Limite nord affleurement - 31/05/04
LB02	SC	SU PIBIONI - affleurement - 31/05/04
LB03	SA	CONCA'E CANNAS
LB04	SA	CONCA'E CANNAS
LB05	SA	CONCA'E CANNAS
LB06	SA	CONCA'E CANNAS
LB07	SB2	CONCA S'OLLASTU - 2 pièces - 02/06/04
LB08	SB2	CONCA S'OLLASTU - 3 pièces - 02/06/04
LB09	SB2	BRUNCU PERDA CROBINA 02/06/04
LB10	SB1	CONCA SU CAULI - affleurement - 3 pièces - 02/06/04
LB11	SB1 ?	Entre CONCA SU CAULI et MONTE SPARAU NORD - affleurement
LB12	SC	Eclats corticaux - réalisation C. Lugliè sur bloc SC - 11 pièces
LB13	SC	TRUNCHEDDU ( SU FORRU DE IS SINZURREDDUS) - Nord de Pau - 14 pièces - 06/06/04
LB14	SC ?	NIUCROBU (source secondaire)
LB15	SC?	NIUCROBU (source secondaire)
LB16	SC	Colluvions - 100 m SW du lieu de prélèv. LB14 et LB15
LB17	SC	Vallée RIU MANNU
LB18	SC	Terrasse RIU MANNU
LB19	SB1	MONTE SPARAU NORD - affleurement (face Est)
LB20	SB1	MONTE SPARAU NORD - affleurement (face Est)





## Annexe A3

### LISTE DES ÉCHANTILLONS DE BALCHIT POSITIONNÉS PAR GPS

(Le Bourdonnec & Raynal - Mission Melka Kunturé 2004)

*Coordonnées UTM Balchit (Éthiopie)*

Échantillons	X	Y	Altitudes (m)
Jinjima 3	458508	967137	2097
BS1	457947	968266	2175
BS2	457980	968197	2192
BS3	458036	968125	2126
BS4	458097	968108	2129
BS5	458227	968108	2132
BS6	458280	968128	2135
BS7	458299	968130	2137
BS8	458321	968137	2138
BS9	458358	968157	2139
BS10	458384	968164	2141
BN1	458823	969191	2108
BN2	458933	969228	2110
BN3	458999	969302	2114
BN4	459004	969376	2115
BN5	458906	969421	2121
BN6	458990	969539	2115
BN7	459011	969590	2120
BN8	458992	969799	2129
BN9	459115	969883	2131
BN10	458529	969134	2111
BN11	458467	969067	2099
BN12	458464	968960	2103
BN13	458154	968843	2088
BN14	458076	968899	2081



**ANNEXE B**

---

**DÉTAIL DES DONNÉES  
ANALYTIQUES EMP-WDS**



## Annexe B1

### DONNÉES SOURCES SARDES

Éch.	Na <sub>2</sub> O	MgO	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	SiO <sub>2</sub>	P <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	K <sub>2</sub> O	CaO	TiO <sub>2</sub>	Cr <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	MnO	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	BaO	Type
132	3.47	0.09	13.55	75.11	0.09	5.59	0.61	0.08	<0.04	0.08	1.33	-	SA
134	3.29	0.07	13.41	75.46	0.01	5.65	0.57	0.08	<0.03	0.06	1.30	-	SA
143	3.47	0.09	13.46	75.30	0.08	5.59	0.57	0.08	<0.06	0.06	1.30	-	SA
146	3.51	0.01	13.51	75.16	0.06	5.54	0.57	0.10	<0.07	0.06	1.39	-	SA
147	3.46	0.09	13.49	75.21	0.08	5.59	0.58	0.08	<0.07	<0.04	1.41	-	SA
149	3.49	0.09	13.39	75.16	0.08	5.55	0.59	0.09	<0.10	0.08	1.46	-	SA
151	3.55	0.09	13.56	75.08	0.08	5.60	0.59	0.09	<0.09	0.05	1.32	-	SA
153	3.42	0.08	13.48	75.33	0.06	5.58	0.59	0.11	<0.04	<0.03	1.34	-	SA
155	3.49	0.08	13.55	75.24	0.07	5.56	0.58	0.08	<0.08	0.07	1.29	-	SA
157	3.43	0.08	13.53	75.14	0.08	5.65	0.57	0.09	<0.02	0.05	1.38	-	SA
409	3.35	0.06	13.71	75.27	0.07	5.51	0.57	0.09	<0.04	0.07	1.31	<0.03	SA
ARC-	3.64	0.06	13.45	75.36	0.07	5.42	0.64	0.08	<0.03	0.06	1.22	-	SA
LB03	3.26	0.09	13.72	75.12	0.07	5.64	0.58	0.09	<0.03	0.05	1.37	<0.03	SA
LB04	3.48	0.08	13.69	74.87	0.08	5.67	0.60	0.12	<0.01	<0.10	1.40	<0.03	SA
LB05	3.49	0.08	13.61	75.09	0.06	5.66	0.59	0.09	<0.04	<0.10	1.32	<0.04	SA
LB06	3.50	0.07	13.71	75.04	0.08	5.66	0.58	0.08	<0.07	<0.08	1.28	<0.01	SA
SA66	3.26	0.07	13.56	75.57	0.06	5.57	0.53	0.01	<0.05	0.10	1.19	<0.05	SA
102	3.37	0.01	13.78	74.37	0.12	6.01	0.74	0.19	<0.05	<0.02	1.24	-	SB1
103	3.39	0.06	13.84	74.67	0.13	6.08	0.74	0.17	<0.06	<0.04	0.92	-	SB1
105	3.37	0.04	13.83	74.55	0.11	6.26	0.75	0.18	<0.05	0.05	0.86	-	SB1
109	3.34	0.12	13.83	74.24	0.12	6.11	0.73	0.20	<0.02	0.03	1.30	-	SB1
111	3.37	0.08	13.80	74.67	0.11	6.15	0.75	0.20	<0.05	<0.04	0.88	-	SB1
113	3.36	0.15	13.77	74.34	0.13	6.09	0.75	0.19	<0.06	0.05	1.18	-	SB1
115	3.32	0.13	13.79	74.66	0.12	6.08	0.73	0.23	<0.03	0.07	0.87	-	SB1
120	3.43	0.11	13.78	74.66	0.12	6.10	0.74	0.16	<0.04	<0.05	0.91	-	SB1
392	3.30	0.18	14.02	73.94	0.01	5.92	0.71	0.16	<0.01	0.05	1.63	<0.06	SB1
399	3.01	0.19	13.75	74.51	0.06	5.83	0.70	0.20	<0.03	0.06	1.61	<0.04	SB1
LB11	3.35	0.05	14.07	74.30	0.10	6.16	0.71	0.23	<0.04	<0.07	1.01	<0.04	SB1

Éch.	Na <sub>2</sub> O	MgO	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	SiO <sub>2</sub>	P <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	K <sub>2</sub> O	CaO	TiO <sub>2</sub>	Cr <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	MnO	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	BaO	Type
LB19	3.34	0.01	14.08	74.35	0.08	6.14	0.73	0.16	<0.03	<0.05	1.02	<0.04	SB1
LB20	3.29	0.12	14.01	74.29	0.07	6.12	0.75	0.20	<0.08	<0.03	1.15	<0.06	SB1
119	3.42	0.15	13.24	75.13	0.05	5.86	0.63	0.15	<0.04	0.05	1.33	-	SB2
126	3.42	0.13	13.24	75.29	0.07	5.86	0.61	0.14	<0.05	0.04	1.19	-	SB2
128	3.39	0.09	12.96	75.95	0.06	5.69	0.55	0.11	<0.06	0.09	1.10	-	SB2
138	3.32	0.09	12.96	76.02	0.08	5.80	0.55	0.10	<0.05	0.05	1.01	-	SB2
141	3.41	0.15	13.30	75.13	0.08	5.83	0.62	0.16	<0.10	0.06	1.26	-	SB2
410	3.27	0.11	13.27	75.66	0.06	5.66	0.56	0.13	<0.03	0.03	1.26	<0.05	SB2
411	3.25	0.11	13.24	75.27	0.05	6.14	0.57	0.15	<0.02	0.06	1.16	<0.05	SB2
LB07A	3.24	0.11	13.22	75.66	0.04	5.76	0.56	0.13	<0.04	<0.05	1.28	<0.04	SB2
LB07B	3.15	0.11	13.29	75.48	0.05	6.03	0.57	0.13	<0.06	<0.05	1.19	<0.04	SB2
LB08A	3.23	0.09	13.46	75.49	0.04	6.24	0.58	0.15	<0.04	<0.06	0.72	<0.04	SB2
LB08B	3.36	0.07	13.46	75.94	0.07	6.14	0.51	0.14	<0.02	<0.07	0.31	<0.02	SB2
LB08C	3.36	0.08	13.30	76.11	0.07	5.85	0.58	0.12	<0.04	<0.06	0.53	<0.15	SB2
LB09	3.34	0.01	13.32	75.62	0.08	5.75	0.53	0.10	<0.08	<0.07	1.17	<0.03	SB2
SB2-74B	3.47	0.15	13.18	75.53	0.08	5.78	0.58	0.16	<0.04	<0.04	1.08	-	SB2
159	3.30	0.06	13.91	74.14	0.09	6.38	0.80	0.25	<0.07	0.04	1.04	-	SC
161	3.23	0.19	13.70	73.82	0.10	6.35	0.75	0.25	<0.03	0.03	1.58	-	SC
168	3.33	0.23	14.14	73.99	0.11	6.40	0.86	0.29	<0.01	0.04	0.62	-	SC
170	3.36	0.05	14.12	73.84	0.12	6.38	0.90	0.29	<0.05	<0.03	0.94	-	SC
171	3.41	0.28	13.90	73.70	0.12	6.01	1.01	0.31	<0.06	0.04	1.22	-	SC
172	3.36	0.07	14.03	73.91	0.11	6.47	0.85	0.30	<0.04	0.05	0.84	-	SC
173	3.27	0.06	13.82	74.27	0.10	6.38	0.75	0.24	<0.08	<0.06	1.10	-	SC
175	3.43	0.04	14.15	73.76	0.12	6.32	0.91	0.30	<0.03	0.05	0.94	-	SC
177	3.25	0.11	13.94	73.73	0.10	6.49	0.86	0.25	<0.04	<0.03	1.26	-	SC
179	3.37	0.25	14.02	73.01	0.09	6.20	0.95	0.30	<0.02	<0.09	1.73	-	SC
183	3.36	0.08	14.05	73.95	0.09	6.30	0.91	0.30	<0.03	<0.02	0.96	-	SC
185	3.30	0.16	13.99	73.37	0.10	6.35	0.87	0.29	<0.04	0.04	1.52	-	SC
187	3.23	0.17	13.90	73.54	0.14	6.38	0.81	0.25	<0.004	0.04	1.53	-	SC
189	3.26	0.20	13.91	73.63	0.01	6.35	0.80	0.27	<0.03	0.05	1.45	-	SC
191	3.19	0.18	13.64	74.22	0.09	6.27	0.70	0.23	<0.03	0.06	1.41	-	SC
193	3.30	0.15	13.78	73.57	0.14	6.34	0.79	0.23	<0.06	0.05	1.65	-	SC
383	3.26	0.05	14.27	73.90	0.13	6.46	0.75	0.27	<0.08	<0.02	0.80	0.11	SC
384	3.32	0.07	14.41	73.58	0.01	6.25	0.89	0.30	<0.02	<0.03	1.03	0.06	SC
385	3.21	0.23	14.11	73.49	0.11	6.18	0.79	0.28	<0.05	0.05	1.46	0.01	SC
386	3.27	0.04	14.39	73.71	0.09	6.39	0.89	0.28	<0.05	<0.06	0.88	0.06	SC
388	3.18	0.21	14.02	73.41	0.10	6.16	0.80	0.25	<0.04	0.05	1.77	0.04	SC

Éch.	Na <sub>2</sub> O	MgO	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	SiO <sub>2</sub>	P <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	K <sub>2</sub> O	CaO	TiO <sub>2</sub>	Cr <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	MnO	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	BaO	Type
391	3.28	0.17	14.20	73.16	0.15	6.25	0.89	0.29	<0.04	0.04	1.57	<0.04	SC
393	3.39	0.05	14.50	73.41	0.12	6.25	1.00	0.36	<0.02	<0.03	0.86	0.08	SC
394	3.11	0.18	13.90	73.85	0.12	6.29	0.72	0.25	<0.06	<0.03	1.51	0.06	SC
395	2.96	0.08	13.44	74.86	0.03	6.56	0.85	0.38	<0.06	<0.02	0.84	<0.07	SC
400	2.92	0.13	14.32	74.01	0.12	6.16	0.92	0.26	<0.04	<0.06	1.08	0.08	SC
401	2.76	0.18	14.27	73.60	0.12	6.50	0.88	0.29	<0.04	0.06	1.24	0.08	SC
402	3.15	0.12	14.12	73.97	0.13	6.26	0.82	0.26	<0.03	<0.02	1.17	<0.04	SC
403	3.20	0.25	14.11	73.33	0.12	6.15	0.81	0.26	<0.03	<0.04	1.72	0.05	SC
404	3.08	0.28	14.22	73.03	0.12	6.17	0.91	0.29	<0.03	<0.02	1.84	0.07	SC
405	3.27	0.25	14.16	73.29	0.12	6.15	0.86	0.31	<0.06	<0.05	1.53	0.08	SC
406	3.26	0.24	14.12	73.31	0.11	6.23	0.81	0.27	<0.06	0.04	1.51	0.09	SC
407	3.18	0.26	14.30	73.13	0.13	6.17	0.87	0.29	<0.02	<0.06	1.64	0.04	SC
408	3.45	0.10	14.51	73.33	0.11	6.06	1.07	0.32	<0.04	<0.01	1.04	<0.09	SC
412	3.17	-	14.42	73.77	0.12	6.72	0.84	0.29	<0.04	<0.06	0.58	0.09	SC
415	3.32	0.17	14.29	73.06	0.01	6.24	0.88	0.30	<0.04	<0.07	1.59	0.06	SC
416	3.22	0.14	14.09	73.71	0.07	6.23	0.78	0.25	<0.06	<0.05	1.45	0.06	SC
417	3.19	0.01	14.35	73.40	0.14	6.42	0.89	0.26	<0.03	<0.05	1.12	0.12	SC
LB01	3.20	0.16	14.26	73.41	0.11	6.11	1.02	0.31	<0.03	<0.08	1.41	<0.10	SC
LB02	3.21	0.14	14.10	73.78	0.11	6.42	0.77	0.20	<0.05	0.05	1.21	<0.13	SC
LB12A	3.36	0.15	14.53	72.84	0.11	6.43	0.92	0.33	<0.04	<0.07	1.28	0.05	SC
LB12B	3.24	0.15	14.41	72.85	0.10	6.59	0.88	0.39	<0.02	<0.06	1.38	<0.10	SC
LB12C	3.39	0.21	14.34	73.16	0.01	6.07	1.03	0.31	<0.05	<0.05	1.39	<0.07	SC
LB12D	3.47	0.27	14.39	72.89	0.11	5.94	1.03	0.33	<0.03	<0.04	1.49	0.08	SC
LB13A	3.42	0.19	14.37	73.26	0.09	6.36	0.90	0.27	<0.05	<0.07	1.08	0.06	SC
LB13B	3.40	0.05	14.34	73.47	0.12	6.55	0.79	0.26	<0.05	0.04	0.99	<0.07	SC
LB13C	3.29	0.18	14.34	73.04	0.12	6.46	0.89	0.30	<0.05	<0.08	1.37	<0.06	SC
LB13D	3.24	0.26	14.29	72.88	0.12	6.28	0.91	0.31	<0.04	<0.06	1.72	<0.09	SC
LB14	3.33	0.16	14.49	73.93	0.08	6.25	0.90	0.29	<0.04	<0.06	0.55	<0.09	SC
LB15	3.26	0.11	14.21	73.77	0.09	6.37	0.78	0.23	<0.03	<0.05	1.16	<0.06	SC
LB16A	3.01	0.13	14.16	73.59	0.12	6.68	0.81	0.26	<0.05	<0.05	1.16	<0.10	SC
LB16B	3.24	0.10	14.19	73.74	0.01	6.41	0.81	0.27	<0.05	<0.04	1.14	<0.12	SC
LB17A	3.26	0.06	14.24	73.46	0.11	6.67	0.93	0.30	<0.06	<0.07	0.85	0.12	SC
LB17B	3.25	0.22	14.28	73.17	0.10	6.30	0.86	0.28	<0.04	<0.04	1.53	<0.09	SC
LB17C	3.26	0.13	14.31	73.36	0.13	6.26	0.93	0.29	<0.05	<0.04	1.34	<0.05	SC
LB18	3.19	0.17	14.07	73.70	0.09	6.40	0.75	0.24	<0.05	<0.05	1.39	<0.05	SC
SC7b	3.26	0.13	13.85	73.77	0.11	6.36	0.82	0.27	<0.04	<0.03	1.44	-	SC

*Teneurs : wt%*





## Annexe B2

### DONNÉES VASCULACCIU (FIGARI, CORSE-DU-SUD)

Ech.	Na <sub>2</sub> O	MgO	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	SiO <sub>2</sub>	P <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	K <sub>2</sub> O	CaO	TiO <sub>2</sub>	Cr <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	MnO	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	BaO
S10	3.54	0.10	14.87	72.87	0.12	5.88	1.18	0.27	<0.02	<0.07	1.05	0.11
S2	3.47	0.33	14.33	72.76	0.10	5.84	1.03	0.32	<0.04	<0.04	1.75	0.09
S3	3.38	0.11	14.41	73.21	0.11	6.25	0.92	0.29	<0.02	<0.04	1.21	0.01
S4	3.34	0.23	14.16	73.27	0.13	6.21	0.89	0.24	<0.03	<0.06	1.53	<0.08
S5	3.40	0.30	14.16	73.12	0.13	5.98	0.86	0.30	<0.07	<0.07	1.76	<0.07
S6	3.42	0.08	13.82	75.04	0.08	5.57	0.62	0.08	<0.07	0.06	1.25	<0.04
S7	3.44	0.15	13.41	74.96	0.08	5.85	0.60	0.16	<0.05	0.06	1.29	<0.07
S8	3.20	0.10	13.16	75.73	0.06	5.75	0.55	0.13	<0.02	<0.05	1.32	<0.05
S9	3.40	0.14	13.40	75.00	0.07	5.76	0.58	0.15	<0.04	0.05	1.44	<0.06
SO1	3.33	0.28	14.23	72.91	0.11	6.19	0.89	0.29	<0.04	<0.05	1.77	<0.09
SO10	3.39	0.30	14.50	72.22	0.14	6.28	1.18	0.45	<0.05	<0.06	1.55	<0.09
SO11	3.47	0.03	13.95	74.49	0.08	6.22	0.68	0.23	<0.03	<0.03	0.87	<0.03
SO12	3.33	0.28	14.10	73.00	0.11	6.17	0.92	0.28	<0.02	<0.03	1.83	<0.07
SO13	3.27	0.07	14.20	73.87	0.09	6.33	0.83	0.26	<0.08	0.06	1.01	<0.09
SO14	3.30	0.12	13.25	75.72	0.07	5.72	0.53	0.13	<0.05	<0.04	1.16	<0.05
SO15	3.35	0.25	14.45	72.87	0.15	6.22	0.96	0.36	<0.04	<0.03	1.40	<0.09
SO16	3.32	0.04	14.13	73.54	0.12	5.66	1.81	0.29	<0.07	<0.05	1.09	<0.11
SO17	3.28	0.28	14.14	73.02	0.11	6.21	0.89	0.29	<0.04	<0.04	1.79	<0.06
SO18	3.28	0.07	13.40	75.62	0.07	5.98	0.56	0.14	<0.05	0.06	0.82	<0.03
SO19	3.56	0.12	14.32	73.41	0.09	6.18	0.81	0.27	<0.05	<0.04	1.24	<0.07
SO2	3.35	0.11	13.25	75.69	0.07	5.71	0.53	0.12	<0.03	<0.05	1.16	<0.08
SO20	3.42	0.08	13.27	75.74	0.06	5.69	0.60	0.10	<0.05	0.04	1.01	<0.09
SO21	3.24	0.36	14.17	72.64	0.12	6.29	0.88	0.32	<0.03	<0.09	1.87	0.11
SO22	3.30	0.06	14.12	74.04	0.14	6.45	0.75	0.23	<0.08	<0.06	0.91	<0.07
SO23	3.33	0.15	14.31	73.38	0.12	6.29	0.88	0.29	<0.06	<0.06	1.25	<0.08
SO24	3.32	0.13	14.04	73.81	0.12	6.30	0.81	0.28	<0.02	<0.05	1.20	<0.09
SO3	3.26	0.17	14.13	73.66	0.17	6.33	0.91	0.28	<0.03	<0.08	1.10	<0.09
SO4	3.39	0.07	13.29	75.76	0.07	5.76	0.53	0.13	<0.03	0.05	0.95	<0.04
SO5	3.29	0.11	14.36	73.27	0.12	6.34	0.88	0.30	<0.03	<0.05	1.32	<0.09
SO6	3.30	0.30	14.29	72.80	0.11	6.16	0.90	0.30	<0.01	<0.08	1.85	<0.10
SO7	3.34	0.13	14.27	73.59	0.11	6.20	0.85	0.27	<0.05	<0.04	1.22	<0.07

Ech.	Na <sub>2</sub> O	MgO	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	SiO <sub>2</sub>	P <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	K <sub>2</sub> O	CaO	TiO <sub>2</sub>	Cr <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	MnO	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	BaO
SO8	3.58	0.08	13.82	75.26	0.07	5.60	0.60	0.09	<0.05	<0.07	0.89	<0.02
SO9	3.18	0.01	13.90	73.92	0.12	6.42	0.76	0.24	<0.05	<0.04	1.30	0.06
SOT1	3.36	0.11	13.19	75.58	0.06	5.77	0.56	0.12	<0.06	<0.08	1.25	<0.01
SOT2	3.62	0.24	14.41	72.55	0.14	5.82	1.13	0.35	<0.03	<0.05	1.58	0.17
SOT3	3.29	0.18	13.91	73.73	0.10	6.39	0.73	0.24	<0.03	<0.05	1.44	<0.10
SOT4	3.56	0.08	13.75	74.99	0.07	5.61	0.59	0.08	<0.03	0.06	1.23	<0.07
SOT5	3.16	0.26	14.28	72.94	0.09	6.14	0.87	0.28	<0.05	<0.05	1.87	0.11
SOT6	3.17	0.12	13.24	75.87	0.04	5.65	0.57	0.11	<0.05	0.05	1.18	<0.01
SOT7	3.19	0.10	13.28	75.98	0.05	5.72	0.54	0.11	<0.06	<0.05	1.03	<0.06
SOT8	3.21	0.17	14.08	73.73	0.01	6.13	0.81	0.21	<0.05	<0.10	1.58	<0.08

*Teneurs : wt%*

## Annexe B3

### ANALYSE FACTORIELLE DISCRIMINANTE DONNÉES EMP-WDS

*Coefficients des fonctions discriminantes canoniques :*

	F1	F2	F3
Constante	-188.318	-133.539	-1310.384
Na <sub>2</sub> O	3.603	1.099	11.644
MgO	-1.246	14.181	16.973
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	1.982	-2.287	12.962
SiO <sub>2</sub>	2.375	1.838	13.131
P <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	-12.909	-3.752	49.829
K <sub>2</sub> O	-3.422	3.614	13.928
CaO	-5.227	0.136	15.941
TiO <sub>2</sub>	-11.806	12.017	-3.386
Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	1.178	-0.815	11.140

*Fonctions de classement :*

	SA	SB1	SB2	SC
Constante	-3968285.338	-3968939.168	-3968604.490	-3966673.199
Na <sub>2</sub> O	73671.203	73665.677	73670.390	73637.134
MgO	79720.040	79765.100	79775.207	79753.876
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	80672.528	80674.324	80662.696	80650.715
SiO <sub>2</sub>	79879.638	79884.111	79883.844	79859.345
P <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	119954.355	120088.776	119970.877	120087.839
K <sub>2</sub> O	73648.787	73690.670	73669.699	73690.429
CaO	70239.740	70290.800	70251.733	70295.492
TiO <sub>2</sub>	90737.546	90817.230	90800.813	90874.320
Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	79462.662	79468.656	79459.246	79450.846

*Classification a priori et a posteriori. probabilités d'appartenance. coordonnées et carrés des distances :*

Observation	A priori	A posteriori	Pr(SA)	Pr(SB1)	Pr(SB2)	Pr(SC)	F1	F2	F3	D <sup>2</sup> (SA)	D <sup>2</sup> (SB1)	D <sup>2</sup> (SB2)	D <sup>2</sup> (SC)
LB01	SC	SC	0.000	0.000	0.000	1.000	-4.063	-1.006	-0.016	132.780	41.128	107.711	13.474
LB02	SC	SC	0.000	0.011	0.000	0.989	-2.171	-0.317	1.118	92.751	19.093	69.147	10.142
LB03	SA	SA	1.000	0.000	0.000	0.000	6.141	-1.853	-0.304	7.556	39.538	24.741	99.936
LB04	SA	SA	0.999	0.000	0.001	0.000	5.664	-1.693	-0.093	8.106	33.534	22.399	90.217
LB05	SA	SA	1.000	0.000	0.001	0.000	6.639	-1.344	-0.036	5.865	41.900	21.105	107.036
LB06	SA	SA	1.000	0.000	0.000	0.000	6.714	-1.956	0.751	6.567	42.936	26.212	110.711
LB07A	SB2	SB2	0.017	0.000	0.983	0.000	5.966	1.642	-0.959	17.435	40.858	9.260	97.016
LB07B	SB2	SB2	0.000	0.000	1.000	0.000	4.071	2.092	-0.019	28.620	26.189	10.263	67.892
LB08A	SB2	SB2	0.000	0.002	0.998	0.000	3.235	3.020	0.224	41.844	26.746	13.842	61.427
LB08B	SB2	SB2	0.000	0.000	1.000	0.000	4.899	3.346	1.641	42.792	43.115	17.953	95.289
LB08C	SB2	SB2	0.000	0.000	1.000	0.000	6.096	2.648	1.574	26.530	42.830	10.926	105.474
LB09	SB2	SB2	0.305	0.000	0.695	0.000	6.300	0.823	0.798	11.840	36.739	10.192	100.052
LB11	SB1	SB1	0.000	0.998	0.000	0.002	0.391	-0.912	0.546	52.763	12.278	42.634	24.443
LB12A	SC	SC	0.000	0.000	0.000	1.000	-5.171	-1.265	-1.099	150.622	49.150	123.788	9.549
LB12B	SC	SC	0.000	0.000	0.000	1.000	-6.668	0.199	-1.753	203.121	82.139	160.729	27.573
LB12C	SC	SC	0.000	0.000	0.000	1.000	-3.603	-0.959	-0.542	121.814	36.818	98.185	11.943
LB12D	SC	SC	0.000	0.000	0.000	1.000	-3.791	-0.893	-1.661	129.982	45.403	105.536	16.354
LB13A	SC	SC	0.000	0.000	0.000	1.000	-3.302	-0.198	-0.484	119.396	36.058	91.396	13.652
LB13D	SC	SC	0.000	0.000	0.000	1.000	-4.977	-0.425	-0.005	148.620	44.763	116.173	9.011
LB13B	SC	SC	0.000	0.000	0.000	1.000	-3.124	-1.319	0.405	110.815	29.968	91.187	11.508
LB13C	SC	SC	0.000	0.000	0.000	1.000	-5.096	-0.409	0.599	148.960	42.141	115.801	6.713
LB14	SC	SC	0.000	0.006	0.000	0.994	-2.173	0.604	0.702	106.187	31.410	76.127	21.180
LB15	SC	SC	0.000	0.022	0.000	0.978	-1.866	-0.637	0.488	83.340	15.619	63.282	8.008
LB16A	SC	SC	0.000	0.000	0.000	1.000	-4.808	0.518	1.427	149.689	42.064	110.708	10.670
LB16B	SC	SC	0.000	0.000	0.000	1.000	-2.865	-0.177	0.137	101.041	21.276	74.256	4.047

*Classification a priori et a posteriori. probabilités d'appartenance. coordonnées et carrés des distances :*

Observation	A priori	A posteriori	Pr(SA)	Pr(SB1)	Pr(SB2)	Pr(SC)	F1	F2	F3	D <sup>2</sup> (SA)	D <sup>2</sup> (SB1)	D <sup>2</sup> (SB2)	D <sup>2</sup> (SC)
LB17A	SC	SC	0.000	0.000	0.000	1.000	-5.631	-0.019	-0.343	176.134	64.420	138.565	22.090
LB17B	SC	SC	0.000	0.000	0.000	1.000	-3.722	-0.343	-0.152	119.662	30.849	91.114	5.604
LB17C	SC	SC	0.000	0.000	0.000	1.000	-3.927	-1.469	0.933	122.810	31.472	101.258	7.298
LB18	SC	SC	0.000	0.001	0.000	0.999	-2.375	0.309	0.085	95.805	20.861	67.307	7.595
LB19	SB1	SB1	0.000	1.000	0.000	0.000	1.484	-0.930	0.996	39.465	10.861	33.214	33.520
LB20	SB1	SB1	0.000	0.999	0.000	0.001	0.773	-0.309	-0.103	45.147	9.411	32.257	23.204
SA66	SA	SA	0.999	0.000	0.001	0.000	7.370	-0.916	-1.503	11.517	58.878	26.707	126.881
383	SC	SC	0.000	0.000	0.000	1.000	-2.812	-0.509	0.041	111.636	33.514	87.436	16.649
384	SC	SC	0.000	0.000	0.000	1.000	-2.807	-1.509	-1.129	100.984	28.167	84.266	9.061
385	SC	SC	0.000	0.000	0.000	1.000	-2.754	0.127	-1.781	108.557	34.207	80.546	13.515
386	SC	SC	0.000	0.000	0.000	1.000	-3.088	-1.211	-0.616	107.377	29.262	87.397	8.776
388	SC	SC	0.000	0.000	0.000	1.000	-2.542	-0.561	-1.465	95.653	24.623	73.208	6.721
391	SC	SC	0.000	0.000	0.000	1.000	-4.406	-1.184	0.791	135.358	38.036	110.114	9.290
392	SB1	SB1	0.000	1.000	0.000	0.000	1.544	-1.759	-0.101	34.998	11.768	35.176	32.763
393	SC	SC	0.000	0.000	0.000	1.000	-4.415	-1.539	-1.145	142.292	50.528	120.099	17.467
394	SC	SC	0.000	0.001	0.000	0.999	-2.550	0.585	0.084	102.352	24.686	71.266	9.799
395	SC	SC	0.000	0.000	0.000	1.000	-4.147	5.341	-3.026	193.954	94.095	124.185	56.671
399	SB1	SB1	0.000	0.986	0.014	0.000	1.941	-0.062	-1.647	36.959	18.359	26.884	38.709
400	SC	SC	0.000	0.000	0.000	1.000	-3.111	-1.025	1.012	124.914	42.019	103.064	24.933
401	SC	SC	0.000	0.000	0.000	1.000	-5.959	0.353	-0.031	193.264	76.026	151.800	31.432
402	SC	SC	0.000	0.005	0.000	0.995	-2.438	-0.296	1.503	97.325	19.493	72.518	9.095
403	SC	SC	0.000	0.000	0.000	1.000	-2.926	-0.407	-0.226	103.913	24.875	78.658	6.385
404	SC	SC	0.000	0.000	0.000	1.000	-4.536	-0.620	-0.616	139.939	43.287	110.614	10.045
405	SC	SC	0.000	0.000	0.000	1.000	-3.598	0.220	-1.155	120.440	34.299	88.596	7.667
406	SC	SC	0.000	0.000	0.000	1.000	-3.286	0.124	-1.340	116.109	34.357	86.113	10.050

*Classification a priori et a posteriori. probabilités d'appartenance. coordonnées et carrés des distances :*

Observation	A priori	A posteriori	Pr(SA)	Pr(SB1)	Pr(SB2)	Pr(SC)	F1	F2	F3	D <sup>2</sup> (SA)	D <sup>2</sup> (SB1)	D <sup>2</sup> (SB2)	D <sup>2</sup> (SC)
407	SC	SC	0.000	0.000	0.000	1.000	-3.983	-0.707	0.267	126.897	34.788	99.900	8.356
408	SC	SC	0.000	0.000	0.000	1.000	-3.444	-2.101	0.241	120.663	38.254	105.522	16.932
409	SA	SA	1.000	0.000	0.000	0.000	7.438	-2.371	-0.688	7.683	57.203	33.265	128.157
410	SB2	SB2	0.153	0.000	0.847	0.000	6.205	1.088	-0.801	12.916	40.063	9.494	98.848
411	SB2	SB2	0.000	0.001	0.999	0.000	3.292	2.542	-1.197	37.501	27.740	13.510	59.880
412	SC	SC	0.000	0.000	0.000	1.000	-4.998	1.288	2.878	165.238	49.948	119.683	19.906
415	SC	SC	0.000	0.000	0.000	1.000	-3.667	-1.277	-1.748	116.141	34.150	94.902	6.120
416	SC	SC	0.000	0.011	0.000	0.989	-1.451	-0.698	-1.754	77.003	19.936	59.477	10.877
417	SC	SC	0.000	0.000	0.000	1.000	-4.381	-1.613	0.767	137.442	41.476	115.356	13.050
ARC-URS	SA	SA	1.000	0.000	0.000	0.000	8.002	-1.608	-0.376	10.145	63.796	32.192	140.066
134	SA	SA	0.993	0.000	0.007	0.000	6.201	-0.846	0.853	9.082	36.546	18.973	99.717
132	SA	SA	1.000	0.000	0.000	0.000	6.385	-1.598	0.167	5.856	38.959	21.954	102.442
155	SA	SA	1.000	0.000	0.000	0.000	7.291	-1.571	-0.386	4.465	49.620	23.730	119.693
153	SA	SA	0.998	0.000	0.002	0.000	6.877	-0.802	-0.331	5.980	44.308	18.279	110.647
151	SA	SA	1.000	0.000	0.000	0.000	6.739	-1.392	-0.338	4.889	42.973	20.915	108.313
149	SA	SA	0.999	0.000	0.001	0.000	6.636	-1.181	-0.855	6.194	43.850	20.491	107.050
147	SA	SA	1.000	0.000	0.001	0.000	6.875	-1.247	0.430	5.570	43.007	20.821	111.203
146	SA	SA	1.000	0.000	0.000	0.000	7.126	-1.146	-1.189	5.416	49.634	21.293	116.315
143	SA	SA	0.999	0.000	0.001	0.000	7.025	-0.905	-0.164	4.418	44.326	17.931	112.361
157	SA	SA	0.999	0.000	0.001	0.000	6.429	-1.357	-0.179	4.004	37.936	18.634	100.934
SB2-74B	SB2	SB2	0.000	0.000	1.000	0.000	4.992	2.767	0.237	31.559	37.841	11.577	87.864
138	SB2	SB2	0.000	0.000	1.000	0.000	5.938	2.597	0.553	24.756	41.859	9.248	100.852
128	SB2	SB2	0.005	0.000	0.995	0.000	6.646	2.326	-0.910	21.989	51.762	11.329	113.679
126	SB2	SB2	0.000	0.000	0.999	0.000	4.409	1.886	-0.376	21.578	24.524	5.983	68.425
119	SB2	SB2	0.000	0.000	1.000	0.000	4.330	1.937	-1.705	26.084	31.301	10.224	71.505

*Classification a priori et a posteriori. probabilités d'appartenance. coordonnées et carrés des distances :*

Observation	A priori	A posteriori	Pr(SA)	Pr(SB1)	Pr(SB2)	Pr(SC)	F1	F2	F3	D <sup>2</sup> (SA)	D <sup>2</sup> (SB1)	D <sup>2</sup> (SB2)	D <sup>2</sup> (SC)
141	SB2	SB2	0.001	0.001	0.999	0.000	3.997	1.613	-0.572	22.830	22.018	7.780	62.004
103	SB1	SB1	0.000	1.000	0.000	0.000	1.334	-0.557	2.618	43.565	8.262	33.662	33.146
102	SB1	SB1	0.000	1.000	0.000	0.000	0.618	-0.392	1.636	48.176	6.456	34.836	22.865
115	SB1	SB1	0.000	0.997	0.000	0.003	0.307	1.172	0.944	61.068	13.751	35.666	25.342
113	SB1	SB1	0.000	0.998	0.000	0.002	0.187	0.342	1.619	56.610	8.111	36.512	20.483
111	SB1	SB1	0.000	1.000	0.000	0.000	0.699	0.495	1.737	49.005	5.929	29.596	22.951
109	SB1	SB1	0.000	0.997	0.000	0.003	0.239	-0.367	0.983	50.267	5.631	35.596	17.275
105	SB1	SB1	0.000	0.998	0.000	0.002	0.356	-0.081	1.169	54.419	10.039	38.067	23.013
120	SB1	SB1	0.000	1.000	0.000	0.000	1.449	0.264	2.608	44.587	8.758	29.235	34.322
SC7b	SC	SC	0.000	0.000	0.000	1.000	-3.082	0.567	0.124	109.475	25.445	76.623	6.044
193	SC	SC	0.000	0.000	0.000	1.000	-3.015	-0.295	0.972	112.983	29.631	86.273	13.030
191	SC	SC	0.000	0.099	0.000	0.901	-1.110	1.739	-0.621	78.167	16.660	44.152	12.250
173	SC	SC	0.000	0.079	0.000	0.921	-1.524	0.628	0.570	81.377	14.559	53.481	9.637
172	SC	SC	0.000	0.000	0.000	1.000	-3.552	0.893	-0.065	120.825	30.942	84.038	6.928
171	SC	SC	0.000	0.000	0.000	1.000	-3.467	1.941	0.367	138.380	45.995	94.303	23.321
170	SC	SC	0.000	0.000	0.000	1.000	-3.317	-0.262	0.911	113.055	26.199	85.060	6.831
168	SC	SC	0.000	0.000	0.000	1.000	-3.330	2.820	1.261	138.600	43.561	88.487	23.779
161	SC	SC	0.000	0.000	0.000	1.000	-2.463	1.370	-0.364	101.228	23.894	64.980	8.474
159	SC	SC	0.000	0.014	0.000	0.986	-1.708	0.345	-0.363	82.676	16.669	56.408	8.155
175	SC	SC	0.000	0.000	0.000	1.000	-3.066	-0.758	-0.018	108.603	28.195	85.296	9.081
185	SC	SC	0.000	0.000	0.000	1.000	-3.909	0.106	-1.028	123.611	33.737	91.449	4.744
183	SC	SC	0.000	0.000	0.000	1.000	-2.783	0.483	-0.288	103.654	24.403	72.582	6.699
179	SC	SC	0.000	0.000	0.000	1.000	-3.992	0.342	-1.141	133.365	42.234	99.253	12.175
177	SC	SC	0.000	0.000	0.000	1.000	-3.568	0.399	0.724	122.344	31.449	88.804	9.251
189	SC	SC	0.000	0.000	0.000	1.000	-2.983	1.119	-0.780	107.861	25.986	71.680	5.208



*Classification a priori et a posteriori. probabilités d'appartenance. coordonnées et carrés des distances :*

Observation	A priori	A posteriori	Pr(SA)	Pr(SB1)	Pr(SB2)	Pr(SC)	F1	F2	F3	D <sup>2</sup> (SA)	D <sup>2</sup> (SB1)	D <sup>2</sup> (SB2)	D <sup>2</sup> (SC)
187	SC	SC	0.000	0.000	0.000	1.000	-3.750	0.143	1.095	124.342	30.956	91.872	8.113

Résultats pour les échantillons du site corse Vasculacciu :

	Classe prédite	Pr(SA)	Pr(SB1)	Pr(SB2)	Pr(SC)	F1	F2	F3
SO1	SC	0.000	0.000	0.000	1.000	-3.846	-0.408	-0.341
SO10	SC	0.000	0.000	0.000	1.000	-9.190	0.410	-0.702
SO11	SB1	0.000	1.000	0.000	0.000	1.191	-0.033	-0.475
SO12	SC	0.000	0.000	0.000	1.000	-3.829	-0.236	-0.223
SO13	SC	0.000	0.001	0.000	0.999	-2.175	-0.712	-0.758
SO14	SB2	0.016	0.000	0.984	0.000	6.144	1.700	0.055
SO15	SC	0.000	0.000	0.000	1.000	-5.634	-0.190	0.578
SO16	SC	0.000	0.000	0.000	1.000	-6.355	-3.596	2.530
SO17	SC	0.000	0.000	0.000	1.000	-3.959	0.066	-0.436
SO18	SB2	0.001	0.000	0.999	0.000	4.565	1.786	0.125
SO19	SC	0.000	0.086	0.000	0.914	-1.170	-1.407	-1.032
SO2	SB2	0.061	0.000	0.939	0.000	6.377	1.424	0.140
SO20	SB2	0.332	0.000	0.668	0.000	6.655	0.994	0.052
SO21	SC	0.000	0.000	0.000	1.000	-5.793	1.015	-1.768
SO22	SC	0.000	0.080	0.000	0.920	-2.087	-0.512	2.566
SO23	SC	0.000	0.000	0.000	1.000	-3.551	-0.747	0.557
SO24	SC	0.000	0.001	0.000	0.999	-2.640	0.261	0.681
SO3	SC	0.000	0.000	0.000	1.000	-4.463	0.289	3.191
SO4	SB2	0.068	0.000	0.932	0.000	6.216	1.317	-0.077
SO5	SC	0.000	0.000	0.000	1.000	-4.018	-1.488	0.237
SO6	SC	0.000	0.000	0.000	1.000	-4.099	-0.515	-0.635
SO7	SC	0.000	0.004	0.000	0.996	-2.269	-1.012	0.430
SO8	SA	1.000	0.000	0.000	0.000	7.339	-1.395	1.043
SO9	SC	0.000	0.000	0.000	1.000	-2.771	0.139	0.339
SOT1	SB2	0.019	0.000	0.981	0.000	5.863	1.511	0.067

*Résultats pour les échantillons du site corse Vasculacciu :*

	Classe prédite	Pr(SA)	Pr(SB1)	Pr(SB2)	Pr(SC)	F1	F2	F3
SOT2	SC	0.000	0.000	0.000	1.000	-4.576	-2.235	-2.257
SOT3	SC	0.000	0.004	0.000	0.996	-2.164	0.803	0.359
SOT4	SA	1.000	0.000	0.000	0.000	7.074	-2.059	-0.650
SOT5	SC	0.000	0.000	0.000	1.000	-3.525	-1.179	-2.434
SOT6	SB2	0.071	0.000	0.929	0.000	6.574	1.515	-0.839
SOT7	SB2	0.051	0.000	0.949	0.000	6.666	1.609	0.408
SOT8	SC	0.000	0.401	0.000	0.599	-1.063	-1.219	0.330
S10	SC	0.000	0.000	0.000	1.000	-2.981	-4.879	-0.242
S2	SC	0.000	0.000	0.000	1.000	-3.425	-0.896	-2.156
S3	SC	0.000	0.000	0.000	1.000	-3.486	-1.812	-1.159
S4	SC	0.000	0.000	0.000	1.000	-3.073	-0.583	1.393
S5	SC	0.000	0.000	0.000	1.000	-2.718	-0.251	-0.147
S6	SA	1.000	0.000	0.000	0.000	6.726	-2.563	0.103
S7	SB2	0.001	0.004	0.995	0.000	3.831	1.249	-0.650
S8	SB2	0.009	0.000	0.991	0.000	5.718	1.663	-0.386
S9	SB2	0.044	0.000	0.955	0.000	4.599	0.686	-1.181

## Annexe B4

### DONNÉES ÉTHIOPIE (MELKA KUNTURÉ & BALCHIT)

Ech.	Na <sub>2</sub> O	MgO	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	SiO <sub>2</sub>	P <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	K <sub>2</sub> O	CaO	TiO <sub>2</sub>	Cr <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	MnO	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Ref.
BatopA	3.95	0.14	13.31	75.43	<0.03	5.15	0.68	0.19	<0.04	<0.07	1.27	Balchit
BatopB	3.96	0.11	13.33	75.77	<0.03	5.16	0.63	0.21	<0.05	<0.05	1.17	Balchit
BatopC	3.96	0.01	13.37	75.75	<0.03	5.20	0.62	0.18	<0.02	<0.06	1.14	Balchit
BN1	3.99	0.03	13.37	76.02	<0.04	5.26	0.46	0.19	<0.06	<0.05	0.64	Balchit
BN10	3.99	0.06	13.39	76.30	<0.04	5.31	0.59	0.19	<0.03	<0.04	0.50	Balchit
BN11	4.00	0.07	13.41	76.03	<0.03	5.24	0.53	0.19	<0.04	<0.05	0.80	Balchit
BN12	3.99	0.05	13.41	76.16	<0.03	5.26	0.50	0.18	<0.05	<0.06	0.72	Balchit
BN13	4.05	0.04	13.45	76.28	<0.02	5.26	0.48	0.19	<0.03	<0.05	0.77	Balchit
BN14	3.98	0.05	13.35	75.95	<0.04	5.25	0.52	0.22	<0.02	<0.03	0.86	Balchit
BN2	3.92	0.03	13.36	75.90	<0.04	5.40	0.46	0.20	<0.04	<0.04	0.67	Balchit
BN3	3.97	0.13	13.27	75.18	<0.04	5.16	0.69	0.19	<0.03	<0.06	1.06	Balchit
BN4	3.99	0.02	13.36	75.93	<0.03	5.29	0.43	0.19	<0.03	<0.08	0.64	Balchit
BN5	3.98	0.08	13.28	75.50	<0.03	5.19	0.56	0.18	<0.04	<0.06	1.00	Balchit
BN6	4.01	0.04	13.35	75.70	<0.03	5.26	0.50	0.19	<0.06	<0.07	0.74	Balchit
BN7	3.96	0.08	13.27	75.60	<0.05	5.21	0.55	0.20	<0.03	<0.05	0.97	Balchit
BN8	3.96	0.08	13.32	75.63	<0.03	5.15	0.60	0.19	<0.06	<0.05	1.11	Balchit
BN9	4.00	0.09	13.36	75.85	<0.03	5.17	0.62	0.18	<0.04	<0.06	1.01	Balchit
BS1	3.99	0.07	13.39	76.14	<0.03	5.27	0.55	0.17	<0.05	<0.06	0.55	Balchit
BS10	3.98	0.13	13.29	75.49	<0.04	5.15	0.69	0.19	<0.05	<0.05	1.25	Balchit
BS2	3.96	0.14	13.32	75.54	<0.04	5.16	0.70	0.19	<0.03	<0.05	1.23	Balchit
BS3	3.95	0.14	13.33	75.65	<0.03	5.16	0.69	0.19	<0.03	<0.05	1.16	Balchit
BS4	3.96	0.04	13.44	76.11	<0.04	5.22	0.51	0.17	<0.06	<0.05	0.82	Balchit
BS5	4.01	0.03	13.42	76.03	<0.02	5.27	0.49	0.19	<0.04	<0.04	0.71	Balchit
BS6	3.99	0.03	13.40	76.07	<0.03	5.33	0.48	0.19	<0.03	<0.07	0.66	Balchit
BS7	3.85	0.04	13.31	75.80	<0.04	5.49	0.50	0.19	<0.04	<0.05	0.74	Balchit
BS8	4.00	0.05	13.35	76.01	<0.02	5.20	0.51	0.21	<0.03	<0.05	0.88	Balchit
BS9	4.06	0.03	13.39	76.05	<0.04	5.23	0.46	0.20	<0.02	<0.06	0.72	Balchit
Jinji3a	4.01	0.12	13.31	75.69	<0.03	5.19	0.67	0.19	<0.04	<0.07	1.16	Balchit
Jinji3b	4.00	0.12	13.28	75.54	<0.03	5.15	0.66	0.20	<0.04	<0.06	1.23	Balchit
Jinji3c	3.91	0.12	13.20	75.72	<0.04	5.15	0.67	0.19	<0.04	<0.06	1.23	Balchit
Jinji3d	3.94	0.13	13.32	75.60	<0.04	5.15	0.67	0.18	<0.05	<0.04	1.23	Balchit
Jinji3e	4.02	0.13	13.29	75.53	<0.04	5.18	0.68	0.21	<0.04	<0.05	1.20	Balchit

Ech	Na <sub>2</sub> O	MgO	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	SiO <sub>2</sub>	P <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	K <sub>2</sub> O	CaO	TiO <sub>2</sub>	Cr <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	MnO	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Ref.
Jinji3f	3.97	0.14	13.33	75.71	<0.04	5.13	0.70	0.20	<0.05	<0.05	1.27	Balchit
Jinji3g	3.97	0.14	13.26	75.47	<0.04	5.10	0.70	0.20	<0.02	<0.05	1.27	Balchit
Jinji3h	3.97	0.14	13.29	75.54	<0.02	5.13	0.69	0.20	<0.03	<0.05	1.22	Balchit
Jinji3i	3.99	0.11	13.35	75.80	<0.03	5.13	0.63	0.19	<0.05	<0.06	1.12	Balchit
Jinji3j	3.86	0.06	13.44	76.36	<0.03	5.18	0.52	0.20	<0.04	<0.04	0.73	Balchit
JinjiAsud	3.87	0.07	13.34	76.32	<0.03	5.22	0.57	0.19	<0.05	<0.06	0.69	Balchit
JinjiBsud	3.92	0.03	13.44	76.51	<0.03	5.22	0.51	0.21	<0.05	<0.04	0.55	Balchit
JinjiCsud	3.84	0.10	13.40	76.34	<0.03	5.24	0.63	0.20	<0.06	<0.06	0.67	Balchit
JinjiW1	3.95	0.07	13.40	75.98	<0.05	5.22	0.56	0.18	<0.04	<0.05	0.89	Balchit
JinjiW2	4.00	0.09	13.34	75.98	<0.04	5.23	0.60	0.19	<0.03	<0.06	0.90	Balchit
Jinjiw3	3.97	0.04	13.43	76.07	<0.03	5.25	0.51	0.18	<0.04	<0.06	0.78	Balchit
Jinjiw4	3.92	0.09	13.37	76.04	<0.04	5.21	0.59	0.19	<0.03	<0.05	0.88	Balchit
MKX2001/63	3.74	0.14	13.33	75.23	<0.03	5.20	0.69	0.18	<0.03	<0.04	1.26	Balchit
MKX2001/64	3.82	0.06	13.32	75.62	<0.02	5.29	0.51	0.19	<0.02	<0.05	0.75	Balchit
MK20/34-2	3.85	0.03	13.30	75.74	<0.05	5.28	0.46	0.20	<0.03	<0.05	0.71	Alluvions
MK20/35-5	3.90	0.13	13.29	75.43	<0.03	5.14	0.66	0.19	<0.05	<0.07	1.24	Alluvions
MK20/36	3.96	0.07	13.29	75.66	<0.03	5.21	0.52	0.18	<0.03	<0.06	0.88	Alluvions
MK20/37-1	3.79	0.12	13.22	75.12	<0.04	5.16	0.65	0.19	<0.06	<0.06	1.24	Alluvions
MK20/38	3.97	0.03	13.39	75.99	<0.03	5.26	0.47	0.20	<0.03	<0.05	0.69	Alluvions
MK20/40	3.78	0.04	12.41	72.14	<0.02	5.56	0.12	0.13	<0.04	0.11	2.40	Alluvions
MK20/45	3.90	0.13	13.21	75.44	<0.03	5.15	0.67	0.19	<0.02	<0.06	1.22	Alluvions
MK20/46-3	3.18	0.12	13.29	75.43	<0.03	5.19	0.63	0.21	<0.03	<0.04	1.24	Alluvions
MK20/47-1	3.97	0.03	13.36	76.06	<0.04	5.26	0.52	0.20	<0.03	<0.04	0.74	Alluvions
Simbi3B-1	4.00	0.04	13.44	76.09	<0.03	5.23	0.48	0.19	<0.06	<0.05	0.69	Simbiro III
Simbi3B-10	4.00	0.05	13.41	76.15	<0.03	5.26	0.52	0.18	<0.04	<0.06	0.78	Simbiro III
Simbi3B-2	3.96	0.13	13.28	75.61	<0.03	5.16	0.66	0.19	<0.04	<0.07	1.18	Simbiro III
Simbi3B-3	3.98	0.08	13.26	75.41	<0.03	5.23	0.56	0.19	<0.03	<0.05	0.99	Simbiro III
Simbi3B-4	3.97	0.05	13.26	75.57	<0.04	5.20	0.55	0.20	<0.05	<0.06	0.82	Simbiro III
Simbi3B-5	4.00	0.09	13.31	75.58	<0.04	5.23	0.59	0.19	<0.04	<0.04	0.91	Simbiro III
Simbi3B-6	3.90	0.09	13.33	75.61	<0.04	5.18	0.57	0.17	<0.03	<0.06	1.11	Simbiro III
Simbi3B-7	3.99	0.07	13.36	76.00	<0.04	5.21	0.57	0.19	<0.04	<0.04	0.89	Simbiro III
Simbi3B-8	3.99	0.12	13.37	75.30	<0.05	5.12	0.66	0.19	<0.03	<0.05	1.14	Simbiro III
Simbi3B-9	3.98	0.13	13.32	75.46	<0.03	5.18	0.67	0.21	<0.03	<0.04	1.13	Simbiro III
Simbi3C-1	3.94	0.13	13.35	75.80	<0.03	5.21	0.69	0.20	<0.04	<0.05	1.08	Simbiro III
Simbi3C-10	3.93	0.12	13.27	75.42	<0.04	5.19	0.65	0.20	<0.05	<0.06	1.17	Simbiro III
Simbi3C-2	3.97	0.14	13.24	75.58	<0.02	5.13	0.68	0.19	<0.04	<0.05	1.28	Simbiro III
Simbi3C-3	3.99	0.08	13.34	75.84	<0.02	5.21	0.57	0.20	<0.05	<0.06	1.04	Simbiro III
Simbi3C-4	3.95	0.06	13.37	76.10	<0.03	5.22	0.55	0.19	<0.04	<0.06	0.89	Simbiro III
Simbi3C-5	3.94	0.14	13.33	75.51	<0.02	5.14	0.69	0.19	<0.04	<0.06	1.32	Simbiro III
Simbi3C-6	3.97	0.13	13.30	75.61	<0.02	5.13	0.67	0.18	<0.05	<0.06	1.17	Simbiro III
Simbi3C-7	3.99	0.04	13.45	76.09	<0.02	5.25	0.51	0.20	<0.06	<0.06	0.81	Simbiro III

Ech.	Na <sub>2</sub> O	MgO	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	SiO <sub>2</sub>	P <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	K <sub>2</sub> O	CaO	TiO <sub>2</sub>	Cr <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	MnO	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Ref.
Simbi3C-8	3.91	0.09	13.33	75.83	<0.03	5.18	0.59	0.20	<0.05	<0.06	1.14	Simbiro III
Simbi3C-9	3.97	0.09	13.35	75.77	<0.04	5.17	0.57	0.19	<0.04	<0.04	1.05	Simbiro III

*Teneurs : wt%*

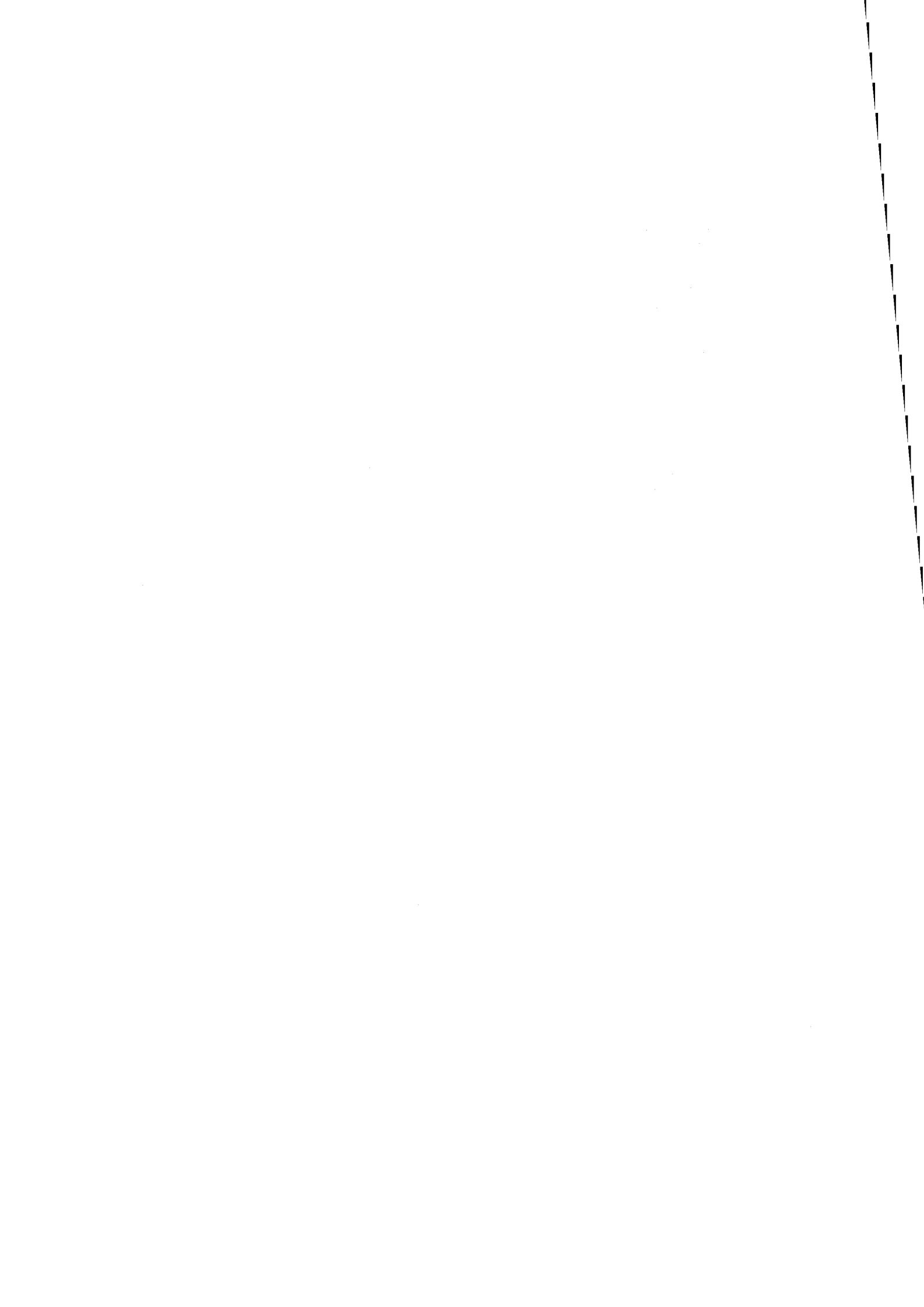


## **ANNEXE C**

---

### **DÉTAIL DES DONNÉES ANALYTIQUES SEM-EDS**





## Annexe C1

### DONNÉES SOURCES MÉDITERRANÉE OCCIDENTALE

Éch.	Na <sub>2</sub> O	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	SiO <sub>2</sub>	K <sub>2</sub> O	CaO	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Source
eol10	3.69	11.92	75.86	5.14	0.71	1.67	Lipari
eol2	3.63	11.94	75.87	5.14	0.74	1.68	Lipari
eol4	3.66	11.92	76.00	5.01	0.73	1.59	Lipari
eol8	3.64	11.86	75.95	5.10	0.73	1.71	Lipari
Gab1	3.69	12.04	75.80	5.07	0.71	1.69	Lipari
Gab2	3.60	11.95	75.92	5.08	0.72	1.73	Lipari
Gab3	3.64	11.96	75.67	5.23	0.72	1.78	Lipari
GabX	3.71	11.99	75.68	5.11	0.73	1.78	Lipari
Palma.pta.var	4.22	12.16	75.21	5.02	0.48	1.91	Palmarola
Palmarola	4.18	12.27	75.27	5.01	0.46	1.80	Palmarola
Spiaggia San Silverio	4.25	12.12	75.30	5.03	0.48	1.82	Palmarola
BT5	6.13	6.88	72.69	4.21	0.30	9.09	Pantelleria BDT
BTX	6.17	6.87	72.47	4.29	0.31	9.19	Pantelleria BDT
Pan17	6.32	6.88	72.79	4.25	0.34	8.75	Pantelleria BDT
Pan20	6.16	6.86	72.60	4.30	0.32	9.08	Pantelleria BDT
Pan6	6.17	6.89	72.61	4.28	0.30	9.04	Pantelleria BDT
lvd1	5.61	9.87	71.26	4.80	0.41	6.93	Pantelleria LVD
lvdx	5.51	9.92	70.90	4.79	0.38	6.98	Pantelleria LVD
Pan2	5.60	9.91	71.15	4.78	0.37	6.97	Pantelleria LVD
132	3.03	12.38	76.13	5.33	0.64	1.49	SA
134	2.97	12.34	76.22	5.36	0.64	1.48	SA
136	2.96	12.47	76.22	5.32	0.61	1.42	SA
143	2.98	12.53	75.97	5.37	0.66	1.49	SA
146	3.02	12.48	76.21	5.27	0.61	1.42	SA
147	2.98	12.57	76.02	5.39	0.63	1.41	SA
149	3.00	12.50	76.15	5.33	0.59	1.44	SA
151	2.97	12.50	76.05	5.35	0.64	1.49	SA
153	2.98	12.49	76.14	5.38	0.58	1.44	SA
155	2.96	12.51	76.10	5.36	0.66	1.41	SA
157	3.00	12.52	76.10	5.39	0.62	1.37	SA

Éch.	Na <sub>2</sub> O	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	SiO <sub>2</sub>	K <sub>2</sub> O	CaO	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Source
409	3.13	12.59	76.04	5.21	0.62	1.41	SA
ARC-URS	3.08	12.56	76.12	5.25	0.62	1.37	SA
LB03	2.99	12.51	76.28	5.26	0.60	1.36	SA
LB04	3.05	12.51	76.24	5.28	0.61	1.31	SA
LB05	3.06	12.48	76.17	5.29	0.59	1.40	SA
LB06	3.21	12.53	76.15	5.14	0.59	1.39	SA
SA66	2.95	12.45	76.18	5.42	0.61	1.39	SA
102	2.99	13.00	75.21	5.66	0.73	1.41	SB1
103	3.09	12.97	75.26	5.56	0.76	1.36	SB1
105	3.00	12.91	75.33	5.58	0.71	1.46	SB1
109	2.97	12.87	75.13	5.66	0.75	1.61	SB1
111	2.98	12.90	75.02	5.69	0.81	1.59	SB1
113	2.98	12.81	75.02	5.73	0.83	1.62	SB1
115	2.99	12.95	75.09	5.66	0.79	1.51	SB1
117	2.97	12.85	75.23	5.65	0.75	1.54	SB1
120	3.00	12.86	75.35	5.65	0.73	1.41	SB1
LB10 A	3.28	12.84	75.56	5.15	0.79	1.38	SB1
LB10 B	3.25	12.64	75.49	5.12	0.75	1.75	SB1
LB10 C	3.18	12.71	75.61	5.27	0.78	1.44	SB1
LB19	2.99	12.80	75.14	5.69	0.78	1.60	SB1
SB1-52	2.95	12.68	75.39	5.59	0.77	1.61	SB1
119	2.99	12.22	76.13	5.56	0.64	1.46	SB2
126	3.08	12.34	76.23	5.45	0.64	1.26	SB2
131	2.47	12.04	76.50	6.17	0.62	1.21	SB2
138	2.95	12.00	76.82	5.49	0.53	1.20	SB2
410	2.99	12.04	76.67	5.43	0.57	1.29	SB2
411	3.07	12.38	75.85	5.67	0.72	1.31	SB2
LB07A	3.00	11.99	76.60	5.52	0.58	1.31	SB2
LB07B	2.80	12.15	76.22	5.85	0.59	1.40	SB2
LB08A	2.87	12.27	76.37	5.69	0.58	1.21	SB2
LB08B	3.09	12.27	76.60	5.39	0.55	1.01	SB2
LB08C	3.01	12.15	76.86	5.42	0.56	1.01	SB2
LB09	2.93	12.00	76.84	5.38	0.56	1.28	SB2
SB2-74B	2.82	12.14	76.32	5.70	0.62	1.40	SB2
SB2-75B	2.62	12.12	76.15	6.08	0.65	1.38	SB2
159	2.84	13.16	74.21	5.99	0.99	1.81	SC
161	2.92	13.09	74.28	5.93	0.96	1.82	SC
168	2.92	13.01	74.39	5.88	0.96	1.75	SC
170	2.93	13.19	74.14	5.85	1.05	1.84	SC
171	2.79	13.14	74.30	6.02	0.95	1.80	SC
172	2.82	12.96	74.40	6.07	0.99	1.76	SC

Éch.	Na <sub>2</sub> O	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	SiO <sub>2</sub>	K <sub>2</sub> O	CaO	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Source
173	2.90	13.05	74.38	5.97	0.97	1.73	SC
175	2.96	13.07	74.19	5.84	1.02	1.92	SC
177	2.83	13.23	74.05	6.11	0.93	1.85	SC
179	2.92	13.12	74.06	5.86	0.99	2.05	SC
181	2.95	13.13	74.34	5.88	0.95	1.76	SC
183	2.99	13.20	74.15	5.89	0.95	1.82	SC
185	2.96	13.11	74.22	5.93	0.91	1.86	SC
187	2.87	13.08	74.21	5.96	0.96	1.93	SC
189	2.95	13.08	74.22	5.86	0.97	1.92	SC
191	2.97	13.19	74.01	5.85	0.96	1.93	SC
193	3.04	13.11	74.21	5.88	0.94	1.82	SC
383	3.05	13.04	74.51	5.85	0.89	1.66	SC
384	3.04	13.22	74.38	5.74	0.94	1.69	SC
385	2.95	13.07	74.33	5.92	0.93	1.80	SC
386	2.96	13.28	74.62	5.75	0.94	1.44	SC
387	3.08	13.22	74.47	5.75	0.88	1.61	SC
388	2.87	13.07	74.18	6.03	0.95	1.90	SC
407	2.96	13.05	74.36	5.85	0.92	1.84	SC
408	3.00	13.28	73.41	5.77	1.12	1.96	SC
412	2.99	13.02	74.60	5.91	0.88	1.60	SC
LB01	2.93	13.06	73.73	5.91	1.02	1.93	SC
LB02	2.93	13.05	74.35	5.95	0.98	1.74	SC
LB13A	3.02	13.19	73.92	5.90	0.99	1.98	SC
LB13B	3.05	13.12	74.21	5.85	0.96	1.81	SC
LB13C	2.97	13.16	74.06	5.93	0.95	1.94	SC
LB13D	2.98	13.09	73.92	5.97	0.97	2.08	SC
LB18	3.01	13.09	74.15	5.98	0.85	1.92	SC
SC7B	2.81	12.97	74.42	6.01	0.94	1.76	SC

*Teneurs : wt%*



## Annexe C2

### DONNÉES VASCULACCIU (FIGARI, CORSE-DU-SUD)

Éch.	Na <sub>2</sub> O	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	SiO <sub>2</sub>	K <sub>2</sub> O	CaO	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>
SOT 1	2.91	13.08	74.40	5.93	0.96	1.72
SOT 2	3.08	12.21	76.78	5.19	0.57	1.16
SOT 3	3.04	12.07	76.83	5.32	0.55	1.20
SOT 4	2.93	13.07	74.27	6.02	0.96	1.75
SOT 5	3.06	12.53	76.14	5.26	0.65	1.36
SOT 6	2.96	13.10	74.47	5.78	0.98	1.70
SOT 7	3.19	13.32	74.06	5.56	1.07	1.80
SOT 8	2.89	12.06	76.64	5.49	0.57	1.35

*Teneurs : wt%*



### Annexe C3

## ANALYSE FACTORIELLE DISCRIMINANTE DONNÉES SEM-EDS

*Coefficients des fonctions discriminantes canoniques :*

	F1	F2	F3
Constante	-625.748	-1.914	-280.281
Na <sub>2</sub> O	1.579	-16.718	10.686
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	14.432	8.747	4.603
SiO <sub>2</sub>	5.292	0.229	2.142
K <sub>2</sub> O	2.385	-12.840	6.126
CaO	15.364	-14.694	-0.282
Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	9.372	4.333	-3.723

*Fonctions de classement :*

	SA	SB1	SB2	SC
Constante	-2268551.279	-2271529.627	-2265889.341	-2274288.309
Na <sub>2</sub> O	40253.212	40310.328	40341.888	40345.375
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	48938.945	48985.385	48828.578	49030.443
SiO <sub>2</sub>	45726.613	45751.107	45702.705	45773.997
K <sub>2</sub> O	40428.117	40474.887	40490.360	40509.604
CaO	66867.935	66968.391	66881.009	67076.702
Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	46851.988	46878.369	46785.530	46917.579



*Classification a priori et a posteriori, probabilités d'appartenance, coordonnées et carrés des distances :*

Observation	A priori	A posteriori	Pr(SA)	Pr(SB1)	Pr(SB2)	Pr(SC)	F1	F2	F3	D <sup>2</sup> (SA)	D <sup>2</sup> (SB1)	D <sup>2</sup> (SB2)	D <sup>2</sup> (SC)
SA66	SA	SA	1,000	0,000	0,000	0,000	-2,895	2,519	-0,501	3,797	31,902	41,580	115,001
ARC-URS	SA	SA	1,000	0,000	0,000	0,000	-1,922	3,179	0,332	3,404	24,500	56,499	102,920
409	SA	SA	1,000	0,000	0,000	0,000	-1,522	3,422	0,416	4,585	23,204	63,828	99,043
LB06	SA	SA	1,000	0,000	0,000	0,000	-2,610	2,881	0,908	7,630	32,071	50,996	116,961
LB05	SA	SA	1,000	0,000	0,000	0,000	-2,810	2,850	0,089	3,937	31,646	45,733	116,649
LB04	SA	SA	1,000	0,000	0,000	0,000	-2,687	2,936	0,449	3,801	30,111	47,392	115,060
LB03	SA	SA	1,000	0,000	0,000	0,000	-2,299	4,577	-0,390	5,417	37,822	71,075	124,822
132	SA	SA	1,000	0,000	0,000	0,000	-2,826	1,769	-0,945	6,156	31,067	36,567	109,160
134	SA	SA	1,000	0,000	0,000	0,000	-3,175	1,923	-1,391	6,999	36,565	36,327	117,827
136	SA	SA	1,000	0,000	0,000	0,000	-2,308	3,990	-0,878	4,185	34,921	63,612	118,319
143	SA	SA	1,000	0,000	0,000	0,000	-1,191	3,058	-0,886	4,453	21,194	63,464	89,495
146	SA	SA	1,000	0,000	0,000	0,000	-2,374	3,629	-0,561	3,142	32,010	57,787	115,134
147	SA	SA	1,000	0,000	0,000	0,000	-1,519	3,256	-0,179	3,697	22,738	61,537	96,566
149	SA	SA	1,000	0,000	0,000	0,000	-2,411	3,733	-0,513	3,737	33,405	59,179	117,374
151	SA	SA	1,000	0,000	0,000	0,000	-1,578	3,528	-1,081	4,077	26,767	64,994	100,568
153	SA	SA	1,000	0,000	0,000	0,000	-2,672	3,485	-0,486	4,481	35,174	54,872	120,584
155	SA	SA	1,000	0,000	0,000	0,000	-1,613	3,032	-0,692	5,181	25,040	60,064	97,704
157	SA	SA	1,000	0,000	0,000	0,000	-2,306	2,484	0,124	3,554	25,129	45,738	103,654
102	SB1	SB1	0,000	1,000	0,000	0,000	2,516	1,616	1,811	35,879	8,311	109,948	39,649
103	SB1	SB1	0,000	1,000	0,000	0,000	2,272	0,331	2,414	39,356	6,604	96,713	35,640
105	SB1	SB1	0,000	1,000	0,000	0,000	1,871	2,054	1,210	25,571	6,859	99,164	45,211
109	SB1	SB1	0,000	1,000	0,000	0,000	2,471	1,412	0,064	30,033	5,501	102,601	32,762
111	SB1	SB1	0,000	1,000	0,000	0,000	3,137	0,141	0,313	41,373	4,618	105,651	20,118
113	SB1	SB1	0,000	0,999	0,000	0,001	2,528	-1,309	0,029	45,684	7,956	88,795	22,117
115	SB1	SB1	0,000	1,000	0,000	0,000	3,106	0,755	0,906	39,367	4,537	109,751	24,368

XXX

*Classification a priori et a posteriori, probabilités d'appartenance, coordonnées et carrés des distances :*

Observation	A priori	A posteriori	Pr(SA)	Pr(SB1)	Pr(SB2)	Pr(SC)	F1	F2	F3	D <sup>2</sup> (SA)	D <sup>2</sup> (SB1)	D <sup>2</sup> (SB2)	D <sup>2</sup> (SC)
117	SB1	SB1	0,000	1,000	0,000	0,000	2,026	1,090	0,376	26,639	3,791	91,526	34,522
120	SB1	SB1	0,000	1,000	0,000	0,000	1,252	0,396	1,521	27,301	5,499	76,947	42,880
SB1-52	SB1	SB1	0,001	0,999	0,000	0,000	1,226	0,755	-0,892	21,207	6,302	76,183	40,641
LB10 A	SB1	SB1	0,000	1,000	0,000	0,000	1,914	0,996	1,934	37,471	11,918	99,306	46,482
LB10 B	SB1	SB1	0,013	0,987	0,000	0,000	1,468	2,450	-1,058	27,390	18,708	103,290	58,144
LB10 C	SB1	SB1	0,000	1,000	0,000	0,000	0,947	0,416	0,916	27,887	10,065	75,472	49,253
LB19	SB1	SB1	0,000	1,000	0,000	0,000	1,958	-0,231	0,120	32,456	4,519	82,349	29,327
411	SB2	SB2	0,000	0,000	1,000	0,000	-3,973	-5,352	1,562	82,751	78,922	22,924	140,583
410	SB2	SB2	0,000	0,000	1,000	0,000	-7,655	-1,606	-0,335	55,256	104,697	5,456	215,285
LB09	SB2	SB2	0,000	0,000	1,000	0,000	-7,758	-0,202	-1,114	46,031	104,560	11,309	220,987
LB08C	SB2	SB2	0,000	0,000	1,000	0,000	-7,961	-1,748	1,659	64,970	112,255	9,591	229,224
LB08B	SB2	SB2	0,000	0,000	1,000	0,000	-6,797	-1,421	2,064	50,268	88,217	8,497	196,259
LB08A	SB2	SB2	0,000	0,000	1,000	0,000	-6,047	-1,461	0,630	40,500	74,757	5,866	172,423
LB07B	SB2	SB2	0,000	0,000	1,000	0,000	-6,485	-2,693	-0,807	57,931	93,151	6,798	186,464
LB07A	SB2	SB2	0,000	0,000	1,000	0,000	-8,236	-3,326	-0,235	82,409	128,572	8,456	237,010
119	SB2	SB2	0,000	0,000	1,000	0,000	-5,029	-2,221	-0,577	41,035	65,443	7,793	147,310
126	SB2	SB2	0,000	0,000	1,000	0,000	-4,766	-2,109	1,204	39,717	58,696	8,869	142,168
131	SB2	SB2	0,000	0,000	1,000	0,000	-7,665	-3,462	-1,586	89,566	132,961	20,057	232,574
138	SB2	SB2	0,000	0,000	1,000	0,000	-8,818	-1,931	0,046	71,666	128,821	7,771	249,954
SB2-74B	SB2	SB2	0,000	0,000	1,000	0,000	-5,973	-1,803	-1,261	41,787	77,710	5,275	169,223
SB2-75B	SB2	SB2	0,000	0,000	1,000	0,000	-6,284	-4,059	-1,452	74,566	102,971	10,564	186,760
387	SC	SC	0,000	0,001	0,000	0,999	6,213	-0,528	1,963	93,858	24,025	176,817	10,071
412	SC	SC	0,000	0,031	0,000	0,969	4,296	-2,763	1,364	83,736	21,175	125,545	14,296
408	SC	SC	0,000	0,000	0,000	1,000	8,598	-1,320	-2,068	207,659	121,875	305,593	72,969
407	SC	SC	0,000	0,000	0,000	1,000	6,255	-1,087	-0,529	93,582	25,914	172,395	3,893

*Classification a priori et a posteriori, probabilités d'appartenance, coordonnées et carrés des distances :*

Observation	A priori	A posteriori	Pr(SA)	Pr(SB1)	Pr(SB2)	Pr(SC)	F1	F2	F3	D <sup>2</sup> (SA)	D <sup>2</sup> (SB1)	D <sup>2</sup> (SB2)	D <sup>2</sup> (SC)
388	SC	SC	0,000	0,000	0,000	1,000	6,749	-1,610	-1,029	107,855	34,503	185,594	4,280
386	SC	SC	0,000	0,000	0,000	1,000	7,125	0,297	1,934	115,417	41,650	215,547	22,590
385	SC	SC	0,000	0,000	0,000	1,000	6,119	-1,748	-0,088	97,254	26,740	167,300	3,901
384	SC	SC	0,000	0,000	0,000	1,000	7,355	-0,289	0,918	109,204	32,810	205,569	6,769
383	SC	SC	0,000	0,003	0,000	0,997	4,751	-2,848	1,296	90,991	24,251	135,926	12,440
LB02	SC	SC	0,000	0,000	0,000	1,000	6,319	-2,902	-0,042	114,991	37,236	174,056	7,266
LB01	SC	SC	0,000	0,000	0,000	1,000	5,548	-2,392	-2,183	150,097	85,819	209,380	61,276
159	SC	SC	0,000	0,000	0,000	1,000	7,824	-0,964	-0,764	124,291	44,155	218,467	7,033
161	SC	SC	0,000	0,000	0,000	1,000	6,811	-1,636	-0,481	108,226	33,086	185,859	3,266
168	SC	SC	0,000	0,000	0,000	1,000	6,762	-1,190	-0,247	104,625	31,516	186,601	4,691
170	SC	SC	0,000	0,000	0,000	1,000	8,876	-1,172	-0,807	153,475	63,380	254,670	15,039
171	SC	SC	0,000	0,000	0,000	1,000	7,301	-0,132	-0,963	108,179	36,872	207,046	8,217
172	SC	SC	0,000	0,000	0,000	1,000	5,656	-3,553	-0,815	113,787	40,291	160,324	12,172
173	SC	SC	0,000	0,000	0,000	1,000	6,154	-2,671	-0,084	109,003	33,842	169,174	6,439
175	SC	SC	0,000	0,000	0,000	1,000	7,733	-1,790	-1,277	131,674	49,509	216,283	8,436
SC7B	SC	SC	0,000	0,000	0,000	1,000	5,209	-2,953	-0,630	96,598	29,393	145,684	8,729
LB13C	SC	SC	0,000	0,000	0,000	1,000	7,662	-1,083	-0,580	121,253	41,574	212,560	5,847
LB13B	SC	SC	0,000	0,000	0,000	1,000	6,802	-2,578	0,488	119,185	37,688	185,724	5,610
LB13A	SC	SC	0,000	0,000	0,000	1,000	8,368	-1,920	-0,478	143,553	53,645	231,809	7,460
LB13D	SC	SC	0,000	0,000	0,000	1,000	7,613	-2,212	-1,343	135,715	52,734	214,648	10,747
LB18	SC	SC	0,000	0,000	0,000	1,000	5,631	-1,708	0,210	107,147	40,416	173,127	23,096
191	SC	SC	0,000	0,000	0,000	1,000	8,247	-0,142	-0,771	124,630	44,725	231,605	7,269
193	SC	SC	0,000	0,000	0,000	1,000	6,497	-2,542	0,432	113,679	35,103	177,956	6,036
187	SC	SC	0,000	0,000	0,000	1,000	7,245	-0,692	-1,471	109,584	37,185	202,111	5,473
185	SC	SC	0,000	0,000	0,000	1,000	6,570	-1,344	-0,149	103,127	30,749	181,646	5,279

*Classification a priori et a posteriori, probabilités d'appartenance, coordonnées et carrés des distances :*

Observation	A priori	A posteriori	Pr(SA)	Pr(SB1)	Pr(SB2)	Pr(SC)	F1	F2	F3	D <sup>2</sup> (SA)	D <sup>2</sup> (SB1)	D <sup>2</sup> (SB2)	D <sup>2</sup> (SC)
183	SC	SC	0,000	0,000	0,000	1,000	7,533	-1,183	0,232	118,061	37,349	206,594	4,079
181	SC	SC	0,000	0,000	0,000	1,000	6,805	-1,162	0,079	104,010	29,988	186,461	3,543
179	SC	SC	0,000	0,000	0,000	1,000	8,529	0,171	-2,107	132,271	54,166	246,061	12,685
177	SC	SC	0,000	0,000	0,000	1,000	7,728	-0,807	-0,224	121,981	42,297	216,684	7,932
189	SC	SC	0,000	0,000	0,000	1,000	7,291	-1,107	-1,083	113,368	37,810	201,471	4,532

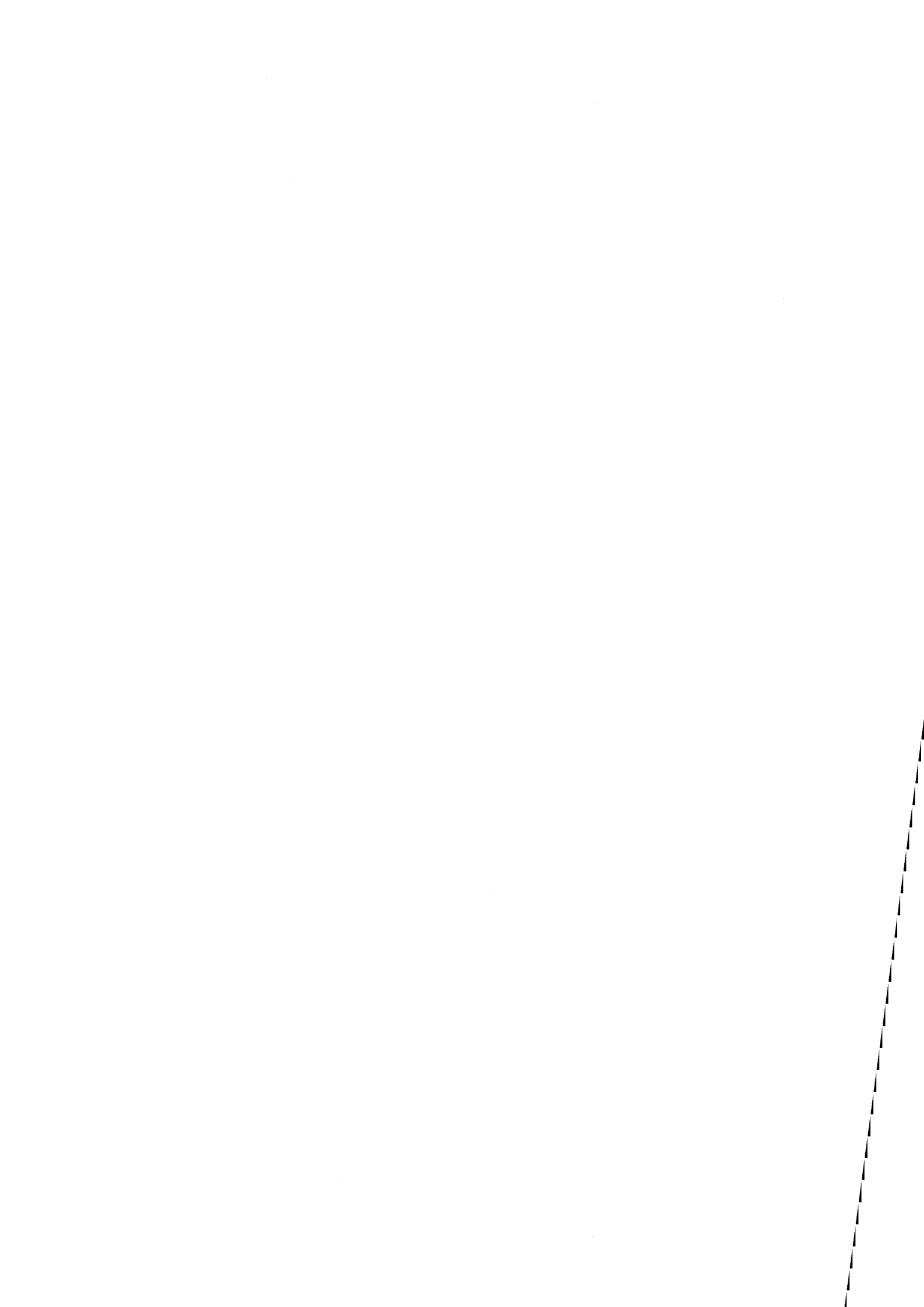
*Résultats pour les échantillons du site corse Vasculacciu :*

	Classe prédite	Pr(SA)	Pr(SB1)	Pr(SB2)	Pr(SC)	F1	F2	F3
SOT 1	SC	0.000	0.000	0.000	1.000	6.320	-2.070	0.026
SOT 2	SB2	0.003	0.000	0.997	0.000	-6.315	0.871	0.645
SOT 3	SB2	0.000	0.000	1.000	0.000	-7.839	-0.669	0.190
SOT 4	SC	0.000	0.000	0.000	1.000	6.103	-3.297	0.281
SOT 5	SA	1.000	0.000	0.000	0.000	-1.844	2.690	0.121
SOT 6	SC	0.000	0.000	0.000	1.000	6.930	-0.955	-0.039
SOT 7	SC	0.000	0.000	0.000	1.000	9.998	-1.294	0.841
SOT 8	SB2	0.000	0.000	1.000	0.000	-7.057	-0.282	-1.292

**ANNEXE D**

---

**DÉTAIL DES DONNÉES  
ANALYTIQUES PIXE**



## Annexe D1

### DONNÉES SOURCES SARDES

Éch.	Lab.	Na <sub>2</sub> O	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	SiO <sub>2</sub>	K <sub>2</sub> O	CaO	TiO <sub>2</sub>	MnO	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Zn	Ga	Rb	Sr	Y	Zr	Nb	Type
ARC-URS	CENBG	3.38	13.77	75.66	4.83	0.59	0.09	0.05	1.28	80	25	259	32	nr	81	nr	SA
SA44	C2RMF	3.49	13.85	75.45	4.79	0.59	0.09	0.05	1.34	80	25	270	34	nr	78	nr	SA
SA47	CENBG	3.29	13.53	75.72	5.15	0.63	0.09	0.05	1.23	72	23	227	24	nr	71	nr	SA
SA49	CENBG	3.37	13.66	75.85	4.91	0.60	0.08	0.05	1.24	76	24	246	29	nr	78	nr	SA
SA55	CENBG	3.39	13.60	75.81	4.95	0.60	0.09	0.05	1.23	73	23	243	30	nr	71	nr	SA
SA66	CENBG	3.43	13.55	75.75	4.94	0.62	0.08	0.05	1.31	78	24	253	22	nr	90	nr	SA
SA67	CENBG	3.46	13.63	75.81	4.89	0.60	0.09	0.05	1.26	76	22	257	28	nr	68	nr	SA
429	C2RMF	3.11	13.85	75.66	4.89	0.59	0.01	0.06	1.42	86	25	267	28	37	85	57	SA
SB 201	C2RMF	3.49	13.99	74.77	4.96	0.73	0.14	0.05	1.43	75	24	253	69	nr	124	nr	SB1
SB 213B	C2RMF	3.47	13.97	74.86	4.91	0.70	0.13	0.05	1.51	74	24	255	64	nr	124	nr	SB1
SB1-08	C2RMF	3.35	14.01	74.76	5.11	0.72	0.14	0.04	1.50	73	23	259	70	nr	127	nr	SB1
SB1-52	CENBG	3.45	13.80	75.02	5.06	0.76	0.13	0.05	1.43	73	23	255	68	nr	124	nr	SB1
SB1-64B	CENBG	3.44	13.82	75.08	5.05	0.74	0.14	0.04	1.34	68	24	231	58	nr	111	nr	SB1
SB1-65	CENBG	3.40	13.77	75.01	5.11	0.74	0.15	0.05	1.41	71	25	251	65	nr	116	nr	SB1
SB 113	C2RMF	3.27	13.37	75.94	5.12	0.55	0.12	0.03	1.29	47	20	263	33	nr	99	nr	SB2
SB 114	CENBG	3.19	13.20	76.01	5.34	0.59	0.12	0.03	1.19	43	18	232	40	nr	113	nr	SB2
SB 115	CENBG	3.17	13.09	76.34	5.25	0.59	0.10	0.03	1.09	39	16	214	30	nr	83	nr	SB2
SB2-48B	CENBG	3.22	13.20	75.70	5.45	0.64	0.16	0.03	1.25	43	18	230	48	nr	117	nr	SB2
SB2-26B	C2RMF	3.37	13.49	75.75	5.05	0.58	0.13	0.03	1.26	45	19	249	47	nr	108	nr	SB2
SB2-74B	CENBG	3.35	13.21	75.65	5.09	0.74	0.14	0.03	1.33	47	20	238	51	nr	124	nr	SB2
SB2-75B	CENBG	3.03	13.29	75.75	5.59	0.60	0.12	0.03	1.25	44	19	232	46	nr	111	nr	SB2
442	C2RMF	3.24	13.27	76.04	4.92	0.55	0.12	0.03	1.46	48	20	251	30	26	104	25	SB2
SB1_06	CENBG	3.20	13.39	76.18	4.93	0.58	0.13	0.03	1.23	39	21	250	53	18	120	37	SB2
SB2_50B	CENBG	3.11	13.52	76.25	4.94	0.55	0.11	0.03	1.17	47	14	229	47	23	104	-	SB2
SC01	C2RMF	3.23	14.20	73.67	5.50	0.85	0.27	0.03	1.89	64	21	198	137	nr	256	nr	SC
SC02	C2RMF	3.29	14.41	73.47	5.36	0.90	0.30	0.03	1.73	59	22	189	150	nr	243	nr	SC
SC7A	CENBG	3.38	14.19	73.86	5.37	0.89	0.25	0.03	1.55	52	19	160	108	nr	216	nr	SC
SC9	CENBG	3.24	14.11	73.77	5.58	0.83	0.26	0.03	1.71	57	23	167	113	nr	239	nr	SC
428	C2RMF	3.13	14.45	73.58	5.30	0.94	0.31	0.03	1.79	64	21	180	150	25	216	34	SC
430	C2RMF	3.00	14.46	73.57	5.45	0.94	0.30	0.03	1.81	63	22	185	155	21	226	30	SC
431	C2RMF	3.14	14.62	73.01	5.26	1.09	0.36	0.03	2.00	65	23	182	195	23	230	31	SC
432	C2RMF	2.98	14.50	73.57	5.42	0.91	0.30	0.03	1.81	63	23	180	151	22	229	28	SC
433	C2RMF	2.99	14.33	73.65	5.40	0.85	0.32	0.03	1.97	68	21	189	148	27	226	32	SC



Éch.	Lab.	Na <sub>2</sub> O	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	SiO <sub>2</sub>	K <sub>2</sub> O	CaO	TiO <sub>2</sub>	MnO	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Zn	Ga	Rb	Sr	Y	Zr	Nb	Type
435	C2RMF	3.07	14.49	73.53	5.42	0.91	0.30	0.03	1.77	62	21	187	152	22	229	32	SC
436	C2RMF	3.12	14.55	73.50	5.30	0.97	0.28	0.03	1.76	62	22	185	154	24	223	34	SC
437	C2RMF	2.96	14.41	73.71	5.47	0.86	0.28	0.03	1.78	64	21	185	138	23	241	30	SC
438	C2RMF	3.15	14.53	73.51	5.04	1.06	0.29	0.03	1.88	62	22	168	174	22	228	35	SC
444	C2RMF	3.10	14.08	73.85	5.45	0.86	0.32	0.03	1.65	56	20	174	148	26	252	29	SC
449	C2RMF	3.47	14.28	73.21	5.07	1.23	0.34	0.03	1.72	60	21	174	148	26	199	32	SC
191	CENBG	3.03	14.55	73.48	5.23	1.03	0.25	0.03	1.59	54	22	163	166	21	275	23	SC
193	CENBG	3.13	14.32	73.51	5.33	0.87	0.25	0.03	1.63	58	24	191	141	21	271	35	SC
SCgp1	CENBG	3.01	14.34	73.58	5.38	0.87	0.25	0.03	1.67	62	23	179	144	26	268	44	SC
SCgp2	CENBG	2.93	14.44	73.96	5.24	0.88	0.26	0.03	1.55	59	26	175	139	28	291	43	SC
SCgp3	CENBG	2.95	14.38	73.78	5.31	0.89	0.25	0.03	1.58	59	24	173	144	24	259	32	SC

*Teneurs en oxydes : wt% ; teneurs en éléments : ppm*

## Annexe D2

### DONNÉES A TEPPA DI U LUPINU (SANTU PIETRO DI TENDA, HAUTE-CORSE)

Éch.	Fe/Zr	Zn/Zr	Ga/Zr	Rb/Zr	Sr/Zr
US 10/n°30	101	0.93	0.27	2.89	0.35
US 14/n°24	123	1.07	0.33	3.35	0.47
N° inv. 69	50	0.28	0.09	0.81	0.59
MEC 56 13 568	51	0.39	0.09	0.73	0.45
MEC 56 13 569	48	0.34	0.09	0.79	0.57
MEC 56 13 570	44	0.39	0.08	0.70	0.46



## Annexe D3

### DONNÉES CARDICCIA (SARTÈNE, CORSE-DU-SUD)

Éch.	Lab.	Na <sub>2</sub> O	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	SiO <sub>2</sub>	K <sub>2</sub> O	CaO	TiO <sub>2</sub>	MnO	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Zn	Ga	Rb	Sr	Y	Zr	Nb	Type
CARDI_1	C2RMF	3.13	15.00	71.98	5.39	1.16	0.42	0.03	2.01	75	24	176	208	29	263	27	SC
CARDI_10	CENBG	3.07	14.66	72.45	5.37	0.94	0.33	0.03	1.78	68	21	182	161		175		SC
CARDI_11	CENBG	2.83	15.80	70.54	5.32	1.04	0.36	0.04	1.89	76	20	189	195		232		SC
CARDI_12	CENBG	2.86	14.76	72.63	5.43	1.04	0.31	0.03	1.51	66	19	189	167		212		SC
CARDI_13	CENBG	3.04	14.80	71.67	5.43	1.09	0.37	0.04	1.97	94	27	223	228		238		SC
CARDI_14	CENBG	3.06	14.71	73.48	5.33	0.84	0.27	0.02	1.29	46	19	142	153		197		SC
CARDI_15	C2RMF	1.26	13.65	74.04	8.02	0.61	0.09	0.05	1.27	83	25	243	31	34	82	52	SA
CARDI_16	CENBG	2.90	15.03	72.87	4.84	0.92	0.31	0.03	1.70	77	24	191	124		168		SC
CARDI_17	CENBG	3.06	14.27	74.64	4.99	0.89	0.25	0.02	1.38	54	18	169	130		194		SC
CARDI_19	C2RMF	3.16	14.37	73.22	5.34	0.91	0.31	0.03	1.90	67	21	186	159	25	239	24	SC
CARDI_2	CENBG	3.43	13.18	77.64	4.66	0.57	0.12	0.03	1.04	38	16	206	47		100		SB2
CARDI_20	C2RMF	3.16	14.92	72.80	5.27	1.00	0.30	0.03	1.79	73	22	187	156	22	258	24	SC
CARDI_21	CENBG	3.12	13.97	72.21	5.58	0.97	0.34	0.04	2.14	83	24	224	220		240		SC
CARDI_22	CENBG	3.01	14.81	73.39	5.25	0.89	0.28	0.02	1.25	52	12	133	141		173		SC
CARDI_23	CENBG	3.15	13.28	76.40	5.01	0.70	0.08	0.06	1.30	86	28	244	21		81		SA
CARDI_24	CENBG	3.36	15.41	72.45	4.81	0.78	0.26	0.03	1.46	58	17	185	128		191		SC
CARDI_25	CENBG	3.07	13.26	76.77	4.79	0.60	0.14	0.04	1.42	53	26	285	51		93		SB2
CARDI_26	CENBG	3.00	13.09	77.28	4.78	0.58	0.11	0.04	1.37	47	19	258	30		81		SB2
CARDI_27	CENBG	3.07	12.67	77.11	4.88	0.62	0.12	0.04	1.52	51	18	283	43		107		SB2
CARDI_28	CENBG	3.13	13.71	74.24	5.16	0.92	0.29	0.03	1.71	54	25	201	133		236		SC
CARDI_29	CENBG	3.17	13.77	74.24	5.12	0.91	0.28	0.03	1.69	63	19	173	136		208		SC
CARDI_30	CENBG	2.89	14.15	74.27	5.04	0.93	0.25	0.04	1.51	50	18	158	96		153		SC
CARDI_4	C2RMF	3.20	13.44	76.08	5.08	0.59	0.13	0.03	1.12	47	19	269	50	24	119	27	SB2
CARDI_5	CENBG	2.94	12.68	77.14	5.21	0.69	0.12	0.04	1.40	53	32	264	35		96		SB2
CARDI_6	CENBG	3.12	14.71	72.95	5.34	0.95	0.29	0.03	1.46	59	19	167	170		202		SC
CARDI_7	C2RMF	3.56	14.65	72.94	5.32	0.97	0.28	0.02	1.64	66	21	236	136	20	224	23	SC
CARDI_8	CENBG	2.99	14.71	72.81	5.39	0.88	0.31	0.03	1.55	54	24	184	157		198		SC
CARDI_9	CENBG	2.33	14.80	72.31	6.16	0.79	0.24	0.03	1.56	47	21	191	109		165		SC

*Teneurs en oxydes : wt% ; teneurs en éléments : ppm*



## Annexe D4

### DONNÉES I CALANCHI (SOLLACARO, CORSE-DU-SUD)

Éch.	Lab.	Na <sub>2</sub> O	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	SiO <sub>2</sub>	K <sub>2</sub> O	CaO	TiO <sub>2</sub>	MnO	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Zn	Ga	Rb	Sr	Zr	Nb	Type
ICA01	CENBG	3.01	15.06	73.09	5.19	0.88	0.30	0.03	1.75	63	21	173	134	228		SC
ICA02	C2RMF	3.01	14.24	73.43	5.54	0.92	0.32	0.03	1.81	61	22	180	140	246		SC
ICA03	C2RMF	2.14	14.44	72.78	6.77	0.87	0.28	0.03	1.62	60	21	186	140	237		SC
ICA04	C2RMF	3.22	13.68	75.61	4.92	0.64	0.01	0.06	1.36	89	28	308	36	92		SA
ICA05	CENBG	3.15	14.34	72.95	5.48	0.93	0.29	0.04	2.06	76	34	267	187	294	37	SC
ICA06	C2RMF	2.98	14.71	72.29	5.31	0.90	0.41	0.03	2.27	71	21	180	137	262		SC
ICA07	C2RMF	2.80	15.64	70.58	5.41	1.16	0.33	0.03	1.88	75	22	184	174	241		SC
ICA08	CENBG	3.07	14.51	73.02	5.69	0.98	0.30	0.03	1.81	65	23	216	154	294		SC
ICA09	C2RMF	2.93	14.06	73.86	5.54	0.89	0.26	0.03	1.63	59	21	168	141	224		SC
ICA10	CENBG	3.13	14.20	73.53	5.45	0.90	0.24	0.03	1.76	64	22	178	155	232	35	SC
ICA11	C2RMF	2.84	14.27	73.70	5.50	0.88	0.27	0.03	1.70	60	21	183	113	240		SC
ICA13	CENBG	3.25	14.32	73.44	5.49	0.91	0.25	0.03	1.69	60	20	176	119	240		SC
ICA15	CENBG	2.32	15.06	72.12	6.62	0.92	0.27	0.03	1.74	63	19	197	110	201		SC
ICA16	CENBG	3.11	14.01	75.33	5.13	0.63	0.09	0.05	1.27	81	26	264	23	84		SA
ICA17	CENBG	3.20	14.34	73.61	5.40	0.91	0.25	0.03	1.59	57	22	185	155	232	27	SC
ICA18	C2RMF	3.04	14.07	73.64	5.47	0.92	0.30	0.03	1.76	60	22	176	139	239		SC
ICA18	CENBG	3.08	13.99	73.91	5.69	0.92	0.27	0.03	1.55	51	19	151	104	224		SC
ICA19	CENBG	3.13	14.35	73.74	5.48	0.89	0.25	0.03	1.54	54	16	156	105	220		SC
ICA20	CENBG	3.12	14.17	73.84	5.60	0.89	0.24	0.03	1.57	58	21	189	138	266		SC
ICA21	CENBG	3.01	14.29	73.21	5.71	0.97	0.29	0.03	1.87	69	22	209	145	271		SC
ICA22	C2RMF	3.01	14.17	74.04	5.57	0.82	0.28	0.03	1.49	53	20	173	113	225		SC
ICA23	C2RMF	3.06	13.68	75.94	4.95	0.61	0.01	0.05	1.27	77	24	245	27	76		SA
ICA23	CENBG	3.08	13.55	75.50	5.31	0.68	0.07	0.05	1.36	83	27	262	30	87		SA
ICA24	C2RMF	3.01	14.02	73.95	5.45	0.88	0.29	0.03	1.65	55	20	164	136	223		SC
ICA24	CENBG	3.13	14.22	73.81	5.46	0.84	0.29	0.03	1.54	49	16	137	102	190		SC
ICA25	CENBG	3.27	13.68	75.72	4.95	0.6	0.08	0.05	1.29	80	26	277	31	89		SA
ICA50	CENBG	3.31	13.67	75.61	4.93	0.70	0.09	0.05	1.22	77	23	241	27	75		SA
ICA51	CENBG	3.05	14.11	73.88	5.49	1.02	0.25	0.03	1.48	53	17	150	107	195		SC
ICA52	CENBG	1.87	11.77	77.38	4.51	1.05	0.31	0.03	1.80	68	21	185	139	217		SC
ICA53	CENBG	3.01	14.28	73.93	5.61	0.93	0.25	0.02	1.45	53	21	157	121	237		SC
ICA54	CENBG	3.08	14.45	72.55	5.78	1.00	0.31	0.03	1.84	71	21	186	134	235		SC

Éch.	Lab.	Na <sub>2</sub> O	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	SiO <sub>2</sub>	K <sub>2</sub> O	CaO	TiO <sub>2</sub>	MnO	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Zn	Ga	Rb	Sr	Zr	Nb	Type
ICA55	CENBG	2.31	14.75	72.73	6.69	0.98	0.28	0.03	1.58	59	21	179	123	236		SC
ICA56	CENBG	3.25	13.99	75.91	4.65	0.58	0.10	0.04	1.07	62	18	188	19	64		SA
ICA57	CENBG	3.38	13.77	75.75	4.70	0.61	0.09	0.05	1.10	63	20	201	20	64		SA
ICA58	CENBG	2.87	14.27	73.07	6.04	1.00	0.32	0.03	1.61	60	20	172	117	228		SC
ICA59	CENBG	2.89	14.05	73.36	5.91	0.93	0.28	0.03	1.63	60	21	179	129	216		SC
ICA60	CENBG	3.07	13.50	75.74	5.25	0.65	0.09	0.05	1.25	78	24	245	27	82		SA
ICA61	CENBG	3.12	13.82	75.92	4.74	0.61	0.09	0.05	1.12	64	21	202	25	59		SA
ICA62	CENBG	3.15	14.36	73.71	5.55	0.95	0.27	0.03	1.41	50	18	143	105	201		SC
ICA63	CENBG	2.70	13.90	73.37	5.84	1.36	0.29	0.04	1.80	61	21	188	128	262		SC
ICA64	CENBG	3.16	13.77	75.48	5.00	0.62	0.01	0.07	1.35	79	24	259	28	76		SA
ICA66	CENBG	2.09	14.59	72.74	6.87	0.92	0.28	0.03	1.72	63	26	193	162	265		SC
ICA67	CENBG	3.40	13.78	75.60	4.83	0.61	0.09	0.05	1.18	70	22	212	23	66		SA
ICA68	CENBG	2.08	13.88	73.42	7.48	0.71	0.11	0.05	1.42	86	26	240	34	67		SA
ICA69	CENBG	3.28	13.90	75.63	4.84	0.58	0.10	0.05	1.20	75	22	237	28	70		SA
ICA70	CENBG	2.18	14.37	73.12	6.95	0.90	0.26	0.03	1.58	55	19	153	113	219		SC
ICA72	CENBG	3.35	14.71	73.25	5.34	0.95	0.27	0.02	1.41	50	17	137	104	184		SC

*Teneurs en oxydes : wt% ; teneurs en éléments : ppm*

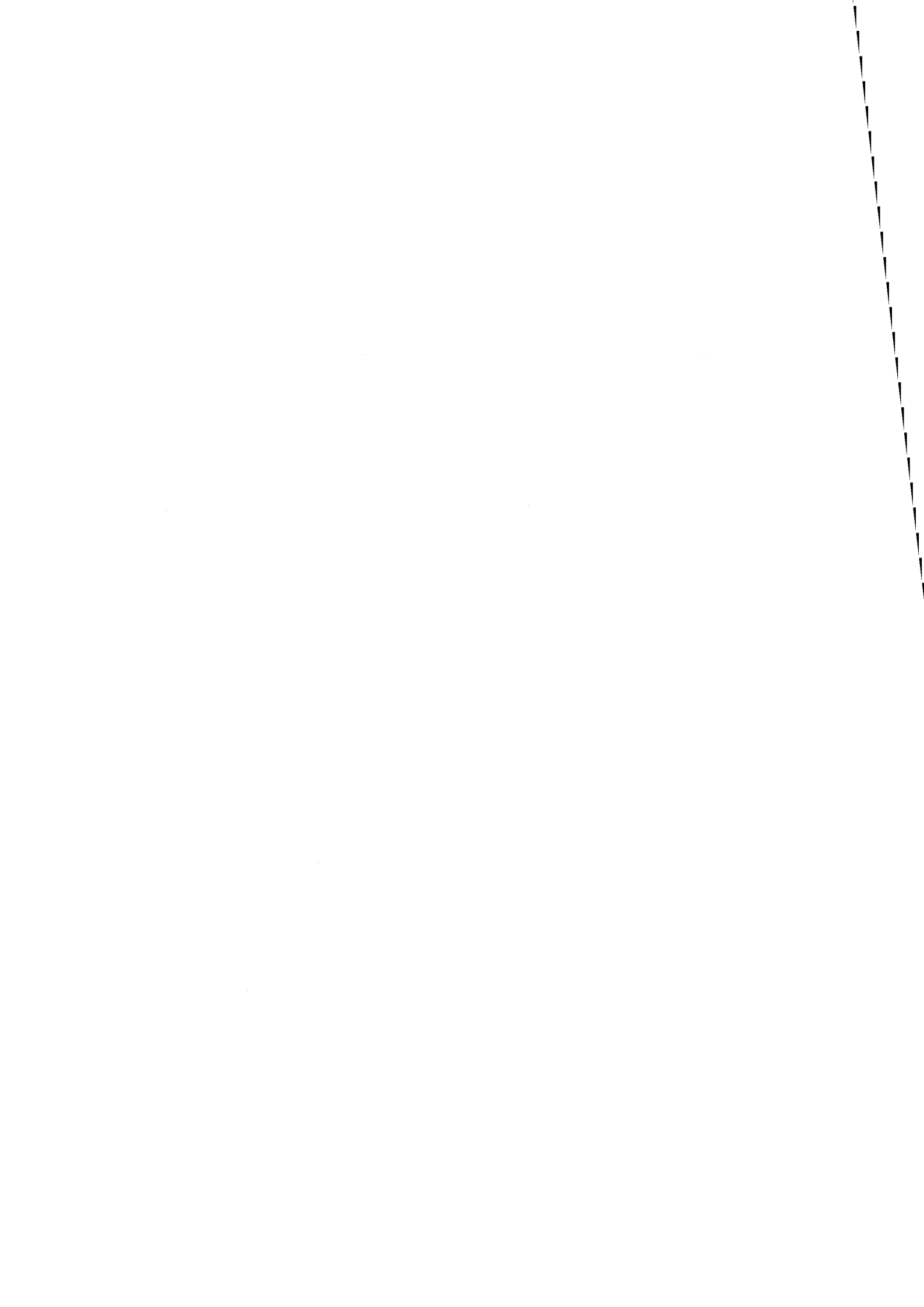
## Annexe D5

### DONNÉES MONTE GROSSO (BIGUGLIA, HAUTE-CORSE)

Éch.	Lab.	Na <sub>2</sub> O	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	SiO <sub>2</sub>	K <sub>2</sub> O	CaO	TiO <sub>2</sub>	MnO	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Zn	Ga	Rb	Sr	Zr	Type
MG166	CENBG	3.02	13.62	73.79	5.59	1.15	0.30	0.04	1.98	76	27	226	159	290	SC
MG216	CENBG	2.99	13.68	74.45	5.50	1.08	0.26	0.03	1.61	60	22	180	165	248	SC
MG217	CENBG	2.88	13.54	73.49	5.71	1.14	0.34	0.04	2.19	89	24	244	180	271	SC
MG257	CENBG	3.01	13.48	73.59	5.82	1.18	0.29	0.04	1.90	78	25	219	172	290	SC
MG297	CENBG	3.00	13.76	73.53	5.59	1.10	0.39	0.04	1.86	74	25	210	148	277	SC
MG327	CENBG	3.08	13.83	73.64	5.55	1.05	0.28	0.03	1.75	68	22	195	138	248	SC
MG37	CENBG	3.01	13.77	73.47	5.58	1.11	0.32	0.03	1.78	80	20	205	152	234	SC
MG85	CENBG	2.96	13.88	73.86	5.51	1.03	0.28	0.03	1.63	67	20	182	149	235	SC

*Teneurs en oxydes : wt% ; teneurs en éléments : ppm*



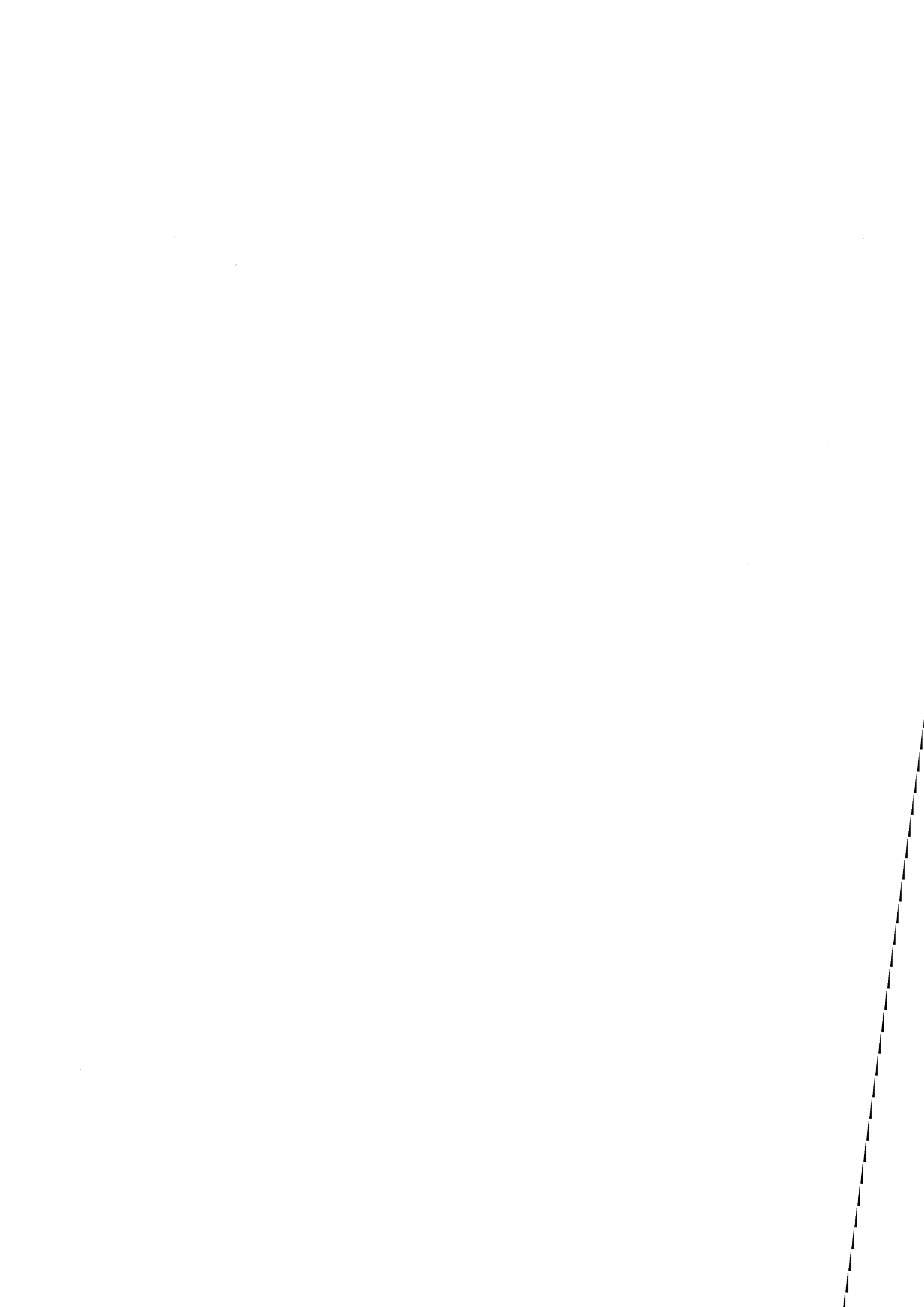


## Annexe D6

### DONNÉES MONTE REVINCU (SANTO PIETRO DI TENDA, HAUTE-CORSE)

Ech.	Lab.	Na <sub>2</sub> O	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	SiO <sub>2</sub>	K <sub>2</sub> O	CaO	TiO <sub>2</sub>	MnO	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Zn	Ga	Rb	Sr	Zr	Type
MR97E 15	CENBG	3.25	13.27	76.17	5.11	0.56	0.08	0.03	1.12	47	22	241	38	102	SB2
MR97F 12	CENBG	3.32	13.93	75.77	4.82	0.57	0.07	0.05	1.04	67	21	210	22	72	SA
US802a	CENBG	2.68	15.37	72.23	5.77	1.05	0.35	0.03	1.47	69	22	184	141	254	SC
US802b	C2RMF	2.88	13.30	75.35	5.63	0.62	0.17	0.03	1.47	52	20	251	57	110	SB2
US802c	CENBG	2.20	12.71	75.99	6.06	0.88	0.10	0.06	1.42	94	26	268	43	86	SA
US802d	C2RMF	3.49	14.13	74.91	4.81	0.73	0.11	0.05	1.24	107	26	254	41	75	SA
US802e	CENBG	3.02	14.74	73.28	5.60	0.92	0.29	0.03	1.40	59	19	164	113	215	SC
US802f	CENBG	3.01	14.50	74.72	4.98	0.64	0.10	0.06	1.29	88	25	268	23	74	SA
US803a	CENBG	2.91	14.96	73.01	5.69	0.93	0.27	0.02	1.35	54	18	169	122	229	SC
US803b	C2RMF	3.31	13.55	75.55	5.04	0.61	0.10	0.05	1.34	88	28	285	38	83	SA
US803c	CENBG	2.52	16.29	71.63	5.54	0.92	0.35	0.03	1.56	55	19	156	123	215	SC

*Teneurs en oxydes : wt% ; teneurs en éléments : ppm*



## Annexe D7

### DONNÉES SU CAROPPU (SARDAIGNE)

Éch.	Lab.	Na <sub>2</sub> O	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	SiO <sub>2</sub>	K <sub>2</sub> O	CaO	TiO <sub>2</sub>	MnO	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Zn	Ga	Rb	Sr	Zr	Type
CAR01	C2RMF	3.12	14.08	73.70	5.51	0.81	0.29	0.03	1.68	60	20	174	122	229	SC
CAR02	C2RMF	3.28	13.62	75.74	4.96	0.55	0.01	0.05	1.30	78	24	244	24	78	SA
CAR03	C2RMF	2.75	13.18	76.56	5.32	0.52	0.13	0.03	1.11	44	20	251	33	102	SB2
CAR04	C2RMF	3.10	14.14	73.55	5.50	0.83	0.30	0.03	1.80	63	22	181	127	242	SC
CAR05	C2RMF	2.93	14.25	73.06	5.73	0.94	0.30	0.03	1.75	64	20	182	130	237	SC
CAR06	C2RMF	3.16	13.10	76.18	5.11	0.55	0.13	0.03	1.29	49	21	265	38	109	SB2
CAR07	C2RMF	3.19	13.57	75.89	4.98	0.57	0.09	0.05	1.26	82	24	249	30	75	SA
CAR08	C2RMF	2.98	14.14	73.53	5.56	0.85	0.31	0.03	1.80	65	21	184	126	239	SC
CAR09	CENBG	3.28	13.90	75.82	4.73	0.60	0.09	0.05	1.15	72	23	232	32	81	SA
CAR10	C2RMF	3.00	14.28	73.49	5.57	0.88	0.30	0.03	1.69	63	20	172	124	229	SC
CAR11	CENBG	2.87	13.74	75.14	5.40	0.81	0.10	0.05	1.25	88	25	261	41	70	SA
CAR12	CENBG	3.22	13.70	75.52	4.92	0.63	0.11	0.06	1.42	90	25	280	40	66	SA
CAR13	C2RMF	3.31	13.84	75.50	4.97	0.62	0.09	0.05	1.25	78	24	236	36	74	SA
CAR14	C2RMF	2.99	14.08	74.14	5.65	0.76	0.29	0.03	1.37	53	20	177	104	226	SC
CAR15	CENBG	3.34	13.92	75.53	4.73	0.67	0.10	0.05	1.19	81	20	240	37	80	SA
CAR16	CENBG	3.34	13.41	76.03	4.88	0.62	0.16	0.03	1.14	45	17	204	53	96	SB2
CAR17	CENBG	1.46	14.19	71.52	8.27	1.32	0.31	0.03	1.52	77	17	169	154	217	SC
CAR18	CENBG	3.28	13.48	75.77	4.97	0.64	0.15	0.03	1.22	50	17	220	54	119	SB2
CAR19	CENBG	2.23	13.68	73.97	7.25	0.68	0.01	0.05	1.13	80	23	237	22	72	SA
CAR20	CENBG	3.30	13.65	75.54	4.92	0.68	0.10	0.05	1.32	82	24	252	32	67	SA
CAR21	CENBG	2.13	13.82	75.43	6.07	0.64	0.01	0.05	1.15	76	21	240	38	79	SA
CAR22	CENBG	3.26	14.39	73.63	5.22	0.94	0.34	0.03	1.64	62	19	165	164	218	SC
CAR23	CENBG	3.41	13.79	75.58	4.72	0.75	0.09	0.05	1.19	92	23	236	42	74	SA
CAR24	C2RMF	2.89	14.14	73.50	5.66	0.88	0.28	0.03	1.59	75	20	179	121	240	SC
CAR25	C2RMF	3.20	13.63	75.89	4.95	0.55	0.09	0.05	1.25	79	23	249	27	75	SA
CAR26	C2RMF	3.20	14.32	73.54	5.39	0.86	0.29	0.03	1.65	63	19	174	119	237	SC
CAR27	C2RMF	3.35	13.56	75.61	5.07	0.61	0.15	0.03	1.19	47	20	255	57	109	SB2
CAR28	C2RMF	3.49	13.92	75.31	4.92	0.61	0.08	0.06	1.24	81	25	256	32	76	SA
CAR29	CENBG	3.08	14.25	72.81	5.59	0.98	0.30	0.04	1.93	70	23	189	132	256	SC
CAR30	CENBG	2.13	13.65	74.99	6.45	0.64	0.08	0.05	1.19	79	22	239	25	69	SA
CAR31	CENBG	3.24	13.77	75.47	4.93	0.69	0.01	0.06	1.35	93	24	266	33	80	SA
CAR32	CENBG	2.58	13.41	73.84	7.15	0.68	0.09	0.05	1.23	79	22	221	30	80	SA
CAR33	C2RMF	3.37	13.61	75.55	5.02	0.59	0.14	0.03	1.27	47	19	230	51	99	SB2
CAR34	C2RMF	3.32	13.37	76.01	5.06	0.58	0.12	0.03	1.16	49	21	272	41	109	SB2
CAR35	C2RMF	3.26	13.49	75.94	5.08	0.59	0.15	0.03	1.07	45	20	252	61	117	SB2
CAR36	CENBG	3.31	13.67	75.60	4.99	0.60	0.09	0.06	1.31	84	26	252	27	80	SA
CAR37	CENBG	3.14	13.20	76.40	4.98	0.58	0.09	0.03	1.16	44	19	261	32	103	SB2

Éch.	Lab.	Na <sub>2</sub> O	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	SiO <sub>2</sub>	K <sub>2</sub> O	CaO	TiO <sub>2</sub>	MnO	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Zn	Ga	Rb	Sr	Zr	Type
CAR38	C2RMF	3.23	14.58	73.18	5.33	0.92	0.30	0.03	1.66	59	21	164	132	219	SC
CAR39	CENBG	3.14	14.26	72.75	5.46	1.27	0.28	0.03	1.77	86	21	183	125	263	SC
CAR40	CENBG	2.88	13.18	76.03	5.38	0.58	0.12	0.04	1.28	50	20	258	30	125	SB2
CAR41	CENBG	2.12	13.52	74.52	6.78	0.69	0.01	0.05	1.22	86	23	246	29	72	SA
CAR42	C2RMF	3.40	13.89	75.52	4.90	0.60	0.01	0.05	1.21	82	22	251	31	77	SA
CAR43	CENBG	3.37	13.69	75.56	4.83	0.65	0.10	0.05	1.33	91	27	262	30	95	SA
CAR44	C2RMF	3.32	13.40	76.00	5.04	0.56	0.11	0.03	1.15	44	18	239	31	83	SB2
CAR45	CENBG	3.11	13.40	75.65	5.21	0.65	0.13	0.03	1.28	46	20	246	54	121	SB2
CAR46	C2RMF	3.17	14.25	73.57	5.41	0.87	0.28	0.03	1.80	63	21	184	144	239	SC
CAR47	C2RMF	3.34	13.58	75.47	5.16	0.60	0.15	0.03	1.28	48	19	234	53	111	SB2
CAR48	CENBG	2.39	13.71	75.52	5.74	0.61	0.01	0.05	1.27	80	25	236	27	79	SA
CAR49	CENBG	2.08	13.26	71.12	7.27	2.77	0.31	0.04	1.50	67	18	174	126	243	SC
CAR50	C2RMF	3.26	14.31	73.12	5.68	0.87	0.27	0.03	1.77	67	20	180	145	235	SC
CAR51	CENBG	3.13	13.37	75.52	5.20	0.65	0.14	0.03	1.41	48	19	240	55	126	SB2
CAR52	C2RMF	2.27	13.26	75.46	6.49	0.54	0.13	0.04	1.23	59	21	278	42	112	SB2
CAR53	C2RMF	3.19	14.03	73.46	5.48	0.78	0.27	0.03	2.12	81	23	191	114	247	SC
CAR54	CENBG	3.22	13.83	75.66	4.89	0.67	0.09	0.05	1.22	86	23	257	23	97	SA
CAR55	C2RMF	2.98	14.35	73.10	5.84	0.89	0.29	0.03	1.74	64	22	181	156	218	SC
CAR56	CENBG	3.33	13.75	75.61	4.87	0.63	0.09	0.05	1.29	82	25	260	29	72	SA
CAR57	C2RMF	1.55	12.88	75.22	7.41	0.51	0.13	0.03	1.40	50	20	250	32	101	SB2
CAR58	CENBG	3.33	13.62	75.81	4.89	0.63	0.08	0.06	1.27	78	24	233	23	76	SA
CAR59	CENBG	3.27	13.70	75.58	4.92	0.61	0.08	0.06	1.40	87	27	271	31	100	SA
CAR60	CENBG	3.13	13.74	75.62	4.94	0.61	0.08	0.05	1.29	79	28	276	25	77	SA
CAR61	CENBG	2.73	13.62	75.54	5.45	0.61	0.10	0.05	1.30	86	25	252	29	83	SA
CAR62	CENBG	3.26	13.15	75.64	5.71	0.53	0.12	0.04	1.11	47	16	253	34	91	SB2
CAR63	C2RMF	3.42	13.18	75.60	5.17	0.56	0.12	0.04	1.40	50	21	255	38	97	SB2

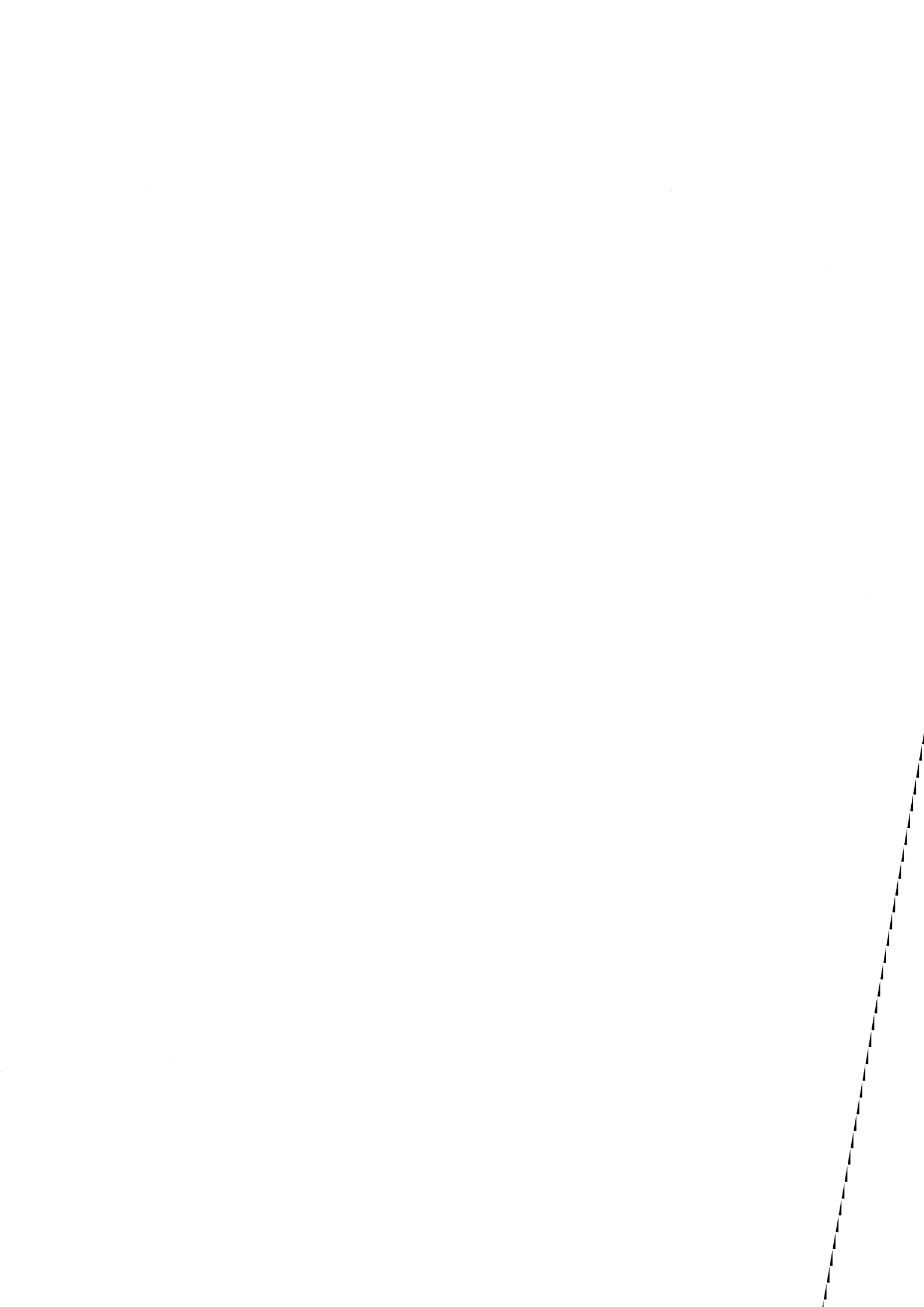
*Teneurs en oxydes : wt% ; teneurs en éléments : ppm*

## Annexe D8

### DONNÉES RIO SABOCCU (SARDAIGNE)

Éch.	Lab.	Na <sub>2</sub> O	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	SiO <sub>2</sub>	K <sub>2</sub> O	CaO	TiO <sub>2</sub>	MnO	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Zn	Ga	Rb	Sr	Y	Zr	Nb	Type
SAB5	C2RMF	2.91	15.26	72.65	5.43	0.99	0.31	0.02	1.77	68	21	176	138	27	223	29	SC
SAB20	C2RMF	3.01	14.32	73.84	5.40	0.86	0.27	0.03	1.68	60	21	182	144	27	245	30	SC
SAB24	C2RMF	3.02	14.38	73.87	5.42	0.83	0.28	0.03	1.75	60	20	189	129	24	249	34	SC
SAB44	C2RMF	3.03	14.30	73.55	5.33	0.98	0.32	0.03	1.90	62	23	185	153	31	248	35	SC
SAB85	C2RMF	3.29	13.71	75.87	4.83	0.60	0.01	0.05	1.18	72	22	219	31	34	63	45	SA
SAB92	C2RMF	3.12	13.49	75.58	5.11	0.60	0.16	0.03	1.45	46	19	236	65	21	129	28	SB2
SAB93	C2RMF	3.05	14.66	72.96	5.51	0.99	0.33	0.03	1.88	62	21	182	189	29	238	40	SC
SAB97	C2RMF	3.19	13.61	76.11	4.85	0.60	0.09	0.05	1.15	73	25	254	44	27	80	52	SA
SAB104	C2RMF	3.26	13.75	75.71	4.87	0.61	0.10	0.05	1.29	82	25	252	31	37	77	55	SA
SAB108	C2RMF	3.41	14.12	75.46	4.72	0.64	0.09	0.05	1.20	77	24	259	39	35	84	58	SA
SAB131	C2RMF	3.19	14.01	75.18	4.91	0.65	0.10	0.06	1.51	90	27	276	36	41	81	56	SA
SAB133	C2RMF	3.25	13.65	75.67	4.92	0.61	0.01	0.05	1.36	92	29	307	42	45	92	64	SA
SAB138	C2RMF	3.27	13.83	75.79	4.76	0.62	0.09	0.05	1.27	76	24	256	38	34	74	61	SA
SAB139	C2RMF	3.17	13.48	75.65	5.09	0.60	0.15	0.03	1.43	46	20	245	60	23	121	32	SB2
SAB161	C2RMF	3.25	13.77	75.64	4.82	0.58	0.01	0.05	1.44	82	25	261	28	39	76	64	SA
SAB176	C2RMF	3.04	13.27	75.36	4.89	0.55	0.13	0.03	2.42	52	21	247	47	24	111	27	SB2
SAB203	C2RMF	3.19	13.78	75.80	4.81	0.57	0.01	0.05	1.36	80	24	263	34	36	86	61	SA
SAB244	C2RMF	3.14	13.70	75.99	4.81	0.57	0.09	0.05	1.33	80	25	262	34	39	85	56	SA
SAB276	C2RMF	3.15	13.75	75.58	4.82	0.58	0.10	0.05	1.61	87	25	273	31	31	85	66	SA
SAB317	C2RMF	3.09	13.39	76.13	5.11	0.58	0.14	0.03	1.16	45	19	248	55	22	117	30	SB2
SAB373	C2RMF	3.15	13.73	75.95	4.85	0.58	0.08	0.05	1.26	80	25	257	36	41	78	58	SA
SAB378	C2RMF	3.02	13.25	76.39	4.99	0.55	0.11	0.03	1.30	47	20	267	34	20	104	37	SB2
SAB388	C2RMF	3.11	14.24	74.87	4.88	0.61	0.11	0.05	1.66	97	28	277	34	39	82	58	SA
SAB459	C2RMF	3.03	13.67	75.92	4.95	0.60	0.09	0.05	1.28	89	27	298	32	41	92	60	SA
SAB481	C2RMF	3.34	13.84	75.71	4.74	0.59	0.09	0.05	1.30	81	24	262	33	35	82	60	SA
SAB552	C2RMF	3.20	14.23	75.19	4.80	0.66	0.10	0.05	1.30	91	27	289	38	45	84	61	SA
SAB569	C2RMF	3.11	14.46	73.61	5.31	0.96	0.27	0.03	1.73	60	22	179	161	26	247	36	SC
SAB707	C2RMF	3.32	13.96	75.17	4.88	0.63	0.11	0.06	1.45	86	26	267	34	43	82	54	SA
SAB755	C2RMF	3.09	13.38	76.18	5.07	0.58	0.14	0.03	1.19	43	18	244	57	21	121	36	SB2
SAB767	C2RMF	3.29	13.78	75.69	4.81	0.61	0.09	0.06	1.33	85	26	267	36	35	84	61	SA
SAB769	C2RMF	3.14	13.47	75.49	5.06	0.61	0.16	0.03	1.72	51	22	253	58	24	115	29	SB2
SAB800	C2RMF	2.98	14.57	73.46	5.38	0.94	0.30	0.03	1.78	63	22	177	159	26	225	35	SC
SAB872	C2RMF	3.19	13.75	75.83	4.81	0.59	0.09	0.05	1.28	85	26	253	29	46	72	60	SA
SAB902	C2RMF	3.04	13.78	75.04	5.28	0.62	0.16	0.03	1.41	51	19	223	49	24	102	25	SB2
SAB903	C2RMF	3.15	13.12	75.99	5.09	0.57	0.13	0.04	1.50	53	21	259	35	23	98	30	SB2
SAB948	C2RMF	3.19	13.94	75.23	4.94	0.60	0.10	0.06	1.55	92	26	265	33	44	82	55	SA
SAB968	C2RMF	3.10	14.51	73.49	5.41	0.92	0.28	0.03	1.80	62	21	187	146	29	233	28	SC
SAB992	C2RMF	3.25	13.63	75.82	4.90	0.58	0.09	0.05	1.28	82	26	279	32	41	83	57	SA

*Teneurs en oxydes : wt% ; teneurs en éléments : ppm*



## Annexe D9

### DONNÉES IS PASSIABIS (SARDAIGNE)

Ech.	Lab.	Na <sub>2</sub> O	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	SiO <sub>2</sub>	K <sub>2</sub> O	CaO	TiO <sub>2</sub>	MnO	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Zn	Ga	Rb	Sr	Y	Zr	Nb	Type
Pau_Sent_4_1	C2RMF	3.27	13.85	75.41	4.87	0.60	0.01	0.05	1.35	88	27	277	34	35	87	55	SA
Pau_Sent_4_2	C2RMF	3.30	14.31	73.34	5.33	0.95	0.28	0.03	1.73	60	22	171	145	26	223	29	SC
Pau_Sent_4_3	C2RMF	3.21	14.28	73.43	5.44	0.87	0.29	0.03	1.70	63	22	192	141	26	255	29	SC

*Teneurs en oxydes : wt% ; teneurs en éléments : ppm*





## Annexe D10

### ANALYSE EN COMPOSANTES PRINCIPALES DONNÉES PIXE

*Valeurs propres :*

	F1	F2	F3	F4
Valeur propre	8.400	2.879	0.657	0.356
Variabilité (%)	64.618	22.145	5.053	2.737
% cumulé	64.618	86.763	91.816	94.553

*Coordonnées des variables :*

	F1	F2	F3	F4
Na <sub>2</sub> O	-0.632	0.362	0.623	0.255
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	0.862	0.454	-0.021	-0.112
SiO <sub>2</sub>	-0.952	-0.274	-0.087	-0.066
K <sub>2</sub> O	0.713	-0.420	-0.247	0.500
CaO	0.902	0.219	0.286	-0.042
TiO <sub>2</sub>	0.976	0.028	0.116	0.006
MnO	-0.694	0.682	-0.092	0.055
Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	0.898	0.279	0.037	0.024
Zn	-0.147	0.941	-0.138	0.086
Ga	0.042	0.884	-0.257	0.050
Rb	-0.931	0.141	-0.042	-0.005
Sr	0.983	0.103	0.059	-0.086
Zr	0.966	0.005	-0.073	-0.023

*Contributions des variables (%) :*

	F1	F2	F3	F4
Na <sub>2</sub> O	4.751	4.551	59.006	18.305
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	8.842	7.167	0.067	3.552
SiO <sub>2</sub>	10.792	2.600	1.165	1.212
K <sub>2</sub> O	6.049	6.124	9.283	70.392
CaO	9.685	1.660	12.408	0.506
TiO <sub>2</sub>	11.335	0.028	2.057	0.012
MnO	5.735	16.167	1.285	0.859
Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	9.604	2.704	0.212	0.157
Zn	0.258	30.791	2.889	2.087
Ga	0.021	27.145	10.026	0.703
Rb	10.327	0.690	0.271	0.007
Sr	11.496	0.372	0.522	2.065
Zr	11.104	0.001	0.808	0.145

*Coordonnées des observations :*

Observation	F1	F2	F3	F4
ARC-URS	-3.594	2.329	-0.396	-0.254
SA44	-3.626	2.469	0.227	-0.192
SA47	-2.979	0.578	-0.652	0.615
SA49	-3.553	1.534	-0.326	-0.102
SA55	-3.522	1.216	-0.095	0.100
SA66	-3.658	1.765	-0.086	0.311
SA67	-3.846	1.387	0.317	0.052
429	-3.131	2.581	-1.869	-0.618
SB 201	-1.876	2.080	0.670	0.178
SB 213B	-1.984	2.068	0.578	-0.028
SB1-08	-1.438	1.435	-0.020	0.303
SB1-52	-1.937	1.439	0.565	0.434
SB1-64B	-1.801	1.106	0.518	0.345
SB1-65	-1.805	1.600	-0.020	0.560
SB 113	-2.736	-1.823	-0.046	-0.067
SB 114	-2.135	-3.211	-0.164	0.396
SB 115	-2.558	-4.028	0.203	-0.069
SB2-48B	-1.524	-3.087	-0.031	0.898
SB2-26B	-2.448	-1.881	0.766	-0.231
SB2-74B	-1.974	-1.560	0.845	-0.002
SB2-75B	-1.399	-3.273	-1.309	0.978

*Coordonnées des observations :*

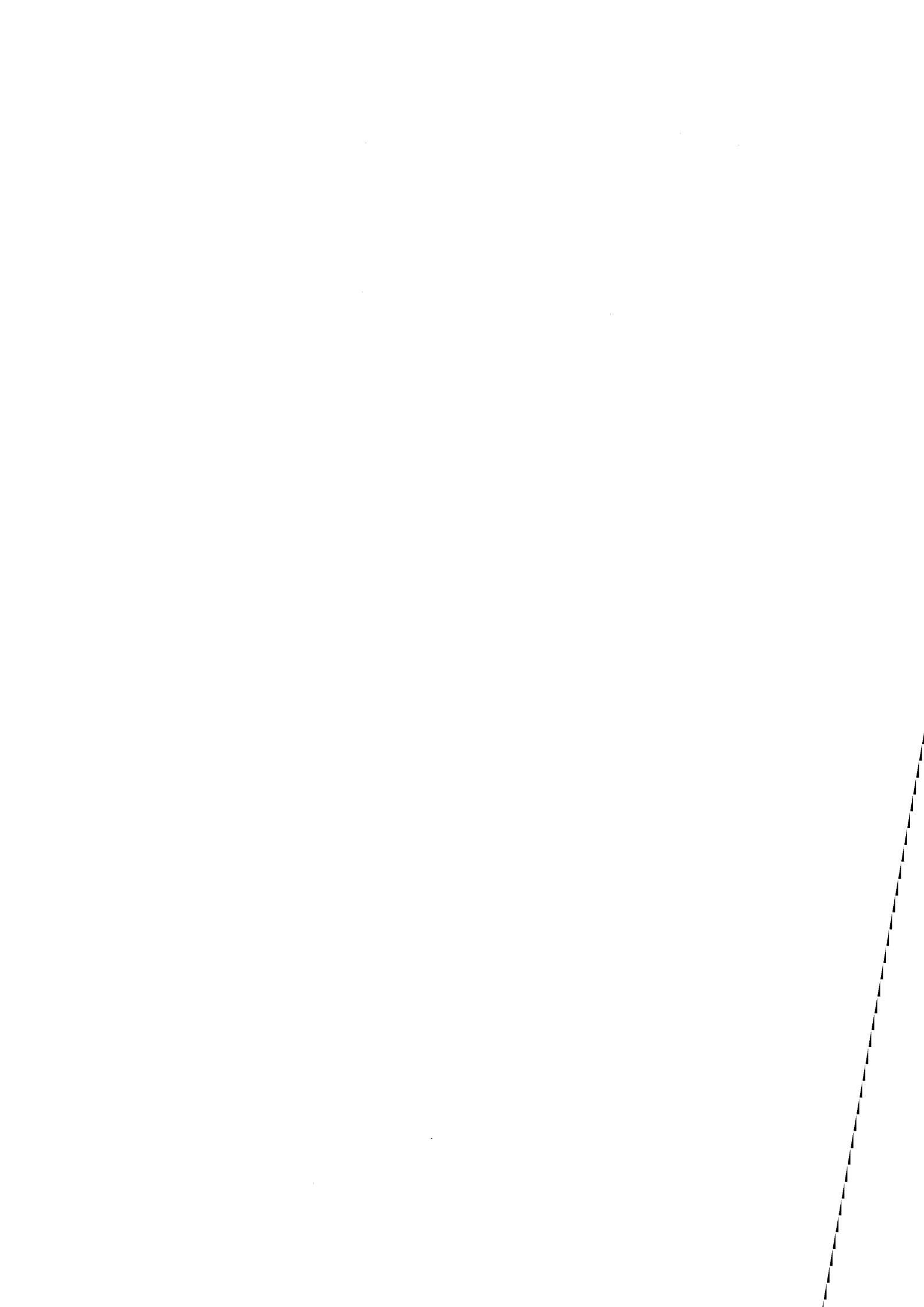
Observation	F1	F2	F3	F4
442	-2.716	-1.544	0.118	-0.798
SB1_06	-2.483	-2.105	0.045	-1.159
SB2_50B	-2.461	-3.318	0.304	-1.517
SC01	2.728	0.023	0.149	0.999
SC02	2.876	0.173	0.742	0.457
SC7A	2.023	-1.105	1.489	0.687
SC9	2.513	-0.240	-0.163	1.434
428	3.020	0.191	0.313	-0.138
430	3.444	-0.000	-0.599	0.073
431	4.288	1.238	0.617	-0.361
432	3.425	0.199	-0.792	-0.028
433	3.301	0.138	-0.721	0.040
435	3.219	0.006	-0.299	0.120
436	3.103	0.527	0.078	-0.194
437	3.120	-0.213	-1.027	0.128
438	3.366	0.842	0.958	-1.156
444	2.909	-0.976	-0.048	0.324
449	2.891	0.860	2.878	-0.214
191	3.511	-0.241	0.052	-0.915
193	2.630	0.270	-0.343	0.051
SCgp1	2.957	0.103	-0.891	-0.055
SCgp2	2.948	0.426	-1.428	-0.858
SCgp3	2.910	0.021	-1.108	-0.528



## **ANNEXE E**

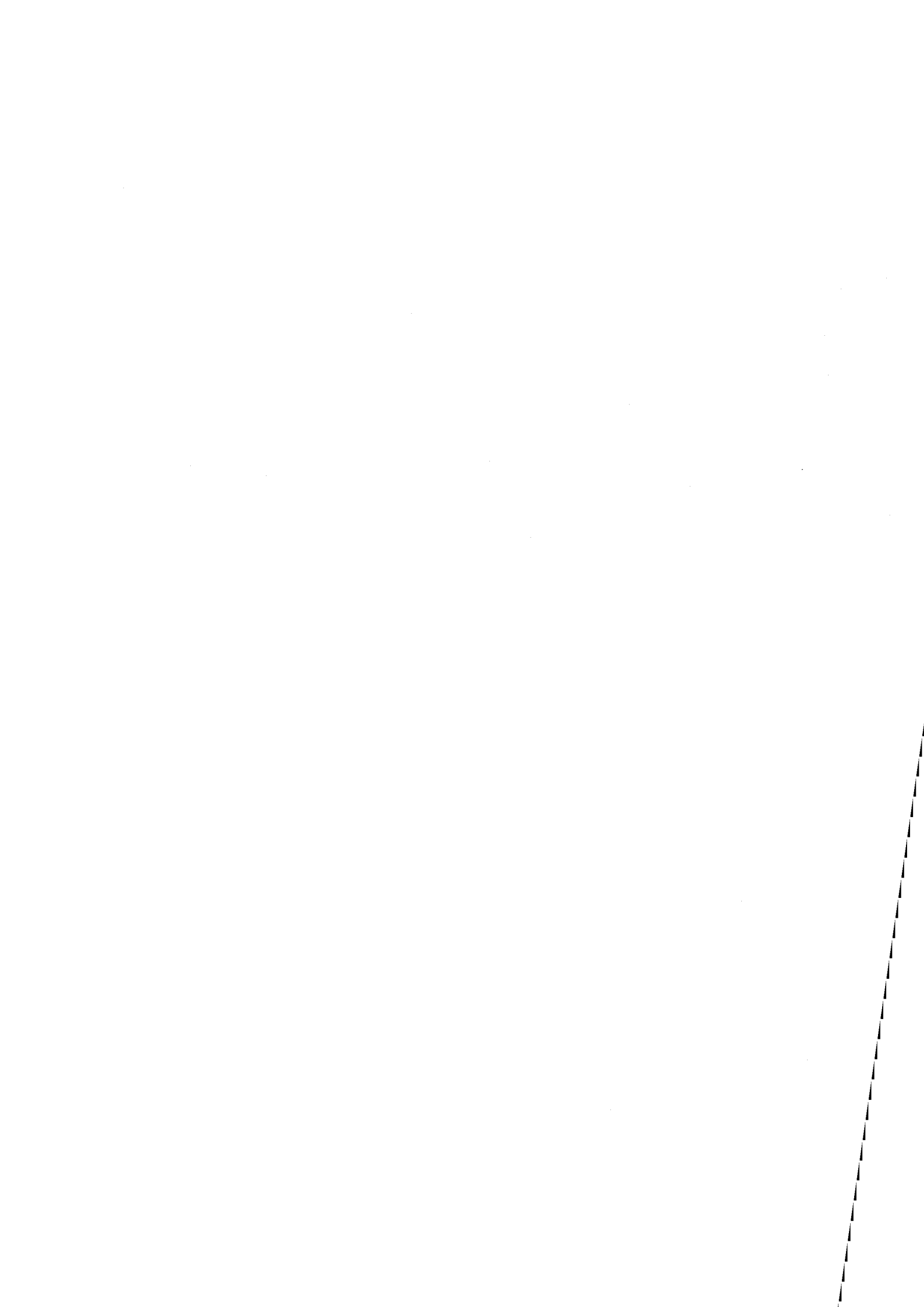
---

### **DÉTAIL DES DONNÉES ANALYTIQUES IR**



	Bande $\delta\text{Si-O-Si}$		Bande $\delta\text{Si-O-X}$	
	Position ( $\text{cm}^{-1}$ )	Aire (U. A.)	Position ( $\text{cm}^{-1}$ )	Aire (U. A.)
SA15	797.690	7.874	737.836	6.115
SA40	797.734	8.255	738.698	6.797
SA44	798.163	8.418	739.096	6.596
SA46	798.711	7.796	739.985	7.506
SA47	798.139	8.324	738.185	6.283
SA49	797.935	7.251	738.576	6.270
SA55	798.316	7.908	738.979	6.738
SA60	798.726	7.659	739.544	7.267
SA66	798.116	7.447	739.004	6.276
SC01	795.673	7.509	734.645	6.464
SC02	795.586	7.000	734.879	6.595
SC21	796.127	7.187	737.507	5.486
SC7a	795.970	7.052	737.042	5.958
SC7b	795.552	7.011	735.681	6.153
SC9	796.145	6.622	736.674	5.925
SC11	795.254	6.374	736.184	5.513
SC12	796.228	6.331	737.072	5.220
103SB1	797.926	5.035	742.932	5.997
105SB1	798.456	4.875	743.336	7.766
111SB1	797.305	5.539	741.475	6.317
117SB1	798.237	6.037	741.188	8.390
120SB1	796.977	5.518	741.043	7.177
119SB2	798.033	5.258	743.331	5.802
124SB2	796.330	4.636	745.742	12.566
126SB2	798.348	6.069	743.587	8.267
128SB2	796.559	5.745	742.669	4.524
138SB2	797.074	5.622	741.492	7.325





## **ANNEXE F**

---

### **DÉTAIL DES DONNÉES ANALYTIQUES RAMAN**



Échantillon	AIRE Q <sup>2</sup> %	AIRE Q <sup>3</sup> %	AIRE Q <sup>4</sup> %	POS Q <sup>2**</sup> cm <sup>-1</sup>	POS Q <sup>3</sup> cm <sup>-1</sup>	POS Q <sup>4</sup> cm <sup>-1</sup>
SA15*	3.38	31.81	64.80	920.2	1020.6	1138.7
	5.69	25.86	68.44	923.4	1018.1	1136.3
	<b>4.54</b>	<b>28.84</b>	<b>66.62</b>	<b>921.8</b>	<b>1019.3</b>	<b>1137.5</b>
151 (SA)	<b>2.70</b>	<b>29.85</b>	<b>67.45</b>	<b>921.1</b>	<b>1021.0</b>	<b>1139.7</b>
SA44	10.39	17.50	72.11	932.7	1017.5	1132.4
	9.30	18.71	71.99	927.8	1014.9	1131.8
	<b>9.85</b>	<b>18.10</b>	<b>72.05</b>	<b>930.2</b>	<b>1016.2</b>	<b>1132.1</b>
SA46	8.19	17.81	74.00	925.6	1013.0	1129.0
	3.23	19.59	77.18	928.4	1012.1	1132.6
	<b>5.71</b>	<b>18.70</b>	<b>75.59</b>	<b>927.0</b>	<b>1012.5</b>	<b>1130.8</b>
SA49	4.94	26.29	68.76	924.1	1018.5	1136.7
	2.28	21.68	76.03	931.5	1015.7	1134.8
	<b>3.61</b>	<b>23.99</b>	<b>72.40</b>	<b>927.8</b>	<b>1017.1</b>	<b>1135.8</b>
SA55	5.75	23.18	71.08	931.2	1020.1	1135.7
	5.64	25.43	68.93	929.5	1021.1	1136.6
	<b>5.70</b>	<b>24.30</b>	<b>70.00</b>	<b>930.4</b>	<b>1020.6</b>	<b>1136.1</b>
SA60	3.11	33.02	63.88	919.2	1025.4	1144.9
	2.63	31.03	66.34	918.5	1022.0	1140.4
	2.47	31.46	66.07	918.1	1021.9	1140.5
	<b>2.74</b>	<b>31.84</b>	<b>65.43</b>	<b>918.6</b>	<b>1023.1</b>	<b>1141.9</b>
SA66	3.77	19.91	76.32	930.9	1015.8	1134.2
	3.53	23.92	72.55	925.7	1016.6	1135.7
	<b>3.65</b>	<b>21.92</b>	<b>74.43</b>	<b>928.3</b>	<b>1016.2</b>	<b>1134.9</b>
109 (SB1)	<b>6.89</b>	<b>20.79</b>	<b>72.31</b>	<b>915.9</b>	<b>1006.3</b>	<b>1127.0</b>
117 (SB1)	4.79	19.02	76.19	918.6	1004.7	1126.5
	5.43	21.12	73.45	918.3	1010.9	1130.1
	<b>5.11</b>	<b>20.07</b>	<b>74.82</b>	<b>918.5</b>	<b>1007.8</b>	<b>1128.3</b>

Échantillon	AIRE Q <sup>2</sup> %	AIRE Q <sup>3</sup> %	AIRE Q <sup>4</sup> %	POS Q <sup>2**</sup> cm <sup>-1</sup>	POS Q <sup>3</sup> cm <sup>-1</sup>	POS Q <sup>4</sup> cm <sup>-1</sup>
119 (SB2)	10.73	22.96	66.31	932.6	1018.1	1131.2
	3.92	30.06	66.01	926.7	1015.6	1133.8
	<b>7.32</b>	<b>26.51</b>	<b>66.16</b>	<b>929.7</b>	<b>1016.9</b>	<b>1132.5</b>
128 (SB2)	11.15	20.24	68.61	937.2	1020.1	1132.4
	11.36	20.84	67.80	933.6	1020.5	1134.4
	<b>11.25</b>	<b>20.54</b>	<b>68.20</b>	<b>935.4</b>	<b>1020.3</b>	<b>1133.4</b>
SC02	<b>4.11</b>	<b>31.23</b>	<b>64.66</b>	<b>915.4</b>	<b>1017.3</b>	<b>1133.4</b>
SC04	5.25	27.91	66.85	919.2	1019.1	1132.1
	4.27	25.60	70.13	920.4	1017.1	1130.9
	<b>4.76</b>	<b>26.75</b>	<b>68.49</b>	<b>919.8</b>	<b>1018.1</b>	<b>1131.5</b>
SC11	4.31	38.95	56.73	919.5	1028.7	1140.6
	5.47	39.37	55.16	914.0	1029.3	1141.5
	<b>4.89</b>	<b>39.16</b>	<b>55.95</b>	<b>916.8</b>	<b>1029.0</b>	<b>1141.1</b>
SC12	5.68	18.29	76.03	922.3	1005.3	1119.7
	5.41	23.19	71.40	927.6	1017.2	1134.8
	<b>5.55</b>	<b>20.74</b>	<b>73.71</b>	<b>924.9</b>	<b>1011.3</b>	<b>1127.3</b>
SC15	9.66	25.56	64.79	932.0	1021.3	1135.5
	5.76	27.11	67.14	926.6	1018.2	1137.3
	<b>7.71</b>	<b>26.33</b>	<b>65.96</b>	<b>929.3</b>	<b>1019.7</b>	<b>1136.4</b>
SC7A	13.18	14.96	71.86	937.4	1022.4	1127.7
	5.26	27.59	67.15	915.2	1012.9	1132.9
	7.59	22.47	69.95	925.5	1016.3	1131.7
	<b>8.68</b>	<b>21.67</b>	<b>69.65</b>	<b>926.0</b>	<b>1017.2</b>	<b>1130.8</b>
SC7B	3.51	30.99	65.51	923.2	1019.9	1135.5
	5.84	31.68	62.49	921.5	1023.2	1137.1
	<b>4.67</b>	<b>31.33</b>	<b>64.00</b>	<b>922.3</b>	<b>1021.5</b>	<b>1136.3</b>

\* : En gras : valeurs moyennes retenues – lorsque deux ou trois points de mesure ont été effectués (Le Bourdonnec, 2003).

\*\* : POS = Position.

îles	Échantillon*	AIRE Q <sup>2</sup>	AIRE Q <sup>3</sup>	AIRE Q <sup>4</sup>	POS Q <sup>2***</sup>	POS Q <sup>3</sup>	POS Q <sup>4</sup>
		%	%	%	cm <sup>-1</sup>	cm <sup>-1</sup>	cm <sup>-1</sup>
Sardaigne**	ARC-URS	4.06	24.96	70.98	924.5	1021.0	1135.4
	M-Arci 4.8	5.25	26.35	68.40	923.3	1019.8	1135.2
	M-Arci 6.8	4.12	25.83	70.05	929.0	1022.0	1136.5
Pamarola	N-Palm	5.27	35.66	59.07	916.4	1011.8	1135.6
	N-PalSSil.	8.60	36.68	54.72	943.7	1015.0	1136.1
	N-PalPV	19.36	24.16	56.48	964.0	1025.3	1133.5
Lipari	LIP R. R.	2.50	43.27	54.23	925.3	1016.5	1141.0
	LIP F. V.	1.81	47.91	50.28	930.4	1015.2	1140.2
	LIP F. V.	3.44	44.03	52.53	934.4	1014.7	1138.4
Pantelleria	PAN-BTO	49.01	21.43	29.56	985.7	1068.2	1129.8
	PAN BT5	49.68	19.73	30.59	986.7	1069.2	1129.1
	PAN PA10	48.67	20.04	31.30	987.4	1069.1	1128.3
	PAN-PA10-N	48.36	23.55	28.09	985.6	1068.6	1132.0

\* Bellot-Gurlet, 2002 (comm. pers.)

\*\* Les trois échantillons sardes appartiennent au groupe géochimique SA.

\*\*\* POS = Position.

## Résumé

L'OBSDIENNE a été une matière première très prisée de l'industrie lithique préhistorique. C'est pourquoi il n'est pas rare de la trouver dans des gisements archéologiques éloignés de ses gîtes primaires volcaniques ou des dépôts secondaires qui en découlent. La détermination de l'origine des obsidiennes 'archéologiques', qui apporte des éléments originaux à la connaissance du mouvement des hommes et de leurs échanges dans un passé lointain, est donc devenue indispensable à l'archéologie préhistorique.

Ce travail porte sur la provenance des obsidiennes du Paléolithique inférieur de Melka Kunturé (Éthiopie) et du Néolithique de Corse et de Sardaigne. L'approche choisie est celle de la composition élémentaire. En Méditerranée occidentale, nous montrons et avons utilisé les potentialités des analyses sous faisceaux d'ions (PIXE), nous introduisons les caractérisations par spectroscopie en dispersion d'énergie pour les analyses par fluorescence-X en microscopie électronique à balayage, -dont jusque là les capacités avaient été mises en doute pour les études de provenance-, et nous confirmons celles de la microsonde électronique (EMP) en dispersion de longueur d'onde. Nous montrons que des approches alternatives sont possibles par microspectroscopie Raman et spectroscopie InfraRouge à transformée de Fourier. A Melka Kunturé, une première approche par EMP a été réalisée.

Les recherches de provenance d'obsidiennes archéologiques sous-entendent une bonne connaissance des gîtes de la matière première. Ces derniers étaient imparfaitement connus dans les régions d'intérêt de ce travail. Nous avons donc contribué à la réalisation de cartes des sources primaires et des dépôts secondaires associés au Monte Arci (Sardaigne) et, pour partie, celles du massif de Balchit (Éthiopie). En Sardaigne, nous montrons comment une étude combinée des caractéristiques morphologiques et des caractérisations géochimiques des artefacts en obsidiennes peut éventuellement permettre de préciser le type de sources de matière première, primaire ou/et secondaire, utilisées par les néolithiques.

Des études de provenance ont été réalisées pour six sites néolithiques de Corse et deux en Sardaigne. Lorsqu'il a été possible de travailler de façon exhaustive sur de grandes séries, comme pour le Néolithique ancien sarde, la combinaison entre études typo-technologique et de provenance permet de montrer que certains produits finis peuvent procéder de chaînes opératoires impliquant des types spécifiques d'obsidienne ou/et des sources différentes (primaires *vs.* secondaires) pour un même type. Ce type de recherches, portant sur de grandes séries d'échantillons et qui n'avait pas été mené auparavant, permet de proposer -et permettra prochainement de tester- des hypothèses de travail sur l'économie régionale de cette matière première.

Dans le secteur de Melka Kunturé, considéré actuellement comme témoignant de la plus ancienne utilisation massive d'obsidienne qui soit connue, les recherches sont moins avancées. Cependant, les données actuelles indiquent que les obsidiennes utilisées par l'*Homo erectus* il y a environ 1 Ma à Simbiro III proviendraient peut-être intégralement de celles produites dans le massif peu éloigné de Balchit.

**Mots-clés :** Archéométrie / Obsidienne / EMP-WDS / SEM-EDS / PIXE / Spectroscopie Raman / Spectroscopie IR / Provenance / Paléolithique / Néolithique / Éthiopie / Corse / Sardaigne.

## Abstract

OBSDIANS were one of the preferred raw materials of the Prehistoric lithic industry. This is why it is not surprising to find obsidian artefacts in archaeological sites located far from any obsidian primary source or associated secondary deposits. Thus, the sourcing of 'archaeological' obsidians, which brings original information on the movements of men and on their exchanges in a distant past has become a compulsory component of Prehistoric archaeology.

This work deals with the provenance of obsidians from the lower Palaeolithic of Melka Kunturé (Ethiopia) and from the Neolithic of Corsica and Sardinia. The approach selected is based on the obsidian elemental composition. In the Western Mediterranean, we showed and used the potentialities of ion beam analysis ('PIXE'), we introduced the characterization by energy dispersive spectrometry for analyses by X-ray fluorescence with a scanning electron microscope, whose capabilities had been denied until now for sourcing purposes, and we confirm those of electron microprobes operating with wavelength dispersion spectrometers. We also show that alternative approaches are possible with Raman microspectroscopy and with Fourier transform InfraRed spectroscopy.

Sourcing studies are meaningful once potential obsidian sources are well known, which was not the case in our regions of interest. Thus we contributed to the mapping of primary and secondary obsidian sources of the Monte Arci (Sardinia) and partly of the Balchit (Ethiopia) massif. In Sardinia, we showed how a coupled typo-technological and provenance study of artefacts may allow one to precise the type of raw material source, primary or secondary, which was exploited by Neolithic men.

Provenance studies were realized for six Corsican sites and two Sardinian sites. When it was possible, as for the early Neolithic of Sardinia, to work on large sample collections, the association of a typo-technological characterization with the sourcing of all artefacts revealed that some 'final products' may have resulted from *chaînes opératoires* involving specific obsidian types or/and, for a given type, different sorts of sources (primary *vs.* secondary). This kind of research, based on large sample collections, which had not been done previously, allowed to propose -and thereafter to test in a near future- hypotheses as regards the regional economy of this raw material during the early Neolithic.

At Melka Kunturé, which testifies to the earliest known large use of obsidian, the work is in a less advanced stage. However, the present data suggest that the obsidians used by *Homo erectus* about 1 Ma ago at Simbiro III might have been only those produced within the nearby Balchit massif.

**Key-words :** Archaeometry / Obsidian / EMP-WDS / SEM-EDS / PIXE / Raman spectroscopy / IR spectroscopy / Origin / Paleolithic / Neolithic / Ethiopia / Corsica / Sardinia.