



HAL
open science

Étude intégrée de l'art pariétal : construction d'un dialogue entre taphonomie et matières colorantes

Emilie Chalmin

► To cite this version:

Emilie Chalmin. Étude intégrée de l'art pariétal : construction d'un dialogue entre taphonomie et matières colorantes. Environnement et Société. Université Savoie Mont Blanc, 2023. tel-04335987

HAL Id: tel-04335987

<https://sde.hal.science/tel-04335987>

Submitted on 11 Dec 2023

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.



Distributed under a Creative Commons Attribution - NonCommercial - NoDerivatives 4.0 International License

Manuscrit HDR



Pour obtenir le diplôme d'

HABILITATION à DIRIGER des RECHERCHES

de l'UNIVERSITÉ SAVOIE MONT BLANC

Spécialité : Chimie

Arrêtés ministériels des 23 novembre 1988 et 13 février 1992

Présenté par **Emilie Chalmin**

Étude intégrée de l'art pariétal : construction d'un dialogue entre taphonomie et matières colorantes

HDR soutenue publiquement le **07 Novembre 2023**,
devant le jury composé de :

Mme, Lucile, BECK

DR, LMC14, Paris Saclay, CNRS, CEA, UVSQ, Rapporteur

Mme, Maguy, JABER

PR, LAMS, Sorbonne Université, Rapporteur

M, Diego, GÁRATE MAIDAGAN

PR, Instituto Internacional de Investigaciones Prehistóricas de Cantabria,
Université de Cantabrie, Rapporteur

Mme, Anita, QUILES

IR-HDR, Institut Français d'Archéologie Orientale, Le Caire, Membre

Mme, Esther, LÓPEZ-MONTALVO

CR-HDR, TRACES UMR5608 - CNRS, Membre

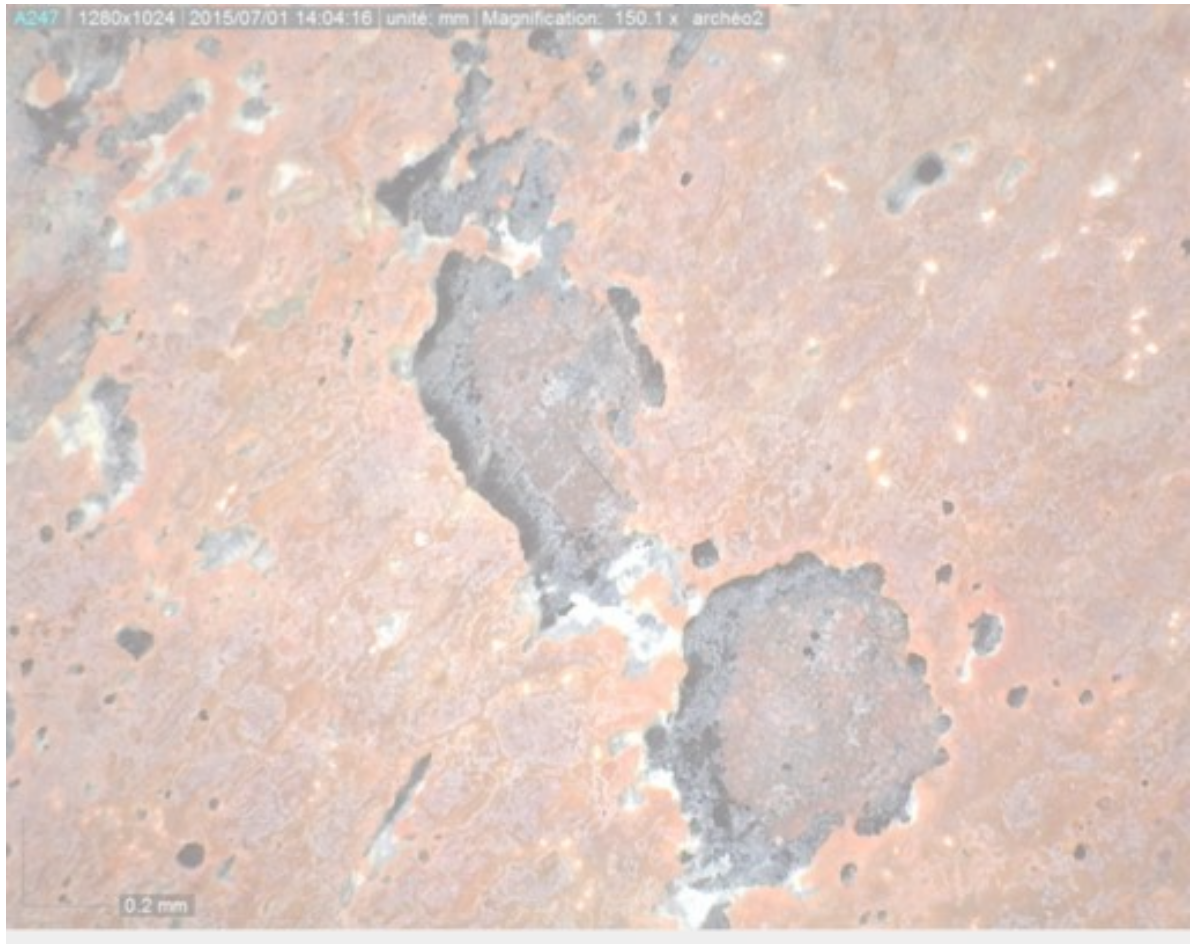
Mme, Hélène, SALOMON

CR, EDYTEM UMR5204 - CNRS, Invité

M, Jean-Jacques, DELANNOY

PR, EDYTEM UMR5204 - USMB, Président

Étude intégrée de l'art pariétal : construction d'un dialogue entre taphonomie et matières colorantes



Manuscrit d'habilitation à diriger des recherches

Emilie Chalmin

2023



« Cueille tes jours comme on cueille les fleurs et donne à chacun sa plus belle couleur »

Horace, Odes I

traduit librement et mise en musique par Etienne du Chemin 1161

Sommaire

SOMMAIRE	5
AVANT-PROPOS	9
REMERCIEMENTS	11
INTRODUCTION : UNE RENCONTRE	15
I. QUE SAIT-ON DES MATIÈRES COLORANTES AUJOURD’HUI ?	23
I.1. Historique des recherches des matières colorantes dans l’art pariétal	25
I.1.1. Les toutes premières recherches	25
I.1.2. De l’étude des matières colorantes à leur chaîne opératoire	29
I.1.3. Les méthodes	31
I.1.4 ... vers une évolution des questionnements	32
I.2. Des éléments de réponse	34
I.2.1. Les pigments	34
I.2.2. La provenance des matières colorantes	38
I.2.3. Les modes de préparation	44
I.2.4. Les modes d’application	50
I.2.5. La datation	52
I.2.6. La vulnérabilité/ conservation	55
I.2.7. L’état de paroi et l’altération des figurations	56
I.3. La nécessité d’aller plus loin	67
I.4. Conclusion : les verrous à lever	71
I.4.1. Question de terminologie	71
I.4.2. Accès aux objets d’étude	72
I.4.3. Comprendre l’altération des parois ornées	73
I.4.4. Comprendre l’altération des matières colorantes	73
I.4.5. Référencement géologique	75
I.4.6. Inter-comparaison des données	76
II. CONSTRUCTION D’UNE APPROCHE INTÉGRÉE	77
II.1. Construction d’une terminologie	79
II.2. Application de l’approche intégrée à l’étude des matières colorantes	83

II.2.1. Application de l'approche analytique aux échantillons géologiques : la recherche de sources d'approvisionnement	85
II.2.2. Application de l'approche analytique à l'étude des vestiges archéologiques : la recherche d'indices de transformation	96
II.2.3. L'approche intégrée appliquée à l'étude de la paroi : dialogue entre taphonomie et matière picturale	101
II.2.4. Établir une comparaison entre matières pour construire leurs trajectoires	117
II.3. Vers l'organisation et le partage des données	120
II.3.1. L'organisation des données	120
II.3.2. Les outils partagés pour une pratique quotidienne de l'approche intégrée	122
II.3.3. La conception d'un modèle de données spécifiques	125
II.3.4. Ouverture vers le web sémantique dans le domaine des sciences du Patrimoine	129
II.4. Conclusion : l'apport de la physico-chimie à l'approche intégrée	134
III.ÉTUDE INTÉGRÉE DE L'ART PARIÉTAL : DE L'AUSTRALIE AUX ALPES	141
III.1. Les terres d'Arnhem, Australie	143
III.1.1. Contexte	143
III.1.2. Problématique	144
III.1.3. JSARN-124 ou Genyornis	146
III.1.4. Nawarla Gabarmang	150
III.2. La grotte aux points	154
III.2.1. Contexte	154
III.2.2. Problématique	155
III.2.3. Identification des sources d'approvisionnement	157
III.3. Les sites d'art rupestre schématique holocène	160
III.3.1. Le Rocher du Château (Bessans)	162
III.3.2. Le Trou de la Féclaz (St Jean-d'Arvey)	167
III.4. Le site de Chuchuwayha (Colombie britannique - Canada)	177
III.4.1. Contexte et problématique	177
III.4.2. Présentation du site	178
III.4.3. Analyse des matières colorantes	181
III.4.4. Perspectives	189
III.5. Conclusion sur l'intérêt d'une approche intégrée pour l'étude des sites ornés	190
IV.LES PERSPECTIVES : VERS UNE CARTOGRAPHIE ANALYTIQUE	194
IV.1. Cartographie analytique	195
IV.1.1. Le relevé taphonomique	198
IV.1.2. Complémentarité des approches in situ et synchrotron	198
IV.1.3. L'imagerie hyper-spectrale	200

IV.1.4. Les attendus d'une cartographie analytique	204
IV.2. Optimisation des acquisitions et des traitements des données géochimiques	206
IV.3. Conclusion	209
V. LA PHYSICO-CHIMIE ET LE DÉVELOPPEMENT MÉTHODOLOGIQUE AU SERVICE D'AUTRES PROBLÉMATIQUES : UNE DIGRESSION NÉCESSAIRE	212
V.1. Recherche des matières organiques naturelles dans les archives naturelles	214
V.1.1. Contexte et problématique	214
V.1.2. Méthodologie	216
V.1.3. Mécanismes d'insertion de la MO dans la calcite	218
V.1.4. Le mondmilch : première approche d'un système naturel	222
V.1.5. Le S comme traceur de matière organique dans les stalagmites	223
V.1.6. Estimation des teneurs en carbone organique dans les stalagmites	223
V.1.7. Spéciation du P dans les sédiments lacustres	225
V.2. Conclusion	226
CONCLUSION GÉNÉRALE - UNE DÉCLINAISON DE TRAJECTOIRES	228
BIBLIOGRAPHIE	232
I. Matières colorantes et art pariétal	232
II. Matières organiques naturelles	265
BILAN DES ACTIVITÉS	268
I. Encadrement, projets et animation scientifique	268
I.1. Encadrement doctoral et scientifique	268
I.2. Responsabilités scientifiques	269
I.3. Missions	271
I.4. Participation à l'évaluation de la recherche	271
I.5. Participation aux jurys et comités de pilotage de thèse	272
I.6. Participation à un réseau de recherche (depuis 2009)	272
I.7. Diffusion et vulgarisation de la recherche (depuis 2009)	273
I.8. Organisation de manifestations scientifiques (depuis 2009)	273
II. Bilan des activités administratives	275
II.1. Présentation synthétique des responsabilités	275
II.2. Responsabilités administratives	275
II.3. Responsabilités et mandats locaux ou régionaux	276
III. Bilan des activités d'enseignement	277

III.1. Présentation synthétique de l'activité d'enseignement	277
III.2. Projet d'une formation autour des Sciences du Patrimoine	283
III.2.1. Module pour l'école doctorale	283
III.2.2. Formation en réseau	283
IV. Liste des productions scientifiques	284
IV.1. Thèse	284
IV.2. Liste des articles avec comité de lecture	284
IV.3. Liste des articles sans comité de lecture	286
IV.4. Liste des chapitres d'ouvrage	286
IV.5. Liste des actes de colloque	287
IV.6. Rapports de fouille	287
IV.7. Communications orales (depuis 2010)	288
IV.8. Posters (depuis 2010)	290
TABLE DES FIGURES	292
TABLE DES TABLEAUX	298
ANNEXES	300
AI. Tableau des méthodes analytiques couramment utilisées pour l'analyse des matières colorantes	300
AII. Fiches synoptiques des principaux projets en cours	303
AII.1. PIGMENTOTHEQUE	304
AII.2. COLOR-SOURCES	310
AII.3. PATRIMALP	313
AII.4. MIRA	315
AII.5. SEMIOTIC	319
AIII. Résumés des sujets de thèse co-dirigée	323
AIII.1. Géraldine Castets (2013-2017)	323
AIII.2. Claire Chanteraud (2016-2020)	325
AIII.3. Fatima Danash (2019 - 2023)	326
AIII.4. Julien Jacquet (2020-2023)	329
AIII.5. Aurélie Chassin de Kergommeaux (2020-2023)	332
AIII.6. Coline Théron (2022-2025)	335
ABSTRACT	336
RÉSUMÉ	337

Avant-propos

Depuis ma première rencontre avec l'art pariétal au début de mon doctorat, la première impression laissée face aux parois ornées demeure et ne cesse de s'amplifier. Les traces et les figures laissées sur les parois révèlent gestes et intentions de sociétés disparues. Qui a laissé ces traces qui nous sont parvenues ? Celles-ci ont-elles été spontanées, préméditées, intentionnelles, réfléchies collectivement ? Que nous racontent-elles des individus qui les ont produites ? Peut-on généraliser les choix collectifs et l'organisation d'une société à partir des traces laissées par certains individus ? Bien que la plupart de ces questions resteront à jamais sans réponse, notre quête est bien de s'en approcher en utilisant ici les indices laissés dans les matières colorantes.

Apprendre à connaître les matières que ces individus ont récoltées, travaillées, façonnées et réduites en poudre ne fait que renforcer mes interrogations sur leurs connaissances et leurs savoir-faire et oblige à remettre en question nos façons d'appréhender la question du « comment ». Depuis l'étude des matières colorantes noires du Paléolithique supérieur dans le cadre de ma thèse, je me suis familiarisée et ai développé un vaste panel de techniques analytiques (microscopiques, spectroscopiques, de laboratoire, sur grands instruments) tout en prenant de plus en plus de recul vis-à-vis de l'approche et des méthodes mises en œuvre pour aborder, étudier et analyser la complexité de ces matériaux archéologiques. Tout au long de ce mémoire je vais présenter l'évolution de mon approche en lien avec les projets de recherche dans lesquels j'étais et suis impliquée. Cette approche se veut de plus en plus intégrative en convoquant et en croisant les questionnements des archéologues et les apports et problématiques des autres disciplines (géomorphologie, sédimentologie, datation, physique, géologie, mais aussi informatique, histoire de l'art ...). Il semble désormais indispensable d'intégrer les travaux portant sur la matérialité de ces matières colorantes dans un discours plus large visant la documentation, la caractérisation et la compréhension des productions et des pratiques des sociétés passées et de leur environnement. Il s'agit d'éprouver une vision clairement transdisciplinaire pour aborder non plus seulement un tracé sur une paroi mais bien un objet élaboré et complexe dans sa diversité et sa globalité à l'échelle d'un abri-sous-roche, d'une grotte ou d'un ensemble de sites, placés dans leur environnement géographique et géologique.

La rédaction de ce mémoire se situe à un moment clé dans la dynamique de mes recherches, permettant à la fois de faire le bilan des travaux que j'ai menés jusqu'à présent, le plus souvent dans le cadre de nombreuses collaborations scientifiques et de tracer les grandes lignes qui structurent mes travaux actuels et à venir. Il s'agit de faire le point sur une trajectoire de recherche en l'insérant dans un collectif. Cette synthèse de mes travaux et leur projection répond à une volonté d'accompagner les jeunes chercheurs vers de nouveaux chantiers porteurs à partir de l'ensemble de mes activités d'enseignement et expériences de pilotage de la recherche.

Sans modèle imposé ou de standard suggéré, l'organisation du manuscrit s'articule autour de thématiques pour rendre compte de mes travaux de chimiste s'inscrivant dans le dialogue entre archéologie et science de l'environnement. Ce mémoire est jalonné des principaux résultats de mes recherches qui s'insèrent dans un travail à la fois à l'échelle d'une communauté d'archéomètres, à l'échelle de collectifs menant des recherches sur des sites d'étude ou de problématiques spécifiques et à l'échelle d'un laboratoire.

L'enseignement poursuit ce parcours scientifique en intégrant mon implication pédagogique auprès d'étudiants, dans le département de Chimie mais aussi dans une démarche de transfert et de formation à destination du milieu de la recherche.

Le champ de recherche consacré aux sites ornés se développe en tentant un dialogue entre forme, temps et matière. Il s'agit ici de présenter les pré-requis illustrés d'exemples en faisant une synthèse des connaissances sur les matières colorantes utilisées dans l'art pariétal. Ces connaissances ont guidé ma recherche, et mes travaux actuels continuent de les réinterroger. Cette synthèse est déployée pour clarifier la sémantique des matières colorantes, qui est marquée par une riche polysémie, mais aussi pour proposer de nouvelles formulations des problématiques. Un regard critique est porté sur l'adéquation entre problématiques et méthodes mises en œuvre pour les traiter. Renforcer le socle de l'approche analytique, en réponse à ces problématiques renouvelées est essentiel pour aborder aussi bien les questions relatives aux provenances, aux modes de préparation, d'application et d'altération des matières picturales que les questions qui ont trait aux matières colorantes découvertes en contextes archéologique et géologique. Ce point crucial de mes travaux passés et en cours est d'autant plus essentiel dans la construction des projets à venir, tant pour mes propres travaux et dans l'accompagnement des jeunes chercheurs qu'il bénéficie d'un intérêt et d'une attention croissante dans le champ des recherches préhistoriques et archéométriques. Une synthèse des différents résultats obtenus au cours de ces années de recherche sur différents sites d'étude permet alors d'illustrer les questions encore en cours et les perspectives de ce travail.

Enfin, l'expérience de mener des travaux de recherche dans un laboratoire pluri et interdisciplinaire comme EDYTEM a eu une forte incidence sur ma façon de travailler et me permet aujourd'hui de proposer un projet de recherche résolument inscrit dans l'approche interdisciplinaire en y intégrant les problématiques liées aux matières colorantes dans un contexte résolument diachronique et multi-matières. Cette dynamique s'inscrit de plus dans une volonté forte de participer au développement de sciences du patrimoine à l'échelle locale pour une visibilité nationale et internationale.

Remerciements

Au gré des rencontres

Je profite de l'occasion qui m'est offerte par l'écriture de ce manuscrit pour remercier toutes les personnes qui m'ont accompagnée depuis mes débuts dans la recherche, qui m'ont guidée, inspirée et fait confiance jusqu'à ce jour.

Tout d'abord, je remercie chaleureusement Lucile Beck, Maguy Jaber et Diego Garate, qui ont accepté d'évaluer ce mémoire. Merci à Anita Quiles et Esther López-Montalvo d'avoir accepté l'invitation à participer au jury, vos avis seront précieux.

Je ne saurais comment exprimer ma gratitude envers Jean-Jacques Delannoy et Hélène Salomon pour leur soutien quotidien, leur richesse intellectuelle et leur loyauté scientifique. Merci d'être à mes côtés.

Jean-Jacques m'a d'abord tendu la main en tant que directeur de laboratoire, m'a conseillée et encouragée pour préparer mon recrutement au sein du laboratoire EDYTEM, puis m'a laissée prendre une place privilégiée dans le laboratoire. Je ne le remercierai jamais assez de m'avoir donné l'opportunité de travailler avec Bruno David sur les sites australiens. Bruno est un scientifique brillant, exigeant, avec une grande bienveillance et une véritable humilité. Il m'a confié un rôle au sein de son équipe et une opportunité de rédiger deux chapitres dans l'ouvrage collectif qu'il a dirigé dans Oxford handbook, un immense privilège.

Jean-Jacques est également un compagnon de voyage qui m'a ouvert sur le monde du karst, de la géomorphologie et surtout sur la pratique de l'interdisciplinarité et de l'approche intégrée. Nous formons un duo très complémentaire dans l'encadrement des doctorants. Son amitié, son écoute et ses conseils sont précieux. La trace que tu laisses dans mon esprit est aussi ancrée que les traces retrouvées sur les parois d'une grotte !

Merci Hélène d'avoir rejoint le navire pour donner une place encore plus forte aux matières colorantes au sein du laboratoire EDYTEM. Nous formons un tandem depuis plus de vingt ans, tu es mon extension cérébrale! Force tranquille, à l'écoute et toujours motivée, c'est une chance de t'avoir comme amie.

Bien qu'arrivée plus récemment à EDYTEM, Claudia Defrasne tient une place particulièrement privilégiée dans mon entourage scientifique et personnel. Merci pour la confiance accordée et de m'offrir la possibilité de travailler sur des sites exceptionnels dans de si bonnes conditions. Tes encouragements et tes conseils sont toujours appréciés !

Mon arrivée au sein du laboratoire EDYTEM n'aurait pu se faire sans l'intervention de Yves Perrette. Une première collaboration sur les calcites d'Arcy-sur-Cure, sur son MUESLI, a été l'occasion de construire un projet CNRS, une série d'articles et une belle amitié, ainsi que de découvrir des musiques du monde pendant notre colocation de bureau !!

Merci à Jérôme Poulenard d'avoir partagé mon bureau pendant de nombreuses années, pour m'avoir initiée aux sciences du sol et de continuer à partager ton enthousiasme sur le sujet. Grâce à toi, j'encadre depuis bientôt 10 ans des TP sur la capacité cationique des sols !!

Le laboratoire EDYTEM ne serait rien sans les personnes qui le font vivre! Je remercie tous les directeurs (Jean-Jacques Delannoy, Fabien Arnaud puis Yves Perrette) qui se sont succédé pour avoir soutenu la place du rouge et de l'archéologie. Je me souviens particulièrement du

soutien apporté par Dominique Gasquet lors de ma déconvenue suite au résultat de mon concours CNRS en 2009. Merci d'avoir toujours été là depuis ainsi que pour tes conseils et précisions sur le vaste monde de la géologie. Merci à toi Dominique et Magali pour le partage de connaissance sur la géologie. C'est un grand plaisir de pouvoir encadrer la thèse d'Aurélien Chassin de Kergommeaux avec une spécialiste de minéralisation! merci Magali.

Les cailloux rouges ne sauraient révéler leur secret sans la dextérité de Fayçal Soufi pour les couper et les polir. Heureusement que tu as pu transmettre ton savoir-faire à Wafaa Bouits, qui a bien pris le relais depuis ton départ à la retraite. Merci à vous !

Anne-Lise Develle tient une place importante dans mon quotidien, dans le bureau que nous partageons, mais aussi dans son expertise de l'analyse en spectroscopie. Un joyeux « Pump it up » pour te remercier.

Merci à « notre » sherpa sympa, Manu Malet, toujours prêt à rendre service, efficace et de très bonne compagnie. Je suis ravie que tu aies fini par venir sur les sites ornés avec nous, et pas seulement pour les(la) jolie(s) fille(s) !

Merci à Grégory Chatel d'avoir été mon binôme dans la direction de l'équipe Matières, ce qui nous a permis de faire dialoguer chimie verte et matière rouge ! Merci à tous les membres de l'équipe Matières pour leur implication.

Merci fidèle Cécile Pignol, de me guider dans le monde ingrat de la donnée !

Carole, Christine, Cindy et Laurie, la gestion des comptes, les ordres de missions et les recrutements n'ont plus aucun secret pour vous. Merci pour votre aide quotidienne.

Je remercie Pauline Martinetto, amie de longue date avec qui nous avons enfin réussi à travailler ensemble au démarrage du projet Patrimalp. Nous avons commencé autour des rayons X à l'Institut Néel, puis à l'ERSF pour désormais les emmener sur le terrain ! Je me réjouis de co-encadrer la thèse de Coline Théron à tes côtés avec Claudia. Sans oublier Pierre Bordet, sa bienveillance et sa grande disponibilité, merci à toi.

Je remercie chaleureusement tous les autres membres du collectif de Patrimalp : Laurence Rivière, Véronique Adam, Nicolas Holzschuch, Catherine Dejoie, Danièle Ziebelin et nouvellement arrivé Bernard Schmitt. Merci Bernard de m'avoir ouvert les vastes portes du spectre du visible vers l'infrarouge. Je découvre avec toi, non pas l'étendue de l'astrophysique, mais l'infinité de décrypter le spectre et l'image hyperspectrale ! Tu fais preuve d'une grande pédagogie et tout semble simple avec toi (on sait très bien que ce n'est pas vrai !). Toujours prêt pour le terrain et l'aventure au grand air !

Danièle, merci pour ta patience et pour répondre à mes questions naïves sur le monde de l'informatique. La co-direction de thèse de Fatima Danash avec toi reste mon plus grand saut interdisciplinaire !

Mon approche de l'art pariétal ne serait pas aussi complète sans l'apport de Julien Monney. Merci de m'avoir ouvert la porte de la grotte aux Points et de m'avoir impliquée dans l'équipe scientifique. De l'observation fine des parois à la recherche de toutes les traces de passage à la découverte des gorges de l'Ardèche, tu m'as permis d'intégrer toutes les échelles dans la compréhension d'un site orné.

Je tiens à remercier Jean-Michel Geneste pour sa confiance et pour m'avoir accompagnée depuis ma thèse dans le long chemin sinueux de l'archéologie et des grottes ornées.

Merci à Colette Vignaud pour sa grande fidélité depuis ma thèse et pour m'avoir fait découvrir (entre autre) le vaste monde de la microscopie électronique en transmission. Merci

à Ina Reiche qui continue de m'embarquer avec elle dans la valorisation des résultats de Lascaux !

La découverte du site de Chuchuguayha n'aurait pu se faire sans la confiance de Jean-Jacques, ni sans l'accueil d'Anita Quiles dans l'équipe. Merci à toi pour l'organisation de ces missions complexes et pour le travail accompli ensemble. C'est un plaisir de travailler à tes côtés. Merci également à Mike, Angela, Brenda et Wilson pour leur accueil chaleureux sur place, on se sent tout de suite chez nous.

Une dédicace spéciale à l'un de mes maîtres Jedi, Paul Fernandez qui m'a initié au monde des Projets collectifs de Recherche pour la mise en place de la Pigmentothèque et au monde du silex! Un autre de mes maîtres, Eric Goemaere, sans qui je ne saurais reconnaître les oolithes! Merci à tous les contributeurs de la Pigmentothèque. Merci à Matthieu Lebon et Laure Dayet, des collaborateurs fidèles qui n'ont pas hésité à mettre les mains dans le rouge pour le montage de l'ANR Color-Sources et la petite sœur de la Pigmentothèque en Aquitaine! Je suis particulièrement reconnaissante de l'implication de Ludovic Bellot-Gurlet qui est prêt à quitter sa capitale pour affronter la savane ardéchoise ou les sommets alpins pour retrouver les traces de son enfance et éprouver son spectromètre Raman (presque) tout terrain.

Je remercie l'équipe scientifique technique d'AGLAE (Accélérateur Grand Louvre, Paris) avec Claire Pacheco, Quentin Lemasson, Laurent Pichon et Brice Moignard pour nous faciliter l'accès aux mesures PIXE et nous aider dans le traitement des données.

Pour l'accès à l'ESRF, la liste est beaucoup plus longue et les expériences ont été nombreuses et fructueuses depuis mon post-doc. Je remercie plus particulièrement Jean Susini, Marine Cotte, Murielle Salomé, Nils Blanc, Nathalie Boudet et Catherine Dejoie. C'est toujours un immense plaisir de s'immerger dans l'anneau !

Pour mener à bien le métier d'enseignant-chercheur, il faut pouvoir s'appuyer sur une équipe, merci à tous mes collègues du département Chimie avec qui nous remettons en ordre les maquettes, proposons la mise en place de compétences pour nos étudiants et partageons le goût d'enseigner la chimie aux nouvelles générations.

Je garde une place spéciale pour les doctorants. Merci à tous les doctorants du laboratoire que j'ai pu suivre et qui m'ont fait confiance lors des entretiens annuels. Beaucoup d'entre vous sont depuis devenus des collègues! Et oui Charline, nous avons même écrit ensemble un article sur le phosphore !

Bien évidemment, je remercie plus particulièrement les doctorants que j'ai directement encadrés. La première, Géraldine Castets, merci pour ta persévérance et ton sens critique, mais fais attention aux moustiques! Claire Chanteraud a suivi le chemin de Géraldine pour étudier les matières colorantes de la Grotte aux Points. Ce sont de bons souvenirs de terrain, de réunions avec Jean-Jacques autour de tes magnifiques figures, je me réjouis de poursuivre la recherche à tes côtés. Quelle chance d'accueillir une véritable géologue dans notre « red team », Aurélie Chassin de Kergommeaux a su s'intégrer facilement dans le monde de l'archéologie. Merci pour ta disponibilité et ton enthousiasme, je suis sûre que nous avons encore du chemin à parcourir ensemble, après ta soutenance...

Un grand merci à toutes les trois d'avoir voulu travailler avec moi après vos stages de master et d'avoir eu la patience et la ténacité d'attendre votre financement de thèse !

Coline Théron vient de rejoindre l'équipe pour s'intéresser aux matières picturales des sites schématiques du Sud ! Déjà de belles premières missions, séances MEB et manip à l'ESRF qui laissent imaginer une belle thèse !

Merci à Julien Jacquet qui m'oblige à m'écarter de la paroi et m'intéresser aussi au sous-sol ! J'apprécie autant l'exercice intellectuel du géomorphologue devant son rocher que l'aspect contemplatif du paysage !

Je remercie pour finir Fatima Danash pour sa pédagogie, tu as su m'expliquer le concept des graphes de connaissances et tout un champ lexical spécifique des sciences informatiques. Merci aussi Fatima pour les douceurs libanaises !

Un immense merci à tous les stagiaires encadrés qui se sont intéressés au sujet et qui ont produit autant d'échantillons et de données à exploiter ! Merci à Amandine, Charlotte, Mathilde, Nina, Emilie et Martin. Quant à Marianne Le Turnier, notre histoire n'est pas finie, après déjà 2 fois 5 mois passés au laboratoire, tu persévères pour continuer en thèse avec nous et je souhaite sincèrement que nous trouvions les financements nécessaires.

Je souhaite faire une dédicace à Olivier Thomas, qui m'a fait découvrir les joies de la recherche par son enthousiasme dès le lycée, surtout lors de mes premières années d'étudiante à Grenoble puis dans son laboratoire, de l'époque, à l'école des Mines d'Alès.

La vie est faite d'équilibre et il est important de se ressourcer auprès de ses amis et sa famille. Ils ont aussi une part importante dans cette étape professionnelle. Ils ont su faire preuve de compréhension pour un monde qui les dépasse, un sujet qui ne les fascine pas forcément et surtout ils m'apportent soutien et encouragement. Un grand merci à mes parents, mon père pour sa relecture attentive, et à mon frère pour leur écoute, à Marie, Cédric, Stéphanie, Olivier, Isabelle, Carole et Stéphane pour leur amitié. Merci Stéphanie pour les relectures! Merci à mes beaux-parents pour leur soutien et leur présence.

Faire partager son métier avec sa moitié n'est pas toujours facile, mais j'ai la chance de pouvoir l'emmener avec moi sur le terrain. Merci pour ta présence, ton soutien logistique et ta veille scientifique. A ces titres, tu mérites ta carte de membre d'EDYTEM ! Merci à David et Ella de laisser une place à mon travail qui empiète souvent sur nos vies. Vous êtes mes piliers, ma force, mes amours.

Toutes mes excuses à ceux et celles que j'aurais pu oublier...

Introduction : une rencontre

La rencontre avec l'art pariétal n'est pas anodine et sans conséquence dans mon parcours scientifique. Même en y étant préparée, elle m'a conduite sur des chemins insoupçonnés en termes de recherche et de développement méthodologique. Des lectures, des images sur papier glacé, des descriptions par des spécialistes, des études stylistiques et des relevés consultés avant de se trouver face à ces parois ornées ne préparent en rien à cette confrontation avec les traces laissées par les sociétés passées (Figure 1).



Figure 1 : Rencontre avec la grotte Chauvet (salle des Bauges) en décembre 2018. Photo S. Jaillet

Être là où l'homme, la femme, les individus à l'origine de ces œuvres ont observé la paroi, préparé leur matériel et créé, oblige à nous questionner sur ces sociétés passées. Le gouffre temporel qui nous sépare semble dérisoire devant la fraîcheur de certaines réalisations. Comme figées depuis leur mise en œuvre, il se dégage une proximité avec la paroi et les peintures malgré les dizaines de milliers d'années écoulées.

Que comprendre de ces individus, de leurs sociétés et pratiques au travers de tracés laissés sur les parois d'une cavité et des gestes à leur origine ? Peut-on d'ailleurs les appréhender par ces traces parfois fugaces, parfois très discrètes sur le site, parfois très abouties ? Que signifient-elles dans toute la construction de leur territoire et de leurs usages ? Imaginer que l'on puisse reconstruire les croyances, l'organisation sociale et un territoire au travers des traces laissées volontairement ou non, semble une idée vaine. Et pourtant, si on essayait avec prudence et humilité en croisant les informations collectées de manière réfléchie et problématisée, et en les replaçant dans un environnement, dans une chronologie, en recueillant les indices pertinents ? Peut-être est-il alors possible de replacer ces actes graphiques réalisés en quelques minutes, voire quelques secondes dans la vaste histoire de l'Humanité. La confrontation des regards et des données issues des différents champs disciplinaires permet de mieux cerner les contextes physique, artistique, technique, social de ces actes et ainsi d'approcher au mieux ce qu'étaient

ces sociétés, leurs techniques et leurs engagements dans un lieu donné, celui où cet art s'inscrit. Les matières colorantes ont ici une place particulière. Elles ont cette capacité d'enregistrer une vaste gamme d'indices que les sciences des matériaux visent à détecter, identifier, interpréter au moyen d'outils et de méthodes, incitant à de nouveaux développements méthodologiques.

Les recherches menées depuis le milieu des années 1990 sur l'identification des traces laissées par et dans la matière picturale de l'art pariétal ont permis de questionner le lien entre l'humain et la matière à différentes périodes et dans différentes régions du monde (Lorblanchet et al. 1988 et 1990 ; Clottes et al. 1990 et 1991 ; Menu et Walter 1992 ; Clarke et North 1991 ; David et al. 1993 ; D'Errico et al. 2010 et 2016).

Ces recherches ont toujours été conduites par une volonté d'apporter une compréhension sur ce qui vient d'une action contrôlée par l'individu sans chercher à l'identifier. Or, comprendre l'altération potentielle de l'objet, de la matière, du milieu, au cours du temps est donc essentiel pour retenir les informations pertinentes à partir desquelles il devient possible d'accéder aux savoir-faire et à la technicité liés à la production de l'art pariétal.

Depuis la reconnaissance de l'art pariétal comme un art « antédiluvien » (Cartaillac, 1902), la question initiale consistant à s'interroger sur la nature des pigments a depuis évolué et a nécessité d'adapter une approche toujours en cours d'amélioration en y intégrant une vision de plus en plus large, tant sur le plan analytique que conceptuel en recréant les espaces de dialogue entre les parois, matières colorantes et auteurs des actes graphiques.

Décrypter les traces laissées par les sociétés du passé est un enjeu majeur pour reconstituer leur savoir-faire et leur relation avec leur environnement. De nombreuses disciplines se penchent sur la recherche d'indices et leur interprétation. Dans le cas de l'acte graphique, archéologues, physico-chimistes, géomorphologues, géologues, physiciens de la matière s'associent pour chercher dans la matière colorante les indices de source d'approvisionnement, de préparation, de mode d'application (e.g. Moissan 1902 et 1903 ; Couraud et Laming-Emperaire 1979 ; Lorblanchet et al. 1988 ; Menu et Walter 1992 ; Garate et al. 2004 ; Jezequel et al. 2011 ; Hameau 2012 ; Aujoulat 2013 ; David et al. 2013a et b ; Paillet 2014 ; Gomes et al. 2014 ; D'Errico et al. 2016 ; Lopez-Montalvo et al. 2014 et 2017 ; Medina-Alcaide et al. 2018 ; Mauran 2019, ...). Comprendre cette matière et en déterminer sa constitution et sa complexité permettent alors d'apporter des arguments à intégrer aux autres informations provenant du contexte archéologique et de l'étude de toutes les autres matières, ainsi que du contexte environnemental. C'est grâce à cette intégration qu'il est alors possible de répondre aux questions posées dès le commencement des sciences préhistoriques liées à deux enjeux majeurs : celui du TEMPS et celui de l'ESPACE.

Le temps peut être ici décliné par différentes entrées de recherche. Il intègre aussi bien : (i) le temps des réalisations et des potentielles superpositions (au moment de l'acte graphique) et (ii) celui entre ces actes et nos jours (temps de l'évolution de ces figurations et de leur support). Le premier permet d'appréhender la chronologie entre différentes figurations, mieux en comprendre l'articulation et ainsi accéder à une interprétation des imbrications et des superpositions dans une chronologie relative. Son inscription dans le temps absolu est souvent très délicate à obtenir dans les contextes d'art rupestre notamment quand la matière utilisée n'est pas d'origine organique (Bednarik 2002 ; Pons-Branchu et al. 2014). Lorsque cela est possible en apportant les précautions nécessaires, des ensembles de figures, des panneaux ou des sites ornés peuvent être placés dans une « techno-culture » et dans une dynamique chrono-culturelle, avec tous les biais que cela peut aussi représenter. La seconde entrée est accessible en travaillant sur le support des figurations et ses modifications au cours du temps, avant et après les productions graphiques en s'intéressant aux processus qui ont permis leur conservation. Comment nous sont-elles parvenues ? Comment était le substrat quand il a été utilisé comme support et comment a-t-il changé depuis lors ? Il s'agit donc ici d'accéder à des processus ayant entraîné l'altération ou la modification post-dépositionnelle. Cette temporalité et cette dynamique seront alors abordées par l'**approche taphonomique** de surface, approche récemment développée (Kervazo et al. 2010 ; Lenoble et al. 2013 ; Delannoy 2018 ; Delannoy et Geneste 2020).

Les dimensions spatiales de l'art pariétal sont également au cœur des problématiques archéologiques actuelles de recherche. Elles peuvent être interrogées au travers des entrées que sont d'une part les ressources connues, sélectionnées et exploitées donnant accès aux espaces d'approvisionnement et d'échange, et d'autre part les techniques révélatrices de la transmission de codes et d'idées s'inscrivant dans un espace géographique partagé. Des territoires ont été investis pour y exploiter les ressources nécessaires, pour y vivre et d'autres ont été traversés ou simplement explorés pour y ramasser des matières nouvelles ou spécifiques (Aubry 2005 ; Bon 2009 ; Delvigne et al. 2021). Comment peut-on retrouver les stratégies d'approvisionnement de la matière colorante utilisée dans ces tracés ? Est-il possible d'identifier les matières premières et d'en attribuer un lieu d'extraction ?

Une fois les matières premières acquises, comment ont-elles été transformées ou utilisées ? Ces pratiques sont-elles opportunistes, traditionnelles ou issues d'échange d'idées ? Il s'agit donc ici d'interroger les espaces des cultures et de comprendre les similitudes et les divergences entre ces pratiques.

Ma recherche s'insère dans ces problématiques recherchant les indices laissés dans la matière picturale depuis la genèse de la matière première jusqu'à son application en interrogeant le rôle du support et des altérations sur leur composition. Les méthodes utilisées et développées relèvent de la physico-chimie des matériaux.

Pourquoi s'intéresser plus largement aux matières colorantes et qu'ont-elles à nous apprendre ? Bien qu'occupant une place privilégiée pour la production artistique, elles ont occupé une place particulière dans les sociétés anciennes : elles sont abondantes et présentes dans différents contextes (sites ornés, sépultures, habitat) et sont souvent associées à d'autres types d'industrie (lithique, osseuse, ...). Elles présentent de surcroît l'intérêt d'être accessibles sous différentes formes et impliquent de nombreux types de vestiges : fragments de roche, blocs bruts, blocs facettés, poudre déposée sur de nombreux supports (coquillage, ossement, substrat rocheux, ...) ou piégés dans les sédiments. Ainsi leur étude permet-elle d'identifier leurs divers usages et de les replacer dans leur contexte qu'il soit géographique, territorial, technique, économique ou social. Mais accéder à la compréhension de ces gestes réalisés par les sociétés anciennes nécessite de pouvoir connecter les différents vestiges entre eux et également avec les sources de matières premières. L'objectif des travaux dans lesquels je me suis investie et que j'ai porté, est de confronter ces différents témoins en identifiant des indices communs enregistrés dans les matières tout en prenant en compte leurs multiples trajectoires. La construction d'une démarche analytique prenant en compte tous les pré-requis n'est pas suffisante sans l'intégrer dans une approche plus large s'appuyant sur les connaissances et les pratiques des autres disciplines. Seule une **approche intégrée** questionnant les actes graphiques dans leur globalité et leurs différents contextes peut prétendre apporter des réponses à ces enjeux de chronologie et d'espace investi par les sociétés anciennes qui les réalisèrent.

Cette approche intégrée s'est développée depuis quelques années avec un succès croissant pour étudier de manière plus interdisciplinaire et globale les grottes et sites ornés (Delannoy et al. 2012, 2013, 2017, 2018, 2020a et b et 2022 ; Delannoy et Geneste 2020 ; David et al. 2017a, **b et c, 2019, 2021a**¹ et b ; Jaubert et al. 2010 et 2016 ; Quiles et al. 2016 ; Monney et al. 2018 et **2019** ; Paillet et al. 2014 ; White et al. 2020 ; Medina-Alcaide et al. 2018 et 2023).

Ces sites ornés constituent de plus des vestiges particuliers qui restent inséparables d'un lieu et d'un espace. Ce lien direct avec l'environnement enracine les productions graphiques dans un espace culturellement construit, au sein d'un territoire dont on connaît encore peu les délimitations et les dimensions sociales. De plus ces sites ont pu être occupés à plusieurs périodes et ont pu faire l'objet de plusieurs types d'activités (Medina-Alcaide et al. 2018) comme à Nawarla Gabarnmang (Australie) (Delannoy et al. 2017 ; David et al. 2017b et 2019) et à Chauvet (Delannoy et Geneste 2020) ou encore à Cussac (Jaubert et al. 2016). Le concept d'étude intégrée prend alors tout son sens pour étudier ces sites ornés en considérant l'intégralité des activités et leur environnement physique.

Il s'agit véritablement d'un nouveau concept impliquant plusieurs approches méthodologiques afin de (i) définir communément les cibles de recherche et les

¹ Les références bibliographiques en gras correspondent à des travaux dont je suis auteur ou co-auteur

problématiques et ce autant que possible en amont des travaux de terrain (ii) réinterroger les façons d'appréhender les objets communs de recherche, (iii) de magnifier les complémentarités méthodologiques et/ou disciplinaires afin de construire des connaissances « augmentées », (iv) porter de nouveaux regards sur leurs valeurs culturelles et (v) de répondre autant que possible aux problématiques de conservation tout en considérant les changements sociaux et les changements de pratiques passés et futurs.

En réunissant les sciences humaines (archéologie, anthropologie sociale, sémiotique cognitive, psychologie cognitive), les géosciences (géomorphologie, géologie...), les sciences de l'environnement et les sciences des matériaux, les précédentes études appliquant l'approche intégrée ont permis de renouveler le regard porté sur ces sites emblématiques et à forte valeur patrimoniale ainsi qu'à développer de nouveaux concepts comme celui de « mémoires morphologiques » et « d'anthropo-géomorphologie » (Delannoy 2018 ; Delannoy et al. 2012, 2017, 2018, 2020a et b et 2022). En intégrant l'analyse géomorphologique à haute résolution spatiale dans les grottes ornées et les sites d'art rupestre, il est alors possible de reconstituer l'environnement physique des fréquentations des sociétés du passé ainsi que de définir la part des processus naturels et des actions anthropiques comme les aménagements passés souvent ignorés dans les études antérieures (Delannoy et al. 2013 ; 2018). Reconstituer les gestes et préciser l'évolution de ces sites syn- et post-fréquentations sont alors accessibles en faisant la part des modifications anthropiques des évolutions naturelles. Seule une telle approche permet de comprendre la visibilité et l'accessibilité des peintures dans des endroits contraints (ex : Jaillet et Monney 2018 ; Intxaurbe et al. 2022). L'approche intégrée des sites rupestres via les entrées géomorphologiques permet aussi d'appréhender leurs modalités d'accès et les déplacements des populations dans l'environnement proximal (englacement, accès aux cols, praticabilité des fonds de vallée, etc.) faisant ainsi le lien entre les conditions physiques et les modes d'occupation humaine.

En plaçant l'analyse physico-chimique dans une dynamique intégrative, l'enjeu est de poser et de reconstruire la chaîne opératoire de l'ensemble des vestiges issus des sites ornés (peinture, dessin, résidu de préparation, outils de préparation ...), d'accéder à leur système technique et de comprendre les connexions entre les différentes activités qui étaient menées autrefois. La compréhension de cette chaîne opératoire mobilise des connaissances à différentes échelles spatiales (de la trace géochimique à l'échelle régionale) en s'appuyant sur une complémentarité des différents champs disciplinaires et différentes techniques analytiques. En s'appuyant sur la minéralogie et sur la géochimie, par exemple, il est possible d'identifier des ressources exploitées, des produits d'altération post-dépositionnels ou encore d'aider à reconstruire la chronologie fine des dépôts et enlèvements de matières. Il s'agit donc de s'appuyer sur le cadre méthodologique de la chaîne opératoire, y intégrer les systèmes techniques et d'intégrer le lien entre environnement culturel économique et territorial à toutes les échelles d'investigation (vestiges – site – territoire, Figure 2).

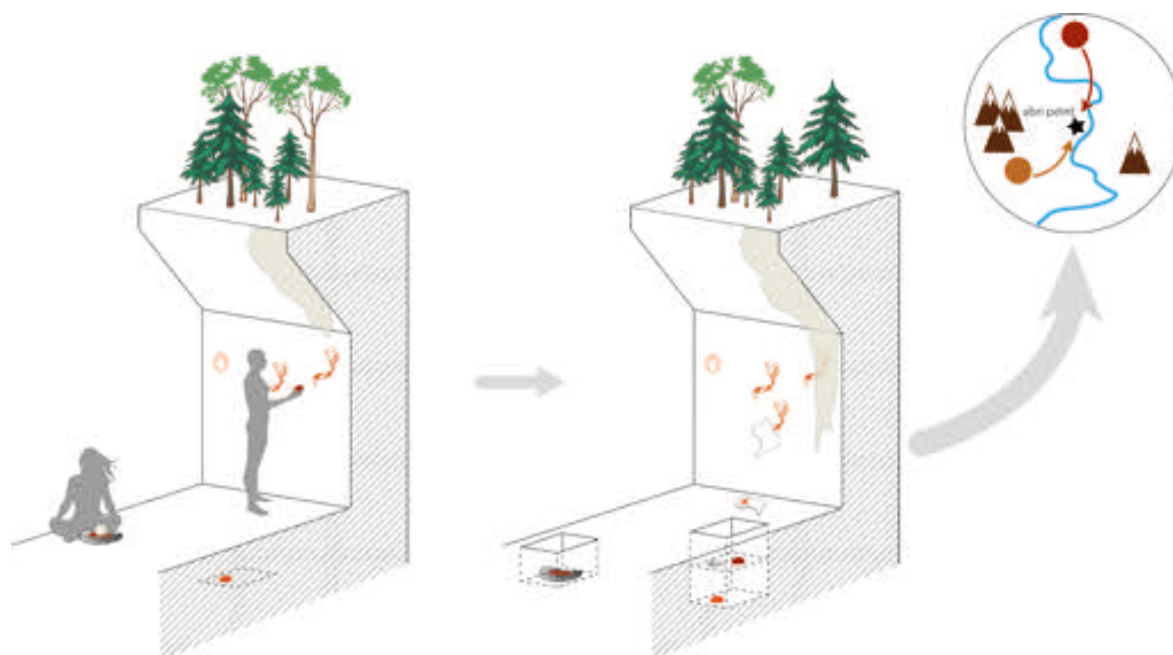


Figure 2 : Schéma illustrant les problématiques liées aux matières colorantes. Connexions existant entre les expressions graphiques peintes sur une paroi (schéma de gauche avec présence humaine), le contexte archéologique (schéma de droite, site tel qu'il apparaît aujourd'hui) ainsi que le lien entre le site (étoile noire) et les sources d'approvisionnement en matières colorantes (points rouges et oranges). Conception E. Chalmin, réalisation C. Defrasne

Mes recherches actuelles s'inscrivent résolument dans la philosophie de l'**approche intégrée** dans le but de reconstituer au mieux les **chaînes opératoires des matières colorantes** élaborées par les sociétés passées.

La place que je souhaite donner aux recherches que j'ai menées et dirigées réside dans l'interprétation des **indices** enregistrés dans les matières colorantes, afin de les mettre en cohérence entre-elles, de les comparer et de reconstituer leur trajectoire dans le temps, mais aussi dans l'espace des territoires et géographies passés.

L'intégration de l'**approche taphonomique** et des recherches de matière première dans cette dynamique de recherche contribue à la compréhension des chaînes évolutives de ces matières colorantes. Cette approche taphonomique constitue l'une des particularités de mes travaux. Les effets du temps sur la matière sont observés à différentes échelles spatiales. Il s'agit d'identifier la signature des matières colorantes et des marqueurs de leurs histoires et trajectoires (genèse, transport, tri, mélanges, application, diverses altérations) en identifiant les mécanismes à l'origine de leurs caractéristiques pour les attribuer à chaque événement, qu'il soit attribué à des actions humaines ou à des processus longs dont les causes sont externes. Il ne s'agit pas seulement « d'éliminer » ou « soustraire » le signal d'altération mais bien de l'intégrer au processus global. C'est bien un dialogue qu'il est nécessaire de construire entre la taphonomie et les matières colorantes pour répondre aux enjeux sur les connaissances de cet objet d'étude complexe que sont les sites ornés.

Afin de partager l'intérêt d'une telle approche, un historique des connaissances sur les matières colorantes est proposé et permet de mettre en évidence les changements et les nouvelles problématiques de recherche (Chapitre I). Cet état des connaissances permet de positionner mes travaux dans les champs actuels de recherche et de les mettre en relation avec les verrous existants. En réponse à ces verrous, j'ai souhaité inscrire et développer mes recherches dans une approche la plus intégrée possible (Chapitre II). Celle-ci réinterroge de plus les démarches analytiques adaptées à l'étude des matières colorantes en posant les liens entre formation et référence géologiques, objet archéologique, réalisation graphique tout en prenant en compte leur état dans différentes temporalités (Chapitre II). Cette démarche analytique a pour objectif de distinguer des marqueurs environnementaux ou taphonomiques et établir des comparaisons entre ces matières. Elle a su bénéficier des nombreuses expériences acquises sur différents terrains d'étude dans des contextes géographiques et archéologiques variés qui seront présentés dans le chapitre III. C'est à partir des résultats obtenus dans ces différents contextes et des limites atteintes par cette démarche que s'est construite l'idée d'une cartographie analytique (chapitre IV). L'objectif de cette cartographie est de trouver l'outil le plus adapté pour rendre compte de l'approche intégrée, en trouvant un support commun pour confronter les données acquises et proposer une réflexion collective pour leur interprétation. Les différentes étapes de recherche et leurs trajectoires permettent aujourd'hui d'inscrire mes travaux dans d'autres problématiques ouvertes sur les sciences de l'environnement (chapitre V). Enfin, une seconde partie présente un bilan de toutes les activités d'encadrement, d'enseignement et administratives, ainsi que des productions scientifiques.

I. Que sait-on des matières colorantes aujourd'hui ?

« « Rouge » est le plus fortement connoté de tous les termes de couleur... La nature lui a fourni (à l'homme) des pigments et des colorants dont il a su de bonne heure tirer un grand profit : des terres argileuses riches en oxyde de fer pour peindre et dessiner sur les parois des cavernes ; ... » (M. Pastoreau, Une couleur ne vient jamais seule, La librairie du 21^e siècle, Seuil, Journal chromatique 2012-2016, octobre 2017).

La recherche des indices dans la matière colorante a été motivée par les questionnements archéologiques dès le début du 20^e siècle. Parmi ces questionnements principalement d'ordre anthropologique, celui de leur matérialité a tout de suite été soulevé. Mais pour savoir quels indices et quelles méthodes ont été utilisées et développées pour les identifier et les interpréter, il est nécessaire de retracer l'histoire des recherches (I.1). Cet historique va nous permettre de comprendre pourquoi l'on questionne les matières colorantes au sens large et non pas seulement les matières déposées sur les parois. Bien que partant de l'acte graphique, nous allons comprendre la nécessité de s'intéresser aux matières colorantes dans tous les contextes et pour tous les usages, même si la plupart de ces usages n'est pas encore compris. Il est alors indispensable de préciser les définitions de ces différentes matières colorantes et d'expliquer comment celles-ci peuvent être analysées (I.2).

Cette première partie a pour objectif de remettre en perspective les résultats acquis depuis ma thèse (2003) parmi l'ensemble des études menées par plusieurs équipes de recherche depuis le début du 20^e siècle. Cet état de l'art (I.2) est un préambule pour faire état des questionnements partagés sur ces matières et leur évolution. Dans ce paysage de la recherche actuelle, mon cheminement prend alors plus de sens : comment j'ai cherché à identifier les techniques de préparation des matières picturales à partir de l'acte graphique pour ensuite interroger les matières trouvées au pied des parois (ex. crayons Lascaux) ; comprendre la nécessité de s'intéresser aux artefacts trouvés dans d'autres contextes archéologiques loin des sites ornés avant d'y revenir pour mieux comprendre leur environnement physique ; puis s'intéresser à la paroi elle-même pour mieux distinguer les indices liés à la matière picturale ; enfin sortir du site archéologique pour aborder la question du paysage et des ressources accessibles.

L'objectif est donc bien de comprendre le cadre général dans lequel s'inscrit ma démarche scientifique et de caractériser mes problématiques de recherche dans une approche intégrée

(chapitre II). Cet état de l'art permet donc d'illustrer les limites et les verrous auxquels est confrontée la communauté scientifique (I.3 et I.4). Enfin, ce panorama des recherches permet de comprendre au fur et à mesure la construction de la démarche analytique qui sera présentée par la suite (II.2) et appliquée à plusieurs études de cas de sites ornés de l'Australie aux Alpes occidentales (Chapitre III).

I.1. Historique des recherches des matières colorantes dans l'art pariétal

L'étude scientifique de sites ornés existe depuis plus d'un siècle et est abordée par plusieurs disciplines, au premier chef l'archéologie. Au cours du temps, d'autres domaines disciplinaires ont investi ce champ de recherche en co-portant les problématiques, en accompagnant les investigations ou en répondant spécifiquement à certaines questions : conservation, archéométrie, ethnographie, géomorphologie, climatologie, géographie... aussi bien pour décrire les figurations, comprendre leurs relations, leur mise en place, que leur environnement à différentes échelles (panneau, paysage, région, ...) et étudier les modifications des sites sous l'effet du climat, des fréquentations humaines (tourisme, traditions) et animales.

Souvent plus médiatisés car plus lisibles et spectaculaires, certains sites ornés « à peinture » présentent comme caractéristique première que les réalisations sont produites par l'application d'une matière picturale qui a plus ou moins bien résisté au temps, aux actions du climat, des animaux et des humains. Ces sites ornés ont donc suscité différentes interrogations quant à leur présence, leur diversité, leur occupation, leur iconographie, leur état de conservation... mais aussi sur la nature des pigments utilisés et le savoir-faire associé. Nous allons donc retracer les grandes étapes de ces recherches pour situer mes travaux.

I.1.1. Les toutes premières recherches

La première authentification de la nature des matières utilisées dans les grottes ornées du Paléolithique supérieur du Périgord date de 1903 par Henri Moissan (prix Nobel de Chimie) (Moissan 1902, 1903). Cette étude pionnière a lieu dès le début de la reconnaissance de cet art pariétal comme « antédiluvien » (Cartailiac 1902) et ouvrira la voie à de nombreuses études similaires (e.g. Courty 1902 ; Cartailiac & Breuil 1903 ; Clarke 1976 ; Clot et al. 1991 ; Clottes et al. 1990 ; Lorblanchet et al. 1988 ; Figure I.1).

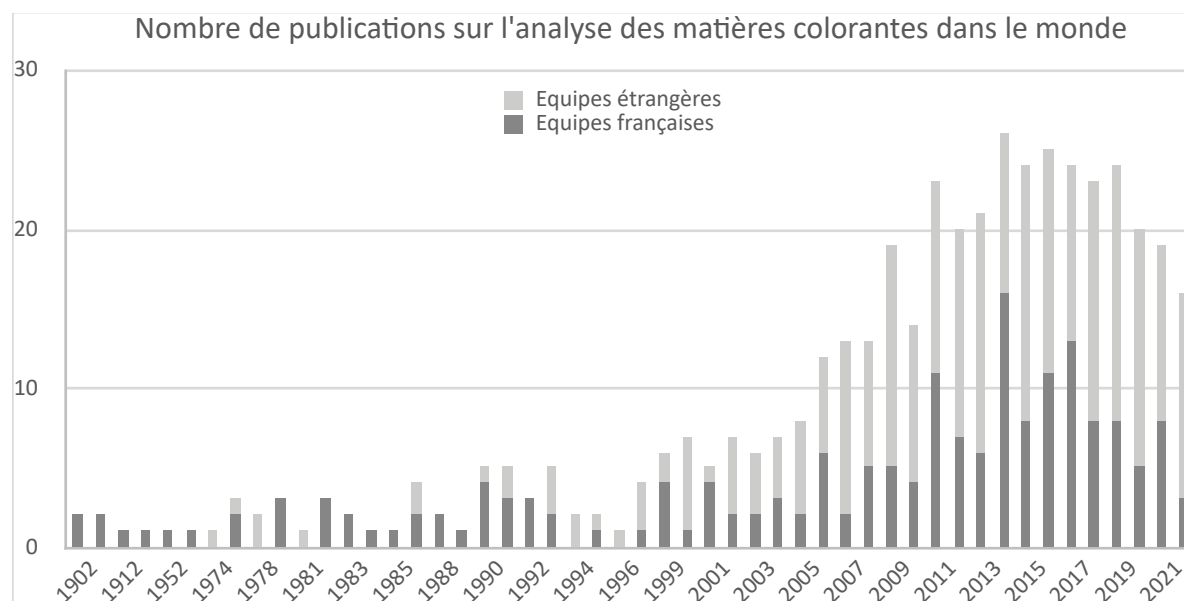


Figure I.1 : Évolution du nombre de publications concernant l'analyse des matières colorantes dans le temps à l'échelle française et internationale. Aucune distinction n'a été faite dans cette synthèse entre les études selon leur localisation ou la chrono-culture concernée. Certaines études intègrent également des questions de taphonomie de paroi. Ces matières colorantes sont pour certaines considérées dans le cas de peintures pariétales ou sur des objets mobiliers, mais également dans d'autres contextes non spécifiés. Réalisation E. Chalmin

La recherche à l'échelle européenne s'est historiquement intéressée à l'étude des *matières picturales*, nommées communément « pigment » directement sur les figurations de l'art pariétal (e.g., Moissan 1902, 1903 ; Clottes et al. 1990), puis à l'étude des *matières colorantes* retrouvées lors des fouilles archéologiques et enfin à l'application de *matière colorante* sur de l'art mobilier (e.g., Roldan García et al. 2016). Ces premières études ont principalement été menées sur des sites d'art rupestre du Paléolithique supérieur en France et en Espagne avant de s'étendre d'abord en Australie (Clarke et al. 1976 ; David et al. 1993 ; Ford et al. 1994) puis dans le reste du monde (Weinstein-Evron and Ilani, 1994 ; Zoppi et al. 2002 ; Godfrey-Smith and Ilani 2004 ; Van der Weerd et al., 2004 ; Lombard, 2007 ; Figure I.1).

Effectivement, en dehors des peintures et dessins sur parois, il existe d'autres types de vestiges (Figure I.2) qui ont pu être trouvés dans des sites qui semblent déconnectés des sites ornés. Il peut s'agir (i) d'objets d'art mobilier sur lesquels des traces de matières colorantes appliquées sont mises en évidence (plaquettes de roche ornées, ossement peint, ...), (ii) des éléments de parure (coquillages percés et colorés), (iii) de très nombreux vestiges de roches colorantes travaillées (fragments, blocs facettés, rondelles, etc.) ou encore (iv) des objets présentant des traces de poudre colorée (silex, meules, coquillages, ossements, ...) ou des objets colorés (fragments de roche de couleur sans pouvoir colorant, ou fragments de roche avec une ou plusieurs surfaces colorées). Ces blocs de matières colorantes de taille, de forme et de couleur très disparates ont été négligés jusque vers la fin des années 1970. L'étude d'assemblages de ces collections de matières colorantes reprend lorsque Inizan et Audouin

relancent l'étude technique et fonctionnelle de cette industrie à part entière (Inizan, 1976 ; Audouin et Plisson 1982).

Il faut ensuite attendre les années 2010 pour voir se multiplier les études des collections que ce soit celles du Paléolithique en Europe (Jezequel et al. 2011 ; Mathis et al. 2014 ; Roebroeks et al. 2012 ; Sajó et al. 2015 ; Salomon et al. 2015 ; Cuenca-Solana et al. 2016), pendant le Middle Stone Age africain (Henshilwood et al. 2011 ; Villa et al. 2015), ou encore celles du Pléistocène australasien (Clarkson et al. 2017 ; Smith et al. 1998). Depuis, la multiplication des découvertes de matières colorantes a mis en évidence leur rôle central au sein des systèmes techniques à la fin du Paléolithique moyen en Europe (il y a 70 000 ans), au cours du Middle Stone Age (MSA) en Afrique (il y a plus de 200 000 ans) et ultérieurement à travers le monde. Concernant la question de l'usage de ces matières colorantes, de récents travaux associant l'archéologie expérimentale et des approches paléo-ethnologiques tendent à soutenir que ces matières étaient utilisées pour le traitement de peaux animales, la décoration et la protection des corps contre les UV et certains insectes, aussi bien que pour la production de mélanges adhésifs employés dans les emmanchements (*e.g.* Wadley 2005 ; Lombard 2006 ; Rifkin et al. 2015).

Mon travail de thèse s'inscrit dans ce contexte des premières études en s'intéressant spécifiquement aux pigments noirs utilisés dans l'art pariétal du Paléolithique supérieur (**Chalmin 2003**). Il a été question d'identifier la variabilité des minéraux d'oxydes de manganèse utilisés comme pigment noir dans plusieurs grottes ornées du Périgord et des Pyrénées, comme Lascaux et Gargas. L'étude de micro-prélèvements de paroi a dû s'accompagner de l'étude de vestiges associés, comme les « crayons » de Lascaux, mais aussi de celle de vestiges provenant de sites d'habitat, sans connexion avec la production de pigment (exemple de Combe Saunière). Il a ainsi été possible de dépasser la séparation arbitraire entre habitat et site orné, autrement dit entre ce qui est perçu respectivement comme sacré et profane. Dans ce même temps, la façon d'appréhender ces matières colorantes s'est élargie pour comprendre la production et la réalisation comme faisant partie d'une succession d'étapes et ainsi définir des chaînes opératoires.

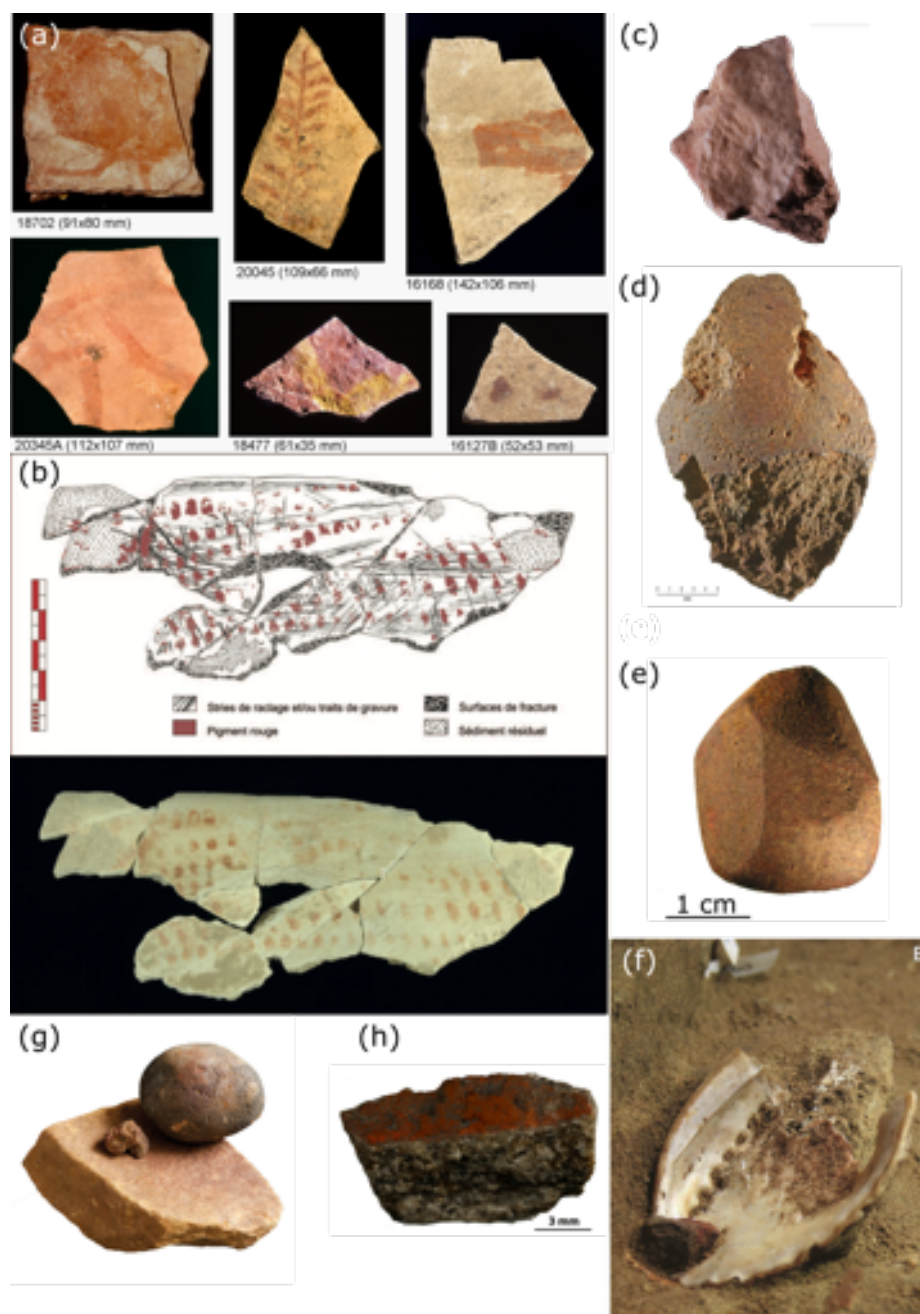


Figure I.2 : Illustrations des différents types de vestiges présentant de la matière colorante : (a et b) exemples d'objets d'art mobilier présentant des traces de matières picturales - (a) plaquette ornée de motifs rouges, grotte de Parpallo, Gandia, Valencia, Espagne (Roldan Garcia et al. 2016), (b) scapula ornée de l'abri Pataud, Dordogne (Lebon et al. 2014a) ; (c, d et e) vestiges de roches colorantes cohésives issues de niveaux d'habitat - (c) fragment de matière colorante sans trace d'exploitation technique de la grotte aux Points, vallée de l'Ardèche (Chanteraud et al., 2019), (d) bloc strié du site JSARN-113/23, Terres d'Arnhem, Australie, photographie S. Morton (David et al. 2017, chap. 14), (e) roche ferrugineuse facettée mise au jour dans la séquence châtelperronienne de la grotte du Renne, photographie H. Salomon ; (f et g) objets présentant des traces de poudre colorée - (f) coquillage *Haliotis midas* rempli de matière colorante trouvé dans la grotte de Blombos, littoral de Southern Cape, Afrique du Sud (Henshilwood et al. 2011), (g) meule et pilon couvert de poudre rouge, site de l'Hermitage, Auneau, Eure-et-Loire (Soressi 2020) ; (h) objet coloré, fragment de galet présentant une face colorée, Le Rocher du Château, Bessans, Vallée de la Maurienne (Defrasne et al. 2019).

I.1.2. De l'étude des matières colorantes à leur chaîne opératoire

La découverte de ces nombreux vestiges de matières colorantes ou de vestiges associés à leur transformation ou utilisation, a conduit à développer de nouvelles recherches cherchant à établir les relations qu'ils entretenaient dans le passé. Elles interrogent également les différentes étapes de transformation et les modalités d'approvisionnement en matière première. Jusque-là réservées aux matières lithiques taillées (Tixier, et al. 1980 et 1984 ; Coupaye 2015 ; Audouze et Karlin 2017), l'étude de la *chaîne opératoire* (Leroi-Gourhan 1964) et la description du *système technique* dans lequel elle prend place ont cependant été appliquées sporadiquement aux matières colorantes et ce dès les années 1970 (Inizan 1976 ; Audouin et Plisson 1982 ; Beyries et Inizan 1982). L'ensemble des étapes de l'exploitation, de la transformation jusqu'à l'utilisation impliquant également les choix de matières, des gestes techniques, de l'apprentissage, la diffusion, la perduration ou la disparition de ces choix participe à ce qui définit les *chaînes opératoires*, notion définie par A. Leroi-Gourhan (1964). Par sa dimension intégrative, ce concept a motivé le cadre de la recherche doctorale de **Claire Chanteraud**² (Figure I.3).

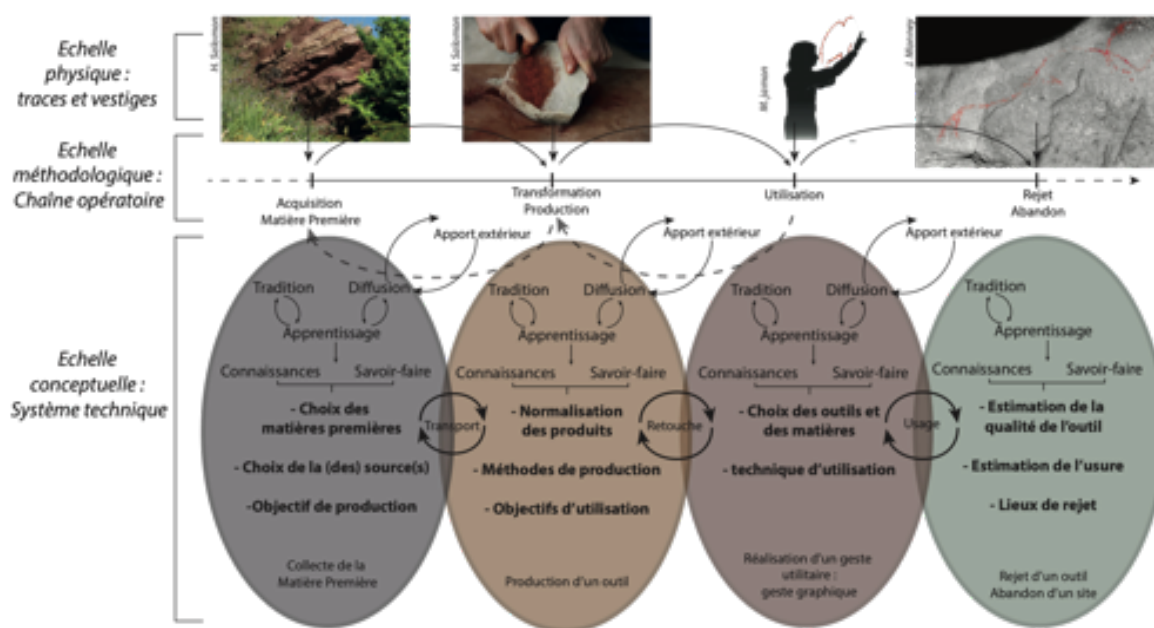


Figure I.3 : Schéma dynamique de restitution par la chaîne opératoire du système technique possible dans la réalisation de l'art pariétal. La chaîne opératoire met en évidence la diversité des pratiques humaines : collecte de la matière première, transport, transformation/production, utilisation et rejet de la matière sous forme transformée ou non et réalisation de l'expression graphique. (Conception et réalisation C. Chanteraud, 2020).

² Thèse co-encadrée avec J.-J. Delannoy, laboratoire EDYTEM, 2017-2020, résumé en annexe

La figure I.3 illustre les quatre séquences principales des chaînes opératoires de matières colorantes : acquisition, transformation/production, utilisation et rejet des matières colorantes en fonction de leur usage spécifique. Ces connaissances sont nécessaires pour poser les interactions entre les matières premières. Cet usage est conditionné par les caractéristiques des matières premières sélectionnées et par les objectifs vers lesquels tendait leur utilisation, celle-ci pouvant impliquer les actes graphiques. Les différentes étapes de transformation impliquent donc la transformation d'une *roche* (riche en oxydes métalliques constituant le pigment) pour être utilisée comme *matière colorante* et préparée en *matière picturale* déposée selon différents modes d'application sur une paroi ou un support mobile. Pour rendre compte de ces étapes, différents vestiges peuvent être associés à différentes pratiques et techniques (Figure I.2). Pourtant, ces vestiges sont très rarement trouvés connectés les uns aux autres sur un même site. Pour comprendre comment les fragments de matières colorantes peuvent être abrasés (blocs facettés) ou réduits en poudre (sur une table de travail ou mortier avec un perceur), puis mélangés à un liant pour permettre de déposer ou projeter cette matière picturale, différentes expérimentations ont été conduites pour proposer plusieurs hypothèses de préparation (*cf. infra* I.2 ; *e.g.* Couraud et Laming-Emperaire 1979 ; Hodgkiss 2010 ; D'Errico et al. 2016 ; Santos Da Rosa et al. 2023 ; Ozan et al. 2020).

Cette même approche a été conduite pour l'étude de matières colorantes non connectées à des sites ornés ouvrant à d'autres questions sur les usages (Salomon 2009). Les expérimentations permettent d'appréhender la grande diversité de ces matières colorantes et de reconstituer différentes gestuelles et différents savoir-faire adaptés à la qualité de la matière travaillée en fonction de l'usage. Mais lors de l'étude de sites ornés ou de collections archéologiques, il n'est pas toujours évident de reconnaître ces pratiques. L'étude visuelle de la surface des artefacts est bien souvent limitée, car les traces de préparation ou d'usage sont peu explicites ou peu marquées voire masquées par l'altération et les recouvrements post-dépositionnels, rendant délicate l'interprétation des techniques et des chaînes opératoires. Ainsi faut-il faire appel à d'autres méthodes de caractérisation pour étudier ces différentes matières colorantes et déceler les stigmates laissés par les transformations dans la matière.

I.1.3. Les méthodes

Les outils analytiques de plus en plus performants issus principalement des sciences des matériaux ont permis d'aller plus loin dans l'identification des stigmates de transformation de la matière et pour les distinguer des marqueurs environnementaux ou taphonomiques ; cette distinction constitue un des enjeux majeurs des recherches en cours (*cf. infra* I.4). Il s'avère que l'analyse élémentaire des constituants majeurs ne suffit pas à accéder à ce niveau d'information, car ceux-ci sont ubiquistes et donc peu spécifiques. Par exemple l'élément calcium, Ca, peut être associé à la matière colorante (dans un calcaire ferruginisé, par exemple), mais peut aussi provenir du substrat rocheux, ou encore de concrétions, précipitations et reprécipitations. Il faut alors coupler la chimie à l'observation de la morphologie à différentes échelles (du mésoscopique au sub-micronique), ainsi qu'à l'analyse structurale et spectroscopique pour caractériser au mieux des micro-prélèvements de peinture ou d'artefacts enfouis dans les sédiments et en comprendre les différents constituants : matière colorante, substrat, encroûtement... Nous développerons par la suite l'apport de chacune des techniques analytiques dans la connaissance des matières colorantes (*cf.* chapitre II, tableau de synthèse des méthodes en Annexe A.I). Mais il est important de souligner que l'évolution des techniques de plus en plus sensibles et de moins en moins destructives a permis de faire évoluer les questions soulevées par les et sur les matières colorantes, au potentiel informatif particulièrement sous-estimé pendant plusieurs décennies. Ainsi l'utilisation de techniques analytiques allant du dispositif portable aux grands instruments (synchrotron, réacteur nucléaire, faisceau plasma) est devenue aujourd'hui courante et alimente une littérature abondante, mais toujours de qualité, non seulement en Europe et dans le reste du monde (Figure I.1). En parallèle, particulièrement en France, les autorisations de prélèvements sur parois ornées sont contraintes et restent rares et s'accompagnent d'un suivi exigeant des prélèvements et des analyses réalisées.

La facilité d'accès aux parois des sites archéologiques en particulier en Afrique du Sud et en Australie contrairement aux grottes ornées européennes a permis une forte investigation de ceux-ci avec des dispositifs portables (Huntley 2012 ; Wallis et al. 2016 ; Mauran et al. 2019 ; Tournié et al. 2011). En particulier, la miniaturisation des composants et la diminution des coûts de fabrication ont rendu les instruments portables accessibles, comme la spectroscopie de fluorescence des rayons X (pXRF ; Beck et al. 2012 a et b ; Gay et al. 2015 et 2016 ; Sepulveda et al. 2015), la spectroscopie Raman (pRaman) (Tournié et al. 2011 ; Lahlil et al. 2012 ; Pitarch et al. 2014 ; Hernanz et al. 2014 ; **Defrasne et al. 2019**) et la micro-diffraction des rayons X (pXRD ; Beck et al. 2014 ; Rotondo et al. 2010). Ces dispositifs portables ont également été mobilisés parfois à l'excès sans problématique et, de ce fait, sans vraiment que les résultats obtenus aient été compris. Ces résultats sont fréquemment livrés par des appareils non calibrés et adaptés au suivi de la qualité de matériaux manufacturés dans l'industrie. De lourds développements sont nécessaires pour l'utilisation pertinente de la pXRF. Les problèmes de superposition de couches d'altération et l'effet de la variabilité et de

l'influence du substrat sur le signal obtenu sont souvent négligés. Leur limite d'usage a pourtant été démontrée (Lebon et al. 2014b ; Huntley et al. 2015 ; **Chanteraud et al. 2019**). Nous reviendrons sur les apports et les limites de ces dispositifs et sur la façon dont ils ont influencé le développement méthodologique de l'étude des matériaux colorants (*cf. infra*, chapitre II).

I.1.4 ... vers une évolution des questionnements

Le développement analytique lié à l'analyse de matières colorantes est déterminant pour aller plus loin sur les problématiques soulevées par les sites étudiés. En accédant à une meilleure connaissance de la matière, il semble désormais possible de proposer des questionnements plus ambitieux et de pouvoir relier cette matérialité à une meilleure connaissance des sociétés anciennes. Pour aboutir à cette connaissance, il est tout d'abord indispensable de comprendre les effets du temps et de l'altération sur la matière colorante et son support :

- Comment caractériser la matière picturale si l'on ne sait pas ce qui dans sa composition provient de la matière première, des ajouts potentiels ou encore de l'altération de la paroi ?
- Donc comment singulariser et identifier les provenances de matières appliquées sur les parois si l'on ne connaît pas comment cette matière a été modifiée par diverses altérations ?
- La compréhension des processus taphonomiques de la paroi semble indispensable pour accéder à une chronologie et une datation indirecte de la réalisation de l'œuvre ;
- Enfin, la connaissance de l'altération de la matière picturale et/ou de son support permet-elle d'établir un diagnostic pour la conservation ?

Une fois ces modifications établies, il s'agit de reconnaître la matière première et d'en comprendre son origine et les transformations dont elle fait l'objet :

- La nature de la matière première permet-elle de remonter à son origine géologique ?
- La connaissance de la nature de la matière première et du mode de préparation sont-ils des indices pertinents pour nourrir un raisonnement sur la chronologie des réalisations ?
- Est-il possible de faire un lien entre les matières déposées sur les parois et les matières découvertes lors des fouilles à partir de comparaisons basées principalement sur la chimie, étant donné que la micro-morphologie et/ou la structure de la matière sont rarement conservés lors du broyage ?

Enfin, l'interprétation de ces résultats sur les matières doit nous permettre d'accéder à des spécificités techniques et sociales :

- Existe-t-il un lien entre les propriétés intrinsèques des matières et leur sélection ?
- L'origine géologique des matières premières permet-elle de comprendre la stratégie d'approvisionnement ?
- Existe-t-il une évolution d'usage et de technique qui soit caractéristique de certaines cultures pour les matières colorantes ?

Seule une étude plus globale et intégrée des sites archéologiques peut permettre de répondre à ces questions. Nous avons déjà évoqué l'apport d'une telle approche à l'échelle du site archéologique en introduction (par exemple : Delannoy et al. 2020a et b et 2022) et la suite de ce manuscrit permet de comprendre l'importance de s'appuyer sur les apports des différentes disciplines dans une démarche intégrée. Avant de comprendre comment mettre en place une telle stratégie intégrative, il est indispensable de faire l'état des connaissances sur ces matières colorantes et identifier leur pouvoir informatif. Cet état des connaissances s'appuie sur la littérature internationale, dont les travaux menés lors de mes recherches depuis ma thèse. Des exemples tirés de ces travaux seront présentés pour illustrer les connaissances déjà acquises sur les matières colorantes. Nous allons ainsi pouvoir mettre en avant les limites et la nécessité d'aller plus loin en développant une approche intégrée. Il s'agit ici de définir le socle nécessaire à la construction de ma problématique de recherche.

I.2. Des éléments de réponse

La caractérisation de matières colorantes dans l'art pariétal reste un sujet de plus en plus investi (Figure I.1), bien que le nombre d'études soit beaucoup plus restreint que pour d'autres catégories de vestiges archéologiques (ex. silex, pierres, céramiques, etc.). Des études sont menées aux États-Unis (Edwards et al. 2000 ; Spades & Russ 2005), en Argentine (Darchuk et al. 2010), au nord du Chili (Sepulveda et al. 2015 ; 2021), en Chine (Hernanz et al. 2016), en Egypte (Darchuk et al. 2011), en Israël (Weinstein- Evron & Ilani 1994) ou encore en Uruguay (Paillet et al. 2011). Pourtant les pays qui concentrent le plus de recherches dans le domaine sont la France, l'Espagne, l'Afrique du Sud et l'Australie. L'ensemble de ces recherches a permis d'apporter des éléments de réponse aux questions posées autour de ces matières colorantes, notamment concernant la nature des pigments, la provenance des matières colorantes, les modes de préparation et d'application. Ces recherches permettent également d'avancer sur les problèmes de datation des sites ornés, leur vulnérabilité et conservation. Par contre, concernant la prise en compte de l'état de paroi et de l'altération des figurations, peu d'études internationales intègrent ces questionnements et il est nécessaire d'aller chercher une littérature centrée sur l'étude du milieu karstique et plus largement environnementaliste pour trouver des éléments de compréhension à ces phénomènes complexes. Ces différentes problématiques sont au cœur de mes recherches et j'ai pu contribuer à cet état des connaissances concernant les matières colorantes (**Aujoulat et al. 2002 ; Chalmin 2003 ; Chalmin et al. 2002, 2003, 2004, 2006, 2008, 2015, 2017a et b, 2019 ; Hœrlé et al. 2011 ; Salomon et al. 2021; Vignaud et al. 2006 ; Reiche et al. accepté**).

I.2.1. Les pigments

Le panel des matériaux colorants utilisés pendant la Préhistoire présente une gamme de couleurs assez limitée : rouge, jaune, brun, orangé, violet, noir et blanc. L'ensemble de ces couleurs est principalement obtenu à partir de roches colorantes possédant un minéral chromophore caractéristique de la couleur :

- les *rouges/jaunes/oranges/bruns* sont liés à la présence d'oxydes de fer sous forme principalement d'hématite (Fe_2O_3 pour les rouges) et/ou d'oxyhydroxydes de fer comme la goethite (FeOOH , pour les jaunes) présents dans différents types de roches ferrugineuses (**Salomon et al. 2021**) ;

- les *noirs* sont obtenus soit à partir de matières carbonées hétérogènes et plus ou moins ordonnées comme la suie ou le charbon (Bonneau et al. 2012 et 2022 ; Huntley et al. 2011 ; López-Montalvo et al. 2014) soit par des oxydes de manganèse, présentant une minéralogie variée (**Chalmin 2003 ; Chalmin et al. 2006 ; Jezequel et al. 2011 ; Vignaud et al. 2006**). Plus rarement, la présence de graphite (carbone cristallisé) a pu être identifiée comme en Chine dans la région intérieure de Mongolie, Yabrai Mountain (Hernanz et al. 2016) ou en Argentine (Tascon et al., 2016) ;

- le *violet* est principalement obtenu grâce à l'hématite (**Chalmin et al. 2004** ; de Balbin Behrmann & Gonzalez 2009 ; Hunt et al. 2016 ; Huntley et al. 2015), mais la présence d'un sulfate de fer (la jarosite, $(\text{KFe}^{3+})_3(\text{SO}_4)_2(\text{OH})_6$) est également à noter en Australie (Ward et al. 2001 ; Watchman et al. 1997 ; Huntley et al. 2015) ;
- concernant le *blanc*, les minéraux argileux, comme la kaolinite, restent majoritaires (Huntley et al. 2011), mais il est aussi possible de trouver de la huntite (Clarke 1976 ; Ford et al. 1994 ; Huntley et al. 2014), de la calcite, des oxalates de calcium (Ford et al. 1994) ainsi que du gypse (Arocena et al. 2008) ;
- d'autres pigments plus rares, et certainement historiques, ont été également identifiés en art pariétal comme un pigment vert à base de chrome dans les pictogrammes du Montana et du Wyoming (Newman & Loendorf 2005) et un énigmatique minéral bleu dans les peintures rupestres aborigènes sur la péninsule de Cape York (Cole & Watchman 1993).

Pour la Préhistoire plus récente (Néolithique et Âge du Bronze), la gamme de couleur s'élargit en y ajoutant le vert (malachite, glauconie) et le bleu (azurite) (Pradeau 2015). Le rouge peut également être obtenu par l'utilisation du cinabre, un sulfure de mercure probablement allochtone, employé à la coloration de stèles, effigies de personnages, érigées en contexte funéraire en Espagne et en Italie (Emslie et al. 2022 ; Gleba et al. 2021 ; Rodanés-Vicente et al. 2023 ; Pérez-Diez et al. 2023 ; Volante 2016).

Concernant ces différents minéraux chromophores, les analyses physico-chimiques ont beaucoup apporté à leur identification, en particulier pour les oxydes de fer et de manganèse. En effet, bien que la nature du minéral colorant (*pigment*) ne soit souvent plus un mystère et que démontrer la présence de fer dans le cas d'une peinture rouge ne nécessite aucune analyse chimique, il est plus difficile d'identifier les minéraux initialement associés au minéral colorant et de remonter à la roche de laquelle une poudre pigmentaire a été tirée. De ce fait, trouver les indices de mélanges de matières demande de bien identifier les composants du substrat et des produits d'altération. Il reste également difficile de trouver des indices laissés par la transformation de cette matière première, en particulier lorsque les étapes de transformation ont conduit à une perte de sa structure et de sa texture lors de la réduction en poudre. Pourtant l'état actuel de la recherche dans ce domaine nous permet d'accéder à des informations sur les modes de préparation, d'application ou encore sur l'origine de la matière première.

Accéder à la nature du minéral dans le cas particulier des oxydes de manganèse, permet de mettre en évidence des choix de matière aux propriétés parfois tranchées (dureté, adhérence, couleur). Cette diversité des matières et cette qualité de sélection ont été mises en évidence dans le cadre de l'étude de la grotte de Lascaux sans pour autant accéder à l'origine géologique ou géographique des matières premières. En effet, l'environnement de la grotte de Lascaux est extrêmement propice à la présence d'oxydes de manganèse. Il a été

particulièrement bouleversé par l'extraction minière dès le début du 19^e siècle ce qui a fortement modifié le paysage. L'analyse physico-chimique menée sur une série de micro-prélèvements de peinture noire a ainsi révélé l'utilisation d'une grande diversité de minéraux d'oxydes de manganèse suggérant une large gamme de matières premières (**Chalmin 2003**).

Cette diversité minéralogique peut questionner la réalisation de certains panneaux ornés comme par exemple celui de la Scène du Puits dans la grotte de Lascaux (Figure I.4, **Aujoulat et al. 2002** ; Aujoulat 2013). Le rhinocéros se différencie par la préparation de la matière picturale du reste de la composition des peintures du reste du panneau. Cette différence de préparation ou d'origine différente de matière première reflète-t-elle pour autant des temps différents dans la composition de la « scène » ? J-L Le Quellec souligne que l'analyse des pigments ne peut suffire à trancher et à alimenter les interprétations de cette scène très connue de l'art paléolithique (Le Quellec, 2018). L'interprétation reste à ce jour ouverte.

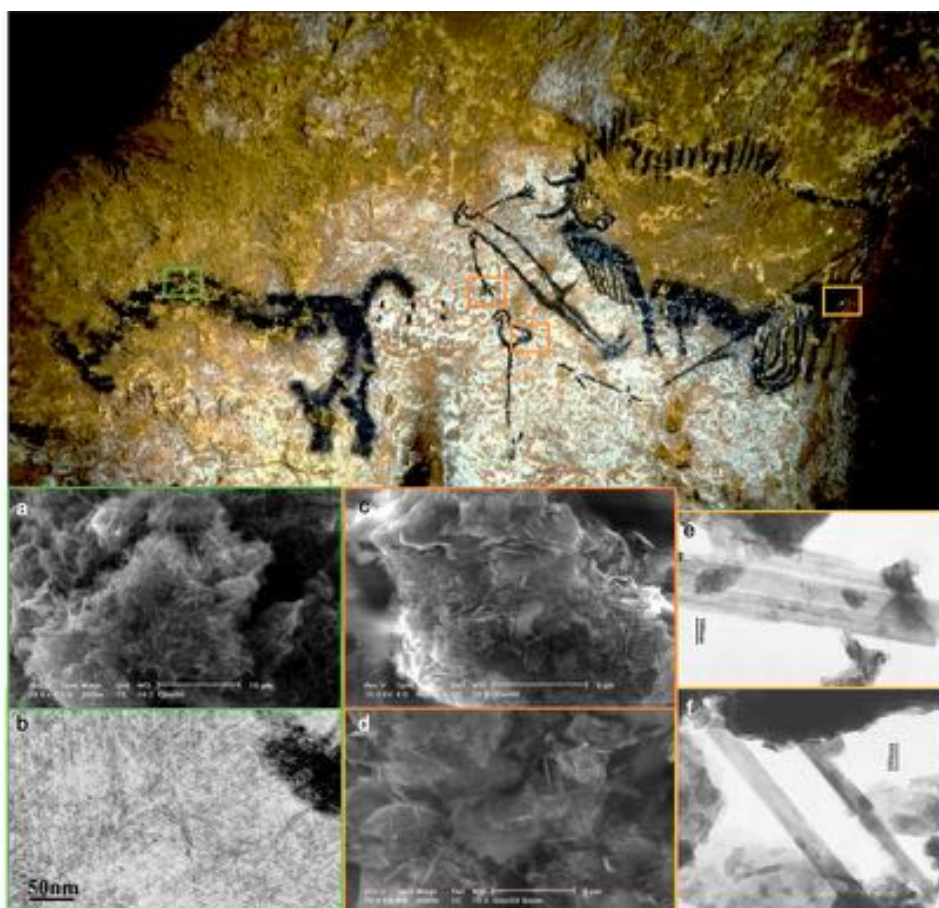


Figure I.4 : La scène du Puits (Photo N. Aujoulat, Centre national de Préhistoire, MCC) et localisation des micro-prélèvements. Clichés de microscopie électronique à balayage et à transmission (E. Chalmin) : a) fines et longues aiguilles d'oxyde de manganèse au baryum provenant du rhinocéros, b) cristal de todorokite provenant du rhinocéros, c) Amas de feuillets d'oxyde de manganèse au baryum provenant du prélèvement de l'oiseau, d) feuillets mal définis d'oxyde de manganèse au baryum provenant du bison, e) cristal de hollandite et f) de cryptomélane provenant du Bison. Aujoulat et al. 2002

L'absence de réponse formelle sur la composition narrative de la Scène du Puits souligne l'intérêt d'approfondir l'**approche analytique** afin de **décrire les spécificités** des pigments ou minéraux utilisés. On ne peut plus se contenter ici d'identifier la nature du minéral chromophore comme appartenant à une grande famille telle que celle des oxydes de manganèse, pour poser des éléments de raisonnement. D'autres indices doivent aussi être recherchés sur l'origine géologique et donc de **remonter à la provenance** de ces matières colorantes.

I.2.2. La provenance des matières colorantes

Alors que les matières colorantes sont nombreuses et se présentent sous différentes formes sur les sites archéologiques, la recherche de leur source d'approvisionnement est restée longtemps peu investie malgré les informations anthropologiques qu'elle peut apporter. Au regard des travaux menés en Australie (Smith et al. 1998 ; Smith et Fankhauser 1996 ; Popelka-Filcoff et al. 2007, 2012a et b et 2022 et Huntley 2021) et en Afrique du Sud (Bonneau et al. 2012 ; Dayet et al. 2013 et 2015 ; Mauran et al. 2021a et b), étudier plus en détail les stratégies mises en œuvre pour leur exploitation en insérant l'étude des ressources dans l'analyse des *chaînes opératoires* semble aujourd'hui une évidence (Figure I.3). En insérant l'analyse des provenance dans l'analyse des chaînes opératoires, on travaille à établir les critères de sélection, les liens entre les choix de matières et les objectifs de production. Ici, on approche les critères techniques (exploitabilité), les critères économiques (accessibilité) et les critères très culturels, à savoir les préférences, les goûts... Il s'agit donc de questionner non seulement les modalités d'utilisation mais aussi les modalités de déplacement des matières colorantes par les groupes humains qui les ont extraits, préparés, échangés ou utilisés. La recherche des lieux d'approvisionnement permet donc de reconstituer les réseaux d'échanges et de circulation à une période donnée (Bourdier 2013).

Définir les territoires de la Préhistoire repose sur le principe d'identification d'ensemble culturel au sein desquels les codes et les normes sont fondés sur des connaissances partagées (Aubry 2005 ; Bon 2009). Dans le cas de la Préhistoire, on considère que le territoire est l'espace dont les limites ne sont pas les mêmes en fonction des ressources, des pratiques et des usages. En ce qui concerne les matières colorantes, le territoire s'apparente à l'« espace parcouru » ; l'enjeu est alors de rechercher et distinguer ce qui relève d'acquisitions directes ou indirectes de matières premières.

Ainsi, déterminer la provenance d'une matière première nécessite des études de caractérisation de matériaux archéologiques et géologiques pour mettre en évidence des similitudes de composition (chimique, pétrographique, minéralogique) attestant d'une origine commune. Le « postulat de provenance » pose les conditions d'association d'une matière d'origine inconnue avec une référence géologique, en l'occurrence la variabilité de composition intra-source doit être minimale devant la variabilité inter-sources. Ce raisonnement implique que l'artefact soit attribué à une source géographiquement contrainte à partir de laquelle une matière première a été extraite pour ensuite subir des transformations. Nous distinguerons ici l'origine *géologique* permettant de relier une matière à un type de roche et donc à sa genèse et l'origine *géographique* qui en plus de distinguer une typologie de formation géologique permet de proposer une aire géographique potentielle de provenance. Ce lieu peut avoir différents niveaux de précision : une couche géologique dans un massif, un affleurement, une exploitation minière ou une grotte. Cette idée est au cœur de

la thèse d'**Aurélie Chassin de Kergommeaux**³ débutée en 2020, ainsi que les axes de recherche de l'étude du site orné de Chuchuwayha (Hedley, Colombie britannique et du lien avec le site sacré de matière première d'Ochre Bluff (*cf. infra*, Projet Chuchuwayha⁴, III.4).

La nécessité de mettre en évidence et de déterminer l'origine géologique, voire géographique, des matières premières colorantes qui ont été employées, tant sur les sites d'habitat que dans les sites ornés, n'est pas aussi ancienne que les recherches consacrées à l'étude des provenances de matières premières siliceuses destinées à être taillées (Damour, 1865). Le regard porté par les préhistoriens sur les matières colorantes est assez différent car c'est principalement pour des questions de conservation et de restitution des grottes ornées que se sont posées les questions des ressources colorantes exploitées (Couraud et Laming-Emperaire 1979 ; Cabrera-Garido 1978 ; Audouin et Plisson 1982 ; **Chalmin** 2003 ; Jezequel et al. 2011). Les recherches des provenance de matières colorantes sont apparues sporadiquement dans les travaux archéologiques et n'ont vraiment commencé à se développer seulement au début des années 2000 dans plusieurs aires géographiques dans le monde (Salomon 2004, 2009, 2012, 2014 ; Beck et al. 2012c ; Dayet 2012, 2013, 2015 ; Pradeau 2015 et 2016 ; Billard et al. 2016).

Ces recherches dites centripètes ont pris le parti de documenter les ressources qui correspondaient aux artefacts en partant du site archéologique et en cherchant dans un périmètre autour de ce site jusqu'à une distance fixe (en kilomètres ou en jours de marche) ou alors dans un zone géographique contrainte (par exemple Attard Montalto et al. 2012). Les approches non centrées autour d'un site archéologique sont rares et seuls les travaux de J.V. Pradeau (thèse 2015) ont pu montrer l'intérêt de documenter toutes les ressources dans une vaste région pour mieux comprendre les choix de sélection des matières premières. Nous verrons comment le projet de la Pigmentoθήque⁵ s'appuie sur ce constat (*cf. infra*, II.2).

Il existe également des cas qui montrent l'exploitation immédiate de matières colorantes sur le site-même où elles ont été utilisées (ex : Arenaza dans Garate et al. (2004) ; Tito Bustillo dans Hernanz et al. (2012) ; Ekain dans **Chalmin** et al. (2002) et le Trou de la Féclaz dans **Le Turnier** et al., en préparation, *cf. infra* III.3).

Pourtant des trajectoires sur de longues à très longues distances ont été mises en évidence pour d'autres matières premières spécifiques (silex, coquillages, ivoire de mammoth, jadéite) à partir du Paléolithique moyen (Taborin 1993 ; Aubry et al. 2003 ; Aubry 2005 ; Petrequin et

³ Thèse co-encadrée par E. Chalmin, M. Rossi, H. Salomon et J.-J. Delannoy. Résumé en annexe

⁴ Chuchuwayha: People and nature in the Similkameen. Projet porté par A. Quiles, financement par le Ministère des Affaires étrangères.

⁵ PCR Pigmentoθήque : financement DRAC-SRA Auvergne-Rhône Alpes depuis 2016. *cf* fiche synoptique en annexe

al. 2011 et 2017 ; Delvigne 2016 ; Reiche et al. 2018). Pour les matières colorantes, rares sont les études qui ont abouti à de telles conclusions. Ces exploitations, qui échappent aux logiques de subsistance matérielle immédiate des groupes humains laissent donc supposer qu'il existe des trajectoires similaires pour les matières colorantes, comme il a pu être suggéré avec la présence d'un bloc facetté de manganite sur le site de Combe Saunière (Sarliac-sur-l'Isle, Dordogne ; **Chalmin** et al. 2006). En effet il s'agit d'un minéral d'origine hydrothermale et les formations les plus probables se trouvent dans les Pyrénées ou la Montagne Noire. Nous avons croisé les observations à l'échelle macroscopique avec la minéralogie fine (TEM) pour cette détermination. Les études de provenances peuvent mobiliser de nombreuses méthodes, souvent séparées les unes des autres. Ainsi, je développe une approche globale des matières colorantes impliquant la caractérisation à plusieurs échelles et requérant plusieurs méthodes afin de dégager les caractéristiques des matières.

Afin d'associer au plus près un artefact archéologique à une source géologique, il est essentiel d'identifier les caractéristiques de la matière à partir des méthodes mises en œuvre. S'il s'agit d'une matière colorante cohésive, alors la pétrographie et la minéralogie sont les plus susceptibles d'apporter les informations nécessaires pour identifier une correspondance. Concernant la méthodologie mise en œuvre pour rechercher les indices d'un rapprochement entre une source de matière première et un vestige archéologique, les études menées à ce jour s'appuient principalement sur la géochimie mais rares sont les études faisant le lien avec l'analyse minéralogique, la pétrographie et la pétrogenèse. Cet état des lieux méthodologique a donc pour but de pointer les avantages et les limites des études actuelles et de démontrer l'importance de la mise en place d'une combinaison de ces approches analytiques. Nous verrons comment le cadre de la Pigmentothèque permet d'une part caractériser les échantillons géologiques et la variabilité d'un gîte et d'autre part d'étudier les vestiges archéologiques de façon non-invasive et en intégrant leur taphonomie afin d'identifier de possibles correspondances (II.2).

Pétrographie et minéralogie

La comparaison à l'échelle macro-, méso- et microscopique de la pétrographie reste une étape indispensable pour observer des objets archéologiques, même sans préparation (Pradeau 2015 ; Salomon 2009 ; Dayet 2012 ; Dayet et al. 2016 ; Billard et al. 2016). Cette étape d'observation pétrographique est indispensable avant de réaliser des analyses ou des préparations (certaines analyses nécessitant des préparations). La pétrographie en macro- et surtout en mésoscopie permet de sélectionner les rares échantillons qui doivent être préparés (modifiés) pour les analyses et les échantillons non préparés pour des analyses non invasives. Il s'agit d'une étape fondamentale de toute étude de corpus archéologique. C'est ce qui permet avant tout d'étudier et d'appréhender des assemblages numériquement importants en identifiant les matières majoritairement présentes et les matières rares. L'enjeu d'une telle observation est de comprendre les résultats des analyses, de faire le lien entre les différents

résultats et de comprendre aussi les limites des résultats en attribuant certaines signatures à des formations/transformations post-dépositionnelles et d'autres signatures à la matière première que l'on cherche à comparer avec des références.

Une analyse minéralogique des différents polymorphes mais aussi des minéraux associés naturellement dans la roche peut être obtenue par des méthodes structurales pour identifier et quantifier ces minéraux. Ces méthodes apportent des informations complémentaires mais sont rarement suffisantes pour permettre à elles seules la relation entre une source et un objet. Mais elles permettent de valider l'évaluation du type de formation d'où provient la matière colorante (Weinstein-Evron and Ilani 1994 ; Moyo et al. 2016 ; Dayet et al. 2016 ; Pitarch-Marti et al. 2019).

Géochimie

Les méthodes géochimiques sont également largement mobilisées pour discriminer des grandes familles de formation de ces roches (Weinstein-Evron and Ilani 1994 ; O'Neill et al. 2004 ; Creagh et al. 2007 ; Jezequel et al. 2011 ; Beck et al. 2012c ; Bonneau et al. 2012 ; Bu et al. 2013 ; Mathis et al. 2014 ; Scadding et al. 2015 ; Zipkin et al. 2017 ; Velliky et al. 2019 ; MacDonald et al. 2011, 2013 et 2018). Dans le cas de matière colorante appliquée, c'est la signature géochimique qui reste la principale caractéristique accessible pour réaliser une comparaison pertinente, mais ceci demande de prendre aussi en considération les potentielles altérations liées à la taphonomie de l'artefact ou encore à la transformation de la matière après réduction en poudre et application. De nombreuses études se sont concentrées sur l'identification de marqueurs géochimiques, comme la présence d'éléments remarquables identifiés par spectrométrie à plasma à couplage inductif (ICP pour Inductively Coupled Plasma), par fluorescence des rayons X (XRF pour X Ray Fluorescence ; Weinstein et al. 1994 ; Attard Montalto et al. 2012 ; Smith and Fankhauser, 1996) ou par ablation laser couplée à l'ICP-MS (Bu et al. 2013 ; Scadding et al. 2015 ; Zipkin et al. 2017). D'autres études utilisent des méthodes accessibles uniquement sur grands instruments comme le PIXE (David et al. 1993 ; Beck et al. 2012 ; Mathis et al. 2014 ; Pitarch-Marti et al. 2018) ou l'activation neutronique (NAA ; Popelka-Filcoff et al. 2007, 2008, 2012 ; Velliky et al. 2019 ; MacDonald et al. 2011, 2013 et 2018). L'ensemble de ces études utilisent des traitements statistiques (multivariés, supervisés ou non, ... ; Mauraan 2019) sur les concentrations élémentaires obtenues sur un grand jeu d'échantillons à la fois géologiques et archéologiques pour révéler les possibles corrélations entre les objets archéologiques et les sources. La méthode mise en place par l'équipe de R. Popelka-Filcoff (2008) est fondée sur la recherche des interdépendances de certains éléments mineurs ou traces avec le fer. De telle sorte qu'en rapportant les teneurs de ces éléments au fer (sous la forme de logarithmes centrés sur le fer), les données ne sont plus tributaires de la grande variabilité de la teneur en fer d'un bloc à l'autre au sein d'une même formation géologique ou d'une zone à l'autre d'un bloc, ou encore, ce qui est indispensable, ces rapports ne sont plus tributaires du signal

environnemental (support, concrétions post-dépositionnelles). Ce principe tient au fait que les roches ferrugineuses contiennent des métaux de transition et certaines terres rares. En effet, ces éléments sont proches chimiquement, c'est-à-dire qu'ils sont solubilisés et précipitent dans les mêmes conditions physico-chimiques (T, red-ox) (par ex. Beauvais 1999 ; Blot 2004).

D'autres études s'appuient sur la mesure des rapports isotopiques de l'oxygène dans les quartz piégés dans l'ocre (Smith et Pell 1997) ou encore la différenciation des propriétés ferromagnétiques (Mooney et al. 2003).

Une attention doit être cependant apportée à la robustesse et la pertinence des techniques analytiques utilisées au regard de la problématique et de l'accessibilité à une information pertinente et interprétable ; en effet, les techniques ne permettent pas toujours des comparaisons d'une étude à l'autre, d'une zone à l'autre même très proches. En particulier, lorsque les zones de mesure ne sont pas identiques en position et en taille, ou si la préparation de l'échantillon diffère d'une technique à l'autre, ces comparaisons nécessitent l'utilisation systématique de protocoles rigoureux et similaires, ainsi que l'utilisation d'échantillons de référence identiques. En effet, cette comparaison devient très délicate en l'absence d'utilisation de références communes aux différents dispositifs. De plus, les concentrations élémentaires ne sont pas toutes dosées avec la même précision ; certaines n'étant pas accessibles selon les dispositifs analytiques (limites de détection). De ce fait, le croisement des différentes méthodes est rendu nécessaire à condition d'utiliser des références communes à tous ces dispositifs et protocoles analytiques pour faire le lien, comprendre comment réagit la méthode aux échantillons, etc. Ceci justifie que soient décrites et documentées les caractéristiques pétrographiques, cristallographiques et élémentaires des matières premières pour comprendre les résultats des mesures et y déceler ce qui relève de biais analytiques et ce qui caractérise la matière colorante ciblée. C'est bien ce que nous proposons dans le cadre du projet Pigmentoθήque.

Les analyses élémentaires comme la XRF portable ont pour avantage d'analyser de larges corpus, avec des temps d'acquisition courts et peu ou pas de préparation des échantillons. En revanche, si chaque étude menée avec un appareillage différent dans des conditions expérimentales différentes apporte des données nouvelles et répond à une question ponctuelle (compatibilité chimique des matières premières comparées, discrimination entre certaines matières premières, présence de certains éléments diagnostiques dans le meilleurs des cas), les résultats de différentes campagnes d'analyses ne pourront pas être comparés les uns aux autres. De plus, il existe une grande diversité d'instruments utilisant le principe de l'XRF qui présente de grandes différences de limite de détection, en particulier pour les éléments permettant d'accéder à ce qui fait l'empreinte d'une matière. Il faut distinguer :

- d'une part les instruments portables légers et maniables ne nécessitant aucune préparation mais avec des limites de détection élevées et ne permettant pas une bonne estimation quantitative des éléments ;

- d'autre part les instrumentations de laboratoire utilisant des détecteurs dispersifs en énergie (EDS) ou en longueur d'onde (WDS) nécessitant la préparation d'échantillons pour obtenir un diamètre suffisant (plot poli ou poudre compactée sous forme de pastille). L'utilisation d'étalonnages externes permet d'optimiser les limites de détections et de prendre en compte les effets de matrice pour améliorer la quantification des éléments. Ces dispositifs peuvent également être utilisés sous vide pour accéder aux éléments plus légers.

C'est pourquoi une attention méthodologique doit être portée pour calibrer en amont les appareils afin qu'ils ne fonctionnent pas comme s'il s'agissait d'analyser des produits normalisés issus de la production industrielle actuelle (contrôle qualité des produits). Ceci est le principal objectif du projet ANR Color-Sources⁶ dans lequel je suis impliquée.

Malgré l'intérêt et les apports des quelques études de provenance de ces matières colorantes, l'identification de sources exploitées potentielles plutôt qu'attestées reste peu fréquente (e.g., Salomon et al. 2014 ; Dayet et al. 2016) et nécessite d'être renforcée en intégrant à la fois les informations pétrographiques, minéralogiques et géochimiques (*cf. infra*, II.2). Les études actuelles sur la provenance ne se concentrent pour la plupart que sur une seule de ces informations. Pour accéder à la source de matière première, il faut comprendre l'histoire de ces roches qui ont enregistré des signatures diverses au cours du temps. Bien que l'on soit capable de définir le type de roche colorante simplement en les regardant (ex. altérite, grès ferruginisé, bauxite, calcaire à entroques ferruginisés, etc.), il faut pouvoir les associer à des signatures chimiques particulières. Donc comprendre dans un premier temps les conditions de formation de ces nombreux types de roches colorantes ferrugineuses ou manganées reste encore à l'heure actuelle un véritable défi analytique et nécessite de mettre en place un référentiel systématique (*cf.* projet Pigmentoθήque).

Pour retracer l'origine des matières premières des artefacts archéologiques, deux étapes apparaissent indispensables : (i) la nécessité de **caractériser les matières à différentes échelles** et par différentes méthodes qu'elles soient archéologiques ou géologiques, en prenant soin de rendre comparable les données acquises en s'appuyant sur des **référentiels communs** ; (ii) les **modifications induites** dans ces matières par des transformations, préparations et altérations (enfouissement ou à l'air libre) doivent être abordées de manière rigoureuse. Reconnaître les stigmates laissés dans la matière lors de la préparation est donc un enjeu majeur dans cette démarche. La mise en place de la méthodologie pour retracer la provenance des matières colorantes correspond aux travaux engagés dans le cadre des projets transversaux comme la Pigmentoθήque et l'ANR Colour Source (II.2).

⁶ ANR porté par M. Lebon MNHN, 2022-2026 ; *cf.* fiche synoptique en annexe

I.2.3. Les modes de préparation

Un certain nombre d'objets retrouvés en contexte archéologique ont pu être identifiés et associés à des parois ornées, comme étant des témoins d'une activité de préparation, des contenants (Villa et al. 2015 ; Henshilwood et al. 2011 ; Sajò et al. 2015) ou encore des outils (Velliky et al. 2018 ; Wojcieszak 2018). Une compilation des sites ornés paléolithiques européens sur lesquels de tels objets ont été retrouvés a été récemment publiée (Medina-Alcaide et al., 2018 ; Tableau I.1). On observe que ces objets ont été assez vite considérés lors des fouilles archéologiques (dès 1979 à Lascaux) mais que la reconnaissance d'une industrie associée à ces matières colorées ne semble pas encore admise par toute la communauté des archéologues. Enfin, cette liste illustre d'une part qu'il s'agit de découvertes non isolées et d'autre part que les étapes de préparation pouvaient être réalisées sur le lieu même des réalisations graphiques.

“ocre” et autres pigments trouvés dans les dépôts, récipients (*sic*) et outils

Altamira ([Cuenca-Solana et al., in press](#)), Altxerri ([González-Sainz et al., 2013](#)), Arcy-sur-Cure ([Baffier and Girard 1998](#)), Ardales ([Cantalejo et al., 2005](#)), Bédeilhac ([Gailli et al., 1984](#)), Candamo ([Corchón et al., 2015](#)), Castillo ([Groenen 2014](#)), Cougnac ([Lorblanchet 2010](#)), Cussac ([Jaubert et al., 2012](#)), Covarón ([Arias and Pérez-Suárez 1993](#)), Ekain ([Altuna and Mariezkurrena 2008](#)), Erberua ([Larribau and Prudhomme, 1983](#)), Etxeberri ([Garate et al., 2012](#)), Fieux ([Lorblanchet 2010](#)), Gabillou ([Beaune 1987](#)), Garma ([Arias et al., 2011](#)), Gargas ([Peyroux 2012](#)), Isturitz ([Garate et al., 2013](#)), Labastide ([Omnès 1982](#)), Lascaux ([Leroi-Gourhan and Allain 1979](#)), Montespan ([Peyroux 2012](#)), Morgota ([López-Quintana et al., 2015](#)), Nerja ([Medina-Alcaide and Sanchidrián 2014](#)), Ojo Guareña (La Palomera) ([Moure 1985](#)), Pasiega ([Moure and González-Morales 1988](#)), Portel ([Peyroux 2012](#)), Salitre ([Cabrera and Bernaldo de Quirós 1981](#)), Tête-du-Lion ([Combiér 1984](#)), Tito Bustillo ([Moure and González-Morales 1988](#)), Trois-Frères ([Bégouën et al., 2014](#)), Tuc d'Audoubert ([Begoïen et al., 2009](#)), Villars ([Peyroux 2012](#))

Tableau I.1 (extrait de Medina-Alcaide et al. 2018) : Compilation de différents types de vestiges archéologiques présents dans des grottes ornées du Paléolithique européen. Ici, le type de vestiges conservés concerne les matières colorantes et colorées et les objets associés à sa production⁷.

En s'appuyant sur la notion de *chaîne opératoire*, une fois la matière collectée, celle-ci peut alors être transformée selon son usage. Sa préparation peut être décrite selon différentes étapes : (i) les transformations mécanique et thermique de la matière, (ii) les mélanges avec d'autres matières minérales (charges), (iii) et/ou avec de l'eau ou des matières organiques (liants) avant son utilisation (outil ou matière picturale appliquée sur un support).

⁷ Il est à noter que les auteurs de cette publication ne considèrent pas les matières colorantes et les objets associés comme une industrie à part entière, car une liste distincte est établie pour les industries lithique, en matière osseuse, en végétaux, ou encore en malacorestes.

Les transformations mécanique et thermique

A partir de l'étude de micro-prélèvements ou de vestiges provenant des sédiments associés à la préparation de la matière colorante, il a été possible de démontrer l'utilisation d'un certain nombre de techniques de préparation de la matière colorante : le broyage, le concassage, le mélange avec des charges (argile, quartz, calcite, apatite...), le raclage (Vandiver 1983 ; **Chalmin et al.** 2003 ; Velliky et al. 2018). Ces différentes techniques ont également fait l'objet d'expérimentations pour appréhender les propriétés de ces matières colorantes et qualifier ces propriétés (avec des classifications) lors de réduction en poudre, de préparation, d'application (*e.g.* Couraud et Laming-Empereire 1979 ; Salomon 2009 ; Pradeau 2015 ; D'Errico et al. 2016 ; Santos Da Rosa et al. 2023).

De même, des hypothèses de traitement thermique ont fréquemment été évoquées et expérimentées (Guineau et al. 2001 ; Heyes et al. 2016). Le traitement thermique des matières colorantes est reconnu pour modifier la couleur des roches ferrugineuses de jaune à rouge (déshydratation de la goethite FeOOH en hématite Fe_2O_3) mais la mise en évidence de traitement intentionnel reste délicate (Pomiès 1997 ; Pomiès et al. 1998, 1999a et b ; Hovers et al. 2003 ; Salomon et al. 2015 ; Cavallo et al. 2018). La question de la modification des propriétés mécaniques a également été soulevée principalement pour la famille des oxydes de manganèse qui ne changent pas de couleur lors de la montée en température (**Chalmin et al.** 2003 ; **Chalmin et al.** 2008). L'intérêt d'utiliser les oxydes de manganèse pour augmenter l'efficacité de la combustion du bois en diminuant son auto-inflammation a été proposé sur la base de l'expérimentation mais sans aucune preuve en contexte archéologique (Heyes et al. 2016). Il a pourtant été possible d'identifier un certain nombre de stigmates caractéristiques liés à ce traitement thermique des oxydes de fer et de manganèse en particulier pour des objets mis au jour dans les sédiments archéologiques, principalement sur des sites d'habitat, sans relation avec des réalisations graphiques sur parois (Salomon et al. 2012 et 2015 ; **Chalmin et al.** 2008 ; Pomiès et al. 1999b ; Cavallo et al. 2018). Quant à savoir si ce chauffage a été fortuit ou pratiqué de façon intentionnelle pour modifier les propriétés physiques (couleur, capacité à être broyé, Hovers et al. 2003 ; Salomon et al. 2012, 2015 ; Tsatskin & Gendler, 2016) ou comme un acte symbolique, un geste culturel, l'analyse, même la plus précise possible, ne saurait y répondre. Il est nécessaire de comprendre le contexte économique, social et technologique par une approche plus globale à la fois avec l'étude de l'ensemble des matériaux et artefacts archéologiques et avec une meilleure compréhension de la stratégie d'approvisionnement en matière première (Salomon et al. 2015).

Les mélanges avec d'autres matières minérales (charges)

Dans le cas de plusieurs sites ornés d'Ariège, la notion de « recette » impliquant l'utilisation de charges spécifiques comme le talc, des feldspaths potassiques ou encore la biotite est à

reconsidérer étant donnée l'identification minéralogique peu fiable uniquement par observation par MEB-EDS (Buisson et al. 1989 ; Clottes et al. 1990). En effet, la simple identification des éléments Al, Si et K doit être combinée à une analyse structurale pour obtenir une identification minérale. De plus, les phyllosilicates de potassium, naturellement présents dans les assemblages de minéraux (illite/montmorillonite, par exemple) tout comme la biotite peuvent se retrouver naturellement associés aux oxydes de fer ou de manganèse ou pour ce qui est des minéraux argileux, être des produits de dégradation de la roche support, comme dans le cas du calcaire. Les analyses menées ne permettent pas d'évaluer l'intentionnalité d'un tel mélange pouvant exister naturellement ou résulter d'interaction entre les matières picturales et les parois.

Il est pourtant reconnu que l'ajout de ces charges permet de modifier les propriétés de la matière colorante et en particulier sa viscosité ce qui peut rendre son application plus adaptée (Chalmin et al. 2003 ; d'Errico et al. 2016 ; Dayet et al. 2022). Certains minéraux, non associés naturellement aux minéraux colorants ont ainsi pu être identifiés comme étant des charges, pouvant également permettre d'économiser la matière colorante (Arocena et al. 2008 ; Chalmin et al. 2004). La présence de bois de renne identifié dans les peintures de la grotte de Lascaux questionne également sur l'utilisation possible d'outil en bois de renne pour la préparation ou une pollution liée au travail du bois de renne dans la grotte plutôt qu'un ajout intentionnel (Chadefaux et al. 2008). Dans un autre contexte, il a été possible de reconstituer deux chaînes opératoires distinctes de la préparation des matières picturales des peintures schématiques du levant espagnol à partir de la distinction entre différents charbons végétaux (angiosperme et conifère, Lopes-Montalvo et al. 2017). Des analyses menées sur 70 prélèvements provenant d'une vingtaine de sites d'art schématique en France méridionale dans les années 1990 ont également conduit à poser l'hypothèse de recettes caractéristiques de groupes culturels de différentes régions du sud de la France (Hameau et al. 1995 et 2005). Pourtant l'ajout de talc dans le Var et d'os brûlé dans le Vaucluse, considéré comme fonctionnellement neutre, est à confirmer par des analyses structurales. En effet l'identification de ces charges reste des hypothèses basées sur la simple analyse élémentaire par MEB. Il serait également important de remettre ces hypothèses en perspective en fonction des sources d'approvisionnement possibles dans les deux départements. En effet, ces deux régions présentent de nombreuses sources de matières premières colorantes accessibles (projet Pigmentoθήque).

Il n'est pas aisé de distinguer ce qui a été ajouté de façon volontaire à une matière première qui peut présenter un large panel de minéraux et donc des qualités différentes. Afin de préciser quels sont les minéraux qui sont naturellement associés et ainsi faire la différence avec des minéraux intentionnellement ou accidentellement mélangés, il est indispensable de se **référer à une large collection de matériaux naturels** dans des contextes géologiques variés, comme nous le préciserons par la suite (*cf. infra* chapitre II). Une autre limite à l'interprétation de ces matériaux additionnels provient également d'une **méconnaissance**

des « polluants » ou « altérations » provenant de l'évolution à la fois de la paroi et de l'objet dans son milieu d'enfouissement (*cf. infra*, prise en compte de la taphonomie). Autant d'éléments qu'il est important d'appréhender afin de distinguer à bon escient la matière première de la matière transformée.



Figure 1.5 : Les blasons de Lascaux (Dordogne, France)(Chalmin & Huntley, 2017). Photo en haut à gauche : vue générale du panneau de la « vache noire » avec les blasons (© Jean-Michel Geneste—Centre National de Préhistoire— Ministère de la Culture et de la Communication). Photos du milieu : détails des blasons de gauche et de droite avec la numérotation des compartiments. Colonne de droite : clichés de microscopie électronique en transmission des prélèvements des compartiments N43 (noir), V46 (violet) et R50 (rouge), et l'image d'une coupe polie du prélèvement N52 (noir) obtenue par microscopie optique. Ligne du bas : résumé des minéraux identifiés dans chaque compartiment des deux blasons. Réalisation E. Chalmin

En revanche, la diversité de composition chimique et minérale, de morphologie et de structure de plusieurs micro-prélèvements de matière colorante permet d'introduire la notion de « pot de peinture » ; celle-ci singularise la production d'une certaine quantité de matière colorante dont les propriétés sont adaptées au mode de dépôt. Cette diversité a été clairement mise en évidence par exemple sur plusieurs panneaux de la grotte de Lascaux (la grande vache dans **Chalmin et al.** 2004, les blasons dans **Chalmin et al.** 2006 et **Chalmin & Huntley** 2017, Figure I.5 et sur la scène du puits dans **Aujoulat et al.** 2002, Figure I.4) mais aussi à la grotte de la Garma (Arias et al. 2011).

Les mélanges avec de l'eau ou des matières organiques (liant)

Quelles que soient les matières premières utilisées et leurs qualités intrinsèques (pouvoir colorant, pouvoir couvrant, abrasif, ...), l'utilisation d'un liant à la poudre obtenue peut se révéler incontournable pour adapter l'usage du produit fini. Il est indispensable pour l'application d'une peinture comme le montrent les expérimentations (Couraud et Laming-Emperaire 1979 ; Prinsloo et al. 2013 ; Ozan et al. 2020) et les sources ethnographiques et historiques (Lewis-William 1985 ; Rudner, 1982 et 1983). Ces additifs peuvent être de nature très variable selon les contextes géographiques et culturels et le choix de ces liants peut être conditionné par des propriétés spécifiques (texture, viscosité, ...) par leur accessibilité (eau, cire d'abeille, résine, ...), mais aussi pour des raisons symboliques et rituelles.

Les liants, quand ils ne sont pas de l'eau, sont le plus souvent des produits organiques qui ont plus ou moins bien résisté au cours du temps. Leur dégradation a conduit à une mauvaise conservation des peintures contenant certains de ces produits (Spades and Russ 2005 ; Hameau 2009). Il est donc rare que les matières organiques des liants soient suffisamment bien conservées pour être identifiées dans des peintures datant de la Préhistoire. La détection de liant organique reste donc toujours problématique (Pepe et al. 1991 critiqué dans Petit et Valot, 1992 et Regert 1996) et à ce jour, de tels mélanges restent hypothétiques. Interpréter un signal lipidique dans un échantillon de matière colorante reste également un enjeu en particulier pour les associer à des matières premières végétales ou animales cohérentes avec l'environnement (Vasquez et al. 2008 ; Livingston et al. 2009 ; Reeves et al. 2012 ; Gomes et al. 2019).

L'amélioration des performances analytiques en chromatographie couplée à la spectroscopie de masse a permis de rechercher des protéines caractéristiques de caséine de lait associées à de la matière colorante dans un résidu assez épais à la surface d'un fragment de roche conservé dans une couche datée de 49000 ans avant le présent à Sidubu (Afrique du Sud, Villa et al. 2015). Les études protéomiques devenant de plus en plus sensibles et performantes nécessitent de moins en moins de matière (4 mg d'échantillon), ce qui rend la détection des protéines dans les matières colorantes plus favorables (Kuckova et al. 2013 ; Roldàn et al. 2018 ; Vinciguerra et al. 2019). Bien qu'il existe des approches non destructives comme la

spectroscopie infrarouge et Raman (Prinsloo et al. 2013 ; Horn et al. 2020), d'autres méthodes destructives nécessitant des prélèvements et des étapes d'extraction sont nécessaires pour identifier les adjuvants ou liants organiques intentionnellement associés ou non à la matière minérale en optimisant les systèmes de détection et en améliorant les techniques d'extraction (Doolin 2009 ; Livingston et al. 2009 ; Cicatiello et al. 2018 ; Vinciguerra et al. 2019).

La présence de matières organiques ajoutées au pigment permet d'envisager des datations directes sur certains objets associés à ces matières colorantes (*cf. infra* ; e.g. Watchman 1993 ; Watchman et al. 1997) et ouvre des perspectives quant à la recherche d'ADN (Mawk, 1999).

Bien que mes méthodes de recherche et ma problématique ne soient pas centrées sur la question des liants, en particulier sur la recherche de matière organique dans les matières colorantes archéologiques, il est important de pouvoir suivre les avancées dans ce domaine. En effet, les vestiges manipulés aussi bien que les peintures sur paroi ou les micro-prélèvements doivent être manipulés et stockés en tout état de cause pour permettre ce genre d'investigation, même à postériori. Les méthodes analytiques employées doivent être le moins invasives possible pour permettre la conservation de la présence potentielle de tel indice.

Lors de toutes ces étapes de préparation de la matière colorante et picturale, des indices pour reconnaître la matière première ont pu être relevés. Ainsi peut-on aujourd'hui caractériser la nature du pigment, les minéraux associés, les matières organiques éventuelles, les transformations structurales laissées lors d'actions mécanique ou thermique, tout en considérant la présence d'indices liés à l'usage d'outils ou au stockage, et surtout ceux liés à son altération, pour lesquels nous sommes particulièrement attentifs (*cf. infra*, chapitre II). Une fois la matière transformée en fonction de ses usages (restant souvent à définir), on cherche à en comprendre les modalités de transformation et d'utilisation. Dans le cas de l'acte graphique, il s'agit de reconnaître les techniques d'application de la matière picturale. Quel(s) indice(s) est-il possible d'identifier, et à quelle échelle d'observation ou d'analyse, pour reconnaître non pas la gestuelle de l'artiste (Hameau 2009 et 2012), mais l'outil et la technique utilisés ? Nous interrogeons bien la matière et non pas l'information concernant le tracé. Pourtant comprendre ces modes d'application peut avoir du sens pour mettre en regard la nature de ces matières et les observations réalisées par les pariétalistes.

I.2.4. Les modes d'application

L'identification des modes d'application n'est pas issue d'une analyse physico-chimique de la matière mais plutôt d'une observation fine de la répartition de la matière déposée (forme, épaisseur, texture ; Aujoulat 2013 ; D'Errico et al. 2016 ; **Aujoulat et al.** 2002 ; **Vignaud et al.** 2006 ; Groenen et Groenen 2021) ainsi que de la comparaison avec des expérimentations ou la réalisation de répliques (Lorblanchet 1995 ; Prinsloo et al. 2013).

Il est possible de distinguer un tracé réalisé avec une matière sèche (dessin), d'un tracé fait à partir d'une matière humide et pâteuse (peinture), comme l'a fait Norbert Aujoulat pour la plupart des figures de la grotte de Lascaux (Aujoulat 2013). De la peinture suffisamment liquide a également pu être projetée ou soufflée par pulvérisation buccale pouvant nécessiter l'usage d'un tube et d'éventuels caches pour tracer des contours (Lorblanchet 1995 ; D'Errico et al. 2016), ou encore tamponnée par impression directe d'objets sur la paroi (main, feuilles, fourrure, etc.). Par exemple, de grandes surfaces ont pu être peintes en aplats par application de peintures avec la paume de la main comme en atteste la présence de dermatoglyphes (à la grotte Chauvet, Baffier et Feruglio 1998 et à la Grotte aux Points, Atchtelek et al. 2019 et Monney et al. 2018 et 2019 toutes deux dans les gorges de l'Ardèche).

Dans le cas de la grotte de Lascaux, le rapprochement entre la nature des matières picturales utilisées pour réaliser les panneaux de la Rotonde permet de mettre en évidence que la préparation de ces matières est indépendante du mode d'application et permet de proposer des regroupements basés sur la minéralogie et la géochimie des prélèvements en accord avec les séquences de construction proposées par N. Aujoulat (**Reiche et al.**, accepté, Figure I.6). En effet, la figure I.6 représente des relevés des panneaux gauche et droite de la Rotonde de Lascaux avec des indications concernant plusieurs phases de réalisation qui permet de trouver des cohérences entre les différents bestiaires représentés. Plusieurs modes d'application peuvent être utilisés pour produire une seule figure. Par exemple le grand auroch bichrome présente des traits continus ayant été produits au moyen d'un pinceau et des ponctuations rouges produites par soufflage ou tamponnage.

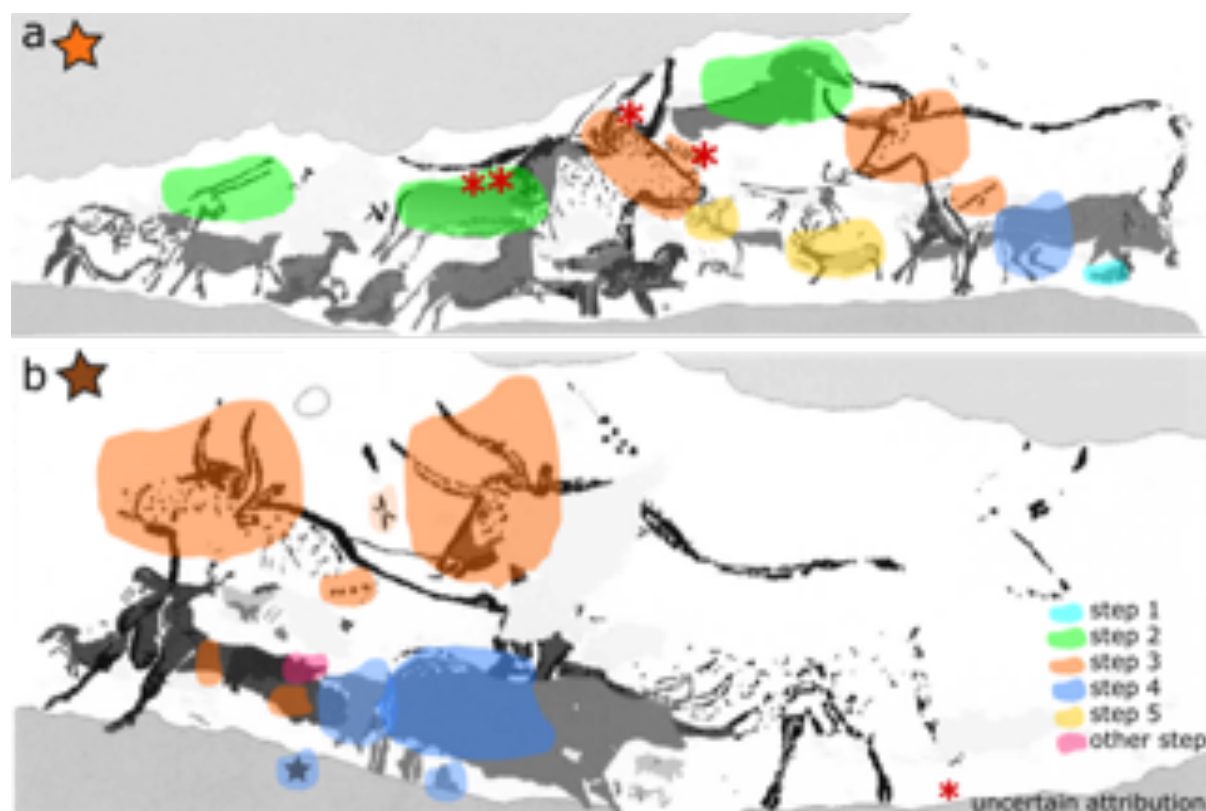


Figure I.6 : Les panneaux gauche et droite de la Rotonde de Lascaux (Dordogne, France) : identification des phases de réalisations à partir de l'étude des microprélèvements sur des groupes de figures (à partir des relevés de N. Aujoulat, modifiée par E. Chalmin ; Reiche et al. accepté).

Sans prétendre proposer une chronologie relative, l'apport de l'analyse physico-chimique permet de faire des regroupements entre différentes matières et donc différentes figures. Il est indispensable de croiser ces informations avec d'autres arguments, ici le mode d'application, mais surtout avec la lecture de la paroi de façon plus large, les superpositions entre les figures mais surtout avec les phases d'encroûtements pouvant survenir avant, pendant et après la ou les phases de réalisations. Mes travaux s'appuient sur cette importance de confronter tous ces regards pour permettre d'accéder à une chronologie au moins relative voire absolue, que ce soit dans mes travaux antérieurs sur les peintures paléolithiques (Lascaux et la grotte aux Points, par exemple) ou sur les études actuelles autour des peintures schématiques holocènes. La collaboration avec Anita Quiles sur le site de Chuchwayha (Colombie britannique) est une étape supplémentaire pour accéder aux datations absolues (cf. chapitre III).

En effet, l'analyse de micro-prélèvements peut renseigner sur l'épaisseur de la matière déposée dans le cas d'un bon état de conservation comme par exemple lorsque les lessivages sont faibles ou inexistantes. A partir de l'étude de la stratigraphie, il est également possible de donner des indices sur d'éventuels superpositions et ainsi d'accéder à une chronologie des réalisations (les Blasons de Lascaux : Chalmin et al. 2006 ; à Rouffignac : Gay et al. 2020 ; « Genyornis » ou JSARN-124 (Australie) : Chalmin et al. 2017b).

I.2.5. La datation

Remettre l'acte graphique dans sa temporalité est un enjeu majeur quelles que soient la période ou la géographie concernées. La question de la datation motive actuellement un grand nombre d'études impliquant d'une part la compréhension d'une chronologie d'un site (exemple à Chauvet : Clottes et al. 1995 ; Valladas et al. 2005 ; Quiles et al. 2016 ; Delannoy et Geneste 2020), et d'autre part la quête des plus vieilles pratiques culturelles de l'homme moderne (exemple des grottes cantabriques : Pike et al. 2012 ; en Indonésie : Aubert et al. 2012 et 2014), plus critiquable car souvent sans réelle coordination avec les problématiques archéologiques.

Les études les plus répandues impliquant cette question de datation s'appuient sur des déterminations d'âges chronométriques liés à un événement particulier permettant d'accéder à une valeur numérique contrainte par des incertitudes plus ou moins importantes selon la méthode employée (quelques exemples : ^{14}C , luminescence stimulée optiquement, U/Th, isotopes cosmogéniques) et selon la période concernée. Ces datations sont dites *directes* lorsqu'elles concernent les matières carbonées présentes sur les parois ou dans les couches stratigraphiques, et *indirectes* lorsqu'elles concernent des encroûtements sus ou sous-jacents à la matière picturale, ou encore des indices physico-chimiques des pigments pouvant servir de marqueurs chronologiques (apparition d'un pigment de synthèse par exemple, Wesley et al. 2014). De rares tentatives de datation ont utilisé le magnétisme rémanent des oxydes de fer (Chiari et Lanza 1997 ; Goguitchaichvili et al. 2016).

Malgré des développements méthodologiques innovants, de plus en plus performants et nécessitant des quantités de matière de plus en plus faible, les controverses et les débats existent toujours pour mettre en question les résultats obtenus (par exemple malgré les évidences et les convergences, des débats persistent dans le cas de la grotte Chauvet, Combiere et Jouve 2014 ; cas des dates U/Th antérieures à plus de 41000 ans avant le présent discuté par Pons-Branchu et al. 2014 ; ou encore les datations chronométriques en Australie, David et al. 2013a). De manière générale, ce ne sont pas les méthodes elles-mêmes qui posent le plus de problèmes mais plutôt les choix qui ont conduit aux prélèvements et les perturbations environnementales qui peuvent induire des biais sur les mesures (David et al. 2013a ; Pons-Branchu et al. 2014 ; Quiles 2016). La mise en contexte et l'utilisation d'un faisceau de preuves sont des manières de remédier à ces critiques et permettent de construire une chronologie plus fiable. La chronologie relative pose d'abord les relations entre les événements et permet de sélectionner les échantillons qui dateront l'événement ciblé, ou qui encadreront l'événement ciblé. Mais il faut aussi questionner comment la matière servant de support à la datation s'est déposée et comment elle a évolué. Une amélioration de l'élaboration des chronologies de références a pu être proposée à partir d'une revue critique des différentes étapes méthodologiques utilisées pour l'obtention de chronologie de l'art rupestre (Monney 2003 ; Monney et Jaillet 2019).

L'approche bayésienne est désormais utilisée pour contraindre les incertitudes et construire des modèles chronologiques complexes à partir de ces différentes données chronométriques sur différentes échelles de temps (du millénaire au temps long de la Préhistoire) (Quiles et al. 2016). Il s'agit de confronter les mesures aux contextes des échantillons et d'éprouver les limites des incertitudes sur les mesures.

Les études intégrant un ensemble d'évènements connectés à l'acte graphique et la compréhension de l'évolution de l'environnement du site (anthropique et/ou naturel) sont essentielles pour replacer le geste dans sa temporalité. Seules quelques études intègrent les datations des niveaux archéologiques et l'étude du contexte géomorphologique (Sadier et al. 2012 ; Monney et Jaillet 2019 ; David et al. 2011, 2013b, 2017b et c). Il s'agit donc de s'appuyer entre autres sur une meilleure connaissance de la matière qui compose ces peintures et ces tracés pariétaux, sur la taphonomie de la paroi ainsi que sur la construction possible de liens avec les artefacts associés à la production de ces tracés et retrouvés dans leur contexte archéo-sédimentaire. C'est sur ce constat que s'appuie la démarche méthodologique développée dans mes différents projets de recherche (*cf. infra* Chapitre II).

Au-delà des possibles datations directes des matières carbonées utilisées dans les tracés pariétaux, comment l'analyse des matières picturales minérales peut-elle répondre à la question de l'ancienneté d'un site ? Cette question fréquemment posée par les archéologues implique plusieurs verrous :

- Les pigments d'origine minérale ne peuvent pas apporter d'indice quant à leur date d'exploitation ou de préparation, seule une action de traitement thermique pourrait laisser une empreinte chronologique détectable par thermoluminescence si, et seulement si des minéraux luminescents sont bien présents dans les matières picturales. Pourtant cette technique requiert des quantités de matières non compatibles avec le micro-prélèvement de paroi et n'est pas encore en mesure d'être réalisé *in situ*. De plus ce traitement thermique peut avoir été fortuit et à des périodes beaucoup plus récentes (ex des bushfire encore pratiqués en Australie, Gunn et Whear 2009). Actuellement aucun indice de traitement thermique intentionnel ou non n'a véritablement été démontré dans les matières picturales, seulement des hypothèses d'altération thermique de la paroi (Ferrier et al. 2014) ;
- L'identification de liant organique additionnel reste toujours un défi autant d'un point de vue de l'état de conservation (transformation, disparition ou ajout récent) que d'un point de vue technique (*cf. supra*). La datation de nids de guêpes pouvant recouvrir ou être sous-jacents aux peintures pose également la question de savoir estimer les délais entre la construction du nid, la dégradation, la cimentation et l'application de la peinture (Finch et al. 2020 ; Watchman 2022) ;
- L'utilisation des encroûtements ou précipités carbonatés contenant des teneurs suffisantes en U et Th nécessitent d'une part une bonne connaissance de la stratigraphie et de la

taphonomie de surface (*cf. infra*) et d'autre part une compréhension des échanges et des flux d'U avec l'environnement. Donc, une approche systémique de la paroi/grotte/abri est indispensable pour comprendre ce que l'on date. En effet, il faut pouvoir étudier les systèmes de fracturation, d'écoulement ainsi que les échanges entre l'eau et la roche pour accéder à la compréhension des fluides circulant sur la paroi conduisant à la précipitation d'encroûtement.

- Enfin l'estimation de l'ancienneté d'une figure pariétale ne peut se faire non plus à partir de son état de conservation. Que cet état de conservation soit « bon » ou « mauvais », il est principalement lié aux conditions du milieu et à la stabilité des paramètres environnementaux comme dans le cas de la grotte Chauvet. En aucun cas l'épaisseur de la matière picturale ne peut être reliée à un taux d'érosion ou de lessivage. Pour exemple, en extérieur des peintures schématiques attribuées au Néolithique (exemple du Rocher du Château, *cf. III.3*) n'excèdent pas 8 µm d'épaisseur maximale, alors que cette couche peut atteindre une centaine de microns dans le cas d'autres abris (Otello, Trou de la Féclaz). En revanche, dans le cas de peintures en grotte, l'épaisse couche de peinture reste encore visible à l'œil et dépend seulement du mode de dépôt (exemple de la grotte de Lascaux, jusqu'à plusieurs centaines de microns d'épaisseur, **Chalmin et al.** 2004 ou encore dans la grotte aux Points, **Chanteraud et al.** 2019).

Comme dans le cas de l'étude du site JRASN-124, dit Genyornis en Terre d'Arnhem (Australie, **Chalmin et al.** 2015 et 2017), l'appréciation de la stratigraphie des couches à la surface de la paroi mêlant couche picturale et concrétionnement combinée à la compréhension des mécanismes d'altération du substrat rocheux ne vont pas à l'encontre de l'hypothèse d'ancienneté des peintures du site mais ne permet pas d'en faire la démonstration (*cf. infra*, III.1). Une approche géomorphologique complémentaire utilisant la datation ¹⁴C et le contexte archéologique et géomorphologique des peintures a été nécessaire pour mieux contraindre la chronologie du site en proposant une fourchette de temps entre 13740 et 5310 ans cal BP (Barker et al. 2017). Cette proposition de chronologie pour accéder à la datation de la réalisation des figurations d'émeu n'a été possible que par la mise en place d'une approche intégrée et permet de clore le débat sur la représentation de mégafaune (espèce de genyornis disparu depuis).

Il semble donc difficile de lever individuellement ces verrous techniques et méthodologiques. **Seule une approche intégrée**, prenant en compte aussi l'apport de l'analyse physico-chimique des matières colorantes qu'elles soient déposées sur la paroi ou trouvées lors des fouilles archéologiques, permettra de **construire des chronologies relatives** et de raconter l'histoire de l'occupation d'un site. Un travail collectif doit être mis en place, comme celui que je mène depuis 2013, pour replacer dans une chronologie relative et absolue **l'ensemble des stigmates/traces/atteintes** en comprenant à quoi les attribuer : traces d'activités humaines, récentes/anciennes, volontaires ou non, état du site avant appropriation par les groupes humains, modifications suite à leur abandon et diverses pertes et ajouts de

matières. Il est donc nécessaire de comprendre l'état du site avant les fréquentations qui ont laissé des traces, les divers usages qui en ont été faits et comment celui-ci a été modifié par les humains lors de la fréquentation du site et par les événements climatiques et les effets de l'environnement. Enfin, les pratiques actuelles (valorisation, tentatives ou mise en protection) contribuent également à l'évolution du site. A travers l'histoire du site et de ses modifications, il est donc nécessaire d'interroger sa vulnérabilité et de comprendre son état actuel et d'envisager son état futur.

I.2.6. La vulnérabilité/ conservation

Lorsque l'on parle « d'état de conservation » de peinture pariétale (*cf. supra*), une notion de valeur est alors intégrée considérant dans un premier temps le niveau de lisibilité des peintures et leur intégrité.

Les enjeux liés à cet état de conservation sont multiples :

- Sociaux, économiques et politiques : principalement étudiés en Afrique du Sud, auprès des aborigènes australiens ou encore amérindiens (Ward 1987 ; Duval 2011 ; Duval et Smith 2014 ; Duval et al. 2017), mais également dans des cas d'inscription au patrimoine mondial de l'Unesco (comme dans le cas de la grotte Chauvet, Duval 2008 et Malgat et al. 2012) ;
- Conflits d'usage (exemple de sites aborigènes australiens impactés par des exploitations minières multi-nationales, Huntley et Wallis 2020 ; Huntley et al. 2021) ;
- De conservation : mises en place de « bonnes pratiques » et des politiques de protection des sites (Loubser 2017 ; exemple de bibliographies sélectionnées pour la conservation et le management des sites d'art rupestre par McNeil et Taçon 2012) ;
- De restauration, pour révéler les peintures qui ont été masquées par les effets du temps (exemple d'Arcy-sur-Cure (Yonne), **Chalmin et al.** 2007). Dans le cas de sites où la mémoire perdure (sociétés aborigènes), il existe différents cas d'intervention et de réappropriation (reproduction, repeint, nouvelle création) (Baracchini et Monney 2018 ; Ward 1987) ;
- En archéométrie et science des matériaux, pour intégrer et identifier les produits liés à l'altération dans la compréhension des matières colorantes déposées à l'origine sur la paroi (**Chalmin et al.** 2017a ; **Chalmin & Huntley** 2017 ; **Defrasne et al.** 2019). Comprendre les processus d'altération permet d'une part d'apporter des informations pour élaborer une chronologie relative des événements (Monney 2003 ; Delannoy 2018), mais également d'anticiper et de comprendre l'évolution des parois pour l'avenir.

Pour contourner le problème de la restauration, l'utilisation de fac-similés, complets ou partiels, a été proposée pour révéler au public une image de figurations telles qu'elles pouvaient apparaître au moment de la réalisation (Marsoulas en 2009) ou simplement pour rendre accessible des sites fragiles (Lascaux en 1983, en 2012 puis en 2016, Altamira en 2003,

Niaux, Chauvet en 2014, Ekain, le Roc-aux-Sorciers ; Tosello et al. 2012 ; Malgat et al. 2012).

Cette prise de conscience de la vulnérabilité des peintures pariétales remonte aux années 1970 (Andrieux 1974 ; Taylor et al. 1974 et 1975 ; Clarke 1978), avant même les questionnements et les recherches en lien avec des états de crise (Lascaux, Altamira) qui déclenchent ensuite une accélération de la recherche et des publications sur les problématiques de conservation surtout à partir des années 90, souvent grâce à des fonds gouvernementaux dédiés (Ward 2011). Les études en Afrique du Sud et en Australie sont pionnières dans ce domaine (Australie : Ward 2011).

On remarque pourtant dans cette littérature que très peu d'études motivées par des questionnements de conservation s'intéressent à l'analyse des matières colorantes, comme dans le cas de l'étude des peintures San (Afrique du Sud, Bonneau et al. 2012 ; Hoërlé et al. 2016). C'est également le cas de l'étude des peintures de la Grande grotte d'Arcy-sur-Cure qui au-delà d'une identification des pigments utilisés (Baffier et al. 1999) s'est intéressée à l'interaction de ces pigments avec les voiles de calcite qui recouvrent ces peintures (**Chalmin** et al. 2007). C'est vraiment au moment de l'étude de cette couche de calcite dans cette Grande grotte, pendant mon premier post-doctorat, que j'ai pris conscience de l'importance de la grotte elle-même et de l'évolution de ses paramètres hydro-climatiques.

Bien que la vulnérabilité d'un site ne se mesure pas avec des instruments d'analyses physico-chimiques, il semble nécessaire d'adapter nos pratiques sur l'étude des sites archéologiques en général, mais surtout dans le cadre d'un patrimoine fragile comme les sites ornés. Déplacer des instruments mobiles représente un risque potentiel (manipulations dans des conditions difficiles, effets des rayons X, laser, ...). Une réflexion plus large est nécessaire pour prendre conscience de ces potentiels effets de nos interventions sur les matières picturales et les micro-environnements des parois ornées. Il est donc indispensable de s'intéresser non seulement au support de ces actes graphiques, mais à son évolution de leur support et de leur milieu (grotte, abri-sous-roche, évolution climatique, occupation humaine et animale, ...).

I.2.7. L'état de paroi et l'altération des figurations

Pour aborder la question de la vulnérabilité et de la conservation, un état des lieux du « bon état » de conservation du site orné doit être établi et celui-ci passe par une approche méthodologique multi-échelles du massif (paysage), à celle de la cavité/abri-sous-roche jusqu'à l'échelle du panneau et du tracé (Figure I.7). Le suivi d'un certain nombre de paramètres permettant d'évaluer les bonnes conditions de conservation (température, pression de CO₂, ensoleillement, humidité...) peut alors être mesurés *in situ*, par monitoring ou après prélèvement au laboratoire. Les matières picturales ont pu également être modifiées ou encore enregistrer des modifications de ces paramètres. Il semble donc pertinent d'identifier

ces stigmates directement dans la matière picturale ou dans le substrat rocheux, pour accéder à la variabilité de certains paramètres hydro-climatiques du site. La compréhension de ces processus à différentes échelles est donc indispensable pour les intégrer dans une approche et une méthode d'étude commune de ces sites ornés (*cf. infra*, chapitre II).

A l'échelle de l'environnement

La surveillance environnementale est plus efficace lorsque les observations ont lieu à des échelles emboîtées, du panneau à la région (Aubry et al. 2012 ; Gordon & Dorn 2005), à des moments différents. Cela permet de discriminer les mécanismes de fonctionnement sur un site donné et d'identifier leurs interactions possibles, permettant ainsi une lecture diachronique de la surface de la roche et de l'activité des agents taphonomiques en relation avec les événements passés (Dorn et al. 2008 ; Giesen et al. 2014). On peut citer comme exemple l'identification des forces motrices et de leur évolution dans le temps qui donne un aperçu des taux d'altération et permet de prédire les dégradations futures, y compris l'apparition de nouveaux mécanismes (Giesen et al. 2014). La surveillance climatique complète et à grande échelle des sites d'art rupestre est rare, à l'exception des sites les plus connus qui bénéficient de ressources gouvernementales ou commerciales importantes, comme les grottes françaises de Lascaux, de Chauvet et de Villars (Dordogne) (Bourges et al. 2014).

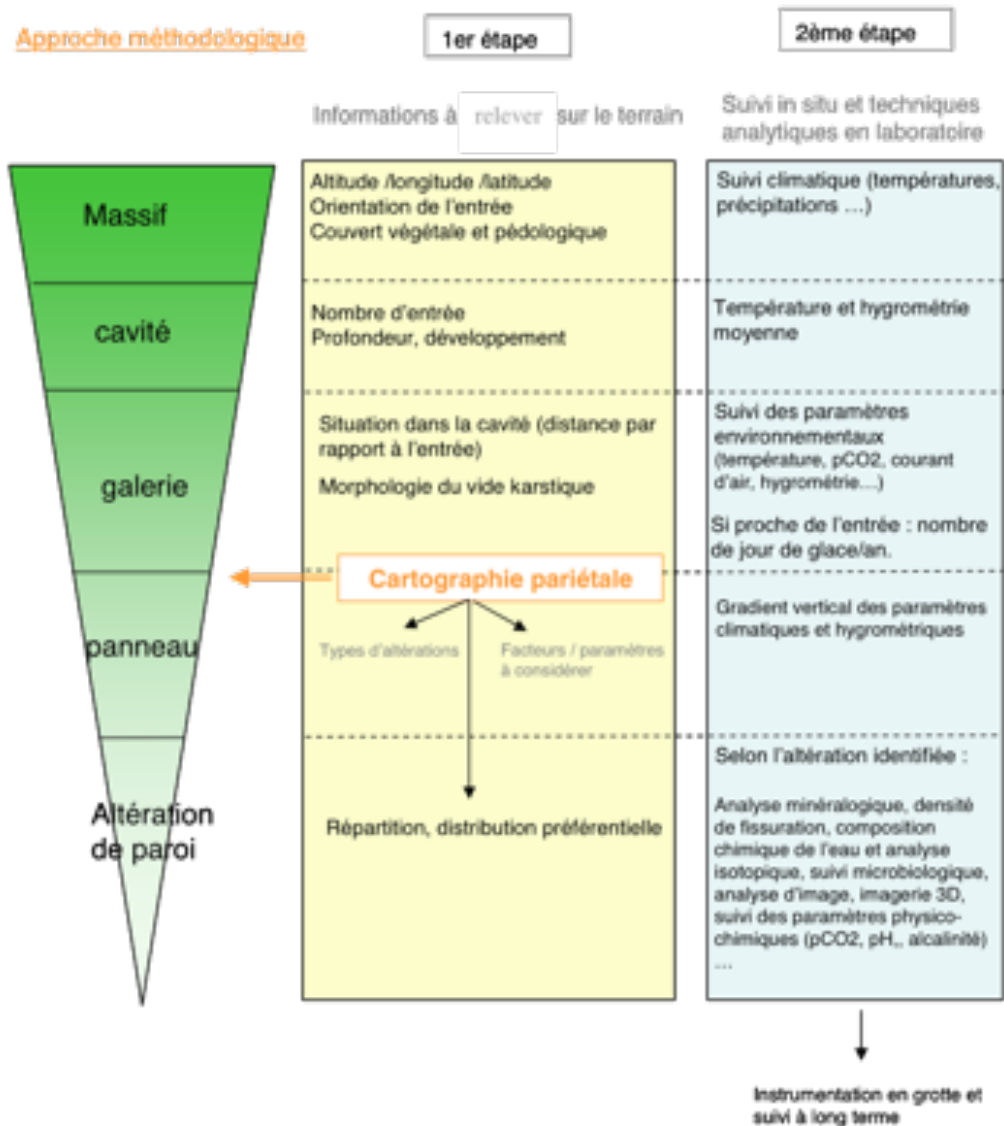


Figure I.7 : Proposition d'approche méthodologique pour l'étude à différentes échelles d'un site orné, développée par Amandine Dransart Laborde* (Master 2, 2012, co-encadrée avec J.-J. Delannoy)

A l'échelle de la paroi

Une vision large est proposée ici autour du site et de façon diachronique pour comprendre ce qui se passe sur la paroi. Comprendre cet état de paroi est primordial pour accéder à la matière picturale et pour permettre de faire la part entre l'évolution naturelle de la paroi, le pigment et les constituants naturellement associés au pigment et ceux ajoutés intentionnellement. La compréhension de l'état d'une paroi rocheuse permet de reconstituer son état d'origine, démêlant ainsi l'histoire de la création et de l'utilisation de l'art rupestre, et elle permet d'évaluer les conditions climatiques et environnementales passées (e.g Rosenfeld 1988 ; Aujoulat 2013 ; Goodall et al. 2009 ; Jaubert et al. 2010 ; Lacanette et al. 2013 ; Ferrier et al. 2014 ; Konik et al. 2014 ; Guibert et al. 2015). L'application d'une **approche dite taphonomique** détournée de son principe initial, élaborée pour le monde du vivant a été transposée à l'archéologie pour l'étude des vestiges ayant subi des altérations après dépôt et

enfouissement (Brugal 2017). Depuis les années 1970, cette approche s'est étendue à un plus large éventail de matériaux et d'environnements archéologiques (*e.g.* Thiébaud et al. 2006 ; Villa 2004) jusqu'à l'art pariétal (Bednarik 2012 ; Kervazo et al. 2010 ; Lenoble et al. 2013 ; Ferrier et al., 2014 ; Green et al. 2017).

Les études taphonomiques sont courantes dans la recherche sur les grottes et depuis plusieurs décennies (Hill et Forty 1997 ; Bourges et al. 2012 ; Bassel et al. 2016). C'est seulement depuis une dizaine d'années qu'elles sont entreprises sur l'art rupestre en grotte (*e.g.* Kervazo et al. 2010 ; Konik et al. 2014 ; Plassard et al. 2014 ; **Hœrlé et al.** 2011) ainsi que sur les sites extérieurs ornés (peints ou gravés ; *e.g.* Meiklejohn et al. 2009 ; Hœrlé 2005, 2006 ; Hœrlé et al. 2004 et 2016 ; Mas et al. 2013 ; Wu et al. 2020 ; Tansem et Storemyr 2021 ; Berthonneau et al. 2023). Ces études impliquent des approches multidisciplinaires des parois rocheuses et des environnements de site, y compris la caractérisation géomorphologique (Pope et al. 2002 ; Tansem et Storemyr 2021 ; Delannoy et al. 2018 et 2020), biologique (Groth et al. 1999 ; Jurado et al. 2009 ; Gonzalez et Portillo 2010 ; Bastian et Alabouvette 2009 ; Bastian et al. 2010 ; Bruxelles et al. 2016 ; Wu et al. 2020 ; Alonso et al. 2019, 2022 et 2023), microstratigraphique (Hœrlé et al. 2016 ; Watchman et al. 2000 ; Green et al. 2017), physico-chimique (**Chalmin et al.** 2007, 2015, 2017 ; **Hœrlé et al.** 2011 ; Bassel et al. 2016), et climatologique (Giesen et al. 2014 ; Lacanette et al. 2009 ; Houillon 2016) de la roche et de sa surface.

Plusieurs études soulignent les difficultés à distinguer la surface de la roche, la couche de roche altérée formée avant la réalisation graphique, les pigments ou les peintures, et les patines ou les encroûtements (Figure I.8 ; par exemple, **Chalmin et al.** 2017a et b ; Gay et al. 2015, 2016 ; Hœrlé et al. 2016 ; Huntley 2012 ; Konik et al. 2014 ; Mas et al. 2013). L'une des difficultés de l'approche taphonomique réside dans la difficulté de donner un « état zéro », ou seulement être capable d'estimer l'état de surface au moment de la réalisation de l'acte graphique.



Figure 1.8 : Schéma typique d'une coupe transverse d'une paroi peinte (à gauche) ou gravée (à droite) (d'après S. Herlé, dans Chalmin et al. 2017a)

En général, les études taphonomiques ciblent les pigments, soit par échantillonnage, soit par des mesures *in situ*. Peu d'études à ce jour ont porté sur la caractérisation des parois rocheuses dépourvues de figuration à proximité (Chalmin et al. 2007, 2017a et b, 2019 ; Hœrlé et al. 2011 ; Huntley et al. 2021). Cette approche prenant en compte l'étude du substrat et de son évolution fait désormais partie intégrante de ma méthodologie qui sera présentée par la suite (*cf. infra* chapitre II).

Quelle que soit la technique ou l'instrumentation utilisée pour documenter la paroi, l'un des objectifs de l'analyse taphonomique est de séparer les différents constituants identifiés et de les attribuer au substrat, à la matière picturale appliquée, aux divers dépôts post-application, aux produits d'altération du substrat, de telle sorte que les signatures de chacune de ces matières peuvent être singularisées et ordonnées spatialement et chronologiquement. Il est indispensable de faire la part de la contribution du substrat et des encroûtements potentiels sus et sous-jacents pour être sûre d'isoler la matière picturale et les indices liées à sa préparation, son application et son origine.

A l'échelle du processus

L'objectif est de présenter succinctement les grandes catégories d'altérations en fonction des facteurs mis en jeu pour mieux être à même d'évaluer les états d'altération dans les sites d'étude. Ces altérations peuvent être induites soit à partir de paramètres environnementaux agissant sur la surface de la paroi et donc sur les figurations, soit à partir de l'altération de la roche mère support. Une synthèse de ces altérations ainsi que la liste des différents agents d'altération sont présentés dans un chapitre dédié (Chalmin et al. 2017a). La figure I.9 présente une synthèse de différents facteurs influençant l'altération des parois de sites ornés qu'il s'agisse d'une grotte ou d'un abri-sous-roche.

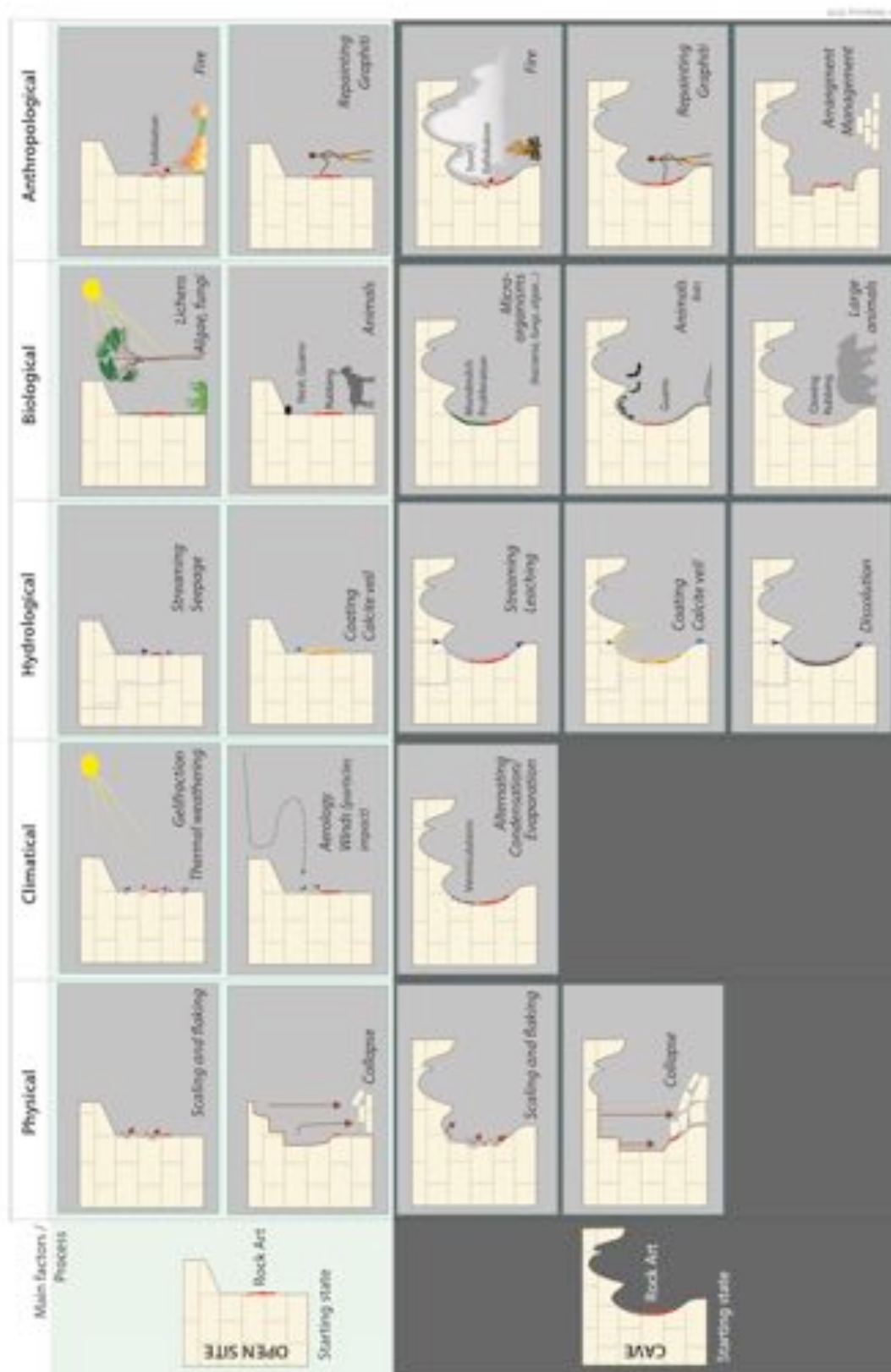


Figure I.9 : Schéma représentant les principaux facteurs environnementaux influençant l'altération des sites ornés (Réalisation J.-J. Delannoy, conception E. Chalmin, accessible dans Chalmin et al. 2017a).

Des mécanismes plus complexes, pouvant impliquer la microbiologie fragilisent et menacent certaines figurations dans des grottes ou des abris ornés comme le développement de *mondmilch*, les vermiculations, ou encore la formation de patine ou d'encroûtement (les dernières études sur l'activité microbiologique dans la grotte de Lascaux : Alonso et al. 2019, 2022 et 2023). Une paroi est une interface, une zone d'interaction entre deux phases volumiques (roche/air, roche/eau, roche/ sédiment - et son contenu biologique, chimique) qui a des propriétés propres héritées de la roche (du volume) et des actions de l'environnement (voire d'aménagement anthropique).

La formation de la patine (terme général ; d'autres termes tels que "verniss", "film" ou "croûte" font partie de ce terme plus large) est un exemple de plusieurs mécanismes d'altérations qui fonctionnent parfois successivement (Boizumault et al. 2010 ; Dorn 2006 ; Krumbein 2003). Les patines résultent d'un certain nombre de processus de dégradation chimique et biologique, tant inorganiques (exsudation ou percolation de l'eau conduisant à des dépôts de gypse ou de calcite) et organiques (présence de bactéries, d'algues/lichen/croissance fongique), souvent en combinaison. Les patines sont souvent préjudiciables aux peintures car elles ont tendance à les obscurcir. Pourtant la patine est parfois considérée comme bénéfique pour l'art rupestre, en particulier les gravures, parce qu'elle durcit la surface et ralentit l'altération ultérieure.

L'encroûtement quant à lui est une concrétion secondaire d'étendue, d'épaisseur et de nature variables formée à partir de matières allochtones (venues d'ailleurs) à la surface d'une roche (concrétion carbonatée ou autre) ; l'épaisseur de cette concrétion n'est pas nécessairement égale en tout point (modifié d'après Foucault et al. 2014). Les encroûtements peuvent avoir plusieurs origines : carbonatation des serpentinites (Ulrich et al. 2014 ; Teir et al. 2009 ; Wilson et al. 2009), ruissellement de fluides le long de la paroi favorisant des processus de dissolution/ précipitation (**Chalmin et al. 2017a** ; Borrelli 1999), ou activité de microorganismes comme les lichens (Wilson et al., 1981 ; Adamo et Violante, 2000 ; Favero-Longo et al., 2004).

Le cas de la formation d'un double voile de calcite dans la grotte d'Arcy-sur-Cure est encore un cas particulier car il a été mis en évidence qu'un premier voile de calcite transparente a eu l'effet d'un vernis protecteur, alors que la seconde couche épaisse et opaque est venue complètement obstruer la visibilité des représentations pariétales (Figure I.10, **Chalmin et al. 2007**).

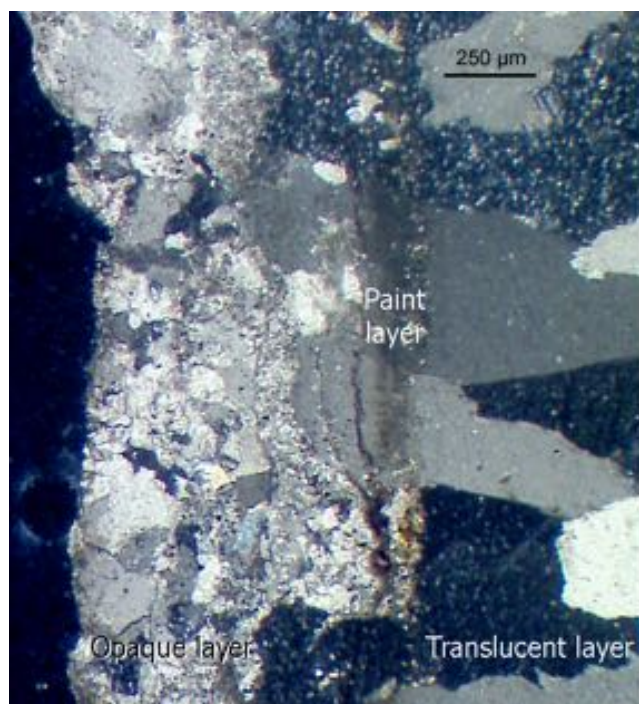


Figure I.10 : Coupe transverse d'une stalactite observée au microscope optique polarisant visualisant une couche externe épaisse et opaque de calcite, une fine couche de peinture et une couche interne transparente de calcite (Chalmin et al. 2007).

La formation d'opale sur les parois de grottes a été récemment identifiée. Connue par ailleurs hors des cavités, des films transparents d'opale viennent se mêler aux matières picturales. C'est à la grotte aux Points que la présence d'un film d'opale transparent recouvrant partiellement les peintures a été mise en évidence (Quiers et al. 2022). Ce film difficilement détectable par les méthodes *in situ* classiquement utilisées pour caractériser les matières colorantes a pu être mis en évidence à partir de l'observation microscopique de micro-prélèvements de paroi ornée par MEB-FEG (Figure I.11a). Mais c'est surtout grâce au développement instrumental portable de spectroscopie de fluorescence induite par laser UV qu'il a été possible de localiser l'étendue de l'opale possédant des propriétés de fluorescence dans les gammes de vert (Figure I.11b). Nous reviendrons sur le potentiel de ce nouveau dispositif dans les perspectives de ma recherche (*cf. infra*, chapitre IV).

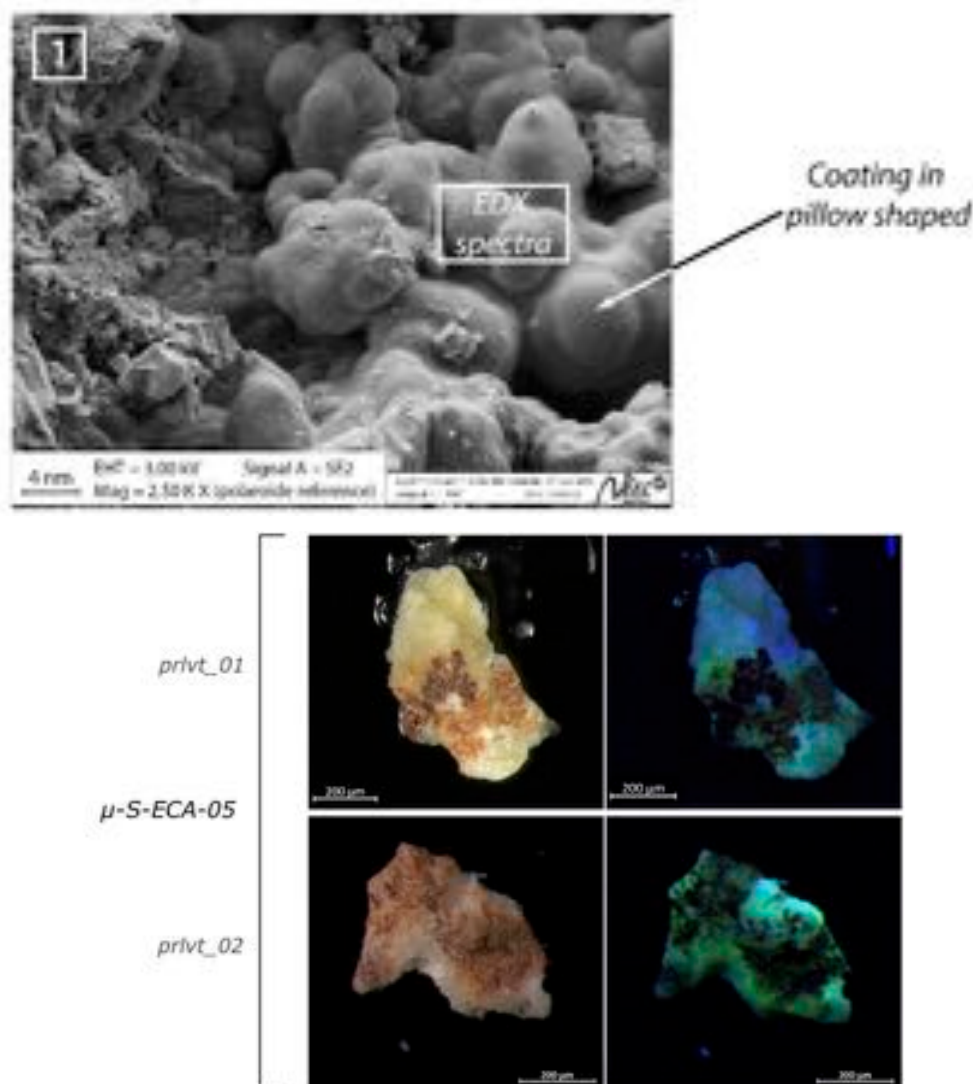


Figure I.11 : Microprélèvements de la grotte aux Points (Aiguèze) : (a) image de plaquettes d'hématite recouvertes par un dépôt d'opale observées en mode d'électron secondaire par MEB-FEG (Institut Néel) et image acquise sous lumière blanche et UV (Quiers et al. 2022)

A l'échelle microscopique, les surfaces de certains spéléothèmes, murs et plafonds sont couverts de mondmilch, une concrétion blanche, poreuse et meuble composée de petites fibres de calcite ($<20 \mu\text{m}$ de longueur) en suspension dans l'eau en abondance ($>80 \%$ en masse). Le mondmilch est commun dans les grottes, y compris à Altamira, Chauvet, et Lascaux (par exemple, dans la "Galerie du Mondmilch" ; description des analyses de mondmilch dans les grottes non ornées dans le chapitre V). Certaines représentations ont même été réalisées directement sur du mondmilch. Plusieurs études ont montré que les micro-organismes sont associés au mondmilch, certains suggérant qu'ils contribuent à sa formation. Bien que le rôle des bactéries dans la précipitation du carbonate de calcium soit encore débattu, plusieurs études indiquent que, de concert avec des facteurs climatiques comme la variation de température (e.g. Bertouille 1972 ; Borsato et al. 2000 ; Bassel 2017), ils stimulent la formation de spéléothèmes (Sanchez- Moral et al. 2012).

Enfin, les vermiculations, fréquentes en grotte, se caractérisent souvent par de petits agrégats de particules fines (<10 µm- long) liées par une matrice d'argile et de calcite précipitée, avec une forte teneur en matière organique, déposée à la surface de la roche sous forme de structures semblables à des vers (Hill & Forti 1997). Bien que leurs mécanismes de formation ne soient pas encore bien compris, ces accrétions sont liées aux changements d'humidité à la surface de la roche. Bien que rarement considérées comme menaçantes, les vermiculations sur les panneaux d'art rupestre à Lascaux et Font-de-Gaume ont été accusées d'être à l'origine de la migration des matières picturales (Hoerlé et al. 2011 ; Konik et al. 2014). Les vermiculations de la Grotte de Lascaux ont fait l'objet d'analyses physico-chimiques pour en caractériser la morphologie et la composition minérale et pour les comparer avec des matières mobilisables présentes dans la grotte ou à l'extérieur (Figure I.12). Bien que complètes, ces analyses ne permettent pas de proposer des mécanismes de formation ni même de proposer des actions préventives à mener. Devant la menace toujours active de la mobilité des vermiculations pouvant entraîner les matières picturales dans la première partie de la salle des Taureaux, un plus large projet a été mené par Pierre-Yves Jeannin pendant 4 ans pour comprendre la variabilité de ces vermiculations, les mécanismes de formation ainsi que pour trouver des solutions pérennes pour en stabiliser la mobilité (Freydier et al. 2019 et 2021). Il semble que depuis, le processus s'est fortement ralenti voire arrêté depuis l'arrêt du pompage de l'air de la cavité.

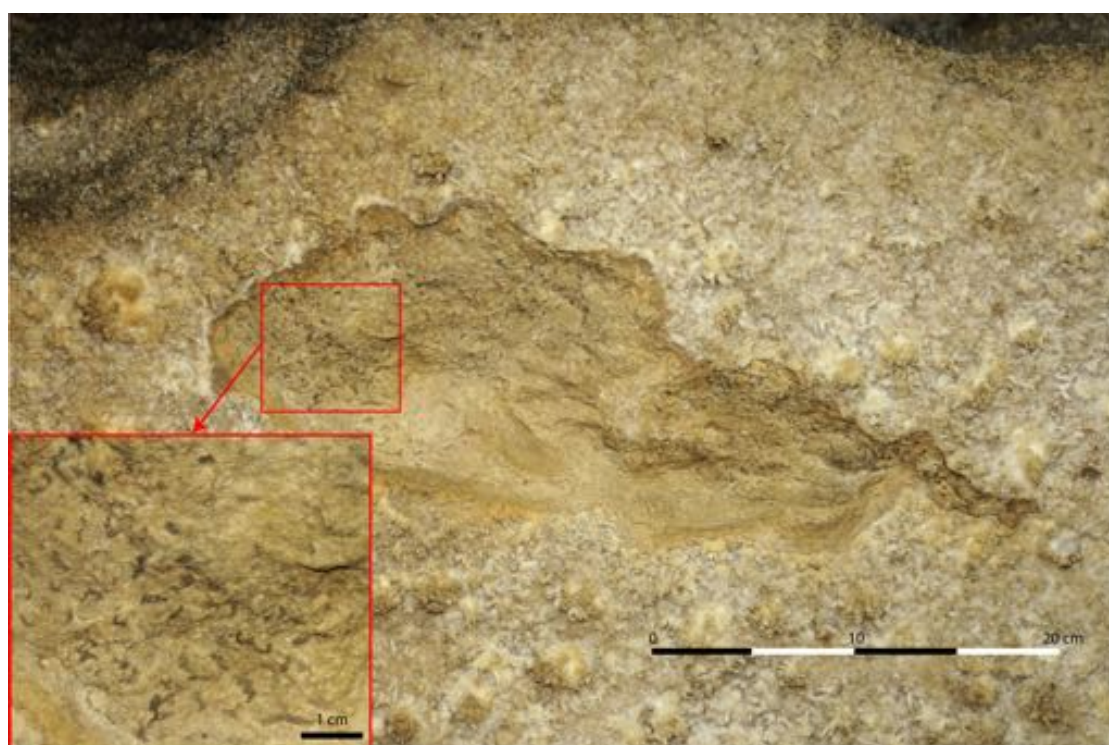


Figure I.12 : Détail d'une paroi avec des vermiculations (Salle des Taureaux). Photo S. Konik © Ministère de la Culture et de la Communication / CNP

Les exemples d'étude d'altération de paroi ornée présentés précédemment sont issus des différents travaux initiés dès mon premier post-doctorat (voile de calcite dans la Grande grotte, Arcy-sur-Cure), lors de mon arrivée au laboratoire EDYTEM avec l'encadrement de Stéphane Hoerlé (vermiculations dans la grotte de Lascaux) et plus récemment à la suite de la thèse de Claire Chanteraud avec la collaboration de Marine Quiers (société Envisol, spécialiste en spectroscopie de fluorescence induite par laser ; opale dans la grotte aux Points). Au travers de ces études, nous soulignons ici l'importance d'accéder à l'interface entre la matière picturale et la paroi pour comprendre les processus qui ont pu modifier cette matière et altérer la lisibilité des stigmates liés à sa préparation. Une fois le substrat bien identifié, il est souvent indispensable pour comprendre l'origine de toutes les phases d'altération, de s'interroger sur les différents fluides circulant sur la paroi et donc de s'intéresser plus largement à toute la surface et donc à sa structure et sa morphologie. On constate également que malgré une méthodologie transposable pour caractériser les interactions matière picturale/paroi, chaque site et chaque environnement présentent des singularités en termes de variabilité de paramètres hydro-climatiques conduisant à des processus d'altération complexes et spécifiques. Des stratégies doivent donc être proposées pour à la fois investiguer chaque phase constitutive de la matière colorante, mais également pour couvrir une large échelle d'observation de la paroi. Nous allons donc montrer l'intérêt de croiser la description géomorphologique à l'échelle de la paroi, du site, voire de la vallée et l'analyse physico-chimique des matières colorantes dans la construction générale de l'approche intégrée (*cf. infra*, chapitre II).

Mais avant de présenter cette construction et cette nécessité de l'approche intégrée et intégrative, il est nécessaire de faire un bilan des questionnements en suspens. Nous avons décliné les connaissances acquises par le prisme de la chaîne opératoire permettant l'acquisition, la transformation et l'utilisation des matières colorantes, puis considéré dans le cas plus spécifique de l'acte graphique la question de la datation puis celle de la vulnérabilité de son support. Nous avons pu décrire ensuite l'état de cette paroi et les processus d'altération auxquelles sont soumises ces figurations et en quoi cela vient perturber l'analyse des matières picturales. Au travers de cet état de l'art, nous avons pu mettre en avant chaque objectif d'étude de la matière colorante, mais également chaque verrou et les limites des études actuelles. Pour conclure sur cette partie de présentation des matières colorantes, il s'agit surtout de comprendre la place de ma recherche dans cet état de l'art.

I.3. La nécessité d'aller plus loin

Force est de constater que nous en savons déjà beaucoup sur les matières colorantes, mais il y a eu au cours des vingt dernières années une modification du rapport aux matières colorantes. Elles ne sont plus étudiées par des prestataires, mais par des chercheurs/chercheuses qui intègrent leurs problématiques à celles du site, abordant collectivement (mais à partir de certains types d'informations : celles que portent les matières colorantes) les questions de temporalité, d'espace, de pratiques, d'usages, de choix, de techniques, d'altérations.

Ces matières nous renseignent sur les pratiques des sociétés du passé mais nécessitent d'être encore davantage exploitées. Cette capacité constitue un des enjeux forts des travaux engagés sur les matières colorantes en lien avec les données issues des autres domaines de recherche. Il existe encore de nombreuses études de sites ornés qui ne remettent pas les résultats d'analyse physico-chimique sur les matières colorantes en perspective des données archéologiques. Il s'agit de lever les verrous permettant de comprendre la place et l'histoire de ces matières dans ces sociétés. Prédire la présence d'hématite ou identifier l'un des oxydes de manganèse n'est plus suffisant, il faut redonner du sens à ces analyses et proposer des interprétations concernant les pratiques des sociétés anciennes.

Dans cet état des lieux sur les matières colorantes, il ressort que l'avancée des connaissances a été possible grâce à des approches croisées et interdisciplinaires. Il semble qu'aujourd'hui une nouvelle génération de chercheurs dont je fais partie, forts de leur expérience, cherche à dépasser les cadres proposés par les recherches antérieures en proposant de nouveaux concepts et de nouvelles façons d'interroger ces matières (G. Castets⁸, C. Chanteraud*, A. Bonneau, L. Dayet, T. Hodgskiss, J. Huntley, B. MacDonald, G. Maurant, J.V. Pradeau, P. Rosina, H. Salomon, E. Veliky).

En partant de l'acte graphique, ma posture questionne sa matérialité et s'intéresse aux matières colorantes. Il est désormais essentiel d'accéder aux différentes trajectoires de ces matières premières avant d'être transformées et appliquées sur une paroi. Il s'agit aussi bien de trajectoires spatiales que de trajectoires sociales. Il est nécessaire de questionner les diverses valeurs (symbolique, économique, technique, curative, spirituelle...) qu'ont pu leur attribuer les sociétés du passé. Comment est-il possible de connecter cette matière picturale à une industrie de matières colorantes offrant des perspectives plus vastes pour aborder les sociétés anciennes ? Comment faire la part des informations portées dans la matière pour distinguer ce qui provient de son histoire lors de sa formation géologique, lors de son exploitation, lors de sa transformation ou encore lors d'éventuelles altérations après utilisation et abandon ? Il ne s'agit pas de comprendre l'acte graphique en tant que tel, mais bien de percevoir l'ensemble des activités des sociétés anciennes autour de cette catégorie de matières. C'est en

⁸ Les étudiant(e)s et doctorant(e)s sous ma direction sont indiqués par une *

effet dans ces conditions que les activités relatives à l'exploitation de matières colorantes et leurs relations avec les autres champs de pratiques contribueront à comprendre les contextes social, archéologique et géographique dans lesquels elles ont pris place.

A partir de cet état des lieux, nous percevons la grande mémoire de la matière, qui ne peut se comprendre qu'à travers plusieurs regards, en croisant et en reliant les différentes échelles et dimensions spatiales, du territoire au site, de la paroi à l'échelle de l'atome. Accéder aux trajectoires de ces matières colorantes, c'est la remettre dans une dynamique et permettre de reconstruire les liens entre des lieux particuliers : les affleurements, les sites d'habitat, les sites ornés (Beck et al, 2012c ; Mathis et al. 2014 ; Salomon et al. 2014). **L'enjeu réside dans la mise en relation de l'acte graphique avec l'ensemble des autres pratiques quotidiennes (utilisation des matières colorantes comme protection pour la peau, pour l'abrasion, ajout dans les emmanchements, ...) ou symbolique (cérémonie, sépulture, ...) et la compréhension des relations existant entre différents sites.**

L'expérience concernant l'étude des matières colorantes en contexte de sites ornés m'a naturellement conduit à interroger tous les vestiges colorés et colorants qui pouvaient y être associés et ainsi à initier la documentation et la compréhension des liens existants entre eux. L'ensemble des stigmates présents est encore loin d'avoir été compris et les questions les concernant motivent donc la poursuite de ma recherche autour de deux grandes thématiques qui sont développées dans le chapitre suivant : (i) la recherche d'indices dans la matière picturale à relier aux vestiges colorés et colorants et à la matière première pour aborder la questions des pratiques culturelles et l'économie des matières premières, (ii) la compréhension de la taphonomie de paroi en comparant la paroi vierge de la paroi ornée et accéder à la chronologie relative de l'acte graphique.

C'est dans cette perspective qu'ont été conduits les travaux depuis les années 2010 avec Stéphane Hœrlé sur le projet vermiculations de Lascaux, et avec les recherches doctorales de Géraldine Castets⁹ en 2013, de Claire Chanteraud en 2016, d'Aurélie Chassin de Kergommeaux en 2020, Julien Jacquet¹⁰ en 2020 et Coline Theron¹¹ en 2022.

⁹ Thèse co-encadrée avec J.-J. Delannoy, 2013-2017, résumé en annexe

¹⁰ Thèse co-encadrée avec J.-J. Delannoy et C. Defrasne, 2020-2023, résumé en annexe

¹¹ Thèse co-encadrée avec P. Martinetto et C. Defrasne, 2022-2025, résumé en annexe

Figure I.13 : Schéma heuristique reliant l'acte graphique dans ces différents contextes (en gris) et les trois grands enjeux liés à sa production : économique, culturel et temporalité (en vert). Parmi les différentes approches s'intéressant à l'acte graphique (violet et bleu), l'approche physico-chimique des matières colorantes (en orange) s'intègre aux autres connaissances pour apporter des réponses sur les questions (en jaune) de pratiques et d'usage, sur les stratégies d'approvisionnement et dans une moindre mesure à la sélection du lieu, des supports de production. Conception et réalisation E. Chalmin

La figure I.13 relie l'acte graphique aux différents contextes de production associés aux questions liées à celle-ci :

- Le contexte archéologique : quelles occupations de ces sites ornés ? quelle technologie ?
- Le paysage minéral et l'accès aux ressources : quelle stratégie d'approvisionnement pour les matières premières ?
- Le contexte environnemental : quel lieu, quel support ? quelle évolution de la physionomie de la paroi, du site, de la vallée ?

L'approche méthodologique proposée dans mes recherches se décline en 3 volets : (i) taphonomie, (ii) matières picturales et (iii) vestiges colorés et colorants.

Elle permet d'accéder à la composition et l'organisation de la matière et de conduire la comparaison entre celles-ci et de les associer aux différents contextes sus-présentés. L'ensemble des données produites est alors stocké et organisé selon un modèle s'appuyant sur un vocabulaire contrôlé et partagé.

La figure I.13 souligne également l'apport des autres disciplines et approches de l'acte graphique (approche archéologique, iconographique, archéo-géomorphologique, géographique, mais aussi la valorisation/diffusion et l'aspect conservation). Cet ensemble permet de **proposer et conduire une démarche intégrative et intégrée des sites ornés. Elle est un vecteur puissant pour accéder à des réponses peu aisées, relatives à la temporalité et la chronologie, mais également concernant les pratiques techno-culturelles et économiques en croisant avec l'ensemble des archives matérielles et environnementales.**

I.4. Conclusion : les verrous à lever

L'objectif des travaux de recherche que je conduis et auxquels je participe, est d'enrichir le socle d'indices sur les matières colorantes et leurs usages. C'est pourquoi il est important de bien prendre en considération l'enjeu de la question pour adapter la méthodologie d'analyse. Contrairement à d'autres matériaux archéologiques, les différences entre les matières colorantes ne sont pas si évidentes au premier abord : même couleur, même texture qui ne signifient pas forcément même composition chimique, même structure, même morphologie et donc même nature minéralogique. Ce constat souligne tout l'enjeu des recherches.

A partir des connaissances présentées précédemment, reprenons donc les points plus spécifiques qui nécessitent de développer de nouvelles approches et méthodes pour répondre à cet enjeu général d'une meilleure connaissance des matières colorantes. Les verrous auxquels se rattache plus spécifiquement ma recherche sont ici ciblés. Les solutions envisagées pour lever ces verrous font l'objet de la partie suivante.

I.4.1. Question de terminologie

L'étude des matières colorantes passe par la qualification et la quantification de ces propriétés intrinsèques pour lesquelles il n'existe pas d'approche normalisée. Pour lever ce verrou, il est donc nécessaire de passer par la mise en place d'un vocabulaire partagé et de protocoles expérimentaux robustes et interopérables entre plusieurs instruments et laboratoires (*cf. infra* II.1 et II.3).

Pour accéder aux gestes techniques au même titre que pour les matières siliceuses, l'approche par l'expérimentation permet de croiser les propriétés de différentes matières premières avec différents modes de préparation et d'application (Salomon et al. 2008 ; d'Errico et al. 2016). A ce jour, peu d'études expérimentales ont cherché à caractériser les propriétés d'une matière première permettant d'obtenir un « bon pigment ». La terminologie liée à ce « bon pigment » est une première limite à cette caractérisation, car en plus de ces propriétés intrinsèques et de la façon de préparer cette matière, des valeurs symboliques et culturelles peuvent et doivent être considérées. Est-ce qu'un bon pigment est celui qui est associé à une dimension culturelle ou rituelle ? Ici encore il est essentiel de bien s'entendre sur ce qu'on met derrière l'adjectif de « bon », si ce n'est pas pour trouver un champ commun de recherche, ce formalisme est nécessaire pour communiquer ses résultats. L'approche intégrée oblige à poser le sens mis derrière les différents termes et objets de recherche pour être bien compris par l'ensemble des disciplines mobilisant souvent les mêmes termes pour désigner des choses différentes.

I.4.2. Accès aux objets d'étude

Les matières colorantes et colorées des collections archéologiques présentent un certain nombre de contraintes qu'il est nécessaire de prendre en considération pour optimiser les méthodes d'analyse à leur appliquer (Figure I.14). En effet, ces vestiges sont avant tout considérés comme précieux dans la mesure où ils sont des artefacts uniques qui permettent de documenter les pratiques, les usages et les techniques des sociétés du passé. De plus ces matières colorantes de tailles variables (entre quelques millimètres et plusieurs centimètres) peuvent être plus ou moins cohésives ce qui peut les rendre vulnérables et fragiles, en particulier lors de leur manipulation. Plus spécifiquement pour la matière picturale, elle n'est souvent accessible qu'en faible quantité.

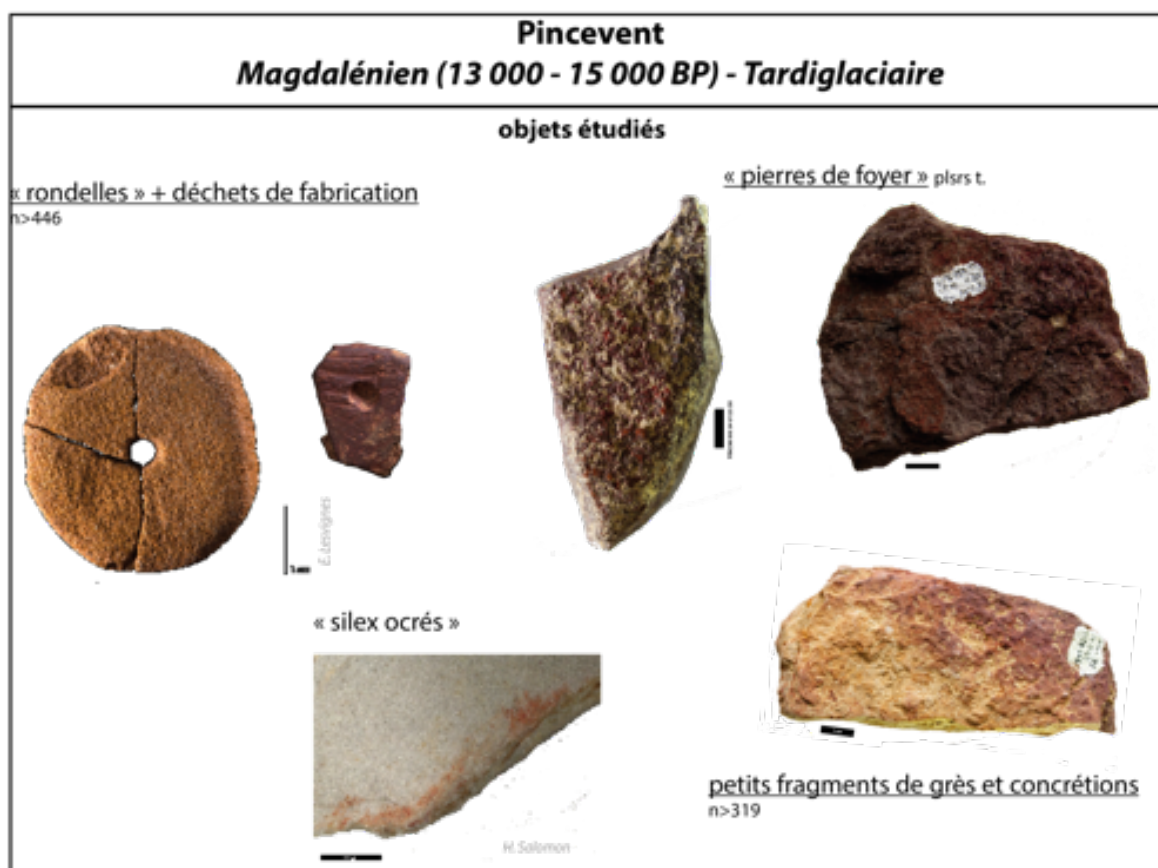


Figure I.14 : Exemples de matières colorantes, outils colorés et éléments de parure corporelle mis au jour à Pincevent (Photo : A. Chassin de Kergommeaux, H. Salomon et E. Levignes).

Enfin, des matières colorantes présentent des traces d'exploitation ; elles se traduisent par exemple par des stigmates de percussion, des surfaces nivelées et striées, des incisions, des perforations voire, dans des cas exceptionnels, des gravures. Ces objets ne doivent donc en aucun cas être modifiés par les analyses. Concernant les objets présentant des traces de matières colorantes (les objets colorés : divers outils ou éléments de parure corporelle en

matières dures animales, macro-outillage en roches non taillées, tels que les outils dormants ou les percuteurs, les outils taillés en roches siliceuses, mais encore des fragments décrochés des parois ornées, les imprégnations sédimentaires, ou enfin les os humains), leur identification lors des fouilles archéologiques peut rester délicate et leur étude limitée par l'accessibilité des collections. Ces vestiges colorants ou colorés, tout comme les parois ornées, peuvent présenter des fragilités et une valeur patrimoniale importante ce qui requiert des autorisations de prélèvement.

I.4.3. Comprendre l'altération des parois ornées

Pour accéder aux matières picturales dans le cas d'étude de site orné, l'une des difficultés est de s'affranchir des encroûtements et autres patines recouvrant les peintures. Cette question d'identification des phases issues de l'altération des parois relève autant (i) de comprendre la vulnérabilité à l'échelle de la figure, de la paroi ou du site, (ii) de répondre à la chronologie relative des événements que (iii) de remonter aux étapes de préparation de la matière picturale.

Nous avons vu précédemment qu'il était important d'aborder cette question à plusieurs échelles (processus, paroi, environnement) et que peu d'études proposent actuellement une approche intégrée de toutes ces échelles. L'interdisciplinarité est indispensable dans ce cadre de recherche pour comprendre l'influence des formes et de la circulation des fluides (géomorphologie, hydro-climatologie), pour intégrer les différents paramètres (physique, chimique, biologique, microbiologique) pouvant intervenir dans l'altération des différentes natures de roche (géologie). L'analyse physico-chimique reste un pré-requis indispensable pour accéder à l'évolution géochimique et minéralogique de cette surface, mais il semble indispensable d'intégrer ces données en trois dimensions : dans l'épaisseur de la matière (coupe transverse sur le premier millimètre pour accéder aux différentes stratigraphies liées aux alternances d'altération), mais également à l'échelle de la paroi pour documenter l'étendue et la répartition des ces événements discontinus. L'étude systématique de l'état de paroi hors du tracé lui-même est donc indispensable aussi bien dans les approches dites *in situ* que lors des étapes de micro-prélèvements. La question de la représentativité est au cœur de l'étude de la paroi dans son intégralité.

I.4.4. Comprendre l'altération des matières colorantes

Les différentes informations que contiennent les matières colorantes sont accessibles par le croisement et la complémentarité de l'étude de leur composition chimique, structurale et morphologique. Pourtant il reste encore parfois difficile de distinguer les stigmates naturels des stigmates résultant de transformations techniques anciennes. C'est pourquoi, il importe de prendre en considération la trajectoire de ces vestiges dont la composition très souvent hétérogène peut évoluer entre leur production, usage(s) et abandon (Figure I.15). Le degré de

transformation induit une certaine perte d'information qui peut limiter la connaissance de la matière première. La figure I.15 représente l'évolution des matières exploitées avant et après leur utilisation (*chaîne évolutive*) et de leur récolte à l'abandon (*chaîne opératoire*).

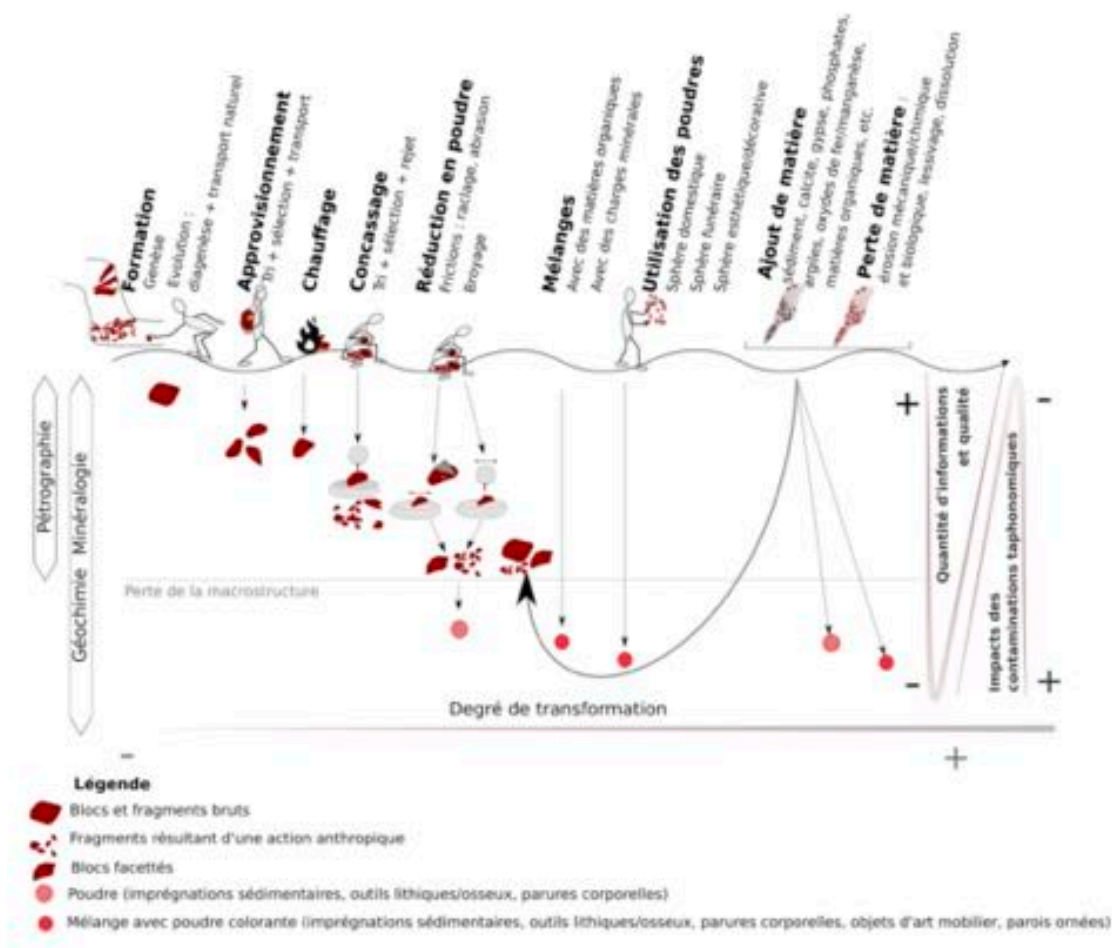


Figure I.15 : Schéma de synthèse explicitant les différentes trajectoires des matières colorantes de la source à leur usage et abandon, et leur conservation impliquant différents degrés de transformation. Une corrélation entre ce degré de transformation et la perte d'information sur la compréhension de ces matières est proposée. Conception H. Salomon et E. Chalmin, Réalisation H. Salomon

La notion de *chaîne évolutive* a été développée dans le cadre des matières siliceuses, afin de décrire les modifications plus ou moins prononcées des caractéristiques intrinsèques de ces matières depuis leur genèse jusqu'à leur récolte durant la Préhistoire et les modifications qu'elles ont subies après leur abandon (Fernandes 2012 ; Fernandes et Raynal 2006 ; Fernandes et al. 2013). Cependant, ces modifications (conduisant à l'acquisition et à la perte de caractéristiques) restent peu documentés concernant les matières colorantes (Salomon 2009 ; Dayet 2012 ; **Salomon et al.** 2021) alors qu'ils peuvent induire des biais limitant la constitution de référentiels géologiques robustes et l'identification fiable des sources de matières premières. Par ailleurs, les méthodes de documentation des sources de matières

premières développées pour le silex ou d'autres roches siliceuses ne peuvent pas être appliquées directement aux matières colorantes et doivent être adaptées. En effet, les matières colorantes évoluent sur le lieu de leur formation (gîte primaire, Figure I.16) sous l'effet de circulations de fluides et de lessivages. Sous l'effet de l'érosion, elles peuvent être transportées (gravité, ruissellement, etc.) et déposées dans un nouveau milieu (gîte secondaire) où elles subissent de nouvelles transformations. Récoltées, elles ont ensuite pu être chauffées, réduites en poudre, mélangées avec d'autres substances, et appliquées sur divers supports avant d'être abandonnées. Le lessivage, l'érosion, le recouvrement et l'encroûtement continuent de modifier ces matières sur les parois et dans les sédiments. La restitution des stratégies d'approvisionnement repose donc sur l'identification, la reconnaissance et la discrimination des différentes caractéristiques acquises par la matière tout au long de la *chaîne évolutive*, documentation qui fait défaut actuellement (Figure I.16).



Figure I.16 : Illustration des dynamiques humaines et physiques dans le passé en lien avec l'approvisionnement, la transformation et l'utilisation de matières colorantes. Réalisation H. Salomon. Conception : H. Salomon

I.4.5. Référencement géologique

Les limites actuelles de la détermination de l'origine géologique de la matière colorante sont nombreuses, tant méthodologiques pour identifier une roche mère réduite en poudre qu'analytiques pour identifier des marqueurs chimiques ou structuraux caractéristiques des matières premières, « diluées » ou transformées lors de leur réduction en poudre. Il est donc nécessaire de disposer d'outils analytiques performants et sensibles. Pour rendre plus robuste et pertinente une identification de matière première et appréhender une stratégie d'approvisionnement, il est nécessaire d'utiliser une base de données suffisamment exhaustive de roches ferrugineuses ou enrichies en oxyde de manganèse pouvant produire de la matière colorante, qui soient disponibles et accessibles dans l'environnement des sites étudiés.

I.4.6. Inter-comparaison des données

Enfin, un dernier verrou concerne la comparaison des matières colorantes entre elles. Les avancées méthodologiques et techniques de ces dernières années, notamment dans le domaine de la micro-analyse et de l'imagerie élémentaire, ont amélioré notre capacité à identifier l'origine géologique des vestiges archéologiques sous forme cohésive. Cependant, il reste difficile de comparer la composition de blocs (archéologiques ou géologiques) avec celle des résidus de matières réduites en poudre, appliquées sur des supports (art mobilier, industrie lithique ou osseuse, parures, etc.), et sur des parois ornées, difficilement transportable dans les laboratoires. Dans ce cas, les caractéristiques pétrographiques de la matière d'origine sont perdues et l'analyse de provenance ne peut s'appuyer que sur les caractéristiques minéralogiques et géochimiques en faisant impérativement le tri entre les caractéristiques de la matière appliquée et les signaux apportés par la surface et les produits d'altération. Ceci rend d'autant plus difficile l'identification de la provenance. Cette difficulté n'est pas propre à notre champ de recherche, on la retrouve aussi en biologie avec les nouvelles données acquises par l'étude génétique ou en géosciences avec les apports de la géochimie. Créer les liens et les ponts entre des données de plus en plus précises, fines, et les différentes composantes d'un site archéologique est assurément le défi des recherches à venir.

Le cadre conceptuel de l'étude des matières colorantes est désormais bien explicité, ainsi que les enjeux et les défis liés à la difficulté d'accéder aux traces ou stigmates laissés dans ces matières. L'objectif du chapitre suivant vise donc à comprendre l'intérêt d'une approche intégrée dans laquelle s'inscrit la construction d'une méthodologie spécifique à l'étude de ces matières colorantes diverses et plurielles en prenant en compte tous les pré-requis. Il s'agit de comprendre l'apport de ma recherche dans cette posture interdisciplinaire pour interroger la matérialité de l'art rupestre et des actions techniques et culturelles associées. Nous allons continuer à percer les secrets des matières colorantes pour accéder à une meilleure compréhension socio-culturelle des sociétés anciennes.

II. Construction d'une approche intégrée

Les travaux et réflexions menés pour définir la *chaîne opératoire* depuis les lieux d'extraction des matières colorantes jusqu'à leurs lieux d'usage, application ou abandon ont souligné la nécessité de mobiliser et croiser les apports issus de différents champs de recherche (*cf. supra* chapitre I). Cette construction de liens ne peut se faire que dans une chaîne de raisonnement nourrie par une interdisciplinarité pensée en amont du processus de recherche. C'est l'essence même de l'approche intégrée. Mon intérêt pour cette approche est en résonance avec mes recherches sur les matières colorantes et aussi avec une étape de mon parcours professionnel qui m'avait temporairement éloignée de celles-ci. La chaire CNRS obtenue en 2009 m'avait conduit vers d'autres développements analytiques concernant les questions environnementales et la gestion des ressources (*cf. infra*, chapitre V). La participation à des projets de recherche impliquant directement le milieu physique, ses caractéristiques propres, sa dynamique mais aussi ses fragilités et vulnérabilités (pollution) m'a fait prendre conscience de l'intérêt d'une vision englobante et heuristique. L'immersion dans un laboratoire interdisciplinaire m'a obligée à modifier mes pratiques et affirmer ma place de physico-chimiste au-delà des réponses attendues aux questionnements formulés par d'autres collègues des sciences de l'environnement. Il s'agissait de définir des objectifs communs et des problématiques réfléchies au sein d'une équipe interdisciplinaire pour laquelle l'approche physico-chimique faisait pleinement sens. L'objectif n'étant plus de savoir quel(s) outil(s) utilisé(s) parmi ceux à disposition, mais bien de développer des méthodes adaptées prenant en compte les verrous et les questionnements.

Cette dynamique de recherche a été un véritable révélateur de l'approche interdisciplinaire et de la production de nouvelles connaissances issues du croisement de regards disciplinaires mûrement réfléchis dès la construction du projet. Compte tenu des travaux conduits sur les sites ornés au sein du laboratoire EDYTEM, je me suis réinvestie dans l'étude de la matérialité de l'art rupestre en considérant son environnement au sens large afin de contribuer aux enjeux anthropologiques concernant ces sociétés anciennes. Ce changement de positionnement de mes travaux au sein d'un collectif dans lequel je disposais de toute la chaîne de construction intellectuelle et de données a été majeur dans mes travaux sur les matières colorantes. Ce changement de pratique de ma recherche au sein d'un collectif s'inscrit également dans la construction et le co-portage du *consortium* Patrimalp¹² qui a permis d'échanger avec l'ensemble des collègues archéologues et des autres disciplines travaillant sur les sites ornés, mais aussi sur d'autres objets frontières, c'est-à-dire porteurs d'un intérêt

¹² Patrimalp : co-porté par L. Rivière, P. Martinetto, E. Chalmin et V. Adam, financement IDEX UGA 2017-2021, puis CDTools UGA 2022-2025, <https://patrimalp.univ-grenoble-alpes.fr/> ; résumé en annexe

scientifique pour chacune des disciplines impliquées dans le projet comme les sculptures polychromes médiévales du Dauphiné.

Pour construire une approche intégrée, le premier obstacle est **conceptuel**. Il s'agit de mettre en commun nos regards sur un même objet en utilisant un vocabulaire spécifique et disciplinaire pouvant avoir un autre sens et invoquant d'autres concepts pour une autre disciplines. Dans la pratique, nous avons également pu constater que se comprendre lorsque l'on parle de matières colorantes n'est pas chose aisée, car les personnes impliquées ont souvent des parcours disciplinaires variés et contrastés. Il ne s'agit donc pas de figer un vocabulaire, mais bien d'alimenter chaque concept par le regard de chacun et d'enrichir au contraire la façon de décrire nos objets d'étude (*cf. infra*, II.1).

Le second verrou est **méthodologique**, car il implique une co-construction de corpus de données et un croisement de méthodes entre disciplines parfois peu habituées à travailler ensemble. Mais avant de construire des méthodes fédératrices pour produire (i) des relevés communs permettant d'accéder sur un même support à toutes les descriptions individuelles, (ii) des canevas chronologiques partagés et (iii) des frises chronosystémiques pour intégrer des données cartographiques et chronologiques, il est nécessaire de procéder à une remise à plat de sa propre démarche disciplinaire. Une description et un regard critique sur cette démarche sont donc les objectifs du sous-chapitre II.2.

Au-delà des techniques analytiques utilisées, il sera question de mettre en avant les questions et les avancées pour chacun de ces axes. Enfin, nous terminerons sur la nécessité de donner accès aux données produites et sur la stratégie mise en place pour stocker et partager ces données (II.3). Une synthèse de l'ensemble des apports méthodologiques sera finalement proposée et discutée (II.4). Cette présentation des apports de l'approche intégrée sera illustrée par des résultats issus de différents sites étudiés dans le cadre de projets et financements. Pour mieux comprendre l'objectif de chacune de ces recherches, le chapitre suivant reprendra chaque étude de cas afin de remettre en perspectives les résultats acquis dans une approche renouvelée des sites ornés (*cf. infra*, Chapitre III).

II.1. Construction d'une terminologie

Matière colorante, ocre, pigment, roche enrichie en minéraux chromophores, peinture, ... la liste est longue pour désigner les objets issus de contextes archéologiques qui présentent une couleur remarquable. Pourquoi existe-t-il de telles disparités et polysémies dans la dénomination de ces matières qui peuvent se confondre à l'objet ? De quoi parle-t-on ? Le rapprochement des sciences physiques, des sciences de la terre et des sciences humaines a été l'occasion d'échanger, de discuter sur les termes et leurs significations dans chacun de ces champs de recherche. En effet les termes communs aux différentes disciplines peuvent avoir des significations différentes.

On constate par ailleurs des différences régionales dans les principaux termes descriptifs des pigments. Ainsi, dans la littérature européenne, le langage utilisé emprunte fortement aux disciplines des beaux-arts et de l'histoire de l'art, où des termes tels que "matière picturale" et "matière colorante" sont des descripteurs courants (Perego 2005). En revanche, dans la littérature africaine, australienne et nord-américaine, le terme "ocre" est utilisé partout pour décrire des pigments "issus de la terre" (principalement rouges) (par exemple, Henshilwood et al. 2009 ; Popelka-Filcoff et al. 2007 et 2022 ; Wallis et al. 2016 ; Hodgskiss 2020 ; Huntley 2021).

La littérature sur les pigments archéologiques est pleine de définitions du terme "ocre" (Watts et al. 2016 ; thesaurus Pactols Frantiq¹³). Le terme "ocre" a traditionnellement été utilisé pour décrire des matériaux enrichis en fer, contenant un oxyde et/ou un oxyhydroxyde de fer associés à des argiles et d'autres minéraux tels que le quartz et le feldspath (Dayet 2012 ; Dayet et al. 2016 ; MacDonald et al. 2011 ; Popelka-Filcoff et al. 2007). Les ocres sont en général le produit de l'altération géologique, principalement chimique et souvent très ancienne en lien avec la mise en place structurale et les circulations profondes (Watts 2016 ; Triat 2011). Mais restreindre la définition des ocres aux minéraux de couleur rouge/jaune n'est pas nécessairement conforme aux usages populaires du terme, en particulier en Australie où il est souvent utilisé par les Aborigènes pour décrire divers minéraux naturels, y compris ceux qui présentent des stries blanches, bleues ou vertes (Wallis et al. 2016). Le terme « ocre » présente donc une vaste polysémie qui peut conduire à une ambiguïté déjà liée en partie à son étymologie (du grec *ώχρα* issu de *ώχρός* signifiant alternativement : pâle, couleur instable, jaune de l'œuf...). Mais plus encore, à l'échelle de l'histoire de ce terme, c'est entre la désignation de la couleur et de la matière que se crée une diversité grandissante de ses acceptions, généralisant parfois jusqu'à la contradiction (Triat 2011 ; Salomon 2009 ; Salomon et al. 2021). Le glissement de la matière à la couleur et inversement est omniprésent, mais n'informe ni sur la couleur (jaune, orange, rouge, brun, pâle, sombre, etc.) ni sur la matière elle-même (naturelle ou transformée par des actions anthropiques, minéraux

¹³ <https://ark.frantiq.fr/ark:/26678/pcrttnySGIGsj6>

colorants, roches enrichies en minéraux colorants). Or aucune de ces définitions ne permet d'envisager la pluralité des matières qui contiennent des oxydes et des oxyhydroxydes de fer (aucune de ces définitions ne rend compte de l'hématite d'origine hydrothermale ou des oolithes ferrugineuses, par exemple), si ce n'est celle de l'archéologue, mais elle n'est pas suffisamment bien bornée pour être aisément utilisée. Pour s'approprier le vocabulaire disciplinaire, il convient donc de l'adapter en insérant les nuances apportées par les expériences scientifiques et sensibles de chacun.

De plus en plus d'auteurs prennent le soin de donner leur définition au préalable lors de leur publication, pour éviter de créer de la confusion (par exemple les thèses de Salomon 2009 ; Dayet 2012 ; Pradeau 2015 ; Castets 2017 ; Chanteraud 2020). Une terminologie plus large tente également de faire sa place en parlant de matière colorante ou « *coloring material* » pour éviter également de sous-entendre un usage comme une activité artistique (Salomon et al. 2021 ; Medina-Alcaide et al. 2018 ; Popelka-Filcoff et Zipkin 2022).

Ainsi dans un objectif de partage des connaissances dans un domaine pluri- et interdisciplinaire, la mise en place d'une terminologie des matières colorantes semble essentielle. En effet, l'un des enjeux des approches interdisciplinaires est l'appropriation du vocabulaire disciplinaire ou la compréhension conjointe des termes utilisés par les autres champs de recherche, ce qui signifie que les termes doivent être bornés et les acceptions spécifiées et illustrées. C'est une tâche ardue, car elle demande de faire le deuil d'un répertoire « confortable » de termes, qui, pourtant, apparaissent impropres lorsque l'on se confronte à des chercheurs d'autres disciplines. Il ne s'agit pas d'avoir un vocabulaire commun, mais de comprendre l'emploi du vocabulaire employé par un interlocuteur d'une autre discipline pour parler en des termes compris de tous : la terminologie est toujours adossée à des définitions.

Plusieurs initiatives auxquelles j'ai participé ont donc été lancées pour recenser, définir et adapter les termes liés à la grande famille des matières colorantes. En effet, les thésaurus de référence à l'international (AAT, the Getty Research Institute¹⁴) ou à l'échelle nationale (Pactols Frantiq¹⁵) dans le domaine de l'archéologie et de l'archéométrie ne laissent qu'une très petite place à la dénomination de ces artefacts.

Il a donc été décidé à l'échelle nationale, au sein du groupe de travail « Base de données et modèle conceptuel » du réseau CAIRN (auquel je participe) d'établir un thésaurus regroupant les concepts utiles afin de définir les matières, matériaux et objets susceptibles d'être soumis à des études archéométriques, ainsi que les modes de préparation et d'analyse des échantillons. Le contexte d'où provient l'entité étudiée est également pris en compte. Nous avons donc décidé de nous appuyer sur les thésaurus existants (AAT du Getty¹⁰) et

¹⁴ Open Data Commons Attribution License (ODC-By) 1.0. : <http://www.getty.edu/research/tools/vocabularies/aat/>

¹⁵ Consortium MASA, <https://pactols.frantiq.fr/opentheso/>

Pactols Frantiq¹¹) et de les déployer pour y intégrer une partie de ce vocabulaire, en renvoyant à une arborescence de termes. Il s'agit également de faire des liens avec d'autres thésaurus spécialisés dans d'autres disciplines, comme celui pour les formations à silicites (Tuffery et al. 2022) et plus généralement pour la géologie (BRGM¹⁶).

Pourtant, la difficulté est d'atteindre un niveau de précision suffisant pour permettre la définition claire et non ambiguë des matières et matériaux employés, des techniques utilisées, et des champs d'application, sans rentrer dans le domaine « hyperspécialisé » pour lequel les définitions peuvent varier en fonction des chercheurs ou groupes de chercheurs impliqués. Le thésaurus doit donc rester à un niveau de description général des différents objets et matières sans rentrer dans le détail d'un « jargon » de spécialiste. Il permet, de plus, de faire le lien entre les différents termes utilisés pour désigner les mêmes choses.

Au sein du collectif impliqué dans le PCR Pigmentoθήque, nous avons eu également besoin d'homogénéiser les termes descripteurs des matières colorantes à différentes échelles en s'appuyant à la fois sur une terminologie classique de la pétrographie et de la géologie, mais également sur l'expérience de l'observation des objets archéologiques, matières colorantes, tout en s'appuyant sur la longue expérience des lithiciens (Réseaux des Lithothèques, Fernandes et al. 2020). Un lexique complet, ainsi qu'un manuel d'utilisation illustré sont désormais finalisés et accessibles (Salomon et al. 2021¹⁷). Différents utilisateurs avec différents degrés d'expérience dans le domaine des matières colorantes ont déjà commencé à éprouver ces termes sur leur propre matériel d'étude (roches de référence, matériel archéologique). Les fiches descriptives des matières géologiques et des vestiges archéologiques ont également été élaborées en respectant la même logique, les mêmes notions et les mêmes termes que ceux qui sont devenus communs et usuels dans la lithothèque afin de conserver un niveau de description commun et cohérent entre les matières colorantes et les matières siliceuses.

Il s'agit désormais de diffuser largement cette pratique et ce vocabulaire au sein de la communauté des spécialistes des matières colorantes et plus largement des archéomètres et archéologues en France à partir d'actions de formation (journées Pigmentoθήque annuelles, idée d'école thématique à proposer au plan de formation du réseau CAIRN). Ce travail se réalise également au quotidien auprès des étudiants en formation (stages de master, doctorants) et lors des fouilles. Le démarrage de l'ANR Color-Sources est également une occasion de partager ce vocabulaire avec une large communauté de collègues impliqués dans le projet. Il est également prévu de partager une partie de ce vocabulaire au sein du thésaurus Pactols Francis pour permettre de décrire ce que sont les matières colorantes en contexte archéologique, en complément de l'ajout des descripteurs des matières lithiques proposées

¹⁶ Infoterre, <http://infoterre.brgm.fr/fiche-registry/>

¹⁷ Rapport PCR Pigmentoθήque, Auvergne-Rhône-Alpes, accessible librement sur HAL [hal-03539914](https://hal.archives-ouvertes.fr/hal-03539914)

récemment.

Il sera enfin nécessaire de produire un document à publier pour le diffuser largement et le référencer, dans un premier temps en français, avant de pouvoir travailler sur une version anglaise pour laquelle la terminologie devra être confrontée à une communauté internationale qui présente d'autres contraintes et d'autres pratiques.

Cette base terminologique étant désormais posée et disponible en libre accès¹³, il s'agit de comprendre les enjeux d'étudier les matières colorantes et de déterminer la stratégie nécessaire pour identifier les indices laissés dans ces matières.

II.2. Application de l'approche intégrée à l'étude des matières colorantes

Prenant en considération l'état des connaissances sur les matières colorantes à ce jour ainsi que les différents verrous précédemment identifiés (*cf. supra*, I.4), une démarche spécifique et adaptative a été élaborée dans le cadre des travaux conduits ces 10 dernières années. Celle-ci a pour principal objectif d'intégrer les contraintes liées à l'étude de l'acte graphique ainsi que les évolutions des techniques analytiques afin de répondre au mieux aux problématiques archéologiques actuelles. C'est à partir des réflexions épistémologiques et de l'apport d'une approche intégrative que la construction de cette méthodologie s'est forgée en respectant la continuité ou la discontinuité de l'évolution de cette matière colorante, partant de sa genèse, sa collecte, sa transformation et son/ses usages et altération(s) (Figures I.3 et I.15). En effet, il a fallu adapter une approche prenant en compte l'analyse à la fois (i) des matières premières géologiques (II.2.1), (ii) des vestiges archéologiques (II.2.2) et (iii) des parois dans son intégralité (II.2.3), et enfin (iv) leurs liens et leurs places dans le temps et les espaces du site (II.2.4). Pour l'étude de chaque objet, il est nécessaire d'estimer le degré de perte d'information liée à son évolution naturelle et/ou anthropique. Ainsi en «déconvoluant» le signal environnemental, taphonomique et anthropique, il sera possible de mieux reconnecter les objets entre eux et de reconstituer avec acuité la trajectoire de cette matière.

La nécessité de croiser les regards, méthodes et résultats

Afin de caractériser au mieux la diversité des objets étudiés et de les insérer dans une même chaîne de raisonnement, il est nécessaire de mobiliser différents types d'analyse. Les résultats acquis constituent le socle de réflexion pour discuter de leur cohérence ou divergence et d'en interroger les causes potentielles. Les différentes méthodes mobilisées sont les analyses microscopiques, spectroscopiques, de laboratoire, *in situ*, grands instruments (comme le synchrotron ou les accélérateurs de particules). Le choix de ces méthodes dépend d'une part de la mobilité des collections (ou plutôt l'absence de mobilité, comme celle des parois ornées) et d'autre part de l'autorisation de prélèvement, conditionnée par des enjeux de conservation et de vulnérabilité. C'est sur la pratique de toutes ces méthodes que mon travail de recherche s'appuie durant ces dernières années.

Un aller-retour entre les méthodes dites *in situ*, de laboratoire et de grands instruments reste indispensable étant données les différences de mise en œuvre et de sensibilité des dispositifs et la différence de résolution spatiale des zones sondées, qui doivent être considérées comme représentatives. La complémentarité des différentes échelles d'observation (macro, méso, micro voire submicronique) est également essentielle (Figure II.1). Selon les méthodes employées et en fonction de la nature des objets et des prélèvements, l'analyse permet de sonder la surface ou de pénétrer plus au cœur de la matière. Cette complémentarité permet

de s'affranchir des signaux issus des divers apports environnementaux (sédiment, encroûtement, ...) ainsi que de comprendre l'organisation structurale à différentes échelles.

Le croisement des résultats est nécessaire non seulement pour comprendre les associations de constituants au sein de la matière colorante mais également pour comparer les matières entre elles. Cette comparaison doit passer par un ajustement des données entre les objets d'étude lorsque ceux-ci ne sont pas étudiés dans les mêmes conditions opératoires. De plus, il est nécessaire d'éprouver les similitudes pour s'assurer qu'il s'agit du même type de matière première ou d'une même série d'étapes de préparation.

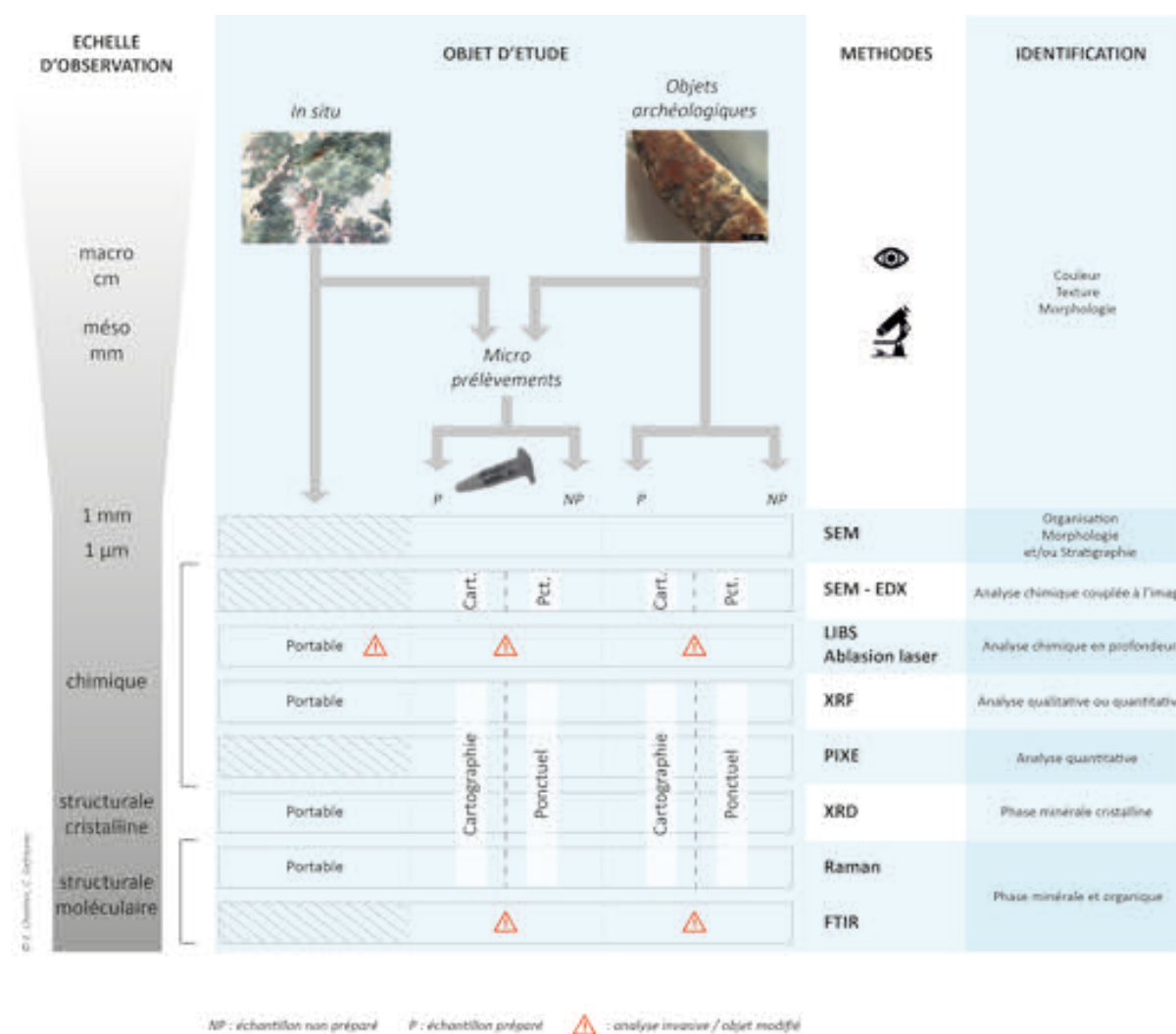


Figure II.1 : Schéma représentant l'approche analytique des matières colorantes combinant les approches in situ, en laboratoire et sur grands instruments. Illustration de la complémentarité des méthodes et des échelles d'observation. Conception et réalisation C. Defrasne et E. Chalmin.

II.2.1. Application de l'approche analytique aux échantillons géologiques : la recherche de sources d'approvisionnement

Les verrous soulevés dans l'étude des matières colorantes invitent à rechercher des démarches permettant d'intégrer d'une part, toutes les étapes de la chaîne opératoire et celles du système technique (Figure I.3) et d'autre part, toutes les caractéristiques enregistrées lors de la genèse et la formation des matières premières.

Pour répondre à la question de l'origine géologique, et proposer des stratégies d'approvisionnements en matières colorantes, il est indispensable de documenter les sources potentielles et si possible de disposer d'une collection géologique de référence, non seulement dans le périmètre des sites étudiés, mais plus largement, régionalement et à l'échelle de la France dans un premier temps. En effet, l'établissement de référentiels géologiques constitue un préalable indispensable à la mise en évidence des exploitations des ressources minérales par les sociétés anciennes. Sans ce pré-requis, il ne sera pas possible d'aborder les questions de choix opérés et contraints par la nature des matières premières disponibles, les stratégies, les connaissances et les valeurs partagées, les réseaux d'approvisionnement, les modalités de circulation des matières, des hommes ou des idées, les territoires et donc les espaces dans lesquels se sont inscrites les sociétés au cours du temps.

Il s'agit donc de l'objectif du PCR Pigmentothèque débuté en 2016 à partir des premières collections de Julien Monney, Hélène Salomon et Jean-Victor Pradeau. Pour rendre interrogeables ces premières collections et pour mettre en place des outils partagés et des méthodes d'investigation pertinentes, j'ai donc mis en place un cadre structurel (projet collectif de recherche) à l'image de celui des Réseaux des lithothèques (Bressy and Bintz 2002 ; Fernandes et al. 2020) et avec l'aide d'Hélène Salomon, nous avons pu reprendre les enjeux scientifiques et définir toutes les étapes de prospection, de préparation d'échantillons, d'observation, d'analyse et de stockage. C'est cette méthodologie qui est présentée ici et qui n'a cessé de s'enrichir dans le cadre de la Pigmentothèque depuis 2016.

Les roches riches en oxy(hydro)des de fer et de manganèse utilisées dans les différents temps de la Préhistoire sont très diversifiées. Ces roches, associées à des contextes de formation et d'évolution des dépôts géologiques, présentent des caractéristiques remarquables à différentes échelles d'observation (nature des minéraux porteurs du fer, niveau d'oxydation du fer, concentration en fer, couleur, texture, fabrique, éléments figurés, état de fraîcheur *versus* état d'altération, ciment et matrice, inclusions minérales, couleur et pouvoir colorant, dureté), d'où la nécessité d'adopter une approche solide pour identifier et décrire ces matières et leurs origines géologiques et être à même de les comparer entre elles. La première étape consiste à les identifier dans un paysage minéral qui a lui-même évolué dans le temps au gré des différentes exploitations et aménagement du territoire. Avant d'arpenter les vallons, à la

recherche de gisement affleurant, il est donc indispensable d'établir une stratégie pour collecter ces matières.

Prospections : la collecte d'informations sur le terrain

La définition des aires de prospection géologique est motivée par des problématiques archéologiques en lien avec un site ou un corpus de sites (deux exemples en Figures II.2 et II.3). Ce choix est alors guidé par les perceptions de ce que devaient être les territoires des communautés passées et nécessite d'être comparé avec d'autres matériaux et selon différents types d'échanges, informations issues de diverses données archéologiques. La sélection des sites à prospector repose en premier lieu sur une recherche documentaire selon la région étudiée et l'objectif (sélection systématique (Figure II.2) ou thématique (Figure II.3)). Il s'agit de s'appuyer sur les cartes géologiques et leur notice, mais également la toponymie, les observations des photographies satellites et aériennes à différentes époques (infoterre.brgm.fr et remonterletemps.ign.fr) et les rapports d'activités minières par exemple.

La fiche terrain mise en place pour les silicites (Tuffery et al. 2022) a été adaptée pour les matières colorantes riches en fer ou en manganèse car leurs contextes géologiques et les lithologies sont plus nombreux.

L'étude des sources de matières premières colorantes repose en premier lieu sur une observation et une description du matériel géologique frais et altéré prélevé sur le terrain en contrôlant un ensemble de paramètres relatifs à la genèse et à la position stratigraphique des ressources (stratigraphies, effets de site, patine, géomorphologie, documentation géologique et minière).

Les informations environnementales sont aussi détaillées pour apporter des éléments de compréhension du contexte des découvertes. Ainsi, la position topographique des affleurements et les conditions d'accès des géomatières sont indiquées. L'accessibilité actuelle et passée des matières colorantes est évaluée dès le terrain à partir de la documentation géologique et géographique et en fonction de l'anthropisation (aménagement du territoire, exploitations industrielles). Elle sera ensuite affinée par une étude géomorphologique au cas par cas.

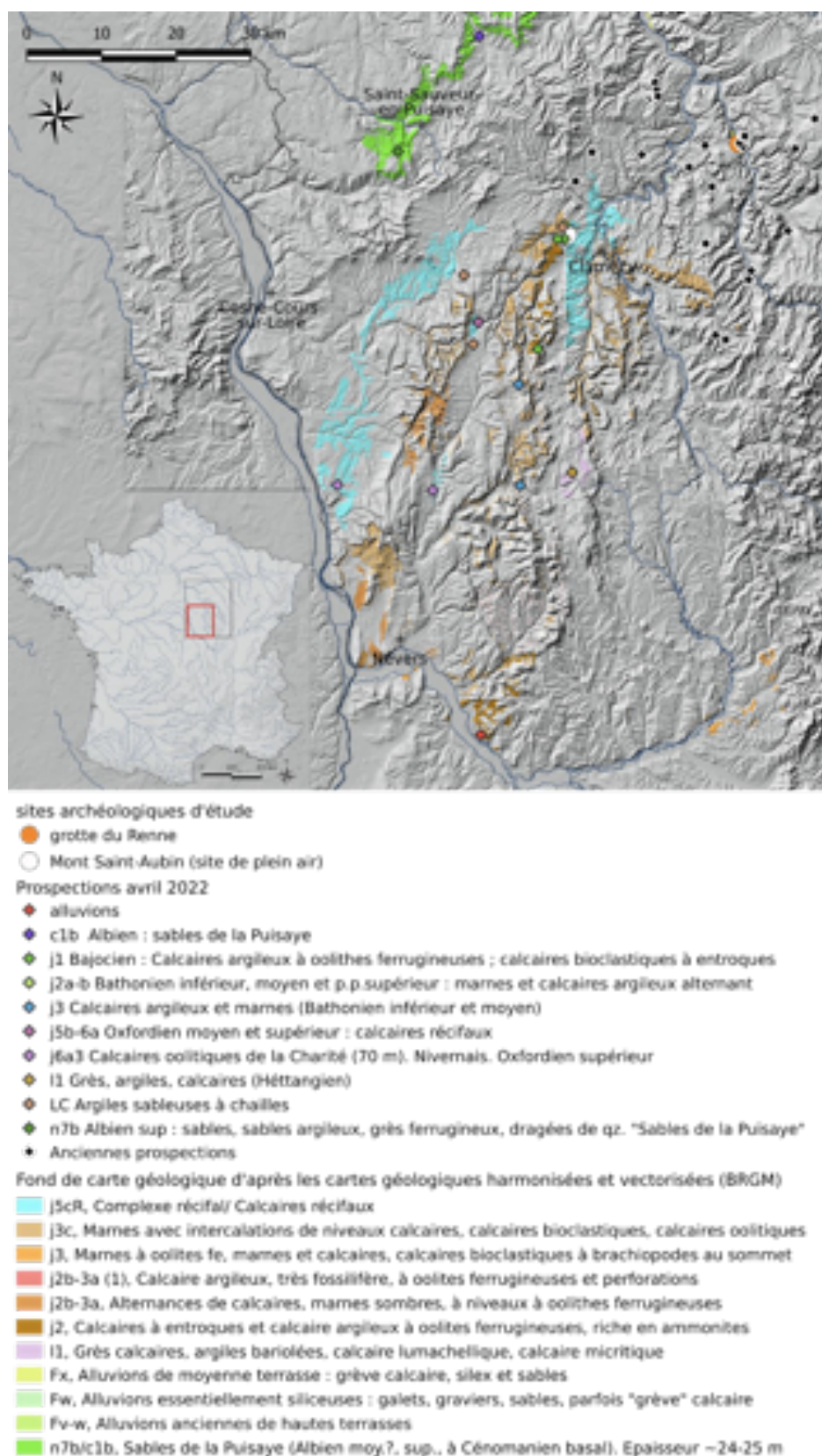


Figure II.2 : Carte des prospections réalisées dans le cadre de la thèse d'Aurélien Chassin de Kergommeaux et antérieures dans le sud-est du bassin versant de l'Yonne. Prospection des formations ferrugineuses proches d'Oisy et d'Arcy-sur-Cure (MNT de l'IGN et fond de carte géologique d'après la carte géologique vectorisée et harmonisée du BRGM). DAO A. Chassin de Kergommeaux.

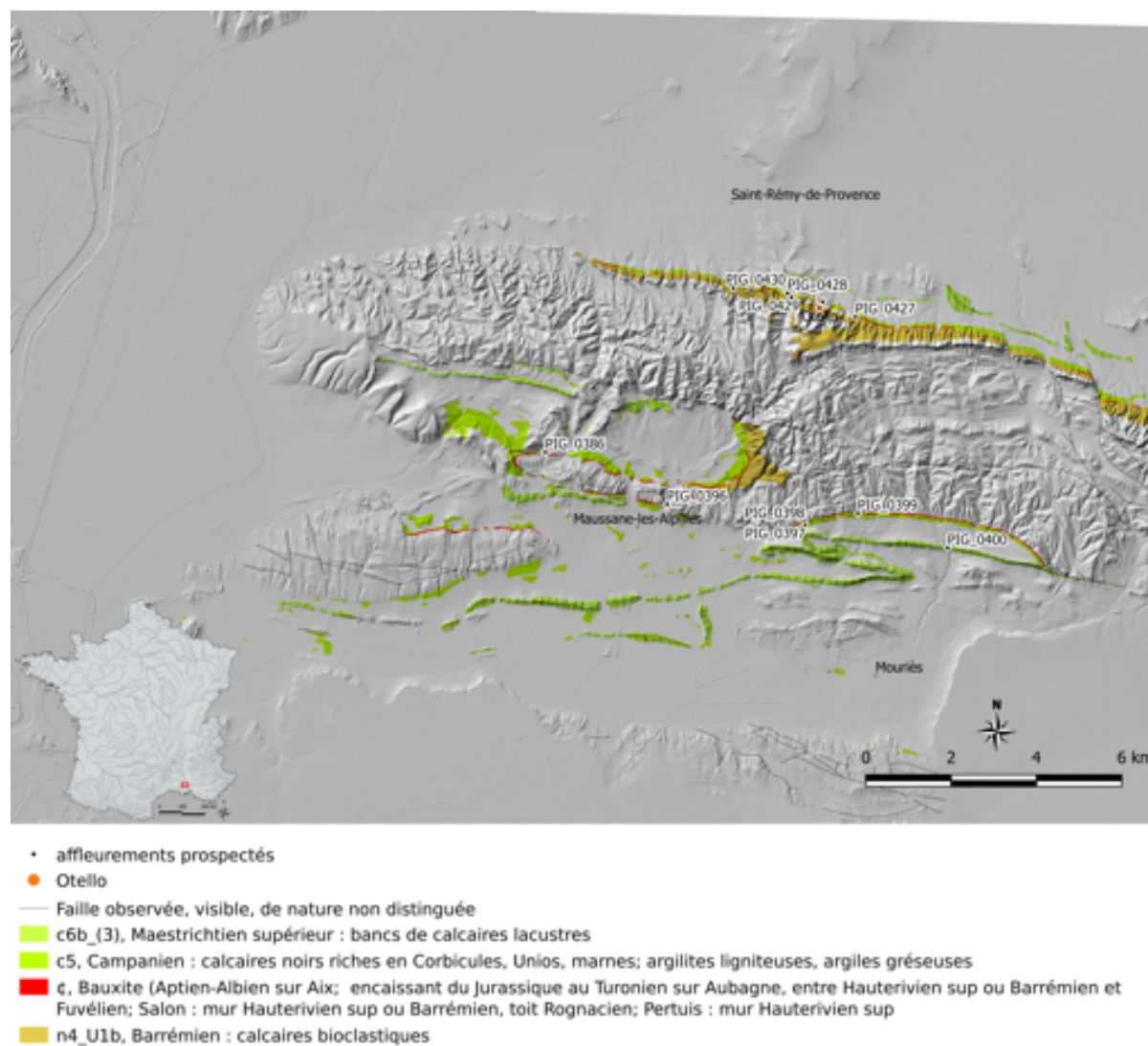


Figure II.3 : Carte des prospections dans le massif des Alpilles. Prospection thématique des formations de bauxites et des calcaires ferruginisés autour du site d'Otello. (MNT de l'IGN et fond de carte géologique d'après la carte géologique vectorisée et harmonisée du BRGM). DAO A. Chassin de Kergommeaux.

Caractérisation des matériaux géologiques

La construction de la démarche analytique (Figure II.4) est basée sur la compréhension des différentes étapes permettant de transformer la matière première en matière transformée, utilisée et conservée. Le degré de transformation induit une certaine perte d'information par rapport à la connaissance de la matière première (Figure I.15).

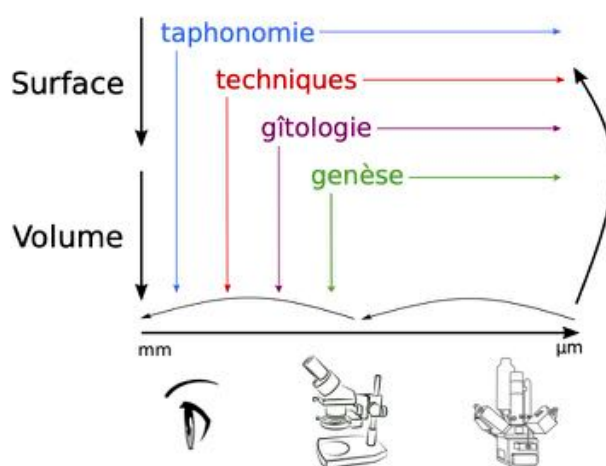


Figure II.4 : Principe méthodologique de l'étude des matières premières minérales. Conception et réalisation H. Salomon

a) Description des faciès de matières colorantes du terrain au laboratoire

Une grande partie des caractéristiques intrinsèques quantitatives et qualitatives des roches colorantes sont restituées lors de l'observation méso, macro et microscopique. Les roches colorantes sont donc bien définies par leur nature, leur variabilité, leur genèse et leur évolution.

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

La pétrographie reste l'une des méthodes d'investigation les plus instructives. La préparation des échantillons nécessite cependant certaines contraintes en particulier pour les matières très poreuses et tendres et les matières riches en argile qui se désagrègent lors de l'amincissement. La réimprégnation et l'inclusion sous vide constituent des solutions satisfaisantes dans de nombreux cas.

Les observations à l'œil nu, à la loupe binoculaire et au microscope optique polarisant en transmission, mais aussi en réflexion, occupent une place absolument incontournable pour

travailler sur tous les types de roches colorantes. Ces trois outils d'observation sont ici utilisés de manière complémentaire car ils permettent de faire le lien entre les différentes échelles d'observation et permettent de guider les analyses *sensu stricto*, qu'elles soient conduites sur la totalité de l'objet ou sur des parties choisies ou isolées de l'objet. Les références géologiques sont enregistrées en suivant les critères de description et de détermination des roches (décrites par leur texture, granulométrie, couleur, dureté, fabrique, éléments figurés comme les macro- et microfossiles, minéraux, ciment, matrice, porosité) en se référant à des chartes, telles que celles développées (Dunham 1962 ; Folk 1962) et les chartes visuelles d'abondance, de granulométrie, d'orientation, de sphéricité et d'arrondi, de classement granulométrique.

La figure II.5 synthétise la stratégie générale de description des différents types d'échantillon (poudre, lame mince, cassure fraîche) permettant d'accéder à la nature de la roche, la composition minéralogique/géochimique, l'âge de la formation... des différents faciès prélevés sur un même gîte.

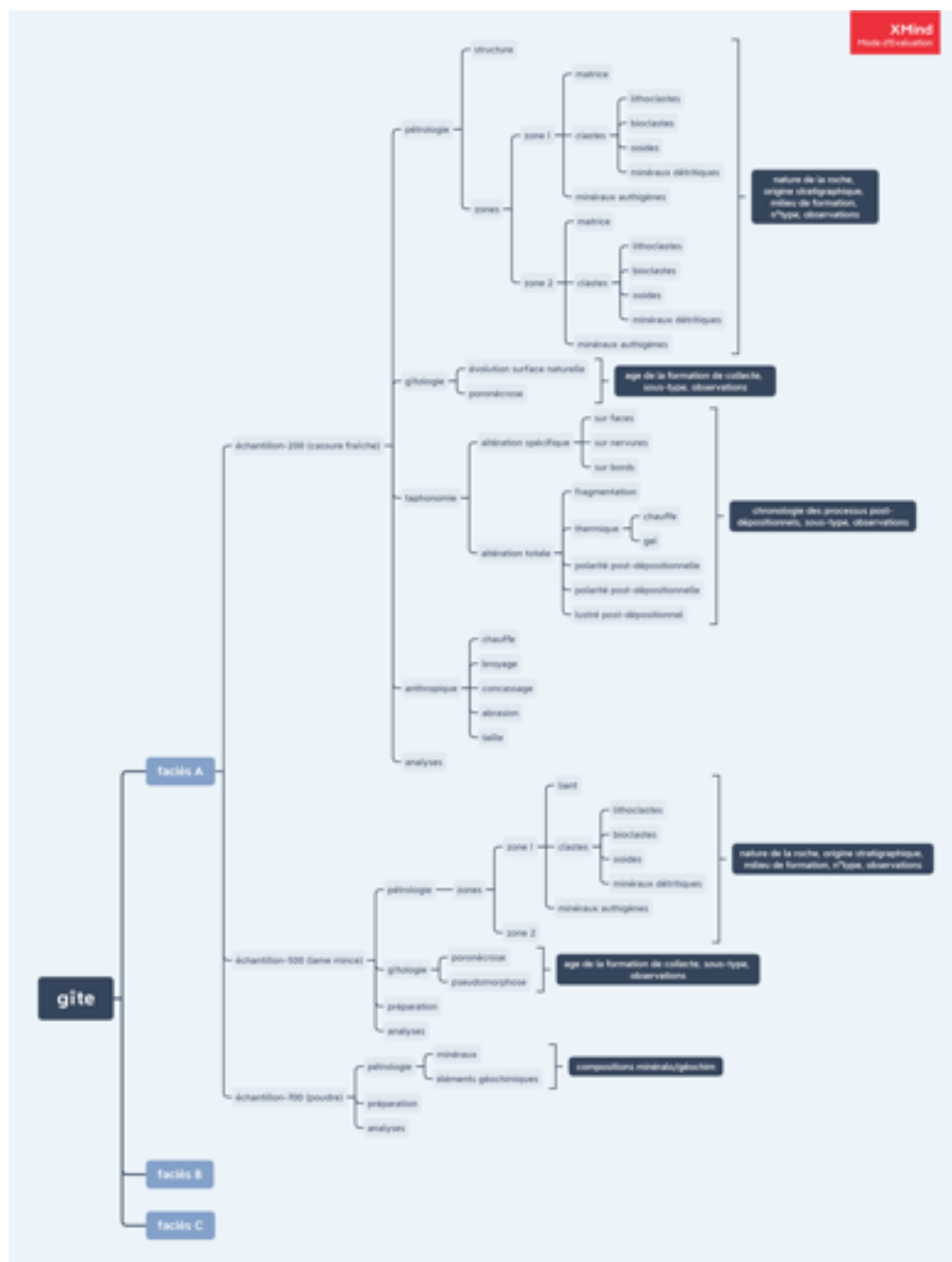


Figure II.5 : Schéma de description des matériaux géologiques par typologie d'échantillons préparés par faciès. DAO A. Chassin de Kergommeaux

b) Analyse chimique et structurale

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

Vient s'ajouter l'identification semi-quantitative des phases minérales qui renseigne sur la présence/ absence de certaines phases et leur rapport d'abondance approximatif. Cette analyse renseigne aussi sur l'état de cristallinité des phases minérales qui peut se révéler être un très bon indicateur de l'origine géologique de la roche analysée. L'analyse minéralogique repose le plus souvent sur des mesures en diffraction des rayons X (DRX).

Différentes mesures d'analyse élémentaires peuvent être utilisées pour doser les teneurs en éléments ciblés sur les matières que l'on étudie avec plus ou moins de précision selon les équipements et les éléments dosés. En théorie, certains éléments, piégés dans les roches, peuvent se révéler être des indicateurs discriminants.

Dans le cadre de la Pigmentothèque, trois méthodes d'analyse élémentaire ont été mises en œuvre : la méthode PIXE (quantitatif, non destructif, focalisé), les méthodes ICP-AES et ICP-MS (quantitatif, destructif, global) et la pXRF (semi-quantitatif, non destructif, focalisé). L'objectif étant ensuite d'adapter les modalités de comparaison avec des objets archéologiques. Une première comparaison des résultats obtenus par ces méthodes sur une sélection de références met en évidence les effets de matrice liés à la teneur en fer, déjà connus par ailleurs, sur la quantification des majeurs, ainsi que l'importance des limites de détection pour l'exploitation de la présence de certains éléments traces (Chanteraud et al. à soumettre).

Cette caractérisation vient s'enrichir d'une méthode encore peu déployée dans l'étude des matières colorantes : la spectroscopie de réflectance diffuse. Les mesures colorimétriques ou spectrales limitées au domaine du visible permettent de classer les matériaux par couleur, comme on peut le faire à partir de chartes telles que la charte de Munsell. Pourtant ce type d'approche présente des difficultés pour quantifier cette couleur : (a) la variabilité potentielle de la couleur à l'intérieur d'une roche (gradient ou zones de couleur, différences entre les couleurs externes et internes), (b) la texture du matériau qui conduit soit à un matériau très terne soit à un matériau avec un éclat métallique, (c) sa texture (taille et forme des grains, porosité, ...) qui peut également moduler la tonalité de la couleur et la couleur de la roche, et n'est pas prise en compte dans les nuanciers, (d) la couleur de la roche solide n'est pas identique à la couleur de la poudre, qui varie selon la granulométrie, (e) l'accès difficile à une coupe fraîche du matériau pour les objets archéologiques, (f) la variabilité de la radiance spectrale de la source d'éclairage utilisée pour l'observation, (g) la large gamme de spectres

d'absorption de la lumière des matériaux qui peut aboutir à la même couleur perçue pour différents matériaux, (h) l'expérience visuelle de l'observateur dans le cas des nuanciers visuels. L'élaboration d'une méthode plus objective et standardisée est nécessaire pour donner accès non seulement à la couleur mais aussi à la structure et à la composition des matières premières et des matières transformées.

C'est pourquoi, nous avons utilisé les deux spectro-goniomètres visible-infrarouge du laboratoire de l'IPAG (Institut de Planétologie et d'Astrophysique de Grenoble, UGA) pouvant couvrir une large gamme spectrale du visible au moyen-infrarouge (0.35-5 μ m) sur une large gamme d'angles d'éclairement (0-80°) et d'observation (émergence : 0-80°, azimut 0-180°). La réflectance bidirectionnelle de surfaces naturelles ou artificielles, granulaires ou compactes peut ainsi être mesurée dans des conditions variées d'illumination et d'observation. Cette méthode offre la possibilité de supprimer totalement les trois dernières limitations ou biais (v à vii) et d'étudier objectivement l'origine de la variabilité des couleurs et les effets de la texture (points i à iii). Les mesures ont été faites sans contact et de façon non-invasive sur des échantillons sous forme de poudre, de poudre déposée sur support, de blocs bruts et de plots polis dans une géométrie 'standard' d'éclairement/observation (incidence 0°, émergence 30°) et sur des gammes spectrales comprises entre 0.36 et 4.8 μ m suivant les échantillons.

La diversité de la réflectance des différents échantillons analysés révèle la diversité des associations de phases minérales (Figure II.6). En effet, en plus de documenter et mesurer les caractéristiques de la couleur des matières, la réflectance est également sensible à la nature des différentes phases constitutives que ce soit la présence des minéraux colorants (hématite, goethite, maghémite, . . .) ou la présence d'autres minéraux associés (**Chalmin et al. 2021**).

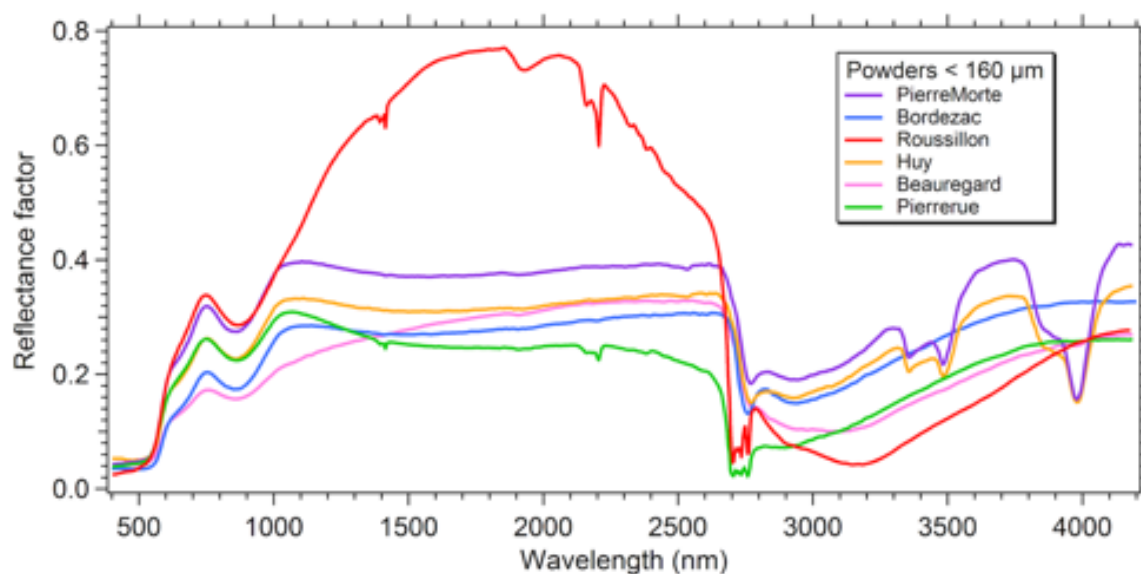


Figure II.6 : Spectres de réflectance Vis-NIR des poudres des 6 échantillons de référence : Pierremorte, Bordezac, Roussillon, Huy, Beauregard et Pierrerie (poudres de granulométrie < 160 μm) obtenus sur les dispositifs SHINE et SHADOW de l'IPAG.

c) Nécessité de la définition et de l'utilisation de standards

Afin de comparer les données acquises par ces différentes analyses, il est essentiel de passer par l'élaboration d'une série de standards dont la composition est proche des matières analysées. L'utilisation de ces standards est indispensable pour :

- Permettre l'intercomparaison d'une méthode analytique à une autre ;
- Proposer un modèle prédictif des gammes d'éléments traceurs qui seront à même d'être détectés avec suffisamment de précision pour discriminer des sources ;
- Choisir le dispositif analytique le plus susceptible de caractériser les matières colorantes avec la finesse requise.

L'élaboration de standards dont les propriétés sont assez proches des échantillons à analyser est indispensable pour ajuster les conditions expérimentales. Une sélection de roches de référence provenant d'environnements géologiques contrastés (Figure II.7) a donc été réalisée et complétée avec des géostandards certifiés (DR-N diorite, BE-N basalte, MA-N granite, BX-N bauxite et IF-G iron formation). Grâce à ces standards et références, il est alors possible de confronter la variabilité des formations géologiques voire de comparer aux dépôts poudreux, aux imprégnations et, de manière générale, aux vestiges non cohésifs de matières riches en oxy(hydr)oxydes de fer afin de les mettre en relation avec les matières colorantes solides.

La description complète pétrographique, minéralogique et géochimique de ces standards est accessible dans le rapport de la Pigmentoθήque 2020, ainsi que sur la base de données FIG-

SSHADÉ¹⁸, associées aux mesures de réflectance diffuse (Chalmin et al. 2021 ; Chalmin et Salomon 2020).

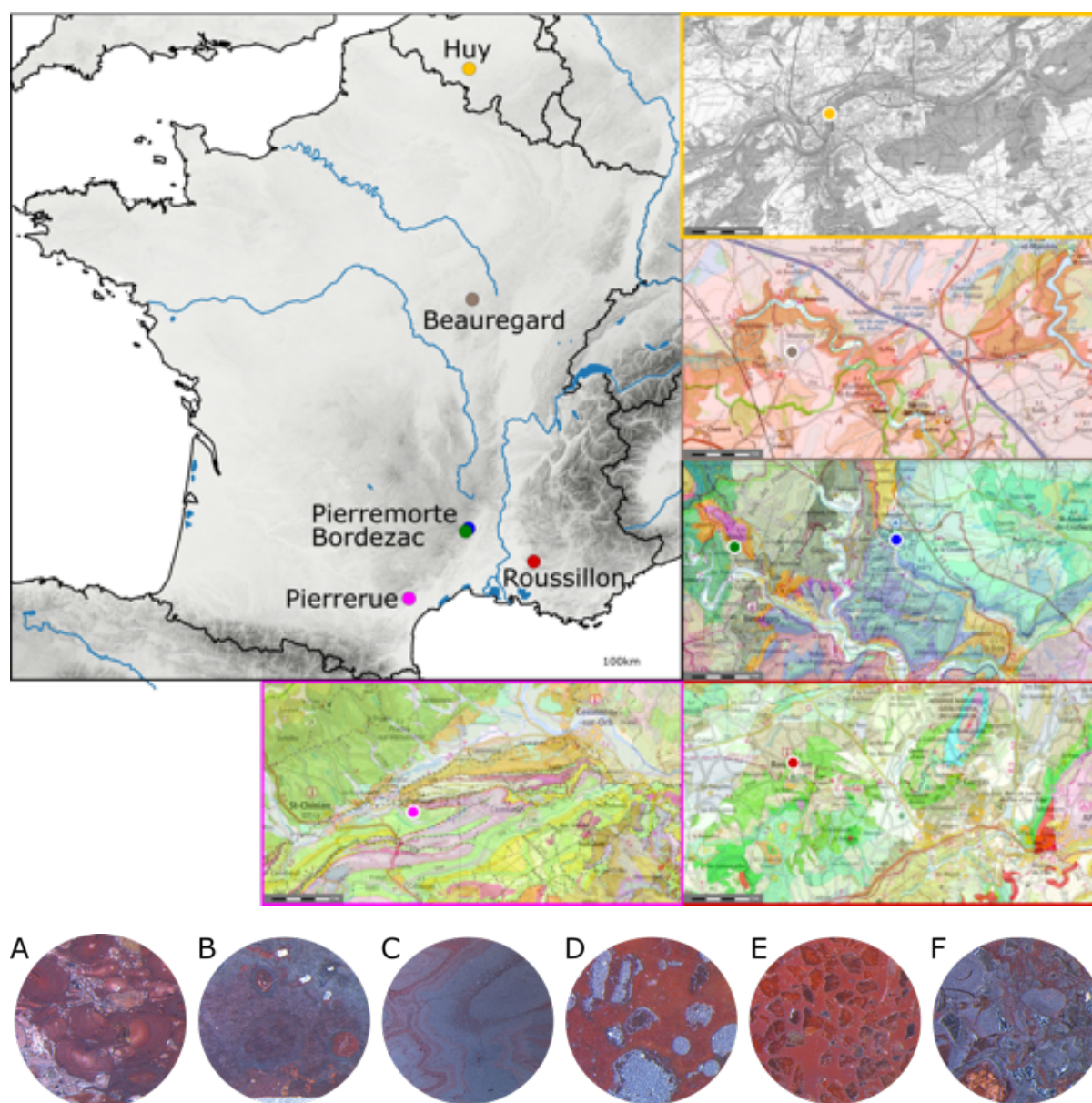


Figure II.7 : a) Localisation des affleurements des six échantillons standards (Huy en jaune ; Beauregard en gris ; Bordezac en vert ; Pierremorte en bleu ; Roussillon en rouge ; Pierrerue en rose ; modifié à partir de la carte géologique vectorielle du BRGM au 1:50000 superposée à la carte topographique IGN, cf. infoterre pour avoir la légende complète) ; b) Images de coupes transversales polies : A, Huy (pierre de fer oolithique) ; B, Pierrerue (croûte irondurique dans un profil bauxitique) ; C, Pierremorte (crinoïde-richlimestone partiellement ferruginisé) ; D, Roussillon (fragment ferricrete d'un profil ocre) ; E, Beauregard (crinoïde-richlimestone entièrement ferruginisé) ; F, Bordezac (veine hydrothermale métallique riche en hématite). Chalmin et al. 2021.

¹⁸ <https://www.sshade.eu/db/pig>

II.2.2. Application de l'approche analytique à l'étude des vestiges archéologiques : la recherche d'indices de transformation

Les vestiges associés aux matières colorantes (Figures I.2 et I.14) proviennent de contextes archéologiques variés, que ce soit en fonction de leur temporalité (du Paléolithique moyen à l'époque historique), de leur environnement (grotte, abri-sous-roche, plaine) ou encore des types d'occupation (habitation, saisonnier, de passage, ...). Mais ces vestiges colorés et colorants proviennent surtout de divers usages : décors sur divers supports (paroi, céramique, monument funéraire, mais certainement sur des supports périssables) ; intégrés à l'élaboration d'adhésifs ; accompagnant des défunts dans leur sépulture ; tannage de peaux ; utilisation pour leur propriété abrasive ... L'enjeu général de leur étude réside dans leur caractérisation et leur comparaison en vue d'une meilleure compréhension de leurs usages et de ce que ceux-ci disent des pratiques associées, des choix individuels et collectifs réalisés. Dans le cas de l'étude ces vestiges en contexte orné, il s'agit plus précisément de comprendre leur lien avec la réalisation de ces peintures ou de cet acte graphique et d'en reconstruire la chaîne opératoire.

Pour étudier ces différents vestiges colorés ou colorants tout en conservant leur intégrité, il est important d'établir des critères de description à l'échelle macro et mésoscopique avant de choisir et d'adapter la méthodologie analytique à employer. En effet, les matières colorantes et colorées archéologiques présentent un certain nombre de contraintes qu'il est nécessaire de prendre en considération : en quantité variable en nombre (quelques vestiges à plusieurs centaines) et en taille (entre quelques millimètres à plusieurs centimètres), plus ou moins cohésives et plus ou moins tendres, fragiles et pouvant présenter des traces d'exploitation (percussion, surfaces nivelées et striées, incisions, perforations, des gravures). Concernant les objets présentant des traces de matières colorantes, ils peuvent présenter des fragilités et une valeur patrimoniale importante.

Les méthodes les moins invasives possibles sont à privilégier pour ne pas modifier l'objet soit par une préparation soit par l'effet de l'analyse elle-même. Nous renseignons et consignons l'ensemble des observations et analyses faites sur chaque objet en s'appuyant sur des champs de description permettant de suivre cette chaîne analytique. Ces champs de description renseignent à la fois sur des critères pétrographiques et lithologiques (couleurs, porosité, taille, forme, nombre et distribution des minéraux...), mais prennent également en compte les traces techniques et fonctionnelles et la taphonomie de la surface de l'objet.

Examens visuels multiscalaires

De façon générale, comme pour les matières géologiques, une première observation s'effectue sous loupe binoculaire sans aucune préparation pour accéder à une morphologie générale, une organisation de la matière, une granulométrie et l'identification de certains minéraux caractéristiques (comme le quartz, les micas, . . .) et pour appréhender les états de surface

(précipitations post-dépositionnelles, sédiments, contacts avec diverses matières dans le milieu d'enfouissement et effets des manipulations lors ou après la découverte).

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

Analyses physico-chimiques

L'examen visuel et l'analyse par microscopie électronique, bien qu'indispensables pour une première classification des matières sur les objets archéologiques, ne suffisent pas toujours à déterminer le type de roche, ou à déterminer les classes minéralogiques. Surtout lorsque les artefacts sont petits et selon leur état de surface, il est donc nécessaire de procéder, sur une sélection d'entre eux, à des analyses plus spécifiques. Accéder à l'origine géologique passe également par l'analyse géochimique. Les techniques de laboratoire de fluorescence (XRF) et de diffraction des rayons X (DRX) ne sont pas toujours faciles à mettre en œuvre pour des objets de petite taille (quelques millimètres) et aux géométries parfois complexes pour accéder à la composition chimique et structurale. Il est nécessaire de focaliser très localement afin d'analyser séparément les encroûtements de surface et les matières colorantes. Il est alors possible d'accéder à des analyses plus spécifiques sur synchrotron pouvant couplées XRF et DRX à une échelle sub-micronique avec une forte sensibilité grâce à l'intensité du faisceau synchrotron en utilisant la cartographie chimique ou structurale pour trier les informations provenant de la matière colorante de celles de la taphonomie (Reiche & Chalmin 2014 ; Castets 2017 ; Cersoy et al. 2015). Enfin, l'analyse élémentaire quantitative est obtenue sans préparation et sans dégradation d'échantillon grâce au faisceau extrait de l'accélérateur Grand Louvre (AGLAE) utilisant la technique d'analyse d'émission de photons X induite par particule (PIXE pour Particle induced X-Ray emission)(Chanteraud 2020 ; Chanteraud et al. à soumettre).

La spectrométrie Raman peut également être utilisée sans aucune préparation afin d'identifier les phases minérales constitutives quel que soit leur état de cristallinité ainsi que de détecter la présence éventuelle de phases organiques (Chanteraud 2020).

L'utilisation de la réflectance diffuse telle qu'appliquée sur les blocs bruts géologiques n'est pas encore systématique, mais présente l'avantage de ne pas nécessiter de préparation et d'être non invasive. Cependant la réalisation de plusieurs points de mesure est nécessaire afin de documenter la variabilité des artefacts selon leur dimension. Il est alors possible d'identifier les minéraux colorants et l'association avec d'autres minéraux mineurs. Cette méthode est cependant difficile à mettre en œuvre pour les objets trop petits (inférieur à un diamètre de 5 mm) et sans surface plane et dégagée.

En fonction du nombre de vestiges et des problématiques mises en jeu, cette méthodologie est adaptée soit pour gagner en efficacité lors de l'étude de grand corpus, soit pour gagner en pertinence, en sensibilité ou encore en résolution des résultats.

Classification et identification de lithologie

La combinaison des observations multi-échelles et des analyses physico-chimiques conduit à la description fine d'un objet archéologique, mais surtout à construire un raisonnement et une stratégie pour comparer les matières et apparier celles qui présentent les mêmes caractéristiques. En effet, les assemblages ou collections archéologiques pouvant provenir de différents horizons, et de différents carrés de fouille, voire de sites archéologiques différents peuvent présenter des spécificités communes. L'un des objectifs majeurs lors de la caractérisation de ces corpus est de classer les objets selon leur lithologie, quels que soient leur taille, leur état de surface et leur usage potentiel, sans préjuger de catégories *a priori*.

Cette première étape constitue un pré-requis nécessaire pour comparer ces matières aux références géologiques et éventuellement aux matières picturales. Cette étape est également incontournable pour prendre en compte des corpus numériquement importants sans passer à côté des matières majoritaires comme singulières. Cette stratégie de comparaison et de discrimination lithologique a été menée dans le cadre des recherches doctorales de Géraldine Castets, (2013-2017) Claire Chanteraud (2016-2020) et Aurélie Chassin de Kergommeaux, (en cours) que je co-dirige, et ce sur cinq sites différents, respectivement : Nawarla Gabarnmang (Australie), la grotte aux Points (gorges de l'Ardèche) et les sites de la grotte du Renne à Arcy-sur-Cure, du campement du Mont Saint-Aubin à Oisy et du campement de Pincevent à La Grande-Paroisse. Ces sites présentent des contextes différents : grotte ou site de plein air ; orné ou non ; des géographies contrastées (Terres d'Arnhem, Australie ; gorges de l'Ardèche ; vallée de l'Yonne et Bassin parisien) et donc des paysages minéraux différents ; des périodes d'occupation variées (de $\geq 48\ 000$ ans cal BP jusqu'au début du 20^e siècle pour Nawarla Gabarnmang, David et al. 2017 ; Gravettien moyen et possiblement au Solutréen pour la grotte aux Points, Monney et al. 2018 et 2019 ; Châtelperronien, Badegoulien et Magdalénien pour les sites de la vallée de l'Yonne et du Bassin parisien, Caron et al. 2011 ; Salomon 2019 ; Bodu et al. 2007 et 2012 ; Bignon-Lau et al. 2020 ; Chassin de Kergommeaux et al. 2020) ; des tailles de corpus variables (nombres d'artefacts étudiés : 726 ;

73; 1420) ; des dimensions d'objet variables (de quelques millimètres à plusieurs centimètres, voir dizaine de centimètres) ; des vestiges de natures différentes (blocs bruts, blocs facettés et striés, rondelles perforées, résidus de matière colorante sur support rocheux, écailles de substrat rocheux ornés, « gouttes de peintures », Figure II.8).

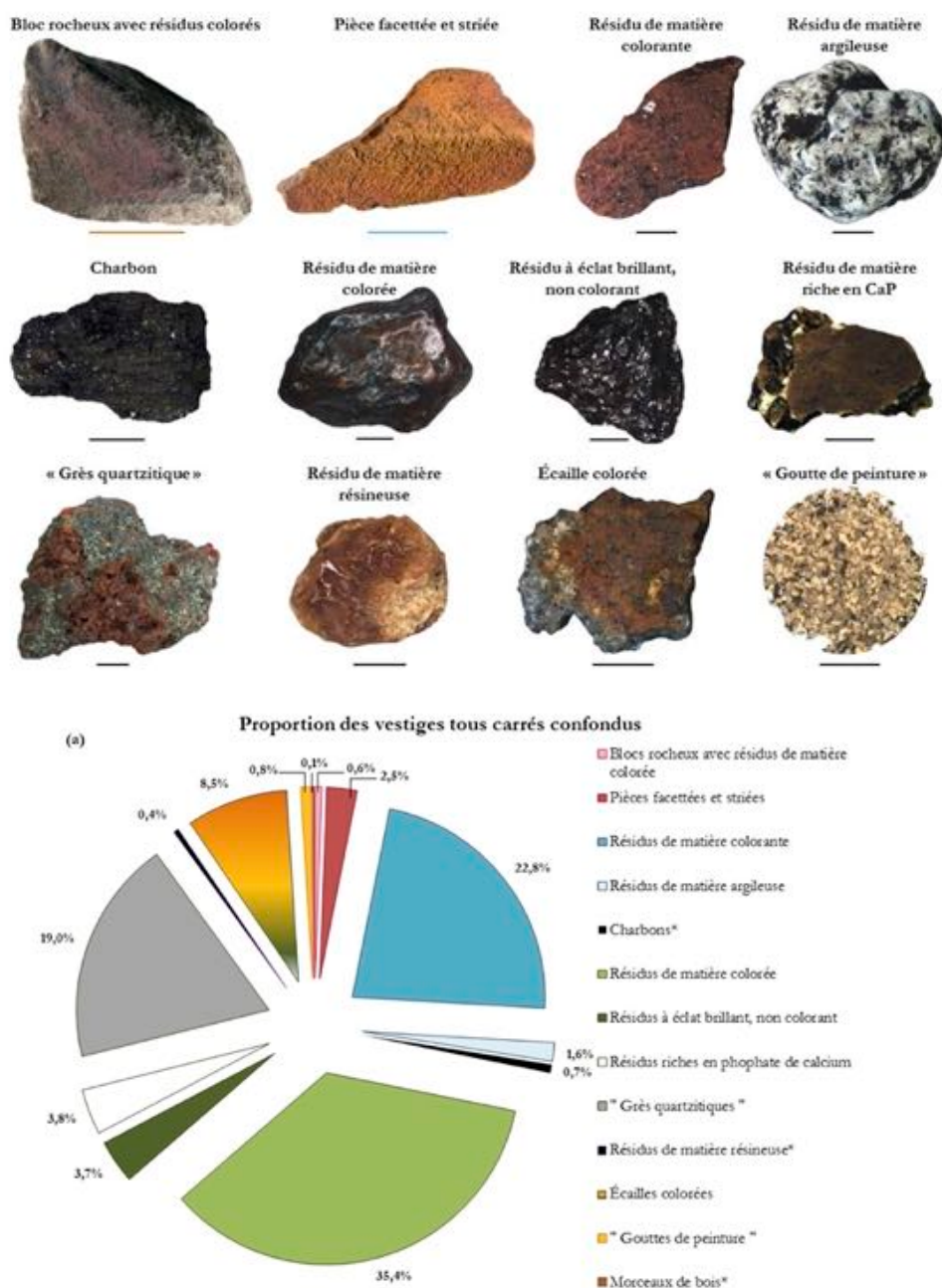


Figure II.8 : Planche photographique des vestiges archéologiques représentatifs de chaque classe identifiée dans les fouilles de Nawarla Gabarnmang (échelle orange à 5 cm ; bleue à 1 cm ; noire à 1 mm) et leur proportion relative. DAO G. Castets (Castets, 2017).

Cette grande diversité nécessite des adaptations pour la description des paramètres et pour l'échantillonnage des pièces représentatives destinées aux analyses, de même que le nombre d'analyses à mener sur chaque objet pour conduire à une documentation permettant de

répondre aux problématiques en optimisant le temps d'étude. La figure II.9 donne un exemple synthétique d'une classification d'un corpus de 73 objets selon 5 faciès lithologiques pertinents dans le cadre de l'étude des matières colorantes de la grotte aux Points (Aiguèze, gorges de l'Ardèche) réalisée par Claire Chanteraud dans le cadre de sa recherche doctorale (Chanteraud 2020 ; Chanteraud et al. 2018 ; Chanteraud et al. 2021).

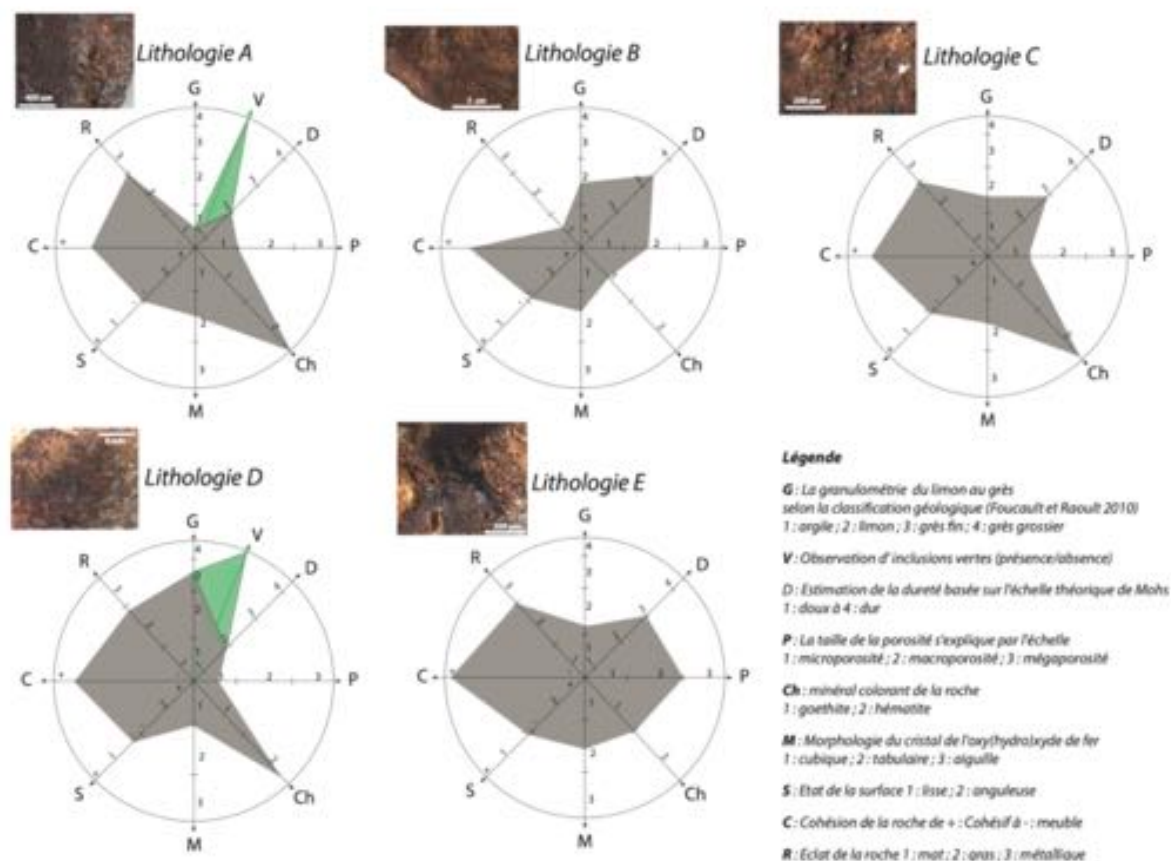


Figure II.9 : Classes lithologiques des vestiges colorants de la grotte aux Points et de l'abri des Pêcheurs. DAO C. Chanteraud

Ce travail de classification en cinq lithologies s'est appuyé sur huit caractéristiques qualifiables à partir d'examen visuels. Certaines de ces lithologies ont pu être attribuées à un type de roche argilo-ferrugineuse présentant une minéralisation d'origine hydrothermale principalement grâce à l'analyse par microscopie électronique, mais également par l'apport de la géochimie et de marqueurs spécifiques. La présence d'inclusions vertes (céladonite) reste un argument fort pour déterminer le type de formation géologique dont sont issues ces matières, à savoir une minéralisation d'origine hydrothermale, même si elle n'a pas été retrouvée à ce jour (*cf. infra*, III.2). Dans le cadre de l'étude des vestiges de matières colorantes de la grotte aux Points, le lien avec les peintures est déterminant pour accéder au savoir-faire et reconstruire la chaîne opératoire. Il est donc nécessaire d'établir des correspondances en s'appuyant sur la morphologie, la minéralogie et la géochimie entre ces vestiges plus ou moins compactes et une couche de matière déposée sous forme de poudre qui a perdu un grand

nombre des caractéristiques pétrographiques de la roche d'origine. Tel est l'enjeu de la partie suivante.

II.2.3. L'approche intégrée appliquée à l'étude de la paroi : dialogue entre taphonomie et matière picturale

L'objectif de la caractérisation des matières picturales présentes sur la paroi est bien de construire leur trajectoire depuis leur extraction, jusqu'à leur application, en prenant en compte les effets de modification et d'altération jusqu'à nos jours. Il est donc nécessaire d'accéder aux différents indices à toutes les échelles d'observation et d'analyse (morphologique, structurale et géochimique) pour identifier les modes de préparation, les liens avec les artefacts potentiels liés à leur préparation et les correspondances avec des sources d'approvisionnement. L'enjeu d'étudier cette fine couche de matière déposée sur une paroi (de quelques microns à quelques centaines de microns) est lié au caractère « précieux » de ces figurations qu'il ne faut pas altérer par des méthodes intrusives. Le verrou principal est lié à la présence quasi-systématique de phases d'encroûtement qui vient perturber la reconnaissance des caractéristiques de la matière picturale. Il est donc indispensable de choisir les outils les plus adaptés pour accéder aux indices pertinents de façon la moins invasive possible pour les œuvres tout en s'assurant de la représentativité des analyses (souvent ponctuelles) réalisées. Toutes les étapes de cette démarche analytique sont présentées ici à partir de l'observation de la paroi, de la stratégie de micro-prélèvements jusqu'à leur analyse (**Chalmin & Huntley 2017**).

Démarche pour l'analyse in situ

L'une des premières étapes de l'analyse physico-chimique d'une paroi peinte consiste à évaluer l'état de conservation de la paroi et l'accessibilité de la couche picturale par une observation mésoscopique (grandissement entre x5 et x100, avec un appareil photo équipé d'un mode macro ou avec un microscope numérique miniaturisé). Il est alors possible de visualiser l'état de surface de la paroi vierge et d'évaluer l'épaisseur de la matière picturale en vue de la sélection des zones pertinentes pour une analyse *in situ* et pour un éventuel micro-prélèvement.

A ce stade, une remarque s'impose concernant l'approche de la couleur de la matière colorante. Il est important de comprendre que des nuances de couleurs peuvent être perceptibles entre différentes figures selon leur localisation sur différents panneaux. Ces nuances peuvent provenir soit de la couleur du substrat, soit de la présence de « vernis », patine ou d'encroûtement opacifiant. Il est nécessaire d'être prudent quant à l'interprétation de ces changements de perception de couleur et de s'intéresser plus précisément à la couleur intrinsèque de la matière colorante. Des méthodes par spectroradiométrie sont aujourd'hui testées dans différents environnements pour réaliser des cartographies d'attributs

colorimétriques (Konik et al. 2014 ; Monnard et al. 2014). Nous reviendrons par la suite sur l'usage de la spectroscopie de réflectance diffuse pouvant être utilisée ponctuellement et l'usage de l'imagerie hyperspectrale qui se développe à la fois pour cartographier les couleurs, mais aussi pour avoir des signatures spectrales des matières colorantes.

Plusieurs techniques analytiques dites *in situ* peuvent être mises en œuvre devant la paroi pour permettre d'accéder : (i) à la composition chimique (la spectroscopie de fluorescence des rayons X pXRF (Gay et al. 2016) et la spectroscopie sur plasma induit par laser, LIBS (Bassel et al. 2016)) ; (ii) à la composition moléculaire (spectroscopie Raman (Tournié et al. 2011 ; Lebon et al. 2014a et b ; Pitarch et al. 2014 ; **Defrasne et al. 2019**)) ; et (iii) à la structure cristalline (diffraction des rayons X, pXRD (Rotondo et al. 2010 ; Beck et al. 2012)). La fiabilité des résultats obtenus avec certaines de ces techniques fait l'objet d'un certain nombre de critiques et de mises en garde qui ne seront pas discutés ici (Shackley 2012 ; Lebon et al. 2014b ; Huntley et al. 2016 ; Gay et al. 2016 ; Mauran et al. 2019 ; Dayet et al. 2022). La méthode développée par la plupart de ces études souligne l'importance de mesures sur la paroi vierge à proximité de la zone ornée lorsque cela est possible. Les informations obtenues à partir de l'étude de cette paroi vierge sont primordiales pour permettre de faire la part entre le signal de la matière picturale elle-même et le signal de la paroi et des encroûtements. Pourtant malgré des développements méthodologiques, il reste très délicat de soustraire artificiellement (mathématiquement) ces deux types de signaux (Gay et al. 2016).

Malgré ces limites bien documentées des systèmes d'analyse portables, nous avons été amenés à réévaluer les capacités de pXRF dans le cadre de l'étude des matières colorantes de la grotte aux Points (Aiguèze, gorges de l'Ardèche). Nous avons ainsi comparé les analyses *in-situ* et en laboratoire de matériaux, et les résultats de la pXRF en laboratoire avec les analyses obtenues par d'autres dispositifs instrumentaux (PIXE, ICP et pXRF) et avec les échantillons de référence mis en place dans le cadre de la Pigmentoθήque. Les résultats ont confirmé que les systèmes pXRF actuels ne sont pas en mesure de fournir des données permettant d'élucider les chaînes opératoires des matières colorantes ferrugineuses (**Chanteraud et al. 2021**). Une approche chimiométrique a été développée par Claire Chanteraud lors de sa thèse s'intéressant au signal global du spectre plutôt qu'aux données extraites élément par élément. Pour ce faire, une routine Matlab a été développée : (i) pour appliquer une fonction quadratique au signal brut (dans les canaux) et ainsi le calibrer à un spectre résolu en énergie (résolution de 0,01 keV), (ii) pour corriger la ligne de base, et (iii) pour lisser le bruit de fond en appliquant un filtre Savitzky-Golay (Savitzky et Golay 1964)¹⁹. Cette routine a ensuite été appliquée à toutes les analyses effectuées (paroi vierge, matière picturale sur fragment de roche, blocs colorants, et références géologiques) pour quantifier les éléments majeurs, mineurs et trace, avant de réaliser des traitements statistiques en analyse en composante principale (ACP, Figure II.10).

¹⁹ <https://doi.org/10.6084/m9>

Étant données les limites de détection élevées des éléments typiquement présents dans les roches et minéraux ferrugineux (Calligaro et al., 2019 ; Shackley, 2011), il n'est pas possible actuellement d'utiliser la pXRF pour quantifier et comparer précisément les compositions chimiques des matières picturales et des blocs de matières colorantes.

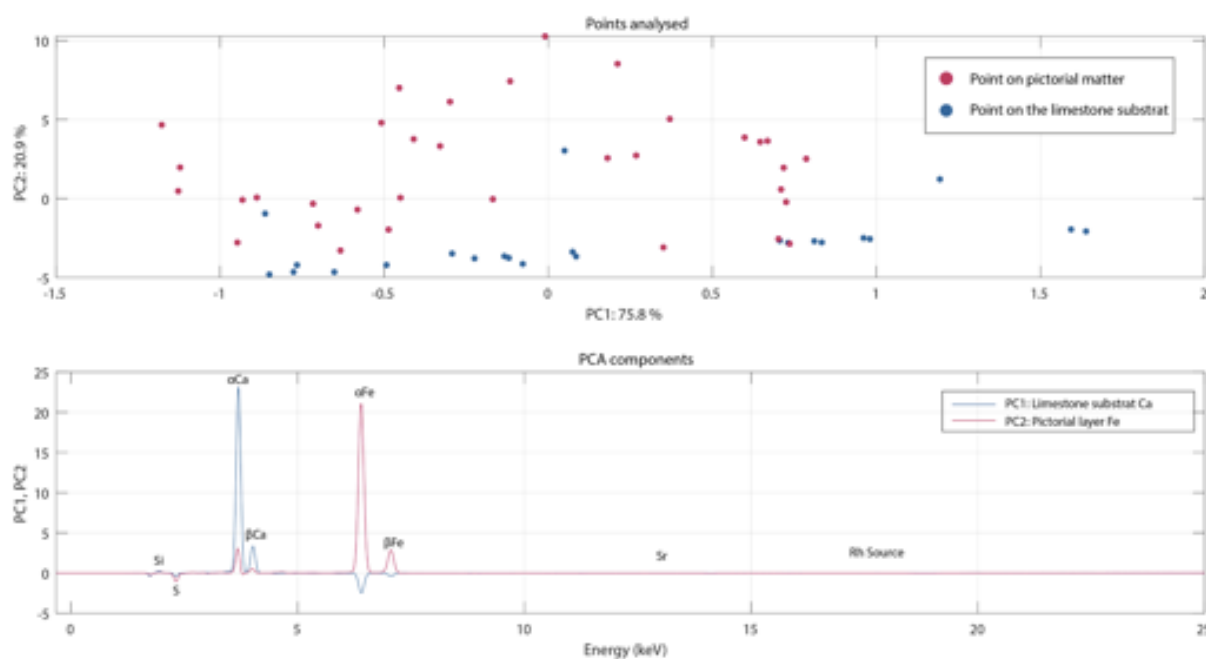


Figure II.10 : ACP sur les spectres obtenus à partir des mesures sur paroi vierge et paroi ornée. La composante 1 (PC1) est le signal du calcaire (Ca), qui explique 75,8% de la variance ; la composante 2 (PC2) est la couche de matière colorante, qui explique 20,9% de la variance. Il n'y a pas de distinction claire entre les analyses de la paroi vierge et celles des couches de matière picturale. DAO C. Chanteraud

Malgré la très bonne connaissance des différents matières analysées, il n'a pas été possible d'utiliser la pXRF pour quantifier suffisamment précisément et en extraire une empreinte chimique exploitable donnant lieu à des comparaisons qui aient du sens. De plus, les analyses pXRF n'ont permis que l'identification des éléments majeurs, déjà connus par des observations morphologiques et pétrographiques (Figure II.10).

Ces résultats suggèrent que la réalisation d'études pXRF systématiques de l'art rupestre avant l'échantillonnage est peu informative et reste risquée en raison de la manœuvre de l'équipement dans des espaces confinés. Bien que le pXRF puisse fournir des informations sur les processus d'altération des parois d'une grotte (présence de sulfate de calcium), les analyses pXRF *in situ* doivent être combinées à d'autres méthodes d'analyse sans contact.

Quelle que soit la méthode mise en œuvre sur le terrain, les contraintes liées au milieu, à l'accessibilité ainsi qu'à la conservation sont à considérer : les conditions météorologiques, la lumière, l'humidité, la régularité du sol pour positionner des trépieds, les temps d'acquisition, l'accessibilité des figures avec une topographie de surface parfois complexe (hauteur,

concavité, distance entre le positionnement des trépieds et la paroi, ...; Figure II.11) ainsi que les difficultés d'accessibilité de certains sites (distance, altitude, dénivelé). Il est donc nécessaire d'utiliser un appareillage le moins encombrant possible, robuste, maniable, permettant une analyse sans contact avec la paroi, mais conservant toutefois une bonne qualité de mesure. De plus, la prise en compte des processus taphonomiques sur les parois ornées reste indispensable pour faire la part du signal environnemental et du signal de la matière picturale.



Figure II.11 : Photographie du dispositif Raman portable (laboratoire MONARIS) devant la paroi du panneau des cerfs du site néolithique du Rocher du Château (1750 m d'altitude, Bessans) illustrant les contraintes liées à l'ensoleillement, au manque de stabilité de la mesure en raison du vent, à la hauteur des figures nécessitant un échafaudage, à l'utilisation d'un groupe électrogène respectant les contraintes d'un parc naturel (bruit, émanation d'essence, ...). Photo E. Chalmin

Plus récemment, la méthode de réflectance diffuse a été testée en utilisant un dispositif portable SVC HR1024 (450-2500 nm) adapté pour réaliser des mesures d'un diamètre de quelques millimètres directement sur la paroi (développement du pistolet par B. Schmitt, E. Malet et O. Brissaud, Figure II.12). Éclairées par une source lumineuse (lampe halogène), il s'agit ici d'enregistrer et d'interpréter la signature spectrale des minéraux composant les peintures pour en déterminer les composants et effectuer sur cette base des regroupements de figures. Le signal de la peinture est significatif dès lors que sa bande d'absorption est différente de celle du substrat. Cette méthode permet de distinguer des matières colorantes qui peuvent sembler identiques à l'œil nu. En effet, la spectroscopie de réflectance diffuse permet de distinguer et caractériser une diversité des matières invisible à l'œil nu.

Cette méthode n'a qu'exceptionnellement été mobilisée en archéologie pariétale (del Hoyo-Meléndez 2015 ; Linderholm et al. 2015 ; Horn et al. 2020). Elle l'est également sur des

vestiges graphiques plus récents (Guglielmi et al. 2021) ou en histoire de l'art (Delaney et al. 2016, 2018). L'avantage de cette méthode d'analyse ponctuelle est qu'elle permet l'identification de la couleur exacte et objective des figures, autorisant alors leur comparaison, et l'obtention d'une signature spectrale de la matière quelle que soit son état physique (poudre, mélanges, bloc...), une condition indispensable à l'identification d'éventuelles sources d'approvisionnement. De telles analyses requièrent toutefois une connaissance de la signature spectrale du substrat, de la paroi rocheuse (Chalmin et al. 2020).



Figure II.12 : Prototype de dispositif portable de spectroscopie de réflectance diffuse (modèle développé par B. Schmitt, O. Brissaud (IPAG) et E. Malet) utilisé sur le site du Trou de la Féclaz (St Jean-d'Arvey). Photo E. Chalmin

Les premiers tests ont été réalisés sur les sites du Trou de la Féclaz (St Jean d'Arvey, massif des Bauges) et d'Otello (St Rémy de Provence, massif des Alpilles) (cf. *infra* III.3). Ils ont souligné l'intérêt de cette méthode d'acquisition. Une comparaison avec les premiers spectres des minéraux de référence a pu être entamée ce qui a permis de reconnaître la présence systématique de gypse à la surface des peintures, le gypse étant invisible à l'œil nu. Des optimisations du pistolet de mesure sont en cours de finalisation pour permettre de poursuivre l'acquisition de spectres *in situ* en routine. Une comparaison avec les spectres de références obtenus sur les références géologiques sera alors envisageable.

Description taphonomique

L'étude de la taphonomie de la paroi est essentielle pour comprendre son état au moment de la réalisation des peintures (**Chalmin et al. 2017a**) et son évolution au cours du temps (*cf. supra*, I.2.7). Afin de comprendre la répartition de ces altérations (patine, concrétion, encroûtements, lichens...), un travail d'observation et de cartographie de l'état de la paroi peut être obtenu à l'aide d'une loupe x40 et d'une Dino-Lite (x20 à x200) pour la documentation en complément des macrophotographies.

Il s'agit dans un premier temps de répertorier les différents états de surface identifiés sur une zone définie (panneau, ensemble de figures, jusqu'à une certaine hauteur, contraintes d'accessibilité...), en proposant une description avec un vocabulaire adapté et cohérent (Figure II.13). Il s'agit de distinguer les différents types d'altération, qu'elle soit chimique, physique ou biologique. Des développements restent à mener pour identifier les altérations biologiques, en particulier les colonisations de la paroi par des lichens, des mousses, ou des champignons.

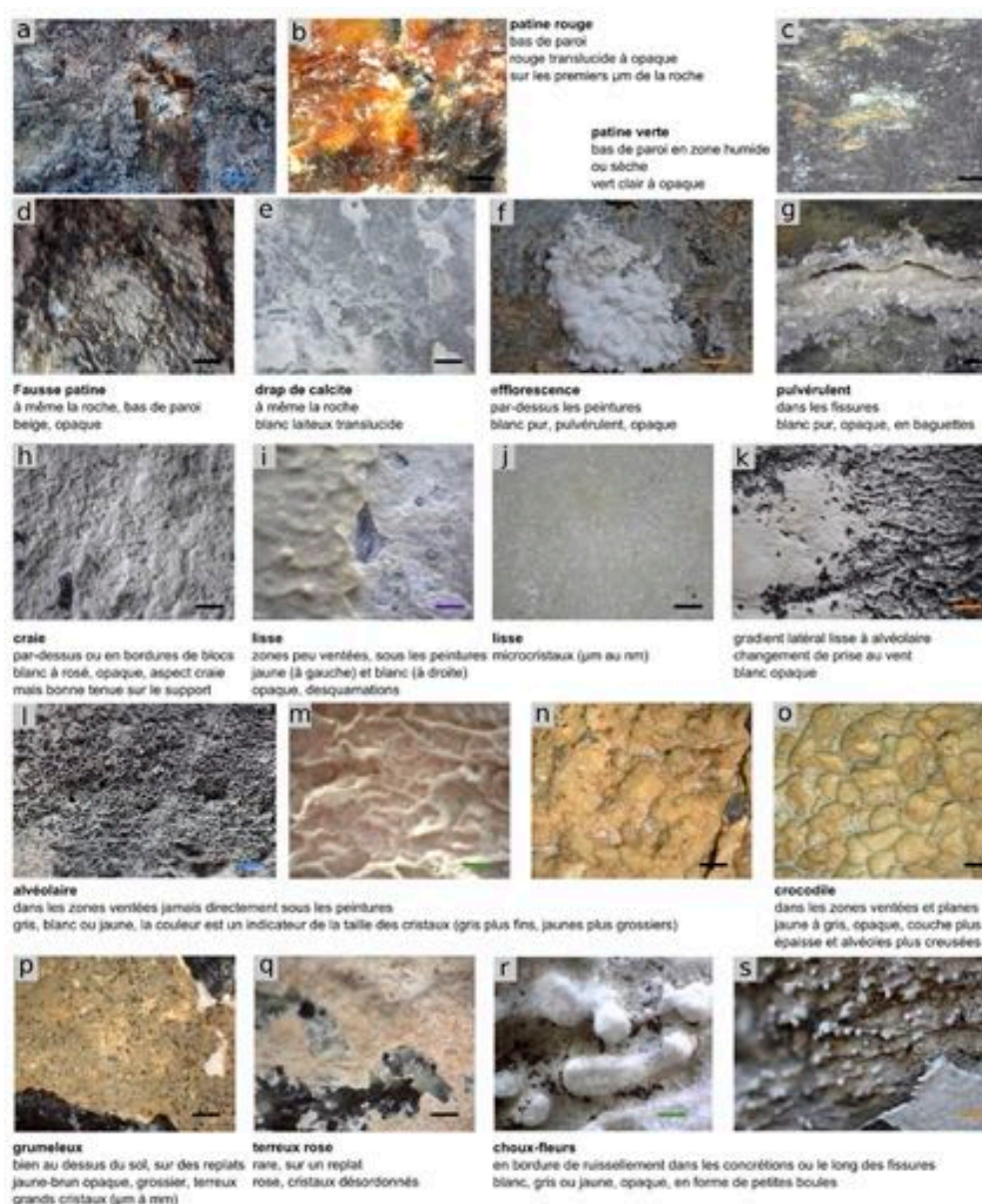


Figure II.13 : Typologie des différentes altérations de paroi rencontrées au Rocher du Château (Bessans, Haute Maurienne) - DAO A. Chassin de Kergommeaux

Il est en revanche possible de distinguer les patines et les encroûtements issus de deux dynamiques différentes ; la première est une altération physique résultant d'une perte de matière et la seconde est un ajout de matière en surface.

En parallèle de ces observations et description, l'analyse de micro-prélèvements de paroi vierge (Figure II.14) vient compléter la compréhension des processus physico-chimiques impliquée lors de ces altérations, en permettant d'associer une chimie, une minéralogie et une morphologie à chaque type d'altération. L'observation de coupe transverse de micro-prélèvements peut également permettre d'accéder à une stratigraphie depuis la roche encaissante jusqu'aux couches externes (Figure II.14), celle-ci pouvant être interprétée au regard de la chronologie des évènements qui ont laissé leur empreinte ou de variations de

paramètres environnementaux. En effet, l'origine de ces encroûtements est principalement liée à la circulation d'un film d'eau. L'eau se déplaçant à la surface ou dans les fissures de la roche peut alors s'enrichir en éléments solubles (Ca, Mg, Fe, sulfates, carbonate...) précipitant ensuite en différents minéraux lors de l'évaporation en fonction des conditions climatiques (pH, température...) et de la cinétique des réactions. Par exemple, le gypse $\text{CaSO}_4 \cdot 2 \text{H}_2\text{O}$ et la whewellite $\text{Ca}(\text{C}_2\text{O}_4) \cdot \text{H}_2\text{O}$ cristallisent selon des processus assez bien connus à des conditions atmosphériques plus ou moins sèches ou humides (Lamprecht et al. 1997 ; **Chalmin et al. 2017a**). Ainsi, la succession de couches d'encroûtements d'épaisseur, de texture, de minéralogie et donc de chimie différentes peut être attribuée à des périodes climatiques distinctes (humide ou sèche; (Lamprecht et al. 1997). De plus, une partie de ces encroûtements peut être remobilisée et détruite partiellement soit par dissolution puis re-précipitation soit par desquamation probablement due à l'action mécanique du gel (**Chalmin et al. 2017a ; Defrasne et al. 2019**)(Figure II.15).

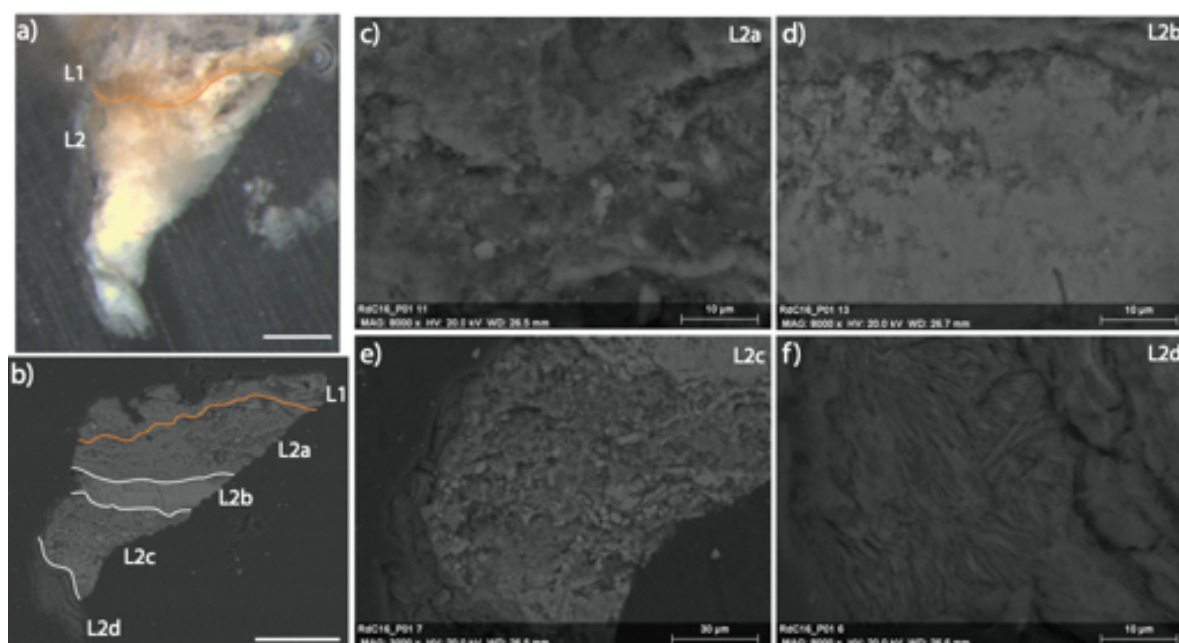


Figure II.14 : Observation du micro-prélèvement RDC2016-P1 en coupe transversale, provenant du Rocher du Château (Bessans, Haute Maurienne) par a) microscopie optique ; b) à f) microscopie électronique à balayage en mode électronique rétrodiffusion (20kV, distance de travail : 26,5 mm). Localisation de chaque couche d'encroûtement et détails de la morphologie : c) quelques particules géométriques individuelles pour la couche L2a, d) morphologie duveteuse pour la couche L2b, e) particules lisses pour la couche L2c et f) cristaux lamellaires pour la couche L2d - E. Chalmin

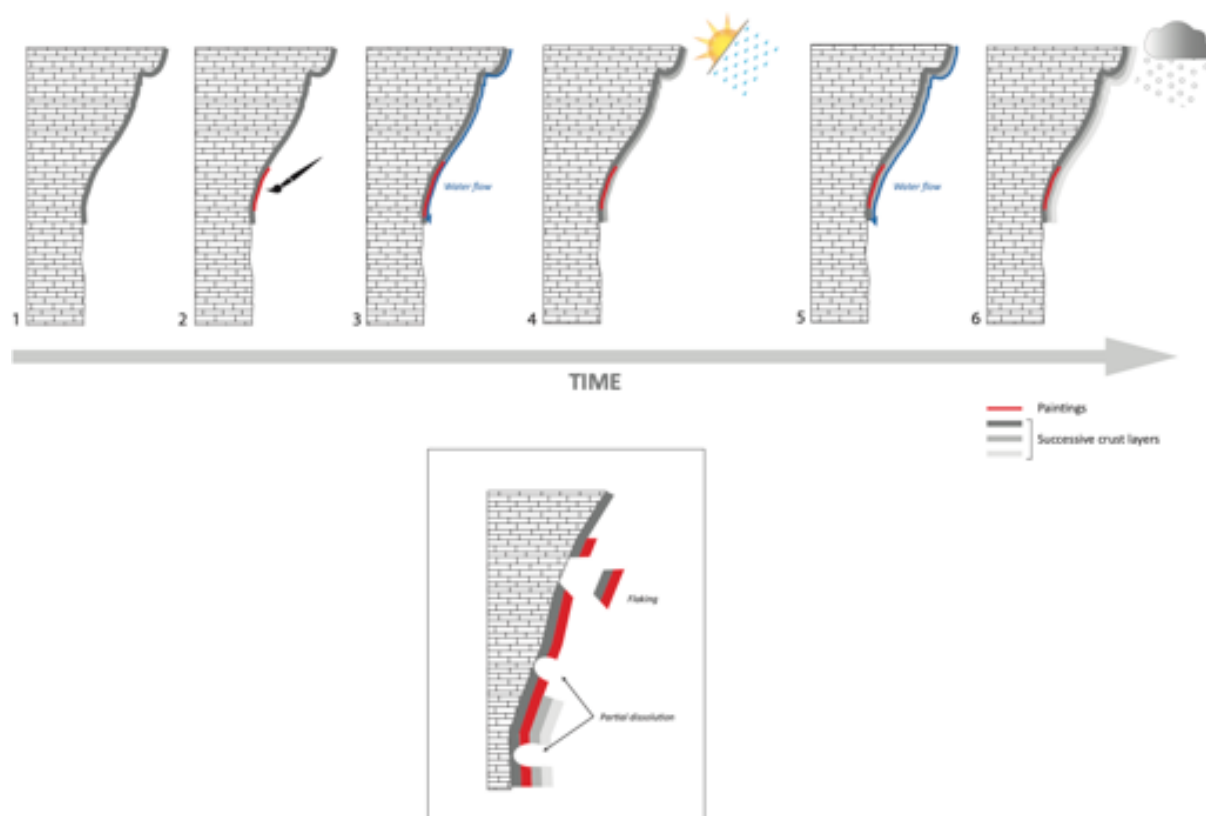


Figure II.15 : Processus d'altération des peintures schématiques néolithiques du Rocher du château (Bessans, Haute-Maurienne) - Conception E. Chalmin et C. Defrasne, Réalisation C. Defrasne

Le passage de l'échelle du micro-prélèvement à l'échelle de la surface altérée reste encore à approfondir. Il est nécessaire de mieux faire l'association entre la nature minéralogique des encroûtements identifiés et la répartition de l'encroûtement et ces conditions de formation. L'enjeu est de pouvoir relier des typologies d'encroûtement à des natures minéralogiques et des processus.

L'une des solutions pour résoudre ce verrou est de combiner l'approche taphonomique à l'approche géomorphologique qui permet de prendre en considération les processus de formation de la paroi. Ainsi pour faire le lien avec ces différentes échelles d'observation, de premières cartographies ont été réalisées pour mettre en évidence la répartition des différentes typologies d'altération (Figure II.16). En corrélant avec les zones de ruissellement et de plus grande humidité, il est alors possible d'identifier qu'une grande part des encroûtements est reliée à ces zones de ruissellement. Les encroûtements ne se trouvent pas aux endroits où l'eau ruisselle en permanence mais en périphérie ou dans les endroits du fait du fort ruissellement la zone devient humide voire mouillée. Il est également possible de comprendre l'organisation spatiale des différentes altérations sur ces cartographies.

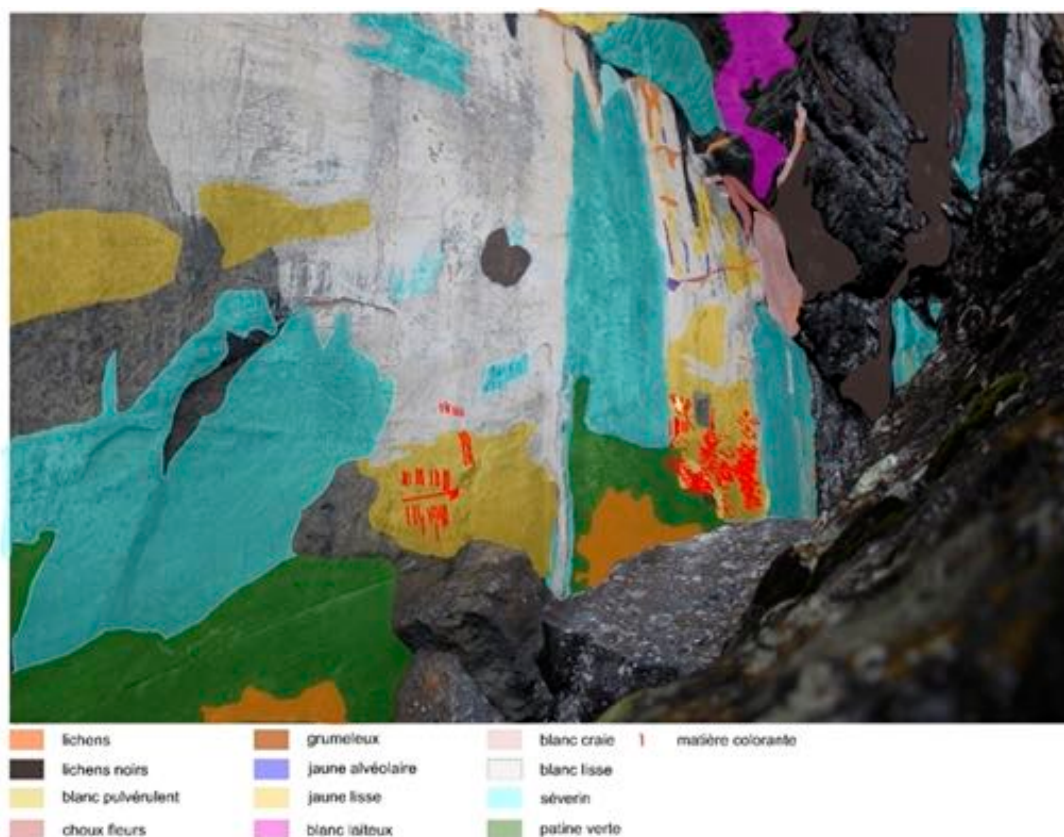


Figure II.16 : Cartographie des états descriptifs des parois au niveau du panneau Pe7, Rocher du Château (Bessans, Haute-Maurienne) - DAO A. Chassin de Kergommeaux

La description fine de la paroi ne peut se faire sans la complémentarité des échelles et des disciplines, telle que nous l'avons défini dans l'approche intégrée et intégrative. Il est désormais possible de naviguer aux différentes échelles d'analyse à partir des cartes géomorphologiques, celles des parois, celles des états de parois pour aboutir à la compréhension des processus d'altération en y intégrant l'acte graphique. En restituant la physionomie du site au moment de la réalisation des peintures, il est possible de comprendre la morphogenèse (formation de la surface) et donc de proposer des chronologies relatives. La figure II.17, issue du travail de thèse de J. Jacquet²⁰ permet de comprendre la structuration de la paroi actuelle, les emboîtements de forme et les géométries. On distingue des secteurs de la paroi qui sont restés intacts depuis le retrait du glacier et d'autres qui ont évolué, comme les niches d'arrachement. La modification de la circulation des fluides a également conditionné les ruissellements et la formation des encroûtements qui ont permis la réalisation de certaines peintures, leur potentiel lessivage ou au contraire leur conservation. Au moment de la réalisation des peintures, il est possible de s'interroger sur les modifications de la paroi et d'accéder à son accessibilité. L'état de paroi au moment de la réalisation de ces peintures a-t-il été déterminant pour le choix de leur positionnement, en fonction de la qualité du substrat, de la couleur ou de l'accessibilité ? Les différentes localisations des peintures d'un même site

²⁰ co-dirigée avec J.-J. Delannoy, 2020-2023, résumé en annexe

permettent-elles de comprendre la variabilité de conservation et de visibilité, selon par exemple la circulation de l'eau, du vent, des différences de températures ?

Mais pour comprendre l'évolution du site dans sa globalité, et reconstituer sa physionomie à différentes temporalités, il est nécessaire de comprendre ce qui se passe également au niveau du sol. En s'intéressant à la place, la taille et la répartition des blocs au sol, il est possible de recaler des événements survenus lors de la morphogenèse de la paroi. D'où viennent les blocs et à quel moment sont-ils tombés ? Ce sont leur organisation et les superpositions qui permettent de réaliser ce type de reconstruction.

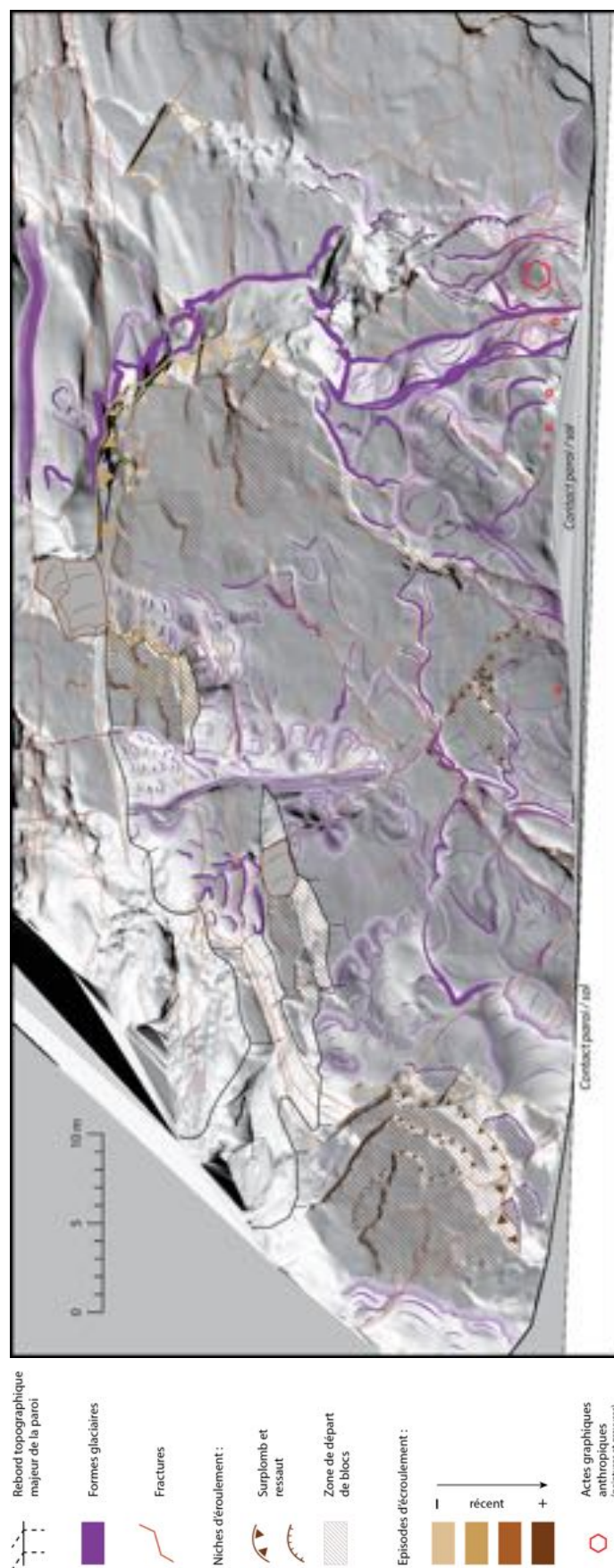


Figure II.17 : Cartographie archéo-géomorphologique à une échelle moyenne, celle de la paroi est du Rocher du Château (Bessans, Haute Maurienne). DAO J. Jacquet

L'intérêt de coordonner l'emboîtement d'échelles en y intégrant les résultats d'analyse physico-chimiques est donc bien de positionner spatialement et chronologiquement l'acte graphique. En s'intéressant à la nature et aux indices de la couche picturale elle-même en un point (*in situ* ou sur micro-prélèvement), ces résultats nous renseignent sur l'état de la paroi à l'échelle d'une surface et d'une chronologie relative entre les événements. La question de la représentativité du point d'analyse à l'échelle d'une figure, ou d'un panneau reste cruciale. Il est pourtant indispensable de remettre en contexte ce « point » observé de la paroi par rapport à la dynamique du site et à la réalisation du panneau orné. Pour l'instant, le seul moyen de s'assurer de cette représentativité est l'observation fine de la paroi ainsi que celle de la figure, mais il reste des progrès à faire pour accéder à un meilleur niveau de confiance. Des propositions sont faites dans le chapitre perspective de ce manuscrit (*cf. infra*, chapitre IV), en utilisant des outils d'imagerie hyperspectrale et de cartographie.

Le prélèvement

À l'issue de l'observation fine de la paroi et de l'acquisition de données *in situ*, et lorsque les autorisations ont été accordées, il est recommandé de réaliser un micro-prélèvement à la fois dans la zone ornée et à proximité dans une zone vierge servant de témoin. Le positionnement exact des prélèvements est documenté par des photographies générales et macroscopiques et enregistré sur le relevé (Figure II.18). L'échantillonnage doit être réalisé avec un scalpel stérile en prenant soin de ne pas trop endommager la figure, en choisissant dans la mesure du possible une zone déjà écaillée mais représentative du tracé. Selon la nature et la dureté du substrat, il est plus ou moins facile d'échantillonner à la fois la matière colorante et la roche-mère. Le micro-prélèvement peut alors se présenter sous forme d'un ou plusieurs éclats de quelques centaines de microns tout au plus.

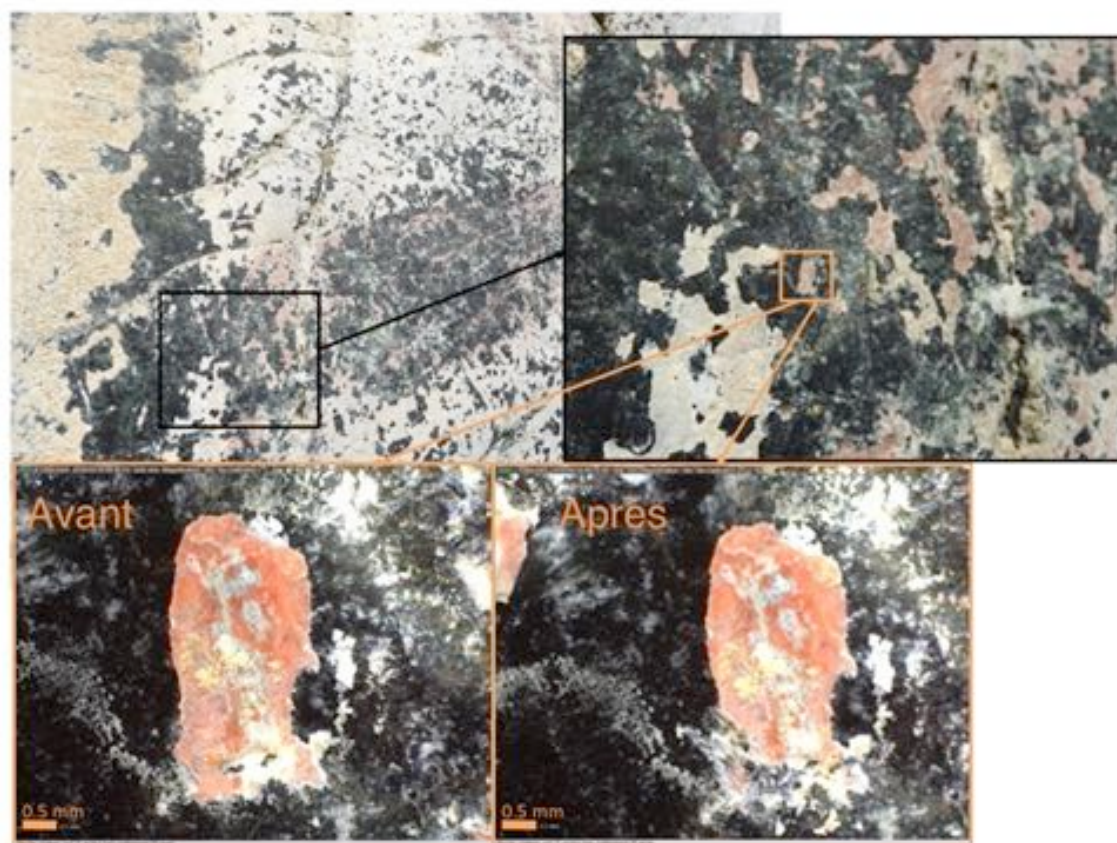


Figure II.18 : Localisation d'un micro-prélèvement sur la paroi du Rocher du Château (Bessans) : arrière train du cerf n°11 du panneau des cerfs. Macrophotos obtenues avec un microscope numérique Dinolite (grossissement x56). Photo C. Defrasne et E. Chalmin

Les techniques de laboratoire

En laboratoire, les techniques d'analyse sont beaucoup plus nombreuses. Le choix des techniques dépend de la complémentarité des méthodes entre elles, de leur disponibilité (accès, coût, temps), de la nécessité de préparer (réduire en poudre, inclure dans la résine, couper transversalement) les échantillons, ainsi que de l'implication de la destruction partielle ou complète de l'échantillon (méthode dite invasive). Ces choix seront déterminés par les problématiques de recherche motivant ces analyses. L'ensemble des possibilités et des spécificités de ces techniques ne sera pas présenté ici (pour les généralités voir Pollard & Heron 2015 ; Malainey 2010 ; pour les techniques synchrotron voir (Bertrand 2007 ; Cotte et al. 2009 ; **Reiche and Chalmin 2014**), cf. tableau en annexe), mais une proposition de méthodologie générale basée sur les techniques que je pratique le plus.

Comme pour les vestiges archéologiques, l'observation multi-scalaire (loupe binoculaire, MEB-EDS) sans préparation reste indispensable pour décrire les micro-prélèvements et essayer de comprendre l'organisation entre le substrat (lorsque celui-ci a pu être prélevé), la couche de matière picturale et les éventuelles encroûtements (Figure II.19). Au MEB-EDX et

sans préparation, il est possible d'accéder à la morphologie des cristaux de minéraux colorants et à l'association avec d'autres minéraux permettant de reconnaître des assemblages caractéristiques et parfois à des grandes familles de formation géologiques ou à des associations plus marginales laissant sous-entendre des préparations anthropiques.

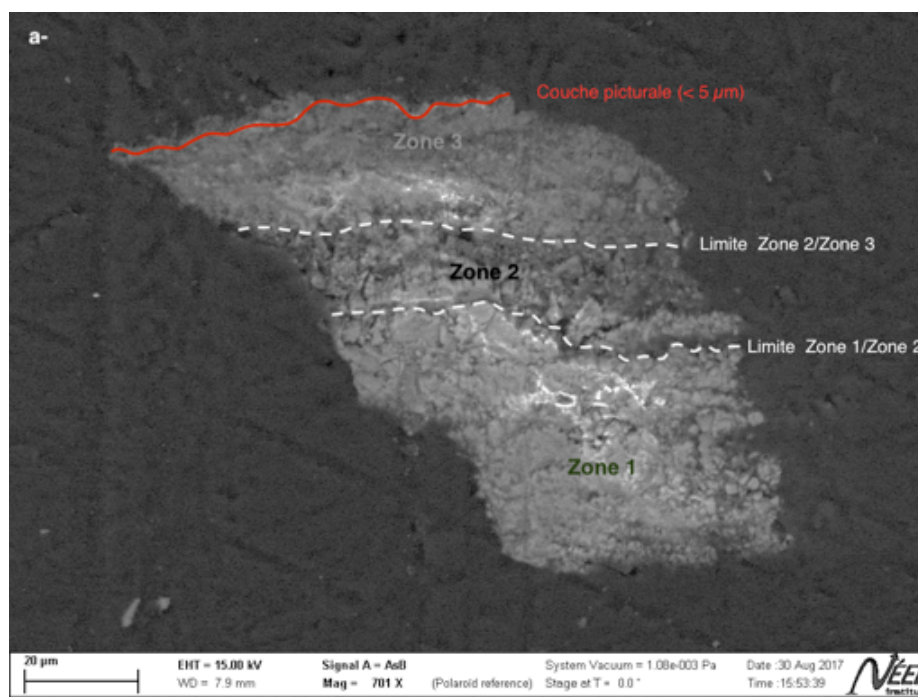


Figure II.19 : Image MEB de la coupe du micro-prélèvement du cerf n°5 du Rocher du Château, Conditions opératoires : MEB-FEG Zeiss Ultra+ (Z107) couplé à une sonde SDD Bruker de l'Institut Néel, image en électrons rétrodiffusés, tension d'accélération 15 kV. S. Pairis

Il est ensuite possible de réaliser des coupes transverses après avoir inclus dans la résine le prélèvement, afin de maintenir sa structure avant la découpe et le polissage. Ceci permet ainsi d'accéder à la stratigraphie (Figure II.19). Un grand nombre de techniques peut alors être mobilisé pour la réalisation de cartographies chimiques et structurales multi-scalaires. Les différentes contributions, quelles soient des pollutions environnementales, des produits d'altération du substrat ou de la matière colorante elle-même peuvent ainsi être aisément discriminées.

La complémentarité des méthodes analytiques est indispensable à plusieurs niveaux : d'une part l'approche multiscalaire permet de comprendre l'organisation spatiale des différents constituants, d'autre part il est important de corréliser l'identification chimique avec sa forme structurale pour identifier une espèce minérale ou organique, comme par exemple l'association de l'élément fer avec la présence d'hématite (Fe_2O_3) ou de goethite (FeOOH) ou celle de l'élément calcium à la calcite (CaCO_3), à un oxalate de calcium ($\text{Ca}(\text{COO})_2$) ou encore au gypse ($\text{CaSO}_4, 2 \text{H}_2\text{O}$) ou à l'anhydre (CaSO_4). Il est ainsi possible d'attribuer une origine à ces différentes espèces : par exemple l'hématite comme matière colorante, la calcite comme le substrat rocheux, l'oxalate de calcium ou le gypse comme produits d'altération.

Bien que la maîtrise de ces techniques analytiques soit désormais éprouvée, il reste encore des développements méthodologiques à mettre en place pour permettre une comparaison robuste en particulier en ce qui concerne la quantification des éléments chimiques (*cf.* ANR Color-Sources). En effet, cette comparaison chimique peut se contenter d'une approche approximative de présence, absence ou tenant compte de certains rapports entre des éléments, mais lorsqu'il s'agit de données quantitatives faisant intervenir des éléments trace (de quantité inférieure à 1%), cette comparaison devient plus contestable. Il est donc nécessaire de calibrer les mesures entre elles lorsqu'elles sont réalisées sur divers dispositifs et dans des conditions opératoires différentes. De plus pour les matières colorantes riches en fer ou en manganèse, des effets de matrices²¹ sont parfois difficiles à prévoir et ne sont pas toujours pris en compte. L'une des solutions proposées dans cette démarche est l'utilisation de matériaux de référence, présentée précédemment (*cf. supra*, II.2). C'est bien grâce à l'accès à la quantification fiable des éléments trace qu'il va être possible de croiser les données avec les vestiges archéologiques et les références géologiques obtenues par ailleurs. Quels sont les critères pertinents à prendre en compte pour établir une telle comparaison ?

²¹ L'effet de matrice est lié à des interactions et des effets de réabsorption d'élément présent en suffisamment grande quantité (dit majeur) et conduisant à des biais sur la quantification de l'élément lui-même mais aussi sur les éléments qui lui sont associés, en particulier pour les éléments à l'état de trace.

II.2.4. Établir une comparaison entre matières pour construire leurs trajectoires

L'objectif de cette dernière partie sur l'application de l'approche intégrée à l'étude des matières colorantes est d'établir une comparaison entre ces différentes matières. Nous avons expliqué quels indices nous étions capables de discriminer dans la matière géologique, le vestige archéologique et dans la paroi, il s'agit maintenant de trouver des indices communs permettant de trouver des liens entre ces matières. S'assurer que des matières sont semblables est indispensable pour proposer des hypothèses concernant l'approvisionnement, les transformations et l'usage de ces matières. Les preuves de tels rapprochements permettent alors d'accéder à des espaces de ressources, des techniques et des pratiques ainsi qu'à des chronologies au moins relatives de production des images.

Vestiges archéologiques versus matériaux géologiques

Afin de mettre en évidence des pratiques culturelles et des stratégies d'approvisionnement des matières colorantes dans différents contextes archéologiques, il est nécessaire dans un premier temps de comparer les matières archéologiques entre elles pour établir des groupes de lithologie puis avec des matières géologiques provenant de sources plus ou moins proches. Ainsi, il est possible d'accéder aux circulations de matières, à la mobilité des groupes humains, et aux choix opérés parmi les différentes ressources minérales disponibles au cours du temps en fonction des techniques de transformation et les objectifs d'utilisation.

Lorsque les référentiels sont suffisants et surtout lorsque ceux-ci ont été identifiés en amont dans le cadre d'une réflexion commune, ici au sein de l'approche intégrée les caractéristiques pétrographiques, minéralogiques et élémentaires permettent de corréler des matières colorantes cohésives issues de contextes archéologiques avec des sources géologiques bien identifiées (*eg* Salomon et al. 2014 ; Dayet et al. 2016 ; Mauran et al. 2021b). Ces recoupements entre matières restent un enjeu fort, car il n'est pas toujours facile de reconnaître la pétrographie des vestiges, souvent facettés, altérés ou encroûtés ni d'accéder au signal géochimique au cœur de la matière sans influence des facteurs environnementaux. Les différences macroscopiques et morphologiques ne sont pas nécessairement dues à l'origine géologique mais peuvent être dues à une différence dans la préparation des matières. Les matières premières ont pu subir plusieurs modifications entre leur acquisition sur l'affleurement géologique d'origine et leur utilisation notamment au cours de la chaîne opératoire mais aussi au cours de processus post-dépositionnels.

De plus, les matières géologiques accessibles aujourd'hui ne sont pas toujours représentatives de ce qui a pu être exploité et certains faciès ont pu complètement disparaître lors d'exploitations minières ou simplement d'aménagements. S'ajoute à ces limites la variabilité pétrographique et géochimique que l'on peut rencontrer dans une formation géologique donnée, qu'il est indispensable de documenter à la fois spatialement et en fonction des

évolutions géologiques (variabilité entre formation primaire et secondaire, alluvions, colluvions...). Il est donc indispensable de croiser le maximum d'indices (minéralogiques, pétrographiques et géochimiques) et de comprendre leur évolution respective dans les différents milieux pour permettre de conclure à la similarité entre une matière archéologique et géologique. L'utilisation de référentiels communs permettant la comparaison des données analytiques pouvant être acquises sur différents dispositifs instrumentaux est donc indispensable. Il existe pourtant des outils statistiques puissants développés pour réaliser ces croisements de données géochimiques qui permettent de mettre en évidence des « pôles » géochimiques cohérents, mais l'aller-retour avec les caractéristiques pétrographiques est rarement mis en place pour valider les hypothèses. D'où l'importance de faire des aller-retours constants entre les observations et analyses d'une part et d'autre part de confronter en permanence les résultats obtenus avec les différentes méthodes.

Matière picturale versus vestiges archéologiques / Matière picturale versus matériaux géologiques

Mettre en relation les matières picturales déposées sur une paroi avec les vestiges archéologiques et/ou des sources de matières géologiques présente des difficultés liées à la perte d'information structurale et de texture lors du broyage et de l'application. La prise en compte des caractéristiques de la paroi vierge, sans peinture, est donc indispensable pour faire la part avec le signal de la couche picturale. De même les caractéristiques du milieu d'enfouissement peuvent être prises en compte dans l'étude des vestiges archéologiques.

Il est donc indispensable de s'appuyer sur les critères de morphologies en particulier des oxydes de fer accessibles par MEB et MEB-FEG, sur la présence d'éléments figurés caractéristiques et sur la répartition spatiale des différentes phases minérales principalement accessibles en mode cartographie chimique. En questionnant les différentes échelles d'observations et de temporalité, le micro-prélèvement de couche picturale et la matière colorante archéologique peuvent être comparés. C'est seulement après une étude de la taphonomie de paroi qu'il est possible d'isoler des critères de comparaison entre les différentes natures de matières colorantes sans être perturbé par les signaux dûs aux altérations. Notre approche permet de prendre en considération les processus d'altérations et de comprendre leur origine dans la désignation de signatures géochimiques.

A partir de cette démarche, l'ensemble des résultats aujourd'hui acquis pour le site du Rocher du Château permet de proposer de nouvelles approches pour permettre de faire le lien entre les différentes matières colorantes (en paroi, en fouille, accessible dans l'environnement proche) (*cf. infra* III.3 et dans Defrasne et al. 2019).

La démarche analytique mise en place ici permet de questionner les matières colorantes dans différents contextes archéologiques et géologiques afin d'identifier les indices pertinents pour construire la chaîne opératoire telle que nous l'avons déjà définie. Cette démarche est issue de

plusieurs années de pratique dans des contextes variés, pour des problématiques multiples qui seront présentées plus en détail dans le chapitre III. S'adapter aux contraintes matérielles (accessibilité du site, disponibilité des instruments portables, présence de vestiges archéologiques, ...) oblige à inventer d'autres solutions et ajuster les protocoles. Mais l'inventivité et la finesse de l'interprétation des résultats obtenus sont surtout permis par la mise en commun des résultats par l'ensemble de l'équipe impliquée. La dynamique de l'approche intégrée oblige à se remettre en question et à argumenter davantage des résultats parfois considérés comme évidents. C'est bien dans cette perspective, que je me suis interrogée sur la pertinence de l'organisation des données acquises. La rencontre avec une nouvelle discipline, les sciences informatiques dont le web sémantique et les ontologies, m'a également obligée à reformuler et décrire les résultats. En cherchant à structurer ces données pour les rendre accessibles, des questions de vocabulaire, de base de données, de modèles pouvant expliquer les relations entre les données se sont alors posées. Il s'agit désormais de proposer des éléments de réponse.

II.3. Vers l'organisation et le partage des données

Avant même de mettre en commun les données acquises sur les matières géologiques, les vestiges archéologiques, les micro-prélèvements ou encore lors d'analyses *in situ*, il est indispensable de consacrer du temps à l'organisation de ses propres données. Il s'agit d'une pratique scientifique quotidienne incontournable. De plus en plus, des attendus de partage de données sont formalisés dans les appels à projet. Mais quel que soit le cadre du projet collectif ou de l'étude de site commun, il est nécessaire de mettre en place des procédures et de les suivre pour organiser et partager ses données. Il ne s'agit pas seulement de construire des bases de données, mais d'alimenter les connaissances acquises par différentes personnes, différents laboratoires et de les rendre accessibles. Des documents de travail communs sont donc à construire en amont, pendant la durée du projet pour ensuite pouvoir en faire une interprétation et une synthèse. En effet, la mémoire d'un seul chercheur n'est pas pérenne, la pratique de l'interdisciplinarité oblige à construire un collectif et enfin, il s'agit de pouvoir rendre accessibles ces connaissances à d'autres qui pourront réinterroger les données pour d'autres problématiques. L'objectif de cette partie est donc d'explicitier les pré-requis, les outils et les enjeux d'une telle pratique.

II.3.1. L'organisation des données

L'utilisation de vocabulaires partagés et la définition de standards sont des pré-requis pour permettre de construire des bases de données. Celles-ci sont de plus en plus nécessaires pour coordonner la collecte de données pour les organiser et les structurer. Il est pourtant essentiel de définir au préalable les usages qui en seront faits et de les documenter correctement. Les données produites dans le cadre de mes recherches et des différents projets collectifs doivent donc être documentées au mieux afin de rester accessibles et interopérables. Effectivement, cette notion d'interopérabilité intervient dès que des pratiques disciplinaires ou communautaires sont différentes et dès que plusieurs systèmes de gestion de données sont utilisés. Il est donc indispensable de s'appuyer sur des standards et des normes.

Depuis quelques années se développent les « humanités numériques » offrant un cadre de réflexion pour proposer ces normes et ces standards en s'appuyant sur le concept de FAIR (Principes directeurs pour la gestion et l'organisation des données scientifiques publiés par Wilkinson et al. 2016²²). FAIR sont les initiales de Findability, Accessibility, Interoperability, and Reuse : facile à trouver, accessibilité, interopérabilité et réutilisation. L'utilisation des principes de FAIR est une condition préalable à la bonne gestion et à l'intendance des données, permettant ainsi de rendre accessible et de pérenniser ces données, sans en perdre les informations essentielles sur leur contexte et conditions d'acquisition. Ainsi il est nécessaire d'identifier ces données avec un identifiant unique et persistant (principe F1) et d'y associer les

²² <https://www.go-fair.org/fair-principles/>

métadonnées et toutes les descriptions de protocole nécessaires (principes F2-F3-F4). Sans énumérer tous les principes et les avantages, il s'agit bien de s'appuyer sur des standards aussi bien pour décrire les données, les métadonnées associés ainsi que les protocoles d'acquisition. Pour autant ces standards n'existent pas tous et ceux-ci sont très dépendants des disciplines et des communautés. Pour les communautés s'intéressant aux objets du patrimoine des premières propositions ont été faites, mais ne sont pas forcément encore partagées et appropriées par l'ensemble des chercheurs. C'est dans ce contexte que ce sont développées les « humanités numériques », rassemblant des informaticiens et des acteurs du patrimoine culturels tels que des gestionnaires de collection (comme au Getty), et des institutions telles que le ministère de la culture (POP : plateforme ouverte du Patrimoine²³ ou encore la plateforme des données ouvertes²⁴), le CNRS (TGIR des Humanités Numériques, Huma-Num²⁵) ou encore l'INRAP (Catalogue des fonds documentaires et bibliothèque numérique de l'Inrap : DOLIA²⁶ ; Skabados 2018). La difficulté du chercheur réside en sa capacité de mettre en pratique ces concepts et de se les approprier. Ceci passe par une démarche personnelle, soutenue par une politique de laboratoire mais nécessite également d'être capable de formaliser ses données, son vocabulaire, ses protocoles, ses unités, ... et de pouvoir expliciter les liens entre des données acquises par d'autres. Il s'agit donc de poser des bases d'interopérabilité sans pour autant uniformiser et donc prendre en compte toutes les spécificités en considération. C'est dans cette démarche que mon travail de recherche s'intègre, non pas seulement pour mettre à disposition les données acquises mais bien de les coordonner avec celles pouvant être acquises par d'autres collègues dans le cadre d'un projet ou autour d'objets ou de problématiques communs au sein de toute la communauté d'archéomètres et plus largement.

Le niveau d'implication de mes recherches dans différents cadres institutionnels et consortiums implique un investissement dans la gestion des données à différentes échelles : (i) du laboratoire (collecte de données) et des différents sites archéologiques étudiés, (ii) du PCR Pigmentothèque (base de données régionale), (iii) de l'ANR Colour-Sources (porté par M. Lebon, construction d'une base de données nationale) (iv) du consortium Patrimalp (IDEX UGA, plateforme interopérable d'interrogation des données), (v) de la communauté nationale d'archéomètres *via* le réseau de métier du CNRS CAIRN (implication dans le groupe de travail Réseau BDD et Modèle conceptuel, référencement des matériauthèques existantes). Il s'agit donc de structurer les données et les organiser selon un schéma général suivant (Figure II.20).

²³ <https://www.pop.culture.gouv.fr>

²⁴ <https://data.culture.gouv.fr/pages/home/>

²⁵ <https://www.huma-num.fr>

²⁶ <https://dolia.inrap.fr>

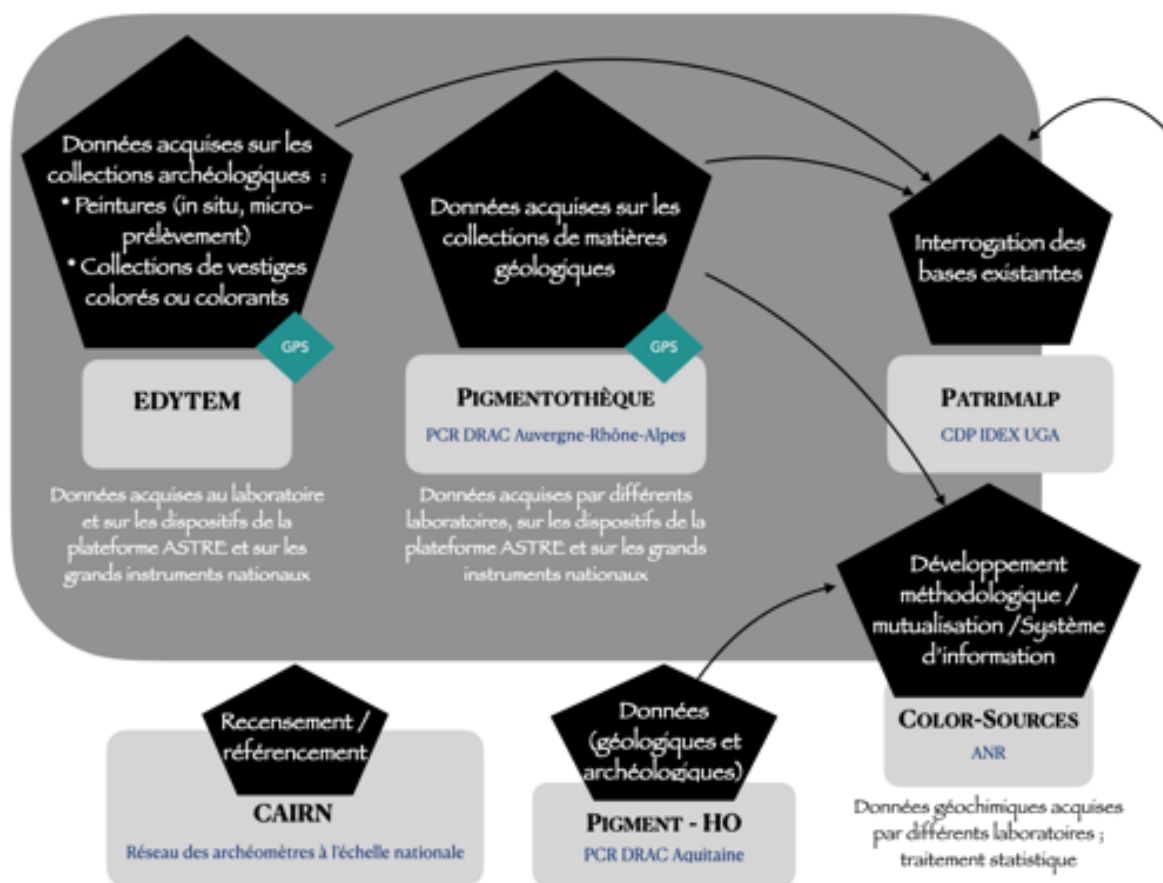


Figure II.20 : Schéma général d'organisation et de gestion des données au travers des différentes infrastructures et projets (la zone grisée concerne les projets dont j'ai la responsabilité ou la co-responsabilité)

II.3.2. Les outils partagés pour une pratique quotidienne de l'approche intégrée

La gestion des données nécessite d'une part la mise en place de fichiers pour les métadonnées spécifiques à chaque outil analytique utilisé ainsi que la mise en place de fiches de protocoles permettant de renseigner sur l'utilisation de chacun des dispositifs instrumentaux, mais également sur la préparation de l'échantillon et sur la démarche générale de l'analyse.

Les différents outils utilisés pour la gestion des données nécessitent des choix collectifs et des adaptations pour qu'ils soient utilisés par le plus grand nombre de chercheurs. Une attention doit être portée à :

1. la collecte des données sur le terrain : il importe de faire évoluer une proposition d'application de terrain en passant par plusieurs formats avant de trouver un outil de terrain simple et efficace et permettant un travail collaboratif tout en évitant les multiples versions. Nous avons opté pour l'usage de QGIS à la fois pour spatialiser les gîtes et les documenter. L'application Mergin map basée sur le plugin Mergin de QGIS permet ainsi de faire des relevés sur le terrain directement dans un projet QGIS, qui est ensuite synchronisé sur le logiciel QGIS. La mise au point d'un formulaire dédié a été finalisée lors

du stage de Mathilde Waymel (Mars-Juillet 2021, licence ENSG) ;

2. la description des échantillons : un fichier excel avec plus d'une cinquantaine de colonnes permet de renseigner à différentes échelles les observations des objets géologiques et archéologiques. Les champs de description sont accompagnés d'une notice pour uniformiser les réponses et faciliter le choix des critères pertinents. Ainsi a pu être mis en place un formulaire de saisie, de modification et d'inspection des données via des macros VBA (UserForm) et de formules dans les feuilles de calcul permettant d'organisation de la base de données. Ce travail réalisé par Claire Chanteraud à l'issue de sa thèse s'insère dans une réflexion d'ouverture à de multiples utilisateurs. Il est donc possible d'obtenir des Cartes d'identité pour chaque échantillon avec une conservation et une traçabilité du numéro des échantillons. L'administration de cette base de données est actuellement en construction ;
3. l'acquisition des données, la mise en place de protocoles est en cours au sein du laboratoire EDYTEM pour optimiser l'usage du cahier de laboratoire électronique eLabFTW²⁷. Un petit groupe de travail s'occupe de la mise en place des protocoles analytiques avant de diffuser et pérenniser l'usage du cahier électronique auprès des utilisateurs que ce soit autour d'un instrument (exemple : spectroscopie de fluorescence des rayons X) ou d'un objet d'étude (sédiments ou matières colorantes). Il s'agit de s'appuyer sur des protocoles déjà existants ou en cours de construction dans le réseau géochimique et expérimental français REGEF²⁸ ;
4. au plan de gestion de données (PDG) : il est un outil indispensable pour hiérarchiser et structurer les protocoles et les jeux de données. Dans DMP Opidor²⁹ grâce à l'impulsion de Cécile Pignol, nous avons déjà pu dans le cadre de l'ANR Color-Sources identifier 7 produits de recherche en lien avec les objectifs définis (1- Base de données et système d'information de Color-Sources, 2 - Protocoles, 3- Échantillons, 4- Pétrologie, 5- Minéralogie, 6- Géochimie et 7- Traitements et analyses statistiques de données hétérogènes) et commencer la rédaction d'un certain nombre d'entre eux (travail évolutif tout au long de l'ANR avec des rendus à 6 mois, et 18 mois) ;
5. l'accès aux données, pour l'instant seules quelques mesures réalisées en spectroscopie de réflectance diffuse sur les dispositifs SHINE et SHADOW de l'IPAG sont accessibles sur la base de données partagées PIG-SSHADE³⁰, accueillie dans une infrastructure

²⁷ <https://www.elabftw.net>

²⁸ <https://www.regef.fr>

²⁹ <https://dmp.opidor.fr>

³⁰ Chalmin E, Salomon H (2019). SSHADE/PIG: Pigmentotheque. SSHADE (OSUG Data Center). Service/ Database. doi:10.26302/SSHADE/PIG. <https://www.sshade.eu/db/pig>

interopérable plus large SSHADE³¹. Dans PIG-SSHADE, chaque échantillon géologique de référence issu de la Pigmentothèque possède donc un DOI auquel est associée une description pétrographique sommaire, les informations sur la composition minéralogique et géochimique ainsi que les mesures spectrales obtenues dans différentes conditions opératoires (**Chalmin et al. 2021**).

Il existe par ailleurs d'autres dispositifs pour permettre de pérenniser les données sur des systèmes de stockage référencés (comme DataCC³² qui permet d'accéder aux différents entrepôts de données selon la discipline, comme Pangeae, Figshare, Zenodo, ...). Il est de plus en plus recommandé voire obligatoire de déposer ses données lors de la soumission d'un article dans ces différents entrepôts. Par ailleurs la pratique des *data paper* rentre également dans les mœurs (exemple Defrasne 2021). Mais l'idéal dans le cas d'approches intégrées et de projets collectifs est de pouvoir rassembler, connecter et coordonner de façon raisonnée l'ensemble des données acquises sur un même objet, comme la plateforme ArcaDIIS³³, outil fédératif conçu pour structurer, qualifier et partager des données de sites archéologiques. L'utilisation de systèmes d'information géographique est un enjeu fort à l'échelle du site archéologique pour spatialiser les informations rassemblées et acquises par différentes disciplines.

Tous ces outils partagés et ces dispositifs mis à disposition par les institutions sont précieux pour structurer et rendre accessibles ces données. Mais pour donner encore plus de cohérence et d'accessibilité, il faut comprendre comment chacun des outils est corrélé et mettre en relation les données acquises sur des échantillons ou des objets représentatifs d'un système complexe. Il est donc nécessaire de passer par la réalisation d'un modèle de données spécifiques aux matières colorantes étudiées pour replacer l'intérêt d'analyses physico-chimiques dans un contexte archéologique.

³¹ www.sshade.eu SSHADE : base de données de spectroscopie solide fournissant des données spectrales et photométriques obtenues par diverse techniques spectroscopiques

³² <https://www.dataacc.org>

³³ <https://www.univ-amu.fr/fr/public/arcadiis>

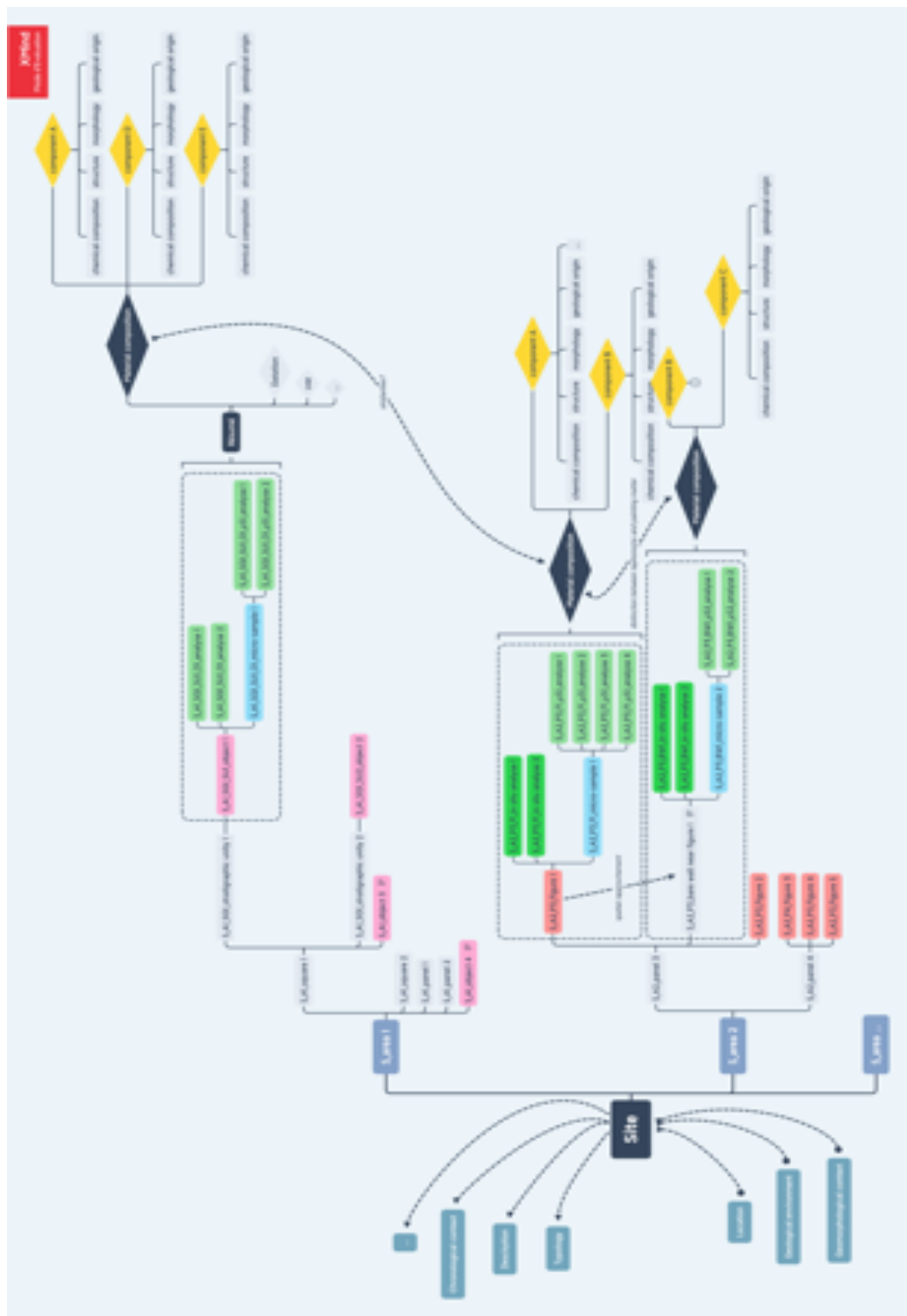
II.3.3. La conception d'un modèle de données spécifiques

Sans rentrer dans le détail de chacun des projets, l'investissement dans chacun d'entre eux m'a permis de m'intéresser à la conception d'un modèle de données en lien avec l'ensemble des données acquises autour des matières colorantes et de l'acte graphique. Le manque de modèles publiés dans le domaine de l'archéométrie voire dans celui plus large des sciences du patrimoine combiné au besoin d'organisation spécifique des données acquises sur la diversité des objets colorés ou colorants a nécessité d'établir un schéma spécifique (Figure II.21a). Ce modèle est issu d'une réflexion centrée sur l'ensemble des données acquises dans le cadre de l'étude du Rocher du Château (modèle illustré Figure II.21b³⁴). Ce site présente l'avantage de disposer de représentations graphiques rouges et de fragments de matières colorantes dans les sédiments au pied des parois (*cf. infra*). L'analyse physico-chimique a été menée sur l'ensemble des peintures et des vestiges et rentre dans un projet plus complet d'approche intégrée du site (Defrasne et al. 2019). L'objectif d'une telle conception est double : il permet d'une part d'organiser les données pour les rendre accessibles et compréhensibles mais également de confronter ces résultats avec ceux pouvant être obtenus sur d'autres sites. Il pourra s'agir de sites ornés, de sites d'occupation ou encore de gisements d'exploitation potentielle en matière première. Il sera alors nécessaire de croiser les données obtenues par toutes les disciplines.

Cette base de modèle conceptuel a été reprise et enrichie lors de la thèse de Fatima Danash³⁵ (2019-2023) pour aboutir à un modèle plus détaillé, explicitant les relations entre chaque entité étudiée (Figure II.22). Une attention est portée à la description des niveaux d'appartenance entre les objets étudiés (micro-prélèvements, artefacts, figures, panneaux ornés) les uns vis-à-vis des autres et en relation avec la nature des vestiges archéologiques (sol, paroi, orientation). Ainsi il est possible de décrire toutes les imbrications pour remonter des résultats d'analyse d'un micro-prélèvement par exemple à la représentativité vis-à-vis de la figure, du panneau, jusqu'au site orné.

³⁴ Accessible sur le lien suivant <https://prezi.com/view/TkkVHlt0jqhfTxZVsN7b>

³⁵ Thèse co-encadrée avec D. Ziebelin, 2019-2023, résumé en annexe



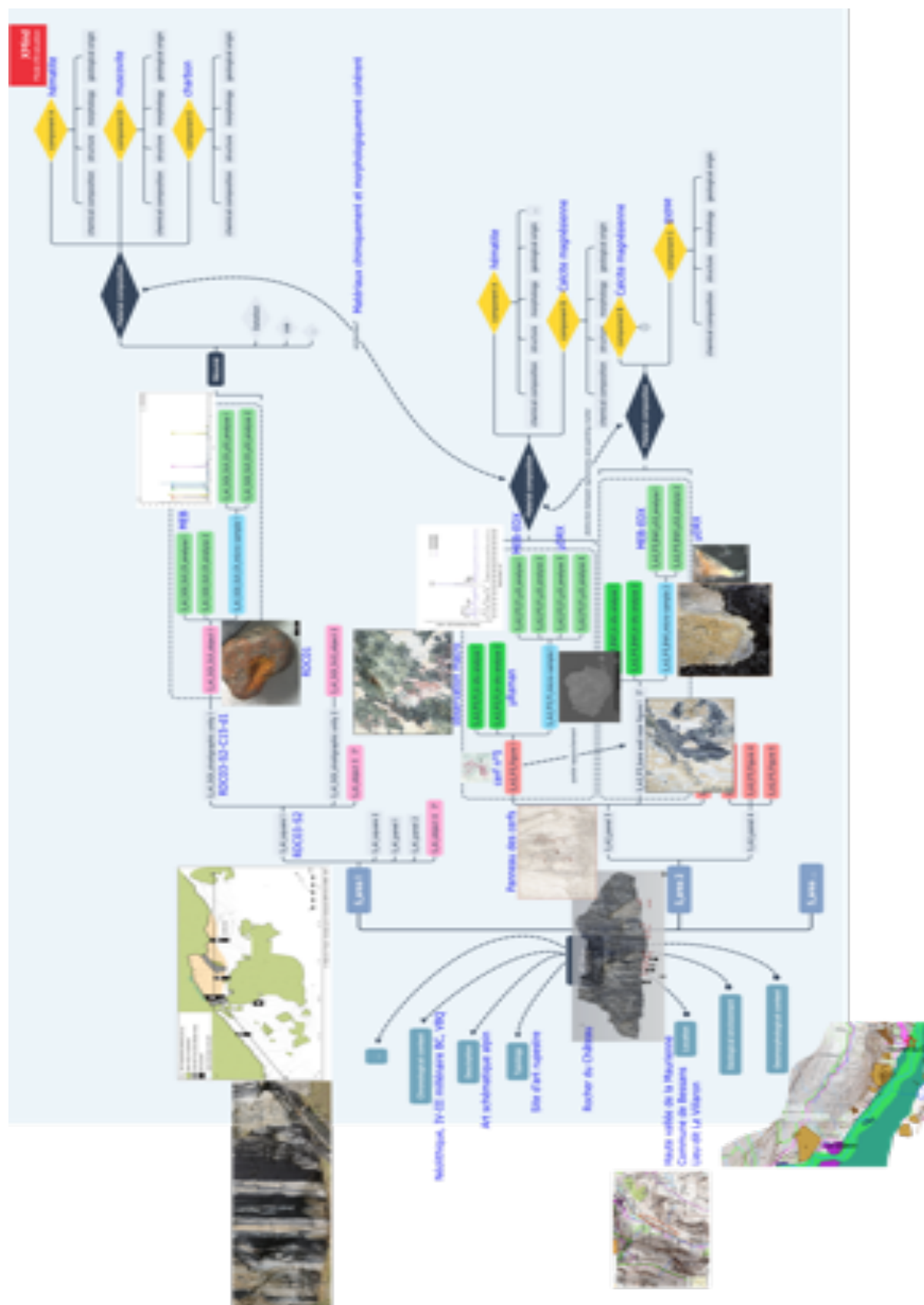


Figure II.21 : a) Modèle conceptuel pour l'organisation de la donnée acquise pour l'étude des matières colorantes dans le cadre d'un site orné. b) Modèle illustré sur l'exemple du Rocher du Château (<https://prezi.com/view/TkkVHlt0jqhfTxzVsN7b>). Réalisation E. Chalmin

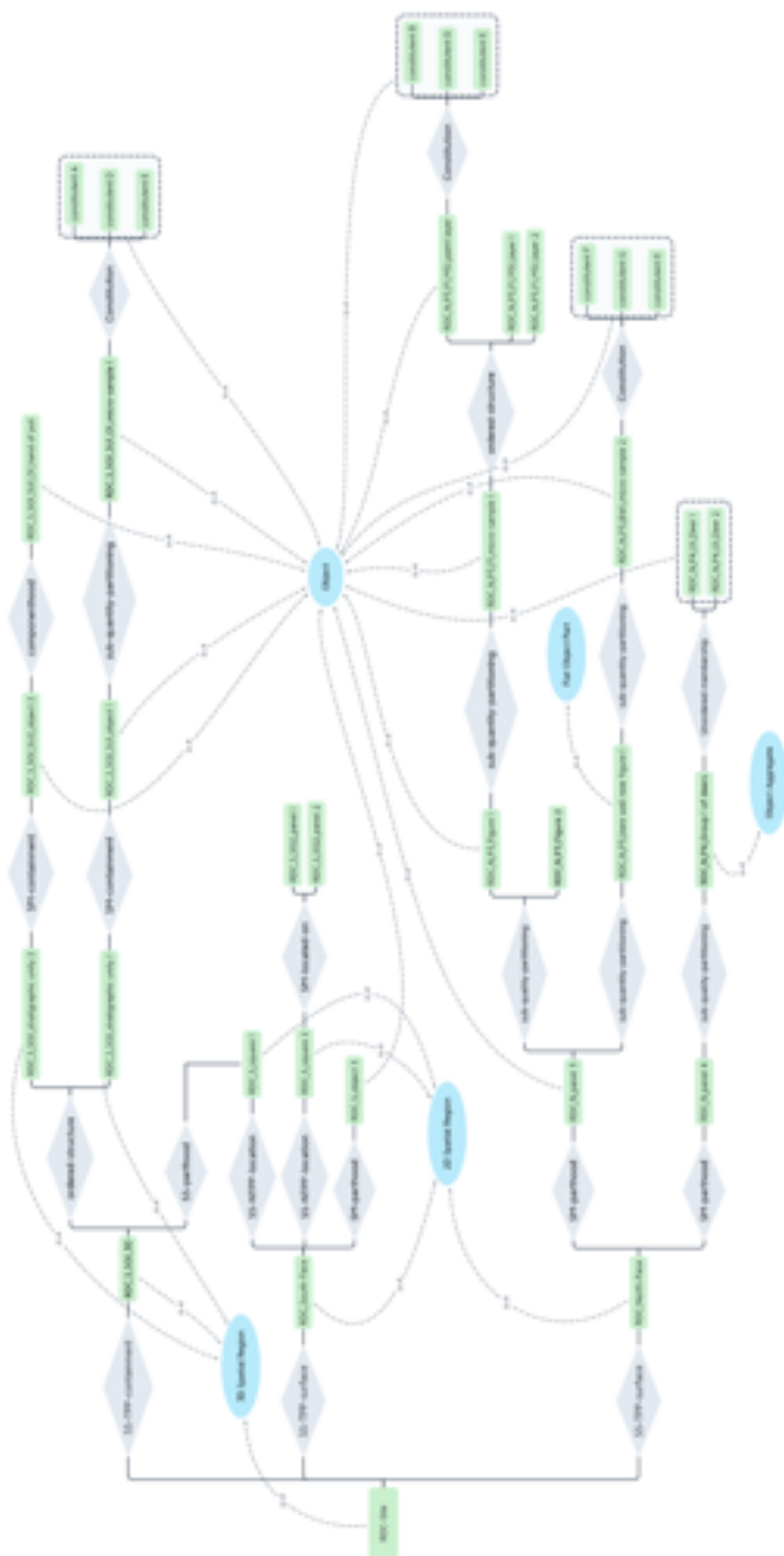


Figure II.22 : Modèle conceptuel complet reliant les entités étudiées dans le cas d'étude du Rocher du Château et leur niveau d'appartenance. Réalisation F. Danash

II.3.4. Ouverture vers le web sémantique dans le domaine des sciences du Patrimoine

L'intérêt du web sémantique dans le domaine des sciences du Patrimoine est de pouvoir donner à voir l'ensemble des connaissances acquises par différentes équipes/personnes parfois dispersées autour des objets patrimoniaux. L'ensemble du travail mené au sein de Patrimalp, et plus particulièrement dans le groupe de travail constitué autour de la visualisation et des sciences du numérique, s'intéresse à la nécessité de construire un savoir commun. Mais cette mise en commun ne peut se faire sans s'appuyer sur des standards, des normes, des ontologies et le partage des données, auxquels il faut pouvoir se référer ou qu'il faut pouvoir construire.

Des ontologies européennes (Europeana Pro, Inspire, Culture Sampo) et internationales (CIDOC CRM, FRBRoo, ABC Ontology) existent déjà pour décrire, médiatiser et échanger des informations hétérogènes concernant les objets du patrimoine (Doerr et al. 2008 et 2010 ; Le Bœuf et al. 2015 ; Parcero-Oubina et al. 2013 ; Lagoze & Hunter 2002 ; Mäkelä et al. 2012). Ces ontologies sont pour la plupart centrées sur l'objet ou sur un évènement et cherchent à les décrire de façon formelle et institutionnelle. Il s'agit principalement d'ontologies et de modèles utilisés pour la médiation des objets du patrimoine dans le cadre de collections de musées. Ces approches ont abordé plusieurs niveaux de modélisation conceptuelle : modèles de premier niveau, ontologies spécifiques à un domaine, modèles de métadonnées décrivant les données, intégration de modèles abstraits de premier niveau dans le patrimoine culturel et prototypes de systèmes pour le contenu culturel.

Au-delà de certaines spécificités de construction de schémas de métadonnées, ces ontologies n'accordent aucune importance à l'objet du patrimoine culturel lui-même, en tant qu'objet tangible décrivant une combinaison de sa composition : en partant de sa création, de son histoire, de sa préservation et de sa restauration. La diversité des regards, des disciplines et des études de ces objets tangibles n'est pas prise en compte.

Un objet tangible défini comme sensible, authentique, concret, matériel, visible, que l'on peut toucher, doit pouvoir se caractériser par un ensemble de critères. Ces critères constituent les éléments grâce auxquels chaque objet patrimonial est unique : (i) sa localisation à un temps donné ; (ii) sa forme, ses dimensions, sa/ses couleurs; (iii) son auteur si connu ; (iv) sa nature matérielle ; (v) sa date de production ...

Dans le cadre du projet Patrimalp, tout en s'appuyant sur ces ontologies de références normalisées, l'objectif est d'étudier la représentation d'un objet patrimonial matériel et son évolution dans le temps afin de construire les informations nécessaires pour replacer cet objet dans son histoire et en comprendre sa trajectoire de sa conception à sa valorisation. Plus largement, il s'agit de pérenniser toutes les informations et données acquises autour de l'objet

et sur l'objet lui-même par plusieurs approches disciplinaires et de les utiliser pour la restauration et sa conservation. Ainsi la création de la plateforme Patrimalp³⁶ (Figure II.23) permet d'intégrer les données de chaque discipline selon son propre référentiel ; un *mapping* entre ces référentiels permet de relier ces ressources entre elles, et aux usagers d'interroger la plateforme à partir de son propre référentiel.

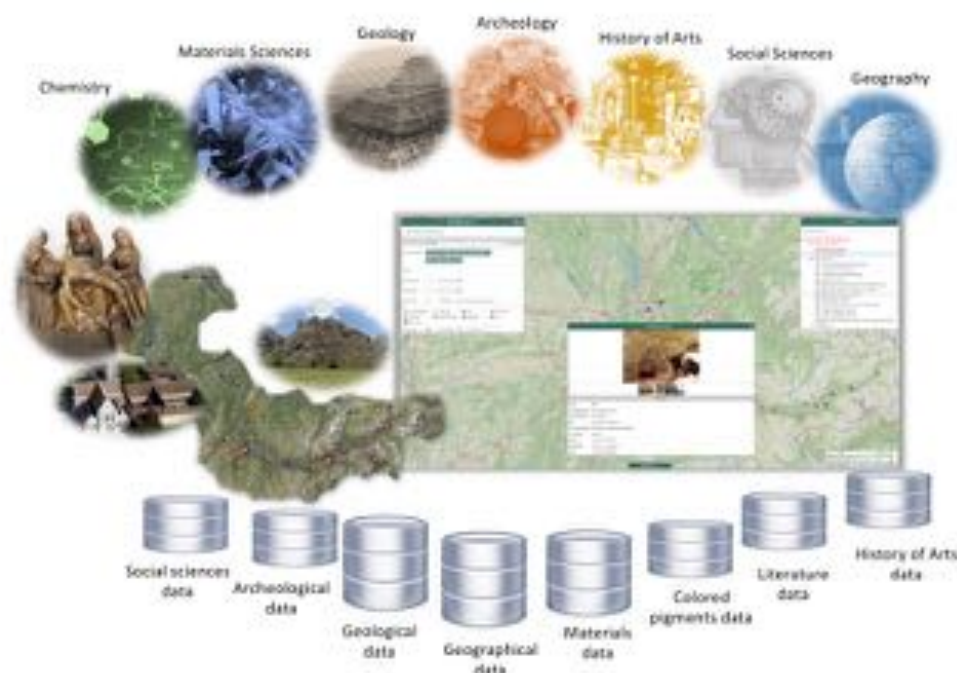


Figure II.23 : Plateforme interopérable Patrimalp (<http://lig-tdcge.imag.fr/steamer/patrimalp/public/>). Conception D. Ziebelin, contributeurs : F. Danash, A. Chassin de Kergommeaux, F. Bouquet, K. Aubry, G. Vega et P. Genoud

Il est donc nécessaire de modéliser la composition de l'objet tangible en utilisant des relations partielles et complètes entre les différentes entités qui le composent (thèse de Fatima Danash). Il s'agit donc de construire un langage de composition d'objets tangibles en utilisant des logiques de description. Le *mapping* entre référentiels est réalisé au travers de deux modèles sémantiques interopérables développés par Fatima Danash :

- (i) un modèle pour représenter la composition des objets tangibles³⁷ (Figure II.24, **Danash et al. 2020**) ;
- (ii) un modèle (extension de l'ontologie générique BFO)³⁸ (Danash et Ziebelin 2022a et b) pour l'ouverture de cette plateforme à d'autres plateformes du même type pour faciliter le partage des données avec d'autres communautés académiques et culturelles travaillant sur le patrimoine.

³⁶ <http://lig-tdcge.imag.fr/steamer/patrimalp/public/>

³⁷ <http://lig-tdcge.imag.fr/steamer/patrimalp/TOC-ontology/>

³⁸ lig-tdcge.imag.fr/steamer/patrimalp/TripleMPWR-BFO/

Le modèle sémantique concernant la composition des objets tangibles s'élargit également pour intégrer les relations entre des entités structurelles (dépendance, capacité à être remplacé) et les relations spatiales entre les entités constitutives (Danash et Ziébelin, 2022a et b).



Figure II.24 : Modèle de composition des objets tangibles : étude des relations partielles et globales entre les entités (Part-whole relations). D'après F. Danash (Danash et al. 2020) et illustré à partir de l'exemple du Rocher du Château (E. Chalmin)

Les objets tangibles partageant un certain nombre de critères (un ou plusieurs) peuvent se regrouper pour constituer une collection, qui présente à son tour des caractéristiques qui la distinguent d'une autre collection.

Les points communs peuvent être identifiés lors de la constitution d'une collection par les spécialistes, mais peuvent également être mis en avant grâce à l'utilisation de ces modèles à partir de la description de ces objets. Il est donc ensuite pertinent de pouvoir créer des connexions comme dans le cas des sites à peintures schématiques :

- Des types d'emplacement dans l'environnement, des types de sites (abris sous roche ou cavités profondes, vue panoramique, fond de vallée...);
- La mobilisation d'un registre graphique particulier (figures schématiques ou représentations figuratives);
- Des périodes chronologiques semblables;
- Des associations de thèmes iconographiques identiques;
- Des matières colorantes de même nature ou des modes de préparation identiques.

Pour son évolution, à terme il est envisagé de modéliser les changements qui altèrent les objets tangibles, en prenant en considération leur composition en fonction des contraintes spatiales et temporelles. La concrétisation de cette collaboration nécessite encore d'établir différents scénarios et l'intégration de bases de données suffisamment complètes et ouvertes afin de poser des requêtes permettant de faire des rapprochements entre les différentes matières. Bien que ces rapprochements soient accessibles par la comparaison d'un certain nombre de critères de façon non automatisée, la création de cette intelligence artificielle ouvre la possibilité d'utiliser un plus grand nombre de critères et d'établir des liens sur des corpus plus larges.

II.4. Conclusion : l'apport de la physico-chimie à l'approche intégrée

Comprendre l'acte graphique nécessite non seulement d'accéder à la matière, mais également de faire le lien avec toutes les autres dimensions environnementales, sociales et culturelles. Seule une posture heuristique peut permettre de considérer ces différentes dimensions et processus qui ont interagi et interagissent encore sur les sites d'art rupestre et les grottes ornées. Seule l'approche intégrée permet, à nos yeux, d'accéder aux interactions entre ces différents niveaux d'analyse pour appréhender le plus finement possible les valeurs symboliques et patrimoniales.

L'approche intégrée permet ainsi de co-construire une histoire augmentée à partir des regards multiples proposés par l'interdisciplinarité et permettant d'accéder à différentes échelles de temps et d'espace. Cette histoire augmentée nécessite de faire appel aux différentes mémoires inscrites dans un lieu, ici les sites ornés à très fortes valeurs patrimoniales. Dans le cadre du projet MIRA³⁹, nous avons cherché à décliner ces différentes mémoires pariétales pour rendre compte de nos différentes perceptions du temps et des agents de transformation, ce qui nous a permis de construire et décliner 8 mémoires différentes (Figure II.25 et Tableau II.1). Ces niveaux de mémoires inscrites et/ou enregistrées dans les parois autorisent ainsi la reconstruction de leur histoire depuis la mise en place du relief jusqu'à leurs appropriations anthropiques et usages récents. A chacune de ces mémoires correspond une approche disciplinaire avec ses méthodes, ses temporalités et ses limites. L'objectif final du projet est de rechercher, révéler, articuler toutes les mémoires d'un même site pour en co-construire cette histoire qui aille au-delà de la somme des discours disciplinaires. L'enjeu est double : (i) conceptuel pour relier ces différentes mémoires et trouver du lien entre les échelles de temps et (ii) méthodologique par l'étude commune d'une même paroi en croisant des observations et des relevés à partir de ce qui est lisible dans cette paroi. Bien que plusieurs études pluridisciplinaires cherchent à démêler la part des dynamiques environnementales, sociales et de leur interactions (Barral et al. 2016 ; Chapman 2000 ; Mendez 2010), les recherches croisant véritablement leur regard pour obtenir une analyse visuelle complète d'un objet unique ont démontré l'efficacité de cette démarche et de ses apports dans le développement méthodologique et de l'interdisciplinarité (Delannoy & Geneste 2020 ; David 2002 ; David et al. 2017a ; Van Dyke & Alcock 2003). C'est dans cette dynamique que s'inscrit ma recherche qui vise à relever ce qui est inscrit dans la paroi, cette mémoire matérielle pour la confronter aux autres regards et dépasser nos limites respectives. En s'appuyant sur les techniques analytiques et les compétences de la physico-chimie, mon objectif est d'accéder à deux de ces mémoires :

- archéologique (3, Figure II.25) : au travers de la réalisation d'un acte graphique inscrit dans une très courte échelle de temps, mais impliquant un processus et un savoir-faire qui s'inscrivent dans un temps plus long, celle d'une génération ou d'une société, en accédant à

³⁹ MIRA : Mémoires des Parois, co-porté par J.-J. Delannoy, C. Defrasne et E. Chalmin, AAP USMB, 2022-2023, cf. résumé en annexe

la matière déposée sur la paroi, aux éventuels vestiges enfouis dans le sol mais aussi aux potentielles sources de matière première sur place ou à plus grande distance et pouvant présenter des traces d'exploitation ;

- taphonomique (4, Figure II.25) : à partir des superpositions d'encroûtements sus et sous-jacents à la matière picturale, de leur nature minéralogique, de leur mobilité dans le temps (solubilisation, desquamation, reprécipitation, ...) à croiser avec les informations de répartition spatiale à l'échelle de la paroi, des observations géomorphologiques plus larges mais aussi leur datation éventuelle.

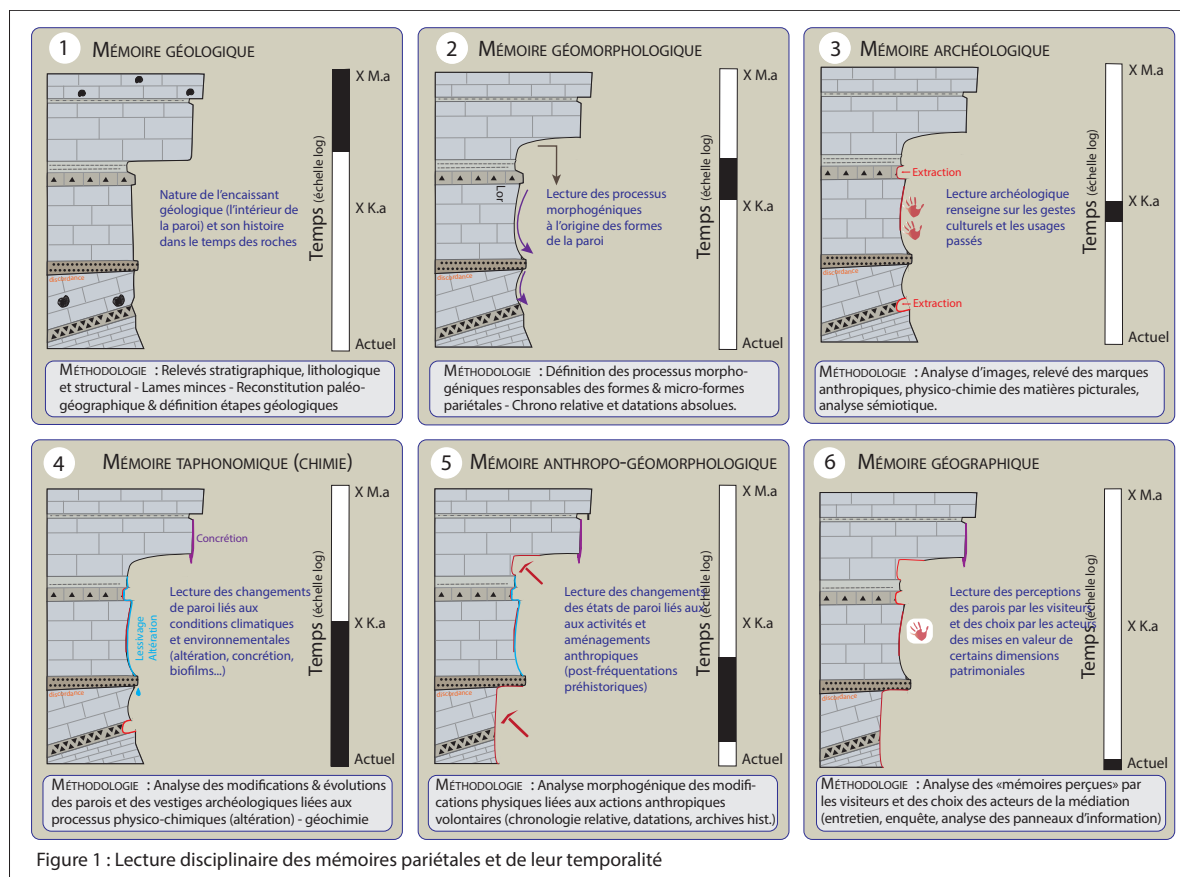


Figure II.25 : Lecture disciplinaire des mémoires pariétales et de leur temporalité. Réalisation J.-J. Delannoy

Discipline	Mémoire révélée	Espace-temps	Limites
GEOLOGIE GEOMORPHOLOGIE STRUCTURALE	Histoire des roches, de leurs paléo- environnements, évolution tectonique.	De la centaine de millions à quelques milliers d'années	Limite des datations géochronologiques absolues sur des roches polyphasées
GEOMORPHOLOGIE DYNAMIQUE	Histoire des formes de la paroi liées aux processus morphogéniques passés (glaciaires, périglaciaires, fluviaux, gravitaires...)	De quelques dizaines à milliers d'années : événements morphogéniques anté- anthropisation des sites	Établissement délicat d'une chronologie relative des événements morphogéniques
ARCHEOLOGIE (PRATIQUES PREHISTORIQUES)	Histoire fréquentations humaines <i>via</i> leurs traces sur les parois & des usages des matières colorantes dans l'art pariétal (<i>matière lère, préparation, application</i>)	Évènement instantané (celui du geste, de l'œuvre, des aménagements) et traces des fréquentations saisonnières récurrentes du Paléolithique jusqu'à nos jours	Discrimination des matières picturales et altérations de paroi Faible quantité de matière picturale préservée Autorisation de prélèvements
CHIMIE et GEOCHIMIE (Taphonomie des parois)	Évolutions naturelles de la paroi anté- syn et post- anthropisation	De l'état de la paroi juste avant les œuvres et les transformations anthropiques à leur évolution actuelle	Attribution respective des impacts climatique, biologique, anthropique... / état des parois. Difficile calage séquentiel des transformations
ARCHEO- GEOMORPHOLOGIE	Aménagements et transformations anthropiques volontaires des sites et de leurs parois par les sociétés (pré)historiques	De l'instantané du geste au temps de réalisation des transformations du relief depuis la Préhistoire	Difficile discrimination des processus naturels et anthropiques anté-syn et post- fréquentations (pré)historiques
HISTOIRE (USAGES HISTORIQUES)	Pratiques, transformations et appropriations des sites à partir des traces d'enlèvement de matériel, carrières, graffitis, monuments)	La période historique	Définition des usages et transformations des sites à partir des informations pariétales
ETHNO- ANTROPOLOGIQUE	Mémoires des récits, des pratiques et des traces (signatures) ce qui fait aujourd'hui « mémoire » ce qui est valorisé comme tel	La période contemporaine (<i>Choix de ce qui fait aujourd'hui patrimoine</i>)	Dépasser les cloisonnements entre <i>l'in situ</i> et <i>l'ex situ</i> . Entretiens avec quels acteurs. Accès aux archives
DOCUMENTAIRE	Construire la mémoire à venir du projet. Inscrire dans des archives visio et audio les échanges et appropriation des données	Demain	Réflexion sur la durée de la mémoire, des supports, des matières de la mémoire

Tableau II.1 : Lecture disciplinaire des mémoires pariétales associées à un espace-temps et à ses limites.

L'apport des sciences des matériaux et de la physico-chimie a déjà fait ses preuves dans cette démarche intégrée de l'art pariétal pour répondre à des questions sur les pratiques sociales, sur les contextes chrono-culturels ou encore pour des questions de conservation (D'Errico et al. 2016 ; Quiles et al. 2016 ; Medina-Alcaide et al. 2023). Il est effectivement nécessaire d'aller plus loin que la mise en commun des résultats sur un même site d'étude. Il convient de poursuivre dans cette voie non pas en intégrant les résultats des analyses de la matière picturale dans la compréhension du site, mais bien de réfléchir de façon intégrée à ce que l'étude de ces matières colorantes peut apporter à la connaissance générale des sociétés anciennes. En effet, l'étude de la matière utilisée pour produire ces tracés ou ces aplats de couleur permet d'alimenter notre connaissance de l'économie (circulation et usage) des matières premières, des stratégies d'approvisionnement ainsi que des techniques utilisées pour leur préparation et application. L'étude des matières colorantes, qui s'accompagne de l'étude des processus d'altération des parois, permet notamment d'aborder les problématiques chronologiques, les techniques et déterminants idéels qui leurs sont attachés ainsi que les échanges et les espaces vécus et parcourus dès lors qu'est interrogée la provenance des matières premières.

Cette partie a été articulée sur les pratiques interdisciplinaires pour répondre aux grands enjeux posés par l'art pariétal : reconstituer sa chronologie et accéder aux espaces investis par les sociétés anciennes à partir des traces et des indices laissés dans les matières accessibles aujourd'hui. Nous avons pu démontrer l'intérêt de mobiliser l'approche intégrée et intégrative pour lever les verrous plus spécifiquement liés à l'usage des matières colorantes dans ce contexte.

Grâce à un travail collectif il a été possible d'établir une terminologie partagée permettant de désigner ces matières colorantes dans leur diversité géologique et leur spécificité liée à leur(s) usage(s) et leur(s) altération(s). Cette terminologie est là aussi pour identifier les caractéristiques de ces matières qui forment leur signature et comprendre les caractéristiques retenues lors de leur sélection dans le passé.

C'est en s'intéressant à tous les vestiges archéologiques connectés aux sites ornés qu'il est alors possible de construire les chaînes opératoires des matières colorantes. Il est question de trouver les indices communs entre les matières géologiques existantes dans un paysage minéralogique accessible et disponible avec les vestiges archéologiques, qu'ils soient sous forme de blocs cohésifs, ou de poudre déposée sur des outils, des objets mobiliers, des fragments de roche ou sur la paroi. Cette recherche d'indices est alors menée de l'échelle d'un bassin versant pour comprendre la trajectoire des matières géologiques à l'échelle atomique pour accéder aux marqueurs structuraux et géochimiques de la matière picturale.

Cette identification des connexions entre les matières ne peut se faire sans la prise en compte des effets de l'enfouissement, du temps, du climat et d'autres facteurs biologiques ou

anthropologiques ayant pu les altérer. En intégrant la compréhension de ces processus d'altération ainsi que la spatialité de la taphonomie à l'échelle de la paroi, il est alors possible d'accéder à une chronologie relative des évènements, dont la production de figurations.

Un effort méthodologique a été nécessaire pour construire des référentiels géologiques au-delà des régions où se situent les sites en cours d'étude et pour partager les outils communs pour comparer les données acquises par des instruments différents et complémentaires sur des objets présentant des contraintes propres.

Ainsi à partir de cette démarche analytique adaptée, il est possible à la fois de reconstruire l'histoire de la paroi avant et après l'application de matière picturale, mais également de révéler les étapes d'extraction et de préparation de la matière première colorante. La combinaison de techniques analytiques transportables sur site et de techniques de laboratoire est seule à même de permettre l'accès à différentes échelles d'analyse de la matière et est indispensable à la discrimination des processus naturels et actions anthropiques.

En mettant en regard les informations obtenues avec d'autres approches, en replaçant ces résultats d'analyse dans le contexte archéologique et en intégrant les analyses d'autres disciplines, il est alors possible d'améliorer notre compréhension des expressions graphiques préhistoriques et de prodiguer des informations d'ordre anthropologique autrement inaccessibles.

Au travers d'une expérience dans des contextes archéologiques variés, par la typologie du site (grotte ou abri), par la nature du substrat (calcaire, quartzite, serpentine, granite), par la temporalité (des temps courts d'occupation à différentes périodes de la Préhistoire, des occupations sur de plus longues échelles de temps jusqu'à l'actuel), les réponses apportées sur la compréhension de ces matières colorantes sont par nature variées. Chaque nouvelle étude implique une nouvelle équipe, de nouvelles problématiques ainsi que des états de connaissance différents. La partie suivante a donc pour but de faire le point sur ces différents contextes, d'illustrer la démarche analytique mise en pratique dans chaque étude de cas et d'apporter les réponses déjà accessibles.

Enfin, la mise en pratique de cette démarche révèle cependant encore un certain nombre de limites dans la compréhension et l'interprétation des données. En effet, toujours contrainte par le nombre de points d'analyse et sur le nombre de prélèvements, la question de la représentativité reste posée. De la même manière, notre capacité à détecter les stigmates laissés dans la matière (comme les éléments traces) doit être questionnée. Seule une recherche en science des matériaux centrée sur les problématiques des matériaux anciens permettra à terme d'améliorer ces aspects.

Actuellement, il n'est pas toujours possible de comprendre la répartition spatiale des constituants et d'accéder à la stratigraphie de couches fines. La réalisation de micro-prélèvements reste actuellement le meilleur moyen de distinguer ce qui provient de la paroi, de l'altération de la paroi et de la matière picturale proprement dite. Pour l'instant des aller-retours entre analyses *in situ* et de laboratoire sont indispensables pour améliorer nos connaissances sur les matières picturales. L'utilisation de l'imagerie hyperspectrale ouvre un nouveau champ de recherche pour réduire le nombre d'analyses ainsi que l'impact sur les sites ornés. Ces différentes propositions de perspectives sont présentées dans le chapitre IV.

III. Etude intégrée de l'art pariétal : de l'Australie aux Alpes

Depuis plus de 10 ans, j'ai pu mettre en pratique une approche intégrée de l'art pariétal en m'impliquant dans plusieurs équipes de recherche autour de plusieurs sites majeurs qui m'ont invitée à co-construire différents projets pour obtenir des financements (Figure III.1). En commençant avec des équipes qui pratiquaient déjà l'approche intégrée, en particulier sous la direction de Bruno David pour l'étude des sites aborigènes d'Australie, j'ai pu ensuite partager mon expérience dans d'autres contextes.

En travaillant sur des sites ornés dans des régions du monde variées, dans des temporalités différentes et des contextes archéologiques et géologiques contrastés, il a fallu se remettre en question et s'appropriier chaque contexte pour définir des problématiques spécifiques que je développe ici pour chacun des sites ou corpus de sites. Je ne développerai pas ici tous les résultats obtenus sur chacun des sites, mais présenterai soit un focus, soit une synthèse concernant l'étude des matières colorantes. Mon point de départ reste la matérialité de l'acte graphique.

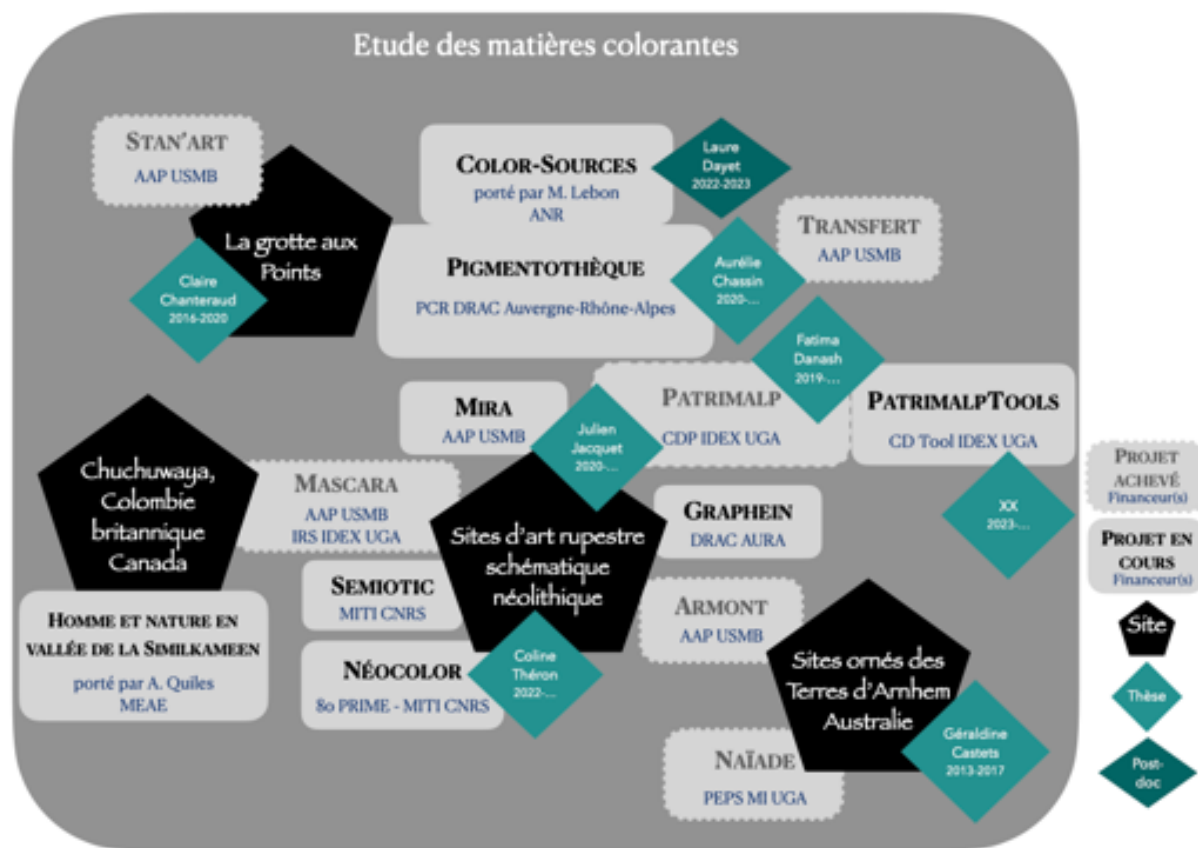


Figure III.1 : Cartographie des sites ornés étudiés, projets associés, financements obtenus et doctorants encadrés

III.1. Les terres d'Arnhem, Australie

Equipe impliquée

Bruno David, Ben Gun (Université Monash, Australie) ; Jean-Michel Geneste, Stéphane Hœrlé (CNP) ; Margaret Katherine (Jawoyn Association Aboriginal Corporation) ; Jean-Jacques Delannoy, Géraldine Castets*⁴⁰, Estelle Ployon, Fayçal Soufi, Anne-Lise Develle (EDYTEM) ; Pauline Martinetto, Pierre Bordet, Sébastien Pairis (Institut Néel)

III.1.1. Contexte

Cette étude initiée par Bruno David (Univ. Monash, Australie), depuis 2010, s'intéresse à caractériser et dater l'art rupestre du plateau des Terres d'Arnhem, dans le pays de Jawoyn (Figure III.2), et le mettre en relation avec d'autres preuves archéologiques de pratiques culturelles passées. En effet, cet art rupestre de l'ouest de la Terre d'Arnhem est mondialement connu mais très mal daté. Comprendre son histoire sur des dizaines de milliers d'années a d'énormes implications pour comprendre l'histoire culturelle aborigène. Pour répondre à cet enjeu, Bruno David a mis en place une équipe interdisciplinaire et internationale autour d'un ensemble des sites ornés déjà identifiés, mais également avec l'objectif de prospecter d'autres sites permettant entre autres de caractériser les différents styles d'art rupestre et de les associer à des datations et de le comparer aux régions voisines (nord de la Terre d'Arnhem et au sud Wardaman vers le sud dans les terres arides).

Cette démarche de recherche répond à une demande exprimée par la population aborigène Jawoyn pour étudier les sites d'art rupestre et sacrés présents sur les territoires qui leur ont été restitués par l'Etat australien⁴¹. Les premiers travaux archéologiques et géomorphologiques sur ces sites ont mis en avant leur haute valeur préhistorique et archéologique (David et al. 2011, 2013a et b, 2017a, b et c, 2019 et 2021a ; Geneste et al. 2010 et 2012 ; Delannoy et al. 2012, 2013 et 2017) ; ils sont les témoins des toutes premières occupations humaines du continent australien (45 – 50 000 ans avant le présent). L'approche intégrée mobilisée pour l'étude de ces sites permet d'estimer que les traces de fréquentation sont anciennes et calées sur l'arrivée des premiers hommes et que la production d'art est plus tardif (autour de 30-26 000 ans avant le présent) et surtout après 10 000 ans.

Ces sites se caractérisent, en effet, par la superposition de plusieurs générations de représentations pariétales qu'on ne peut aujourd'hui dater de manière directe, en raison de la nature minéralogique des pigments. Or définir l'âge de ces fresques préhistoriques constitue un enjeu scientifique et patrimonial majeur car elles peuvent être l'expression visible des plus

⁴⁰ Les étudiant(e)s et doctorant(e)s sous ma direction sont indiqués par une *

⁴¹ <http://connectingcountry.arts.monash.edu.au/>

anciennes représentations humaines en Australie. Répondre à cet enjeu nécessite de mobiliser de nombreux champs de recherche, de définir de nouvelles méthodes d'analyse des pigments et d'inscrire les résultats dans l'évolution globale des sites préhistoriques étudiés.



Figure III.2 : Localisation de la Terre d'Arnhem, du Pays Jawoyn et du site de Nawarla Gabarnmang (d'après Gunn 2018) et paysage caractéristique du plateau de Terre d'Arnhem. Photo J.J. Delannoy

III.1.2. Problématique

Dans le cadre de ce contexte de recherche, mon implication a pour objet de caractériser les différentes couches picturales qui ornent les parois et plafonds des sites d'art rupestre afin de les comparer aux matières colorantes et objets colorés présents dans les sols archéologiques.

En relation avec l'approche anthropo-géomorphologique menée conjointement, il est alors possible de replacer ces résultats dans l'évolution archéologique et naturelle des sites étudiés calée dans le temps via la datation des charbons de bois et de l'étude géochimique (OSL, luminescence stimulée optiquement) de dépôts.

En l'absence de possibilités de dater directement les pigments minéraux utilisés dans ces sites, cette double approche (Figure III.3) constitue le seul moyen de replacer dans le temps les différentes générations de représentations pariétales et de pouvoir les associer aux différentes phases d'occupation préhistorique qui ont marqué ces sites depuis 50 000 ans.

Au début de ces recherches, le constat est fait que les analyses de ces matières picturales sont rares en Australie (Creagh et al. 2007 ; Goodall et al. 2009 ; O'Neill et al. 2004) et qu'aucune étude n'a alors été menée en Terre d'Arnhem.

J'ai donc eu l'opportunité de mener les recherches sur les matières colorantes australiennes sur 2 sites majeurs : JSARN-124, anciennement nommé Genyornis et Nawarla Gabarmang. J'ai également participé à des caractérisations plus ponctuelles de matières colorantes provenant de deux autres sites : Boat Site et EXF3, qui ne seront pas présentés ici.

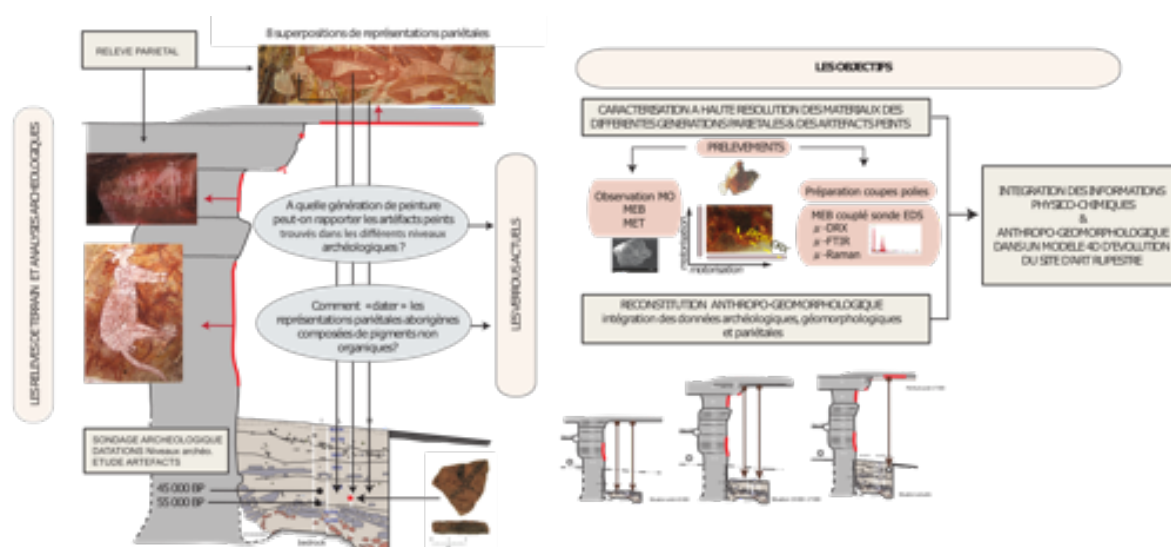


Figure III.3 : Schéma synoptique de la démarche intégrée et intégrative mise en place pour l'étude des sites australiens. Conception J.-J. Delannoy et E. Chalmin, réalisation J.-J. Delannoy

Financement

- projet Naïade « Nouveaux outils d'analyse et d'intégration des informations sur l'art rupestre. Application aux patrimoines aborigènes Jawoyn (Terre D'Arnhem, Australie), PEPS Interdisciplinaires, CNRS-PRES Grenoble, porté par E. Chalmin
- projet Connecting country, porté par Bruno David, Université Monash, Australie, financé par un ARC (Australian research council)

III.1.3. JSARN-124 ou Genyornis

JSARN-124 est un abri rocheux en quartzite dur situé sur le plateau de la Terre d'Arnhem, dans le nord de l'Australie. Les peintures rouges, brunes, orangées et jaunes sont protégées par des surplombs peu profonds (Figure III.4). Une grande peinture d'un oiseau, initialement considérée par certains comme représentant une méga-faune d'espèce disparue *Genyornis newtoni* (Gunn et al. 2011), fait partie des 28 peintures du panneau principal nord. Il a récemment été démontré que la surface rocheuse s'est formée entre 13 739 et 13 976 ans avant le présent, bien après que *G. newtoni* se soit éteint en Australie. Par conséquent, la peinture ne peut pas être celle de cet oiseau (Barker et al. 2017). Il n'en reste pas moins pertinent de pouvoir évaluer l'âge de ces peintures et d'en connaître la composition, à la fois iconographique et minéralogique.

Une étude a donc été menée sur un corpus de 14 micro-prélèvements de paroi (sur zone ornée et non ornée) choisis sur différentes figures, permettant de comprendre la variabilité des matières picturales utilisées, d'évaluer les cas de superposition et d'estimer les effets de l'altération de la paroi sur la stabilité des peintures. A partir de l'analyse physico-chimique de ces prélèvements, il a été possible d'accéder à une stratigraphie comprenant des phases constitutives du substrat, de la couche picturale et d'altération de surface.



*Figure III.4 : Vue nord-ouest de l'abri rocheux en quartzite de JSARN-124 (Terre d'Arnhem, Australie).
Photo J.-J. Delannoy*

Le substrat rocheux est constitué de quartzite, dont les cristaux de quartz ont subi une dissolution comme en témoigne l'accumulation d'aluminium (Al) et de fer (Fe), d'argiles plus stables (kaolinite, gibbsite, vermiculite-Cl) et d'hématite (Martini 1987 ; Wray 2013). Trois principales micro-couches ont été identifiées sur le substrat rocheux. Tout d'abord, une couche de roche blanche altérée a montré une phase de phosphate d'alumino-potassium, la leucophosphite, qui contenait divers ratios de Fe substituant l'Al dans sa structure (Lindberg

1957 ; Simpson 1932). L'identification de cette leucophosphite a été possible grâce à l'utilisation de méthodes synchrotron (couplage DRX et XRF, Figure III.5a). La morphologie des cristallites nanométriques et du faciès alvéolaire de cette phase observée au MEB indique à la fois des effets de reprecipitation et de dissolution (Figure III.5b).

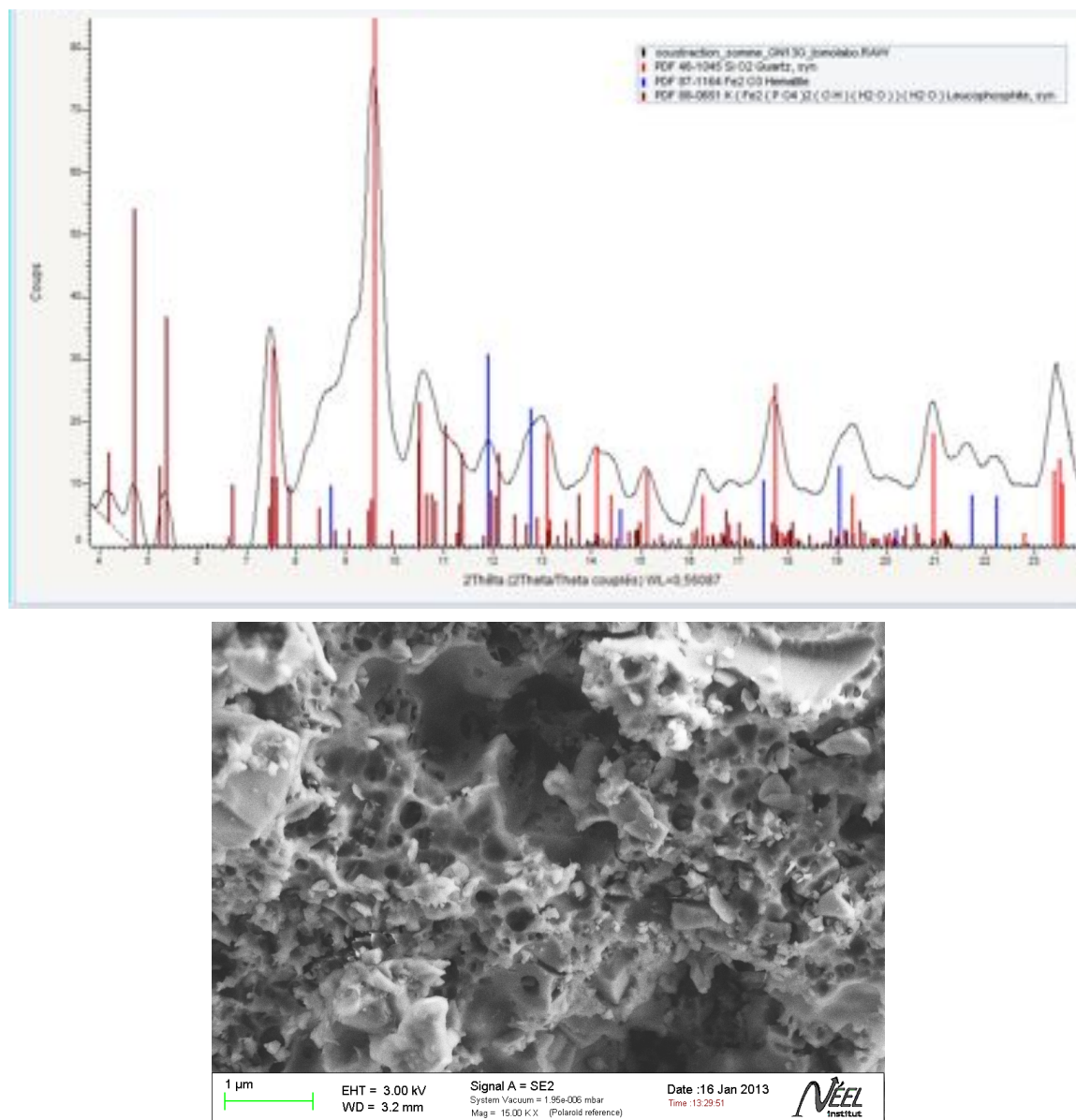


Figure III.5 : Analyses des micro-prélèvements du site de JSARN-124 (Terre d'Arnhem, Australie) : a) diffractogramme compilé à partir des données en Diffraction-Tomographie (DSCT, D2AM, JL Hodeau, S. Cersoy et P. Martinetto, I. Néel) permettant d'identifier la leucophosphite, comme phase d'altération de la quartzite, le quartz du substrat rocheux, l'hématite comme pigment rouge utilisée pour la peinture; b) micrographie obtenue par MEB-FEG (S. Paris, I. Néel) d'un micro-prélèvement de paroi vierge mettant en évidence une morphologie alvéolaire liée à des dissolutions des phases d'encroûtements.

Au-dessus de la couche blanche du substrat altéré se trouve une fine couche de sulfate de calcium, identifié comme du gypse cristallisé, attribuée à une période sèche. Cette couche de gypse est ensuite recouverte d'une ou plusieurs couches de peinture. Elle doit donc dater

d'avant les événements de la peinture. Les sels ont été lessivés de la roche-mère et redéposés lors de la condensation prolongée de l'eau sur la paroi rocheuse, alternant avec des périodes de climat sec où l'eau s'évapore. Cette couche de croûte discontinue induit une exfoliation de la roche, ce qui affaiblit la stabilité de la surface rocheuse (Doehne 2002 ; Goodall et al. 2009 ; Hernanz et al. 2006 ; Tournié et al. 2011).

Enfin, de petites particules sombres de suie et de poussière riches en métaux lourds ont été retrouvées incrustées à l'intérieur de la peinture et déposées à la surface de la roche. Ces particules provenaient probablement de sources éoliennes et de feux de brousse (Gunn 2011). Comme dans d'autres abris sous roche en Australie (Huntley 2012) et en Afrique du Sud (Bonneau et al. 2012), la présence d'une couche de croûte supérieure composée de dépôts blancs et gris de formes et de compositions diverses a été notée. Les éléments détectés Cl, S, K et Ca sont des indicateurs chimiques d'une série de processus taphonomiques (Hernanz et al. 2006 ; Huntley et al. 2015 ; Tournié et al. 2011). Bien qu'elle puisse masquer les figures, une telle couche de croûte supérieure peut également avoir un effet stabilisateur, en protégeant les couches picturales sous-jacentes.

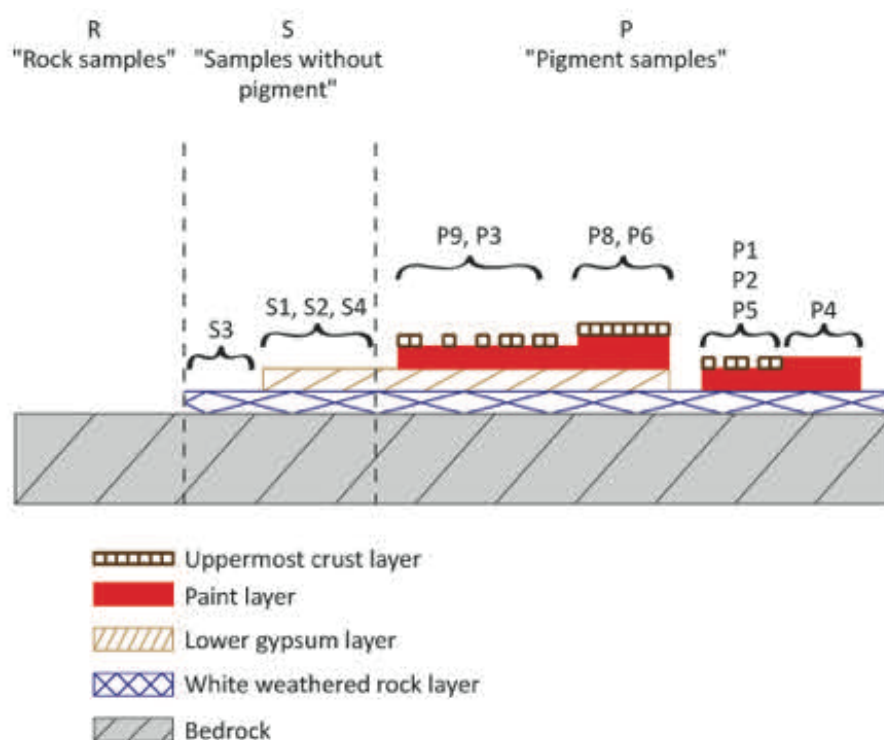


Figure III.6 : Représentation schématique de la microstratigraphie observée dans les coupes transversales des échantillons du site JSARN-124 (Terre d'Arnhem, Australie). Conception et réalisation E. Chalmin.

L'étude physico-chimique menée sur ces micro-prélèvements a donc mis en évidence la finesse des couches de peinture (entre 5 et 25 μm) et la stabilité à la fois du substrat rocheux et des pigments sur la roche (Figure III.6). La finesse de ces couches de peintures associée à l'état altéré du substrat rocheux n'ont pas permis de définir clairement la ou les recettes et la ou les sources de matière première. En tenant compte de la micro-stratigraphie et des propriétés

physico-chimiques du substrat rocheux, l'effet protecteur des encroûtements formés par-dessus les peintures a été évalué. Il a également été possible de déterminer une chronologie relative pour les figures superposées en examinant la micro-stratigraphie de la surface de la roche peinte (Chalmin et al. 2015, 2017b).

Production scientifique associée

- Chalmin, E., Castets, G., Delannoy, J.J., David, B., Barker, B., Lamb, L., Soufi, F., Pairis, S., Cerzoy, S., Martinetto, P., Geneste, J.-M., Hœrlé, S., Richards, T., and Gunn, R. 2017. 'Geochemical analysis of the painted panels at the "Geyornis" rock art site, Arnhem Land, Australia', *Quaternary International*, 430 (Part A), 60-80.
 - Chalmin, E., Castets, G., David, B., Barker, B., Delannoy, J.J., Lamb, L., Geneste, J.-M., Soufi, F., Pairis, S., Hœrlé, S., Boche, E., and Katherine, M. 2015. 'Study of red pigments from the 'Geyornis' panel, Arnhem Land, Australia: What are the origins of the haematite? ', *Anthropologica et Praehistorica*, 126, 139-60.
 - Castets G., Chalmin E., Hœrlé S., Boche E., Delannoy J.-J., Geneste J.-M., David B. « Apport de la caractérisation de la matière picturale à l'art rupestre : exemple de l'étude du panneau Geyornis, Terre d'Arnhem, Australie », 3èmes Rencontres d'Art Rupestre, Les Eyzies, France, 25-26 juin 2012.
 - Barker, B., Lamb, L., Delannoy, J.-J., David, B., Gunn, R., Chalmin, E., Castets, G., Aplin, K., Sadier, B., Moffat, I., Mialanes, J., Katherine, M., Geneste, J.-M., & Hœrle, S. (2017). Archaeology of the 'Geyornis' site, western Arnhem Land: determining the age of the 'Geyornis' painting. In B. David, P. S. C. Taçon, J.-J. Delannoy, & J.-M. Geneste (Eds.), *The archaeology of rock art in western Arnhem Land, northern Australia* (pp. 423–496). *Terra Australis* 47). Canberra: ANU.
-

III.1.4. Nawarla Gabarmang

Le site de Gabarnmang constitue un site d'art rupestre majeur de Terre d'Arnhem (David et al. 2011, 2013a et b et 2019 ; Geneste et al. 2012 ; Delannoy et al. 2017 et 2018). Il se caractérise par une géométrie particulière entre site d'abri-sous-roche et site souterrain (Figure III.7) qui offre des conditions d'abri par rapport aux conditions extérieures et aux usages anthropiques (feux de brousse). Les plafonds sont recouverts par plusieurs générations de représentations pariétales et de superpositions picturales ; les plafonds du site contiennent à eux seuls près de 1400 entités graphiques. Les fouilles archéologiques ont mis au jour un grand nombre de vestiges de matières colorantes et colorés (653), dont des écailles peintes. La séquence archéologique, obtenue par datation au ^{14}C , a révélé la présence de dépôts culturels parmi les plus anciens connus en Australie, avec une occupation du site qui s'étend de $\geq 48\ 000$ cal BP jusqu'au début du 20^{ème} siècle.

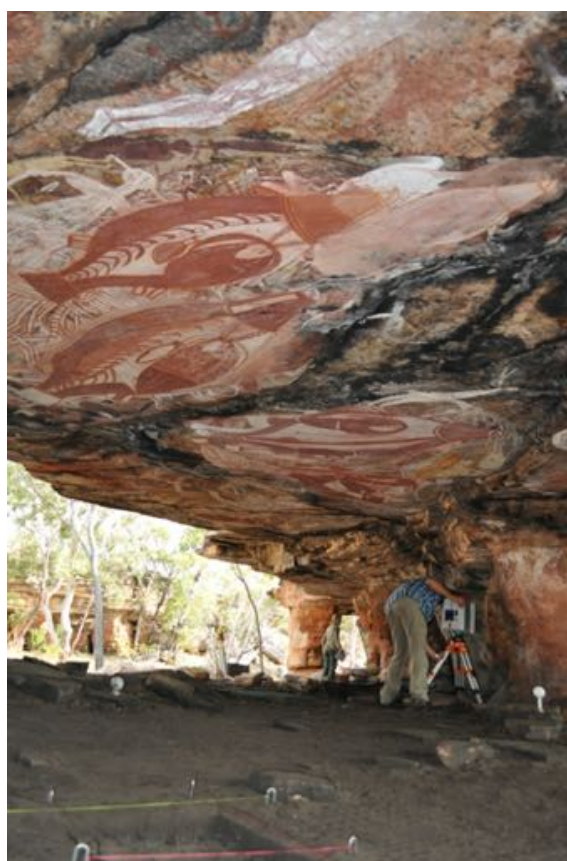


Figure III.7 : Vue du site de Nawarla Gabarmang (Terre d'Arnhem, Australie)- Photo J.-J. Delannoy

L'occupation initiale de l'abri de Nawarla Gabarnmang débute il y a près de 50 000 ans, soit peu de temps après l'arrivée des humains sur le continent australien (David et al. 2011 et 2019). La plus ancienne trace de production de peinture est associée à la découverte d'une écaille avec un motif noir incomplet dans un niveau daté à 28 000 ans. À cette époque, l'intérieur du site n'était pas aussi vaste et ouvert qu'aujourd'hui. L'enlèvement de plusieurs piliers entre 24 000 et 11 000 ans a permis d'agrandir progressivement la surface

d'occupation ; les nouvelles surfaces de plafond dégagées sont les plus décorées dans le paysage « actuel » du site. Le processus d'élargissement a toutefois causé la destruction d'anciens panneaux peints (Delannoy et al. 2017 et 2018).

L'étude des matières colorantes archéologiques de ce site a été menée par Géraldine Castets lors sa thèse, sous la co-direction de J.-J. Delannoy et moi-même. En l'absence d'analyse *in situ* et de prélèvement de peinture, cette thèse avait pour objectif :

- de construire les données et les connaissances sur les matières colorantes utilisées dans la réalisation des peintures rupestres. L'analyse des matières colorantes et colorées permettant de reconstituer les savoir-faire ainsi que de proposer une origine géographique des matières premières. Cette analyse incluait également la compréhension des processus taphonomiques du milieu d'enfouissement des matières colorantes et colorées ;
- de construire des liens entre les générations des peintures rupestres et les différentes phases d'occupation humaine qui ont marqué le site, via les fouilles archéologiques, l'analyse géomorphologique et les études pariétales, et ainsi proposer un cadre chronologique des différentes générations de peintures grâce à une approche comparative. Elle avait pour objet de faire le lien entre les peintures ornant le site et les vestiges associés à l'art rupestre retrouvés dans les carrés de fouille, calés chronologiquement et situés sous les panneaux peints du plafond ou à l'aplomb des piliers décorés.

Ces deux objectifs participent d'une même démarche : mieux appréhender la temporalité et les usages du site de Nawarla Gabarnmang depuis les premières occupations préhistoriques (50 000 ans) aux fréquentations subactuelles. L'analyse des matières colorantes et colorées constitue un vecteur de connaissances important et livre des informations complémentaires aux approches archéologique, géomorphologique et pariétale menées sur ce site depuis plusieurs années (Geneste et al. 2010, 2012 ; David et al. 2011, 2013a et b, 2017a, 2017b et 2019 ; Delannoy et al. 2012, 2017 et 2019 ; Gunn et al. 2017 ; Gunn, 2018).

Les matières colorantes et colorées ont été mises au jour au sein de plusieurs carrés de fouille lors de trois campagnes de terrain (2010, 2011, et 2012). Au-delà de l'observation, de l'analyse multi-méthodes et de la classification de plus de ces 650 vestiges (Figure II.8), le travail de Géraldine Castets a permis de positionner ces vestiges à la fois dans le temps et dans l'espace pour reconstruire l'évolution des pratiques. Elle a en particulier pu confirmer la présence de vestiges associés à l'art rupestre dans les dépôts culturels sub-actuels dans la partie orientale de l'abri (Figure III.8). Il a également été mis en évidence que les vestiges des carrés de la partie occidentale étaient présents à la fois dans des dépôts culturels des premières fréquentations, et dans des dépôts de l'époque sub-actuelle. Ainsi, une longue tradition artistique est mise en évidence dans la partie occidentale de l'abri.

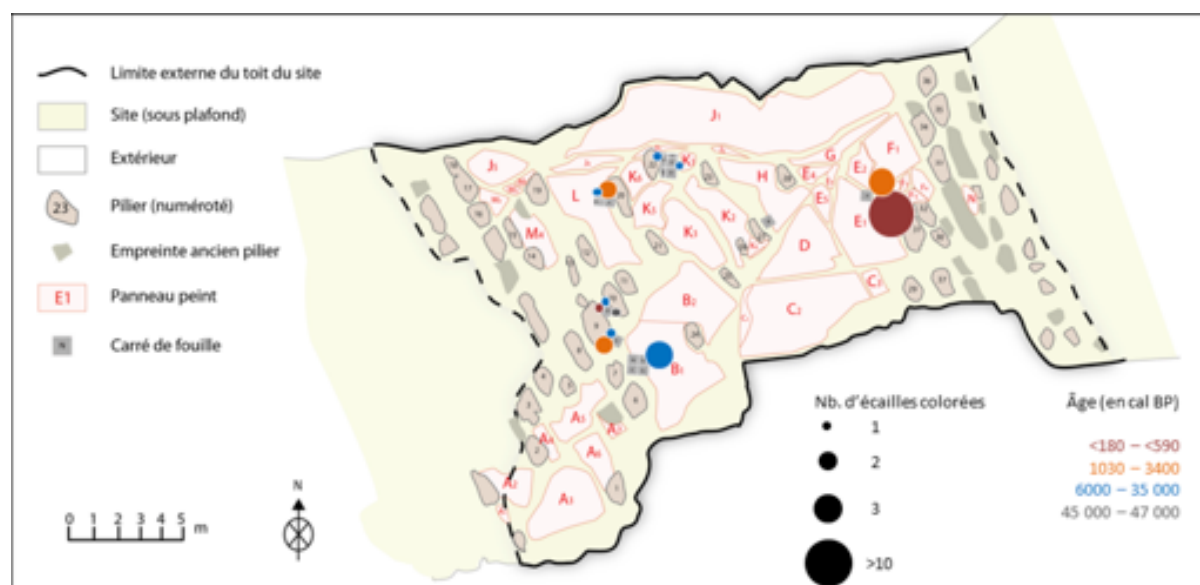


Figure III.8 : Carte de distribution des écailles colorées culturelles et à statut indéterminé en fonction de leur âge (cal. BP) à Nawarla Gabarnmang. Carte géomorphologique produite par J.-J. Delannoy et modifiée par G. Castets.

Croisée avec les données archéologiques, anthropo-géomorphologiques et pariétales, cette étude des matières colorantes et colorées a donc permis de reconstruire l'histoire spatio-temporelle de la production de peintures dans le site de Nawarla Gabarnmang.

Production scientifique associée

- Castets, G. 2017 Apports de l'analyse des matières colorantes et colorées dans l'étude intégrée d'un site orné. Application au site de Nawarla Gabarnmang (Terre d'Arnhem, Territoire du Nord - Australie). Cristallographie. Université Grenoble Alpes, NNT : 2017GREAA030 . tel-01900787
- Castets, G., Chalmin, E., David, B., Geneste, J.-M., Delannoy, J.-J., Gunn, R., Soufi, F., Pairis, S., Martinetto, P., Cersoy, S., Barker, B., Lamb, L., Hœrlé, S., and Boche, E. 2015. 'Peintures rupestres en Territoire Jawoyn, Terre d'Arnhem (Australie): une étude intégrée', in Angeles Medina-Alcaide, et al. (eds.), ASP El arte de las sociedades prehistorica (Sobre rocas y huesos: las sociedades prehistóricas y sus manifestaciones plásticas; Nerja), 379-405.
- Castets G., Chalmin E., David B., Delannoy J.-J., Geneste J.-M., Gunn R. G., Martinetto P. and Katherine M. « Inputs of the analysis of colouring and coloured matters into the integrated study of the rock art site of Nawarla Gabarnmang (Arnhem Land, North Territory – Australia) », IFRAO, Valcamonica (Italie), 29 août-2 septembre 2018
- Castets G., Chalmin E., David B., Delannoy J.-J., Geneste J.-M., Gunn R. G., Martinetto P. and Katherine M. « Approach of cultural and human practices from 50,000 years ago at the rock art site of Nawarla Gabarnmang (Arnhem Land, North Territory – Australia) », Colloque international de l'Union des Sciences Préhistoriques et Protohistoriques, Paris, 3-6 juin 2018.
- Castets G., Chalmin E., David B., Delannoy J.-J., Geneste J.-M., Martinetto P., Hodeau J.-L., Gunn R.G. "What can the chemistry of archaeological artefacts tell us about the past? Spatio-temporal correlations at Nawarla Gabarnmang (Australia)", 41st International Symposium on Archaeometry (ISA), Kalamata, Grèce, 15-21 mai 2016.
- Castets G., Chalmin E., David B., Delannoy J.-J., Geneste J.-M., Develle A.-L., Soufi F., Martinetto P., Pairis S., Cersoy S., Gunn R.G., Boche E., Hœrlé S., Barker B., Katherine M. "Determining natural versus cultural coloured rocks ('pigments') at Nawarla Gabarnmang, a 48,000-50,000 year old Aboriginal site in northern

Australia”, XVIIe Congrès Mondial de l'UISPP (Union des Sciences Préhistoriques et Protohistoriques), Burgos, Espagne, 1-6 septembre 2014.

III.2. La grotte aux points

Équipe impliquée

Julien Monney, Claire Chanteraud*, Jean-Jacques Delannoy, Hélène Salomon, Marine Quiers (EDYTEM) ; Matthieu Lebon (MNHN) ; Ludovic Bellot-Gurlet (MONARIS) ; Stéphane Hœrlé (CNP)

III.2.1. Contexte

La grotte aux Points, située dans les gorges de l'Ardèche, sur la commune d'Aiguèze, présente plusieurs panneaux ornés de peintures rouges découverts en 1993. Elle a commencé à faire l'objet d'investigations archéologiques à partir de 2011, dans le cadre du 4e volet du PCR Datation Grottes Ornées porté par J. Monney (DRAC Auvergne-Rhône Alpes). Ces investigations ont pour objectif de faire l'inventaire général des vestiges archéologiques (silex, céramiques, marques charbonneuses, figure rupestres, ...) et paléontologiques (ossements, poliss de parois, griffades) ainsi qu'une étude géomorphologique afin d'établir une trame chronologique de l'occupation de la grotte.

Cette cavité présente des dessins rouges d'animaux, des formes bilobées et des applications de points-paumes de la même facture que la grotte Chauvet. Les contextes de recherche dans les deux grottes voisines sont très différents, liés aux contextes de découverte et aux enjeux de conservation. Ces représentations n'étant pas datables directement, ces deux sites sont difficiles à rapprocher entre eux et à raccrocher à un techno-complexe ou à une chronoculture. Malgré les caractéristiques des signes et des méthodes d'application des mélanges picturaux, leur association ne semble pas accessible. Dès lors, le recours à la caractérisation des matières colorantes utilisées fait sens.caler dans le temps les représentations pariétales de la grotte aux Points revêt dès lors une portée plus générale : celle de la compréhension de la forte concentration de grottes ornées parmi les plus anciennes de l'humanité dans les gorges de l'Ardèche et ses environs (Figure III.9). La grotte aux Points a pour intérêt de disposer de fouilles archéologiques récentes dans lesquelles ont été trouvés une quarantaine de blocs colorants et des écailles de paroi peintes. Ces différents témoins sont calés dans le temps grâce aux datations ¹⁴C des niveaux archéologiques (sur charbons de bois et ossements). L'utilisation des matières colorantes comme vecteur de connaissance et de compréhension entre les différentes grottes dans un même environnement géographique et culturel semble donc être une opportunité.

L'ensemble de ces investigations interdisciplinaires a depuis fait l'objet d'une publication de synthèse (La Grotte aux Point d'Aiguèze : petite sœur de la grotte Chauvet, *Karstologia*, n°72 et 73, 2018-2019, dir. J. Monney) permettant de faire un état des lieux des recherches et du contexte chronologique.

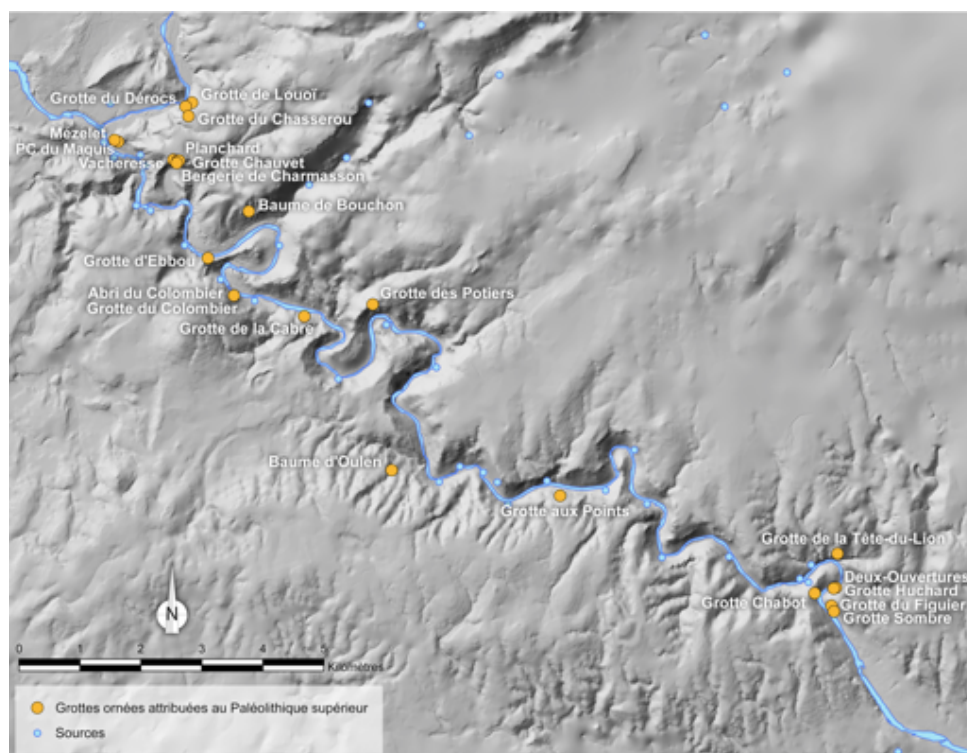


Figure III.9 : Localisation de l'ensemble des sites ornés recensés dans les gorges de l'Ardèche dont Chauvet et la grotte aux Points. DAO J. Monney

III.2.2. Problématique

L'enjeu de l'étude de la grotte aux Points est de travailler sur les liens entre les matières colorantes trouvées dans les couches sédimentaires et les matières picturales utilisées dans l'art pariétal. Bien que les peintures ne soient pas datables par des méthodes directes, l'approche intégrée, ici proposée, apporte des arguments chronologiques permettant de connecter des événements entre eux et *in fine* de proposer un âge pour les dessins rouges de cette cavité. Pour mener à bien cette démarche, il est essentiel de caractériser les blocs colorants rouges trouvés dans les couches sédimentaires et les matières picturales en paroi ou des fragments de paroi. Initialement impliquée dans le projet pour proposer des arguments concernant la chronologie, il a été possible d'élargir le champ des problématiques et de faire évoluer les objectifs du projet. Ainsi l'identification des sources d'approvisionnement en matières colorantes apparaît comme un nouvel enjeu pour comprendre les stratégies d'approvisionnement. Ce raisonnement se doit d'apporter des éléments de réponse quant au choix des matières colorantes : qu'est-ce qui motive les choix de matière première ? Sont-ils opportunistes ou est-ce l'aboutissement d'une stratégie réfléchie ? Ce second axe de recherche s'appuie sur le référentiel de la Pigmentothèque et la recherche des sources de matières colorantes dans la région.

Ce travail a débuté en 2014 avec Claire Chanteraud lors d'un stage de master 2 qui s'est poursuivi en thèse. Le corpus d'étude de la thèse de Claire a été élargi avec les collections des

fouilles de l'abri des Pêcheurs (site non orné), situé sur les rives du Chassezac, affluent de l'Ardèche. Bien que la documentation stratigraphique de ce site reste imprécise, la quantité et la qualité des matières colorantes reste un atout important pour accéder aux stratégies d'approvisionnement en matière première dans ce paysage minéral commun.

Pour tenter de construire les liens entre les vestiges archéologiques et les peintures, celles-ci ont fait l'objet d'analyses *in situ* non-invasives par spectroscopie de fluorescence de rayons X (pXRF, Figure III.10) et de spectroscopie Raman qui ont donné lieu à une publication (Chanteraud et al. 2021). Les données géochimiques issues de cette étude n'ont pas permis de trouver des indices suffisants pour corréler les matières entre elles. L'observation sous lumière UV a permis de révéler la présence d'opale recouvrant une grande partie des parois, ce qui peut expliquer partiellement ces résultats limités (Quiers et al. 2022).

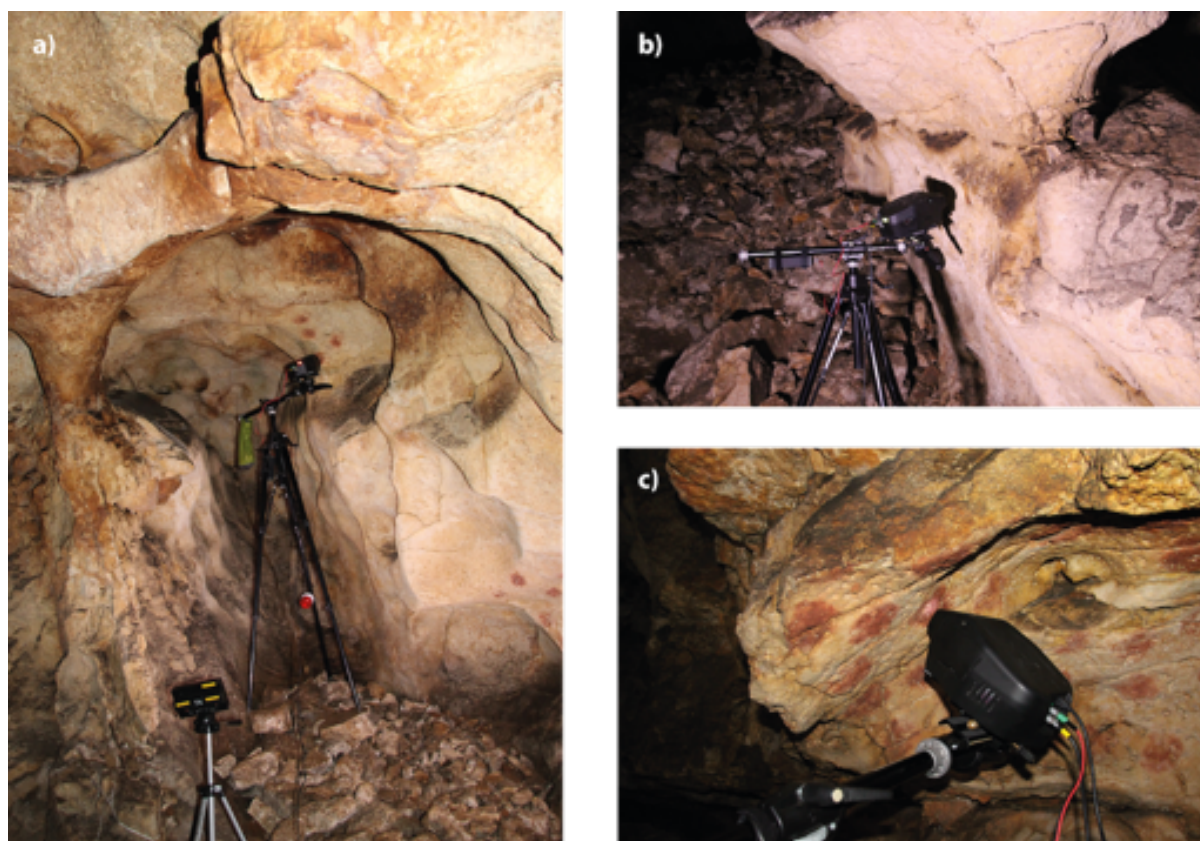


Figure III.10 : Dispositif pXRF dans la grotte aux Points (Aiguèze) avec la collaboration de M. Lebon (MNHN). Photo E. Chalmin

Ces questions de connexion ont donc motivé la mise en place d'une méthode multi-scalaire plus adaptée pour comparer les matières cohésives dans la séquence archéologique (blocs cohésifs) et les sources de matières ferrugineuses locales collectées dans le cadre de la Pigmentoθήque.

III.2.3. Identification des sources d'approvisionnement

Dans un contexte régional et territorial, Claire Chanteraud s'est intéressée à l'économie des matières colorantes à partir des collections de la grotte aux Points, de l'abri des Pêcheurs et la collection de références géologiques.

Des similarités ont été relevées entre la grotte aux Points et l'abri des Pêcheurs aussi bien au niveau de la lithologie des matières colorantes qu'au sein des assemblages de matières colorantes. En effet, des lithologies similaires (décrites comme étant « A et Av », Figure II.9) sont majoritairement présentes dans les deux cavités (~70 % de l'assemblage). Ces lithologies A sont définies par leur matrice argilo-ferrugineuse, et la présence d'inclusions de céladonite (ou glauconite) constitue un marqueur intéressant ; elle est très rare dans la région et ne laisse aucun doute sur l'origine commune des matières. Il est donc probable que les groupes humains qui ont fréquenté ces deux sites, aient exploité les mêmes gisements de matière première.

On relève donc ici une sélection de matière très spécifique dont la destination et les usages à l'abri des Pêcheurs ne peuvent pas être identifiés avec précision ; ce site ne présente pas d'expression graphique aujourd'hui visible sur ses parois pas plus que de vestiges témoignant d'un emploi spécifique de cette matière.

A partir des prospections de matières géologiques dans cette région, il a été possible de reconstituer un paysage minéral régional qui offre une diversité de matières premières colorantes qui n'ont pas leur équivalent dans le corpus de la grotte aux Points (Figure III.11). Pourtant les études menées à la grotte aux Points indiquent que des choix spécifiques ont été opérés : l'usage d'une matière très spécifique, argilo-ferrugineuse avec ou sans inclusion verte.

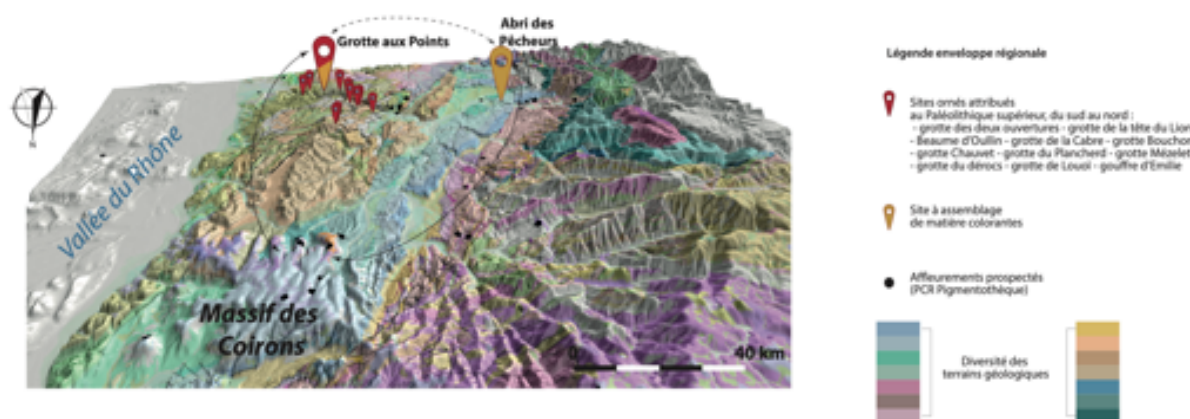


Figure III.11 : Vue 3D de l'espace entourant les gorges de l'Ardèche avec la figuration des formations géologiques (BRGM). Contextualisation des matières colorantes présentant la diversité des terrains géologiques à proximité des sites de la grotte aux Points et de l'abri des Pêcheurs - carte K. Génuite et conception C. Chanteraud

Dans le cas des matières colorantes de la grotte aux Points et de l'abri des Pêcheurs, la source de matière première exploitée n'a pu être retrouvée localement ou dans les environs (disparition, problème d'accessibilité ou non identifié). Si l'origine géographique de la source de matière première n'a pas été retrouvée, l'identification d'un type de gisement exploité constitue un résultat important et un apport majeur car il permet de guider les recherches à venir de ce (ces) gisement(s) aux échelles locale et régionale à partir des indices morphologiques, pétrographiques et géochimiques. Ces indices permettent en effet de définir pour ces lithologies A une minéralisation d'origine hydrothermale. L'association de fer hydrothermal avec des inclusions de céladonite nécessitant des conditions très spécifiques de formation : remontée de fluides hydrothermaux dans des environnements géologiques basaltiques. Ces formations ne sont pas rares localement et ont fait l'objet d'une exploitation intensive à l'ère industrielle dans le nord de la région. Cela a vraisemblablement conduit dans certains cas à leur disparition de l'environnement géologique de surface. La faible résistance mécanique de la céladonite n'autorise pas sa conservation dans la matrice ferrugineuse durant un transport alluvial, de même que dans un système gravitaire. De plus, la céladonite n'a jamais été documentée localement et aucune carte géologique n'en fait mention.

Malgré le manque de preuves tangibles, il paraît peu probable que les blocs colorants de la grotte aux Points et de l'abri des Pêcheurs aient une origine extra-régionale. La signature géochimique commune des matières colorantes mises au jour sur ces deux sites est notamment caractérisée par des teneurs importantes en As, Sb et Pb corrélées au fer. Ces mêmes caractéristiques géochimiques ont été mesurées sur les échantillons de matières riches en hématite dans les références de la Pigmentothèque : Bordezac, Pierremorte.

Des comparaisons avec des collections d'autres sites de la région n'ont pas révélé d'autres relations. Une extension géographique est toujours envisagée pour poursuivre les prospections thématiques à la recherche de formations hydrothermales pouvant présenter les caractéristiques décrites dans ces lithologies A.

Enfin, l'analyse des micro-prélèvements de paroi doit se poursuivre pour permettre de retrouver dans ces applications de matières sous forme de poudre les caractéristiques morphologiques et géochimiques de ces blocs de matières colorantes.

Production scientifique associée

- Claire Chanteraud. Matières colorantes et grottes ornées des gorges de l'Ardèche. Méthodes d'analyse des ressources et liens culturels au Paléolithique supérieur. : application à la grotte aux Points (Aiguèze, Gard, France), Matériaux. Université Savoie Mont Blanc, 2020. Français. <NNT : 2020CHAMA017>

Articles

- Chanteraud, C., Chalmin, E., Hoerlé, S., Salomon, H., and Monney, J. 2019. 'Relation entre les matières colorantes issues des fouilles et des parois ornées. Méthodologie et première perspective comparative à la Grotte aux Points (Aiguèze, Gard, France)', *Karstologia*, n°73, p.1-12.

- Claire Chanteraud, Emilie Chalmin, Matthieu Lebon, Hélène Salomon, Kevin Jacq et al. 2021. Contribution and limits of portable X-ray fluorescence for studying Palaeolithic rock art: a case study at the Points cave (Aiguèze, Gard, France). *Journal of Archaeological Science: Reports*, Elsevier, 37, pp.102898. <10.1016/j.jasrep.2021.102898>
- Marine Quiers, Claire Chanteraud, Andréa Maris-Froelich, Emilie Chalmin, Stéphane Jaillet et al. 2022. Light in the Cave: Opal coating detection by UV-light illumination and fluorescence in a rock art context. Methodological development and application in Points Cave (Gard, France). <hal-03383193v5>

Communications orales et posters

- Chanteraud C., Chalmin E., Hœrlé S., Salomon H., Monney J. « Première étude comparative des matières colorantes issues de la fouille de la grotte aux Points ». 21e colloque Groupe des Méthodes Pluridisciplinaires Contribuant à l'Archéologie, Rennes, 18-21 avril 2017
- Chanteraud C., Salomon H., Chalmin E., Monney J., Pradeau JV, Delannoy J.-J. « On Palaeolithic colouring agents: epistemological analysis of scientific process ». Colloque international de l'Union des Sciences Préhistoriques et Protohistoriques, Paris, 3-6 juin 2018.
- Chanteraud C., Chalmin E., Lebon M., Delannoy J.-J., Monney J. « *In situ* and laboratory analysis of colouring agents from multiple contexts in the Paleolithic rock art cave Grotte aux Points (Gard, France) » 42th International Symposium of Archaeometry, Merida (Mexique), 20-26 mai 2018
- Claire Chanteraud, Emilie Chalmin, Hélène Salomon, Julien Monney, Jean-Jacques Delannoy. Quelles sources de matières colorantes ferrugineuses dans les grottes ornées du canyon de l'Ardèche : Grotte aux Points et Abri des Pêcheurs ? (Gard et Ardèche, France), GMPCA, May 2019, Montréal, Canada
- Chanteraud, C., Quiers M., Maris-Froelich A., Chalmin E., Salomon H., Perrette Y. , Monney J. Lumière dans la grotte : stimulation UV et détection de films d'opale en contexte d'art pariétal paléolithique, GMPCA, Mai 2022, Chambéry

Financement

- PCR Datation Grottes ornées, porté par Julien Monney, financé par la DRAC Rhône-Alpes
 - projet MASCARA co-porté avec J.-J. Delannoy, AAP USMB, 2018-2019
 - projet STAN'Art co-porté avec J.-J. Delannoy, AAP USMB, 2015-2016
-

III.3. Les sites d'art rupestre schématique holocène

L'art rupestre schématique holocène est présent de la Péninsule ibérique à l'Italie, et documenté par plus de 140 sites en France méridionale (Figure III.13 ; Hameau 2002). L'expression pariétale schématique est l'un des corpus graphiques préhistoriques européens les plus importants, par conséquent en mesure d'apporter (i) un éclairage novateur et complémentaire sur les sociétés néolithiques et la distribution spatiale de leurs composantes culturelles ; (ii) et de participer à la compréhension des interactions culturelles intra et extra régionales. Si la majorité des données actuelles issues des travaux archéologiques tend à souligner une fréquentation des abris aux IV^e et III^e millénaires avant J.C., l'insertion chronoculturelle du corpus orné demeure encore incertaine.

Ce corpus de sites fait l'objet du projet de recherche de Claudia Defrasne, récemment recrutée en tant que chargée de recherche CNRS au sein du laboratoire EDYTEM. Nous travaillons ensemble déjà depuis 2015 lorsqu'elle a commencé à mettre en place des équipes interdisciplinaires pour l'étude de ces sites. Nous avons dès le départ co-construit les problématiques et développé une approche multi-échelle (paroi, site, groupes de sites), intégrée et intégrative impliquant archéologie, iconographie, sémiotique cognitive, anthropologie de la mémoire, géomorphologie et physico-chimie des matières colorantes.

L'objectif général de ce projet est de fournir des arguments solides et objectifs pour aider à la compréhension de la restitution des géographies et des dynamiques culturelles du Néolithique européen (PCR Graphein⁴²). Deux axes de recherche sont privilégiés : la temporalité de ces peintures rupestres et leurs relations à l'espace à différentes échelles.

Le développement d'une démarche adaptée est indispensable pour lever les principaux verrous identifiés : (i) une conservation possiblement différentielle des abris peints pouvant introduire un biais dans les analyses spatiales, (ii) une impossible datation directe des peintures couplée à une absence de contextes archéologiques associés et (iii) un manque de représentativité des analyses ponctuelles généralement mobilisées pour la caractérisation des matières colorantes. Il s'agit donc de développer (i) des analyses statistiques et spatiales des entités graphiques de l'échelle de la paroi à l'ensemble du corpus pour appréhender les structures syntaxiques et spatiales du discours schématique ; (ii) une étude taphonomique des parois et des analyses géo-physico-chimiques des matières colorantes pour aider à la compréhension de la chronologie de l'art schématique et de la distribution des figures à l'échelle des parois ; (iii) et des analyses géomorphologiques des sites et groupes de sites visant à caractériser le contexte physique des lieux lors de la réalisation des peintures, de distinguer la part des processus naturels et anthropiques dans leur configuration actuelle et d'établir une chronologie relative ensuite précisée au moyen de datations absolues.

⁴² Projet collectif de recherche « **Graphein** : de la syntaxe à la nature de l'art pariétal schématique holocène », porté par Claudia Defrasne, financement par la DRAC des régions AURA, PACA et Occitanie (2023-2025)

Dans ce contexte, nous nous sommes d'abord centrés sur l'étude de quelques sites ornés peints du corpus de peintures schématiques méditerranéennes, réparties de la péninsule ibérique au Piémont italien (Figure III.12). La sélection de sites de référence a permis de mettre au point la méthode d'approche.

L'étude de ces sites ornés alpins a donc débuté par l'analyse iconographique et celle des contextes archéologiques. L'étude des matières picturales a été investie pour accéder à l'identification des matières premières, l'analyse des traces laissées lors de leur préparation, leur application sur les parois et leur dégradation au cours du temps. Nous nous focaliserons ici sur deux d'entre eux : le Rocher du Château situé à 1750 m d'altitude dans la vallée de la Haute Maurienne (Bessans) et le Trou de la Féclaz, abri-sous-roche au pied d'une falaise du massif des Bauges (1140 m, St Jean d'Arvey), (Figure III.12).

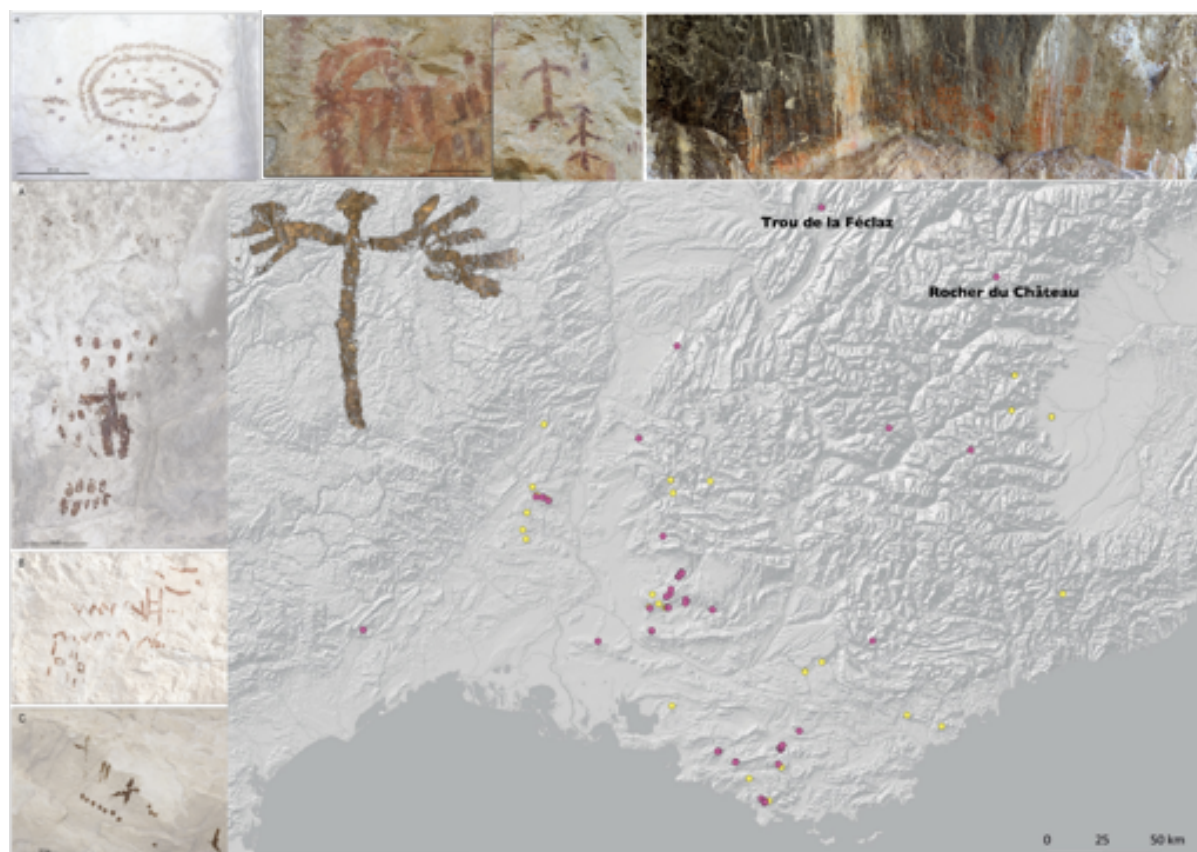


Figure III.12 : Distribution des sites à peintures et gravures schématiques en France méridionale et dans les Alpes occidentales et exemples de représentations graphiques. Localisation des sites d'études : Trou de la Féclaz (Massif des Bauges, St Jean d'Arvey) et Rocher du Château (Haute Maurienne, Bessans). En violet sont mentionnés les sites relevés depuis 2014 - Réalisation, photo et relevés C. Defrasne

III.3.1. Le Rocher du Château (Bessans)

Équipe impliquée

Claudia Defrasne, Jean-Jacques Delannoy, Aurélie Chassin de Kergommeaux*, Charlotte Bianco, Julien Jacquet* (EDYTEM) ; Ludovic Bellot-Gurlet (Monaris) ; Eric Thirault (Archéorient) ; Pauline Martinetto, Pierre Bordet (Institut Néel), Florian Kergoulay, Nils Blanc (ESRF)



Figure III.13 : Le Rocher du Château (Bessans, Haute Maurienne), photo aérienne par drone S. Jaillet

Contexte et problématique

Le site du Rocher du Château, situé à Bessans (1750 m, Savoie, France, Figure III.13) dans la haute vallée de la Maurienne, est l'un des rares sites à peintures pariétales des Alpes occidentales. Trois campagnes de fouille ont été conduites entre 1997 et 2003 et ont permis de confirmer deux occupations néolithiques principales entre 4600 et 4000 ans avant J.C. et 3500 et 2300 ans avant J.C. (Thirault 2006, Thirault 2008). Le caractère remarquable de ce site vient notamment de la présence, dans les niveaux archéologiques de la seconde moitié du Ve millénaire avant J.C. qui témoignent de la fréquentation du site par des groupes de culture VBQ (Vasi a Bocca Quadrata) caractéristiques du nord de l'Italie, de quelques blocs de matières colorantes plus ou moins compacts et de deux fragments de galets présentant une ou deux surfaces peintes. Cette découverte est une opportunité unique pour tenter de corréliser la réalisation des peintures à une période d'occupation. L'utilisation des techniques analytiques vise donc ici à caractériser les différentes matières présentes en paroi (matière picturale) et dans les niveaux archéologiques (matières colorantes et objets colorés) ainsi qu'à identifier les indices permettant d'effectuer des comparaisons (Defrasne et al. 2019).

De nouveaux éléments de compréhension des matières colorantes

Dans la continuité du travail publié en 2019, il a été possible d'approfondir l'analyse des micro-prélèvements de paroi ainsi que d'identifier des origines géologiques potentielles des blocs de matières découvertes en fouille, à partir du travail de master 2 d'Aurélie Chassin de Kergommeaux (2019). Ces analyses ont permis d'effectuer des rapprochements ou au contraire de souligner des différences significatives. Elles mettent notamment en évidence des provenances différentes (certains objets ont probablement été extraits de filons) ainsi qu'une possible diversité de préparation. Quant à la comparaison entre les matières colorantes trouvées dans les sédiments avec les peintures, elle demeure délicate en raison de la mauvaise préservation de ces dernières. Toutefois, les éléments majeurs présents dans les matières colorantes archéologiques semblent présents dans les peintures. En effet, on retrouve du quartz, de l'hématite, des phosphates de calcium (apatite) et de la phengite dans les deux types d'objets (Figure III.14a et b). Cependant, le quartz analysé n'est pas nécessairement diagnostique de la matière colorante. De plus, le phosphore sous forme de microcristaux d'apatite qui semble être une signature de la matière colorante issue des blocs non cohésifs trouvés dans les sédiments (Figure III.14b) ne peut pas être identifié avec certitude dans les micro-prélèvements car (i) les microcristaux ne sont pas détectables par micro-DRX (ligne BM2, ESRF) et (ii) la présence de phosphore dans les encroûtements vierges de paroi n'est pas systématique. Enfin les analyses PIXE (proton induced X-ray emission, réalisées sur l'accélérateur Grand Louvre AGLAE) n'ont pas permis d'identifier dans les micro-prélèvements des éléments lourds comme le baryum, le plomb, l'arsenic ou le molybdène qui sont pourtant présents dans certains des artefacts. En effet, la couche de matière colorante est trop fine (quelques microns) et donc les limites de détection pour ces éléments lourds sur AGLAE restent insuffisantes pour détecter de si faibles quantités.

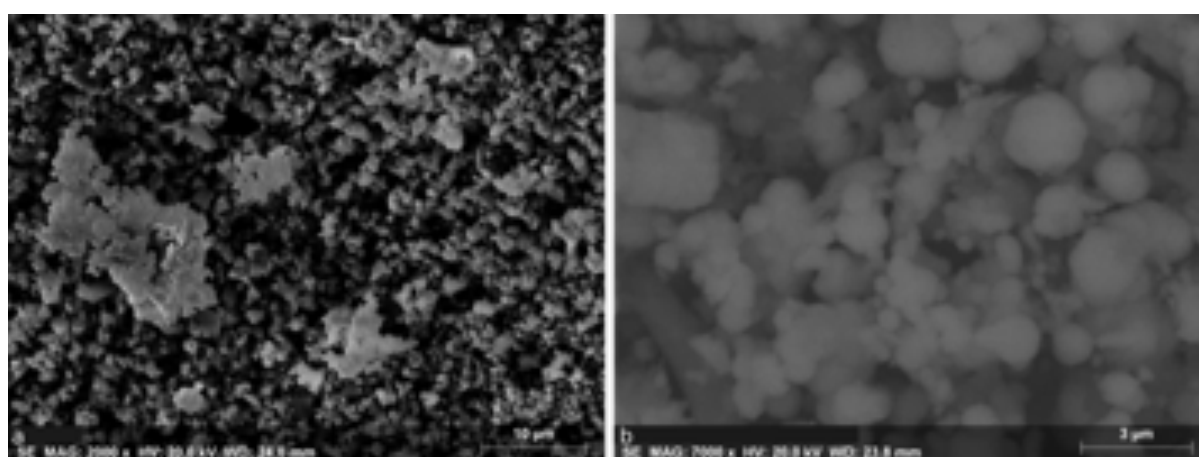


Figure III.14: Microphotographies MEB obtenues sur des vestiges (blocs non cohésifs) du Rocher du Château (Bessans) : a) morphologie de cristaux d'hématite et b) de sphérules d'apatite. A. Chassin de Kergommeaux

Une nouvelle échelle d'observation a été investie pour mieux appréhender les processus taphonomiques venant interférer avec la lecture et la visibilité des peintures. Une observation des états de surface sur l'ensemble de la paroi a donc été menée à différentes échelles et combinée avec une étude des eaux de ruissellement des parois (Chassin de Kergommeaux, à soumettre). Il s'agit donc de faire le lien entre les différents états de paroi et la composition minéralogique identifiée dans les microprélèvements. Cette lecture de la paroi s'accompagne d'une compréhension des processus de mise en place des reliefs et de ces surfaces accessibles par l'apport de la géomorphologie.

L'apport de la géomorphologie

Actuellement, l'approche géomorphologique du Rocher du château est abordée dans la thèse de Julien Jacquet, co-dirigé avec J.-J. Delannoy, qui s'inscrit dans l'intérêt de définir les paysages des sites ornés de montagne dans leur temporalité. Définir ces paysages nécessite de faire la part entre le milieu et le paysage et donc de mettre en avant la place de l'humain. Aborder les sites ornés de montagne présente un défi majeur lié à la complexité de cet objet non datable, vulnérable et ne disposant que très rarement de sol ayant pu enregistrer les occupations passées.

Seule une approche intégrée globale permet de relever ce défi en recherchant tous les indices pour retracer l'évolution du paysage de ces sites. Plus particulièrement dans le cadre de l'étude du Rocher du Château, l'étude géomorphologique a pour objectif :

- d'interroger les morphologies de la paroi en les spatialisant les unes par rapport aux autres ;
- d'investiguer les processus à l'origine de ces morphologies et rendre compte de leur répartition afin de comprendre les mécanismes qui ont eu et/ou ont encore lieu sur la paroi ;
- d'établir la morphogenèse et les évolutions physiques du support et de renseigner des jalons chronologiques antérieurs, synchrones et postérieurs à l'ornementation du site via cette reconstitution géomorphologique (marqueurs morpho-chronologiques des évolutions physiques de la paroi).

Les premiers relevés mettent en évidence différents ensembles morphologiques (Figure II.16) :

- (1) des zones striées et polies par les glaciers lors du Dernier Maximum Glaciaire, antérieurs à l'ornementation de la paroi ;
- (2) un réseau de fracturation qui traduit la détente mécanique de l'encaissant rocheux à la fin du dernier épisode froid en Haute-Maurienne ;
- (3) des niches d'arrachement et des zones de départ de blocs montrant la décohésion localisée de l'encaissant rocheux.

Afin de comprendre plus en détail ces effets de fracturation et de chutes de blocs, des échantillons de la roche (serpentinite) ont été examinés afin de caractériser

pétrographiquement la paroi. Il en ressort que ces processus mécaniques post-glaciaires et gravitaires pourraient être corrélés à la texture de la roche : dans certains secteurs de la paroi, la serpentinite est moins cohésive et donc moins résistante. Ces faiblesses de l'encaissant rocheux faciliteraient donc la fracturation, l'infiltration et le ruissellement de l'eau à l'intérieur du volume rocheux, et la décohésion de la roche en surface.

Cette approche géomorphologique complémentaire qui s'étend sur la surface de la paroi et interroge les sols permettra à terme de répondre à des questions d'accessibilité pour la réalisation du panneau des cerfs situé à plus de 2,5 m du sol actuel en comprenant l'évolution du milieu (effondrement, érosion, déplacement volontaire de blocs, accumulation sédimentaire, ...). Grâce à la cartographie géomorphologique du sol et de la paroi (Figure II.16), il est possible de mettre en corrélation des événements, comme la mise à nu d'une paroi ornée suite à un effondrement. Il est alors possible de comprendre les différentes taphonomies de paroi en fonction des générations d'écroulements et de faire la part entre des traces naturelles (comme les stries glaciaires) et les tracés anthropiques (piquetage).

En spatialisant les différents encroûtements sur le modèle numérique et en croisant avec les analyses minéralogiques à partir des micro-prélèvements, l'utilisation de caméra hyperspectrale offre des perspectives intéressantes pour accéder à la lecture chronostratigraphique des peintures vis-à-vis des encroûtements (dessus, dessous, ou entre deux).

Conclusion et perspectives

Les matières colorantes présentes sous différentes formes sur le site du Rocher du Château offrent la possibilité d'accéder aux différentes étapes de la chaîne opératoire de la matière picturale mais également de proposer un cadre chronologique à ces peintures. Après avoir pu isoler le signal de la matière picturale de celui de l'environnement de la paroi rocheuse, les analyses révèlent une apparente homogénéité de la composition des peintures à l'exception des grilles blanches ainsi que des éléments communs à la composition d'objets colorés et colorants trouvés dans les sédiments au pied de la paroi. De plus, certains de ces artefacts présentent une morphologie des cristaux d'hématite ainsi qu'une composition géochimique propice à une origine hydrothermale. Bien que la question de la provenance n'ait pas été résolue avec l'étude de matière géologique provenant du site de Mâchefer, ancienne mine, à proximité, de nouvelles prospections dans les Alpes doivent être menées afin d'identifier d'autres sources possibles.

Les études géomorphologiques en cours aideront à l'interprétation taphonomique de la paroi et de sa distribution spatiale, grâce à une meilleure compréhension de la circulation de l'eau et de la chronologie de la chute des blocs, en s'appuyant sur les informations révélées sur la paroi et au sol.

La découverte de nouveaux aplats de peinture en hauteur soulève la question d'une conservation différentielle en fonction de la position sur la paroi mais aussi celle d'une accessibilité de certaines parois plus étendue qu'imaginée initialement. En couplant l'observation macroscopique avec l'utilisation de l'imagerie hyperspectrale, il s'agit donc de retourner sur le site et prospecter une plus large plage de paroi que celle déjà investiguée.

Production scientifique associée

Articles

- Chassin de Kergommeaux A., Chalmin, E., Defrasne, C., Bordet, P., Jacquet, J., Lemasson, Q., Le Turnier, M., Martinetto, P., Rossi, M., Soufi, F. 'Comparing the pictorial matter of Holocene schematic rock art with geological and archaeological colouring materials: methodological proposals at the Rocher du Château site ?', A soumettre à *Journal of archaeological method and theory*
- Defrasne, C., Chalmin, E., Bellot-Gurlet, L., et al. 2019. 'From archaeological layers to schematic rock art ? Integrated study to the Neolithic coloring materials at the Rocher du Château site (Bessans, Savoy, France)', *Journal of Archaeological research*. 11(11), p. 6065-6091.
- Defrasne, C., Bellot-Gurlet, L., Chalmin, E., Thirault, E., 2017. 'Analyses physico-chimiques des peintures rupestres du Rocher du Château', *La Rubrique des patrimoines de Savoie* 39, 28-30.
- Defrasne, C. and Chalmin, E. 2015. 'Les peintures rupestres du Rocher du Château à Bessans : nouvelles techniques, nouveau regard', *La Rubrique des patrimoines de Savoie*, 36, 22-23.

Communications orales

- Chassin de Kergommeaux, A., Defrasne C., Lemasson Q., Kergoulay F., Martinetto P., Goemaere E., Chalmin E. Comparer les rouges. L'étude taphonomique des parois, un pré-requis de l'analyse des matières colorantes liées à l'art rupestre, GMPCA, Mai 2022, Chambéry
- Chalmin E., Defrasne C., Bellot-Gurlet L., Thirault E. Neolithic rock art at the Rocher du Château site (Bessans, Savoy, France): the input of the coloring matter study, IFRAO, Valcamonica (Italie), 29 août-2 septembre 2018
- Chalmin E., Defrasne C., Bellot-Gurlet L., Thirault E. Integrated study of Neolithic rock art at the Rocher du Château, a striking rock on a transalpine route (Bessans, Savoy, Vallée de la Maurienne, France), Colloque international de l'Union des Sciences Préhistoriques et Protohistoriques, Paris, 3-6 juin 2018

Financement

- projet d'opération archéologique programmé « Le Rocher du Château », porté par Claudia Defrasne et financé par la DRAC Rhône-Alpes
 - projet MIRA co-porté par J.-J. Delannoy, C. Defrasne et E. Chalmin, AAP USMB (2022-2023)
 - projet MASCARA co-porté par J.-J. Delannoy et E. Chalmin, AAP USMB (2018-2019)
 - projet MASCARA porté par J.-J. Delannoy, IRS, IDEX UGA, 2019
 - projet ARMONT, « Etude de l'art rupestre en milieu de montagne », porté par J.-J. Delannoy, AAP USMB, 2018
 - projet PATRIMALP, co-porté par L. Rivière (LUHCIE), P. Martinetto (I. Néel), CDP IDEX UGA, 2018-2021
-

III.3.2. Le Trou de la Féclaz (St Jean-d'Arvey)

Équipe impliquée

Claudia Defrasne, Jean-Jacques Delannoy, Emmanuel Malet, Marianne Le Turnier* (EDYTEM) ; Bernard Schmitt (IPAG) ; Ludovic Bellot-Gurlet (Monaris)

Contexte et problématique

Le Trou de la Féclaz, situé à Saint-Jean d'Arvey (Savoie), est un site représentatif des peintures schématiques post-glaciaires des Alpes occidentales françaises (Figure III.15). C'est l'un des sites les plus décorés, avec plus de 250 marques et signes. De plus, ce site est remarquable par la variété des couleurs et par la présence de matières colorantes disponibles directement sur le site. Toutes ces caractéristiques font du Trou de la Féclaz un excellent cas d'étude pour comprendre l'utilisation des matières colorantes dans les peintures. L'objectif de cette étude est de réaliser des analyses chimiques de micro-échantillons prélevés sur les figures, et de les comparer aux références géologiques identifiés directement en pied de paroi, afin de les corroborer, et ainsi de pouvoir aborder la question de provenance. Une telle comparaison entre les matières colorantes picturales et géologiques présente encore quelques obstacles méthodologiques. L'étude menée a tenté d'en résoudre certains et permet, pour la première fois, d'évoquer un approvisionnement local de matières colorantes pour la production d'art rupestre.

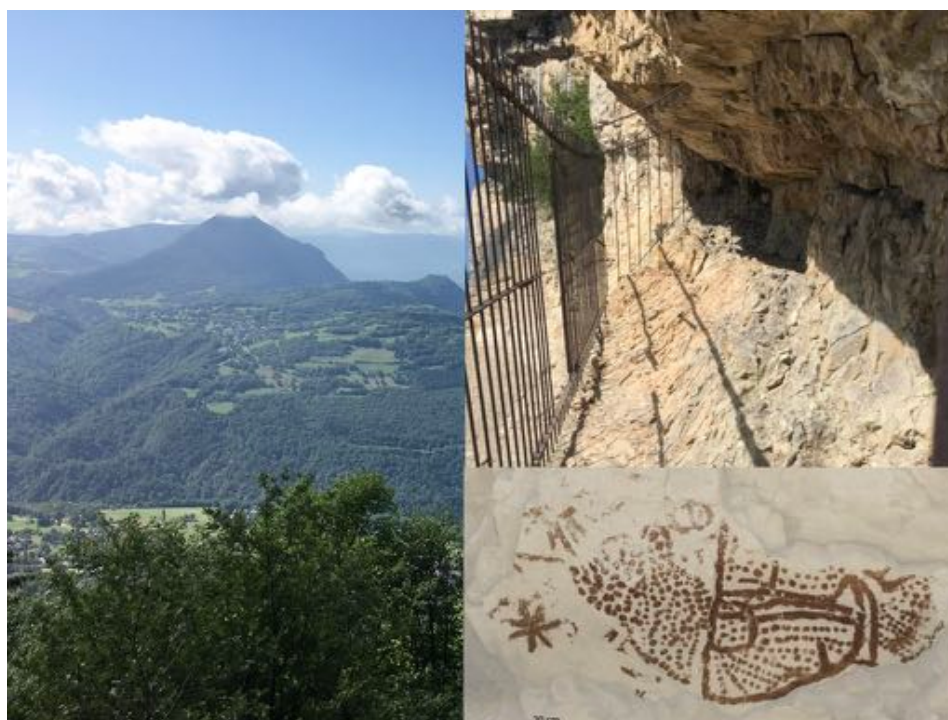


Figure III.15 : Le Trou de la Féclaz, point de vue depuis l'abri, vue de la vire rocheuse depuis l'intérieur de la grille et détail d'un panneau orné. Relevé C. Defrasne, photo E. Chalmin

Présentation du site

Signalé en 1972, l'abri-sous-roche du Trou de la Féclaz (Saint-Jean-d'Arvey) est situé sur une vire au sud du massif des Bauges à 1140 mètres d'altitude dans la partie inférieure des falaises de calcaire Urgonien du Mont Peney (1356 m) (Ayroles et Porte 1984). En position dominante, cet abri-sous-roche peu profond surplombe le plateau de la Leysse, le bassin de Chambéry et la Combe de Savoie (Figure III.15). L'abri orienté vers le sud-est (130°) se distingue de la plupart des autres sites à peintures schématiques par le nombre, la densité, la bonne conservation des vestiges graphiques et la diversité des matières colorantes utilisées. Cinq teintes différentes sont identifiables : rouge foncé, rouge clair, jaune, noir et orange.

Une couverture photographique de la paroi rocheuse a été réalisée en 2017 afin d'inventorier l'ensemble des marques et figures selon une méthode publiée par ailleurs (Defrasne 2021). En 2018, un modèle 3D de l'abri combinant la photogrammétrie de la zone décorée, la lasergrammétrie de l'abri et la photogrammétrie par drone de l'environnement du site a été réalisé. 265 unités graphiques ont été identifiées, ce qui fait du site du Trou de la Féclaz l'un des plus importants du corpus d'art rupestre schématique de France. Les représentations iconographiques sont variées (ponctuations, figures cruciformes, figures en forme de flèche, figures en forme de soleil, carrés, marques simples) et organisés en groupes, alignements ou encore en cercles (Figure III.15).

L'abri-sous-roche présente également la particularité de se situer dans des couches calcaires attribuées à l'Hauterivien ou Barrémien inférieur présentant naturellement des couleurs vert et jaune pouvant s'accroître dans le rouge intense au pied même de l'abri.

Analyse des matières colorantes : objectifs et méthodologie

Les analyses des matières colorantes ont pour but : (i) d'examiner la diversité des matières colorantes utilisées, leurs modes de préparation et de s'interroger sur la synchronie de leur réalisation ; (ii) de déterminer la nature, organique ou minérale, des matières colorantes noires utilisées ; (iii) de statuer sur l'authenticité de certaines figures ; (iv) d'identifier les sources potentielles d'approvisionnement.

L'un des points centraux de cette étude a été la comparaison des matières géologiques et picturales afin d'identifier les sources d'approvisionnement possibles et ainsi éclairer les pratiques sociales qui entouraient l'acte graphique.

L'étude des matières colorantes menée depuis 2019 sur le site du Trou de la Féclaz est pleinement intégrée dans une approche interdisciplinaire et multi-échelle (du macroscopique au microscopique, voire au nanoscopique) de l'abri-sous-roche et systématiquement couplée à

l'étude de la taphonomie de la paroi. La méthode employée est celle décrite précédemment (*cf. supra*, II.2). Les spectroscopies Raman et de réflectance diffuse sur dispositif portable ont été mobilisées *in situ*.

Dix-neuf micro-échantillons ont été réalisés en 2019-2020, dont 11 sur les zones décorées et 8 sur les parois. L'emplacement des micro-échantillons a été sélectionné (i) pour acquérir un échantillon représentatif de l'ensemble de la palette de couleurs utilisée dans l'abri ; (ii) pour questionner le synchronisme de certaines associations d'entités graphiques ou le synchronisme des différentes composantes d'une même figure. L'ensemble des résultats obtenus lors du stage de master 2 de M. Le Turnier* font l'objet d'un article en cours de finalisation pour relater les relations entre les différentes matières picturales et avec les matières géologiques locales

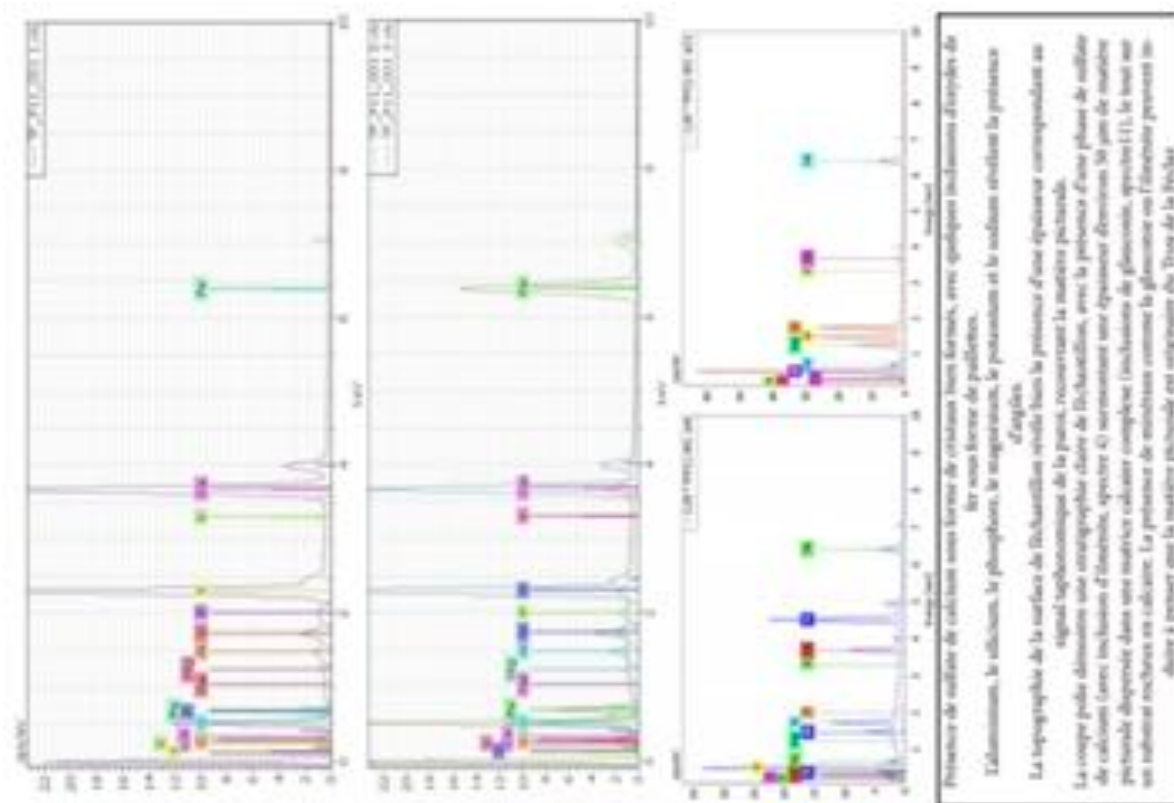
Analyse des matières colorantes : résultats et interprétation

Echantillons géologiques

Les échantillons de références géologiques prélevés au pied l'abri-sous-roche et dans la paroi rocheuse sont constitués d'un calcaire complexe dans lequel il est possible d'observer des cristaux d'oxydes de fer cimentant le calcaire dans les parties qui ont recristallisé, donnant ainsi cette forme très géométrique au réseau formé dans le calcaire. Aussi, la présence de glauconite a été confirmée par la morphologie granuleuse de grains verts. D'autres minéraux ont également été identifiés, tels que le zircon, la pyrite, la dolomite ou encore l'ilménite (TiFeO_3). L'accumulation de ces différents éléments apporte des indices quant à la nature détritique du calcaire du Trou de la Féclaz, permettant de l'attribuer à l'Hauterivien ou Barrémien inférieur, comme le suggère la comparaison avec les cartes géologiques identifiant ces faciès comme marneux et de couleur « rougeâtre » (note explicative Infoterre n°725 (Chambéry)).

Prélèvements de paroi

L'ensemble des résultats obtenus sur chacun des prélèvements de paroi fait l'objet d'une fiche de synthèse rassemblant la localisation sur le panneau, la figure, la photographie du prélèvement sous loupe binoculaire et les résultats obtenus par MEB-EDS (Figure III.16).



TFB_20_P11 (Figure TFBh81) : paroi ornée

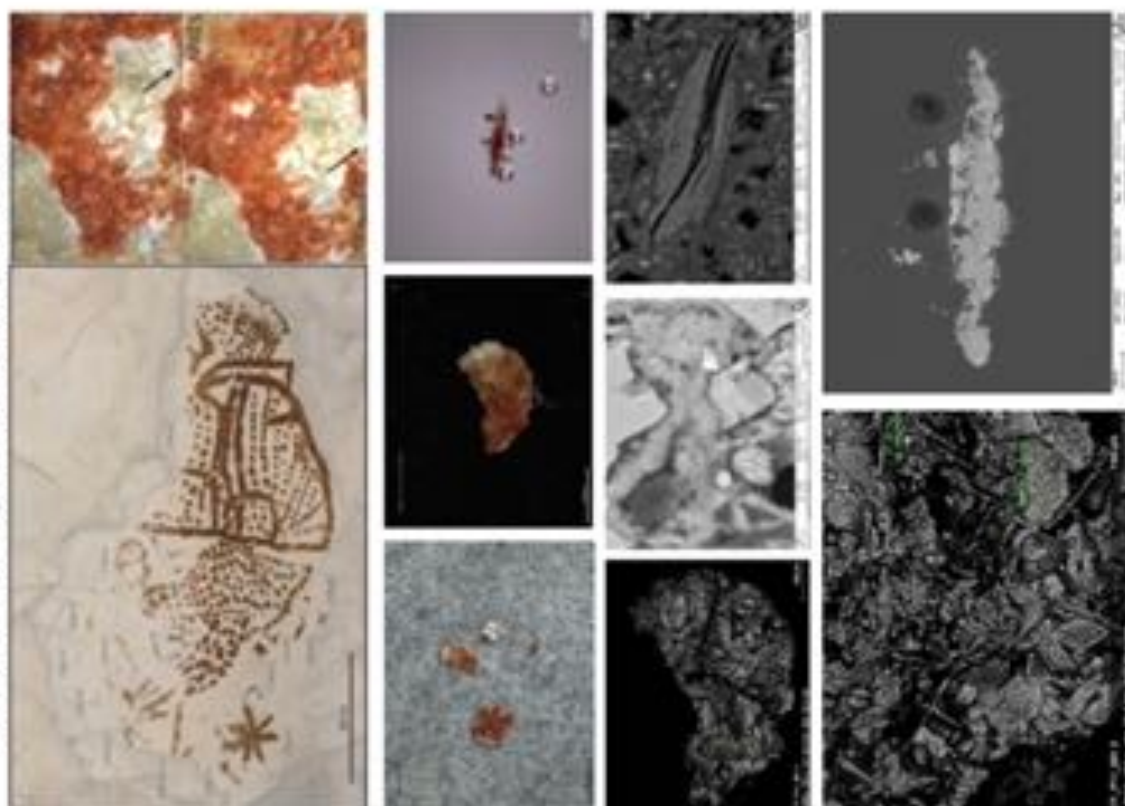


Figure III.16 : Exemple d'une fiche de synthèse rassemblant les résultats obtenus sur l'échantillon TFB_20_P11 de l'abri du Trou de la Fêclaz. Réalisation M. Le Turnier

Les observations des micro-prélèvements de paroi vierge à différents grandissements permettent d'évaluer une certaine homogénéité entre les différents micro-prélèvements provenant pourtant de panneaux différents, d'orientations différentes. Elles mettent en évidence la présence de deux couches cristallines quasi-systématique (sur paroi vierge et ornée) : une couche opaque blanche sous-jacente et une couche supérieure de larges cristaux translucides dont la couleur varie du blanc, jaune jusqu'à l'orangé. Les épaisseurs de chacune des couches sont difficiles à évaluer sans préparation spécifique et selon les zones prélevées. Cette couche supérieure de cristaux identifiés comme étant du gypse rend l'accès à la matière picturale plus délicate. Cette matière apparaît diffuse et non pas comme une couche distincte. Seule la préparation de coupes transversales après immersion dans la résine permettra de vérifier si l'épaisseur de la couche de peinture est estimable.

Pour les échantillons noirs (TF_P01 et TF_P03), les identifications minérales ont principalement été obtenues par spectroscopie Raman (collaboration avec L. Bellot-Gurlet, laboratoire Monaris). Dans les deux cas, le pigment est d'origine carbonée. Une grosse différence d'épaisseur de matière picturale est observée pour l'échantillon TF_P01, qui suggère une réalisation avec une matière pâteuse et épaisse additionnée de sulfate de baryum bien cristallisé. Etant données la localisation de cette ponctuation (à proximité d'un grand nombre de graffiti), la bonne conservation (épaisse couche de 100 µm), la couleur gris foncé, l'absence ou quasi absence de phase d'encroûtement comme le gypse ou l'oxalate de calcium, ainsi que la présence de cette barytine, la question de la réalisation récente de cette figure doit être envisagée. De plus, le choix de la surface rocheuse, en dehors du plafond sur lequel sont peintes toutes les autres plages de ponctuations, vient renforcer cette hypothèse.

Au contraire, l'autre échantillon noir (TF_P03) présente de fins cristaux de sulfate de calcium type gypse (entre 2 à 10 µm de longueur), des grains de calcium soit sous forme d'oxalate soit sous forme de carbonate, des alumino-silicates associés à du Mg, et des cristaux de phosphate de calcium (type apatite) sous la forme d'une plaquette émoussée d'environ 15 µm de diamètre.

A partir des observations au MEB-EDX, il a donc été possible d'identifier différentes morphologies et différentes chimies, permettant d'identifier plusieurs minéraux :

- le sulfate de calcium : ce minéral présent sous la forme de cristaux géométriques de taille pouvant varier entre 5 et 50 µm (Figure III.17a) pourrait s'apparenter au gypse $\text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ ou à l'anhydre CaSO_4 . Ce gypse recouvre systématiquement de façon plus ou moins continue la matière colorante sous forme d'une couche cristalline. Nous considérons cette phase comme caractéristique d'un encroûtement lié à l'altération de la paroi qu'il est difficile de voir à l'œil nu car celle-ci est fine et translucide. Il s'agit d'un sel très soluble qui peut précipiter facilement lors des périodes sèches. Ce minéral ne renseigne donc pas sur la matière colorante directement mais doit être considérée avec intérêt pour comprendre la taphonomie de paroi ;

- le sulfate de baryum est identifié dans 3 prélèvements (TF_P01 (noir), TF_P05 (rouge clair) et TF_P07B (rouge)) et se présente sous forme de fines baguettes (Figure III.17b). Ce sulfate de baryum, ou barytine, peut être naturellement associé aux oxydes de fer dans certaines formations géologiques et donc être un marqueur d'origine de la matière colorante, mais il peut également se trouver naturellement dans la roche mère (ici accumulation possible dans une roche sédimentaire), ou encore avoir été ajouté de façon intentionnelle pour sa couleur blanche pour jouer sur la nuance du pigment (cas de l'échantillon gris TF_P01, mais en trop faible quantité dans les autres prélèvements pour modifier la couleur rouge ; le rouge clair ne peut s'expliquer par la présence d'une plus grande quantité de sulfate de baryum par rapport au rouge plus sombre). L'absence de sulfate de baryum est confirmée dans les prélèvements de paroi vierge ;
- une matrice argileuse contenant des cristaux de carbonates de calcium et de carbonate de magnésium pour les micro-prélèvements rouge foncé et rouge clair. Cette matrice est cohérente avec la nature du substrat rocheux (calcaire magnésien). La morphologie des cristaux d'oxydes de fer d'une taille inférieure à 2 µm est difficilement reconnaissable.

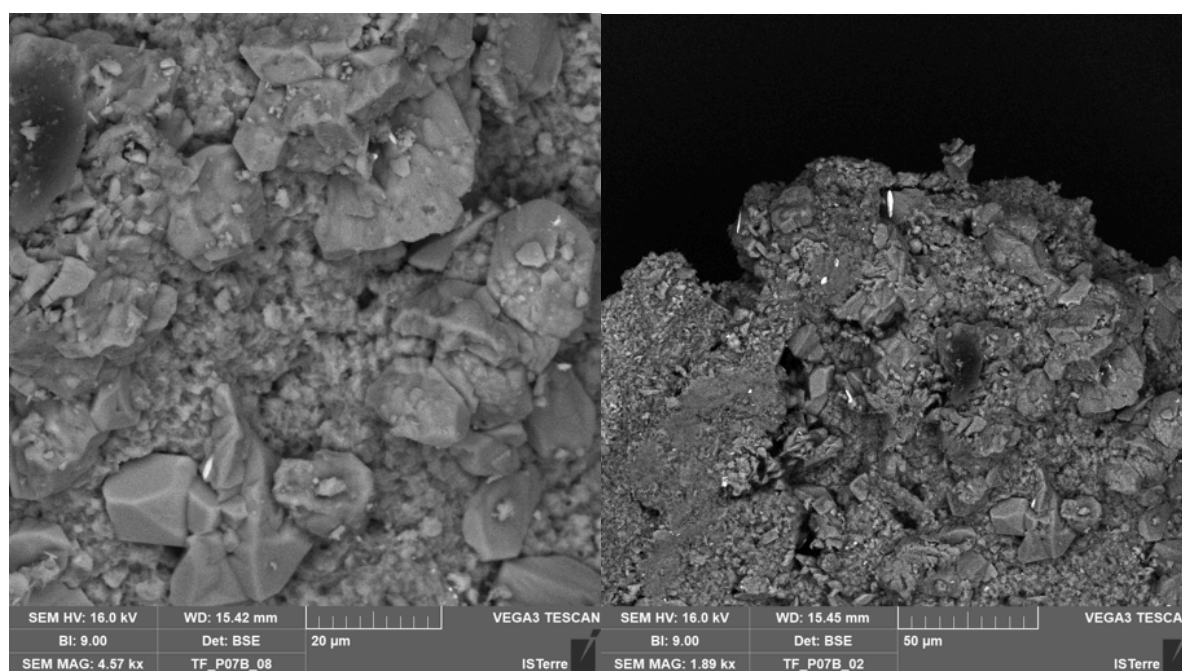


Figure III.17 : Observation de micro-prélèvements du Trou de la Féclaz au MEB-EDX (Tescan VEGA 3, Isterre) : (a) TF_P05 (rouge clair) : observation de cristaux parallélépipédiques fracturés de sulfate de calcium. (b) TF_P07B : enchevêtrement de baguette de sulfate de baryum. M. Le Turnier

L'observation de coupes polies de matière picturale rouge au MEB-FEG a permis d'accéder non seulement à la stratigraphie des échantillons, indiquant clairement la présence d'une couche de sulfate de calcium en surface, mais également à la répartition de la matière picturale dans le microprélèvement et le substrat calcaire (Figure III.18). Il est possible d'estimer l'épaisseur de la couche picturale à partir du signal du fer dispersé dans une matrice calcaire sur une épaisseur d'environ 50 µm. Cette couche picturale présente plusieurs

minéraux caractéristiques de la formation géologique, comme la dolomite et la glauconite mesurant toutes deux environ 10 µm et une inclusion d'ilménite de 2 µm. L'accumulation de ces différents minéraux apporte des indices quant à la nature de cette matière picturale correspondant à un calcaire complexe comme celui présent au pied de la vire. Ce qui pourrait indiquer l'utilisation d'une matière locale.

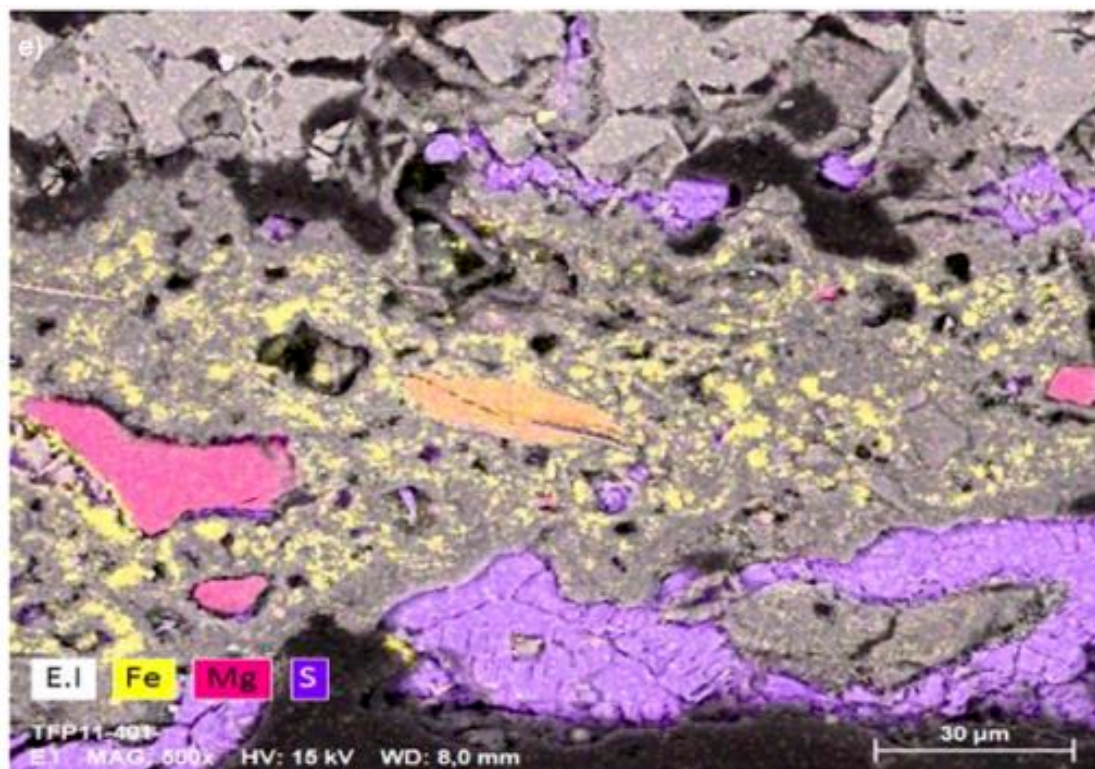


Figure III.18 : Image MEB-FEG (I. Néel) de l'échantillon TF_P11_401 (Trou de la Féclaz) : cartographie montrant la couche de matière picturale dispersée dans la matrice calcaire contenant des cristaux de dolomite (Mg) et de glauconite (Fe et Mg, orange) piégée entre deux couches de sulfate de calcium (S) dont une plus épaisse à l'extérieur (en bas) et déposée sur une couche de carbonate de calcium avec de larges cristaux géométriques (en haut) - S. Pairis

Pour mieux comprendre la présence des phases d'altération et la bonne conservation de la matière picturale, nous avons poursuivi l'observation de la paroi à l'échelle du panneau et de l'abri.

Approche taphonomique

Au Trou de la Féclaz, une grande hétérogénéité des aspects de la surface de la paroi est notable. Il est donc question de savoir s'il existe une corrélation entre la nature du support et l'état de surface. L'objectif de cette étude taphonomique est de comprendre la répartition des faciès d'altération mis en évidence, pour *in fine*, tenter de les rattacher à des processus d'altération bien précis et enfin comprendre leur impact sur les peintures. La question de la relation entre le choix du support et le type de représentation se pose lorsque l'on considère

la façon dont la topographie de surface impacte le tracé des figures, et leur emplacement. Il est également possible que certaines phases d'altérations aient directement servi de point de départ à certaines réalisations.

Un première étape consiste en l'identification de différents types d'altération :

(i) les altérations biologiques et/ou chimiques (Figure III.19) : les encroûtements et revêtements ;



Figure III.19 : Exemples d'altérations biologiques et/ou chimiques observés au Trou de la Féclaz : a) efflorescence et b) revêtement sombre. Macrophoto M. Le Turnier.

(ii) les altérations physiques : corrosion (piquetage), desquamation, lamination, griffures et diaclase.

Ensuite tous les faciès identifiés ont été replacés dans une orthophotographie de la paroi afin de les spatialiser (Figure III.20). L'une des difficultés majeures pour la réalisation d'une cartographie tient dans la distinction des faciès, et dans leur localisation précise. En effet, il est rare de constater la présence d'un seul faciès, mais il est fréquent d'observer des superpositions. Il est donc plus difficile de les distinguer les uns des autres, mais également plus difficile de les représenter sur une carte. En effet, alors que la carte désigne une surface en deux dimensions, les encroûtements, en se superposant, intègrent une troisième dimension. Il est alors question de trouver une alternative permettant de montrer ces superpositions tout en respectant les contraintes du « format » de la carte.

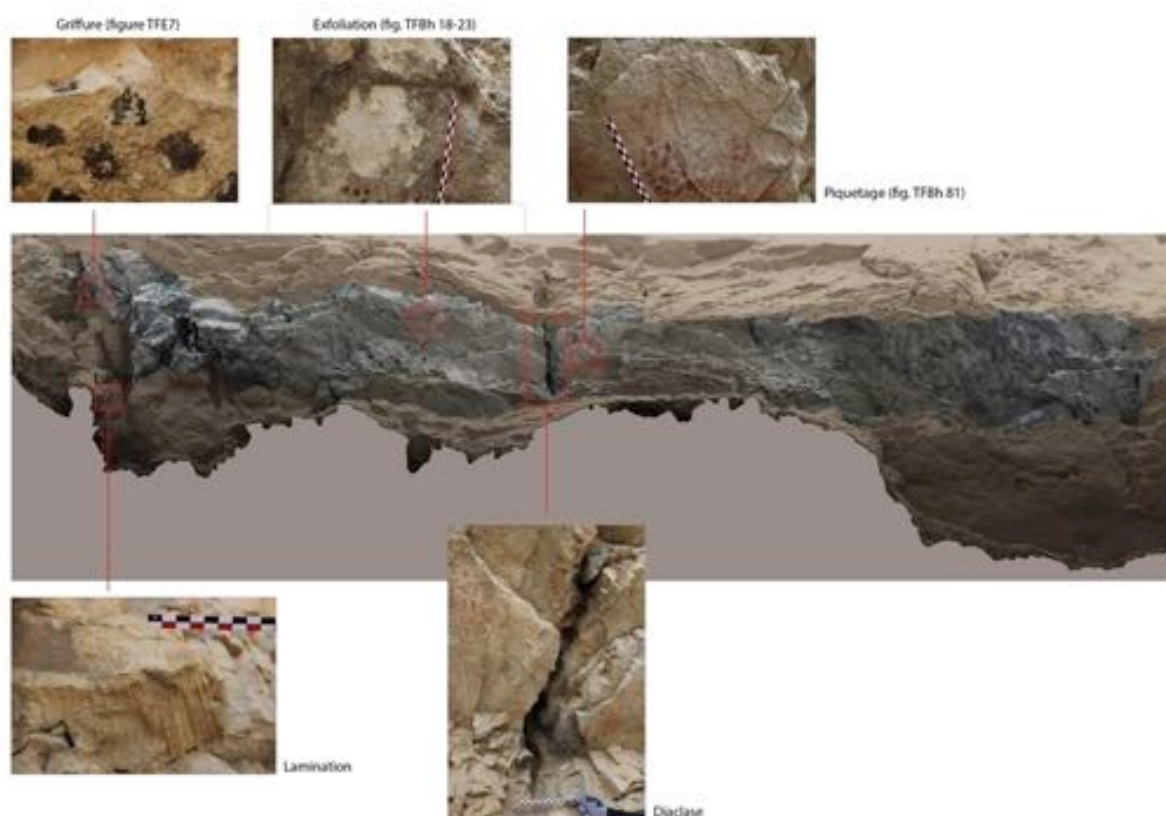


Figure III.20 : Orthophotographie du panneau orné du Trou de la Féclaz habillé des différents faciès d'altérations physiques identifiés. Le haut de la paroi est situé du côté droit de l'image. Orthophotographie O. Veissière, habillage J. Jaquet, réalisation M. Le Turnier

Restituer une chronologie relative de ces faciès superposés a été envisagé. Si l'on parvient à retrouver une succession de phases d'altérations, il sera éventuellement possible de comprendre leur superposition et de les caler chronologiquement. Cette hypothèse reste à vérifier, sous réserve que les faciès puissent se retrouver de façon régulière permettant alors d'établir cette chronologie relative. En effet, si les variations au sein du panneau sont trop grandes, il sera probablement plus complexe et moins fiable d'interpréter la superposition des faciès. De même, si les circulations de fluides pouvant impliquer des altérations évoluent au cours du temps, il peut être difficile de restituer cette dynamique. Par ailleurs, il est nécessaire de comprendre dans un premier temps les processus qui impliquent de tels effets, pour ensuite voir si ces derniers sont contemporains ou non.

En complément de ce projet de cartographie, il semble pertinent de croiser les résultats obtenus par ailleurs avec la répartition à l'échelle macroscopique des faciès relevés sur la paroi. Mettre en regard ces deux échelles d'observation n'est pas aisée, et la superposition des faciès complique la lecture et les corrélations restent encore difficile à établir. De plus, le film de sulfate de calcium est tellement fin et transparent qu'il n'est pas identifié sous un faciès

d'encroûtement particulier, et donc impossible à représenter sur une cartographie à l'échelle de la paroi.

Conclusion

Pour la première fois dans l'étude de l'art rupestre schématique, et plus largement dans l'archéologie de l'art rupestre, on peut envisager une comparaison entre la matière picturale et la matière géologique et supposer un approvisionnement *in situ*. Les implications archéologiques et anthropologiques sont importantes. Cela signifie que la matière picturale a été préparée *in situ* et que les matières colorantes sont locales et n'ont pas fait l'objet d'échanges particuliers. Peut-être la présence de ces matières colorantes dans l'abri a-t-elle également contribué à sa sélection pour des pratiques sociales impliquant l'acte graphique. Cela pourrait faire écho à d'autres configurations similaires dans le corpus du sud de la France. Si un seul autre abri a été identifié comme contenant des matières colorantes géologiques locales (abri-sous-roche Otello, Saint-Rémy-de-Provence, Bouches-du-Rhône), plusieurs abris sous roche peints sont situés à proximité de sources potentielles. Ceci nécessite une comparaison systématique de ces matières afin de statuer sur le caractère généralisé de l'approvisionnement local.

Production scientifique associée

- Le Turnier M., Chalmin E., Bellot-Gurlet L., Defrasne C.. An in-situ supply of colouring matter for schematic rock art. Multiscale and multi-method analysis of micro-samples from the Trou de la Féclaz rock shelter (Saint-Jean-d'Arvey, Savoie, France). En préparation
- Le Turnier M., Chalmin E., Defrasne C. Un approvisionnement *in situ* des matières colorantes ? Comparaison des matières picturales et géologiques sur le site à peintures schématiques holocènes du Trou de la Féclaz (Mont Peney, massif des Bauges, Savoie). GMPCA, mai 2022, Chambéry

Financement :

- projet d'opération archéologique programmé « Le Trou de la Féclaz », porté par C. Defrasne et financé par la DRAC Rhône-Alpes
 - projet MASCARA co-porté par J.-J. Delannoy et E. Chalmin, AAP USMB (2018-2019)
 - projet MASCARA porté par J.-J. Delannoy, IRS, IDEX UGA, 2019
 - projet ARMONT, « Etude de l'art rupestre en milieu de montagne », porté par J.-J. Delannoy, AAP USMB
 - projet PATRIMALP, co-porté par L. Rivière (LUHCIE), P. Martinetto (I. Néel), CDP IDEX UGA, 2017-2021
-

III.4. Le site de Chuchuwayha (Colombie britannique - Canada)

Équipe impliquée

Anita Quiles (IFAO) ; Jean-Jacques Delannoy, Julien Jacquet*, Emmanuel Malet, Wafaa Bouits, Emilie Boero* (EDYTEM) ; Jean-Michel Geneste (PACEA) ; Sue Rowley (MOA, University of British Columbia) ; Brenda Gould (Similkameen Consulting) ; Angela Clyburn (indépendante) ; Megan Harris (Upper Similkameen Indian Band) ; Mike Alison (propriétaire du site et councilor chez les Upper Similkameen Indian Band) ; Jeremy Ash (Monash University, Australie)

III.4.1. Contexte et problématique

Les recherches sur le site de Chuchuwayha sont menées depuis 2016 à la demande de la communauté de *First Nations* de Hedley par une équipe internationale et pluridisciplinaire pour approfondir la connaissance archéologique en développant des fouilles à Chuchuwayha. Ce site a déjà fait l'objet de prospections archéologiques et anthropologiques dès les années 1947 et 1952, avec les repérages et inventaires réalisés par Warren W. Caldwell dans les vallées de l'Okanagan et de la Similkameen. Puis S.A Copp a entrepris entre 1998 et 1999 des fouilles au pied de l'abri (Copp 2006) afin de proposer une chronologie des occupations humaines des 10 000 dernières années.

A partir de ces premiers éléments et repérages, le projet porté par A. Quiles (IFAO) « Chuchuwayha : Homme et Nature en Similkameen - Colombie britannique - Canada »⁴³ a été construit avec une approche résolument intégrée et intégrative avec pour objectif de documenter l'ensemble des archives de la culture matérielle (industries lithiques et osseuses principalement) et la datation multi-méthodes des niveaux culturels et de l'art rupestre. L'objectif est d'établir un modèle chronologique des occupations humaines préhistoriques et leur logistique, de l'ethnologie des populations sub-actuelles, de l'art rupestre et de l'évolution géomorphologique de l'abri-sous-roche.

Il s'agit ici de construire un modèle intégré d'étude archéologique permettant de dépasser la seule dimension locale du site étudié, et de renseigner la compréhension archéologique régionale et la singularité de la vallée de la Similkameen. Afin de répondre à ces objectifs, l'étude de Chuchuwayha est volontairement construite et développée dans une approche multiscalaire tant spatiale que temporelle mobilisant à la fois les champs de l'archéologie, des sciences des archéomatériaux, des géosciences, de la géomorphologie, de l'ethno-archéologie et de l'anthropologie.

⁴³ Projet porté par A. Quiles et financé par le Ministère des Affaires étrangères

Trois axes d'étude ont été définis dans le programme d'étude en associant des approches à la fois (i) archéologique et archéométriques (ii) conservatoire et de sauvegarde patrimoniale, et (iii) géomorphologiques.

Au-delà de l'extraordinaire potentiel archéologique, le site de Chuchuwayha présente un autre intérêt : celui de croiser en un même lieu les données archéologiques et les informations environnementales et géomorphologiques sur une longue séquence temporelle. En effet, (i) cet abri-sous-roche contient des vestiges archéologiques et des peintures pariétales permettant de croiser leurs informations respectives et de dater indirectement l'art pariétal ; (ii) les peintures reflètent l'histoire des peuplements premiers de l'Amérique du Nord (avant, pendant et après l'arrivée des colons européens). Ce site possède une dimension particulière dans l'histoire des *First Nations* ; il est le témoin des changements qui ont marqué leur territoire, leur culture et leur « être » (de la position d'habitants à celui d'exclus). L'étude des matières colorantes constitue ici également un fil conducteur d'acquisition de connaissances perdues. Est-ce que les sources de matières colorantes sont les mêmes pour les figures anté- syn- et post-colonisation ? La mise en évidence de différentes sources peut ici renseigner sur un changement de pratiques territoriales (passage de grands espaces à des territoires cantonnés à la survie des populations lors de la colonisation).

Dans ce contexte, l'étude des matières colorantes est donc conduite autour du double objectif suivant : (i) retracer les trajectoires des matières premières à partir de l'étude du site sacré de Ochre Bluff (Tulameen), (ii) évaluer les éventuelles variations de pratiques de production de l'acte graphique à partir de l'analyse des matières picturales.

III.4.2. Présentation du site

Le site archéologique de Chuchuwayha, également connu sous le nom d'Hedley cave, se situe dans la vallée de la Similkameen, au sud et à l'intérieur de la province canadienne de Colombie-Britannique. Chuchuwayha est localisé à proximité de la petite ville d'Hedley qui a connu son apogée lors de la découverte des gisements aurifères au 19^e siècle, dont quelques-uns sont encore exploités. Cette région a été décrite, dès le milieu du 19^e siècle, dans différents ouvrages en ethnologie, notamment ceux de Franz Boas et de James Teit entre 1900 et 1920 (Teit, 1928), pour sa culture matérielle des «*basket makers*». Ce territoire est celui des Indiens Salish (Okanagan) de langue *Athapaskan* de la région des Nicola et Similkameen Indian Bands.

La vallée de la Similkameen comprend un grand nombre de sites archéologiques et d'art rupestre qui ont fait l'objet d'un inventaire précis quant à leur localisation et à leur description (Corner 1968 et travaux de A. Copp 1998 dans Copp 2006)(Figure III.21). Les peintures rupestres de la Similkameen appartiennent à une large tradition de peintures indigènes présentes dans le centre-sud de l'intérieur de la Colombie-Britannique, ainsi que dans des

zones adjacentes à l'état de Washington (Keyser 1992 ; Keyser et Whiltey 2000). Cette région renferme une des plus grandes concentrations de sites d'art rupestre de l'Amérique du Nord, avec environ 245 sites d'art rupestre enregistrés soit 18% des sites de la province de Colombie-Britannique. Quatre d'entre eux seulement conservent des gravures, tout le reste étant des peintures.

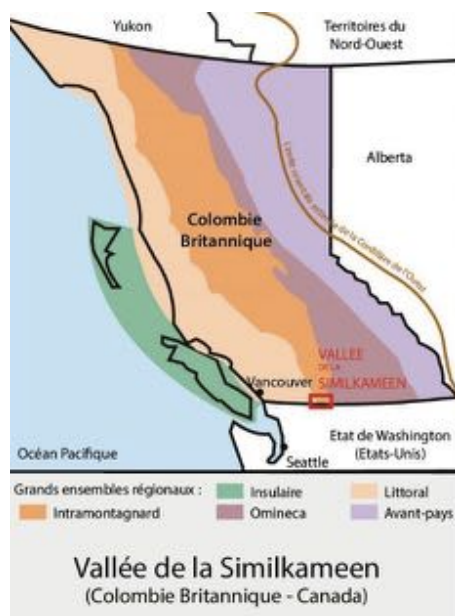


Figure III.21 : (a) Localisation de la vallée de la Similkameen, réalisation J. Jacquet, (b) carte de répartition des sites archéologiques dans la vallée de la Similkameen, réalisation J.-J. Delannoy d'après Copp 2006



Figure III.22 : Exemples de pictogrammes rouges du site de Chuchuwayha. Photo A. Quiles et J.J. Delannoy

Cet abri-sous-roche concentre de nombreux pictogrammes rouges dans une structure d'habitat semi-enterré ayant conservé des aménagements anthropiques anciens (Figure III.22). Les pictogrammes ont été réalisés sur des parois granitiques ayant évolué au cours du Pléistocène (glaciations et post-glaciaire) et présentant plusieurs types d'encroûtement. Ces encroûtements silice-calciques sont plus ou moins épais et viennent partiellement recouvrir certaines figures, permettant d'envisager leur datation. La datation croisée par les méthodes du ^{14}C et de la désintégration dans les familles de l'Uranium fixera des *termini post/ante quos* à la réalisation des peintures rupestres.

Le site de Chuchuwayha n'est qu'à quelques dizaines de kilomètres de l'un des plus grands affleurements d'ocre de la région : Tulameen Ochre Bluffs, près de la ville de Princeton, sur le territoire de la bande indienne d'Upper Similkameen. Cet affleurement est connu pour avoir fourni des pigments aux anciennes cultures et populations de la côte nord-ouest du Pacifique et continue à être utilisé pour des cérémonies (Bouchard et Kennedy 1986 et observation personnelle).

Le site de Ochre Bluffs fait parti du groupe de Princeton (Rice, 1960), décrit comme un assemblage de roches sédimentaires volcaniques et clastiques et a été daté entre le début et le milieu de l'Éocène (Ickert 2006). Le bassin de Princeton révèle de nombreuses matières ferrugineuses : dépôts sédimentaires terrigènes parmi lesquels des grès et des siltites ferrugineux d'âge éocène et des dépôts volcano-sédimentaires d'âge éocène altérés, comme c'est le cas des strates de cendres altérées au sud de Princeton.

Cet affleurement à Tulameen a par ailleurs déjà fait l'objet d'analyses géochimiques indiquant de fortes concentrations en Ca, Fe, Ba et Mn, des faibles concentrations en Al, Na, V, K, Cr, Sc, Co et Zn et des concentrations en dessous des limites de détection pour Ti, As, Sb, Cs, Hf, Ta. Il a été démontré que cette composition géochimique intégrant les terres rares permet de

différencier facilement cette formation d'autres sources proches des côtes pacifique, permettant de mettre en avant des compositions spécifiques régionales (MacDonald et al. 2013).

III.4.3. Analyse des matières colorantes

Choix des matières premières et relation aux sources potentielles environnantes

La proximité du site de Chuchuwayha avec l'un des plus gigantesques affleurements d' « ocres » du continent nord américain qui soient actuellement connus, Ochre Bluff, permet de questionner la relation entre la production de pictogrammes rouges et la présence d'une source de matière première à proximité. Contrairement à l'approche mise en place en Europe pour des périodes plus anciennes, pour lesquelles il n'existe plus de mémoire (vivante ou écrite) relatant les choix de matières et les lieux sélectionnés et exploités, il s'agit ici de s'appuyer sur un contexte anthropologique et ethnographique pour aborder la connexion entre ces sites par la matérialité et donc par une approche physico-chimique pour relier une matière picturale à une zone d'exploitation.

Cette source de Tulameen Ochre Bluffs, localisée dans le territoire des *Upper Similkameen First Nations* est connue à travers les archives ethno-historiques comme un des emplacements qui étaient fréquemment visités pour l'exploitation et l'utilisation des différents pigments rouges. Ces emplacements, du fait de leurs ressources spécifiques matériellement et spirituellement indispensables aux communautés indigènes étaient aussi associés à des voies de circulation le long desquelles les échanges de ressources sont attestés (Bouchard et Kennedy 1986 ; Mac Donald et al. 2013). Il convient donc de s'interroger sur la diversité des matières colorantes employées sur le site et sur la possibilité d'identifier les sources d'approvisionnement potentielles. Une telle étude permettra de comprendre les stratégies d'approvisionnement et de mettre en évidence d'éventuelles étapes de préparation de ces matières colorantes destinées à être appliquées sur les parois. A l'heure actuelle les fouilles archéologiques n'ont pas mis au jour de vestiges d'ateliers de préparation, pas plus que des traces d'activités d'utilisation de matières colorantes.

La méthode déjà mise en place par ailleurs (*cf. supra*, II.2) a été utilisée pour enregistrer toutes les informations importantes sur l'échantillonnage. Les informations environnementales sont aussi détaillées pour apporter des éléments de compréhension du contexte des découvertes. En laboratoire, les différents échantillons récoltés sont ensuite caractérisés selon la méthode explicitée dans le cadre de la Pigmentoθήque.

Nous avons pu accéder au site grâce à l'autorisation accordée par la communauté de la *Upper Similkameen*. Nous avons eu la chance d'être accompagnés par Mike Alison (propriétaire du site de Chuchuwayha) pour procéder à la collecte d'échantillons.

Afin de prendre en considération la variabilité verticale et horizontale de ce gîte, nous avons procédé à l'échantillonnage de plusieurs couches stratigraphiques en se déplaçant latéralement sur le site. Etant donné le fort pendage du gisement (14° , Figure III.23), il a été possible de documenter 21 couches stratigraphiques ou bancs, sur la totalité de la longueur du site (11 points de collecte sur environ 130 mètres). Et 5 échantillons ont été ramassés directement au sol, ne pouvant donc être raccordés à une stratigraphie.

Depuis la visite du site en octobre 2021, une importante crue a eu lieu en mars 2022 emportant une grande partie du chemin d'accès au site ainsi que les blocs béton de protection du site. La route est également coupée, car le pont plus en aval a été détruit. Le site n'est donc accessible aujourd'hui que par un chemin d'accès supérieur et la configuration de l'accès ne permet plus de retourner sur les zones prélevées au-delà du point 3 (niveau d'eau maximale début juin 2022, Figure III.24).

L'épaisseur minimale d'une couche sédimentaire est de l'ordre du centimètre. La dureté et la friabilité des bancs sont très variables, de très dur pour les bancs consolidés calcaire, à très friables pour les bancs les plus schisteux et argileux. Les matières présentant le plus de pouvoir colorant proviennent de ces bancs plus friables. On peut d'ailleurs apercevoir plusieurs endroits où la matière a été exploitée. Les couleurs varient du blanc, noir, rouge sombre, rouge clair, orange, jaune et brun, parfois même sur des alternances de couches sur quelques centimètres (Figure III.25).



Figure III.23 : Vue d'ensemble du gîte de Ochre Bluffs, Tulameen. Octobre 2021. Photo E. Chalmin



Figure III.24 : Vue d'ensemble du gîte de Ochre Bluffs, Tulameen après les crues de mars 2022. Photo prise le 6 juin 2022 E. Chalmin



Figure III.25 : Exemple d'un banc présentant une alternance très fine de plusieurs couleurs (BC_004_Banc8) - Ochre Bluffs, Tulameen. Photo E. Chalmin

Les premières observations pétrographiques des plots polis préparés pour certains échantillons (Figure III.26) ont permis de mettre en évidence l'alternance de sédiments fins clairs formés principalement de petites coquilles broyées et de fins lits charbonneux présentant des degrés de carbonisation différents. Cette alternance de dépôt d'une épaisseur millimétrique suggère

une formation non pas en milieu marin profond, mais plutôt dans des niveaux de faible profondeur d'eau et plutôt calme (de type lagune, par exemple).

Les bancs ferruginisés présentent une matière détritique très fine, plutôt de type argile plus ou moins siliciée, dans lequel on ne reconnaît pas à l'œil des indices des organismes spécifiques du calcaire. Les couleurs rouge à jaune s'entremêlent ou s'alternent correspondant à la présence simultanée d'hématite (Fe_2O_3) et de goethite (FeOOH). De petits cristaux blancs semblent provenir de la reprécipitation de calcite. De fines couches blanches, inférieures au millimètre, sont également visibles pouvant correspondre à de la kaolinite.

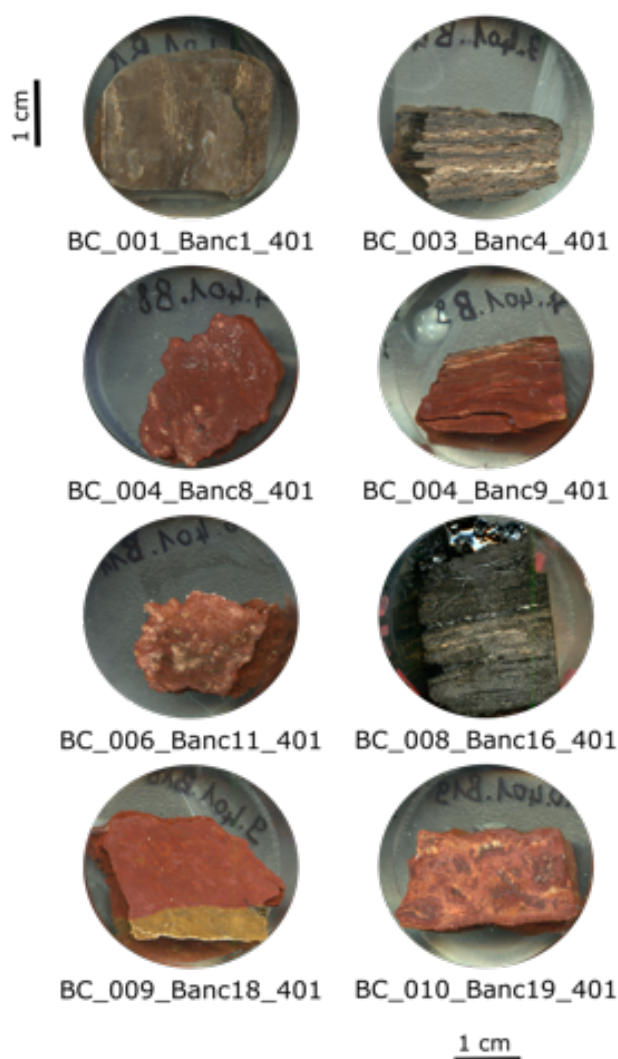


Figure III.26 : Plots polis réalisés sur une sélection de 8 blocs collectés lors de la mission d'octobre 2021 sur le site d'Ochre Bluff. Coupes préparées par W. Bouits

Les analyses par diffraction des rayons X, par fluorescence des rayons X quantitative (XRF-WDS Tiger) ainsi que les mesures en réflectance diffuse ont été réalisées sur ces échantillons et sont en cours de traitement et d'interprétation.

Ces premiers éléments de description nous permettent de confirmer que les matières colorantes du site de Ochre Bluff ayant pu être exploitées pour produire des pigments rouges ne sont pas des ocres au sens géologique du terme. Le mot « ochre » sera donc à considérer comme un terme consacré à l'usage d'une matière colorante, qu'elle soit géologique ou archéologique, désignée par les communautés indigènes sans préjuger de leur origine géologique.

Étude des matières picturales

Plusieurs questions motivent l'étude des matières picturales du site de Chuchuwayha permettant d'une part de comprendre l'origine de la polychromie, d'accéder au niveau technique de préparation de ces matières et d'autre part de faire la relation avec le site d'Ochre Bluffs et comprendre la stratégie d'approvisionnement.

Il s'agit également de pouvoir accéder à la stratigraphie des différentes couches, entre les matières picturales entre elles et avec les encroûtements potentiels qu'ils soient sous ou sus-jacents. Comprendre l'organisation de ces couches permettra de faire une corrélation avec les datations et les caractérisations des prélèvements d'encroûtement seul.

A partir de la méthode présentée précédemment (*cf. supra*, II.2), une première observation des zones d'intérêt a été menée afin de localiser les micro-prélèvements permettant d'accéder à la fois aux encroûtements et à la matière picturale. Suite à l'accord obtenu par la communauté, 13 micro-prélèvements ont été réalisés sur les zones ornées (Figure III.27) et 7 sur les zones non-ornées (Figure III.28).

Pour tenter de répondre à la question de la datation de ces peintures, il s'agit d'une part de caractériser la nature des encroûtements sus- et sous-jacents à la couche picturale et de distinguer les différentes générations et d'autre part de dater ces dépôts.

Après observation sous loupe binoculaire des micro-prélèvements obtenus, des coupes transverses ont été préparées pour accéder à la stratigraphie (Figure III.29).

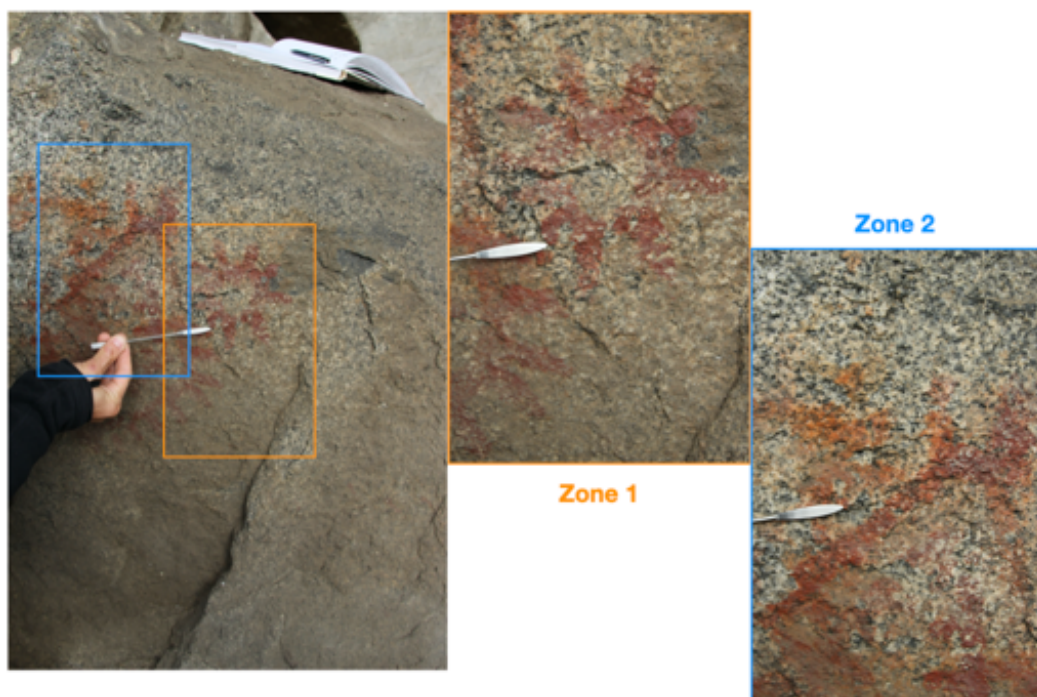


Figure III.27 : Exemple de localisation de micro-prélèvements sur une zone ornée du site de Chuchuwayha. Photo A. Quiles et E. Chalmin



Figure III.28 : Localisation des prélèvements d'encroûtements sur le site de Chuchuwayha. Photo et réalisation A. Quiles

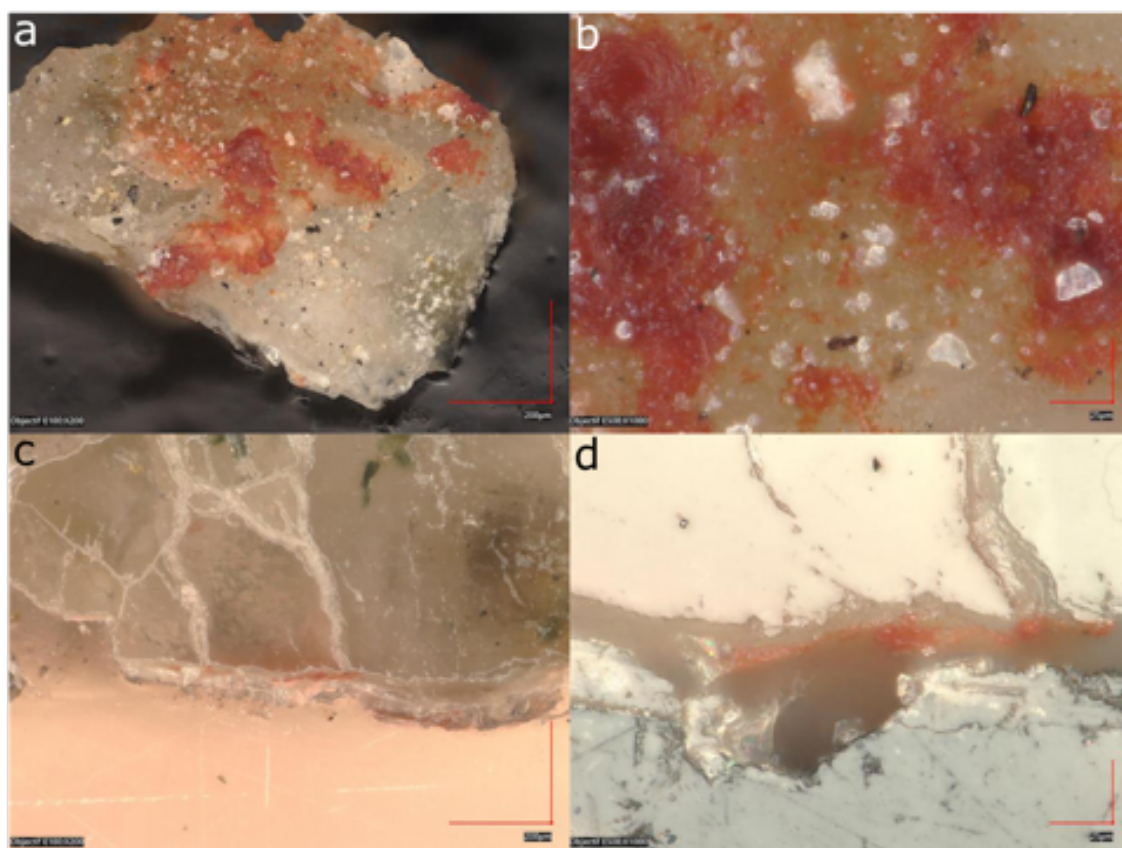


Figure III.29 : Exemple de micro-prélèvements (images obtenues par observation avec un microscope numérique Keyence) : (a, b) HC22-10B déposé sur un scotch C avant observation au MEB : les petits grains blancs de calcite (de 5 à 25 μm) recouvrent la surface de la couche picturale prise dans la masse d'une patine transparente (effet de vitrification) ; (c et d) coupe transverse du prélèvement HC22-09A permettant de visualiser la très fine couche de matière picturale (10 μm max) piégée entre les larges cristaux translucides du substrat rocheux (quartz) et une fine couche d'encroûtement, encore non identifiée. E. Chalmin

Une première identification des phases minérales de certains de ces micro-prélèvements a pu être obtenue par diffraction des rayons X sur la ligne de lumière ID22 de l'ESRF. Les échantillons ont été préparés en capillaire. La forte brillance du faisceau, sa taille (200 μm de diamètre) ainsi que la haute résolution de la caméra 2D permettent l'obtention de diffractogrammes très bien résolus sur la totalité de l'échantillon. Les premiers traitements de ces données relèvent la présence de quartz caractéristique du substrat granitique et majoritairement des phases liées aux encroûtements (calcite, gypse, anhydre). L'identification de l'hématite souvent mal cristallisée (base des pics très large) reste délicate dans plusieurs échantillons. La présence de magnétite reste à confirmer. La finesse de la couche picturale (entre 2 et 10 μm) et la faible cristallinité de l'hématite sont des facteurs expliquant cette mauvaise identification. Il serait nécessaire de procéder à des analyses en mode cartographie pour mieux cibler cette hématite et les phases éventuellement associées. Ce type d'analyse est envisagé pour un nombre très réduit d'échantillons (2 à 3) sur la ligne ID13 de l'ESRF. La difficulté réside dans la préparation d'une coupe polie très fine (par ultramicrotomie, 100 μm pour être transparent) et dans le traitement des données lourdes et complexes. Mais l'enjeu est

d'importance pour ensuite trouver des similitudes avec les matières géologiques d'Ochre Bluff et de comprendre les transformations éventuelles de cette matière première.

III.4.4. Perspectives

Avant de pouvoir répondre aux deux problématiques principales concernant l'origine des matières colorantes et le calage chronologique des pictogrammes, il est nécessaire de poursuivre les caractérisations des prélèvements géologiques ainsi que celles des micro-prélèvements de paroi. Comprendre les processus d'altération du substrat granitique ne pourra se faire sans l'identification des phases minéralogiques, ni sans passer par la spatialisation des différents types d'encroûtement sur la surface des panneaux ornés.

Dans un second temps, en lien avec la cartographie des répartitions des différents types d'encroûtement réalisée à partir de relevés sur le modèle photogramétrique (J.-J. Delannoy) et de macro-photo (A. Quiles), il s'agira de documenter les différentes étapes de formation et de desquamation de ces encroûtements et de reconstituer les processus de formation durant le Pleistocène. Une chronologie relative pourra alors se mettre en place en croisant les informations avec celles des dépôts sédimentaires identifiés lors des fouilles archéologiques, et les desquamations encore actives (installation de paniers de récupération, J.-J. Delannoy).

Production scientifique associée

Articles

- Jacquet, J., Delannoy, J.-J., Alison, M., Berthet, J., Rowley, S., Gould, B., Harris, M., Clyburn, A., Geneste, J.-M., Quiles, A. 'Contexte géomorphologique du site archéologique de Chuchuwayha (Colombie Britannique, Canada). Apports de l'analyse sédimentologique', *Géomorphologie : Relief, Processus, Environnement* ; Vol 29, n°1 (2023)

Financement

- Ministère des Affaires Etrangères - Chuchuwayha : Homme et Nature en Similkameen - Colombie britannique - Canada - Projet porté par A. Quiles
-

III.5. Conclusion sur l'intérêt d'une approche intégrée pour l'étude des sites ornés

Tous les exemples d'études de sites ornés présentés ici sont issus d'un travail mené depuis une dizaine d'années avec différentes équipes de recherche interdisciplinaires. Ces études se différencient des travaux menés avant mon intégration au sein du laboratoire EDYTEM dans la façon de positionner les matières colorantes et de les interroger. En effet, ces études s'insèrent dans une approche plus globale, mobilisant de nombreuses autres disciplines pour répondre à une problématique commune, contrairement aux précédents travaux qui se contentaient de juxtaposer les résultats issus d'une recherche disciplinaire et plus individuelle.

C'est seulement en mobilisant l'approche intégrée qu'il est possible d'aller plus loin dans les réponses apportées sur la compréhension de ces sites ornés. En plaçant les matières colorantes dans leur environnement géologique et géographique, en intégrant les effets du temps sur les surfaces et dans les matières, il est possible de renseigner différents aspects des usages et pratiques impliquant les matières colorantes :

- (i) Concernant l'approvisionnement en matières premières : *in situ* probablement pour quelques unes des figurations du Trou de la Féclaz ; filonienne et probablement locale pour le Rocher du Château ; marquée d'inclusions vertes pour la grotte aux Points supposant une origine régionale ou disparue ; sur un site sacré à une trentaine de kilomètres pour Chuchuwayha. Cette grande diversité de modalités d'acquisition semble témoigner de plusieurs stratégies qui ne pourront être comprises qu'en confrontant les hypothèses avec l'approvisionnement d'autres matières, en comprenant le paysage minéral investi et disponible, ainsi qu'en abordant la question des multiples usages. Plus particulièrement dans le cas des peintures schématiques, il s'agit de questionner l'hypothèse d'un approvisionnement *in situ* en regard de la production de figures schématiques dans le cadre de pratiques qui pourraient avoir été bien différentes de celles de productions graphiques figuratives ;
- (ii) La question de la préparation de la matière colorante est souvent difficile d'accès dans le cas de peintures sur des parois extérieures, très fines et souvent recouvertes d'encroûtement. Il est donc nécessaire de passer par l'étude des vestiges associés à cette transformation. Ces vestiges très nombreux en contexte australien n'ont pas pu être mis en relation directe avec les peintures, mais attestent d'une importante activité dans des parties privilégiées du site et au fil du temps. Dans la grotte aux Points, les vestiges sont principalement à l'entrée de la grotte et la taille des fragments (millimétriques) peut être le témoignage d'une réduction en poudre par concassage, broyage. La présence d'opale sur les parois limite fortement l'accès à la matière picturale et donc à son mode de préparation. Dans le cas des sites d'art schématique, la faible quantité ou l'absence totale de vestiges dans les sédiments est une limite pour accéder aux éventuelles étapes de préparation. Pourtant la présence de fins charbons de bois mélangés au pigment est un indice fort de mélange intentionnel dans le cas du Rocher du Château. Sinon, l'accès à la

matière picturale en coupe transverse permet d'évaluer la présence de minéraux associés au pigment pouvant être à l'origine d'une modification de couleur ou de texture. Dans le cas des microprélèvements du Trou de la Féclaz, il ressort qu'aucun mélange n'a été réalisé pour préparer la matière picturale et qu'un broyage fin de la matière première a été mené pour faciliter son application. Aborder la préparation ne peut se faire sans une approche archéologique complète quand les sites le permettent mais également sans comprendre et intégrer la taphonomie de la surface ;

- (iii) La chronologie des réalisations peut être abordée par la comparaison des matières picturales et des vestiges archéologiques provenant de niveaux archéologiques datés. Le seul cas rencontré dans ce corpus est celui du Rocher du château pour lequel les arguments avancés permettent d'émettre l'hypothèse d'une attribution des peintures au 4^e millénaire. La chronologie du site et de ses fréquentations doit toutefois être davantage renseignée par l'étude archéo-géomorphologique en cours s'intéressant aussi bien aux parois qu'au sol ;
- (iv) La chronologie relative de la réalisation de figures est accessible par l'analyse des superpositions de peintures comme sur le site de Genyornis (JSARN-124) ou par la comparaison des matières picturales de différentes figures comme dans le cas du Trou de la Féclaz. L'exercice demeure toutefois délicat. Quant à la datation des encroûtements interagissant avec les peintures, elle est encore sujette à débat.

Malgré cette diversité de contextes archéologiques et géologiques, nous pouvons faire ressortir plusieurs points communs dans l'étude des matières colorantes. Bien que chaque problématique soit spécifique à un site, il s'agit toujours de répondre à la question générale du rapport des sociétés anciennes à la matière et à leur environnement dans la production de l'art rupestre. Par les recherches sur ces différents sites, on peut accéder à différentes séquences des chaînes opératoires de ces matières, car il est rare que l'ensemble de la chaîne opératoire soit conservée (ou ait été menée) sur un même lieu. La recherche des matières premières permet de documenter un paysage minéral et de comprendre les trajectoires possibles de ces différentes matières (géologiques/ géographiques, altération et mobilité). Toutes ces études contribuent à améliorer les connaissances générales sur les matières colorantes et à documenter les différents contextes d'utilisation au sein de différentes pratiques et de différentes cultures. La variabilité des contextes nous oblige également à comprendre des processus d'altération spécifique dépendant notamment de la nature du substrat (calcaire, quartzite, serpentine et granite) et des conditions environnementales (semi-aride, continentale, en grotte, en altitude, ...). Pourtant certains phénomènes semblent systématiques comme la précipitation de gypse au-dessus des peintures et jamais en-dessous. La présence d'oxalates de calcium est fréquente bien qu'elle ne soit pas dépendante de la nature du substrat. Le développement d'oxalates de calcium est attribué à des bactéries qui restent encore à caractériser.

Au travers de tous ces contextes, nous avons pu montrer la pertinence et le caractère essentiel de l'approche intégrée qui impose une forte adaptabilité de la méthode en fonction des problématiques propres à chaque site, mais aussi du fait de l'accessibilité des vestiges et des peintures, de la configuration des sites, de la nature des collections archéologiques, des dispositifs analytiques, des autorisations et préconisations administratives ...

Malgré les réponses déjà apportées, nous remarquons que des améliorations sont encore possibles autant dans la mise en pratique de nouvelles méthodes d'investigation que dans la façon d'intégrer les résultats obtenus et de les interpréter. Les indices accessibles dans les matières colorantes sont nombreux et peuvent être très informatifs, mais il reste nécessaire de faire des aller-retour aux différentes échelles d'observation pour comprendre les relations entre eux et pouvoir raconter l'histoire de ces matières et des collectifs qui les ont utilisées.

IV. Les perspectives : vers une cartographie analytique

A partir de l'expérience acquise sur l'étude des matières colorantes depuis plusieurs années dans des contextes archéologiques, géologiques et culturels variés, il a été possible d'adapter et faire évoluer mon champ disciplinaire et en proposer une épistémologie.

Bien que la recherche de traces des matières picturales pour accéder aux pratiques technoculturelles et économiques des sociétés anciennes reste inchangée, nous sommes toujours limités dans leur interprétation. Si les matériaux utilisés pendant la Préhistoire restent peu nombreux et bien identifiés, comprendre les associations minéralogiques dans ces matériaux naturels souvent trouvés en petites quantités dans les sols archéologiques ou déposés en couche mince sur une paroi reste un verrou majeur. En effet, la complexité des matières picturales nécessite une discrimination des informations liées à la paroi et l'évolution du support, de faire la part d'une préparation/modification de la matière première, et de reconnaître les caractéristiques des matières premières dans une matière déposée sur une surface.

Il s'agit donc de trouver :

- (i) comment identifier et corrélérer les indices communs entre les matières picturales et les artefacts trouvés lors de la fouille pour construire un argumentaire solide et proposer un calage chronologique ;
- (ii) comment identifier et corrélérer les indices communs entre les matières picturales et les matières premières. Bien qu'il ne soit pas encore bien aisé de corrélérer des matières archéologiques cohésives avec des sources de matières premières, faire le lien avec une matière ayant perdu sa structure reste un défi.

L'expérience acquise sur l'étude des micro-prélèvements de paroi m'a permis d'estimer le pouvoir informatif de ceux-ci et mettre en place les méthodes d'investigations adaptées et complémentaires. Mais pour aller plus loin et de façon plus efficace, il est indispensable de trouver des approches multi-scalaires permettant d'intégrer la dimension spatiale des représentations graphiques, mais également la dimension temporelle (évolution des figures dans le temps depuis qu'elles ont été réalisées, et l'évolution des pratiques culturelles à l'échelle des générations).

Ce changement d'échelle nécessite donc d'aborder la question en trois dimensions en croisant l'épaisseur du temps enregistrée dans la stratigraphie de la paroi avec la topographie de la surface ornée, rarement plane. Il sera alors possible de proposer un calage chronologique, en

s'appuyant sur les compétences des collègues spécialistes en datation, en particulier en profitant des dernières recherches sur la datation sur de faibles quantités d'encroûtements carbonatés et sur les apports de la géomorphologie pour la compréhension de la morphogénèse et de l'évolution des supports rocheux. Mais pour cela, il est encore nécessaire de progresser dans la compréhension des processus taphonomiques.

Ce changement d'échelle implique également une dimension « régionale » en intégrant la question du paysage minéral pour aborder la question des trajectoires de matières premières. La construction de la Pigmentoθήque doit être poursuivie pour accéder à une cartographie non seulement des gîtes d'approvisionnement, mais également de leur étendue et de leur variabilité. Comprendre la trajectoire des différents types de roches ferrugineuses est indispensable pour associer chacune des traces laissées dans la matière à un évènement ou un processus. Il s'agit ensuite de poursuivre le croisement de ces traces entre matières picturales, artefacts archéologiques et matières géologiques à l'échelle micrométrique voire nanométrique.

Pour mener la poursuite de l'étude des matières picturales, je vais pouvoir m'appuyer sur l'étude de sites que je connais déjà bien et pour lesquels des questions persistent (Rocher du Château, Trou de la Féclaz, grotte aux Points). Je vais également pouvoir m'appuyer sur de nouvelles dynamiques de recherche plus récemment mises en place sur des sites encore peu investis et proposant de nouveaux défis. Ce contexte est particulièrement favorable pour poursuivre le développement méthodologique dans les années à venir.

Pour les années à venir, je propose de me focaliser sur deux enjeux scientifiques en particulier :

- **spatialiser les informations liées à la paroi pour mieux séparer le signal de la matière picturale du signal environnemental et du signal taphonomique ;**
- **mieux réussir à corréliser les matières entre elles : matière picturale - artefacts archéologiques - sources géologiques.**

Voici une proposition de deux volets méthodologiques innovants à mettre en place pour répondre à ces enjeux, parallèlement au relevé des entités graphiques fait par ailleurs :

- la cartographie analytique de la paroi qui se construit à partir d'un relevé taphonomique, des données obtenues par imagerie hyperspectrale et par analyse physico-chimique *in situ* et par faisceau synchrotron, tout en faisant le lien avec la géomorphologie ;
- l'optimisation des acquisitions et des traitements des données géochimiques.

IV.1. Cartographie analytique

Afin de poursuivre de façon plus approfondie la démarche intégrée et intégrative et répondre aux problématiques archéologiques offertes par les différents contextes de la production de

corpus graphique, nous proposons ici d'accéder à toutes les dimensions de la paroi en utilisant une approche spatiale intégrée impliquant plusieurs niveaux d'information (Figure IV.1) :

- l'enregistrement des informations « visibles » : photographie HD, modèle 3D par lasergrammétrie et photogrammétrie, DStretch (amélioration de la couverture photo), relevé de paroi ;
- la compréhension des morphologies de la paroi par la géomorphologie avant, pendant et après ;
- l'identification des différents états de paroi par la taphonomie ;
- la caractérisation des matières picturales par la science des matériaux.

Dans ce cadre, l'imagerie hyper-spectrale (HSI) apparaît comme une méthodologie essentielle et transversale car elle permet d'accéder à ces différents niveaux d'information tout en étant non-invasive et pouvant couvrir de larges surfaces.

L'enjeu est donc de co-construire un relevé analytique interdisciplinaire en intégrant chaque élément constitutif de la paroi et chaque processus pour redonner une chronologie relative aux différents événements. Ce relevé analytique à l'échelle de la paroi constitue un défi méthodologique pour chaque discipline et à l'interface entre chaque.

Elaboration d'une méthodologie **pluri-analytique** et **multiscale** de caractérisation des matières picturales

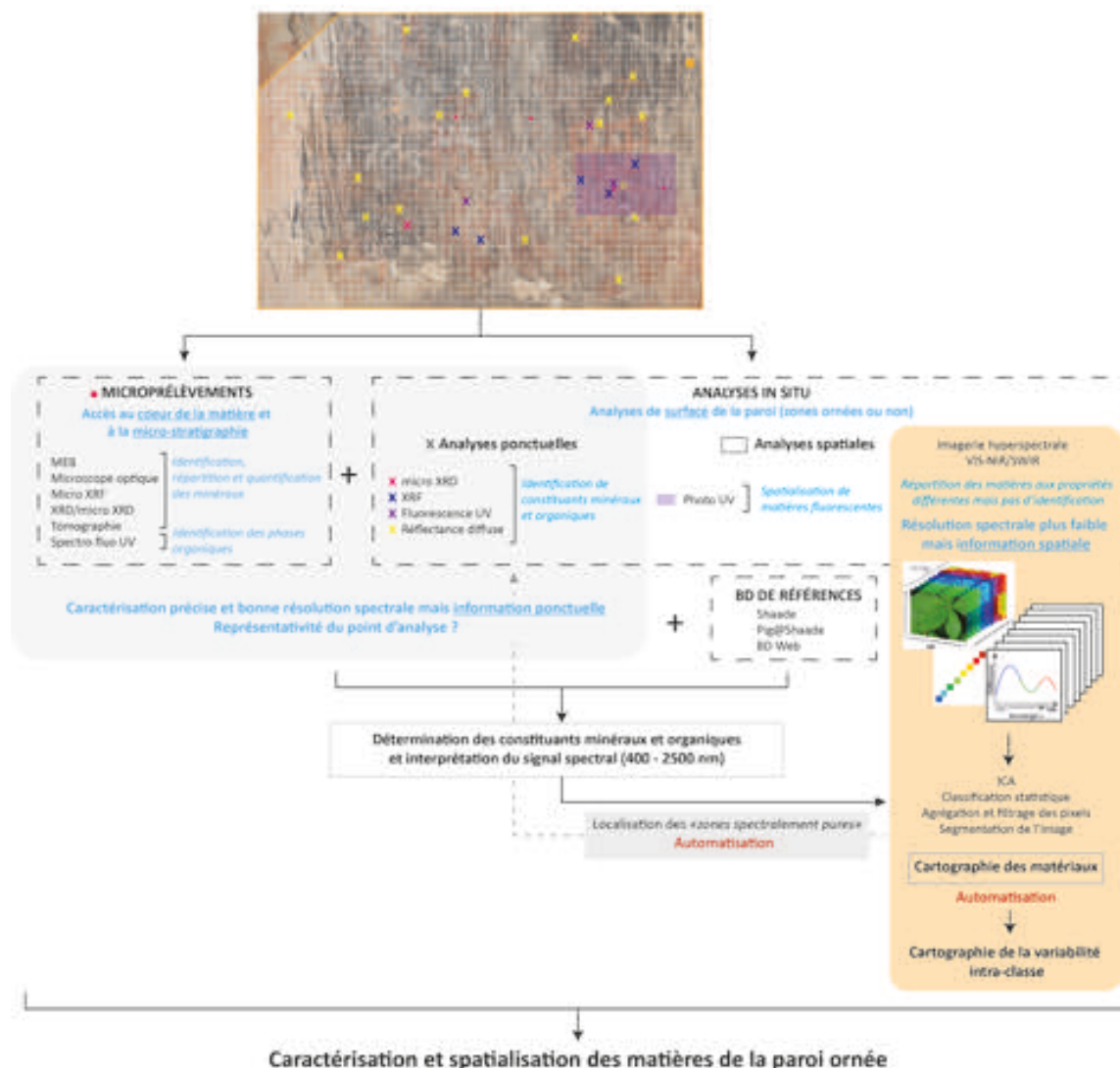


Figure IV.1 : Méthodologie pluri-analytique et multiscale de caractérisation des matières picturales. Réalisation C. Defrasne. Conception E. Chalmin et C. Defrasne

Dans ces différents niveaux d'information listés précédemment, deux d'entre eux vont être explicités : le relevé taphonomique et la caractérisation physico-chimique des matières picturales. Les méthodes mises en place pour ces deux volets seront détaillées ainsi que l'intérêt de l'utilisation de l'imagerie hyper-spectrale. Les attendus d'une telle cartographie analytique seront rapidement présentés. Cette proposition méthodologique fait l'objet d'un projet déposé à l'appel d'offre : « défi Nouvelles frontières de l'archéologie de la mission interdisciplinaire du CNRS » (MITI AAP 2023, financement obtenu) pour répondre à la problématique concernant la lecture des vides pour mieux comprendre la syntaxe des corpus graphiques (SEMIOTIC⁴⁴).

⁴⁴ Projet SEMIOTIC, co-porté par C. Defrasne, E. Chalmin et B. Schmitt. Financement MITI AAP 2023. Résumé du projet en annexe

IV.1.1. Le relevé taphonomique

L'accent sera mis sur le relevé cartographique des parois afin de distinguer les différents états de paroi visibles malgré les processus de desquamation. Ce relevé taphonomique des parois qui sera réalisé à haute résolution spatiale via un support photogrammétrique, permettra de distinguer les différents processus ayant affecté la paroi (détente mécanique, cryo- ou thermoclastie, encroûtement, patine de suie...) en lien avec les variations climatiques et les périodes de fréquentation. L'idée est de s'appuyer sur ce modèle tridimensionnel de la paroi pour définir les zones les plus sensibles à la dégradation, notamment des ensembles graphiques. Enfin il constituera un support pour l'étude des encroûtements.

A partir de ce support de travail tridimensionnel, l'objectif consiste à positionner les informations obtenues sur les micro-prélèvements de paroi vierge, d'une part pour vérifier leur représentativité et d'autre part à partir de l'identification de la nature morphologique et minéralogique des altérations de paroi, définir leur chronologie relative.

Ce volet nécessitera également l'apport des datations absolues pour ensuite proposer une chronologie absolue (collaboration A. Quiles, IFAO, Egypte).

Ce relevé taphonomique s'inscrit dans la démarche du projet MIRA qui vise à retrouver les mémoires de la paroi. Au-delà du défi conceptuel visant à trouver des ponts entre les différentes approches disciplinaires, le projet propose un défi méthodologique impliquant une co-construction de corpus de données et un croisement de méthodes entre disciplines. Travaillant sur un objet commun, la paroi, il s'agira de proposer :

- des relevés thématiques des mémoires identifiées sur un même support ;
- un canevas chronologique (relatif et absolu) des différentes mémoires révélées ;
- des frises chrono-systémiques (Delannoy & Geneste 2020 ; Bergeret et al. 2015) et recherche de nouveaux modes de visuels (Arènes et al. 2019 ; intégrant des données cartographiques et des données issues des datations).

IV.1.2. Complémentarité des approches *in situ* et synchrotron

Nous avons déjà présenté les verrous méthodologiques concernant la difficile comparaison entre matières géologiques et peintures pariétales due notamment (i) à la perte de cohésion de la matière picturale généralement broyée qui empêche une comparaison des structures de la matière ; (ii) à l'ajout de substances à la matière picturale (charges...) ; (iii) à la présence de phases d'altération de la paroi qui viennent s'ajouter au signal des peintures ; (iv) à la diversité de la matière géologique et la modification des paysages et de l'accessibilité aux sources d'approvisionnement en matières colorantes.

Il est donc nécessaire de développer une méthode innovante pour accéder à la distribution spatiale de la composition des matières à l'échelle de la paroi et à la stratigraphie de la couche picturale, croisant des analyses ponctuelles et spatiales faisant des aller-retour entre analyses

non invasives sur site et non destructives sur micro-prélèvements et entre matières picturales et géologiques.

Nous avons montré les limites de l'utilisation de dispositifs de fluorescence de rayons X portables, pourtant l'utilisation combinée avec un système de diffraction des rayons X, comme le dispositif Mobidiff⁴⁵ développé dans le cadre du projet Patrimalp par l'équipe de l'Institut Néel permet d'envisager l'obtention d'informations minérales sur les phases cristallines présentes en paroi. La collaboration avec Pauline Martinetto et Pierre Bordet de l'Institut Néel, permettrait d'utiliser cette méthode ponctuelle mais très complémentaire avec le développement de l'imagerie hyperspectrale. Il serait alors possible de distinguer des matières picturales différentes par leur propriété structurale sans passer par l'étape de prélèvement. Il est possible de multiplier les informations ponctuelles à l'échelle d'une paroi et de faire des points d'acquisition de façon systématique sur chaque figure, chaque type d'encroûtement, et même de faire des tests de répétabilité. Cependant la géométrie de ce type de dispositif ne permet pas toujours d'accéder à toutes les zones d'une paroi (problème d'accessibilité). Ces méthodes permettent d'intégrer les informations d'un très faible volume en surface (quelques dizaines de micromètres d'épaisseur selon la nature de la matière traversée) pouvant intégrer les phases d'encroûtement, de la matière picturale et du substrat, mais au vue de la complexité d'imbrication des phases, accéder à la stratigraphie reste indispensable. Ceci est possible grâce à la préparation de coupes polies des micro-prélèvements après les avoir mis dans la résine. Cette étape de préparation reste délicate et invasive et ne permet pas toujours la réalisation de certaines analyses (exemple du PIXE pour lequel le faisceau vient brûler la résine). Ainsi, pouvoir conserver dans son intégralité le micro-prélèvement reste un atout important.

L'obtention d'images élémentaires et structurales reconstituant finement la stratigraphie des micro-prélèvements est désormais possible et plus facile à partir de données cartographiques sur synchrotron, pour lesquelles les étapes de post-traitement ont été bien améliorées (Bordet et al. 2021). Il serait ainsi possible de discriminer les phases minérales liées à la couche picturale de celles issues de l'altération du substrat. L'accès aux lignes synchrotron de l'ESRF (European Synchrotron Radiation Facility) ID22 et ID13 est désormais facilité par le BAG (Block Allocation Group) Historical Materials. Ce temps de faisceau ciblé sur les matériaux du patrimoine permet d'utiliser la diffraction sur poudre haute résolution sur la ligne ID22, pour quelques échantillons positionnés dans des capillaires, deux fois dans l'année sans besoin d'acceptation de projets scientifiques. Sur la ligne ID13, il est possible d'acquérir de la micro-diffraction sur des micro-fragments obtenus par microtome pour obtenir une cartographie des phases cristallines.

⁴⁵ <https://patrimalp.univ-grenoble-alpes.fr/toutes-les-actualites-patrimalp/mobidiff-un-nouvel-instrument-mobile-pour-des-analyses-non-invasives-d-objets-et-uvres-du-patrimoine-culturel-861401.kjsp>

La complémentarité de ces méthodes est l'objet de la thèse de Coline Théron co-encadrée par P. Martinetto et C. Defrasne (débutée en septembre 2022) afin d'étudier les représentations schématiques néolithiques du sud de la France (abri Otello, Bouches-du-Rhône ; abri des Eissartènes, Var). A partir de l'étude des matières colorantes, la réalisation de cette thèse contribuera ainsi à une meilleure compréhension de ce corpus graphique, du fonctionnement du schématisme et plus largement à une meilleure compréhension des dynamiques culturelles du Néolithique européen.

IV.1.3. L'imagerie hyper-spectrale

Initialement développée pour l'exploration de la surface de la Terre et d'autres corps planétaires et pour le domaine des géosciences, l'imagerie hyper-spectrale est un outil puissant qui a été depuis utilisé dans le domaine de l'art (Alfed & de Viguerie 2017 ; Alfed et al. 2018), beaucoup plus rarement dans le domaine de l'art pariétal (Bayarri et al. 2019, 2021). Il s'agit d'une technique de mesure non destructive qui permet de réaliser des centaines de photographies d'une même zone dans des longueurs d'ondes différentes. Pour chaque pixel d'une image hyper-spectrale, nous disposons ainsi d'un spectre visible-proche infrarouge (VNIR : 0.4-1 + SWIR 1-2.5 μm). La dimension spectrale permet une identification et une classification de la composition des surfaces à l'échelle du pixel. La dimension spatiale permet d'obtenir une cartographie des différentes matières, comme celle des pigments. Par exemple en archéologie elle permet de révéler et caractériser des motifs très ténus ou surchargés dans les peintures rupestres absolument impossibles à discerner ou séparer avec les 3 canaux d'information d'un appareil photo (**Defrasne et al.** 2022).

L'utilisation d'une caméra hyper-spectrale dans le domaine de l'art pariétal a plusieurs objectifs :

- identifier d'éventuelles nouvelles images invisibles à l'œil nu ou avec l'usage de DStretch et individualiser les figures intégrées à des superpositions difficilement lisibles dans le but de compléter notre connaissance du corpus graphique de l'abri, de sa structure et de son fonctionnement ;
- identifier d'éventuels repeints de figures ;
- ajouter une dimension spatiale à l'étude ponctuelle des matières colorantes telle que pratiquée jusqu'alors dans le but d'appréhender la distribution spatiale des matières à l'échelle de la paroi et procéder à des regroupements de figures sur la base des compositions observées (classification spectrale) ;
- obtenir une caractérisation des matières picturales autorisant la comparaison avec des spectres obtenus sur des matières géologiques pour permettre l'identification éventuelle de sources d'approvisionnement (à partir des données acquises dans le cadre de la Pigmentothèque).

Des tests d'imagerie hyper-spectrale ont été réalisés avec un spectro-imageur Specim-IQ sur le site du Rocher du Château et de Chuchuwayha. Les résultats de ces tests préliminaires (Figure IV.2) sont largement prometteurs, car ils ont permis de révéler une figure de cervidé entièrement recouvert d'un encroûtement au Rocher du Château. Les données acquises sur le site de Chuchuwayha restent encore à traiter.

En collaboration avec les laboratoires de l'OSUG, et piloté par Bernard Schmitt (IPAG), un financement a donc été obtenu pour acquérir un dispositif plus précis et puissant : un couple d'imageurs hyper-spectraux (HSI) visible et proche-infrarouge (0.4 - 2.5 μm) à haute résolution spectrale. Ce dispositif non-invasif peut couvrir de larges surfaces contrairement à l'analyse ponctuelle *in situ* (XRF, Raman) ou les micro-prélèvements étudiés en laboratoire (microscopie optique, MEB, FTIR...) soumis à autorisation.

Cette méthode permet ainsi (i) de différencier des pigments de couleur semblable ; (ii) de classer des figures sur la base de leur composition ; (iii) d'obtenir des indices quant à la présence de phases minérales ou organiques associées au pigment non identifiées par d'autres méthodes.

Les mesures HSI permettent aussi de cartographier la minéralogie du substrat et de documenter la taphonomie de la paroi (encroûtements antérieur ou postérieur aux peintures, couches translucides...) dont la compréhension est indispensable à l'étude des matières colorantes.

Les données de l'imagerie hyper-spectrale requièrent en revanche d'importants post-traitements en laboratoire. Plusieurs techniques 'classiques' d'analyse de données hyper-spectrales, couramment utilisées en télédétection, ont été testées sur les données dans le but de trouver celle permettant d'extraire au mieux l'information sur la présence de pigments et la comparer avec les meilleurs résultats obtenus avec le logiciel DStretch. Un des buts étant d'évaluer l'apport de l'imagerie hyper-spectrale dans la gamme du visible et très proche infrarouge (400-900nm) par rapport à l'imagerie large bande RGB des photos et son analyse avec DStretch (**Defrasne et al.** 2022, Figure IV.2).

Deux types de techniques peuvent être utilisées :

- des techniques de 'transformation' (ICA, MNF, PCA, Decorrelation Stretch, ...) cherchant à séparer les différents types d'information contenues dans l'image hyper-spectrale par divers types d'opérations mathématiques de reprojexion dans des espaces différents de celui des canaux spectraux originaux ;
- des techniques de 'classification spectrale' combinant plusieurs étapes de traitement, travaillant essentiellement sur la reconnaissance de caractéristiques spectrales (forme du spectre, bandes, ...), focalisées ici sur la recherche des pixels possédant les spectres les plus proches, selon divers critères, de spectres typiques des pigments rouges utilisés sur la paroi.

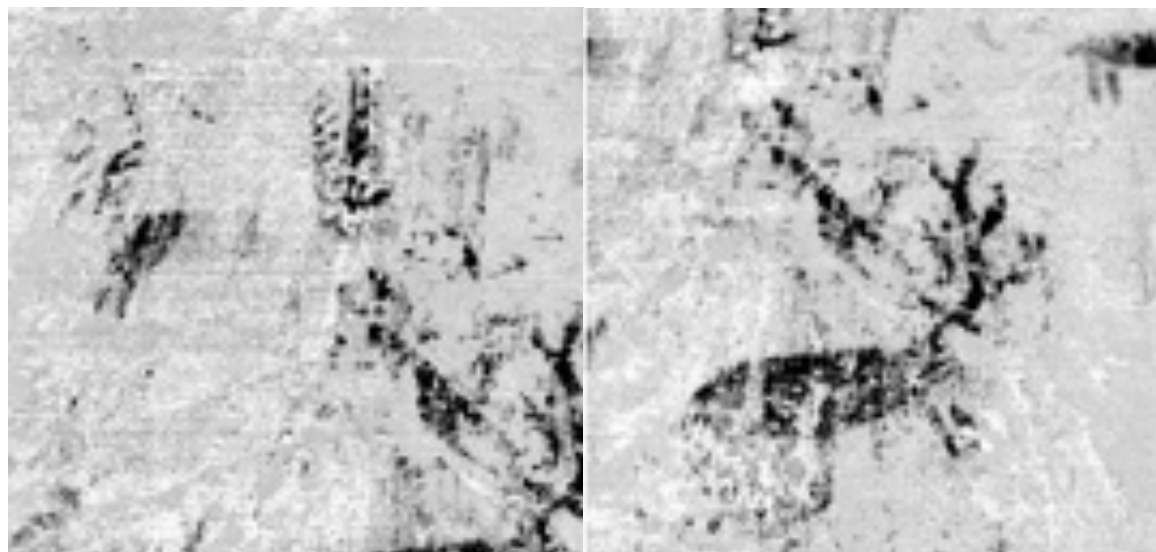


Figure IV.2 : Image hyper-spectrale obtenue avec un spectro-imageur Specim-IQ sur les parois du Rocher du château (Bessans)- B. Schmitt

Mais pour interpréter le signal spectral obtenu pour un pixel, il faut que celui-ci ait une bonne résolution spatiale et un bon signal sur bruit, donc un long temps d'acquisition. La rapidité de mesure d'une image hyper-spectrale ne permet donc pas d'obtenir un signal suffisant pour une interprétation optimale. Mais on peut utiliser la spectroscopie de réflectance diffuse portable couvrant tout le domaine visible et proche infrarouge (0,4-2,5 μm) permettant d'obtenir un spectre en un point donné (prototype mis au point pour l'étude des parois ornées par B. Schmitt, O. Brissaud (IPAG) et E. Malet (EDYTEM)). Ce spectre présente une plus grande gamme d'énergie que l'HSI et un meilleur signal sur bruit permettant de caractériser une diversité de minéraux et matériaux organiques et de caractériser la couleur de manière objective (sans effet de la couleur du substrat). Des regroupements de figures en fonction de leur composition est alors possible et des hypothèses sur la source de matière première pourront être proposées.

Il est cependant nécessaire de comparer ces spectres individuels à des bases de données de matériaux de référence ou de pouvoir interpréter les différentes bandes spectrales sur toute la gamme de longueur d'onde. Cette comparaison s'appuie sur l'utilisation de spectres de référence provenant de 2 bases de données obtenus sur les dispositifs SHINE et SHADOW (IPAG) : a) une base en cours de construction de minéraux purs (B. Schmitt), et b) celle de la Pigmentothèque qui fournit des références de roches ferrugineuses géoréférencées et caractérisées du point de vue de leur pétrographie, minéralogie et géochimie (PIG-SSHADE⁴⁶).

⁴⁶ <https://www.sshade.eu/db/pig>

Un verrou important quant à l'interprétation de ces images hyper-spectrales provient de la difficulté de discriminer des roches ferrugineuses entre elles à partir de leur signal spectral. En effet celui-ci peut évoluer en fonction de la préparation de l'échantillon (poudre, bloc brut, plot poli)(**Chalmin et al.** 2021). Il n'existe pas à l'heure actuelle de modèle physique pour la réflectance de poudres sèches, par opposition aux poudres en suspension et aux matériaux compacts. Ceci est lié à l'absence de constante optique connue pour chacun des constituants de la matière. De plus, le comportement photométrique des matériaux naturels complexes reste difficile à comprendre pour pouvoir interpréter les mesures spectro-photométriques de peintures rupestres pour ce qui concerne leur composition. Enfin, comprendre la composition et la texture du matériau nécessite la construction d'un modèle physique de transfert radiatif adapté à ces milieux (granulaires stratifiés, ...), et intégrant les propriétés fondamentales d'absorption et diffusion des minéraux constitutifs. Pour lever ces verrous, une nouvelle thèse en collaboration avec Nicolas Holzschuch (INRIA, LJK) et Bernard Schmitt (IPAG), financée par le CDTools Patrimalp (IDEX, UGA, co-porté par L. Rivière, P. Martinetto, V. Adam et E. Chalmin) sera lancée à l'automne 2023. L'objectif sera de relier les propriétés mesurables optiquement de matériaux utilisés dans les peintures rupestres à leurs propriétés physiques (texture et granulométrie) et chimiques. Cette thèse s'appuiera sur des données de laboratoire de réflectance diffuse obtenues dans plusieurs géométries d'illumination-observation sur des poudres de minéraux de référence avec plusieurs textures pour ensuite construire/adapter des modèles physiques de transfert radiatif en milieu granulaire.

Pour aider à l'interprétation du signal spectral ponctuel, il est donc possible de coupler d'autres méthodes analytiques ponctuelles non invasives d'analyse élémentaire ou structurale pour connaître la nature des constituants localement. L'analyse d'un micro-échantillon de la figure peinte et de la paroi vient compléter les informations ponctuelles, mais sa représentativité peut être remise en question. Il reste encore une étape, celle d'intégrer ces données ponctuelles et de le replacer spatialement. Il s'agit donc de pouvoir extraire de l'image hyper-spectrale des informations analytiques et donc une interprétation quant à la composition de la matière. Il faut pouvoir comprendre également la superposition de ces différentes matières en un point pour remonter à une chronologie relative et à une dynamique d'évènements sur la paroi.

Pour lever ce verrou, une fois les données spectroscopiques traitées à partir des informations fournies par ailleurs (caractérisation des matières colorantes et des encroûtements), il sera nécessaire de traiter des images et d'optimiser la visualisation d'une large quantité de données. La difficulté repose sur l'obtention de traitement homogène avec les mêmes statistiques et donc de systématiser le traitement sur l'ensemble des données. Une collaboration avec K. Jacq (Envisol) et B. Schmitt (IPAG) sera nécessaire pour mettre au point les outils statistiques adaptés pour permettre d'améliorer l'image initiale, fidèle et nettoyée. L'un des objectifs serait de pouvoir utiliser un protocole de traitement des données robuste,

reproductible et cohérent pour produire des images interprétées (l'un des objectifs affichés dans le projet SEMIOTIC).

IV.1.4. Les attendus d'une cartographie analytique

L'objectif est donc d'obtenir une image fidèle en 2D1/2 permettant d'intégrer les résultats d'un point dans un espace bi-dimensionnel (Figure IV.3). Ce relevé analytique sera donc construit à partir de différents « calques d'information » représentant différentes typologies de matières (matières colorantes, encroûtements, film organique, ...) et différentes étapes de processus (mise à nu de la paroi, écoulement, action anthropique, ...). La finalité permettant d'associer les processus avec les différentes matières.

Ainsi, il sera possible sur l'image de la paroi :

- d'isoler le signal de la paroi de celui des figurations ;
- de regrouper des figures par type de matières picturales ;
- d'accéder aux superpositions ;
- de sonder sous les encroûtements des figures « invisibles ».

La répartition spatiale de ces différentes matières sera interprétée en proposant les mécanismes à l'origine de leur mise en place (application) et de leurs modifications post-application. Pour accéder à ce niveau d'interprétation, la réflexion portera sur l'ensemble du site en utilisant les outils de la géomorphologie. Autrement dit, dans le modèle géomorphologique, qui est un modèle chronologique et spatial des formes, seront introduites les caractéristiques des matières, qu'elles soient globales ou ponctuelles. Le relevé analytique doit donc intégrer, sur une cartographie à l'échelle de la paroi, les informations ponctuelles et relatives à l'ensemble du site.

Enfin, la dernière étape consistera à assembler et intégrer les informations analytiques acquises. Ainsi, les observations dans le visible seront croisées avec les processus identifiés et décrits à l'échelle du site pour expliquer l'histoire de la paroi. Il s'agit donc de s'appuyer sur des outils d'un système d'information géographique pour intégrer l'ensemble des « cartographies » et construire un relevé analytique intégré (Delannoy et Geneste, 2020).



Figure IV.3 : Proposition de mise en commun de « couches » de lectures disciplinaires d'une zone d'intérêt : peintures (rouge), figures piquetées (jaune), gravures fines (blanc), signatures (bleu), enlèvement de matière et impact (rouge foncé), desquamation de paroi (orange) et encroûtement calcitique (rose). Panneau orné du site des Oullas (Saint-Paul-sur-Ubaye, Les Hautes-Alpes). Conception J.-J. Delannoy

Pour débiter, nous nous appuyons sur des données déjà acquises et traitées (Defrasne et al. 2019 ; Defrasne et al. 2022 ; Chassin de Kergommeaux et al. soumis ; Le Turnier et al. en préparation), en cours de traitement sur des sites déjà investis (données synchrotron pour Otello, imagerie hyper-spectrale et géomorphologie pour Otello et Rocher du Château, thèse de Coline Théron). Il sera ensuite possible de poursuivre l'étude d'autres sites peu ou pas encore investis, comme Chuchuwayha (Colombie Britannique) dans le cadre du projet porté par A. Quiles, ou encore les Eissartènes (Le Val, Var) et les Oullas (St Paul sur Ubaye, Haute vallée de l'Ubaye) faisant partie du corpus des sites schématiques néolithiques du PCR Graphein porté par C. Defrasne.

En parallèle de la construction de cette cartographie analytique nécessitant l'intégration de données de plusieurs disciplines et à plusieurs échelles de caractérisation, le second objectif est d'améliorer les possibilités de comparaison des matières colorantes, qu'elles soient déposées en paroi, retrouvées dans les sédiments ou dans leur environnement géologique. En complément des observations macro-, méso- et microscopique déjà menées, la géochimie a déjà démontré son fort potentiel mais également ses limites.

IV.2. Optimisation des acquisitions et des traitements des données géochimiques

L'un des enjeux pour associer les matières entre elles, lorsqu'elles ont subi des transformations mécaniques et que leur pétrographie et leur texture ont disparu, est de comparer leur composition chimique. Bien que la micro-analyse et l'imagerie élémentaire permettent désormais d'identifier l'origine géologique des matières colorantes cohésives, il reste difficile de comparer la composition de blocs avec celle des résidus de matières réduites en poudre, appliquées sur des supports (art mobilier, industrie lithique ou osseuse, parures, etc.), et à plus forte raison sur des parois ornées.

Nous avons pu présenter au travers des différentes études menées ces dernières années, des matières provenant de contextes archéologiques et géologiques, conduisant à l'acquisition de données spatiales, pétrographiques, et cristallographiques aussi bien qu'élémentaires variées et hétérogènes. Lorsque ces données sont produites par des équipes et des projets scientifiques différents, cette hétérogénéité s'accroît. Dans l'objectif de rendre comparables les différentes mesures dans le cadre de la Pigmentoθήque et du groupe de travail du réseau CAIRN, nous proposons des descripteurs et du vocabulaire partagé (*cf.* Thésaurus PACTOLS et PCR Pigmentoθήque). Il reste cependant un travail équivalent à fournir concernant le reste de la chaîne analytique car il existe de fortes différences de sensibilité et de justesse pour les différentes techniques utilisées rendant les données difficilement comparables.

Ces biais analytiques limitent l'application à large échelle des études de provenance sur les matières colorantes et le projet Color-Sources a pour objectif de s'intéresser à ces contraintes selon trois axes :

- (i) La calibration des instruments inter-techniques et inter-laboratoires pour prendre en considération la grande variabilité des teneurs en fer contenu dans les roches ferrugineuses étudiées (de quelques pour-cent à plus de 80%) et donc les effets de matrice quelle que soit la technique utilisée (XRF, PIXE, ICPMS). Seules des calibrations sur de larges gammes de concentrations par l'utilisation de standards adaptés et partagés par la communauté permettront d'obtenir des résultats suffisamment reproductibles, justes et fiables ;
- (ii) Améliorer le traitement statistique des données élémentaires, qui est un facteur important influant sur la discrimination des matières et l'identification de leur origine géologique. Depuis plusieurs années, des protocoles sont mis en place par des équipes, mais aucun consensus n'existe pour prendre en compte la diversité des compositions de ces matières colorantes. Bien que les méthodes d'analyse multivariées ont montré leur efficacité, il s'agit de tester différents protocoles de traitement sur plusieurs lots d'échantillons et d'identifier ceux fournissant les résultats les plus pertinents et les plus objectifs, sur un large éventail de contextes ;
- (iii) Réduire les biais par l'application d'une autre technique : l'ICP-MS par ablation laser (LA-ICP-MS). Etant données les limites des techniques pXRF sur l'étude des matières

colorantes réduites en poudre et déposées sur un substrat, il est important d'utiliser des techniques suffisamment sensibles, avec une taille de faisceau adaptée et la moins invasive possible. La méthode PIXE présente ses avantages avec la contrainte d'accès au dispositif de type grand instrument. La LA-ICP-MS permet également de surmonter ces contraintes par son application micro-destructive (35-50 μm de diamètre / 10-20 μm de profondeur) par ablation laser. Cette méthode innovante n'a pour l'instant été que très peu appliquée pour la différenciation de sources de matières colorantes (Mauran 2019 ; Mauran et al. 2021b ; Zipkin et al. 2015 ; Bu et al. 2013 ; Scadding et al. 2015) dont seulement deux consacrées à des micro-prélèvements de parois ornées (Bu et al. 2013; Scadding et al. 2015). Les premiers tests réalisés par M. Lebon indiquent que cette technique atteint les sensibilités et précisions suffisantes, tout en offrant la résolution nécessaire pour cibler les couches pigmentaires en surface et en profondeur. Le développement instrumental est réalisé par Benoît Caron, responsable de la Plateforme d'Analyse Géochimique ALIPP6⁴⁷ et les mesures sur vestiges archéologiques sont conduites par Laure Dayet pendant son post-doc (EDYTEM).

Pour mener à bien ces 3 axes, un groupe de travail, que je co-anime a été mis en place dans le cadre de l'ANR autour du développement de protocoles interopérables d'acquisition et de traitement des données géochimiques. Il s'agira :

- d'inter calibrer nos systèmes analytiques, sur des jeux d'échantillons communs, notamment pour l'analyse élémentaire couramment utilisée pour nos projets ;
- d'optimiser les protocoles de prétraitements des données (sélection des données significatives, normalisation des données) et des protocoles d'analyses multivariées adaptés à nos données ;
- d'établir des protocoles adaptés à l'analyse des résidus par ICP-MS/MS à Ablation Laser.

Les protocoles validés et les calibrations mises en place, il ne faut pas perdre de vue, l'interprétation du signal géochimique pour permettre d'isoler le signal de formations géologiques spécifiques. Ce signal doit être étudié à l'échelle d'un gîte d'approvisionnement, en testant les variabilités potentielles latérales et verticales. Enfin, selon les trajectoires de ces différents types de roche (alluvions, colluvion, sédimentation, altération, ...), cette géochimie peut se trouver modifier, mais certains marqueurs peuvent résister. Plusieurs types de formations se prêtent à comprendre ces processus et ses trajectoires, comme les bauxites du massif des Alpilles, dans le cadre de l'étude des sites schématiques néolithiques des Bouches du Rhône et du Var (Les Eissartènes, Otello), ou encore les altérites karstiques exploitées dans le massif des Bauges en lien avec le site orné du Trou de la Féclaz.

Bien que la pétrographie soit une étape essentielle et irremplaçable, elle peut difficilement être mise en œuvre sur de la poudre. La microscopie électronique permet d'accéder à une information spatiale de l'organisation des minéraux complémentaires, mais une fois le type de

⁴⁷ Plateforme d'Analyse Géochimique ALIPP6 : LA - ICP-MS-MS, ICP-OES ; UFR 918 TEB-CNRS UMR 7193 IStEP, Sorbonne Université

roche identifié, l'utilisation de marqueurs géochimiques reste un moyen de valider les liens pouvant exister entre les différentes matières. L'utilisation de méthodes analytiques permettant l'acquisition de cartographies élémentaires (PIXE, micro-XRF sur synchrotron, LA-ICPMS) permettra d'accéder aux distributions spatiales d'éléments traces difficilement détectables par des méthodes plus classiques.

IV.3. Conclusion

Les perspectives de recherche proposées dans ce chapitre s'appuient sur la problématique générale concernant la matérialité de l'acte graphique et s'enrichissent de la mise en pratique de l'approche intégrée des sites ornés et d'autres sites archéologiques mobilisant l'usage des matières colorantes. Elles se construisent surtout dans l'objectif de résoudre les verrous actuels qui limitent la compréhension de tous les indices inscrits dans la matière colorante, mais également dans la paroi.

En cherchant à spatialiser les informations liées à la paroi et celles liées à la matière picturale, il est nécessaire de s'appuyer sur des connaissances détaillées de chacun des systèmes et d'en connaître les processus d'altération. D'autre part, pour corréliser les matières picturales aux vestiges archéologiques jusqu'aux potentielles sources géologiques, la prise en compte de la taphonomie, de la transformation de la matière ainsi que la chaîne évolutive des gîtes de matières premières reste indispensable. Ces deux problématiques nécessitent des développements méthodologiques en s'appuyant sur des techniques analytiques performantes. La cartographie analytique de la paroi et l'optimisation des acquisitions et des traitements des données géochimiques sont donc les pistes présentées ici et n'ont de sens que pour résoudre des verrous déjà identifiés.

Ces perspectives de travail pour les années à venir sont donc des étapes transversales à toute étude systématique des sites d'art rupestre et s'appuie sur un travail collaboratif. L'approche intégrée et intégrative fait d'ores et déjà appel à plusieurs disciplines pour construire un discours commun qui doit se faire avec des équipes de taille réduite, mais il est indispensable d'élargir les collaborations avec des spécialistes dans chacun de leur domaine qui ne sont pas forcément impliqués sur le terrain ou directement dans la question archéologique mais qui permettent d'apporter des connaissances théoriques et fondamentales, et des savoir-faire. Il s'agira donc de solliciter Bernard Schmitt (IPAG) pour se former à l'acquisition et au traitement des données hyperspectrales. Pour améliorer et optimiser ces traitements, nous ferons appel à Pierre Bordet (Institut Néel), spécialiste des traitements de données volumineuses et multi-dimensionnelles acquises sur synchrotron, et également à Kevin Jacq (EnviSol) qui utilise la chimométrie pour traiter les données d'imagerie.

Pour une meilleure connaissance des processus d'altération des parois, il serait nécessaire de collaborer avec des spécialistes des lichens et du développement de micro-organismes dans des milieux extrêmes (grotte et/ou montagne).

L'environnement de recherche au sein du laboratoire, de l'université Savoie-Mont Blanc, du collectif de Patrimalp, mais également au sein du réseau de métiers d'archéomètres (CAI-RN, MITI CNRS) est particulièrement favorable pour construire des collaborations et accéder à des plateformes spécialisées.

Ces outils et ces méthodes peuvent également être mobilisés ou être issus d'autres domaines d'application pour répondre aux enjeux identifiés. L'interdisciplinarité et la proximité avec les sciences de l'environnement sont des atouts majeurs dans ces perspectives de recherche autour des matières colorantes, à la fois objet géologique, technique, social et culturel. Pour appréhender au mieux cette interdisciplinarité, il m'a été nécessaire de partager d'autres objets d'étude, comme les sédiments et les concrétions calcaires, comme le présente le chapitre suivant.

V. La physico-chimie et le développement méthodologique au service d'autres problématiques : une digression nécessaire

De formation physico-chimiste, puis diplômée d'une thèse en géomatériaux, il m'a fallu adapter un parcours professionnel contraint par les limites de la discipline. J'ai eu la chance de découvrir le laboratoire EDYTEM interdisciplinaire, s'appuyant sur la diversité et favorisant ainsi l'émergence de ces profils « hybrides ». Je n'avais pourtant pas prévu d'intégrer le laboratoire EDYTEM pour poursuivre ma recherche sur l'art pariétal et j'ai dû me réorienter sur les matières organiques comme indicateurs pertinents de la dynamique et évolution environnementale en lien avec la Chaire CNRS alors obtenue. Je me suis ainsi appuyée sur mes compétences en chimie analytique sur mon expérience du milieu karstique pour faire valoir une nouvelle dynamique.

Depuis mon recrutement au sein de l'Université Savoie-Mont-Blanc, j'ai pu ensuite développer mes activités de recherche entre différentes équipes et disciplines du laboratoire EDYTEM, ce qui m'a permis de m'approprier les spécificités des sciences de l'environnement et de développer d'autres méthodes analytiques. Cela a été surtout pour moi l'opportunité d'améliorer mon expérience de terrain et de découvrir les problématiques de mes collègues. Tous ces éléments ont été très profitables pour prendre du recul sur mes pratiques et pour permettre par la suite une maturation des projets autour des matières colorantes.

L'attribution d'une chaire d'excellence par le CNRS m'a permis de disposer de moyens suffisants (temps et moyens financiers) non seulement pour m'impliquer dans la recherche autour des matières organiques, mais aussi pour participer à la dynamique de recherche de ce nouveau laboratoire qui aujourd'hui réunit les deux anciennes entités EDYTEM et LCME.

L'objectif de ce dernier chapitre du manuscrit est donc de valoriser les actions menées pendant près de 5 ans et de démontrer l'intérêt de croiser les méthodes, les archives et les regards pour rechercher les indices liés à la modification d'un milieu. Toujours résolument interdisciplinaire, ce travail s'inscrit dans une dynamique à la fois personnelle et collective qui

fait sens autant pour ma discipline, mon implication dans la recherche et dans l'enseignement, que pour le laboratoire EDYTEM dans lequel je continue de m'investir.

La recherche de la matière organique naturelle (MON) dans les archives continentales en tant que traceur environnemental s'inscrit donc dans une problématique visant à décrire la dynamique actuelle et l'évolution passée de l'environnement. Les MON piégées dans les spéléothèmes et les sédiments lacustres sont directement issues de l'environnement (végétation, sols). Il s'agit de s'appuyer sur les propriétés de fluorescence de ces MON, en utilisant une méthode peu discriminante mais ne nécessitant pas l'extraction de ces MON pour suivre leur présence dans ces géomatériaux : la spectroscopie de fluorescence sur solide. L'objectif est donc de mettre au point des approches méthodologiques complémentaires afin de suivre les matières organiques naturelles et anthropiques (polluants) aux différents stades de leurs transferts, jusqu'à leur piégeage dans la matrice (sédiment ou calcite). Dans ce chapitre, il s'agit de présenter les principaux résultats issus de la recherche des matières organiques naturelles dans les archives naturelles.

V.1. Recherche des matières organiques naturelles dans les archives naturelles

Équipe impliquée

Yves Perrette, Jérôme Pouléard, Bernard Fanget, Marine Quiers, Charline Giguët-Covex ; Anne-Lise Develle (EDYTEM) ; Isabelle Domaizon (CARTELE) ; Dominique Genty (LSCE) ; Jean Susini et l'équipe de la ligne ID21 ESRF

Stagiaires : Mickaël Sanchez (DUT, 2013) ; Nicolas Imbert (DUT, 2011) ; Théo Fernandez (DUT, 2016) ; Laura Ferrière (M1, 2011)

V.1.1. Contexte et problématique

Les études sur les paléoenvironnements récents montrent la difficulté d'appréhender la diversité des influences de l'Homme et du climat dans les dynamiques environnementales passées et actuelles. L'un des moyens d'appréhension le plus couramment développé est le croisement des archives naturelles sur des mêmes espaces et fourchettes temporelles : dépôts endokarstiques (carbonatés et détritiques), dépôts lacustres ainsi que cernes de croissance des arbres constituent des archives environnementales de qualité pour aborder les changements rapides du climat et/ou de l'anthropisation (Jouzel & Lorius 1999 ; Mann 2001 ; Frisia et al. 2005 ; Perrette et al. 2005 ; Van Beynen & Febroriello 2006). La complémentarité de ces archives permet de tendre vers une connaissance la plus continue possible de l'évolution spatiale et temporelle de l'environnement. De plus, les différentes archives naturelles permettent de travailler, grâce à leur structure rythmée, à haute résolution temporelle ; cette haute résolution d'information est l'un des moyens de discriminer la part de l'Homme et celle du climat dans les évolutions environnementales passées et actuelles.

Parmi les traceurs environnementaux récemment étudiés, les matières organiques naturelles (MON) constituent des indicateurs de choix pour travailler sur les environnements passés et présents. Ces MON incluent, à la fois, les substances humiques mais aussi de nombreuses molécules spécifiques d'environnements végétaux particuliers. Considérées comme des biomarqueurs, les MON constituent des traceurs pertinents pour le suivi de l'évolution environnementale et pour la compréhension des modes de transfert des informations entre écosystèmes terrestres et aquatiques.

Les études sur les MON ont été et sont principalement réalisées via une approche globale ou une approche analytique. La première consiste en l'étude des substances humiques (hydrophile/phobe) permettant une appréhension globale d'un type d'environnement. Cette méthode est peu discriminante vis-à-vis de la différenciation des nombreuses variétés de MON. L'approche analytique passe, quant à elle, par une molécule traceur permettant de remonter au précurseur de la MON, sans pour autant tenir compte de la matrice ni des transferts.

Appuyée à la fois sur l'approche globale et analytique, cette étude vise donc à suivre, à la fois, l'évolution de l'environnement avec l'aide de traceurs et à comprendre la dynamique des MO associée à chaque type d'environnement (chimique, écosystème ...).

Deux environnements ont été choisis pour suivre cette dynamique : le milieu karstique et les sédiments lacustres.

Les **milieux karstiques** présentent l'avantage d'être relativement stables chimiquement (milieux saturés en calcium, CaCO_3 majoritaire) et d'avoir une grande capacité à enregistrer et archiver les évolutions environnementales au cours de la croissance des concrétions carbonatées notamment souterraines (Turgeon & Lundberg 2004 ; White 2004 ; Blyth et al. 2008). Les stalagmites constituent des archives multiparamètres (climatique, biologique, anthropique) pouvant contenir plusieurs grammes de MO par kg de solide. Le suivi des variations en MON peut alors se faire d'un point de vue qualitatif et quantitatif à l'échelle annuelle. Mais afin de parvenir à une interprétation complète de l'enregistrement de MON au sein de ces dépôts, il est important d'appréhender ses modalités de piégeage.

Les **archives sédimentaires** lacustres permettent d'enregistrer de façon intégrée les processus à l'échelle du bassin versant avec une bonne résolution temporelle continue. Depuis plus de 20 ans, les sédiments lacustres ont largement démontré leur potentiel pour reconstituer l'évolution des niveaux trophiques (Arnaud et al. 2005 ; Giguet-Covex et al. 2011).

Accumulées dans les archives naturelles, les MON sont ubiquistes et peuvent présenter des variations qualitatives et quantitatives sur différentes échelles de temps. Les MON les plus représentatives (quantitativement) et les plus étudiées sont les substances humiques [SH] (acides humiques - AH et fulviques - AF). Ces substances sont en particulier à l'origine de la fluorescence des spéléothèmes (Rousseau et al. 1993 ; McGarry & Baker 2000). Alors que les substances plus hydrophobes seront plutôt transportées en phase solide (agrégats, adsorption sur des particules ou les composés détritiques), les SH plus hydrophiles sont plus mobiles et se trouvent principalement sous forme dissociée en solution, favorisant l'adsorption sur la surface de la calcite chargée positivement (McGarry and Baker 2000). D'autres types de MO contenus dans les spéléothèmes sont aussi utilisés comme biomarqueurs provenant principalement de la végétation : les HAP (hydrocarbure aromatique polycyclique), les PCB (polychlorobiphényles) (Perrette et al. 2008) ou encore les lipides, de haut poids moléculaires (Lauritzen et al. 1994 ; Xie et al. 2003 ; Blyth et al. 2006 et 2007). Ceux-ci peuvent également servir de traceurs de paysage en fonction des types de végétations et peuvent renseigner sur les changements environnementaux. Malgré le haut degré de préservation des biomarqueurs sur une longue durée dans le temps, ceux-ci ne sont pas assez discriminants quant à leur origine (sol, bactéries ...). Les études encore trop ponctuelles nécessitent une meilleure connaissance en particulier sur leur préservation durant le transport (Blyth et al. 2008). Les MO présentent

une grande variété de taille et de forme et peuvent être particulièrement réactives. Diverses interactions sont possibles avec les différentes phases présentes en milieu karstique (sol, calcite, eau). Les modes d'insertion de ces MO sont mal connus et plusieurs hypothèses ont été soutenues concernant les associations des MO avec la calcite (Clapp & Hayes 1999 ; White 2003). Les MO peuvent être considérées comme :

- des phases moléculaires ou macromoléculaires possédant une conformation aléatoire en solution ;
 - des associations de molécules plus petites liées entre elles par des forces d'interaction faibles,
 - des adsorptions dans les porosités ;
- ou encore comme des inclusions submicroscopiques de phase secondaire.

On peut alors souligner que le potentiel informatif des MO présentes dans les archives environnementales est particulièrement important. À partir de l'étude de la variation du signal de fluorescence sur une succession de lamines, des changements saisonniers ont été mis en évidence. A l'automne, par exemple l'intensité de fluorescence est plus importante et la variation en longueur d'onde indique un changement de type de composés organiques majoritaires au cours des saisons (Van Beynen et al. 2000). Pourtant l'interprétation des variations aussi bien qualitatives que quantitatives n'est pas facile à valider pour une reconstruction paléoenvironnementale sans l'utilisation d'un autre traceur de la MO. Les questions persistent également sur le moyen de différencier toutes les MO. L'objectif est donc d'approfondir les connaissances sur la caractérisation, la réactivité et les modes d'insertion des MO dans les différents systèmes naturels. De même, il est utile de mieux cerner en quoi les MO peuvent constituer des vecteurs pertinents d'information pour appréhender les activités humaines récentes et passées.

V.1.2. Méthodologie

Le principal objectif de cette étude consiste en l'adaptation de protocoles analytiques couramment utilisés en chimie et en l'utilisation du potentiel informatif des MO aux problématiques de reconstitution paléoenvironnementale et à la compréhension de ces dynamiques environnementales passées et futures.

Les MO ont l'avantage d'être présentes sur une large échelle structurale, d'espace et de temps. De plus, les MO présentent une grande variété de structure chimique : de la molécule à la macromolécule, il est donc important de choisir des méthodes d'analyse pertinentes qui puissent être discriminantes et sensibles aux faibles concentrations. Pour les identifier et les tracer, il existe deux principales méthodes : (1) la méthode globale sur l'échantillon brut et (2) la méthode analytique après extraction.

1) la méthode globale sur l'échantillon brut s'appuie sur l'utilisation de deux techniques analytiques :

- La spectroscopie de fluorescence en 3D (émission, excitation) est performante pour l'étude des composés organiques aromatiques, et classique pour l'étude des substances humiques ;
- La microscopie InfraRouge à Transformée de Fourier (IR-TF) donne un accès à la composition moléculaire des phases organiques et minérales.

2) Pour la méthode analytique après extraction, deux techniques sont utilisées :

- La chromatographie en phase liquide (HPLC) permet la séparation des différents groupements chimiques le long d'une colonne en fonction de leurs propriétés chimiques ;
- La mesure du carbone organique total (COT) donne un indicateur spécifique pouvant servir de traceur pour les études dynamiques.

Enfin, il s'agit également de suivre les MO, de caractériser la matrice et identifier leur interaction par des méthodes microscopiques et spectroscopiques à la fois de laboratoire mais aussi sur grands instruments. En effet le rayonnement synchrotron permet d'utiliser un large éventail de techniques non destructives. La grande sensibilité de ces techniques ainsi que l'utilisation d'un micro-faisceau favorisent de faibles temps d'acquisition et l'obtention de cartographies sur des échantillons stratigraphiques fins :

- La fluorescence des rayons X (XRF) donne accès à la composition élémentaire et à la distribution spatiale des éléments dilués ;
- La spectroscopie d'absorption des rayons X (XANES X-ray Absorption Near Edge Structure, ID21, ESRF) donne des informations sur la forme chimique (degré d'oxydation, environnement chimique) d'un élément chimique, en particulier les cations métalliques pouvant être complexés aux composés organiques, comme le soufre (S) et le phosphore (P). Le S présente l'avantage d'être présent sous divers degrés d'oxydation dans les acides humiques et une différenciation peut être faite entre des AH adsorbés ou complexés à partir du XANES du S (Prietz et al. 2007). Le P est également un élément largement lié à la MO et présent sous différentes structures moléculaires et différents environnements chimiques distinguables par la méthode XANES.

L'utilisation de la microscopie électronique permet d'accéder à des informations morphologiques et chimiques (couplage avec un système de détection EDX) à l'échelle de quelques centaines de microns à quelques microns.

Une synthèse de ces méthodes est proposée dans le tableau V.1 dans le cas plus spécifique de l'étude des MON dans une matrice calcaire, comme dans le cas des stalagmites.

Technique	Parameters	Calcite Crystals	Level of Information	HA	Calcite
Optical microscope	Color	Presence of HA	++		
SEM	Shape	Effect due to [HA] ^a	+		
XRD	Crystallographic structure	No effect whatever of the [HA], calcite stability	+		
Fluorescence	Bands and intensity	Attribution as a function of [HA]; insertion, desorption, and partitioning	+++	⋮	
FTIR	O-H stretching band	Adsorption of HA, colloidal conformation, structural evolution of HA	+/-	⋮	
XRF	Trace elements High resolution	Localization of S linked to HA on the edge of calcite crystal	++	⋮	
XANES	Oxidation state. Sred/Sox	Evolution of the ratio Sred/Sox as a function of [HA]; partitioning of HA during incorporation	++++	⋮	

^a[HA] = HA concentration.

Tableau V.1 : Tableau de synthèse du niveau d'information des différentes techniques sur la caractérisation de la matière organique (HA) associée à la calcite. (Chalmin et al. 2013)

V.1.3. Mécanismes d'insertion de la MO dans la calcite

L'insertion des MO lors de la précipitation de la calcite peut jouer un rôle important dans la cinétique et les mécanismes de croissance de la calcite (Lebron and Suarez 1996 et 1998 ; Lee et al. 2005). Notamment, un effet inhibiteur peut être observé selon la nature et la concentration de ces MO (Hoch et al. 2000 ; Lin et al. 2005). A faible concentration, le taux de cristallisation peut être ralenti et stoppé à plus forte concentration, par blocage des sites de nucléation. Il est donc important de comprendre les mécanismes mis en jeu lors de cette insertion dans la matrice afin d'interpréter les enregistrements à haute résolution de la MO piégée dans la calcite des stalagmites.

Différents mécanismes de piégeage de la MO dans la matrice de calcite peuvent être impliqués au cours de la croissance cristalline de la calcite et en fonction du type de MO. Plusieurs facteurs spécifiques liés aux échantillons naturels (défauts cristallins, variation chimique, changement de densité ...) sont limitants pour permettre de différencier ces différents mécanismes par une approche globale. Pour s'affranchir de ces limites, une méthodologie basée sur la caractérisation d'échantillons analogues synthétiques a été proposée. Nous avons synthétisé de la calcite dopée avec des AH standards en utilisant une adaptation du protocole de Gruzensky (Gruzensky & Peiser 1967 ; Paquette & Reeder 1995), puis analysé les interactions calcite/AH dans les cristaux résultants. Nous avons examiné ces effets à l'échelle morphologique et en termes de répartition chimique en effectuant des analyses complémentaires à l'aide de diverses méthodes, notamment la diffraction des rayons X, la spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier (IRTF), la spectroscopie ultraviolet-visible (UV-vis), la spectrofluorescence, la spectrocromimétrie, la micro-XRF sur synchrotron

et l'absorption des rayons X (XANES) au seuil du S (ID21, ESRF). D'autres expériences de désorption ont été réalisées afin d'estimer la quantité d'AH adsorbée et d'observer les changements des propriétés physico-chimiques des AH et de la matrice. Après désorption, les solutions contenant les AH adsorbés et les cristaux de calcite ont été analysées par spectrofluorescence.

La combinaison de ces techniques a permis d'identifier différents modes d'insertion par rigidification de la structure de la MO, comme par exemple la formation de colloïdes ou par adsorption avec formation de liaisons hydrogène à la surface de la calcite. Aucune modification structurale n'a été observée dans la matrice de calcite. A faible concentration, l'insertion de MO ne semble pas perturber la cristallisation ni induire de défauts structuraux significatifs. En revanche, un effet inhibiteur a été observé lors de l'ajout de la fraction hydrophobe de la MO, conduisant à une morphologie fibroradiée. De plus, l'insertion de ces MO conduit à une modification de la couleur de plus en plus intense en fonction de la concentration.

A partir des mesures de spectroscopie de fluorescence, nous avons pu accéder à des informations quantitatives, et ainsi montré que l'incorporation de l'AH est proportionnelle à la concentration en AH de la solution de précipitation. L'utilisation combinée des mesures FTIR et XANES au seuil du S met en évidence le partitionnement des AH lors de leur insertion dans la matrice calcite, à partir de l'évolution du degré d'oxydation du S contenu dans les AH (Figure V.1). Ce partitionnement implique à la fois (i) une adsorption préférentielle sur la surface chargée positivement de la calcite (Fenter et al. 2000) due à la propriété hydrophile du sulfate, et (ii) la masse stérique du large biopolymère (AH) limitant l'accès à la surface de la calcite. Ainsi nous pouvons proposer un modèle impliquant l'insertion d'AH dans la calcite sous forme d'une structure en couches, avec un revêtement externe d'AH réarrangé, dont l'épaisseur dépend de la concentration initiale d'HA en solution (**Chalmin et al. 2013**).

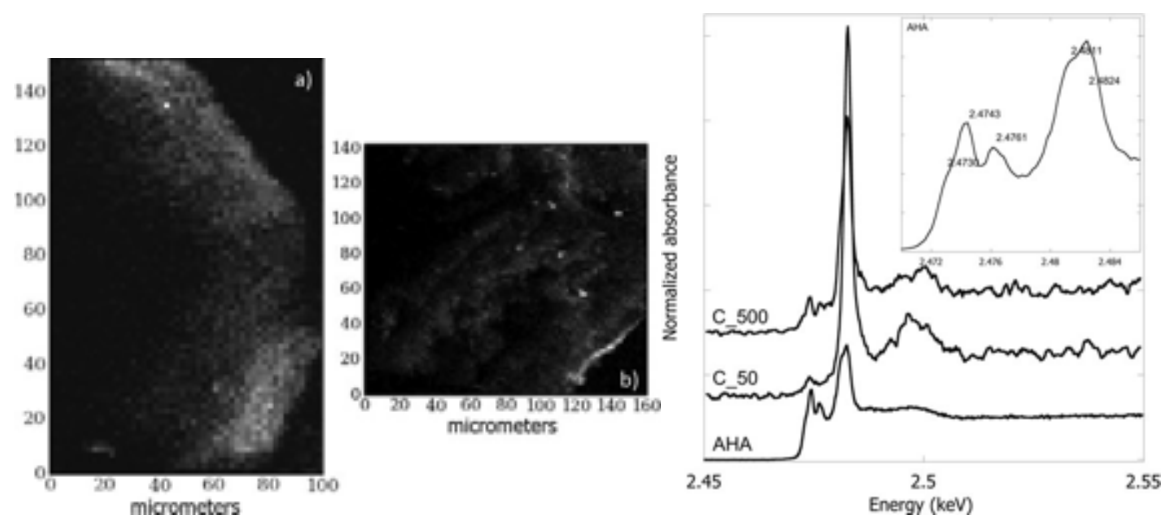


Figure V.1 : Échantillons synthétiques de calcite avec insertion d'acide humique Aldrich à différentes concentrations (C_5, C_50 et C_500 respectivement : 5, 50 et 500 mg/L) : cartographie du S en micro-XRF (ID21, ESRF ; énergie: 2.1 keV, pixel : 2 x 2 μm^2) sur un cristal a) C_50, b) C_500 ; c) spectres XANES au seuil du S obtenus sur les cristaux C_50 et C_500, comparés au AH standard Aldrich (Chalmin et al. 2013)

Bien que la synthèse de la calcite soit répandue dans la littérature (Tai et al. 2006 ; Ruiz-Agudo et al. 2011), elle est principalement étudiée par spectroscopie de force atomique (Freij et al. 2004 ; Wasylenki et al. 2005). Pourtant un des défis importants de notre étude consiste à optimiser la synthèse de cristaux tout en contrôlant les paramètres de croissance dans le but d'atteindre une taille de cristal suffisante pour être plus proche des conditions naturelles. L'obtention d'un cristal de plus grande taille permet également de le manipuler et de réaliser une coupe transverse sans inclusion dans la résine, et ainsi accéder aux mécanismes d'insertion au cœur de la matrice. Un nouveau montage de synthèse de calcite a donc été proposé pour permettre de contrôler la pression de CO_2 et le pH et de suivre l'ensemble des paramètres physico-chimiques (T° , pH, conductivité) au cours de la synthèse dans un bain thermostaté à 10°C (Figure V.2).

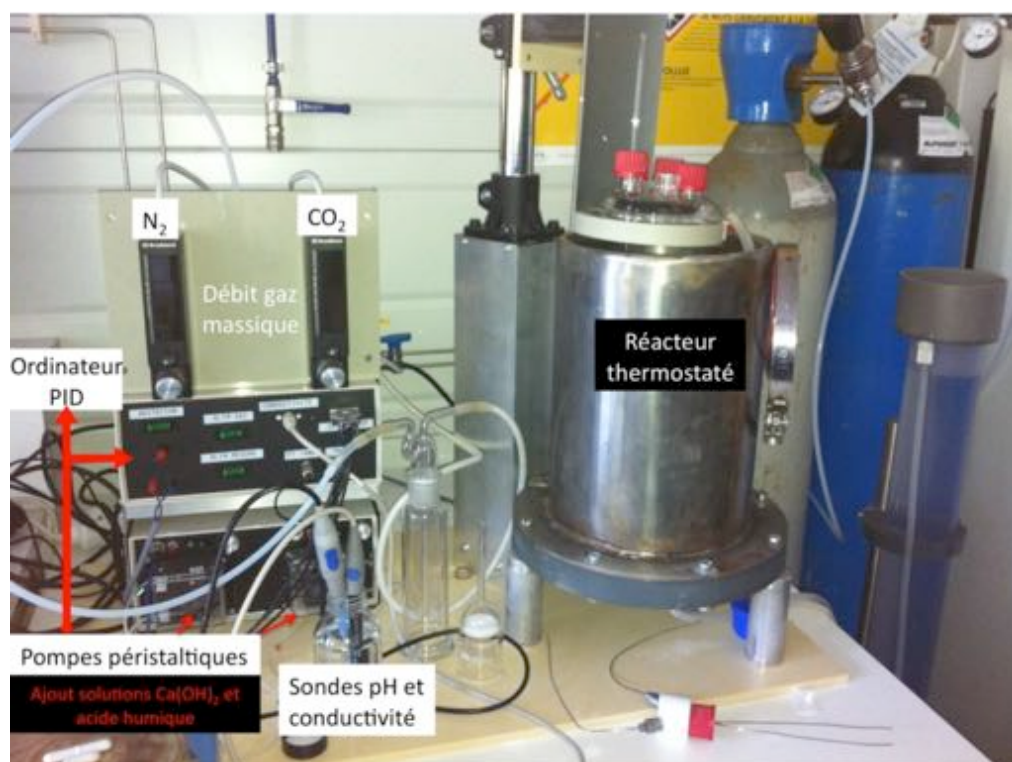


Figure V.2 : Montage de synthèse de calcite avec contrôle de la pression de CO₂, pH, conductivité, température et débit. Photo E. Chalmin

La synthèse de plus gros cristaux vise à s'approcher des conditions réelles de croissance des stalagmites et ainsi pouvoir mieux interpréter l'évolution de la présence de ces MON en terme aussi bien qualitatif que quantitatif. Il s'agit ensuite de comparer ces échantillons modèles à des échantillons naturels. Le mondmilch présente l'inconvénient de ne pas être structuré comme une stalagmite, mais l'intérêt d'être meuble et disponible en quantité suffisante pour être préparé et analysé sous forme de poudre sèche, comme les poudres synthétiques. Ainsi les mêmes protocoles peuvent être utilisés sur un système naturel pour mener au mieux des comparaisons.

V.1.4. Le mondmilch : première approche d'un système naturel

Le mondmilch désigne un concrétionnement poreux et meuble formé de fines aiguilles de calcite et de plus de 80% d'eau. La présence de ce mondmilch dans les grottes s'explique par des paramètres environnementaux à la fois abiotique et biotique. De par sa grande porosité et sa grande teneur en eau, le dépôt de mondmilch est en contact avec les flux de contaminants traversant le système karstique et peut donc constituer un enregistrement naturel des paramètres environnementaux. Cette étude s'intéresse donc à comprendre la capacité d'enregistrement des flux de matières organiques (naturelles et contaminants) et d'améliorer la connaissance sur le flux d'eau entre le couvert végétal et la cavité. Il s'agit également de comprendre l'influence des paramètres biotiques et abiotiques sur la présence et le développement de ce mondmilch.

Une première caractérisation physico-chimique (DRX, MEB, FTIR, ATD) a été réalisée sur les prélèvements de mondmilch provenant de la grotte des Elaphes (Massif des Bauges, France, 1400 m). Ces échantillons contiennent des teneurs en argile variant de 2 (dit blanc) à 50% (dit argileux), variation qui est directement en lien avec le type d'écoulement (indirect/lent ou direct/rapide)(Figure V.3a). La teneur en argile est également directement en lien avec la teneur en matières organiques de type humique, caractérisées par spectroscopie de fluorescence (sur fraction solide et sur fraction liquide après extraction)(Figure V.3b).

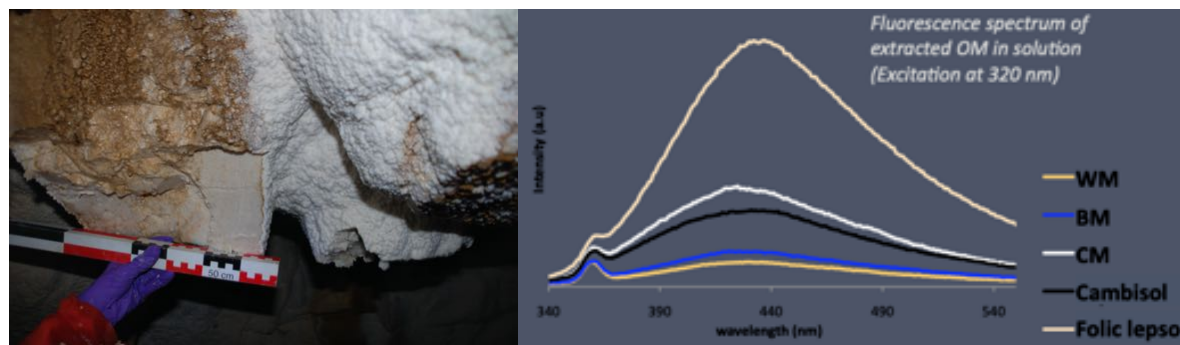


Figure V.3 : a. Prélèvement du mondmilch blanc et brun de la grotte des Elaphes (Massif des Bauges). b. Similarité des MON solubles extraites de mondmilch (blanc WM, brun BM et argileux CM) de la grotte et des sols au dessus (Cambisol et leptosol) mesurée par spectroscopie de fluorescence (Excitation à 320 nm). Poster Chalmin et al. EGU2012, Vienne, Autriche, Avril 2012

La nature de ces matières organiques est tout à fait cohérente avec celles extraites des sols juste au-dessus de la grotte. Pourtant la nature des argiles diffère. Celles-ci semblent provenir de sols profonds non accessibles. En parallèle, les communautés bactériennes ont été identifiées par méthode microbiologique (DGGE et séquençage ADN 16S) grâce à Isabelle Domaizon (CARTELL, INRA-UdS, Thonon-les-Bains). L'objectif à travers la comparaison des structures d'Eubactéries et d'Arché est d'apporter une première connaissance des phylotypes bactériens et de tester la variabilité de ces phylotypes en fonction des différents types de mondmilch.

Quelques datations à travers le transept roche-extérieur ont été réalisées au laboratoire du LSCE (Collaboration Dominique Genty) révélant des dates comprises entre 3500 et 6500 BP non calibré. Cependant l'utilisation du mondmilch comme une archive naturelle visant la reconstruction des paramètres environnementaux semble compromise étant donnée la difficulté d'interprétation de la structure interne non stratifiée et du mode de croissance.

V.1.5. Le S comme traceur de matière organique dans les stalagmites

Toujours pour suivre les MON dans les archives naturelles et comprendre leurs modes d'insertion dans la matrice, il est nécessaire de combiner plusieurs approches : la variabilité du signal de fluorescence associée à la présence d'autres indicateurs qui peuvent être quantifiés. La présence de soufre dans la plupart des MON de type humique nous a conduit à proposer une approche de suivi du soufre afin de tester sa capacité d'indicateur. La répartition ainsi que la spéciation du S sont alors suivies par méthodes synchrotron (XRF et XANES au seuil du S, sur la ligne ID21, ESRF) à haute résolution (de 200 à 50 μm selon la teneur en soufre). Ces mesures ont tout d'abord été menées sur différentes stalagmites connues et analysées par spectroscopie de fluorescence pour démontrer la relation entre la présence de matières organique et celle du soufre.

Pour comprendre les changements de degré d'oxydation et les différents environnements chimiques du S enregistrés dans ces stalagmites, il a également été nécessaire de passer par des échantillons modèles. En intégrant de l'acide humique de type Aldrich dans de la calcite synthétique, il a été possible de mettre en évidence l'oxydation du S lors du piégeage dans la matrice calcite. Ainsi il est possible d'interpréter les profils XANES obtenus le long d'une stalagmite sous un autre regard que la simple présence de sulfate d'origine volcanique (Frisia et al. 2005).

V.1.6. Estimation des teneurs en carbone organique dans les stalagmites

Une méthode a été mise au point pour permettre d'obtenir des estimations à haute résolution spatiale des concentrations de carbone organique (CO) des spéléothèmes en utilisant la relation entre la fluorescence en phase liquide et les teneurs en carbone organique des échantillons de sol (**Quiers et al.** 2015).

Il a d'abord été nécessaire de vérifier cette relation à partir des MO extraites d'échantillons de sols et de stalagmites provenant de trois sites des Préalpes françaises. Il a donc été possible d'estimer les concentrations de carbone dans les stalagmites entre 0,27 et 3,03 mg C/g de calcite, ce qui correspond aux concentrations mesurées rapportées dans la littérature. Pour évaluer la fiabilité à haute résolution de la procédure, il a été nécessaire de comparer les estimations de COT avec les valeurs de fluorescence en phase solide pour des échantillons

prélevés tous les 2 mm le long d'une des stalagmites. En raison des variations des propriétés optiques (par exemple, la densité optique) de la calcite, révélées par la réflectance dans le proche infrarouge, il a été nécessaire d'élaborer un modèle non linéaire afin d'obtenir de bonnes estimations ($R^2=0,81$) des concentrations de carbone organique en croisant avec la mesure de la fluorescence en phase solide.

Cette nouvelle approche permet ainsi de dresser une carte des concentrations de carbone organique dans un échantillon de stalagmite. Les prédictions des taux d'exportation de carbone qui en ont résulté étaient cohérentes avec les changements de l'érosion du sol et de la couverture forestière au-dessus de la grotte dus à des changements d'utilisation. Cette méthode fournit ainsi une nouvelle façon d'interpréter les données de fluorescence qui pourrait faciliter l'interprétation d'autres proxies organiques ou inorganiques dans le cas d'études paléoenvironnementales des spéléothèmes.

V.1.7. Spéciation du P dans les sédiments lacustres

Le phosphore joue un rôle important dans le développement des écosystèmes lacustres. La productivité lacustre est fortement liée à la biodisponibilité des nutriments composés de P. La dynamique naturelle de ces nutriments est largement contrôlée par l'évolution du sol des bassins versants. De plus, l'activité humaine, comme l'urbanisation et l'agropastoralisme, est responsable de l'apport en nutriments (principalement P et aussi N), entraînant au paroxysme l'eutrophisation. Il s'agit donc d'étudier les sources de P ainsi que son évolution spatio-temporelle dans les systèmes lacustres et de comprendre les modifications des espèces de P en relation avec le développement du sol.

Dans les sédiments, le P se présente sous un très grand nombre de formes chimiques qui sont distribuées dans les milieux aqueux et solides, y compris les organismes vivants. Dans les fractions solides, le P est présent dans les minéraux phosphatés primaires (apatite, vivianite...), peut être adsorbé à la surface des particules (par exemple, les oxydes métalliques, les hydroxydes, le bord des minéraux argileux, les particules de CaCO_3 , les complexes organiques d'Al et de Fe) ou peut précipiter sous forme de minéraux secondaires (principalement avec Ca, Al ou Fe). De plus, certains composés organiques du P sont associés au P particulaire. Il a été démontré que l'impact de l'apport de P sur l'eutrophisation des lacs dépend des propriétés biogéochimiques du P particulaire (Daniel et al. 1998). Ces propriétés dépendent aussi fortement de la nature des constituants dans lesquels les composés P (principalement les phosphates) sont incorporés ou attachés.

Pour la première fois par méthode XANES, le P et sa spéciation ont été mesurés dans les profils de sédiments lacustres pour aider à comprendre les changements passés dans les chaînes trophiques, en particulier sous la pression humaine (eutrophisation, **Giguet-Covex et al.** 2013). La spéciation du P organique et inorganique a été suivie par μ -XRF et μ -XANES sur la ligne ID 21 de l'ESRF dans des sédiments argilo-limoneux et calcaires du lac d'Anterne (2063 m d'altitude, Massif du mont Blanc) de différentes époques au cours des 10 000 dernières années : une échelle de temps significative pour comprendre l'évolution des espèces sous différentes pressions environnementales.

A partir de l'acquisition de spectres de références (minéraux, composés organiques naturels et synthétiques) et d'échantillons naturels (sédiments, sols, trappe à sédiments), il a été possible de démontrer que la géochimie du phosphore associée au processus de genèse des sols est clairement enregistrée dans les sédiments lacustres. Il a donc été possible de préciser la nature et la diversité du P dans les sédiments et dans les sols du bassin versant à l'échelle micrométrique, pour remonter à une proposition de l'évolution des sols. Dans le début de l'Holocène, lorsque la roche et le leptosol domine dans le bassin versant, le P est principalement sous la forme apatitique. Ensuite, la pédogenèse conduit à la dissolution de l'apatite et à la formation de phosphate adsorbé sur des oxydes de Fe, d'Al et des complexes

organo-métalliques (Fe, Al). Ces espèces suggèrent la prédominance de podzol dans ces sols. De plus, une partie des espèces de phosphore conservées dans les sédiments lacustres a été démontrée comme étant produite à l'intérieur du lac. La spectrométrie XANES est ici particulièrement pertinente comme méthode qualitative pour étudier la spéciation du phosphore dans les sols et les sédiments lacustres avec une grande précision. Un tel degré de précision est nécessaire pour mieux caractériser le cycle du P et améliorer notre compréhension de l'évolution des écosystèmes.

Ces activités autour des matières organiques dans les archives naturelles m'ont permis de m'investir dans le réseau des géochimistes francophones (FROG) et d'organiser leur 2nd colloque annuel à Chambéry parallèlement au colloque des sciences du sol, intitulé "Sols et matières organiques : mémoires et héritages », qui a donné lieu à la publication d'un ouvrage dans les collections EDYTEM (Poulenard et al. 2015). Ces activités ont ensuite été difficiles à poursuivre en parallèle lors de mon retour d'implication dans les projets autour des sites ornés australiens qui ont débuté en 2015.

V.2. Conclusion

Ce dernier chapitre n'a pas pour vocation de faire état de façon exhaustive de l'ensemble des travaux « hors champ » des matières colorantes, mais bien de mettre en évidence mon parcours, mes compétences et ma curiosité pour l'interdisciplinarité. M'immerger dans les problématiques de mes collègues a été indispensable scientifiquement, méthodologiquement et humainement. Toutes ces collaborations ont été très profitables pour aborder le monde des appels à projets et de la structuration académique auxquels je n'étais pas familière en arrivant à l'université Savoie Mont-Blanc. Ces différentes activités ont nourri mon besoin de construire mon propre sujet de recherche et m'ont également permis de mieux comprendre ma place de physico-chimiste. J'ai enfin pu profiter de ces thématiques scientifiques pour alimenter les projets pour les étudiants dans le cadre de mes enseignements en chimie de l'environnement.

Production scientifique associée

Articles

- Quiers, M., Perrette, Y., Chalmin, E., Fanget, B., and Poulenard, J. 2015. 'Geochemical mapping of organic carbon in stalagmites using liquid-phase and solid-phase fluorescence', *Chemical Geology*, 411, 240-47.
- J. Poulenard, F. Arnaud, Y. Perrette, P. Sabatier, P. Deline, ... E. Chalmin et al. : « Organic geochemistry of soils and sediments : A key to describe the Anthropocene? » E. Chalmin, E. Dambrine, B. David, P. Faivre, J. Poulenard. *Sols et matières organiques : mémoires et héritages*, Collection Edytem n°18, Edytem, pp. 9-18, 2015
- Chalmin, E., Perrette, Y., Fanget, B., and Susini, J. 2013. 'Investigation of organic matter trapped in synthetic carbonates', *Microscopy and Microanalysis*, 19, 132-44.
- Giguet-Covex, C., Poulenard, J., Chalmin, E., Arnaud, F., Rivard, C., Jenny, J-P., Dorioz, J-M. 2013. XANES spectroscopy as a tool to trace phosphorus transformation during soil genesis and mountain ecosystem development from lake sediments. *Geochemica and Cosmochemica Acta*, Volume 118, Page 129-147, DOI 10.1016/j.gca.2013.04.017

Communications orales

Corrick E., Drysdale E., Hellstrom J., Greig A., Ireland T.R., Holden P., Rivard C., Chalmin E. and Zanchetta G. « Application of Microanalytical Techniques to an Extremely Slow Growing Speleothem: a Pilot Study Covering the Last Glacial Period », AGU 2014, San Francisco, déc. 2014

Quiers M., Perrette Y., Couchoud I., Poulénard J., Chalmin E., Albéric P., Smith C., Blyth, A. « Environmental changes in mountain environments during Holocene. A record from organic proxies in stalagmites » Karst record 7, Melbourne Australia 29 september – 3 october 2014

Quiers, M., Perrette, Y. Poulénard, J., Chalmin, E., Revol M. « Quantitative approach of speleothems fluorescence », EGU 2014. Vienne, Autriche, Avril 2014

Quiers, M., Perrette, Y. Poulénard, J., Chalmin, E., Revol M. « Soils as environmental fluorescence database to explain the speleothem fluorescence signal », EGU 2014. Vienne, Autriche, Avril 2014

Domaizon I., Cailhol D., Chalmin E., Hoblea F., Tual Y. Characterization of prokaryotic and eukaryotic diversity in microbial mats from the gouffre de la Sambuy Seythenex, Savoie, France. " Karst and Microorganisms", 22nd International Karstological School" Classical karst", Postojna, Slovenia 2014.

Giguet-Covex C., Poulénard J., Chalmin E., Arnaud F., Jenny J.-P., Dorioz J.M.: "Pedogenesis and phosphorus species evolution: reconstruction from mountain lake sediment archives" Eurosoil 2012, Bari, Italy

Posters

Develle A.L, Arnaud F., Sabatier P., Guedron S., Astrade L., Chalmin E., Rossi M. "Géochimie haute résolution sur archives naturelles continentales (sédiments, spéléothèmes, cernes d'arbres): mesures de routine et développements analytiques" 14ème congrès français de sédimentologie, Nov 2013, Paris, France

Quiers M., Develle A.L., Couchoud I., Perrette Y., Chalmin E. "Adaptation de la technique de mesure de fluorescence X par core scanner aux spéléothèmes" 14ème congrès français de sédimentologie, Nov 2013, Paris, France

Chalmin E., Y. Perrette, J. Poulénard, I. Domaizon, D. Genty, E. Naffrechoux : « Transfert des matières organiques naturelles et polluantes à travers le système karstique : rôle du mondmilch », Resmo, Biarritz, 28-30 janvier 2012

Chalmin E., Perrette Y., Fanget B., Drysdale R. "Investigation of organic matter entrapped during calcite growth by a multi-method approach", EGU2012, Vienne, Autriche, Avril 2012

Chalmin É., Perrette Y., Fanget B.: "Investigation of organic matter entrapped in synthetic carbonates". Karst Record 6. University of Birmingham, 26-30 Juin 2011

Chalmin É., Perrette Y., Fanget B., Poulénard J.: "Détermination des mécanismes de piégeage de la matière organique lors de la croissance cristalline de calcite" Journée de la SCE, Région Rhône-Alpes, 9 Juin 2011

Conclusion générale - Une déclinaison de trajectoires

Au-delà de son caractère académique, la rédaction de ce mémoire d'Habilitation à Diriger des Recherches a été l'occasion de poser un regard nouveau et critique sur mes activités de recherche. J'ai pu les réinscrire dans leurs contextes respectifs et plus spécifiquement au sein de concepts et de réflexions sur l'interdisciplinarité mobilisant l'approche intégrée des sites et grottes ornés. Au terme des travaux conduits, des co-encadrements de thèse et du pilotage de programmes transversaux, mes recherches se sont enrichies, tout en partant des analyses physico-chimiques et en soulignant leurs apports. Elles s'inscrivent désormais résolument dans une approche intégrée et intégrative de ces sites en apportant de nouvelles connaissances dans le domaine de la matérialité de l'acte graphique. Celle-ci résulte de différentes trajectoires liées à des rencontres, à des projets et à une volonté issue du laboratoire EDYTEM de nourrir le croisement des regards autour de questions communes. Ces trajectoires ont été nombreuses, rarement linéaires et peuvent être déclinées en différentes entrées :

- **Professionnelle** - Lorsque l'on retrace un parcours académique, du doctorat à la fonction d'enseignant-chercheur à partir d'un *curriculum vitae*, il est plus difficile de donner corps aux opportunités et surtout au contexte professionnel. C'est ici l'occasion pour moi de souligner l'importance du cadre offert par l'université de Savoie Mont-Blanc pour transmettre des connaissances et des valeurs, quotidiennement dans le cadre de l'enseignement, mais aussi pour les soutiens dans des projets structurants comme la plateforme ASTRE, et dans des projets de recherche régulièrement financés. L'implication dans le collectif d'un laboratoire comme EDYTEM a été facilitée par la confiance accordée par ses différents directeurs (Jean-Jacques Delannoy, Fabien Arnaud et Yves Perrette) et par l'ensemble des collègues pour les prises d'initiative (et de risque!) en recherche, pour l'investissement dans les responsabilités d'équipe, de projets, de colloques, ainsi que pour le recrutement de nouveaux collègues... A l'échelle plus régionale (UGA-USMB), des opportunités ont été offertes en terme de participation au comité scientifique du pôle PAGE et d'appels à projet interdisciplinaire qui ont permis de construire ce fabuleux consortium Patrimalp ;
- **Disciplinaire** - En me spécialisant en chimie analytique, j'ai toujours cherché à appliquer mes compétences dans le domaine du patrimoine. Mais cette posture a rapidement évolué pour s'ancrer dans une démarche plus large en dialogue et synergie avec les autres disciplines. L'immersion au sein du laboratoire EDYTEM a été décisive pour la mise en pratique de l'interdisciplinarité impliquant ces dialogues et l'apprentissage des vocabulaires spécifiques ainsi que des codes, des méthodes et méthodologies des autres champs disciplinaires. Enfin, cette trajectoire m'a conduit à m'ouvrir à la trans-disciplinarité au sein des différentes équipes de recherche, qui se co-construit de façon continue avec les autres.

Pour paraphraser ma collègue Mélanie Duval (HDR, 2023), mon travail de recherche tient son équilibre entre une appétence pour l'interdisciplinarité et le maintien d'une recherche disciplinaire. C'est toute la force de l'approche intégrée qui permet d'assumer sa place de physico-chimiste, chimiste analyticienne tout en dialoguant et en adoptant les questionnements des archéologues, géomorphologues, géologues, physiciens, informaticiens impliqués dans l'étude de sites communs. Ces espaces de dialogue et de co-construction sont essentiels à la définition de problématiques communes ; étape qui est centrale au concept d'approche intégrée, dans laquelle s'insèrent aujourd'hui mes recherches ;

- **Méthodologique** - Depuis ma formation en chimie analytique, je n'ai eu de cesse de tester de nouveaux dispositifs expérimentaux et de me former à plusieurs d'entre eux (microscopie électronique en transmission, spectroscopie d'absorption des rayons X, spectroscopie de réflectance diffuse). Sans être spécialiste de toutes ces méthodes, disposer d'un tel panel permet d'aborder la question de la caractérisation des matières à toutes les échelles, sans limite, et de choisir celle (ou la combinaison de celles) qui permettra d'accéder aux résultats attendus et les plus pertinents. Cette large palette analytique permet de composer sa partition au sein d'un collectif de recherche autour de chaque problématique ;
- **La recherche** - Cette trajectoire a été particulièrement influencée par les opportunités de rencontres et de financements pour finalement revenir sur l'objet de recherche initial de ma thèse : les peintures pariétales. Pour autant, cet objet de recherche a pris une tout autre dimension. Initialement centrée sur le micro-prélèvement de peinture, il a été nécessaire de comprendre ce qu'était une grotte, d'appréhender le plus finement ses états de paroi et ses évolutions dans le temps tout en prenant en compte les « vies » des vestiges enfouis dans les sols et enfin de questionner l'espace du site d'étude. Cette évolution m'a conduite à repositionner toutes les matières dans le site et le site lui-même dans son environnement proximal et aussi plus distal. Cela m'a amenée à prospecter les sources et à reconnaître la nature des ressources naturelles à l'échelle d'un bassin versant et à l'échelle régionale. Il est désormais possible de ré-interroger cette matière picturale déposée sur différents substrats rocheux, en abri ou en grotte en intégrant toutes ces dimensions en particulier en la « pluri-dimensionnalité » de la paroi ;
- **Les matières colorantes** - Cette trajectoire peut être abordée par différentes entrées. Tout d'abord pour parler de chaîne évolutive des roches ferrugineuses ou de trajectoire naturelle, on peut expliquer les nombreux processus de modification et d'altération des formations géologiques impliquées. On peut également aborder cette trajectoire en recomposant la chaîne opératoire des matières colorantes depuis leur lieu d'extraction à celui de leurs usages. Bien évidemment, ces deux entrées se rencontrent lorsque l'individu intervient, qu'il choisit, qu'il ramasse, qu'il sélectionne ces matières pour les transformer et les utiliser. Ces transformations nécessitent une certaine inventivité, un savoir-faire et une

adaptation technique. Il est nécessaire d'ajouter à cette trajectoire les effets du temps depuis leur abandon ou l'oubli de leur existence sur les parois ;

- **Les matières organiques** - J'ai effectivement étudié ces matières organiques dans un tout autre contexte que celui des sites ornés. Ces matières naturelles multiples et mobiles ont des comportements variés. Il a pourtant été possible de les tracer et de les retrouver piégées dans des archives naturelles. La compréhension de leur mode d'insertion dans la structure de la calcite et de leur modification lors de l'enregistrement dans les sédiments lacustres participe du délicat exercice de reconstruction des dynamiques environnementales et anthropiques des paysages ;
- **L'espace-temps** - De Lascaux à l'Australie pour poursuivre en Ardèche, en Colombie Britannique, sillonner les Alpes et le pourtour méditerranéen, les chemins sont multiples et permettent aussi d'accéder à différentes temporalités. Ce voyage dans le temps m'a permis d'étudier parmi les plus anciennes peintures d'Europe et d'Australie, mais aussi d'accéder à la mémoire des hommes et des femmes qui ont pratiqué et produit de nouvelles figurations, encore récemment. La rencontre avec Mike (Chuchwayha) et Margaret (Nawarla Gabarnmang) a profondément modifié ma façon d'appréhender ces sites ornés dans leur dimension ethnographique et spirituelle.

L'ensemble de ces trajectoires n'aurait pas été complet sans leur dimension humaine. Elles favorisent une dynamique de recherche et son ancrage dans un laboratoire, dans un collectif. Cette dynamique se poursuit grâce aux nouveaux projets en cours (MIRA, SEMIOTIC, Pigmentothèque, ANR Color-Sources, Patrimalp), et espérons ceux à venir (ANR SCHEMA, REDDISH (Fondation des sciences du Patrimoine)).

Les étudiants et les doctorants tiennent une place importante dans cette créativité, dans la construction de ces différents projets ainsi que dans les trajectoires prises durant mon parcours d'enseignant-chercheur. Au travers des encadrements de leurs travaux, j'ai pu apprécier l'importance de partager des compétences méthodologiques et des connaissances. Ces encadrements sont également l'occasion de s'enrichir de relations humaines et de l'ouverture d'esprit de ces étudiant.e.s devenu.e.s chercheur.euses accompli.e.s. Au-delà de l'encadrement, j'estime que mon rôle d'enseignant-chercheur est d'accompagner de jeunes chercheurs à trouver leur autonomie de réflexion et de leur faire découvrir l'importance du travail de recherche en équipe.

Reste à poursuivre le chemin dans la dynamique des sciences du Patrimoine qui se concrétise dans les actions du consortium Patrimalp. Il s'agit de former de nouvelles générations d'étudiants à la pratique de l'interdisciplinarité et de leur ouvrir ce vaste domaine de la recherche autour d'objets frontières et de toutes leurs facettes. Ces objets proviennent d'un processus global et mouvant qui va de la recherche de matière première à sa transformation

en objet, puis de ses vies matérielles (altérations, dégradations, transformations, ré-appropriations...) et symboliques (relégation, désintérêt, oubli, renaissance...) au cours de l'Histoire, et enfin de son éléction en tant qu'objet pourvu d'une valeur historique et patrimoniale jusqu'à sa « promotion » en œuvre d'art. Cette dynamique permet aussi de tester de nouvelles pistes, d'élargir son spectre de pratiques et s'enrichir de nouvelles expériences. Il s'agit désormais d'étendre ce consortium au-delà de ses frontières (géographique et disciplinaire) et d'améliorer sa visibilité.

Plus largement, cet état des lieux de mes activités permet de saisir et de prendre conscience du chemin parcouru et de la place de ces recherches dans l'état actuel des connaissances dans le domaine de l'art pariétal. Il permet aussi de poser les choix, les conceptions et les sens que l'on veut donner aux recherches à venir, de proposer des perspectives. La grande question qui motive une carrière de chercheur ne peut avoir une unique réponse et se doit d'évoluer. Celle qui nous concerne ici cherche à **comprendre le rapport des sociétés anciennes à la matière, à leur environnement et à la production de l'art rupestre**. Nous avons vu que les réponses ne sont pour l'instant que des ébauches, des hypothèses et surtout qu'elles sont multiples, autant qu'il existe de sociétés, de cultures anciennes et de pluralité des pratiques.

Bibliographie

Pour des raisons pratiques et pour mieux distinguer les références bibliographiques associées à l'étude des matières colorantes (chapitres I à IV) et celles au suivi des molécules organiques dans l'environnement (chapitre V), deux sous-parties sont proposées :

I. Matières colorantes et art pariétal

A

Achtelik, M., Floss, H., Nagel, M., Monney, J., 2019. Analyse chirosopique des points-paumes de la Grotte aux Points, Aiguèze, Gard. *Karstologia* 33–40.

Adamo, P., Violante, P., 2000. Weathering of rocks and neogenesis of minerals associated with lichen activity. *Applied Clay Science* 16, 229–256.

Alfeld, M., de Viguerie, L., 2017. Recent developments in spectroscopic imaging techniques for historical paintings - A review. *Spectrochimica Acta Part B: Atomic Spectroscopy* 136, 81–105. <https://doi.org/10.1016/j.sab.2017.08.003>

Alfeld, M., Mulliez, M., Devogelaere, J., Viguerie, L. de, Jockey, P., Walter, P., 2018. MA-XRF and hyperspectral reflectance imaging for visualizing traces of antique polychromy on the Frieze of the Siphnian Treasury. *Microchemical Journal* 395. <https://doi.org/10.1016/j.microc.2018.05.050>

Alonso, L., Pommier, T., Abrouk, D., Hugoni, M., Tran Van, V., Minard, G., Valiente Moro, C., Moëgne-Loccoz, Y., 2022. Microbiome Analysis of New, Insidious Cave Wall Alterations in the Apse of Lascaux Cave. *Microorganisms* 10, 2449. <https://doi.org/10.3390/microorganisms10122449>

Alonso, L., Pommier, T., Kaufmann, B., Dubost, A., Chapulliot, D., Doré, J., Douady, C.J., Moëgne-Loccoz, Y., 2019. Anthropization level of Lascaux Cave microbiome shown by regional-scale comparisons of pristine and anthropized caves. *Mol Ecol* 15144. <https://doi.org/10.1111/mec.15144>

Alonso, L., Pommier, T., Simon, L., Maucourt, F., Doré, J., Dubost, A., Trần Van, V., Minard, G., Valiente Moro, C., Douady, C.J., Moëgne-Loccoz, Y., 2023. Microbiome analysis in Lascaux Cave in relation to black stain alterations of rock surfaces and collembola. *Environ Microbiol Rep* 15, 80–91. <https://doi.org/10.1111/1758-2229.13133>

Andrieux, C., 1974. Premiers résultats sur l'étude du climat de la salle des peintures de la galerie clastres (Niaux-Ariège).

Arènes, A., Grégoire, A., Aït-Touati, F., 2019. *Terra Forma. Manuel de cartographies potentielles.*

Arias, P., Laval, E., Menu, M., Sainz, C.G., Ontaoun, R., 2011. Les colorants dans l'art pariétal et mobilier paléolithique de La Garma (Cantabrie, Espagne). *L'Anthropologie* 115, 425–445. <https://doi.org/10.1016/j.anthro.2011.05.005>

Arocena, J.M., Hall, K., Meiklejohn, I., 2008. Minerals provide tints and possible binder/extender in san rock paintings (South Africa). *Geoarchaeology* 23, 293–304. <https://doi.org/10.1002/gea.20215>

Attard Montalto, N., Shortland, A., Rogers, K., 2012. The provenancing of ochres from the Neolithic Temple Period in Malta. *Journal of Archaeological Science* 39, 1094–1102. <https://doi.org/10.1016/j.jas.2011.12.010>

Aubert, M., 2012. A review of rock art dating in the Kimberley, Western Australia. *Journal of Archaeological Science* 39, 573–577. <https://doi.org/10.1016/j.jas.2011.11.009>

Aubert, M., Brumm, A., Ramli, M., Sutikna, T., Satomo, E.W., Hakim, B., Morwood, M.J., Van den Bergh, G.D., Kinsley, L., Dosseto, A., 2014. Pleistocene cave art from Sulawesi, Indonesia. *Nature* 514, 223–227.

Aubry, Th., Walter, B., Almeida, M., Neves, M., 2003. Solutrean Laurel Leaf Production and Raw Material Procurement during L.G.M. in Southern Europe: Two examples from Central France and Portugal, in: Soressi, M., Dibble, H.L. (Eds.), *Multiple Approaches to Bifaces Variability*, University of Pennsylvania, Museum of Archaeology and Anthropology, Pennsylvania. pp. 165–182.

Aubry, T., 2005. Étude de l'approvisionnement en matières premières lithiques d'ensembles archéologiques. Pages 87–99 of : *Actes du Colloque du GDR 1945 du CNRS : Comportements des hommes du Paléolithique moyen et supérieur en Europe : territoires et milieux*. ERAUL 111.

Aubry, T., Luís, L., Dimuccio, L.A., 2012. Nature vs. Culture: present-day spatial distribution and preservation of open-air rock art in the Côa and Douro River Valleys (Portugal). *Journal of Archaeological Science* 39, 848–866. <https://doi.org/10.1016/j.jas.2011.10.011>

Audouin, F., Plisson, H., 1982. Les ocres et leurs témoins au Paléolithique en France: Enquête sur leur validité archéologique. *Cahiers du Centre de Recherches Préhistoriques* 8, 33–80.

Audouze, F., Karlin, C., 2017. La chaîne opératoire a 70 ans : qu'en ont fait les préhistoriens français. *JLS* 4, 5–73. <https://doi.org/10.2218/jls.v4i2.2539>

Aujoulat, N., Chalmin, E., Vignaud, C., Menu, M., 2002. Lascaux : les pigments noirs de la Scène du puits. Presented at the *L'art avant l'histoire, la conservation de l'art préhistorique*. 10èmes journées d'études de la SFIIC, SFIIC, Paris, pp. 5–14.

Aujoulat, N., 2013. *Lascaux : le geste, l'espace et le temps*, Seuil. ed.

Ayroles, P., Porte, J.L., 1984. Saint-Jean d'Arvey. Nouvel abri à peintures de l'âge des métaux. *Le Trou de la Féclaz. 10 ans d'archéologie en Savoie*, ADRAS. Conseil général de la Savoie 44–48.

Baffier, D., Feruglio, V., 1998. Premières observations sur deux nappes de ponctuations de la grotte Chauvet (Vallon-Pont-d'Arc, Ardèche, France). *International Newsletter on Rock Art* 21, 1–4.

Baffier, D., Girard, M., Menu, M., Vignaud, C., 1999. La couleur à la Grande Grotte d'Arcy-sur-Cure (Yonne). *L'Anthropologie* 103 (1), 1–21.

Baracchini, L., Monney, J., 2018. Past Images, Contemporary Practices, in: *The Oxford Handbook of the Archaeology and Anthropology of Rock Art*. pp. 1044–1065.

Barral, P., Magny, M., Thivet, M., 2016. De la reconstitution des paysages à l'histoire des sociétés. 10 000 ans d'archives sédimentaires en zones humides. InFolio éditions.

Barker, B., Lamb, L., Delannoy, J.J., David, B., Gunn, R., Chalmin, E., Castets, G., Aplin, K., Sadier, B., Moffat, I., et al. 2017. Archaeology of JSARN-124 site 3, central-western Arnhem Land: Determining the age of the so-called 'Genyornis' painting, in: David, B., Taçon, P.S.C., Delannoy, J.J., Geneste, J.-M. (Eds.), *The Archaeology of Rock Art in Western Arnhem Land, Northern Australia*. ANU Press, Canberra, pp. 423–497.

Bassel, L., 2017. Genèse de faciès calcitiques : mondmilch et coralloïdes : étude multiphysique des concrétions de la grotte laboratoire de Leye (Dordogne) (PhD thesis). Université Michel de Montaigne - Bordeaux III.

Bassel, L., Motto-Ros, V., Trichard, F., Pelascini, F., Ammari, F., Chapoulie, R., Ferrier, C., Lacanette, D., Bousquet, B., 2016. Laser-induced breakdown spectroscopy for elemental characterization of calcitic alterations on cave walls. *Environmental Science and Pollution Research* 1–8. <https://doi.org/10.1007/s11356-016-7468-5>

Bastian, F., Alabouvette, C., 2009. Lights and shadows on the conservation of a rock art cave: The case of Lascaux Cave. *International Journal of Speleology* 38, 55–60.

Bastian, F., Jurado, V., Novakova, A., Alabouvette, C., Saiz-Jimenez, C., 2010. The microbiology of Lascaux cave. *Microbiology* 156, 644–52.

Bayarri, V., Castillo, E., Ripoll, S., Sebastián, M.A., 2021. Improved Application of Hyperspectral Analysis to Rock Art Panels from El Castillo Cave (Spain). *Applied Sciences* 11, 1292. <https://doi.org/10.3390/app11031292>

Bayarri, V., Sebastián, M.A., Ripoll, S., 2019. Hyperspectral Imaging Techniques for the Study, Conservation and Management of Rock Art. *Applied Sciences* 9, 5011–5033. <https://doi.org/10.3390/app9235011>

Beauvais, A., 1999. Geochemical balance of lateritization processes and climatic signatures in weathering profiles overlain by ferricretes in Central Africa. *Geochimica et Cosmochimica Acta* 63, 3939–3957.

Beck, L., Rousselière, H., Castaing, J., Duran, A., Lebon, M., Lahlil, S., Plassard, F., 2012a. *In situ* Analysis of Rock art in the Cave of Rouffignac by Using a Portable XRF-XRD System. *ArcheoSciences* 139–152.

Beck, L., Rousselière, H., Castaing, J., Duran, A., Lebon, M., Lahlil, S., Plassard, F., 2012b. Analyse *in situ* des dessins préhistoriques de la grotte de Rouffignac par fluorescence X et diffraction X portable. *ArchéoSciences* 36, 139–151.

Beck, L., Salomon, H., Lahlil, S., Lebon, M., Odin, G.P., Coquinot, Y., Pichon, L., 2012c. Non-destructive provenance differentiation of prehistoric pigments by external PIXE. *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research Section B: Beam Interactions with Materials and Atoms* 273, 173–177. <https://doi.org/10.1016/j.nimb.2011.07.068>

Beck, L., Rousseliere, H., Castaing, J., Duran, A., Lebon, M., Moignard, B., Plassard, F., 2014. First use of portable system coupling X-ray diffraction and X-ray fluorescence for in-situ analysis of prehistoric rock art. *Talanta* 129, 459–464.

Bednarik, R.G., 2002. The Dating of Rock Art: a Critique. *Journal of Archaeological Science* 29, 1213–1233. <https://doi.org/10.1006/jasc.2001.0711>

Bednarik, R.G., 2012. The use of weathering indices in rock art science and archaeology. *Rock Art Research* 29, 59–84.

Bergeret, A., Delannoy, J.-J., George-Marcelpoil, E., Piazza-Morel, D., Berthier-Foglar, S., Bonnemaïn, A., Bourdeau, P., Duval, M., François, H., Girard, S., et al. 2015. L'outil-frise, dispositif d'étude interdisciplinaire du changement territorial. *EspacesTemps. net*.

Berthonneau, J., Vallet, J., Bromblet, P., Martin, F., Grauby, O., 2023. Mineralogical origin of the chromatic contrast enhancing the Mount Bego petroglyphs (Alpes-Maritimes, France). *Geoarchaeology* 38, 3–19. <https://doi.org/10.1002/gea.21932>

Bertouille H, 1972. Le Mondmilch, Repere Climatique. *Ann. Speleol.* 27, 609–623.

Bertrand, L., 2007. Synchrotron imaging for archaeology, art history, conservation, and palaeontology. *Physical techniques in the study of art, archaeology and Cultural Heritage* 2, 97–114.

Beyries, S., Inizan, M.L., 1982. Typologie, ocre, fonction in Tailler ! Pourquoi faire: Préhistoire et technologie lithique II, *Recent Progress in Microwear Studies. Studia Praehistorica Belgica Leuven* 313–322.

Bignon-Lau, O., Laviolette, E., Baillet, M., Debout, G., Salomon, H., Chassin de Kergommeaux, A., Dumarçay, G., 2020. Opération archéologique programmée du site de Pincevent (La Grande Paroisse, Seine-et-Marne) (No. 77210), Rapport intermédiaire d'autorisation triennale Site n°77210 AP. DRAC-Service Régional d'Archéologie d'Île-de-France.

Billard, C., Bosquet, D., Dreesen, R., Goemaere, É., Hamon, C., Jadin, I., Salomon, H., Savary, X., 2016. About haematite. Procurement and transformation during Recent Prehistory / Acts of the international Round Table, 7-8/02/2013, Namur (Jambes), *Anthropologica et praehistorica*.

Blot, A., 2004. Caractérisation des chapeaux de fer en milieu latéritique cuirassé. *Comptes Rendus Geoscience* 336, 1473–1480.

Bodu, P., Chehmana, L., Debout, G., 2007. Le Badegoulien de la moitié nord de la France. Un état des connaissances. *bspf* 104, 661–679. <https://doi.org/10.3406/bspf.2007.13615>

Bodu, Bignon-Lau, O., Chehmana, L., Debout, G., Dumarçay, G., Peschaux, C., Sellami, F., 2012. Du haut du mont Saint-Aubin, 200 siècles vous contemplant ! des Badegouliens à Oisy (Nièvre). *Archéologie en Bourgogne* 28.

Boizumault, M., Graoui, M.E., Searight-Martinet, S., Ney, C., Schvoerer, M., 2010. Patines et cortex de météorisation de grès du site rupestre d'Oum La Leg (Anti-Atlas, Maroc). *Comptes Rendus Palevol* 9, 505–511. <https://doi.org/10.1016/j.crpv.2010.09.006>

Bon, F., 2009. Préhistoire. La fabrication de l'homme. L'univers historique, Seuil, Paris.

Bonneau, A., Pearce, D.G., Pollard, A.M., 2012. A multi-technique characterization and provenance study of the pigments used in San rock art, South Africa. *Journal of Archaeological Science* 39, 287–294. <https://doi.org/10.1016/j.jas.2011.09.011>

Bonneau, A., Pearce, D.G., Mitchell, P.J., Didier, L., Eoin, L.N., Higham, T.F.G., Lamothe, M., Arthur, C., 2022. Characterization and dating of San rock art in the Metolong catchment, Lesotho: A preliminary investigation of technological and stylistic changes. *Quaternary International* 611–612, 177–189. <https://doi.org/10.1016/j.quaint.2021.03.014>

Bordet, P., Kergourlay, F., Pinto, A., Blanc, N., Martinetto, P., 2021. Applying multivariate analysis to X-ray diffraction computed tomography: the study of medieval applied brocades. *J. Anal. At. Spectrom.* 36, 1724–1734. <https://doi.org/10.1039/D1JA00143D>

Borrelli, E. (Ed.), 1999. *Salts, ICCROM. ed, ARC laboratory handbook*. Rome.

Borsato, A., Frisia, S., Jones, B., Van Der Borg, K., 2000. Calcite Moonmilk: Crystal Morphology and Environment of Formation in Caves in the Italian Alps. *Journal of Sedimentary Research* 70, 1171–1182. <https://doi.org/10.1306/032300701171>

Bouchard, R., Kennedy, D., 1986. *Squamish Indian land use and occupancy*. BC Indian Language Project, Victoria BC.

Bourdier, C., 2013. Rock art and social geography in the Upper Paleolithic. Contribution to the socio-cultural function of the Roc-aux-Sorciers rock-shelter (Angles-sur-l'Anglin, France) from the viewpoint of its sculpted frieze. *Journal of Anthropological Archaeology*, 32, 368–382.

Bourges, F., Genthon, P., Genty, D., Lorblanchet, M., Mauduit, E., D'Hulst, D., 2014. Conservation of prehistoric caves and stability of their inner climate: Lessons from Chauvet and other French caves. *Science of The Total Environment* 493, 79–91. <https://doi.org/10.1016/j.scitotenv.2014.05.137>

Bourges, F., Genty, D., Genthon, P., Mangin, A., D'Hulst, D., 2012. South-France caves monitoring : present day cave air dynamics characterization, paleoclimatic and archaeological interests. Presented at the EGU, Vienne, Autriche.

Bressy, C., Bintz, P., 2002. Inventaire des ressources siliceuses et projet de mise en réseau des lithothèques du quart sud-est de la France. *Les industries lithiques taillées holocènes du bassin rhodanien: problèmes et actualités* 69–77.

Brugal, J.-P., 2017. *TaphonomieS, Sciences archéologiques. Éditions des Archives contemporaines*, Paris. 536p.

Bruxelles, L., Jarry, M., Bigot, J.-Y., Bon, F., Cailhol, D., Dandurand, G., Pallier, C., 2016. La biocorrosion, un nouveau paramètre à prendre en compte pour interpréter la répartition des œuvres pariétales : l'exemple de la grotte du Mas d'Azil en Ariège. *Karstologia* 68, 21–30.

Bu, K., Cizdziel, J.V., Russ, J., 2013. The Source of Iron-Oxide Pigments Used in Pecos River Style Rock Paints: Iron-oxide pigments used in Pecos River Style rock paints. *Archaeometry* 55, 1088–1100. <https://doi.org/10.1111/arcm.12011>

Buisson, D., M. Menu, Pinçon, G., Walter, Ph., 1989. Les objets colorés du Paléolithique supérieur: cas de la grotte de La Vache (Ariège). *Bulletin de la Société préhistorique française* 86, 183–191.

Cabrera-Garrido, J.M., 1978. Les matériaux des peintures de la grotte d'Altamira, in: Actes de La 5eme Réunion Internationale de l'ICOM. pp. 1–9.

Caron, F., d'Errico, F., Del Moral, P., Santos, F., Zilhão, J., 2011. The Reality of Neandertal Symbolic Behavior at the Grotte du Renne, Arcy-sur-Cure, France. *PLoS ONE* 6, e21545. <https://doi.org/10.1371/journal.pone.0021545>

Cartailhac, E., 1902. Mea Culpa d'un sceptique. *L'Anthropologie* 13, 348–354.

Cartailhac, E., Breuil, H., 1903. Les peintures préhistoriques de la grotte d'Altamira à Santillane (Espagne). *Comptes rendus des séances de l'Académie des Inscriptions et Belles-lettres* 46, 256–265.

Castets, G., 2017. Apport de l'analyse des matières colorantes et colorées dans les études intégrée d'un site orné. Application au site de Nawarla Gabarmang (Terre d'Arnhem, Territoire du Nord-Australie). Ecole doctorale Sciences et Ingénierie des Systèmes de l'Environnement et des Organisations. Communauté Université Grenoble Alpes.

Calligaro, T., Castelle, M., Lebon, M., Mauran, G., 2019. Analyse par fluorescence des rayons X portable: quantification, imagerie, où en est-on?, in: *Instrumentation Portable : Quels Enjeux Pour l'archéométrie ?*

Cavallo, G., Fontana, F., Gialanella, S., Gonzato, F., Riccardi, M.P., Zorzin, R., Peresani, M., 2018. Heat Treatment of Mineral Pigment During the Upper Palaeolithic in North-East Italy. *Archaeometry* 60, 1045–1061. <https://doi.org/10.1111/arcm.12360>

Cer soy, S., Leynaud, O., Alvarez-Murga, M., Martinetto, P., Bordet, P., Boudet, N., Chalmin, E., Castets, G., Hodeau, J.L., 2015. Laboratory implementation of X-ray diffraction/scattering computed microtomography. *Journal of Applied Crystalligraphy* 48, 159–165.

Chadefaux, C., Vignaud, C., Menu, M., Reiche, I., 2008. Multianalytical study of Paleolithic reindeer antler. Discovery of antler traces in Lascaux pigments by TEM. *Archaeometry* 50, 516–534.

Chalmin, E., 2003. Caractérisations des oxydes de manganèse et usage des pigments noirs au Paléolithique supérieur (PhD thesis). Université de Marne-La-Vallée.

Chalmin, E., Menu, M., Pomiès, M.-P., Vignaud, C., Aujoulat, N., Geneste, J.-M., 2004. Les blasons de Lascaux; The “blazons” of the Lascaux Cave. *L'anthropologie* 108, 571–592.

Chalmin, E., Menu, M., Vignaud, C., 2003. Analysis of rock art painting and technology of Palaeolithic painters. *Measurement Science and Technology* 14, 1590.

Chalmin, E., Vignaud, C., Salomon, H., Farges, F., Susini, A., Menu, M., 2006. Minerals discovered in palaeolithic black pigments by transmission electron microscopy and micro-X-ray absorption near-edge structure. *Applied Physics A: Material Science Processing* 83 (2), 213–218.

Chalmin, E., D'Orlyé, F., Zinger, L., Charlet, L., Geremia, R., Oriol, G., Menu, M., Baffier, D., Reiche, I., 2007. Biotic vs. abiotic calcite formation on prehistoric cave paintings: the case of Arcy-sur-Cure “Grande Grotte” (Yonne, France). *Geological Society, London* 279, 185–197.

Chalmin, E., Sansot, E., Oriol, G., Bousta, F., Reiche, I., 2008a. Microanalysis and synthesis of calcite. Growth mechanisms on prehistoric paintings in the “Large Cave”, Arcy-sur-Cure (Yonne, France). *X-Ray Spectrometry* 37, 424–434.

Chalmin, E., Vignaud, C., Farges, F., Menu, M., 2008b. Heating effect on manganese oxihydroxides used as black Palaeolithic pigment. *Phase Transitions* 81, 179–203.

Chalmin, E., Castets, G., David, B., Barker, B., Delannoy, J.J., Lamb, L., Geneste, J.-M., Soufi, F., Pairis, S., Hoerlé, S., Boche, E., Katherine, M., 2015. Study of red pigments from the ‘Genyornis’ panel, Arnhem Land, Australia: What are the origins of the haematite? *Anthropologica et Præhistorica* 126, 139–160.

Chalmin, E., Hoerlé, S., Reiche, I., 2017a. Taphonomy on the Surface of the Rock Wall. *The Oxford Handbook of the Archaeology and Anthropology of Rock Art*. <https://doi.org/10.1093/oxfordhb/9780190607357.013.47>

Chalmin, E., Huntley, J., 2017. Characterising Rock Art Pigments, in: David, B., McNiven, J. (Eds.), *The Oxford Handbook of the Archaeology and Anthropology of Rock Art*. Oxford Handbook. <https://doi.org/10.1093/oxfordhb/9780190607357.013.48>

Chalmin, E., Castets, G., Delannoy, J.J., David, B., Barker, B., Lamb, L., Soufi, F., Pairis, S., Cerzoy, S., Martinetto, P., Geneste, J.-M., Hoerlé, S., Richards, T., Gunn, R., 2017b. Geochemical analysis of the painted panels at the “Geyornis” rock art site, Arnhem Land, Australia. *Quaternary International* 430, 60–80.

Chalmin, E., Schmitt, B., Chanteraud, C., Kergommeaux, A.C., Soufi, F., Salomon, H., 2021. How to distinguish red coloring matter used in prehistoric time? The contribution of visible near-infrared diffuse reflectance spectroscopy. *Color Res Appl* 46, 653–673. <https://doi.org/10.1002/col.22647>

Chanteraud, C., 2020. Matières colorantes et grottes ornées des gorges de l’Ardèche. Méthodes d’analyse des ressources et liens culturels au Paléolithique supérieur. : application à la grotte aux Points (Aiguèze, Gard, France) (PhD thesis). Université Savoie Mont Blanc.

Chanteraud, C., Chalmin, É., Lebon, M., Salomon, H., Jacq, K., Noûs, C., Delannoy, J.-J., Monney, J., 2021. Contribution and limits of portable X-ray fluorescence for studying Palaeolithic rock art: a case study at the Points cave (Aiguèze, Gard, France). *Journal of Archaeological Science: Reports* 37, 102898. <https://doi.org/10.1016/j.jasrep.2021.102898>

Chanteraud, C., Chalmin, E., Hoerlé, S., Salomon, H., Monney, J., 2019. Relation entre les matières colorantes issues des fouilles et des parois ornées. Méthodologie et première perspective comparative à la Grotte aux Points (Aiguèze, Gard, France). *Karstologia* 73, 1–12.

Chapman, J., 2000. Fragmentation in archaeology: People, places, and broken objects in the prehistory of south-eastern Europe. Psychology Press.

Chassin de Kergommeaux, A., Dumarçay, G., Salomon, H., 2020. Etude des ressources lithiques non taillées à Pincevent, in: *Opération Archéologique Programmée Du Site de Pincevent (La Grande Paroisse, Seine-et-Marne) - Site N°77210 AP - Rapport Intermédiaire d’autorisation Triennale 2020*, Dir. O. Bignon-Lau. pp. 135–168.

Chiari, G., Lanza, R., 1997. Pictorial remanent magnetization as an indicator of secular variation of the Earth’s magnetic field. *Physics of the Earth and Planetary Interiors* 101, 79–83. [https://doi.org/10.1016/S0031-9201\(96\)03222-0](https://doi.org/10.1016/S0031-9201(96)03222-0)

Chiotti, L., Crépin, L., Lebon, M., Man-Estier, E., Paillet, P., Vercoutère, C., 2016. Statut des scapulas ornées du Gravettien final de l'abri Pataud (Les Eyzies-de-Tayac, Dordogne, France) : contexte archéologique, analyses techniques et physico-chimiques Partie 2-Méthodologies et interprétations. (dir.) Cleyet-Merle J.-J., Geneste J.-M., Man-Estier E. « L'art au quotidien - Objets ornés du Paléolithique supérieur » Actes du colloque international Les Eyzies-de-Tayac, 16-20 juin 2014. PALEO, numéro spécial, 2016, p. 99 à 119

Clarke, J., 1976. Two Aboriginal rock art pigments from western Australia. Their properties, use, and durability. *Studies in Conservation* 21, 134–142.

Clarke, J., North, N., 1991. Pigment composition of post-estuarine rock art in Kakadu National Park, in: Pearson, C., Swartz, B.K. (Eds.) *Presented at the Rock Art and Posterity: Conserving, Managing, and Recording Rock Art*, Occasional AURA Publication 4, Melbourne, pp. 80–87.

Clarkson, C., Jacobs, Z., Marwick, B., Fullagar, R., Wallis, L., Smith, M., Roberts, R.G., Hayes, E., Lowe, K., Carah, X., et al., 2017. Human occupation of northern Australia by 65,000 years ago. *Nature* 547, 306–310. <https://doi.org/10.1038/nature22968>

Clot, A., Menu, M., Walter, P., 1991. Manières de peindre des mains à Gargas et Tibiran (Hautes-Pyrénées). *L'Anthropologie* 99, 221–235.

Clottes, J., Menu, M., Walter, P., 1990. La préparation des peintures magdaléniennes des cavernes ariégoises. *Bulletin de la Société Préhistorique Française* 87, 170–192.

Clottes, J., Chauvet, J.-M., Brunel-Deschamps, E., Hillaire, C., Dugas, J.-P., Arnold, M., Cachier, H., Evin, J., Fortin, P., Oberlin, C., Tisnerat, N., Valladas, H., 1995. Les peintures paléolithiques de la Grotte Chauvet-Pont d'Arc, à Vallon-Pont-d'Arc (Ardèche, France) : datations directes et indirectes par la méthode du radiocarbone. *Comptes rendus de l'Académie des sciences. Série 2. Sciences de la terre et des planètes* 320, 1133–1140.

Cole, N., Watchman, A.L., 1993. Blue paints in prehistory: preliminary investigations into the use of the colour blue in Aboriginal rock paintings at Laura, Cape York Peninsula. *Rock Art Research* 10, 58–61.

Combié, J., Jouve, G., 2014. Nouvelles recherches sur l'identité culturelle et stylistique de la grotte Chauvet et sur sa datation par la méthode du 14C. *L'Anthropologie* sous presse. <https://doi.org/10.1016/j.anthro.2013.12.001>

Cotte, M., Dumas, P., Taniguchi, Y., Checroun, E., Walter, P., Susini, J., 2009. Recent applications and current trends in Cultural Heritage Science using synchrotron-based Fourier transform infrared micro-spectroscopy. *Comptes Rendus Physique* 10, 590–600.

Copp, S.A., 2006. Similkameen archaeology (1993-2004). PhD Thesis. Simon Fraser University.

Corner, J., 1968. *Pictographs (Indian rock paintings) in the Interior of British Columbia*. Vernon: Wayside Press Ltd.

Coupaye, L., 2015. *Chaînes Opératoire, Transect et Théories. Quelques réflexions sur le parcours d'une méthode classique*. Éditions de Boccard.

Courty, G., 1902. Examen chimique de deux matières colorantes trouvées dans les stations préhistoriques du Périgord. *Bulletins de la Société d'anthropologie de Paris* V, 840.

Couraud, C., Laming-Emperaire, A., 1979. Les colorants, in: *Lascaux Inconnu: XIIe Supplément à Gallia Préhistoire*. pp. 159–171.

Creagh, D.C., Kubik, M.E., Sterns, M., 2007. On the feasibility of establishing the provenance of Australian Aboriginal artefacts using synchrotron radiation X-ray diffraction and proton-induced X-ray emission. *Nucl. Instrum. Methods Phys. Res., Sect. A* 580, 721–724.

Cuenca-Solana, D., Gutiérrez-Zugasti, I., Ruiz-Redondo, A., González-Morales, M.R., Setién, J., Ruiz-Martínez, E., Palacio-Pérez, E., de las Heras-Martín, C., Prada-Freixedo, A., Lasheras-Corruchaga, J.A., 2016. Painting Altamira Cave? Shell tools for ochre-processing in the Upper Palaeolithic in northern Iberia. *Journal of Archaeological Science* 74, 135–151. <https://doi.org/10.1016/j.jas.2016.07.018>

Damour, A., 1865. Sur la composition des Haches en pierre trouvées dans les monuments celtiques et chez les sauvages. *Comptes rendus de l'Académie des sciences* 61, 1–13.

de Balbin Behrmann, R., Gonzalez, J.J.A., 2009. Les colorants de l'art paléolithique dans les grottes et en plein air. *L'Anthropologie* 113, 559–601. <https://doi.org/10.1016/j.anthro.2009.09.012>

Danash, F., Ziébelin, D., 2022a. FORT: a minimal Foundational Ontological Relations Theory for Conceptual Modeling Tasks, in: *The 41st International Conference on Conceptual Modeling*. Presented at the The 41st International Conference on Conceptual Modeling, Hyderabad, India.

Danash, F., Ziébelin, D., 2022b. On the Analysis of FORT; arguments, alignment to FOs, and CLIF validation, in: *The 6th Workshop of Foundational Ontologies*. Presented at the The 6th workshop of Foundational Ontologies, Jönköping, Sweden.

Danash, F., Ziebelin, D., Chalmin, E., 2020. A Parthood Approach for Modeling Tangible Objects' Composition TOC - An Application on Cultural Heritage, in: Harth, A., Presutti, V., Troncy, R., Acosta, M., Polleres, A., Fernández, J.D., Xavier Parreira, J., Hartig, O., Hose, K., Cochez, M. (Eds.), *The Semantic Web: ESWC 2020 Satellite Events, Lecture Notes in Computer Science*. Springer International Publishing, Cham, pp. 67–72. https://doi.org/10.1007/978-3-030-62327-2_12

Darchuk, L., Rotondo, G.G., Swaenen, M., Worobiec, A., Tsybrii, Z., Makarovska, Y., Van Grieken, R., 2011. Composition of prehistoric rock-painting pigments from Egypt (Gilf Kebia area). *Spectrochimica Acta Part A: Molecular and Biomolecular Spectroscopy* 83, 34–38. <https://doi.org/10.1016/j.saa.2011.06.054>

Darchuk, L., Tsybrii, Z., Worobiec, A., Vazquez, C., Palacios, O.M., Stefaniak, E.A., Gatto Rotondo, G., Sizov, F., Van Grieken, R., 2010. Argentinean prehistoric pigments' study by combined SEM/EDX and molecular spectroscopy. *Spectrochimica Acta Part A: Molecular and Biomolecular Spectroscopy* 75, 1398–1402. <https://doi.org/10.1016/j.saa.2010.01.006>

David, B., Clayton, E., Watchman, A., 1993. Initial Results Of Pixe Analysis On Northern Australian Ochres. *Australian Archaeology* 36, 50–57. <https://doi.org/10.1080/03122417.1993.11681482>

David, B., 2002. *Landscapes, rock-art and the dreaming: an archaeology of preunderstanding*. London.

David, B., Geneste, J.-M., Petchey, F., Delannoy, J.-J., Barker, B., Eccleston, M., 2013a. How old are Australia's pictographs? A review of rock art dating. *Journal of Archaeological Science* 40, 3–10. <https://doi.org/10.1016/j.jas.2012.08.019>

David, B., Barker, B., Petchey, F., Delannoy, J.-J., Geneste, J.-M., Eccleston, M., Lamb, L., Whear, R.L., 2013b. A 28,000 year old excavated painted rock from Nawarla Gabarnmang, northern Australia. *Journal of Archaeological Science* 40, 2493–2501.

David, B., Geneste, J.-M., Whear, R.L., Delannoy, J.-J., Katherine, M., Gunn, R.G., Clarkson, C., Plisson, H., Lee, P., Petchey, F., et al. 2011. Nawarla Gabarnmang, a 45,180±910 cal BP Site in Jawoyn Country, Southwest Arnhem Land Plateau. *Australian Archaeology* 73, 73.

David, B., Taçon, P.S.C., Delannoy, J.-J., Geneste, J.-M., ANU E Press (Eds.), 2017a. The archaeology of rock art in Western Arnhem Land, Australia, *Terra Australis*. Australian National University (ANU) Press, Acton, ACT, Australia.

David, B., Gunn, R., Delannoy, J.J., Petchey, F., Chalmin, E., Castets, G., Moffat, I., Manataki, M., O'Farrell, M., Aplin, K., et al. 2017b. Dating painted Panel E1 at Nawarla Gabarnmang, southern Arnhem Land plateau, in: David, B., Taçon, P.S.C., Delannoy, J.J., Geneste, J.-M. (Eds.), *The Archaeology of Rock Art in Western Arnhem Land, Northern Australia*. ANU Press, Canberra, pp. 245–302.

David, B., Delannoy, J.J., Gunn, R., Brady, L.M., Petchey, F., Geneste, J.-M., Mialanes, J., Moffat, I., Chalmin, E., Aplin, K., Katherine, M., 2017c. Determining the age of a painted panel at EXF3, Jawoyn country, western Arnhem Land plateau, in: David, B., Taçon, P.S.C., Delannoy, J.J., Geneste, J.-M. (Eds.), *The Archaeology of Rock Art in Western Arnhem Land, Northern Australia*. ANU Press, Canberra, pp. 371–422.

David, B., Delannoy, J.-J., Mialanes, J., Clarkson, C., Petchey, F., Geneste, J.-M., Manne, T., Bird, M.I., Barker, B., Richards, T., Chalmin, E., Castets, G., 2019. 45,610–52,160 years of site and landscape occupation at Nawarla Gabarnmang, Arnhem Land plateau (northern Australia). *Quaternary Science Reviews* 215, 64–85. <https://doi.org/10.1016/j.quascirev.2019.04.027>

David, B., Delannoy, J.-J., Gunn, R., Chalmin, E., Castets, G., Petchey, F., Aplin, K., O'Farrell, M., Moffat, I., Mialanes, J., et al. 2021a. Dating painted Panel E1 at Nawarla Gabarnmang, central-western Arnhem Land plateau (preprint). *Open Science Framework*. <https://doi.org/10.31219/osf.io/4m7br>

David, B., Fresløv, J., Mullett, R., GunaiKurnai Land and Waters Aboriginal Corporation, Delannoy, J.-J., McDowell, M., Urwin, C., Mialanes, J., Petchey, F., Wood, R., et al., 2021b. 50 years and worlds apart: Rethinking the Holocene occupation of Cloggs Cave (East Gippsland, SE Australia) five decades after its initial archaeological excavation and in light of GunaiKurnai world views. *Australian Archaeology* 87, 1–20. <https://doi.org/10.1080/03122417.2020.1859963>

Dayet, L., 2012. Raw material, processing and function of ochre remains during the MSA : the case study of Diepkloof Rock Shelter in southern Africa (PhD thesis). Université Michel de Montaigne - Bordeaux III.

Dayet, L., d'Errico, F., Garcia-Moreno, R., 2014. Searching for consistencies in Châtelperronian pigment use. *Journal of Archaeological Science* 44, 180–193.

Dayet, L., Texier, P.-J., F, D., G, P., 2013. Ochre resources from the Middle Stone Age sequence of Diepkloof Rock Shelter, Western Cape, South Africa. *Journal of Archaeological Science* 40, 3492–3505.

Dayet, L., Le Bourdonnec, F.-X., Daniel, F., Porraz, G., Texier, P.-J., 2016. Ochre Provenance and Procurement Strategies During The Middle Stone Age at Diepkloof Rock Shelter, South Africa: Ochre during the MSA at Diepkloof rock shelter. *Archaeometry* 58, 807–829. <https://doi.org/10.1111/arc.12202>

Dayet, L., d'Errico, F., García Díez, M., Zilhão, J., 2022. Critical evaluation of *in situ* analyses for the characterisation of red pigments in rock paintings: A case study from El Castillo, Spain. *PLoS ONE* 17, e0262143. <https://doi.org/10.1371/journal.pone.0262143>

Defrasne, C., Chalmin, E., Bellot-Gurlet, L., Thirault, E., André, G., 2019. From archeological layers to schematic rock art? Integrated study of the Neolithic pigments and pigmented rocks at the Rocher du Château (Western Alps, Savoie, France). *Archaeological and Anthropological Sciences* 11, 6065–6091.

Defrasne, C., 2021. Photographic coverage of the Trou de la Féclaz site (Saint-Jean-d'Arvey, Savoy, France) — data paper. pm. <https://doi.org/10.4000/pm.3429>

Defrasne, C., Massé, M., Giraud, M., Schmitt, B., Fligiel, D., Mouélic, S.L., Chalmin, E., 2022. The contribution of VNIR and SWIR hyperspectral imaging to rock art studies: example of the Otello schematic rock art site (Saint-Rémy-de-Provence, Bouches-du-Rhône, France). <https://doi.org/10.21203/rs.3.rs-2250615/v1>

del Hoyo-Meléndez, J.M., Lerma, J.L., López-Montalvo, E., Villaverde, V., 2015. Documenting the light sensitivity of Spanish Levantine rock art paintings. *ISPRS Annals of Photogrammetry, Remote Sensing and Spatial Information Sciences II-5/W3*, 53–59.

Delaney, J.K., Conover, D.M., Dooley, K.A., Glinsman, L., Janssens, K., Loew, M., 2018. Integrated X-ray fluorescence and diffuse visible-to-near-infrared reflectance scanner for standoff elemental and molecular spectroscopic imaging of paints and works on paper. *Heritage Science* 6, 31. <https://doi.org/10.1186/s40494-018-0197-y>

Delaney, J.K., Thoury, M., Zeibel, J.G., Ricciardi, P., Morales, K.M., Dooley, K.A., 2016. Visible and infrared imaging spectroscopy of paintings and improved reflectography. *Heritage Science* 4, 6. <https://doi.org/10.1186/s40494-016-0075-4>

Delannoy, J.-J., Geneste, J.-M., David, B., Katherine, M., Gunn, R.G., Whear, R.L., 2012. Apports de la géomorphologie dans l'aménagement et la construction sociale de sites préhistoriques. Exemples de la grotte Chauvet-Pont-d'Arc (France) et de Nawarla Gabarnmang (Australie). *Paleo* 23, 85–104.

Delannoy, J.-J., David, B., Geneste, J.-M., Katherine, M., Barker, B., Whear, R.L., Gunn, R.G., 2013. The social construction of caves and rockshelters: Chauvet Cave (France) and Nawarla Gabarnmang (Australia). *Antiquity* 87, 12–29.

Delannoy, J.-J., David, B., Geneste, J.-M., Katherine, M., Sadier, B., Gunn, R., 2017. Engineers of the Arnhem Land plateau: Evidence for the origins and transformation of sheltered spaces at Nawarla Gabarnmang, in: David, B., Taçon, P., Delannoy, J.-J., Geneste, J.-M. (Eds.), *The Archaeology of Rock Art in Western Arnhem Land, Australia*. ANU Press. <https://doi.org/10.22459/TA47.11.2017.10>

Delannoy, J.J., 2018. Le karst souterrain et ses temporalités : vecteurs de dialogues interdisciplinaires. les apports de Richard Maire et discussion autour des notions d'instant, d'archives, de mémoires et d'indicateurs. *Karstologia* 20, 31–51.

Delannoy, J.-J., David, B., Gunn, R.G., Geneste, J.-M., Jaillet, S., 2018. Archaeomorphological Mapping: Rock Art and the Architecture of Place, in: David, B., McNiven, I.J. (Eds.), *The Oxford Handbook of the Archaeology and Anthropology of Rock Art*. Oxford University Press. <https://doi.org/10.1093/oxfordhb/9780190607357.013.46>

Delannoy, J.-J., David, B., Geneste, J.-M., Gunn, R.G., Katherine, M., 2018. Nawarla Gabarnmang (Terre d'Arnhem, Australie): L'architecture d'un site orné. *nda* 8–15. <https://doi.org/10.4000/nda.5110>

Delannoy, J.-J., David, B., Fresløv, J., Mullett, R., GunaiKurnai Land and Waters Aboriginal Corporation, Green, H., Berthet, J., Petchey, E., Arnold, L.J., Wood, R., et al., 2020a. Geomorphological context and formation history of Cloggs Cave: What was the cave like when people inhabited it? *Journal of Archaeological Science: Reports* 33, 102461. <https://doi.org/10.1016/j.jasrep.2020.102461>

Delannoy, J.-J., David, B., Genuite, K., Gunn, R., Finch, D., Ouzman, S., Green, H., Veth, P., Harper, S., Balanggarra Aboriginal Corporation, Skelly, R.J., 2020b. Investigating the Anthropic Construction of Rock Art Sites Through Archaeomorphology: the Case of Borologa, Kimberley, Australia. *J Archaeol Method Theory* 27, 631–669. <https://doi.org/10.1007/s10816-020-09477-4>

Delannoy, J.-J., Geneste, J.-M. (Eds.), 2020. *Atlas de la grotte Chauvet-Pont d'Arc. Volume 1*. Éditions de la Maison des sciences de l'homme. <https://doi.org/10.4000/books.editionsmsmh.49690>

Delannoy, J.-J., Berthet, J., Stouvenot, C., Monney, J., 2022. Morphogenetic processes on open-air rock art sites in tropical context: archaeo-geomorphological analysis of the pre-Columbian rock art sites of Trois-Rivières (Guadeloupe, French West Indies). *Géomorphologie Relief Processus Environnement* 28, 33–51.

Delvigne, V., 2016. *Georessources and techno cultural expressions in the South of the French Massif Central during the Upper Palaeolithic : determinism and choices* (PhD thesis). Université de Bordeaux.

Delvigne, V., Fernandes, P., Bindon, P., Angevin, R., Lafarge, A., Langlais, M., Pesesse, D., Raynal, J.-P., 2021. Quels territoires en préhistoire ? Une analyse par réseaux de lieux pour penser l'espace au Paléolithique supérieur, in: *En mouvement - on the move - in Bewegung mobilités des hommes, des objets et des idées pendant le Paléolithique supérieur européen: mobility of people, objects and ideas during the European upper palaeolithic : Mobilität von Menschen, Objekten und Ideen im europäischen Jungpaläolithikum*. Société préhistorique française, Paris, p. 27.

Doehne, E., 2002. *Natural stone, weathering phenomena, conservation strategies and case studies*. Geological Society, London 205, 55–64.

Doerr, M., Bekiari, C., LeBœuf, P., 2008. FRBRoo, a conceptual model for performing arts, in: *2008 Annual Conference of CIDOC*, Athens. pp. 15–18.

Doerr, M., Gradmann, S., Henniecke, S., Isaac, A., Meghini, C., Van de Sompel, H., 2010. The europeana data model (edm), in: *World Library and Information Congress: 76th IFLA General Conference and Assembly*. p. 15.

Doolin, M., 2009. Qualitative THM-GC-MS analysis of proteins and amino acids in rock painting binders. Senior Honors Theses and Projects. 213. <https://commons.emich.edu/honors/21>

Dorn, R.I., 2006. Petroglyphs in Petrified Forest National Park: Role of rock coatings as agents of sustainability and as indicators of antiquity. *Bulletin of Museum of Northern Arizona* 63, 53–64.

Dorn, R.I., Whitley, D.S., Villa Cervený, N., Gordon, S.J., Allen, C.D., Gutbrod, E., 2008. The Rock Art Stability Index: A New Strategy for Maximizing the Sustainability of Rock Art. *Heritage Management* 1, 37–70. <https://doi.org/10.1179/hma.2008.1.1.37>

Dunham, R.J., 1962. Classification of carbonate rocks according to depositional textures.

Duval-Massaloux, M., 2008. Dynamique territoriales et développement culturel. La grotte Chauvet comme facteur de réorganisation des gorges de l'Ardèche et outil de légitimation des jeux d'acteurs ?, in: Laurent, S.F., Catherine, B.B., Dominique, C., Claude, C. (Eds.), . Presented at the Développement culturel et territoires, L'Harmattan, Nîmes, France, pp. 123–150.

Duval-Massaloux, M., 2011. Rock Art Management and Heritage Tourism in the uKhahlamba-Drakensberg. Presented at the 2ème Rencontres d'art rupestre : « Les dimensions de l'art rupestre et mobilier. Regards croisés sur les échelles et les concepts d'analyse ».

Duval, M., Smith, B.W., 2014. Inscription au patrimoine mondial et dynamiques touristiques : le massif de l'uKhahlamba-Drakensberg (Afrique du Sud): *Annales de géographie* n° 697, 912–934. <https://doi.org/10.3917/ag.697.0912>

Duval, M., Gauchon, C., Smith, B., 2017. Rock Art Tourism, in: David, B., McNiven, I.J. (Eds.), *The Oxford Handbook of the Archaeology and Anthropology of Rock Art*. Oxford University Press. <https://doi.org/10.1093/oxfordhb/9780190607357.013.50>

E Edwards, H.G.M., Newton, E.M., Russ, J., 2000. Raman spectroscopic analysis of pigments and substrata in prehistoric rock art. *Journal of molecular structure* 550–551, 245–256.

Emslie, S. D., Silva, A. M., Valera, A., Vijande Vila, E., Melo, L., Curate, F., et al., 2022. The use and abuse of cinnabar in Late Neolithic and Copper Age Iberia. *International Journal of Osteoarchaeology*, 32(1), 202–214. <https://doi.org/10.1002/oa.3056>

d'Errico, F., Dayet Bouillot, L., García-Diez, M., Pitarch Martí, A., Garrido Pimentel, D., Zilhão, J., 2016. The technology of the earliest European cave paintings: El Castillo Cave, Spain. *Journal of Archaeological Science* 70, 48–65. <https://doi.org/10.1016/j.jas.2016.03.007>

F Favero-Longo, S.E., Isocrono, D., Piervittori, R., 2004. Lichens and ultramafic rocks: a review. *The Lichenologist* 36, 391–404.

Fernandes, P., 2012. Itinéraires et transformations du silex : une pétroarchéologie refondée, application au Paléolithique moyen (PhD Thesis).

Fernandes, P., Raynal, J.-P., 2006. Pétroarchéologie du silex : un retour aux sources. *Comptes Rendus Palevol* 5, 829–837. <https://doi.org/10.1016/j.crpv.2006.04.002>

Fernandes, P., Raynal, J.-P., Tallet, P., Tuffery, C., Piboule, M., Séronie-Vivien, M., Séronie-Vivien, M.-R., Turq, A., Morala, A., Affolter, J., et al. 2013. A map and a database for flint-bearing formations in Southern France: A tool for Petroarchaeology. *PALEO. Revue d'archéologie préhistorique* 219–228.

Fernandes, P., Delvigne, V., Vaissié, E., Pasqualini, A., Piboule, M., Tuffery, C., Bressy-Leandri, C., et al. 2020. Réseau de lithothèques en Auvergne - Rhône-Alpes (Research Report). Paléotime ; Service régional de l'archéologie Auvergne - Rhône-Alpes.

Ferrier, C., Debard, E., Kervazo, B., Brodard, A., Guibert, P., Baffier, D., Feruglio, V., Gély, B., Geneste, J.-M., Maksud, F., 2014. Les parois chauffées de la grotte Chauvet-Pont d'Arc (Ardèche, France): caractérisation et chronologie. *Paleo* 25, 59–78.

Finch, D., Gleadow, A., Hergt, J., Levchenko, V.A., Heaney, P., Veth, P., Harper, S., Ouzman, S., Myers, C., Green, H., 2020. 12,000-Year-old Aboriginal rock art from the Kimberley region, Western Australia. *Sci. Adv.* 6, eaay3922. <https://doi.org/10.1126/sciadv.aay3922>

Folk, R.L., 1962. Spectral subdivision of limestone types.

Ford, B., MacLeod, I., Haydock, P., 1994. Rock art pigments from Kimberley region of Western Australia: identification of the minerals and conversion mechanisms. *Studies in Conservation* 39, 57–69. <https://doi.org/10.1179/sic.1994.39.1.57>

Foucault, A., Raoult, J.-F., Cecca, F., Platevoet, B., 2014. Dictionnaire de Géologie-8e éd.: Tout en couleur-5000 définitions-Français/Anglais. Dunod.

Freydier, P., Martin, J., Guerrier, B., Jeannin, P.-Y., Doumenc, F., 2019. Rheology of cave sediments: application to vermiculation. *Rheol Acta* 58, 675–685. <https://doi.org/10.1007/s00397-019-01167-7>

Freydier, P., Weber, E., Martin, J., Jeannin, P.-Y., Guerrier, B., Doumenc, F., 2021. Vermiculations in painted caves: New inputs from laboratory experiments and field observations. *IJS* 50, 289–299. <https://doi.org/10.5038/1827-806X.50.3.2390>

G Garate, D., Laval, E., Menu, M., 2004. Etude de la matière colorante de la grotte d'Arenaza (Galdames, Pays Basque, Espagne). *L'Anthropologie* 108, 251–289. <https://doi.org/10.1016/j.anthro.2004.06.001>

Gay, M., Alfeld, M., Menu, M., Laval, E., Arias, P., Ontanon, R., Reiche, I., 2015. Palaeolithic paint palettes used at La Garma Cave (Cantabria, Spain) investigated by means of combined *in situ* and synchrotron X-ray analytical methods. *Journal of Analytical Atomic Spectrometry* 30, 767–776. <https://doi.org/10.1039/C4JA00396A>

Gay, M., Müller, K., Plassard, F., Cleyet-Merle, J.J., Arias, P., Ontañón, R., Reiche, I., 2016. Efficient quantification procedures for data evaluation of portable X-ray fluorescence – Potential improvements for Palaeolithic cave art knowledge. *Journal of Archaeological Science: Reports* 10, 878–886. <https://doi.org/10.1016/j.jasrep.2016.06.008>

Gay, M., Plassard, F., Müller, K., Reiche, I., 2020. Relative chronology of Palaeolithic drawings of the Great Ceiling, Rouffignac cave, by chemical, stylistic and superimposition studies. *Journal of Archaeological Science: Reports* 29, 102006. <https://doi.org/10.1016/j.jasrep.2019.102006>

Geneste, J.-M., David, B., Plisson, H., Clarkson, C., Delannoy, J.-J., Petchey, F., Whear, R.L., 2010. Earliest evidence for ground-edge axes: 35,400±410 cal BP from Jawoyn country, Arnhem Land. *Australian Archaeology* 71, 66–69.

Geneste, J.-M., David, B., Plisson, H., Delannoy, J.-J., Petchey, F., 2012. The Origins of Ground-edge Axes: New Findings from Nawarla Gabarnmang, Arnhem Land (Australia) and Global Implications for the Evolution of Fully Modern Humans. *CAJ* 22, 1–17. <https://doi.org/10.1017/S0959774312000017>

Giesen, M.J., Ung, A., Warke, P.A., Christgen, B., Mazel, A.D., Graham, D.W., 2014. Condition assessment and preservation of open-air rock art panels during environmental change. *Journal of Cultural Heritage* 15, 49–56. <https://doi.org/10.1016/j.culher.2013.01.013>

Gleba, M., Bretones-García, M. D., Cimarelli, C., Vera-Rodríguez, J. C., & Martínez-Sánchez, R. M., 2021. Multidisciplinary investigation reveals the earliest textiles and cinnabar-coloured cloth in Iberian Peninsula. *Scientific Reports*, 11(1), 21918. <https://doi.org/10.1038/s41598-021-01349-5>

Godfrey-Smith, D.I., Ilani, S., 2004. Past thermal history of goethite and hematite fragments from Qafzeh Cave deduced from thermal activation characteristics of the 110°C TL peak of enclosed quartz grains. *Revue d'Archéométrie* 28, 185–190.

Gomes, H., Collado, H., Martins, A., Nash, G.H., Rosina, P., Vaccaro, C., Volpe, L., 2014. Pigment in western Iberian schematic rock art: An analytical approach. *Mediterranean Archaeology and Archaeometry* 15.

Gomes, H., Rosina, P., Guidon, N., Bucu, C., Santos, T. dos, Volpe, L., Vaccaro, C., Nash, G.H., Garces, S., 2019. Identification of organic binders in pre-historic pigments through multiproxy archaeometric analyses from the Toca do Paraguaio and Boqueirao da Pedra Furada shelters (Serra da Capivara National Park, Piauí, Brazil). *Rock Art Research: The Journal of the Australian Rock Art Research Association (AURA)*.

Goguitchaichvili, A., Morales, J., Urrutia-Fucugauchi, J., Soler Arechalde, A.M., Acosta, G., Castelleti, J., 2016. The use of pictorial remanent magnetization as a dating tool: State of the art and perspectives. *Journal of Archaeological Science: Reports* 8, 15–21. <https://doi.org/10.1016/j.jasrep.2016.05.042>

Gonzalez, J., Portillo, M., 2010. Spider fibers and the apparent fungal colonization of rock-art caves. *Naturwissenschaften* 97, 115–116. <https://doi.org/10.1007/s00114-009-0632-8>

Goodall, R.A., David, B., Kershaw, P., Fredericks, P.M., 2009. Prehistoric hand stencils at Fern Cave, North Queensland (Australia): environmental and chronological implications of Raman spectroscopy and FT-IR imaging results. *Journal of Archaeological Science* 36, 2617–2624. <https://doi.org/10.1016/j.jas.2009.07.007>

Gordon, S.J., Dorn, R.I., 2005. Localized Weathering: Implications for Theoretical and Applied Studies. *The Professional Geographer* 57, 28–43. <https://doi.org/10.1111/j.0033-0124.2005.00457.x>

Green, H., Gleadow, A., Finch, D., 2017. Characterisation of mineral deposition systems associated with rock art in the Kimberley region of northwest Australia. *Data in Brief* 14, 813–835. <https://doi.org/10.1016/j.dib.2017.08.029>

Groenen, M., Groenen, M.-C., 2021. Le sens de la trace matérielle dans l'art paléolithique. *Polygraphes* 3, 5–17.

Groth, I., Vettermann, R., Schuetze, B., Schumann, P., Saiz-Jimenez, C., 1999. Actinomycetes in Karstic caves of northern Spain (Altamira and Tito Bustillo). *Journal of Microbiological Methods* 36, 115–122.

Guglielmi, V., Andreoli, M., Comite, V., Baroni, A., Fermo, P., 2021. The combined use of SEM-EDX, Raman, ATR-FTIR and visible reflectance techniques for the characterisation of Roman wall painting pigments from Monte d'Oro area (Rome): an insight into red, yellow and pink shades. *Environ Sci Pollut Res.* <https://doi.org/10.1007/s11356-021-15085-w>

Guibert, P., Brodard, A., Quiles, A., Geneste, J.-M., Baffier, D., Debard, E., Ferrier, C., 2015. When were the walls of the Chauvet-Pont d'Arc Cave heated? A chronological approach by thermoluminescence. *Quaternary Geochronology* 29, 36–47.

Guineau, B., Lorblanchet, M., Gratuze, B., Dulin, L., Roger, P., Akrich, R., Muller, F., 2001. Manganese Black Pigments in Prehistoric Paintings: the Case of the Black Frieze of Pech Merle (France). *Archaeometry* 43, 211–225. <https://doi.org/10.1111/1475-4754.00015>

Gunn, R.G., 2018. *Art of the Ancestors. Spatial and temporal patterning in the ceiling rock art of Nawarla Gabarnmang, Arnhem Land, Australia.* Archeopress.

Gunn, R.G., 2011. The Impact of bushfires and fuel reduction burning on the preservation of shelter rock art. *Rock Art Research* 28.

Gunn, R., David, B., Whear, R., James, D., Petchey, F., Chalmin, E., Castets, G., Barker, B., Geneste, J.-M., Delannoy, J.J., 2017. Postcards from the outside: European contact rock art imagery and occupation on the southern Arnhem Land plateau, Jawoyn country, in: David, B., Taçon, P.S.C., Delannoy, J.J., Geneste, J.-M. (Eds.), *The Archaeology of Rock Art in Western Arnhem Land, Northern Australia.* ANU Press, Canberra, pp. 165–196.

Gunn, R.G., Douglas, L., Whear, R.L., 2011. What bird is that? Identifying a painting of Genyornis Newtoni in Western Arnhem Land. *Australian Archaeology* 73, 1–12.

Gunn, R.G., Whear, R.L., Douglas, L., 2010. A dingo burial from the Arnhem Land plateau. *Australian Archaeology* 71, 11–16.

Hameau, P., Menu, M., Pomiès, M.-P., Walter, P., 1995. Les peintures schématiques postglaciaires du Sud-Est de la France : analyses pigmentaires.

Hameau, P., 2002. *Passage, Transformation et Art Schématique: L'exemple des peintures néolithiques du sud de la France: L'exemple des peintures néolithiques du sud de la France.* University of Michigan Press, Ann Arbor, MI. <https://doi.org/10.30861/9781841713106>

Hameau, P., 2009. Expérimenter la peinture néolithique. Presented at the Langage de pierre- La restitution du geste en archéologie préhistorique, Musée des Baux de Provence, pp. 14–23.

Hameau, P., 2012. Geste graphique et technicité : l'exemple des peintures néolithiques. *as 36*, 57–75. <https://doi.org/10.7202/1014165ar>

Henshilwood, C.S., d'Errico, F., Watts, I., 2009. Engraved ochres from the Middle Stone Age levels at Blombos Cave, South Africa. *Journal of Human Evolution* 57, 27–47. <https://doi.org/10.1016/j.jhevol.2009.01.005>

Henshilwood, C.S., d'Errico, F., Van Niekerk, K.L., Coquinot, Y., Jacobs, Z., Lauritzen, S.-E., Menu, M., Garcia-Moreno, R., 2011. A 100,000-year-old ochre-processing workshop at Blombos Cave, South Africa. *Science* 334, 216–222.

Hernanz, A., Gavira-Vallejo, J.M., Ruiz-López, J.F., 2006. Introduction to Raman microscopy of prehistoric rock paintings from the Sierra de las Cuerdas, Cuenca, Spain. *Journal of Raman Spectroscopy* 37, 1054–1062.

Hernanz, A., Gavira-Vallejo, J.M., Ruiz-López, J.F., Martin, S., Maroto-Valiente, Á., de Balbín-Behrmann, R., Menéndez, M., Alcolea-González, J.J., 2012. Spectroscopy of Palaeolithic rock paintings from the Tito Bustillo and El Buxu Caves, Asturias, Spain. *Journal of Raman Spectroscopy* 43, 1644–1650. <https://doi.org/10.1002/jrs.3145>

Hernanz, A., Ruiz-Lopez, J., Madariaga, J., Gavrilenko, E., Maguregui, M., Fdez-Ortiz de Vallejuelo, S., Martínez-Arkarazo, I., Alloza-Izquierdo, R., Baldellou-Martínez, V., Vinas-Vallverdu, R., et al. 2014. Spectroscopic characterisation of crusts interstratified with prehistoric paintings preserved in open-air rock art shelters. *Journal of Raman Spectroscopy* 45, 1236–1243.

Hernanz, A., Chang, J., Iriarte, M., Gavira-Vallejo, J.M., de Balbín-Behrmann, R., Bueno-Ramírez, P., Maroto-Valiente, A., 2016. Raman microscopy of hand stencils rock art from the Yabrai Mountain, Inner Mongolia Autonomous Region, China. *Applied Physics A* 122, 699. <https://doi.org/10.1007/s00339-016-0228-z>

Heyes, P.J., Anastasakis, K., de Jong, W., van Hoesel, A., Roebroeks, W., Soressi, M., 2016. Selection and Use of Manganese Dioxide by Neanderthals. *Scientific Reports* 6, 22159. <https://doi.org/10.1038/srep22159>

Hill, C., Forti, P., 1997. *Cave minerals of the world*, AL: National Speleological Society. ed. Huntsville.

Hodgskiss, T., 2010. Identifying grinding, scoring and rubbing use-wear on experimental ochre pieces. *Journal of Archaeological Science* 37, 3344–3358. <https://doi.org/10.1016/j.jas.2010.08.003>

Hodgskiss, T., 2020. Ochre Use in the Middle Stone Age, in: *Oxford Research Encyclopedia of Anthropology*. Oxford University Press. <https://doi.org/10.1093/acrefore/9780190854584.013.51>

Hoerlé, S., 2006. Rock temperatures as an indicator of weathering processes affecting rock art. *Earth Surface Processes and Landforms* 31, 383–389. <https://doi.org/10.1002/esp.1329>

Hoerlé, S., 2005. A preliminary study of the weathering activity at the rock art site of Game Pass Shelter (KwaZulu-Natal, South Africa) in relation to its conservation. *South African Journal of Geology* 108, 297–308. <https://doi.org/10.2113/108.2.297>

Hoerlé, S., Salomon, A., 2004. Microclimatic data and rock art conservation at Game Pass Shelter in the Kamberg Nature Reserve, KwaZulu-Natal: news & views. *South African Journal of Science* 100, 340–341.

Hoerlé, S., Konik, S., Chalmin, E., 2011. Les vermiculations de la grotte de Lascaux : identification de sources de matériaux mobilisables par microanalyses physico-chimiques. *Karstologia* 58, 29–40.

Hoerlé, S., Pearce, D., Bertrand, L., Sandt, Ch., Menu, M., 2016. Imaging the layered fabric of paints from Nomansland rock art (South Africa). *Archaeometry* 58, 182–199.

Horn, K., Walker, G., Winton, V., Ramanaidou, E., Hamlett, C., Hamlett, B., 2020. Field characterisation of rock art paintings using non-invasive reflectance spectroscopy in the search for organic paint binders at Genealogy and Stickman Rockshelters in the Weld Range (Western Australia). *Journal of Archaeological Science: Reports* 34. <https://doi.org/10.1016/j.jasrep.2020.102617>

Hovers, E., Ilani, S., Bar-Yosef, O., Vandermeersch, B., 2003. An Early Case of Color Symbolism: Ochre Use by Modern Humans in Qafzeh Cave. *Current Anthropology* 44, 491–522.

Houillon, N., 2016. La dynamique du carbone inorganique dans le continuum sol-épikarst-cavité du site de la Grotte de Lascaux (Dordogne, France) : apports des monitorings hydrogéochimique et microclimatique continus pour l'étude de l'aérogologie et le développement d'une méthode de simulation des processus calco-carboniques aux parois (PhD thesis). Université de Bordeaux.

Hunt, A., Thomas, P., James, D., David, B., Geneste, J.-M., Delannoy, J.-J., Stuart, B., 2016. The characterisation of pigments used in X-ray rock art at Dalakngalarr 1, central-western Arnhem Land. *Microchem. J.* 126, 524–529. <https://doi.org/10.1016/j.microc.2016.01.016>

Huntley, J., Watchman, A.L., Dibden, J., 2011. Characteristics of a pigment art sequence: Woronora Plateau, New South Wales. *Rock Art Research* 28, 85–97.

Huntley, J., 2012. Taphonomy or pain recipes: In situ portable x-ray fluorescence analysis of two anthropomorphic motifs from the Woronora Plateau, New South Wales. *Australian Archaeology* 75, 78–94.

Huntley, J., Brand, H., Aubert, M., Morwood, M.J., 2014. The first Australian Synchrotron powder diffraction analysis of pigment from a Wandjina motif in the Kimberley, Western Australia. *Australian Archaeology* 78, 33–38.

Huntley, J., Aubert, M., Ross, J., Brand, H., Morwood, M.J., 2015. One colour, (at least) two minerals: a study of mulberry rock art pigment and a mulberry pigment “quarry” from the Kimberley, Northern Australia. *Archaeometry* 57, 77–99.

Huntley, J., Westaway, K.E., Gore, D.B., Aubert, M., Ross, J., Morwood, M.J., 2016. Non-Destructive or Noninvasive? The Potential Effect of X-Ray Fluorescence Spectrometers on Luminescence Age Estimates of Archaeological Samples. *Geoarchaeology: An International Journal* 31, 592–602. <https://doi.org/10.1002/gea.21574>

Huntley, J., Wallis, L., 2020. Rock art conservation in an industrial context. Oct–Nov, 20–24.

Huntley, J., Wallis, L.A., Stephenson, B., Aboriginal Corporation, K.N., Davis, A., 2021. A multi-technique approach to contextualising painted rock art in the Central Pilbara of Western Australia:

Integrating in-field and laboratory methods. *Quaternary International* 572, 52–73. <https://doi.org/10.1016/j.quaint.2020.05.032>

Huntley, J., 2021. Australian Indigenous Ochres: Use, Sourcing, and Exchange, in: McNiven, I.J., David, B. (Eds.), *The Oxford Handbook of the Archaeology of Indigenous Australia and New Guinea*. Oxford University Press. <https://doi.org/10.1093/oxfordhb/9780190095611.013.21>

Huntley, J., Wallis, L.A., Stephenson, B., Aboriginal Corporation, K.N., Davis, A., 2021. A multi-technique approach to contextualising painted rock art in the Central Pilbara of Western Australia: Integrating in-field and laboratory methods. *Quaternary International* 572, 52–73. <https://doi.org/10.1016/j.quaint.2020.05.032>

Ickert, R.B., 2006. Adakitic volcanism in southern BC during the Early Eocene: Isotopic and geochemical constraints from the Princeton Group (PhD Thesis). Simon Fraser University.

Inizan, M.-L., 1976. Nouvelle étude d'industries lithiques du Capsien. (PhD thesis) Université Paris-Nanterre.

Intxaurbe, I., Garate, D., Arriolabengoa, M., Medina-Alcaide, M.Á., 2022. Application of Line of Sight and Potential Audience Analysis to Unravel the Spatial Organization of Palaeolithic Cave Art. *J Archaeol Method Theory* 29, 1158–1189. <https://doi.org/10.1007/s10816-022-09552-y>

Jaillet, S., Monney, J., 2018. Analyse 3D des volumes et remplissages souterrains de la grotte aux Points au temps des fréquentations paléolithiques (Aiguèze, Gard). *Karstologia, La grotte aux Points d'Aiguèze : petite sœur de la grotte Chauvet* (1) 72, 27–36.

Jaubert, J., Aujoulat, N., Courtaud, P., Deguilloux, M.-F., Delluc, M., Denis, A., Duday, H., Dutailly, B., Ferrier, C., Feruglio, V., others, 2010. Le projet collectif de recherche «Grotte de Cussac» (Dordogne, France) : étude d'une cavité ornée à vestiges humains du Gravettien, in: *Congrès IFRAO L'art Pléistocène Dans Le Monde/Pleistocene Art of the World/Arte Pleistoceno En El Mundo*. J. Clottes.

Jaubert, J., Verheyden, S., Genty, D., Soulier, M., Cheng, H., Blamart, D., Burlet, C., Camus, H., Delaby, S., Deldicque, D., et al., 2016. Early Neanderthal constructions deep in Bruniquel Cave in southwestern France. *Nature* 534, 111–114. <https://doi.org/10.1038/nature18291>

Jezequel, P., Wille, G., Beny, C., Delorme, F., Jean-Prost, V., Cottier, R., Breton, J., Dure, F., Desprée, J., 2011. Characterization and origin of black and red Magdalenian pigments from Grottes de la Garenne (Vallée moyenne de la Creuse-France): A mineralogical and geochemical approach of the study of prehistorical paintings. *Journal of Archaeological Science* 38, 1165–1172.

Jurado, V., Fernandez-Cortes, A., Cuezva, S., Laiz, L., Cañaveras, J., Sanchez-Moral, S., Saiz-Jimenez, C., 2009. The fungal colonisation of rock-art caves: experimental evidence. *Naturwissenschaften* 96, 1027–1034. <https://doi.org/10.1007/s00114-009-0561-6>

K Kervazo, B., Feruglio, V., Baffier, D., Debard, E., Ferrier, C., Perroux, A.-S., Perrette, Y., 2010. Parois et art pariétal: Approche taphonomique. L'exemple de la grotte Chauvet-Pont d'Arc (Ardèche). *Paleo* 3.

Keyser, J.D., 2017. *Indian rock art of the Columbia Plateau*. University of Washington Press.

Keyser, J.D., Whitley, D.S., 2000. A new ethnographic reference for Columbia Plateau rock art: documenting a century of vision quest practices. *INORA (International Newsletter On Rock Art)* 25, 14–20.

Konik, S., Lafon-Pham, D., Riss, J., Aujoulat, N., Ferrier, C., Kervazo, B., Reiche, I., 2014. Étude des vermiculations par caractérisations morphologique, chromatique et chimique. L'exemple des grottes de Rouffignac et de Font-de-Gaume (Dordogne, France). *Paléo: revue d'archéologie préhistorique Numéro spécial*, 311–321.

Krumbein, W.E., 2003. Patina and cultural heritage—a geomicrobiologist's perspective. *Cult Herit Res a pan-European Chall* 39–47.

Kuckova, S., Sandu, I.C.A., Crhova, M., Hynek, R., Fogas, I., Schafer, S., 2013. Protein identification and localization using mass spectrometry and staining tests in cross-sections of polychrome samples. *Journal of Cultural Heritage* 14, 31–37. <https://doi.org/10.1016/j.culher.2012.03.004>

L Lacanette, D., Vincent, S., Sarthou, A., Malaurent, P., Caltagirone, J.-P., 2009. An Eulerian/Lagrangian method for the numerical simulation of incompressible convection flows interacting with complex obstacles: Application to the natural convection in the Lascaux cave. *International Journal of Heat and Mass Transfer* 52, 2528–2542. <https://doi.org/10.1016/j.ijheatmasstransfer.2008.12.028>

Lacanette, D., Large, D., Ferrier, C., Aujoulat, N., Bastian, F., Denis, A., Jurado, V., Kervazo, B., Konik, S., Lastennet, R., et al., 2013. A laboratory cave for the study of wall degradation in rock art caves: an implementation in the Vézère area. *Journal of Archaeological Science* 40, 894–903. <https://doi.org/10.1016/j.jas.2012.10.012>

Lagoze, C., Hunter, J., 2002. The ABC ontology and model. *Journal of Digital Information* 2.

Lahlil, S., Lebon, M., Beck, L., Rousselière, H., Vignaud, C., Reiche, I., Menu, M., Paillet, P., Plassard, F., 2012. The first in situ micro-Raman spectroscopic analysis of prehistoric cave art of Rouffignac St-Cernin, France. *J. Raman Spectrosc.* 43, 1637–1643. <https://doi.org/10.1002/jrs.4115>

Lamprecht, I., Reller, A., Riesen, R., Wiedemann, H.G., 1997. Ca-Oxalate films and microbiological investigations of the influence of ancient pigments on the growth of lichens. *Journal of thermal analysis* 49, 1601–1607. <https://doi.org/10.1007/bf01983720>

Le Bœuf, P., Doerr, M., Ore, C.E., Stead, S., 2015. Definition of the CIDOC conceptual reference model. *ICOM/CIDOC Documentation Standards Group and CIDOC CRM Special Interest Group*, version 6.

Lebon, M., Beck, L., Grégoire, S., Chiotti, L., Nespoulet, R., Menu, M., Paillet, P., 2014a. Prehistoric pigment characterisation of the Abri Pataud rock-shelter (Dordogne, France). *Open J Archaeometry* 2. <https://doi.org/10.4081/arc.2014.5456>

Lebon, M., Beck, L., Lahlil, S., Rousselière, H., Castaing, J., Duran, A., Vignaud, C., Reiche, I., Plassard, F., 2014b. Etude de parois ornées par analyses in situ. Apport, limites et potentiel des techniques de DRX-XRF, micro-Raman portables : l'exemple de Rouffignac. *Paléo: revue d'archéologie préhistorique* 20.

Lenoble, A., Queffelec, A., Bonnissent, D., Stouvenot, C., 2013. Rock art taphonomy in Lesser Antilles: study of wall weathering and engravings preservation in two preColumbian caves on Marie-Galante Island., in: *25th International Congress for Caribbean Archaeology*. pp. 634–657.

Leroi-Gourhan, A., 1964. *Le Geste et la Parole*, vol. 2 : La mémoire et les rythmes. Albin Michel.

Lewis-Williams, J.D., 1985. The San Artistic Achievement. *African Arts* 18, 54. <https://doi.org/10.2307/3336356>

Lindberg, M.-L., 1957. Leucophosphite from the Sapucaia pegmatite mine, Minas Gerais, Brazil. *American mineralogist* 42, 214–221.

Linderholm, J., Geladi, P., Sciuto, C., 2015. Field-Based near Infrared Spectroscopy for Analysis of Scandinavian Stone Age Rock Paintings. *Journal of Near Infrared Spectroscopy* 23, 227–236. <https://doi.org/10.1255/jnirs.1172>

Livingston, A., Robinson, E., Armitage, R.A., 2009. Characterizing the binders in rock paintings by THM-GC-MS: La Casa de Las Golondrinas, Guatemala, a cautionary tale for radiocarbon dating. *International Journal of Mass Spectrometry* 284, 142–151. <https://doi.org/10.1016/j.ijms.2008.12.008>

Lorblanchet, M., Labeau, M., Vernet, J.L., 1988. Première étude des pigments des grottes ornées quercinoises. *Préhistoire quercinoise* 3, 79–94.

Lorblanchet, M., Labeau, M., Vernet, J.L., Fitte, P., Valladas, H., Cachier, H., al., et, 1990. Étude des pigments des grottes ornées paléolithiques du Quercy. *Bulletin de la Société d'études du Lot* 2, 93–143.

Lorblanchet, 1995. *Les grottes ornées de la préhistoire : nouveaux regards*. Errance.

Lombard, M., 2006. Direct evidence for the use of ochre in the hafting technology of Middle Stone Age tools from Sibudu Cave. *Southern African Humanities* 18, 57–67.

Lombard, M., 2007. The gripping nature of ochre: The association of ochre with Howiesons Poort adhesives and Later Stone Age mastics from South Africa. *Journal of Human Evolution* 53, 406–419.

López-Montalvo, E., Villaverde, V., Roldán, C., Murcia, S., Badal, E., 2014. An approximation to the study of black pigments in Cova Remigia (Castellón, Spain). Technical and cultural assessments of the use of carbon-based black pigments in Spanish Levantine Rock Art. *Journal of Archaeological Science* 52, 535–545. <https://doi.org/10.1016/j.jas.2014.09.017>

López-Montalvo, E., Roldán, C., Badal, E., Murcia-Mascarós, S., Villaverde, V., 2017. Identification of plant cells in black pigments of prehistoric Spanish Levantine rock art by means of a multi-

analytical approach. A new method for social identity materialization using chaîne opératoire. *PLoS ONE* 12, e0172225. <https://doi.org/10.1371/journal.pone.0172225>

Loubser, J., 2017. The Conservation and Management of Rock Art: An Integrated Approach, in: David, B., McNiven, I.J. (Eds.), *The Oxford Handbook of the Archaeology and Anthropology of Rock Art*. Oxford University Press. <https://doi.org/10.1093/oxfordhb/9780190607357.013.14>

M MacDonald, B.L., Fox, W., Dubreuil, L., Beddard, J., Pidruczny, A., 2018. Iron oxide geochemistry in the Great Lakes Region (North America): Implications for ochre provenance studies. *Journal of Archaeological Science: Reports* 19, 476–490. <https://doi.org/10.1016/j.jasrep.2018.02.040>

Macdonald, B.L., Hancock, R.G.V., Cannon, A., McNeill, E., Reimer, R., Pidruczny, A., 2013. Elemental Analysis of Ochre Outcrops in Southern British Columbia, Canada: Elemental analysis of ochre outcrops in southern British Columbia, Canada. *Archaeometry* 55, 1020–1033. <https://doi.org/10.1111/j.1475-4754.2012.00719.x>

MacDonald, B.L., Hancock, R.G.V., Cannon, A., Pidruczny, A., 2011. Geochemical characterization of ochre from central coastal British Columbia, Canada. *Journal of Archaeological Science* 38, 3620–3630. <https://doi.org/10.1016/j.jas.2011.08.032>

Mäkelä, E., Hyvönen, E., Ruotsalo, T., 2012. How to deal with massively heterogeneous cultural heritage data—lessons learned in CultureSampo. *Semantic Web* 3, 85–109.

Malainey, M.E., 2010. *A consumer's guide to archaeological science: analytical techniques*. Springer Science & Business Media.

Malgat, C., Duval, M., Gauchon, C., 2012. Donner à voir un patrimoine invisible : de l'original à la copie. Le cas de l'Espace de restitution de la grotte Chauvet Pont d'Arc. *Collection EDYTEM* 13, 99–114.

Martini, J., 1987. Les phénomènes karstiques des quartzites d'Afrique du Sud. *Karstologia* 9, 45–52.

Mas, M., Jorge, A., Gavilan, B., Solis, M., Parra, E., Perez, P.-P., 2013. Minateda rock shelters (Albacete) and post-palaeolithic art of the Mediterranean Basin in Spain: pigments, surfaces and patinas. *Journal of Archaeological Science* 40, 4635–4647. <https://doi.org/10.1016/j.jas.2013.07.019>

Mathis, F., Bodu, P., Dubreuil, O., Salomon, H., 2014. PIXE identification of the provenance of ferruginous rocks used by Neanderthals. *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research Section B: Beam Interactions with Materials and Atoms* 331, 275–279.

Mauran, G., 2019. *Apports méthodologiques à la caractérisation des matières colorantes : application à l'abri orné de Leopard Cave (Erongo, Namibie)* (thesis). *Museum National d'Histoire Naturelle*.

Mauran, G., Lebon, M., Détrioit, F., Caron, B., Nankela, A., Pleurdeau, D., Bahain, J.-J., 2019. First in situ pXRF analyses of rock paintings in Erongo, Namibia: results, current limits, and prospects. *Archaeological and Anthropological Sciences*. <https://doi.org/10.1007/s12520-019-00787-7>

Mauran, G., Caron, B., Beck, L., Détrioit, F., Noûs, C., Tombret, O., Pleurdeau, D., Bahain, J.-J., Lebon, M., 2021a. Standardization Procedure to Provide a Unified Multi-Method Elemental

Compositional Dataset, Application to Ferruginous Colouring Matters from Namibia. SSRN Journal. <https://doi.org/10.2139/ssrn.3949321>

Mauran, G., Caron, B., Détroit, F., Nankela, A., Bahain, J.-J., Pleurdeau, D., Lebon, M., 2021b. Data pretreatment and multivariate analyses for ochre sourcing: Application to Leopard Cave (Erongo, Namibia). *Journal of Archaeological Science: Reports* 35, 102757. <https://doi.org/10.1016/j.jasrep.2020.102757>

Mawk, E.J., 1999. Reexamination of ancient DNA in Texas rock paintings. Texas A&M University.

McNeil, C., Taçon, P.S., 2012. Rock art conservation and management resource kit (version 1.0). Publisher: Griffith University, Queensland, Australia.

Medina-Alcaide, M.Á., Garate-Maidagan, D., Ruiz-Redondo, A., Sanchidrián-Torti, J.L., 2018. Beyond art: The internal archaeological context in Paleolithic decorated caves. *Journal of Anthropological Archaeology* 49, 114–128. <https://doi.org/10.1016/j.jaa.2017.12.005>

Medina-Alcaide, M.Á., Vandavelde, S., Quiles, A., Pons-Branchu, E., Intxaurbe, I., Sanchidrián, J.L., Valladas, H., Deldicque, D., Ferrier, C., Rodríguez, E., Garate, D., 2023. 35,000 years of recurrent visits inside Nerja cave (Andalusia, Spain) based on charcoals and soot micro-layers analyses. *Sci Rep* 13, 5901. <https://doi.org/10.1038/s41598-023-32544-1>

Meiklejohn, K.I., Hall, K., Davis, J.K., 2009. Weathering of rock art at two sites in the KwaZulu-Natal Drakensberg, southern Africa. *Journal of Archaeological Science* 36, 973–979. <https://doi.org/10.1016/j.jas.2008.11.020>

Mendez, A., 2010. *Processus. Concepts et méthode pour l'analyse temporelle en sciences sociales. Lectures, Publications reçues.*

Menu, M., Walter, P., 1992. Prehistoric cave painting PIXE analysis for the identification of paint “pots.” *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research Section B: Beam Interactions with Materials and Atoms* 64, 547–552. [https://doi.org/10.1016/0168-583X\(92\)95531-U](https://doi.org/10.1016/0168-583X(92)95531-U)

Moissan, H., 1902. *Chimie analytique - Sur les matières colorantes des figures de la grotte de Font-de-Gaume. Compte-rendu de l'Académie des Sciences* 134, 1536.

Moissan, H., 1903. *Chimie Analytique - Sur une matière colorante des figures de la grotte de la Mouthé. Compte-rendu de l'Académie des Sciences* 136, 144.

Mooney, S.D., Geiss, C., Smith, M.A., 2003. The use of mineral magnetic parameters to characterize archaeological ochres. *Journal of Archaeological Science* 30, 511–523. [https://doi.org/10.1016/S0305-4403\(02\)00181-4](https://doi.org/10.1016/S0305-4403(02)00181-4)

Monnard, A., Lafon-Pham, D., Konik, S., Garay, H., 2014. Influence de la teneur en eau sur la couleur des pigments appliqués sur une surface lisse. *Paléo: revue d'archéologie préhistorique* numéro spécial, 329–330.

Monney, J., 2003. L'élaboration des chronologies de référence dans le domaine de l'art rupestre : une approche théorique. *Cahiers d'archéologie romande* 95, 417–445.

Monney, J., Jaillet, S., 2019. Phases de fréquentations humaines, ornementation pariétale et processus naturels : Mise en place d'un cadre chronologique pour la grotte aux Points d'Aiguèze. *Karstologia, La Grotte aux Points d'Aiguèze (Gard) : Petite sœur de la Grotte Chauvet* 2/2 49–62.

Monney, J., Brunel Deschamps, E., Chauvet, J.-M., Hillaire, C., Galant, P., Touron, S., Ventajol, D., Jaillet, S., Audra, P., Gauchon, C., Boccaccio, G., 2018. La grotte aux Points d'Aiguèze : petite sœur de la grotte Chauvet (1). *Karstologia* 72, 1–60.

Monney, J., Chanteraud, C., Chalmin, E., Salomon, H., Hœrlé, S., Lateur, N., Fourvel, J.B., Jeannet, M., Philippe, M., Bruxelles, L., et al., 2019. La grotte aux Points d'Aiguèze : petite sœur de la grotte Chauvet (2). *Karstologia* 73, 1–60.

Moyo, S., Mphuthi, D., Cukrowska, E., Henshilwood, C.S., van Niekerk, K., Chimuka, L., 2016. Blombos Cave: Middle Stone Age ochre differentiation through FTIR, ICP OES, ED XRF and XRD. *Quaternary International* 404, 20–29. <https://doi.org/10.1016/j.quaint.2015.09.041>

N

Newman, B., Loendorf, L., 2005. Portable X-Ray Fluorescence Analysis of Rock Art Pigments. *Plains Anthropologist* 50, 277–283. <https://doi.org/10.1179/pan.2005.025>

O

O'Neill, P., Creagh, D., Sterns, M., 2004. Studies of the composition of pigments used traditionally in Australian Aboriginal bark paintings. *Radiation Physics and Chemistry* 71, 841–842.

Ozán, I.L., Oriolo, S., Castro, M.A., Latorre, A., 2020. Raman spectroscopy in experimental rock art: Improving the study of ancient paintings. *J Raman Spectrosc* 51, 2272–2289. <https://doi.org/10.1002/jrs.5961>

P

Paillet, P., Pérez, L.C., Man-Estier, E., 2011. Préhistoire et art rupestre dans le nord de l'Uruguay. De nouveaux programmes d'étude, de conservation et de valorisation. *L'Anthropologie* 115, 549–565. <https://doi.org/10.1016/j.anthro.2011.05.003>

Paillet, P., 2014. Les arts de la Préhistoire : micro-analyses, mises en contextes et conservation., Numéro Spécial de la revue PALEO, juin 2014. Actes du colloque “ Micro analyses et datations de l'art préhistorique dans son contexte archéologique ”, MADAPCA, Paris, 16-18 novembre 2011.

Parcero-Oubiña, C., Fábrega-Álvarez, P., Vicent-García, J.M., Uriarte-González, A., Fraguas-Bravo, A., del-Bosque-González, I., Fernández-Freire, C., Pérez-Asensio, E., 2013. Conceptual basis for a cultural heritage data model for INSPIRE. *Rev. Int. Géomatique* 23, 445–467.

Pepe, C., Clottes, J., Menu, M., Walter, P., 1991. Le liant des peintures paléolithiques ariégeoises, Multilingue. Gauthier-Villars, Paris, France.

Perego, F., 2005. Dictionnaire des matériaux du peintre. Belin, Paris.

Petit, J., Valot, H., 1992. A propos de peinture préhistorique. *La Recherche*, 23, 744.

Pétrequin, P., Errera, M., Cassen, S., Gauthier, E., Hovorka, D., Klassen, L., Sheridan, A., 2011. From Mont Viso to Slovakia: The two axeheads of alpine jade from Golianovo. *Acta Archaeologica Academiae Scientiarum Hungaricae* 62, 243–268. <https://doi.org/10.1556/AArch.62.2011.2.1>

Pétrequin, P., Errera, M., Pétrequin, A.-M., Allard, P., 2006. The Neolithic quarries of Mont Viso, Piedmont, Italy: initial radiocarbon dates. *Eur. j. archaeol.* 9, 7–30. <https://doi.org/10.1177/1461957107077703>

Pérez-Diez, S., Bernier, C., Iñáñez, J. G., & Maguregui, M., 2023. A Non-Invasive In Situ Spectroscopic Analysis of Cinnabar Minerals to Assist Provenance Studies of Archaeological Pigments. *Crystals*, 13(2), 207. <https://doi.org/10.3390/cryst13020207>

Pike, A.W.G., Hoffmann, D.L., Garcia-Diez, M., Petitt, P.B., Alcolea, J., de Balbin Behrmann, R., Gonzalez-Sainz, C., de Las Heras, C., Lasheras, J.A., Montes, R., Zilhao, J., 2012. U-Series dating of Paleolithic Art in 11 caves in Spain. *Science* 336, 1409–1413.

Pitarch, A., Ruiz, J.F., Fdez-Ortiz de Vallejuelo, S., Hernanz, A., Maguregui, M., Madariaga, J., 2014. In situ characterization by Raman and X-ray fluorescence spectroscopy of post-Paleolithic blackish pictographs exposed to the open air in Los Chaparros shelter (Albalate del Arzobispo, Teruel, Spain). *Analytical Methods* 6, 6641–6650.

Pitarch Martí, A., d'Errico, F., Turq, A., Lebraud, E., Discamps, E., Gravina, B., 2019. Provenance, modification and use of manganese-rich rocks at Le Moustier (Dordogne, France). *PLOS ONE* 14, e0218568. <https://doi.org/10.1371/journal.pone.0218568>

Plassard, F., Kervazo, B., Ferrier, C., Reiche, I., Konik, S., Castaing, J., Aujoulat, N., 2014. Altérations et dépôts sur les parois de la grotte de Rouffignac: Premiers résultats d'analyses. *Paléo: revue d'archéologie préhistorique Numéro spécial*, 299–310.

Pomiès, M.-P., 1997. Pigments rouges préhistoriques: Goethite chauffée ou hématite nanocristalline naturelle? (PhD Thesis). Université Paris-6, Pierre et Marie Curie.

Pomiès, M.-P., Menu, M., Vignaud, C., 1999a. TEM observations of goethite dehydration, application to archaeological samples. *Journal of the European Ceramic Society* 1605–1614.

Pomiès, M.-P., Menu, M., Vignaud, C., 1999b. Red Palaeolithic pigments: natural hematite or heated goethite? *Archaeometry* 41 (2), 275–285.

Pomiès, M.P., Morin, G., Vignaud, C., 1998. XRD study of the goethite-hematite transformation: Application to the identification of heated prehistoric pigments. *European Journal of Solid State and Inorganic Chemistry* 35, 9–25. [https://doi.org/10.1016/S0992-4361\(98\)80011-8](https://doi.org/10.1016/S0992-4361(98)80011-8)

Pope, G.A., Meierding, T.C., Paradise, T.R., 2002. Geomorphology's role in the study of weathering of cultural stone. *Geomorphology* 47, 211–225. [https://doi.org/10.1016/S0169-555X\(02\)00098-3](https://doi.org/10.1016/S0169-555X(02)00098-3)

Popelka-Filcoff, R.S., Robertson, J.D., Glascock, M.D., Descantes, Ch., 2007. Trace element characterization of ochre from geological sources. *Journal of Radioanalytical and Nuclear Chemistry* 272, 17–27. <https://doi.org/10.1007/s10967-006-6836-x>

Popelka-Filcoff, R.S., Lenehan, C., Glascock, M., Bennett, J., Stopic, A., Quinton, J., Pring, A., Walshe, K., 2012a. Evaluation of relative comparator and k 0-NAA for characterization of Aboriginal Australian ochre. *J Radioanal Nucl Chem* 291, 19–24. <https://doi.org/10.1007/s10967-011-1236-2>

Popelka-Filcoff, R.S., Lenehan, C.E., Walshe, K., Bennett, J.W., Stopic, A., Jones, P., Pring, A., Quinton, J.S., Durham, A., 2012b. Characterisation of Ochre Sources in South Australia by Neutron Activation Analysis(NAA). Amy Roberts and F. Donald Pate 35.

Popelka-Filcoff, R.S., Zipkin, A.M., 2022. The archaeometry of ochre *sensu lato*: A review. *Journal of Archaeological Science* 137, 105530. <https://doi.org/10.1016/j.jas.2021.105530>

Pons-Branchu, E., Bourrillon, R., Conkey, M.W., Fontugne, M., Fritz, C., Garate, D., Quiles, A., Rivero, O., Sauvet, G., Tosello, G., et al., 2014. Uranium-series dating of carbonate formations overlying Paleolithic art: interest and limitations. *Bulletin de la Société préhistorique française* 111, 211–224.

Pradeau, J.-V., 2015. Les matières colorantes au sein des systèmes techniques et symboliques au Néolithique (VIe et Ve millénaires BCE) dans l'arc liguro-provençal. (PhD thesis) Nice Sophia-Antipolis, Nice.

Pradeau, J.-V., Binder, D., Vérati, C., Lardeaux, J.-M., Dubernet, S., Lefrais, Y., Regert, M., 2016. Procurement strategies of Neolithic colouring materials: Territoriality and networks from 6th to 5th millennia BCE in North-Western Mediterranean. *Journal of Archaeological Science* 71, 10–23. <https://doi.org/10.1016/j.jas.2016.05.007>

Prinsloo, L.C., Tournié, A., Colombari, P., Paris, C., Bassett, S.T., 2013. In search of the optimum Raman/IR signatures of potential ingredients used in San/Bushman rock art paint. *Journal of Archaeological Science* 40, 2981–2990. <https://doi.org/10.1016/j.jas.2013.02.010>

Pollard, A.M., Heron, C., 2015. *Archaeological chemistry*. Royal Society of Chemistry.

Quiers, M., Chanteraud, C., Maris-Froelich, A., Chalmin, E., Jaillet, S., Noûs, C., Pairis, S., Perrette, Y., Salomon, H., Monney, J., 2022. Light in the Cave: Opal coating detection by UV-light illumination and fluorescence in a rock art context. *Methodological development and application in Points Cave (Gard, France)*.

Quiles, A., Valladas, H., Bocherens, H., Delqué-Količ, E., Kaltnecker, E., van der Plicht, J., Delannoy, J.-J., Feruglio, V., Fritz, C., Monney, J., et al. 2016. A high-precision chronological model for the decorated Upper Paleolithic cave of Chauvet-Pont d'Arc, Ardèche, France. *Proceedings of the National Academy of Sciences* 113, 4670–4675. <https://doi.org/10.1073/pnas.1523158113>

Reeves, T., Lenehan, C.E., Jones, P., Popelka-Filcoff, R.S., 2012. Characterisation of Binders in Aboriginal and European Painted Works using Pyrolysis Gas Chromatography Mass Spectrometry. *Journal of the Anthropological Society of South Australia* 35, 104–106.

Reiche, I., Chalmin, E., 2014. 14.15 - Synchrotron Methods: Color in Paints and Minerals, in: Holland, H.D., Turekian, K.K. (Eds.), *Treatise on Geochemistry (Second Edition)*. Elsevier, Oxford, pp. 209–239. <https://doi.org/10.1016/B978-0-08-095975-7.01216-X>

Reiche, I., Heckel, C., Müller, K., Jöris, O., Matthies, T., Conard, N.J., Floss, H., White, R., 2018. Combined Non-invasive PIXE/PIGE Analyses of Mammoth Ivory from Aurignacian Archaeological Sites. *Angew. Chem. Int. Ed.* 57, 7428–7432. <https://doi.org/10.1002/anie.201712911>

Regert, M., 1996. Les composés organiques en préhistoire: nouvelles approches analytiques. (PhD Thesis) Paris 10.

Rice, H.M.A., 1947. Geology and mineral deposits of the Princeton map-area, British Columbia, Geological Survey of Canada. Queen's Printer and Controller of Stationery.

Rifkin, R.F., Dayet, L., Queffelec, A., Summers, B., Lategan, M., d'Errico, F., 2015. Evaluating the Photoprotective Effects of Ochre on Human Skin by In Vivo SPF Assessment: Implications for Human Evolution, Adaptation and Dispersal. *PLoS ONE* 10, e0136090. <https://doi.org/10.1371/journal.pone.0136090>

Roebroeks, W., Sier, M.J., Kellberg Nielsen, T., De Loecker, D., Pares, J.M., Arps, C.E.S., Múcher, H.J., 2012. Use of red ochre by early Neandertals. *Proceedings of the National Academy of Science of the USA* 6, 1889–1894.

Rodanés-Vicente, J. M., Cuchí-Oterino, J. A., Minami, T., Takahashi, K., Martín-Gil, J., Lorenzo-Lizalde, J. I., & Martín-Ramos, P., 2023. Use of cinnabar in funerary practices in the Central Pyrenees. Analysis of pigments on bones from the prehistoric burial of the Cueva de la Sierra cave in Campodarbe (Huesca, Spain). *Journal of Archaeological Science: Reports*, 48, 103849. <https://doi.org/10.1016/j.jasrep.2023.103849>

Roldán García, C., Villaverde Bonilla, V., Ródenas Marín, I., Murcia Mascarós, S., 2016. A Unique Collection of Palaeolithic Painted Portable Art: Characterization of Red and Yellow Pigments from the Parpalló Cave (Spain). *PLoS ONE* 11, e0163565. <https://doi.org/10.1371/journal.pone.0163565>

Rosenfield, A., 1988. Rock Art conservation in Australia, Australian Heritage Commission. Australian Government Publishing Service, Canberra.

Rotondo, G.G., Romano, F.P., Pappalardo, G., Pappalardo, L., Rizzo, F., 2010. Non-destructive characterization of fifty various species of pigments of archaeological and artistic interest by using the portable X-ray diffraction system of the LANDIS laboratory of Catania (Italy). *Microchemical Journal* 96, 252–258.

Rudner, I., 1982. Khoisan pigments and paints and their relationship to rock paintings. *Annals of the South African Museum* 87, 1–280.

Rudner, I., 1983. Paints of the Khoisan Rock Artists. *Goodwin Series* 4, 14. <https://doi.org/10.2307/3858097>

S

Sadier, B., Delannoy, J.-J., Benedetti, L., Boulès, D.L., Jaillet, S., Geneste, J.-M., Lebatard, A.-E., Arnold, M., 2012. Further constraints on the Chauvet cave artwork elaboration. *PNAS* 109, 8002–8006.

Sajó, I.E., Kovács, J., Fitzsimmons, K.E., Jáger, V., Lengyel, G., Viola, B., Talamo, S., Hublin, J.-J., 2015. Core-Shell Processing of Natural Pigment: Upper Palaeolithic Red Ochre from Lovas, Hungary. *PLOS ONE* 10, e0131762. <https://doi.org/10.1371/journal.pone.0131762>

Salomon, H., 2004. Caractérisation et transformations techniques des matières colorantes dans le Solutréen de l'Ouest de la France (Mémoire de Master 2 (DEA) "Environnement et Archéologie"). Université Paris 1.

Salomon, H., 2009. Les matières colorantes au début du Paléolithique supérieur: Sources, transformations et fonctions. (Préhistoire). (PhD thesis) Bordeaux.

Salomon, H., 2019. Les matières colorantes, in: Julien, M., David, F., Girard, M., Roblin-Jouve, A. (Eds.), *Le Châtelperronien de La Grotte Du Renne (Arcy-Sur-Cure, Yonne, France). Les Fouilles d'André Leroi-Gourhan (1949-1963), Numéro Spécial. Musée National de la Préhistoire*, pp. 213–258.

Salomon, H., Vignaud, C., Coquinot, Y., Beck, L., Stringer, C., Strivay, D., d'Errico, F., 2012. Selection and heating of coloring materials in the mousterian level of es-Skhul, (c.a. 100000 years BP, Mount Carmel, Israel). *Archaeometry* 54 (4), 698–722.

Salomon, H., Coquinot, Y., Beck, L., Vignaud, C., Lebon, M., Odin, G.P., Mathis, F., Julien, M., 2014. Stratégies spécialisées d'acquisition de pigments rouges durant le Châtelperronien de la grotte du Renne à Arcy-sur-Cure, Yonne, France, in: Paillet, P. (Ed.), *Actes Du Colloque MADAPCA*, Nov. 2011, PALEO, Special Issue. pp. 125–133.

Salomon, H., Vignaud, C., Lahlil, S., Menguy, N., 2015. Solutrean and Magdalenian ferruginous rocks heat-treatment: accidental and/or deliberate action? *Journal of Archaeological Science* 55, 100–112. <https://doi.org/10.1016/j.jas.2014.12.024>

Salomon, H., Chanteraud, C., Chassin de Kergommeaux, A., Monney, J., Pradeau, J.-V., Goemaere, É., Coquinot, Y., Chalmin, E., 2021. A geological collection and methodology for tracing the provenance of palaeolithic colouring matter. *Journal of lithic studies* 8, 38. <https://doi.org/10.2218/jls.5540>

Salomon, H., Chalmin, E., Chanteraud, C., Chassin de Kergommeaux, A., Le Turnier, M., Sardelli, G., Schmitt, B., Waymel, M., Coquinot, Y., Defrasne, C., et al. 2022. Constitution d'une "Pigmentoθήque" : un outil pour comprendre l'approvisionnement en matériaux colorants durant la Préhistoire. Rapport intermédiaire 2021 (Research Report No. 2213729). DRAC - SRA Auvergne Rhône Alpes.

Sanchez-Moral, S., Portillo, M.C., Janices, I., Cuezva, S., Fernández-Cortés, A., Cañaveras, J.C., Gonzalez, J.M., 2012. The role of microorganisms in the formation of calcitic moonmilk deposits and speleothems in Altamira Cave. *Geomorphology* 139–140, 285–292. <https://doi.org/10.1016/j.geomorph.2011.10.030>

Santos Da Rosa, N., Fiore, D., Viñas, R., 2023. Testing recipes: an experimental approach to paint production processes in Levantine rock art (Spain). *Archaeometry* arcm.12856. <https://doi.org/10.1111/arcm.12856>

Savitzky, Abraham., Golay, M.J.E., 1964. Smoothing and Differentiation of Data by Simplified Least Squares Procedures. *Anal. Chem.* 36, 1627–1639. <https://doi.org/10.1021/ac60214a047>

Scadding, R., Winton, V., Brown, V., 2015. An LA-ICP-MS trace element classification of ochres in the Weld Range environ, Mid West region, Western Australia. *Journal of Archaeological Science* 54, 300–312. <https://doi.org/10.1016/j.jas.2014.11.017>

Sepulveda, M., Gutierrez, S., Carcamo, J., Oyaneder, A., Valenzuela, D., Montt, I., Santoro, C.M., 2015. In situ X-Ray fluorescence analysis of rock art paintings along the coast and valleys of the Atacama desert, Northern Chile. *Journal of the Chilean Chemical Society* 60, 2822–2826.

Sepúlveda, M., 2021. Making visible the invisible. A microarchaeology approach and an Archaeology of Color perspective for rock art paintings from the southern cone of South America. *Quaternary International* 572, 5–23.

Shackley, M.S., 2011. An Introduction to X-Ray Fluorescence (XRF) Analysis in Archaeology, in: Shackley, M.S. (Ed.), *X-Ray Fluorescence Spectrometry (XRF) in Geoarchaeology*. Springer New York, New York, NY, pp. 7–44. https://doi.org/10.1007/978-1-4419-6886-9_2

Shackley, M.S., 2012. Portable X-ray fluorescence spectrometry (pXRF): the good, the bad, and the ugly. *Archaeology Southwest Magazine* 26, 1–8.

Simpson, E.S., 1932. Contributions to the mineralogy of Western Australia. *Royal Society of Western Australia Journal* 18, 69–74.

Skabados, A., 2018. L'usage de normes et de thésaurus pour les données archéologiques et les métadonnées, de la production sur le terrain à la publication des rapports d'opération : l'expérience de l'Inrap. *ArcheoNum*. <https://archeonum.hypotheses.org/738>.

Smith, M.A., Fankhauser, B., Jercher, M., 1998. The Changing Provenance of Red Ochre at Purijarra Rock Shelter, Central Australia: Late Pleistocene to Present. *Proceedings of the Prehistoric Society* 64, 275–292. <https://doi.org/10.1017/S0079497X00002243>

Smith, M.A., Fankhauser, B., 1996. An archaeological perspective on the geochemistry of Australian red ochre deposits: prospects for fingerprinting major sources, Australian Institute of Aboriginal and Torres Strait Islander Studies. Canberra.

Smith, M.A., Pell, S., 1997. Oxygen-Isotope Ratios in Quartz as Indicators of the Provenance of Archaeological Ochres. *Journal of Archaeological Science* 24, 773–778.

Soberl, L., Dreshaj, M., Costa, M., Mirao, J., Barrocas-Dias, C., Nunes, T., & Valera, A., 2020. Multi-analytical investigation of red pigments recovered from human burials of Vale de Barrancas 1 hypogea. In A. C. Valera, & T. Nunes (Eds.), *Vale de Barrancas 1: A necrópole de hipogeuos do Neolítico* (pp. 91-102). (Era Monográfica; No. 4). ERA Arqueologia S.A.

Soressi, M., 2020. Auneau – L'Hermitage. ADLFI. *Archéologie de la France - Informations*. une revue Gallia.

Spades, S., Russ, J., 2005. GC-MS analysis of lipids in prehistoric rock paints and associated oxalate coatings from the Lower Pecos region, Texas. *Archaeometry* 47, 115–126.

T

Taborin, Y., 1993. La parure en coquillage au Paléolithique. *Gallia Préhistoire* 29.

Tansem, K., Storemyr, P., 2021. Red-coated rocks on the seashore: The esthetics and geology of prehistoric rock art in Alta, Arctic Norway. *Geoarchaeology* 36, 314–334. <https://doi.org/10.1002/gea.21832>

Tascon, M., Mastrangelo, N., Gheco, L., Gastaldi, M., Quesada, M., Marte, F., 2016. Micro-spectroscopic analysis of pigments and carbonization layers on prehispanic rock art at the Oyola's caves, Argentina, using a stratigraphic approach. *Microchemical Journal* 129, 297–304. <https://doi.org/10.1016/j.microc.2016.07.003>

Taylor, J., Myers, R., Wainwright, I., 1974. Scientific studies of Indian rock paintings in Canada. *Bulletin of the American Institute for Conservation* 14, 28–43.

Taylor, J.M., Myers, R.M., Wainwright, N.M., 1975. An investigation of the natural deterioration of rock paintings in Canada. Presented at the IIC Congress Deterioration Rock Painting, Stockholm, pp. 87–91.

Teir, S., Eloneva, S., Fogelholm, C.-J., Zevenhoven, R., 2009. Fixation of carbon dioxide by producing hydromagnesite from serpentinite. *Applied Energy, IGEC III* 86, 214–218. <https://doi.org/10.1016/j.apenergy.2008.03.013>

Teit, J., 1928. Sign language of the Salishan tribes of the Western Plateaus. *Annual report of the Bureau of American Ethnology to the Secretary of the Smithsonian Institution* 45, 261–373.

Thiebaut, C., Averbouh, A., Coumont, M., 2006. L'approche taphonomique: une nécessité en archéologie, in: *Mise En Commun Des Approches En Taphonomie, Sharing Taphonomic Approaches, Actes Du Workshop n 16-XVe Congrès International de l'UISPP Lisbonne, Septembre 2006*.

Thirault, É., 2008. Enjeux et perspectives du Néolithique alpin : l'exemple de la Maurienne (Savoie – France). *Paethnologie* 1, 410–426.

Thirault, É., 2006. Bessans/la Teha (Savoie): présence néolithique à haute altitude (2250 m) sur les itinéraires transalpins. *Bulletin de la Société préhistorique française* 103, 793–799.

Tixier, J., Inizan, M.-L., Roche, H., 1980. *Préhistoire de la pierre taillée. T. 1 : Technologie de la Pierre taillée.*, C.R.E.P. ed. Meudon.

Tixier, J., Inizan, M.-L., Roche, H., 1984. *Préhistoire de la pierre taillée. T. 2 : Economie du débitage laminaire*, C.R.E.P. ed. Meudon.

Tosello, G., Dalis, A., Fritz, C., 2012. Copier pour montrer, connaître avant de copier. Entre recherche et médiation, le fac-similé d'art préhistorique. *Collection EDYTEM* 13, 89–98.

Tournié, A., Prinsloo, L.C., Paris, C., Colomban, P., Smith, B., 2011. The first in situ Raman spectroscopic study of San rock art in South Africa: procedures and preliminary results. *Journal of Raman Spectroscopy* 42, 399–406.

Triat, J.-M., 2011. *Les ocres*. CNRS Edition, Paris

Tsatskin, A., Gendler, T.S., 2016. Identification of “red ochre” in soil at Kfar HaHoresh Neolithic site, Israel: Magnetic measurements coupled with materials characterization. *Journal of Archaeological Science: Reports* 6, 284–292. <https://doi.org/10.1016/j.jasrep.2016.02.027>

Tufféry, C., Delvigne, V., Fernandes, P., Garniaux, J., 2022. Preparation and re-publication protocol for the BRGM data on silicites formations: Work carried out within the framework of the PCR “Réseau de lithothèques” and the GDR “SILEX”—Protocol paper. pm. <https://doi.org/10.4000/pm.3549>

U

Ulrich, M., Muñoz, M., Guillot, S., Cathelineau, M., Picard, C., Quesnel, B., Boulvais, P., Couteau, C., 2014. Dissolution–precipitation processes governing the carbonation and silicification of the serpentinite sole of the New Caledonia ophiolite. *Contrib Mineral Petrol* 167, 952. <https://doi.org/10.1007/s00410-013-0952-8>

V

Van Dyke, R., Alcock, S., 2003. *Archaeologies of memory*, Blackwell Publishers. ed. Oxford and Malden, MA.

Van der Weerd, J., Smith, G.D., Firth, S., Clark, R.J.H., 2004. Identification of black pigments on prehistoric Southwest American potsherds by infrared and Raman microscopy. *Journal of Archaeological Science* 31, 1429–1437. <https://doi.org/10.1016/j.jas.2004.03.008>

Vandiver, P., 1983. *Paleolithic pigment and processing* (Master of Science). Massachusetts Institute of Technology.

Vázquez, C., Maier, M.S., Parera, S.D., Yacobaccio, H., Solá, P., 2008. Combining TXRF, FT-IR and GC–MS information for identification of inorganic and organic components in black pigments of rock art from Alero Hornillos 2 (Jujuy, Argentina). *Analytical and Bioanalytical Chemistry* 391, 1381–1387. <https://doi.org/10.1007/s00216-008-2038-4>

Velliky, E.C., Porr, M., Conard, N.J., 2018. Ochre and pigment use at Hohle Fels cave: Results of the first systematic review of ochre and ochre-related artefacts from the Upper Palaeolithic in Germany. *PLoS one* 13. <https://doi.org/10.1371/journal.pone.0209874>

Velliky, E.C., Barbieri, A., Porr, M., Conard, N.J., MacDonald, B.L., 2019. A preliminary study on ochre sources in Southwestern Germany and its potential for ochre provenance during the Upper Paleolithic. *Journal of Archaeological Science: Reports* 27, 101977. <https://doi.org/10.1016/j.jasrep.2019.101977>

Vignaud, C., Salomon, H., Chalmin, E., Geneste, J.-M., Menu, M., 2006. Le groupe des “bisons adossés” de Lascaux. Etude de la technique de l'artiste par analyse des pigments The “back to back bison’s panel” of Lascaux. Access to the artist know-how by pigment analyses. *L'anthropologie* 110, 482–499.

Villa, P., 2004. Taphonomy and stratigraphy in European prehistory. *Before farming* 1, 1–20.

Villa, P., Pollarolo, L., Degano, I., Birolo, L., Pasero, M., Biagioni, C., Douka, K., Vinciguerra, R., Lucejko, J.J., Wadley, L., 2015. A Milk and Ochre Paint Mixture Used 49,000 Years Ago at Sibudu, South Africa. *PLOS ONE* 10, e0131273. <https://doi.org/10.1371/journal.pone.0131273>

Vinciguerra, R., Illiano, A., De Chiaro, A., Carpentieri, A., Lluveras-Tenorio, A., Bonaduce, I., Marino, G., Pucci, P., Amoresano, A., Birolo, L., 2019. Identification of proteinaceous binders in paintings: A targeted proteomic approach for cultural heritage. *Microchemical Journal* 144, 319–328. <https://doi.org/10.1016/j.microc.2018.09.021>

Volante N., 2016. Notizia preliminare sulla cava neolitica di Cinabro sul Poggio di Spaccasasso nel Parco Regionale della Maremma (Alberese - GR), *Notiziario della Soprintendenza per i Beni Archeologici della Toscana*, All'Insegna del Giglio, Firenze (2016), pp. 429-440

W

Wadley, L., 2005. Putting ochre to the test: replication studies of adhesives that may have been used for hafting tools in the Middle Stone Age. *Journal of Human Evolution* 49, 587–601. <https://doi.org/10.1016/j.jhevol.2005.06.007>

Wallis, A.L., Huntley, J., Marsh, M., Watchman, A.L., Ewen, A., Strano, A., 2016. PXRF analysis of a yellow ochre quarry and rock art motifs in the Central Pilbara. *Journal Of The Anthropological Society Of South Australia* 40, 134–155.

Ward, G., 1987. Retouch: An option to conservation?(Announcement of Symposium 0–Retouch). *Rock Art Research* 5, 69.

Ward, I., Watchman, A., Cole, N., Morwood, M. J., 2001, Identification of minerals in pigments from Aboriginal art in the Laura and Kimberley regions, Australia, *Rock Art Research*, 18(1), 15–23.

Ward, G.K., 2011. The role of AIATSIS in research and protection of Australian rock art. *Rock Art Research: The Journal of the Australian Rock Art Research Association (AURA)* 28, 7–16.

Watchman, A., 1993. Perspectives and potentials for absolute dating prehistoric rock paintings. *Antiquity* 67, 58–65. <https://doi.org/10.1017/S0003598X00045051>

Watchman, A., Walsh, G. L., Morwood, M. J., Tuniz, C., 1997, AMS radiocarbon age estimates for early rock paintings in the Kimberley, N.W. Australia: preliminary results, *Rock Art Research*, 14(1), 18–26.

Watchman, A.L., David, B., McNiven, I.J., Flood, J.M., 2000. Micro-archaeology of Engraved and Painted Rock Surface Crusts at Yiwarrlarlay (the Lightning Brothers site), Northern Territory, Australia. *Journal of Archaeological Science* 27, 315–325.

Watchman, A.L., 2022. Dating mud-wasp nests associated with rock art. *Rock Art Research* 39, 114–120.

Watts, I. (2016). Pigments. In A. S. Gilbert (Ed.), *Encyclopaedia of geoarchaeology* (pp. 664–671). New York: Springer.

Weinstein-Evron, M., Ilani, S., 1994. Provenance of ochre in the natufian layers of el-Wad Cave, Monut Carmel, Israel. *Journal of Archaeological Science* 21, 461–467.

Wesley, D., Jones, T., Reepmeyer, C., 2014. Pigment geochemistry as chronological marker: The case of lead pigment in rock art in the Urrmannring “red Lily Lagoon” rock art precinct, western Arnhem Land. *Australian Archaeology* 78, 1–9.

Wilkinson, M.D., Dumontier, M., Aalbersberg, I.J., Appleton, G., Axton, M., et al., 2016. The FAIR Guiding Principles for scientific data management and stewardship. *Sci Data* 3, 160018. <https://doi.org/10.1038/sdata.2016.18>

Wilson, M., Jones, D., McHardy, W., 1981. The weathering of serpentinite by *Lecanora atra*. *The Lichenologist* 13, 167–176.

Wilson, S.A., Dipple, G.M., Power, I.M., Thom, J.M., Anderson, R.G., Raudsepp, M., Gabites, J.E., Southam, G., 2009. Carbon Dioxide Fixation within Mine Wastes of Ultramafic-Hosted Ore Deposits: Examples from the Clinton Creek and Cassiar Chrysotile Deposits, Canada. *Economic Geology* 104, 95–112. <https://doi.org/10.2113/gsecongeo.104.1.95>

White, R., Bosinski, G., Bourrillon, R., Clottes, J., Conkey, M.W., et al. 2020. Still no archaeological evidence that Neanderthals created Iberian cave art. *Journal of Human Evolution* 144, 102640. <https://doi.org/10.1016/j.jhevol.2019.102640>

Wojcieszak, M., 2018. Material processed with 58,000-year-old grindstones from Sibudu (KwaZulu-Natal, South Africa) identified by means of Raman microspectroscopy. *Journal of Raman Spectroscopy* 49, 830–841. <https://doi.org/10.1002/jrs.5354>

Wray, R.A.L., 2013. 6.36 Solutional Weathering and Karstic Landscapes on Quartz Sandstones and Quartzite, in: Shroder, J.F. (Ed.), *Treatise on Geomorphology*. Academic Press, San Diego, pp. 463–483. <https://doi.org/10.1016/B978-0-12-374739-6.00140-8>

Wu, Y.-L., Villa, F., Mugnai, G., Gallinaro, M., Spinapolice, E.E., Zerboni, A., 2020. Geomicrobial Investigations of Colored Outer Coatings from an Ethiopian Rock Art Gallery. *Coatings* 10, 536. <https://doi.org/10.3390/coatings10060536>

Z

Zipkin, A.M., Ambrose, S.H., Hanchar, J.M., Piccoli, P.M., Brooks, A.S., Anthony, E.Y. 2017. Elemental fingerprinting of Kenya Rift Valley ochre deposits for provenance studies of rock art and archaeological pigments. *Quaternary International*, 430, 42–59.

Zipkin, A., Hanchar, J., Brooks, A.S., Grabowski, M., Thompson, J., Gomani-Chindebvu, E., 2015. Ochre fingerprints: Distinguishing among Malawian mineral pigment sources with Homogenized Ochre Chip LA-ICPMS. *Archaeometry* 57, 297–317.

Zoppi, A., Signorini, G.F., Lucarelli, F., Bachechi, L., 2002. Characterisation of painting materials from Eritrea rock art sites with non-destructive spectroscopic techniques. *Journal of Cultural Heritage* 3, 299–308. [https://doi.org/10.1016/S1296-2074\(02\)01234-7](https://doi.org/10.1016/S1296-2074(02)01234-7)

II. Matières organiques naturelles

Arnaud, F., Revel, M., Chapron, E., Desmet, M., Tribouvillard, N., 2005. 7200 years of Rhône river flooding activity in Lake Le Bourget, France: a high-resolution sediment record of NW Alps hydrology. *The Holocene* 15, 420–428. <https://doi.org/10.1191/0959683605hl801rp>

Blyth, A.J., Farrimond, P., Jones, M., 2006. An optimised method for the extraction and analysis of lipid biomarkers from stalagmites. *Organic Geochemistry* 37, 882–890.

Blyth, A.J., Asrat, A., Baker, A., Gulliver, P., Leng, M.J., Genty, D., 2007. A new approach to detecting vegetation and land-use change using high-resolution lipid biomarker records in stalagmites. *Quaternary Research* 68, 314–324.

Blyth, A.J., Baker, A., Collins, M.J., Penkman, K.E., Gilmour, M.A., Moss, J.S., Genty, D., Drysdale, R.N., 2008. Molecular organic matter in speleothems and its potential as an environmental proxy. *Quaternary Science Reviews* 27, 905–921.

Chalmin, E., Perrette, Y., Fanget, B., Susini, J., 2013. Investigation of Organic Matter Entrapped in Synthetic Carbonates—A Multimethod Approach. *Microsc Microanal* 19, 132–144. <https://doi.org/10.1017/S1431927612013773>

Clapp, C., Hayes, M., 1999. Sizes and shapes of humic substances. *Soil Science* 164, 777–789.

Daniel, T., Sharpley, A., Lemunyon, J., 1998. Agricultural phosphorus and eutrophication: A symposium overview. *Journal of environmental quality* 27, 251–257.

Fenter, P., Geissbühler, P., DiMasi, E., Srajer, G., Sorensen, L., Sturchio, N., 2000. Surface speciation of calcite observed in situ by high-resolution X-ray reflectivity. *Geochimica et Cosmochimica Acta* 64, 1221–1228.

Frisia, S., Borsato, A., Susini, J., Somogyi, A., 2005. Climate Forcings And Their Influence On Alpine History As Reconstructed Through The Application Of Synchrotron-Based X-Ray Microfluorescence On Layered Stalagmites. *Archaeometry* 47, 209–219.

Freij, S., Putnis, A., Astilleros, J., 2004. Nanoscale observations of the effect of cobalt on calcite growth and dissolution. *Journal of Crystal Growth* 267, 288–300.

Giguet-Covex, C., Arnaud, F., Poulénard, J., Disnar, J.-R., Delhon, C., Francus, P., David, F., Enters, D., Rey, P.-J., Delannoy, J.-J., 2011. Changes in erosion patterns during the Holocene in a currently treeless subalpine catchment inferred from lake sediment geochemistry (Lake Anterne, 2063 m asl, NW French Alps): The role of climate and human activities. *The Holocene* 21, 651–665.

Giguet-Covex, C., Poulénard, J., Chalmin, E., Arnaud, F., Rivard, C., Jenny, J.-P., Dorioz, J.-M., 2013. XANES spectroscopy as a tool to trace phosphorus transformation during soil genesis and mountain ecosystem development from lake sediments. *Geochimica et Cosmochimica Acta* 118, 129–147. <https://doi.org/10.1016/j.gca.2013.04.017>

Gruzensky, P., Peiser, H., 1967. *Crystal Growth. Suppl. J. Phys. Chem. Solids* 365.

Hoch, A., Reddy, M., Aiken, G., 2000. Calcite crystal growth inhibition by humic substances with emphasis on hydrophobic acids from the Florida Everglades. *Geochimica et Cosmochimica Acta* 64, 61–72.

Jouzel, J., Lorius, C., 1999. Évolution du climat: du passé récent vers le futur. *Comptes Rendus de l'Académie des Sciences-Series IIA-Earth and Planetary Science* 328, 229–239.

Lauritzen, S.-E., Haugen, J.E., Løvlie, R., Gilje-Nielsen, H., 1994. Geochronological potential of isoleucine epimerization in calcite speleothems. *Quaternary Research* 41, 52–58.

Lebron, I., Suarez, D., 1998. Kinetics and mechanisms of precipitation of calcite as affected by PCO_2 and organic ligands at 25 C. *Geochimica et Cosmochimica Acta* 62, 405–416.

Lebron, I., Suarez, D., 1996. Calcite nucleation and precipitation kinetics as affected by dissolved organic matter at 25 C and $\text{pH} > 7.5$. *Geochimica et Cosmochimica Acta* 60, 2765–2776.

Lee, Y.J., Elzinga, E.J., Reeder, R.J., 2005. Cu (II) adsorption at the calcite–water interface in the presence of natural organic matter: kinetic studies and molecular-scale characterization. *Geochimica et Cosmochimica Acta* 69, 49–61.

Lin, Y.-P., Singer, P.C., Aiken, G.R., 2005. Inhibition of calcite precipitation by natural organic material: kinetics, mechanism, and thermodynamics. *Environmental science & technology* 39, 6420–6428.

Mann, M.E., 2001. Large-scale temperature patterns in past centuries: Implications for North American climate change. *Human and Ecological Risk Assessment: An International Journal* 7, 1247–1254.

McGarry, S.F., Baker, A., 2000. Organic acid fluorescence: applications to speleothem palaeoenvironmental reconstruction. *Quaternary Science Reviews* 19, 1087–1101.

Paquette, J., Reeder, R.J., 1995. Relationship between surface structure, growth mechanism, and trace element incorporation in calcite. *Geochimica et cosmochimica acta* 59, 735–749.

Perrette, Y., Delannoy, J.-J., Desmet, M., Lignier, V., Destombes, J.-L., 2005. Speleothem organic matter content imaging. The use of a Fluorescence Index to characterise the maximum emission wavelength. *Chemical Geology* 214, 193–208.

Perrette, Y., Poulénard, J., Saber, A.-I., Fanget, B., Guittonneau, S., Ghaleb, B., Garaudee, S., 2008. Polycyclic Aromatic Hydrocarbons in stalagmites: Occurrence and use for analyzing past environments. *Chemical Geology* 251, 67–76.

Poulénard, J., Arnaud, F., Perrette, Y., Sabatier, P., Deline, P., Giguët-Covex, C., Bajard, M., Mourier, B., Quiers, M., Malet, E., others, 2015. Organic geochemistry of soils and sediments: a key to describe the anthropocene? *Collection EDYTEM* 18, 9–18.

Prietzl, J., Thieme, J., Salomé, M., Knicker, H., 2007. Sulfur K-edge XANES spectroscopy reveals differences in sulfur speciation of bulk soils, humic acid, fulvic acid, and particle size separates. *Soil Biology and Biochemistry* 39, 877–890.

Quiers, M., Perrette, Y., Chalmin, E., Fanget, B., Poulénard, J., 2015. Geochemical mapping of organic carbon in stalagmites using liquid-phase and solid-phase fluorescence. *Chemical Geology* 411, 240–247.

Rousseau, L., Bouloussa, O., De Lumley, H., 1993. Evaluation de l'influence respective des acides humiques et des oxydes ferriques sur la coloration des planchers stalagmitiques. *Comptes rendus de l'Académie des sciences. Série 2, Mécanique, Physique, Chimie, Sciences de l'univers, Sciences de la Terre* 317, 367–370.

Ruiz-Agudo, E., Putnis, C., Rodriguez-Navarro, C., Putnis, A., 2011. Effect of pH on calcite growth at constant $a_{Ca^{2+}}/a_{CO_3^{2-}}$ -ratio and supersaturation. *Geochimica et Cosmochimica Acta* 75, 284–296.

Tai, C.Y., Chang, M.-C., Wu, C.-K., Lin, Y.-C., 2006. Interpretation of calcite growth data using the two-step crystal growth model. *Chemical engineering science* 61, 5346–5354.

Turgeon, S.C., Lundberg, J., 2004. Establishing a speleothem chronology for southwestern Oregon: climatic controls and growth modelling, in: *Studies of Cave Sediments: Physical and Chemical Records of Paleoclimate*. Springer, pp. 273–302.

Van Beynen, P., Ford, D., Schwarcz, H., 2000. Seasonal variability in organic substances in surface and cave waters at Marengo Cave, Indiana. *Hydrological Processes* 14, 1177–1197.

Van Beynen, P., Febroriello, P., 2006. Seasonal isotopic variability of precipitation and cave drip water at Indian Oven Cave, New York. *Hydrological Processes: An International Journal* 20, 1793–1803.

Wasylenki, L.E., Dove, P.M., Wilson, D.S., De Yoreo, J.J., 2005. Nanoscale effects of strontium on calcite growth: An in situ AFM study in the absence of vital effects. *Geochimica et Cosmochimica Acta* 69, 3017–3027.

White, W.B., 2004. Paleoclimate records from speleothems in limestone caves, in: *Studies of Cave Sediments: Physical and Chemical Records of Paleoclimate*. Springer, pp. 135–175.

Xie, S., Yi, Y., Huang, J., Hu, C., Cai, Y., Collins, M., Baker, A., 2003. Lipid distribution in a subtropical southern China stalagmite as a record of soil ecosystem response to paleoclimate change. *Quaternary Research* 60, 340–347.

Bilan des activités

I. Encadrement, projets et animation scientifique

I.1. Encadrement doctoral et scientifique

Co-encadrement de thèses (résumés en annexe)

- **Géraldine Castets** (2013-2017) Bourse SISEO. Co-direction avec J.-J. Delannoy (EDYTEM).
Sujet : *Approche intégrée des matières colorantes issues des fouilles archéologiques du site de Nawarla Gabarnang (Terre d'Arnhem, Australie) : l'apport de la caractérisation physico-chimique*
Thèse soutenue le 01/12/2017
% encadrement : 50%
- **Claire Chanteraud** (2016-2020) Bourse handicap ministérielle. Co-direction avec J.-J. Delannoy (EDYTEM).
Sujet : *Utilisation et provenance des matériaux colorants et colorés de la Grotte aux Points (Ardèche, France)*
Thèse soutenue le 18 septembre 2020
% encadrement : 50%
- **Fatima Danash** (01/10/2019 - 2021) Financement Patrimalp. Co-direction avec D. Ziebelin (LIG, UGA). Rattachée au Laboratoire d'Informatique de Grenoble.
Sujet : *Conceptual Modeling for Cultural Heritage Artefacts, description transformation and creation processes*
% encadrement : 30%
- **Julien Jacquet** (01/10/2020-2023) Financement Patrimalp. Co-direction de J.-J. Delannoy et Claudia Defrasne (EDYTEM)
Sujet : *Paysages et temporalités des sites ornés de montagnes. Apports de l'approche archéo-géomorphologique*
% encadrement : 50%
- **Aurélie Chassin de Kergommeaux** (01/09/2020-2023) Financement ENS. Co-direction avec J.-J. Delannoy, M. Rossi et H. Salomon (EDYTEM)
Sujet : *Trajectoires des roches riches en fer durant le Paléolithique : genèse, sélection et altération*
% encadrement : 30%
- **Coline Théron** (15/09/2022-2025) Financement PRIME80 (MITI, CNRS). Co-direction avec P. Martinetto (I. Néel) et C. Defrasne (EDYTEM)
Sujet : *Des histoires en couleurs. L'apport de l'étude géo-physico-chimique des matières colorantes à la compréhension de l'expression schématique néolithique*
% encadrement : 25%

Encadrement de stages M2

- **Nina Criton** (2022, 5.5 mois, Univ. Reims, Champagne-Ardenne) : Analyse et comparaison des matières colorantes naturelles et archéologiques par spectroscopie de réflectance diffuse : application aux peintures rupestres du Néolithique
- **Marianne Le Turnier** (2021, 5.5 mois, Univ. Bordeaux Montaigne) : Etude des matières colorantes et taphonomie de paroi des sites ornés de montagne. le cas du Trou de la Féclaz (Savoie)

- **Mathilde Waymel** (2021, 6 mois, Ecole nationale des sciences géomatiques (ENSG)) : Cartographie de gisement de matières colorantes utilisées pendant la Préhistoire et configuration de l'application Input de relevés de terrain
- **Aurélié Chassin de Kergommeaux** (2019, 5.5 mois, ENS Lyon) : Apports de la géochimie à la caractérisation et l'étude de peintures préhistoriques. Les peintures rupestres du Rocher du Château (Bessans, Savoie)
- **Claire Chanteraud** (2015, 5 mois et 2016, 3 mois, Univ. Bordeaux Montaigne) : Intercomparaison des matières colorantes et des matières picturales de la Grotte aux Points (Ardèche)
- **Géraldine Castets** (2012, 5 mois, Univ. Bordeaux Montaigne) : Caractérisation des pigments préhistoriques australiens (Terre d'Arnhem)
- **Amandine Dransart-Laborde** (2012, 5 mois, USMB) : Etat de paroi en milieu karstique : mise en place d'une méthodologie d'étude

Encadrement de jeunes chercheurs

- **Laure Dayet**, post-doc dans le cadre du projet ANR Color-Sources, Février 2022- Juil. 2023
- **Guilhem Mauran**, doctorant du Muséum National d'Histoire Naturel sous la direction de M. Lebon et J.-J. Bahain. Formation et échange autour de la Pigmentothèque- 19-24 Oct. 2018
- **Estelle Camizulli**, CDD IR pour la conception base de données pour la Pigmentothèque, du 01/04/2017 au 01/05/2017

I.2. Responsabilités scientifiques

Animation équipes de recherche

- 2020- ... : Responsable de l'équipe MATIERES au sein du laboratoire EDYTEM
- 2018-2025 : Co-responsable du consortium **Patrimalp** (CDP IDEX UGA et prolongation CDTools) : 7 laboratoires partenaires, environ 50 personnes impliquées, dont 4 Doc et 2 post-doc et 1 ITA - Animation scientifique et organisation des copils 1 / 15 jours et rédaction du bilan annuel.
- 2021- ... : Co-responsable du groupe **Archéo** au sein du laboratoire EDYTEM : environ 20 participants (permanents, doc, postdoc et invités) — Animation scientifique 1/mois et rédaction du bilan annuel pour le Ministère de la Culture
- 2015- 2019 : Co-responsable du thème d'ouverture « **Approche intégrée des grottes ornées et des sites d'art rupestre** » au sein du laboratoire EDYTEM

Portage de projets scientifiques

- 2023-2024 : Co-porteur du projet **SEMIOTIC** avec C. Defrasne et B. Schmitt (IPAG, UGA), AAP MITI, Nouvelles frontières de l'archéologie : Connaissance et préservation des matériaux anciens (1 an renouvelable, 22 k€).
- 2022-2025 : Responsable scientifique pour EDYTEM de l'ANR **Colour Sources** porté par M. Lebon (MNHN, Paris)- 200k€
- 2022-2025 : Co-porteur du projet CDTools IDEX ComUE UGA **PATRIMALP**, avec L. Rivière (LUHCIE, UGA), Véronique Adam (Litt&Art, UGA) P. Martinetto (Institut Néel, UGA)(450 k€, 42 mois)
- 2022-2023 : Co-porteur du projet **MIRA** avec J.-J. Delannoy et C. Defrasne, AAP UMSB (15 k€, 24 mois)

- 2016-2023 : Co-Porteur d'un PCR (projet collectif de recherche) avec Hélène Salomon, financé par la DRAC des régions Auvergne-Rhône-Alpes : **PIGMENTOTHEQUE** (10 à 13k€/an)
- 2018-2021 : Co-porteur du projet CDP IDEX ComUE UGA **PATRIMALP**, avec L. Rivière (LUHCIE, UGA) et P. Martinetto (Institut Néel, UGA)(725 k€, 42 mois)
- 2018-2020 : Co-porteur du projet **MASCARA1 et 2** avec J.-J. Delannoy, AAP USMB (12 k€, 24 mois)
- 2019 : Porteur Demande soutien pour l'organisation d'un colloque : « Regards croisés sur les objets du patrimoine, quelle méthodologie ? » 3 et 4 juin 2019 - AAP USMB (1000 €)
- 2015 : Porteur du projet **Stan'Art** « Sources des pigments rouges de la grotte Chauvet et d'un campement aurignacien : espaces, art, sociétés des premiers artistes de la Préhistoire ». AAP USMB (3000€)
- 2015 : Porteur du projet **NONACO** « *Utilisation du nonacosan-ol comme biomarqueur de conifères* », AAP USMB
- 2013 : Porteur du projet **Naiade** « Nouveaux outils d'analyse et d'intégration des informations sur l'art rupestre. Application aux patrimoines aborigènes Jawoyn (Terre D'Arnhem, Australie), PEPS Interdisciplinaires, CNRS-PRES Grenoble
- 2013 - 2020 : Porteur et co-porteur de projets AAP USMB pour de l'achat d'équipement et de fonctionnement au titre de la **plateforme ASTRE** (entre 12 et 30k€ / an)
- 2016-2020 : Demandes de temps d'accès aux grands instruments scientifiques : expériences synchrotron à l'ESRF (European Synchrotron Radiation Facility) et sur accélérateur AGLAE (Accélérateur Grand Louvre)

Participation aux projets scientifiques

- 2023-2025 : Projet collectif de recherche « **Graphein** : de la syntaxe à la nature de l'art pariétal schématique holocène », porté par Claudia Defrasne et en attente de financement par la DRAC des régions AURA, PACA et Occitanie
- 2022-2025 : Projet **Cosmo-Art** porté par M. Duval (EDYTEM) financé par l'ANR
- 2022-2023 : Projet **HYPIE** porté par Bernard Schmitt (IPAG), AAP LabEx OSUG Standard-Phare-Stratégique (150k€ pour l'acquisition d'une caméra hyper-spectrale)
- 2019-2020 : Projet **TRANSFERT** porté par H. Salomon, AAP USMB (7 k€, 12 mois)
- 2019-2020 : Projet **TRACOLOR** porté par H. Salomon, IRS, IDEX UGA (10 k€, 24 mois)
- 2021-2022 : Projet **COPRA** porté par C. Defrasne financé par l'IRS IDEX UGA
- 2019-2022 : Projet **Chuchuguayha** : Homme et Nature en Similikameen, Colombie Britannique- Canada porté par Anita Quiles (Ministère de l'Europe et des Affaires étrangères)
- 2018-2020 : Projet d'opération archéologique programmé « *Le Trou de la Féclaz* », porté par C. Defrasne et financé par la DRAC AURA
- 2014-2019 : PCR *Datation Grottes ornées*, porté par J. Monney, financé par la DRAC AURA
- 2015-2019 : Projet d'opération archéologique programmé « *Le Rocher du Château* », porté par C. Defrasne et financé par la DRAC AURA
- 2015-2016 : Projet d'opération archéologique programmé « *Les dessins noirs et rouges de la grotte de Combarelles I, Les Eyzies-de-Tayac, Dordogne* », porté par E. Man-Estier, financé par la DRAC Aquitaine
- 2016 : Projet **ARMONT**, « *Etude de l'art rupestre en milieu de montagne* », porté par J.-J. Delannoy, AAP USMB

- 2015 : PCR **FRECHALP** « *La haute vallée de Fressinières : empreinte humaine et changements des paysages d'un espace alpin depuis 10 000 ans (Hautes-Alpes, Parc national des Ecrins)* », porté par Florence Mocci, financé par la DRAC AURA
- 2015 : Projet **TOMFLUX**, « *Couplage Tomographie de diffraction/diffusionX avec la spectroscopie de microfluorescence X. Caractérisation complète de matériaux hétérogènes au laboratoire* » porté par Olivier Reynaud, DEFI Instrumentation aux limites
- 2015 : Projet **MB-RED**, « *Mont Blanc Rock Exposure Dating* » porté par Philip Deline, AGIR POLE PAGE, COMUE UGA
- 2011-2014 : Participation au projet Connecting country, porté par Bruno David, Université Monash, Australie, financé par un ARC (Australian research council)

I.3. Missions

Accès aux grands instruments

- Divers temps de faisceau sur ID21, BM5 et BM2, ID22 de l'ESRF (de 3 à 5 jours en 2007, 2008, 2011, 2014, 2015, 2018, 2022)
- Projet STRONG piloté par E. Chalmin. Accord de 2 jours de temps d'acquisition sur l'accélérateur de particules AGLAE (C2RMF) - février 2015
- Projet RedBelgian piloté par Eric Goemaere (IRScNB, Belgique). Accord de 5 jours de temps d'acquisition sur l'accélérateur de particules AGLAE (C2RMF) - février 2019
- Projet Pigmentothèque piloté par E. Chalmin. Accord de plusieurs jours de temps d'acquisition sur l'accélérateur de particules AGLAE (C2RMF) – 3 jours en Juillet 2018 - 4 jours en avril 2019

Terrain - sites ornés

- Site orné Otello (St Rémy de Provence) - de 2 à 4 jours en juin et novembre 2021 et octobre 2022
- Site orné de Chuchuwayha (Hedley, Colombie britannique, Canada) - 10 jours - octobre 2021 et mai 2022
- Site orné des Oullas (Haute Ubaye) - 4 jours - juillet 2021 et septembre 2022
- Grotte aux Points (Aiguèze, Ardèche) – 4 à 10 jours par an de 2016 à 2019
- Rocher du Château (Bessans, Savoie) - 4 à 8 jours par an entre 2016 et 2019
- Trou de la Féclaz (St Jean d'Arvey, Savoie) - 2 à 6 jours par an entre 2017 et Juin 2020
- Les Combarelles (Les Eyzies, Dordogne) - 3 jours Novembre 2015
- Faravelle (Fressinière, Massif des Ecrins) - 2 jours juillet 2015
- Les Terres d'Arnhem (Australie) 25 mai - 7 Juin 2015
- Prospection pour la Pigmentothèque (région Auvergne Rhône-Alpes) — 1 semaine/ an depuis 2015

I.4. Participation à l'évaluation de la recherche

Expertises

- Expert du Collège d'experts du DIM Matériaux anciens et patrimoniaux (<https://www.dim-map.fr/le-dim/gouvernance/>) depuis 2020
- Evaluation d'articles dans les revues internationales à comité de lecture : *Karstologia*, *Geochimica Cosmochimica Acta*, *Archeometry*, *Journal of Archaeological Science*, *Journal of Archaeological Science: reports*, *Paléo*, *Archaeological and Anthropological Science*, *Journal of Archaeological Science report*, *Oxford*

Handbook, Geoarchaeology, Anthropologica et Praehistorica, Géomorphologie, Heritage Journal, Journal of Analytical Atomic Spectrometry, ArcheoSciences

- Évaluatrice pour le comité scientifique du colloque international AIC2020 : Couleurs naturelles, couleurs numériques (Avignon, 6-10 oct 2020)
- 2014-2020 : Évaluation et sélection des projets scientifiques dans le cadre des appels à projets IDEX IRS en tant que membre de la commission des moyens du conseil de pôle PAGE de la ComUE UGA
- Expertises pour projets **régionaux** (CR Aquitaine, DIM « Matériaux anciens et patrimoniaux »), et **européens** (University of Innsbruck, Czech science foundation, F. Braudel-IFER Bourse Labex Michem, Leakey Foundation)
- Expertises pour le prix de deux thèses de jeunes docteurs du GMPCA (Groupe des méthodes pluridisciplinaires contribuant à l'archéologie)
- Jury de recrutement de Maître de Conférence au Muséum National d'Histoire Naturelle, 2015

Activités éditoriales

- Participation au comité de rédaction de la revue Préhistoires méditerranéennes (APPAM ed., <https://journals.openedition.org/pm/>) depuis avril 2021

I.5. Participation aux jurys et comités de pilotage de thèse

- Examinatrice au jury de thèse de Guilhem Mauran, novembre 2019, MNHN
- Examinatrice au jury de thèse de Marine Gay en septembre 2015, UPMF
- Comité de pilotage de thèse de Xavi Gallach, Univ Savoie-Mont-Blanc, directeurs de thèse J. Carcaillet, L. Ravanel et P. Deline (printemps 2017 et 2018)
- Comité de pilotage de thèse de Pierre-Olivier Autran, UGA, directeurs de thèse Pauline Martinetto et Catherine Dejoie (8 Novembre 2018 et Novembre 2019)
- Comité de pilotage de thèse de Charlotte Saint-Raymond, UMSB, directeurs Hélène Salomon et Micheline Draye (30 juin 2020 et décembre 2021)
- Comité de pilotage de thèse d'Alexander Pakhunov, co-dirigé par Francesco d'Erico (PACEA, Université Bordeaux) et Vyacheslav Molodin (Novosibirsk State University)(septembre 2020)

I.6. Participation à un réseau de recherche (depuis 2009)

- 2023-... : Membre du CS&T New Aglae coordonné par I. Vickridge
- 2021-... : Membre du comité de pilotage du réseau CAI-RN archéométrie (Compétences Archéométriques Interdisciplinaires – Réseau National), réseau de métiers de la MITI-CNRS (<https://archeometrie.prod.lamp.cnrs.fr>)
- 2016-... : Membre du groupe de travail GT1 : « Base de données et de référentiels » du réseau des métiers CAI-RN du CNRS. <https://archeometrie.prod.lamp.cnrs.fr/jt-atelier/gt1-bases-de-donnees-et-referentiels/>
- 2013-2015 : Membre du CA de l'association FROG (Association des Chercheurs Francophone en Géochimie Organique)

I.7. Diffusion et vulgarisation de la recherche (depuis 2009)

- Salomon H. et Chalmin E. : Les humanités anciennes en couleur, Amphi pour tous 2019 Université Savoie Mont-Blanc (05/02/19 – Chambéry, 07/02/19 – Annecy, 15/02/19 – Thonon et 28/03/19 – Alberville)
- C. Defrasne, E. Chalmin et O. Veissière : Peintures pariétales préhistoriques du Trou de la Féclaz. Le 4 octobre 2019 à St Jean d'Arvey + visite du site le 5 octobre 2019
- Brèves « Édification d'une "Pigmentoθήque" : vers le référencement des matières riches en oxydes de fer exploitées durant la Préhistoire en Ardèche et dans le Gard » publié dans Géochronique n°143, p. 3, septembre 2017
- Intervention au collège Georges Sand, La Motte Servolex, 26 février 2018 : Les midis des métiers », la place femmes dans la recherche
- 2 Participations à la « Fête de la science » (2014 : « Le cristal se dévoile » et 2011 : « Les MO quèsaco ? »)
- Conférence grand public « Les peintures pariétales du Rocher du Château (Bessans, Savoie) - Opérations archéologiques 2015 - 2018 », par Claudia Defrasne et Emilie Chalmin, Bessans, 23 juillet 2018
- Conférence « Ce que nous racontent les parois » lors de l'exposition « Les cavernes sortent de l'ombre » à la bibliothèque universitaire du Bourget-du-Lac, Janvier 2016
- Conférence « La Cristallographie dans les matériaux naturels » au forum des métiers 2014 à Chambéry
- Chalmin E. et Delannoy J.-J. « Chimie et préhistoire : la grotte de Lascaux » Amphi pour tous 2011 Université de Savoie, Albertville 1er, Chambéry 6, Cran-Gevrier 8, Thonon-les-Bains 14 décembre 2011

I.8. Organisation de manifestations scientifiques (depuis 2009)

Colloques et écoles thématiques

- Responsable scientifique de l'organisation du **XXIII^e colloque d'archéométrie du GMPCA** (Groupe des Méthodes Pluridisciplinaires Contribuants à l'Archéologie) pour avril 2021 - **170 participants**
- Regards croisés sur les objets du patrimoine, quelle méthodologie ? pour la Global Science Week - 4 et 5 juin 2019 - World Trade Center - Grenoble. Workshop organisé par PATRIMALP. Programme accessible : <https://edu.univ-grenoble-alpes.fr/recherche/global-challenges-science-week-international-interdisciplinary-days-of-grenoble-alpes-770319.htm> . Environ **80 participants**
- Membre du comité d'organisation et du comité scientifique des 12^e journées d'étude du sol (AFES, <http://jes2014.univ-savoie.fr/>) et responsable de l'organisation de la 2^e réunion des géochimistes organiciens (FROG, <http://geochimie.fr/>) qui a eu lieu sur le site du Bourget-du-Lac début Juillet 2014.
- Membre du comité scientifique de l'école thématique CNRS « ARFEMA » autour des minéraux à base d'oxyde de fer et de manganèse. Réseau CAI-RN (Compétences Archéométriques Interdisciplinaires, Réseau National soutenu par la MRCT du CNRS). Oléron, Juin 2013

Animation scientifique

- Journée Pigmentoθήque - 1 à 2 journées/ an depuis 2018- organisée(s) à EDYTEM, entre **12 et 25 participants /an**

- Journée d'étude -Patrimalp - 23/02/2023 - MSH Grenoble. Programme accessible : <https://patrimalp.univ-grenoble-alpes.fr/toutes-les-actualites-patrimalp/journee-etudes-884181.kjsp> - **40 participants**
- Journée de clôture du projet Patrimalp - 1er/12/2021 - MSH Grenoble. Programme accessible : <https://patrimalp.univ-grenoble-alpes.fr/toutes-les-actualites-patrimalp/journee-de-cloture--870261.kjsp> - **60 participants**
- Journée scientifique Patrimalp - 27 juin 2019 - ASRH Grenoble : présentation des étudiants de master et synthèse des avancées des travaux récents menés au sein de Patrimalp. - **20 Participants**
- 1ère journée des jeunes chercheurs Patrimalp - 29 novembre 2019 - Maison de la Création et de l'Innovation Grenoble - **25 Participants**
- Journée de lancement du projet Patrimalp - 5 mars 2018 - MSH- Grenoble - Présentation du projet à tous les membres participants avec explication des objectifs par WP et présentation de la gouvernance et des règles de fonctionnement - <https://patrimalp.univ-grenoble-alpes.fr/patrimalp/toutes-les-actualites-patrimalp/reunion-de-lancement-du-projet-patrimalp-764829.htm?RH=2206481978085022> - **50 participants**
- Séminaire scientifique Patrimalp - 11 juin 2018 - ARSH Grenoble - Rencontre de tous les membres du projet Patrimalp, présentation des activités de recherche de chaque équipe/laboratoire impliqué - <https://patrimalp.univ-grenoble-alpes.fr/patrimalp/toutes-les-actualites-patrimalp/seminaire-scientifique-764826.htm?RH=2206481978085022> - **30 participants**

II. Bilan des activités administratives

II.1. Présentation synthétique des responsabilités

Moins de 2 ans après ma prise de fonction au sein du laboratoire EDYTEM, je me suis investie dans l'animation et la responsabilité d'une des équipes du laboratoire (Archives environnementales), et j'ai ainsi pu participer à la rédaction des bilans pour les évaluations HCERES. Avec les 2 renouvellements de la direction du laboratoire en 2015 et 2021, j'ai pu intégrer les discussions de mise en place des nouvelles structurations et direction scientifique pour les projets du laboratoire. Actuellement, je suis responsable de l'équipe Matières dans laquelle j'ai pour mission de transmettre les informations de la direction, d'animer scientifiquement, et de coordonner les réponses aux différents appels à projet. A ce titre, je siège au conseil d'unité du laboratoire.

Au sein de l'université, j'ai très rapidement été investie dans la responsabilité de la plateforme ASTRE qui regroupe 3 plateformes analytiques partagées entre les différents laboratoires du campus du Bourget-du-Lac. La mission était de pouvoir permettre l'accessibilité et la visibilité de ces plateformes au sein de l'université, mais également de maintenir, renouveler et investir dans de nouveaux dispositifs expérimentaux. Je me suis également fortement impliquée pour le microscope électronique à balayage de la plateforme, dans la formation des nouveaux arrivants et dans l'encadrement scientifique de personnes extérieures. Chaque année, il a été nécessaire de faire des demandes budgétaires pour la gestion de cette plateforme. Cette forte implication dans la mutualisation a été accompagnée par ma participation au montage de 2 CPER pour l'investissement de dispositifs expérimentaux (CEMBRO et CEMBRO2). Suite au départ à la retraite de Fayçal Soufi, litholamelleur, il a fallu également s'investir pour financer un contrat de 18 mois (ANR Color-Sources) en attendant l'ouverture d'un poste à l'université.

A l'échelle de l'université intégrée avec l'UGA, j'ai pu intégrer dès sa création le pôle scientifique PAGE (Physique des particules, astrophysique, géosciences, environnement et écologie) de l'UGA en tant que membre élue. J'ai également participé à la commission des moyens de ce même pôle pour l'évaluation des dossiers déposés lors des différents AAP.

II.2. Responsabilités administratives

- 2020- ... : Responsable de l'équipe MATIERES au sein du laboratoire EDYTEM : 2 PR, 7 MCF, 2 ITA, 8 DOC, 2 Post-Doc- Animation des réunions scientifiques toutes les 6 semaines, transfert des informations générales du laboratoire, remontée des projets à la direction, participation au conseil de laboratoire
- 2020-... : Co-responsable de la commission de suivi des doctorants avec Magali Rossi - EDYTEM - Gestion des entretiens annuels de tous les doctorants du laboratoire, participation à une vingtaine d'entretien / an (30 min/entretien), bilan en conseil des laboratoires, gestion des conflits
- 2012- ... : Co-responsable de la plateforme ASTRE de l'Université Savoie-Mont Blanc avec Christophe Hourdé (<http://www.scem.univ-smb.fr/labex-plateformes/plateforme-astre.html>) regroupant une unité d'analyse moléculaire, une unité de litholamellage et une unité de caractérisation des matériaux. Montage des demandes budgétaires pour les appels à projets de l'USMB, gestion des entretiens annuels du personnel ITA, maintenance des dispositifs expérimentaux (MEB et DRX).

- 2011-2014 : Responsable de l'équipe Archives Environnementales du laboratoire EDYTEM : environ 20 personnes impliquées - Animation des réunions scientifiques toutes les 6 semaines, transfert des informations générales du laboratoire, remontée des projets à la direction, participation au conseil de laboratoire

II.3. Responsabilités et mandats locaux ou régionaux

2015-2020 : Elue pour le collège B au conseil du pôle recherche PAGE de la COMUE Université Grenoble Alpes et à la commission des moyens de ce même conseil

III. Bilan des activités d'enseignement

III.1. Présentation synthétique de l'activité d'enseignement

Mes enseignements sont organisés au sein du département de Chimie de l'UFR ScEM (Science et Montagne). Entre 2009 et 2014, l'attribution de ma chaire d'excellence m'a permis de réaliser 1/3 de service soit 64H d'équivalent TD, dont la répartition a évolué au cours des semestres. J'ai bénéficié d'un semestre de congé pour recherche ou conversion thématique (CRCT), en 2018.

Les tableaux 1 et 2 rassemblent les intitulés et les volumes horaires des enseignements réalisés entre 2009-2014 et 2014-2022. Le tableau 3 présente de façon exhaustive mes services d'enseignements entre 2019 et 2022.

Dès mon arrivée à l'USMB, j'ai pu mettre en place des enseignements principalement en lien avec la chimie de l'environnement en préparant deux nouveaux cours en licence 1 et licence 3. J'ai pu également continuer à assurer des enseignements en lien avec ma spécificité en chimie analytique développée depuis ma thèse. Je me suis davantage investie dans les enseignements pratiques (Figure 3). Ayant une très bonne expérience des méthodes analytiques et en particulier de la mise en place de protocoles depuis ma thèse, j'ai pu naturellement monter de nouveaux travaux pratiques en chimie de l'environnement, et en particulier pour la caractérisation des sols au niveau licence Physique-chimie.

Mon investissement dans l'enseignement a concerné principalement la préparation de cours magistraux en chimie de l'environnement déclinés pour différents niveaux de licence et pour la réadaptation de ces cours en fonction des modifications de maquette.

J'ai toujours eu à cœur de participer aux enseignements des matières fondamentales (atomistique, thermochimie en chimie), aussi bien pour les L1 STS-PC et Chimie que pour les L1 STS-SVT principalement sous forme de travaux dirigés et travaux pratiques. Je participe également à l'équipe pédagogique autour de la structure de la matière et l'atomistique pour les L1 afin d'ajuster chaque année le contenu des TD et TP ainsi que la mise en place des évaluations par compétence.

Depuis la rentrée de 2021, le changement de direction du département de chimie, ainsi que la construction de nouvelles maquettes en licences (L1-L3 Physique-Chimie et L2-L3 Environnement) et pour les nouveaux masters (Chimie verte et eco-innovation; Gestion de l'environnement, parcours chimie environnementale et gestion des pollutions) ont été favorables pour monter de nouveaux enseignements toujours en lien avec la chimie de l'environnement (en tant que responsable EC pour les CM, TD et TP).

Un nouveau cours de Chimie organique pour comprendre la chimie de l'environnement a été entièrement conçu pour les L2 Environnement pour la rentrée 2021 réparti en 9h CM, 6hTD et 12hTP. En s'appuyant sur les bases de la chimie organique acquises en 1ère année, l'objectif de ce cours est de comprendre la réactivité des molécules organiques et leur devenir dans les différents compartiments (eau, air et sols). En comprenant leur fonctionnalité et leur origine, il est alors possible de prévoir leur mobilité et leur capacité à s'accumuler ou à circuler.

La création de nouveaux TP pour la chimie de l'environnement ainsi que pour la chimie organique appliquée à l'environnement (L2-ST) fait partie des actions importantes de ces quatre dernières années.

Les thématiques des masters Chimie et environnement (parcours SOURCE -Synthèse, Outils, Réactivité en Chimie pour l'Environnement- ou parcours DRIME -Diagnostic du Risque et Management Environnemental- jusqu'en 2020) et Master Chimie verte et Eco-innovation (depuis 2021) étant assez éloignées de mes activités de recherche, j'ai pu proposer des enseignements plus méthodologiques et m'investir dans l'encadrement de stage. J'interviens principalement pour les enseignements en chimie analytique, en particulier pour les méthodes chromatographiques (M1-Chimie Verte et Eco-innovation). Depuis la rentrée 2021, je propose également un nouveau cours de métrologie et chimie environnement pour le parcours DCOR (Diagnostic de la contamination et restauration des écosystèmes) du master SEAM (Sciences de l'Environnement Appliquées à la Montagne). L'objectif de ce module est de fournir les compétences en chimie analytique et en métrologie nécessaire à la réalisation d'étude de la contamination des milieux et de monitorings environnementaux. Les enseignements s'appuient sur une approche combinant cours magistraux (12h) et travaux pratiques (24h) afin d'amener les étudiants à exploiter rapidement et mettre en pratique les notions théoriques vues en cours.

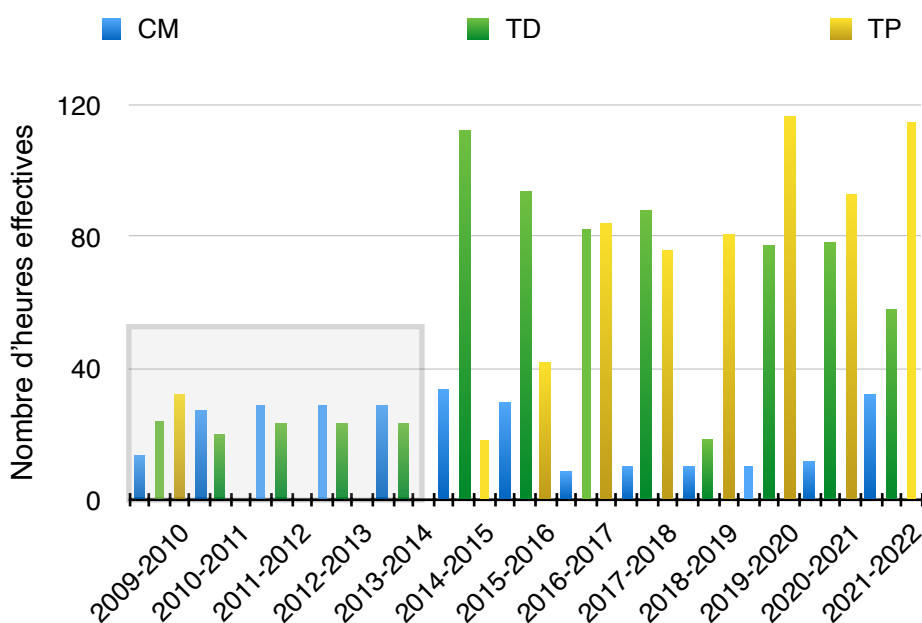


Figure 3 : Evolution des répartitions des heures effectives entre les CM, TD et TP de 2009 à 2022, avec la période de 2009 à 2014 correspondant à la décharge d'enseignement due à la Chaire CNRS et l'année 2018-2019 correspondant au CRCT

Les pratiques de l'enseignement ayant largement évoluées ces 3 dernières années, principalement en lien avec la crise sanitaire, mais également pour s'adapter aux besoins des étudiants, j'ai ainsi pu proposer des enseignements en format hybride et de nouveaux contenus pour rendre les étudiants plus autonomes dans leur apprentissage (proposition de vidéos en ligne, étude de documents, utilisation des fonctionnalités de la plateforme Moodle).

Tout au long de ma carrière, j'ai favorisé un encadrement individuel des étudiants que ce soit en tant que tutrice de stage (L3 pro, M1 et M2), en proposant des sujets de projets tutorés (de la terminale jusqu'en L3) ou en faisant des suivis personnalisés des étudiants en première année (enseignant référent). J'accueille régulièrement des stagiaires de 3e pour les initier aux métiers de la recherche.

J'ai également régulièrement participé à l'accueil des lycéens lors des journées des lycéens organisées par l'université, ainsi qu'à plusieurs salons comme le forum des métiers destinés aux collégiens.

	2009-2010		2010-2011		2011-2012		2012-2013		2013-2014	
Chimie de l'eau et de l'air (M1)	TD 18	TP 32	-		-		-		-	
Chimie de l'environnement (L3)	CM 13,5	TD 6	CM 13,5	TD 6	CM 15	TD 6	CM 15	TD 9	CM 15	TD 9
Chimie de l'environnement (L1)	-		CM 14	TD 14	CM 14	TD 14	CM 14	TD 14	CM 14	TD 14
Encadrement de stage	-		1 DUT 1 M1		2 M2		1 DUT 1 M1		1 M1	

Tableau 1 : Récapitulatif des enseignements dispensés de 2009 à 2014

	2014-2015	2015-2016	2016-2017	2017-2018	2018-2019	2019-2020	2020-2021	2021-2022	
		Méthode de séparation (M1)							
	Pédologie (M1 ou L3pro)								
			Chimie des métaux (M1)						
								Metrologie (M1)	
								Chimie organique (L2)	
	Qualité et gestion de l'eau (PEIP 4)								
	Chimie de l'environnement (L3)								
	Introduction à la Chimie de l'environnement (L1)								
			Chimie de l'environnement L2)						
		Cinétique (L2)		Cinétique (L2)					
	Techniques de séparation (L2)								
	Atomes et Molécules (L1)					A&M (L1)			
	Thermochimie (L1)								

	Encadrement de stage + projets																							
H effective	CM	TD	TP	CM	TD	TP	CM	TD	TP	CM	TD	TP	CM	TD	TP	CM	TD	TP	CM	TD	TP	CM	TD	TP
TOTAL	34	112	18	29,5	94	42	9	82,5	84	10,5	88	76	10,5	18,5	81	10,5	77,5	116,5	12	78,25	93	32,5	57,75	115

Tableau 2 : Récapitulatif des enseignements dispensés de 2014 à 2022

Année	Niveau	Diplôme	Intitulé	Type de formation	Nature	Effectifs	Volume horaire annuel
2018-2019							
			Congé pour Recherche				96
	L1	STS-SVT	Thermochimie	Initial	TD	40	14
	L2 /L3	STS-Chimie / SVT	Chimie de l'Environnement	Initial	CM-TD-TP	60	52,5
	L2	STS-PC-Ch	Analyse et Séparation	Initial	TP	20	4
	L2	STS-PC-Ch	Cinétique Chimique	Initial	TP	20	3
	L3	STS-Chimie	Projet en Chimie	Initial	Projet -TP	10	8
	L3	TEDS	Pédologie	Pro	TP	20	8
	L3	STS-Chimie / SVT	Projet Initiation à La Recherche	Initial	Encadrement de travaux	1	1,5
	M1	STS-Chimie	Chimie Inorganique et Synthèse des matériaux inorganiques	Initial	TP	6	16
		Resp. & Act. Pédagogiques	Responsabilité plateforme ASTRE				6
	L3	TEDS	Encadrement de Stage	Pro	Encadrement de Stage	1	3,5
					Total effectif		212,5
2019-2020							
	L1	STS-MPC	Atomes et Molécules	Initial	TD	2 x 40	27
	L1	STS-MPC	Atomes et Molécules	Initial	TP	2 x 20	24
	L1	STS-SVT	Thermochimie	Initial	TD	2 x 40	28
	L2 /L3	STS-Chimie / SVT	Chimie de l'Environnement	Initial/ distanciel TD-CM	CM-TD-TP	40	37,5
	L2	STS-PC-Ch	Analyse et Séparation	Initial	TP	20	8
	L2	STS-PC-Ch	Cinétique Chimique	Initial	TP	20	3
	L3	STS-Chimie	Projet en Chimie	Initial / distanciel	Projet -TP	5	2,75
	L3	TEDS	Pédologie	Pro	TP	20	8
	M1	STS-Chimie	Techniques de Séparation, Chromatographie	Initial	TD-TP	12	26,5

Étude intégrée de l'art pariétal - Bilan des activités

M1	STS-Chimie	Chimie Inorganique et Synthèse des matériaux inorganiques	Initial	TP	10	16
M1	STS-Chimie	Transport et Réactivité dans l'air et l'eau	Initial	TP	10	24
L3	STS-Chimie / SVT	Projet Initiation à La Recherche	Initial	Encadrement de travaux	1	1,5
Resp. & Act. Pédagogiques		Responsabilité plateforme ASTRE				6
					Total effectif	212,25

2020-2021

L1	STS-MPC	Atomes et Molécules	Initial/hybride	TD	2 x 40	27
L1	STS-MPC	Atomes et Molécules	Initial	TP	2 x 20	19,5
L1	STS-SVT	Thermochimie	Initial	TD	2 x 40	28
L2 /L3	STS-Chimie / SVT	Chimie de l'Environnement	Initial/hybride	CM-TD-TP	40	37,5
L2	STS-PC-Ch	Analyse et Séparation	Initial	TP	20	12
L2	STS-PC-Ch	Cinétique Chimique	Initial	TP	20	3
L3	STS-Chimie	Projet en Chimie	Initial	Projet -TP	10	5,25
L3	TEDS	Pédologie	Pro	TP	20	8
M1	STS-Chimie	Techniques de Séparation, Chromatographie	Initial	TD-TP	12	26,5
M1	STS-Chimie	Chimie Inorganique et Synthèse des matériaux inorganiques	Initial	TP	10	16
Resp. & Act. Pédagogiques		Enseignant Référent		Entretien individuel	5	5
L3	TEDS	Encadrement de Stage	Pro	Encadrement de Stage	1	3
L3	STS-Chimie / SVT	Projet Initiation à La Recherche		Encadrement de travaux	2	2,5
Resp. & Act. Pédagogiques		Responsabilité plateforme ASTRE				6
					Total effectif	199,25

2021-2022

L1	STS-MPC	Atomes et Molécules	Initial/hybride	TD	2 x 40	27
L1	STS-MPC	Atomes et Molécules	Initial	TP	2 x 20	27
L2 /L3	STS-Chimie / SVT	Chimie de l'Environnement	Initial/hybride	CM-TD-TP	40	42
L2	STS-ST	Chimie organique 2	Initial/hybride	CM-TD-TP	20	27
L2	STS-PC-Ch	Analyse et Séparation	Initial	TP	20	8
L3	TEDS	Polluants sols et diagnostic de dépollution	Pro	TP	20	16

L2	STS-ST	Chimie analytique 2	Initial	TP	20	8
M1	STS-Chimie Verte	Analyses Chromatographiques et systèmes couplés	Initial	CM-TD-TP	20	22
M1	STS-Gest Engt	Métrologie et chimie environnementale	Initial	CM-TD-TP	10	22
L3	STS-Chimie / SVT	Projet Initiation à La Recherche		Encadrement de travaux	4	3,75
Total effectif						202,75

Tableau 3 : Détail des enseignements dispensés durant les 4 dernières années

Interventions extérieures

2012 : 4h de cours pendant l'école thématique CNRS « ARFEMA » autour des minéraux à base d'oxyde de fer et de manganèse. Réseau CAI-RN (Compétences Archéométriques Interdisciplinaires, Réseau National soutenu par la MRCT du CNRS). Oléron, Juin 2013

2018 : 2H de séminaire pour les masters Métiers des musées, des monuments historiques et des sites (20 mars, UGA)

2020 : 2H de séminaire pour les masters Métiers des musées, des monuments historiques et des sites (24 mars, UGA)

L'encadrement d'étudiants est une action importante dans mon investissement pédagogique. L'objectif est de transmettre les éléments conceptuels aussi bien que les compétences du terrain et les méthodes d'analyse. Je m'appuie sur l'approche expérimentale du domaine scientifique qu'est l'archéométrie. Ce transfert de connaissances se fait principalement dans le cadre de stages de master 1 ou 2 d'étudiants issus d'autres universités, mais également dans le cadre de projets tutorés en L3 Physique-Chimie, ou encore lors d'encadrement de plusieurs stages d'étudiants en DUT Mesures Physiques de Grenoble.

Encadrement de 2 stages M1, 3 stages en DUT mesures physiques, 3 stages en master MEEF, plusieurs projets d'étude en L3 Sciences de la Terre

III.2. Projet d'une formation autour des Sciences du Patrimoine

Pour les années à venir, je vais continuer à m'engager dans les enseignements déjà mis en place et à proposer de nouvelles pratiques afin de permettre aux étudiants d'étudier de façon stimulante et autonome. Je souhaite également m'investir plus spécifiquement dans la formation « par et pour les sciences du patrimoine » et pouvoir ainsi mettre en place d'une part une formation d'ouverture à destination des doctorants de toute discipline et parcours d'étude dans le cadre de leur école doctorale et d'autre part, de construire des formations en réseau pour des étudiants plus spécialisés.

III.2.1. Module pour l'école doctorale

L'existence du consortium Patrimalp est une opportunité pour construire un module d'une quinzaine d'heures avec des intervenants de différentes disciplines permettant de proposer leur point de vue sur la pratique des sciences du Patrimoine. Il s'agit d'introduire les notions de ce qui fait patrimoine pour ensuite proposer des regards croisés sur des œuvres communes ou objets frontières. Pourront alors être mobilisées la préhistoire et l'histoire de l'art pour décrire les contextes de production de ces objets. Ensuite, la géomorphologie et plus largement les sciences de l'environnement permettront de décrire l'environnement dans lequel évoluent ces objets « anthropisés ». La matérialité de l'œuvre sera détaillée par l'apport des sciences des matériaux. Enfin, les questions de conservation, restauration et valorisation pourront être abordées au travers de différents contextes et disciplines.

III.2.2. Formation en réseau

Comme déjà pratiqué pour d'autres disciplines entre différentes universités, il s'agit ici de proposer des parcours spécialisés pour des étudiants de formation initiale variée. Ainsi, à partir des partenaires identifiés tels que Bordeaux, Marseille, Paris Saclay, etc. il s'agira de construire une mise en réseau pour proposer aux étudiants d'accéder à des modules spécialisés à la carte en fonction de leur discipline de départ, tout en s'immergeant dans l'interdisciplinarité. Pouvoir proposer des séjours en immersion dans des structures pratiquant les Sciences du Patrimoine serait une opportunité pour les étudiants entre la fin de leur master et le début d'une thèse, afin de permettre à un projet de mûrir et de s'approprier plusieurs méthodologies avant de les entreprendre.

IV. Liste des productions scientifiques

Compilation de la production scientifique

- **33 publications à comité de lecture** dont 27 en revues internationales
- 10 publications dans des revues sans comité de lecture
- **7 chapitres d'ouvrages internationaux**
- **22 Rapports de fouille** dont 6 en tant que co-responsable d'opération
- **4 publications dans des actes de congrès** à comité de lecture depuis 2019
- 39 communications orales depuis 2010 dont 7 en tant qu'invitée
- 22 posters depuis 2010

IV.1. Thèse

Chalmin, E. 2003. 'Caractérisation des oxydes de manganèse et usage des pigments noirs au Paléolithique supérieur', (Université de Marne-la-Vallée). <http://www.theses.fr/2003MARN0177>

IV.2. Liste des articles avec comité de lecture

- Reiche I., Vignaud C., Chalmin E., Menu M., Geneste J.M., accepté. The ornamentation steps of the Bull Rotunda of the Lascaux cave give new insights into the temporality of the living. *Archaeometry*
- Jacquet, J., Delannoy, J.-J., Alison, M., Berthet, J., Rowley, S., Gould, B., Harris, M., Clyburn, A., Geneste, J.-M., Quiles, A. 'Contexte géomorphologique du site archéologique de Chuchuwayha (Colombie Britannique, Canada). Apports de l'analyse sédimentologique', *Géomorphologie : Relief, Processus, Environnement* ; Vol 29, n°1 (2023)
- Defrasne, C., Massé, M., Giraud, M., Schmitt, B., Fligiel, D., Mouélic, S.L., Chalmin, E., 2022. The contribution of VNIR and SWIR hyperspectral imaging to rock art studies: example of the Otello schematic rock art site (Saint-Rémy-de-Provence, Bouches-du-Rhône, France) (preprint). In Review. <https://doi.org/10.21203/rs.3.rs-2250615/v1>
- Salomon H., Chanteraud C., Chassin de Kergommeaux A., Monney J., Pradeau JV, Goemaere E., Coquinot Y., Chalmin E. 2021. 'A geological collection and methodology for tracing the provenance of Palaeolithic colouring materials', *Journal of Lithic Studies* vol. 8, nr. 1, 38 p., DOI: <https://doi.org/10.2218/jls.5540>
- Chalmin E., B. Schmitt, A. Chassin de Kergommeaux, C. Chanteraud, F. Soufi et al. 2021. 'How to distinguish red coloring matter used in prehistoric time? The contribution of visible near- infrared diffuse reflectance spectroscopy', *Color Research and Application*, Wiley, <10.1002/col.22647>
- Chanteraud C., Chalmin E., Lebon, M., Salomon, H., Jacq, K., Nous, C., Delannoy, J.-J., Monney, J. 2021 'Contribution and limits of portable X-ray fluorescence for studying Palaeolithic rock art: the case of Grotte aux Points (Aiguèze, Gard, France)'. *Journal of Archaeological Science: Reports*, 37, pp.102898 <10.1016/j.jasrep.2021.102898>
- Gallach, X., Perrette, Y., Lafond, D., Chalmin, E., Deline P., Ravanel, L., Carcaillet, J. 2021 'A new method for dating the surface exposure age of granite rock walls in the Mont Blanc massif by reflectance spectroscopy', *Quaternary Geochronology*, 64, pp.101156, <10.1016/j.quageo.2021.101156>
- Biguenet M., Sabatier P., Chaumillon E., Chagué, C., Arnaud, F., Jorissen F., Coulombier T., Geba E., Cordrie, L., Vacher P., Develle, A.L., Chalmin, E., Soufi, F., Feuillet, N. 2021 '1600 years of tsunami and hurricane events in the Lesser Antilles (Scrub Island, Anguilla)', *Sedimentary Geology*, 412, <10.1016/j.sedgeo.2020.105806>
- Defrasne, C., Chalmin, E., Bellot-Gurlet, L., Thirault, E., André, G. 2019. 'From archaeological layers to schematic rock art? Integrated study to the Neolithic coloring materials at the Rocher du Château site (Bessans, Savoy, France)', *Journal of Archaeological research*. 11(11), p. 6065-6091.
- Chanteraud, C., Chalmin, E., Hoerlé, S., Salomon, H., and Monney, J. 2019. 'Relation entre les matières colorantes issues des fouilles et des parois ornées. Méthodologie et première perspective comparative à

- la Grotte aux Points (Aiguèze, Gard, France) ', *Karstologia*, 73, 1-12
- Chalmin, E., Castets, G., Delannoy, J.J., David, B., Barker, B., Lamb, L., Soufi, F., Pairis, S., Cersoy, S., Martinetto, P., Geneste, J.-M., Hoërlé, S., Richards, T., and Gunn, R. 2017. 'Geochemical analysis of the painted panels at the "Geyornis" rock art site, Arnhem Land, Australia', *Quaternary International*, 430 (Part A), 60-80.
- Quiers, M., Perrette, Y., Chalmin, E., Fanget, B., and Poulenard, J. 2015. 'Geochemical mapping of organic carbon in stalagmites using liquid-phase and solid-phase fluorescence', *Chemical Geology*, 411, 240-47.
- Chalmin, E., Castets, G., David, B., Barker, B., Delannoy, J.J., Lamb, L., Geneste, J.-M., Soufi, F., Pairis, S., Hoërlé, S., Boche, E., and Katherine, M. 2015. 'Study of red pigments from the 'Geyornis' panel, Arnhem Land, Australia: What are the origins of the haematite? ', *Anthropologica et Praehistorica*, 126, 139-60.
- Cersoy, S., Leynaud, O., Alvarez-Murga, M., Martinetto, P., Bordet, P., Boudet, N., Chalmin, E., Castets, G., and Hodeau, J.L. 2015. 'Laboratory implementation of X-ray diffraction/scattering computed microtomography', *Journal of Applied Crystallography*, 48, 159-65.
- Giguet-Covex, C., Poulenard, J., Chalmin, E., Arnaud, F., Rivard, C., Jenny, J.-P., Dorioz, J.-M. 2013. XANES spectroscopy as a tool to trace phosphorus transformation during soil genesis and mountain ecosystem development from lake sediments. *Geochimica and Cosmochimica Acta*, Volume 118, Page 129-147, DOI10.1016/j.gca.2013.04.017
- Chalmin, E. and Reiche, I. 2013. 'Synchrotron X-ray microanalysis and imaging of synthetic biological calcium carbonate in comparison to archaeological samples coming from the Large cave of Arcy-sur-Cure (28000-24500 BP, Yonne, France) ', *Microscopy and Microanalysis*, 19, 1523-34.
- Chalmin, E., Perrette, Y., Fanget, B., and Susini, J. 2013. 'Investigation of organic matter trapped in synthetic carbonates', *Microscopy and Microanalysis*, 19, 132-44.
- Stelling, J., Behrens, H., Wilke, M., Göttlicher, J., and Chalmin, E. 2011. 'Interaction between sulphide and H₂O in silicate melts', *Geochimica et Cosmochimica Acta*, 75 (12), 3542-57.
- Hoërlé, S., Konik, S., and Chalmin, E. 2011. 'Les vermiculations de la grotte de Lascaux : identification de sources de matériaux mobilisables par microanalyses physico-chimiques', *Karstologia*, 58, 29-40.
- Carbone, C., Marescotti, P., Lucchetti, G., Cauzid, J., and Chalmin, E. 2011. 'Application of synchrotron radiation-based techniques (μ -XRD, μ -XRF, and μ -XANES) to study Fe-rich hardpans within waste-rock dump', *Neues Jahrbuch für Mineralogie*, 188 (1), 21-30.
- Reiche, I., Chadefaux, C., Vignaud, C., Chalmin, E., Robles-Camacho, J., Arroyo-Cabrales, J., and Johnson, E. 2009. 'Color origin and heat evidence of paleontological bones: Case study of blue and grey bones from San Josecito Cave, Mexico', *American Mineralogist*, 94 (1), 27-33.
- Chalmin, E., Farges, F., and Brown Jr, G.E. 2009. 'A Pre-Edge Analysis of Mn K-edge XANES Spectra to determine Oxidation State and Coordination of Manganese in Minerals and Glasses.', *Contributions to Mineralogy and Petrology*, 157, 111-26.
- Reiche, I. and Chalmin, E. 2008. 'Combined MicroXANES/XRF study at Mn K edge of blue and grey or black coloured palaeontological and archaeological bone material', *Journal of Analytical Atomic Spectrometry*, 23, 799-806.
- Chalmin, E., Vignaud, C., Farges, F., and Menu, M. 2008. 'Heating effect on manganese oxihydroxides used as black Palaeolithic pigment', *Phase Transitions*, 81 (2), 179 - 203.
- Chalmin, E., Sansot, E., Oriol, G., Boust, F., and Reiche, I. 2008. 'Microanalysis and synthesis of calcite. Growth mechanisms on prehistoric paintings in the "Large Cave", Arcy-sur-Cure (Yonne, France)', *X-Ray Spectrometry*, 37 (), 424-34.
- Chalmin, E., D'Orlyé, F., Zinger, L., Charlet, L., Geremia, R., Oriol, G., Menu, M., Baffier, D., and Reiche, I. 2007. 'Biotic vs. abiotic calcite formation on prehistoric cave paintings: the case of Arcy-sur-Cure "Grande Grotte" (Yonne, France)', *Geological Society, London*, 279, 185-97.
- Vignaud, C., Salomon, H., Chalmin, E., Geneste, J.-M., and Menu, M. 2006. 'Le groupe des "bisons adossés" de Lascaux- Etude de la technique de l'artiste par analyse des pigments', *L'anthropologie*, 110 (4), 482-99.
- Chalmin, E., Vignaud, C., Salomon, H., Farges, F., Susini, J., and Menu, M. 2006. 'Minerals discovered in paleolithic black pigments by transmission electron microscopy and micro-X-ray absorption near-edge structure', *Applied Physics A: Materials Science & Processing*, 83 (2), 213-18.
- Farges, F., Chalmin, E., Vignaud, C., Pallot-Frossard, I., Susini, J., Bargar, J., Brown Jr, G.E., and Menu, M. 2005. 'Archeological Applications of XAFS: Prehistorical Paintings and Medieval Glasses', *Physica scripta*, T115, 885-87.
- Chalmin, E., Vignaud, C., and Menu, M. 2004. 'Palaeolithic painting matter, Natural or heat-treated pigment?', *Applied Physics A: Materials Science & Processing*, 79 (2), 187-91.
- Chalmin, E., Menu, M., Pomiès, M.-P., Vignaud, C., Aujoulat, N., and Geneste, J.-M. 2004. 'Les blasons de Lascaux', *L'anthropologie*, 108 (5), 571-92.

- Chalmin, E., Menu, M., and Vignaud, C. 2003. 'Analysis of rock art painting and technology of Palaeolithic painters', *Measurement Science and Technology*, 14 (9), 1590.
- Roig, B., Chalmin, E., Touraud, E., and Thomas, O. 2002. 'Spectroscopic study of dissolved organic sulfur (DOS): a case study of mercaptans', *Talanta*, 56 (3), 585-90.

IV.3. Liste des articles sans comité de lecture

- Salomon H., Chanteraud C., Chassin de Kergommeaux A., Soufi F., Bouits W., Pradeau J.V., Monney J., Chalmin E. 2023 « Quelles étaient les matières colorantes rouges accessibles durant le Paléolithique entre le sud de l'Ardèche et le nord du Gard ? », sous presse, *Bulletin de la Société de géologie de l'Ardèche*
- Chassin de Kergommeaux A., Salomon H., Monney J., Chanteraud C., Pradeau J.V., Goemaere E., Leduc T., Chalmin E. 2021 'Référencement géologique des ressources en matières colorantes entre l'Ardèche et le Gardon : un outil pour appréhender les paysages vécus au cours de la Préhistoire', *Ardèche Archéologie*, Les Vans : Fédération ardéchoise de la recherche préhistorique, p.14-23.
- Defrasne C., E. Chalmin, B Schmitt. 2021 'Saint-Jean-d'Arvey – Le Trou de la Féclaz' [notice archéologique] *Archéologie de la France - Informations*, Ministère de la Culture et de la Communication - CNRS, 2021. <hal-03351321>
- Bianco C., A. Chassin de Kergommeaux, C. Defrasne, J.-J. Delannoy et E. Chalmin, 2019, 'Vers une compréhension d'un site d'art rupestre à travers une étude intégrée. Le Rocher du Château (Bessans, Savoie)'. *La rubrique des patrimoines de Savoie*. Décembre 2019. n°44, p. 30-33
- Defrasne, C., Bellot-Gurlet, L., Chalmin, E., Thirault, E., 2017. 'Analyses physico-chimiques des peintures rupestres du Rocher du Château', *La Rubrique des patrimoines de Savoie* 39, 28-30.
- Defrasne, C. and Chalmin, E. 2015. 'Les peintures rupestres du Rocher du Château à Bessans : nouvelles techniques, nouveau regard', *La Rubrique des patrimoines de Savoie*, 36, 22-23.
- Reiche, I. and Chalmin, E. 2014. 'De Lascaux à Van Gogh : De l'analyse de prélèvements à l'imagerie chimique non-invasive des peintures', *Chimie Nouvelle*, 117, 1-11.
- Delannoy J.-J., Boche E., Cailhol D., Couchoud I., Chalmin E., Drysdale R.N., Duval M., Dzikowski M., Gauchon C., Hoblea F., Jaillet S., Lignier V., Malgat C., Nehme C., Perrette Y., Poulenard J., Quiers M., Sadier B. : « L'objet emblématique Karst : Paysages, mémoires de l'environnement et des hommes, dix années de recherches au laboratoire EDYTEM. » Environnements, Dynamiques et Territoires de la montagne, *Collection EDYTEM*, pp. 51-85, 2014, Collection EDYTEM n°16
- Poulenard J., F. Arnaud, Y. Perrette, P. Sabatier, P. Deline, ... E. Chalmin et al. : « Organic geochemistry of soils and sediments : A key to describe the Anthropocene? » E. Chalmin, E. Dambrine, B. David, P. Faivre, J. Poulenard. Sols et matières organiques : mémoires et héritages, *Collection Edytem* n°18, Edytem, pp. 9-18, 2015
- Chalmin, E., Menu, M., and Altuna, J. 2002. 'Les matières picturales de la grotte d'Ekain (Pays Basque, Espagne)', *Munibe*, 35-51.

IV.4. Liste des chapitres d'ouvrage

- Chalmin, E. and Huntley, J. 2018. 'Characterising Rock Art Pigments', in B. David and J. McNiven (eds.), *The Oxford Handbook of the Archaeology and Anthropology of Rock Art* (Oxford Handbook). Chap38, p.885-909
- Chalmin, E., Hœrlé, S., and Reiche, I. 2018. 'Taphonomy on the Surface of the Rock Wall: Rock-Paint-Atmosphere Interactions', in B. David and J. McNiven (eds.), *The Oxford Handbook of the Archaeology and Anthropology of Rock Art* (Oxford Handbook). Chap37, p.857-883
- Gunn, R., David, B., Whear, R., James, D., Petchey, F., Chalmin, E., Castets, G., Barker, B., Geneste, J.-M., and Delannoy, J.J. 2017. 'Postcards from the outside: European contact rock art imagery and occupation on the southern Arnhem Land plateau, Jawoyn country', in B. David, et al. (eds.), *The Archaeology of Rock Art in Western Arnhem Land, Northern Australia* (Canberra: ANU Press). Vol. 47, Chap 9, p. 165-196. <https://press.anu.edu.au/publications/series/terra-australis/archaeology-rock-art-western-arnhem-land-australia-terra>
- David, B., Gunn, R., Delannoy, J.J., Petchey, F., Chalmin, E., Castets, G., Moffat, I., Manataki, M., O'Farrell, M., Aplin, K., Mialanes, J., Geneste, J.-M., Barker, B., Katherine, M., and Pietrzak, U. 2017. 'Dating painted Panel E1 at Nawarla Gabarnmang, southern Arnhem Land plateau', in B. David, et al. (eds.), *The Archaeology of Rock Art in Western Arnhem Land, Northern Australia* (Canberra: ANU Press). Vol. 47, Chap 11, p. 245-302.

- David, B., Delannoy, J.J., Gunn, R., Brady, L.M., Petchey, F., Geneste, J.-M., Mialanes, J., Moffat, I., Chalmin, E., Aplin, K., and Katherine, M. 2017. 'Determining the age of a painted panel at EXF3, Jawoyn country, western Arnhem Land plateau', in B. David, et al. (eds.), *The Archaeology of Rock Art in Western Arnhem Land, Northern Australia*. (Terra Australis; Canberra: ANU Press). Vol. 47, Chap 14, p. 371-422.
- Barker, B., Lamb, L., Delannoy, J.J., David, B., Gunn, R., Chalmin, E., Castets, G., Aplin, K., Sadier, B., Moffat, I., Mialanes, J., Katherine, M., Geneste, J.-M., and Hoerlé, S. 2017 'Archaeology of JSARN-124 site 3, central-western Arnhem Land: Determining the age of the so-called 'Genyornis' painting', in B. David, et al. (eds.), *The Archaeology of Rock Art in Western Arnhem Land, Northern Australia* (Canberra: ANU Press). Vol. 47, Chap 15, p. 423-497.
- Reiche, I. and Chalmin, E. 2014. '14.15 - Synchrotron Methods: Color in Paints and Minerals', in Heinrich D. Holland and Karl K. Turekian (eds.), *Treatise on Geochemistry (Second Edition)* (Oxford: Elsevier), 209-39.

IV.5. Liste des actes de colloque

- Danash F, D. Ziebelin, E. Chalmin, 2021, 'A Triple-M Theory of Part-Whole Relations in Tangible Entities', *KR2021, 18th International Conference on Principles of Knowledge Representation and Reasoning*, 3-9 Nov 2021, Online event
- Danash F, D. Ziebelin, E. Chalmin, 2020, 'A Parthood Approach for modeling Tangible Objects Composition (TOC) - an application on Cultural Heritage (CH)', *17th Extended Semantic Web Conference (ESWC2020)*, Volume 12124 of the Lecture Notes in Computer Science series, Publisher: In: Springer Nature, 2020.
- Chalmin E., B. Schmitt, C. Chanteraud, A. Chassin de Kergommeaux, F. Soufi et al. 2020, 'The contribution of diffuse reflectance spectroscopy to the knowledge of prehistoric red colouring matter', *AIC Interim Meeting Natural Colors-Digital Colors*, Nov 2020, Avignon, France, <https://aic-color.org/publications-proceedings>
- Chalmin E. L'apport de la physico-chimie pour la compréhension de la matière picturale des sites ornés préhistoriques. 2018. Actes de la table-ronde « Pour une archéologie des images rupestres préhistoriques » coordonnés par C. Defrasne et F. Duquesnoy. *A soumettre à Préhistoires Méditerranéennes*.
- Castets, G., Chalmin, E., David, B., Geneste, J.-M., Delannoy, J.J., Gunn, R., Soufi, F., Pairis, S., Martinetto, P., Cersoy, S., Barker, B., Lamb, L., Hoerlé, S., and Boche, E. 2015. 'Peintures rupestres en Territoire Jawoyn, Terre d'Arnhem (Australie): une étude intégrée', in Angeles Medina-Alcaide, et al. (eds.), *ASP El arte de las sociedades prehistorica (Sobre rocas y huesos: las sociedades prehistóricas y sus manifestaciones plásticas; Nerja)*, 379-405.
- Salomé, M., Chalmin, E., Cotte, M., De Andrade, V., Rak, M., Szlachetko, J., and Susini, J. 2009. 'The ID21 Scanning X-ray Microscope at ESRF', *ICXOM*.
- Salomé, M., Bleuët, P., Bohic, S., Cauzid, J., Chalmin, E., Cloetens, P., Cotte, M., De Andrade, V., Martinez-Criado, G., Petitgirard, S., Rak, M., Sans Tresserras, J., Szlachetko, J., Tucoulou, R., and Susini, J. 2009. 'Fluorescence X-ray micro-spectroscopy activities at ESRF', *Journal of Physics: Conference series*, 186, 012014.
- Reiche, I. and Chalmin, E. 2009. 'Calcite formation on cave art dating back to the Upper Paleolithic: The example of the Large cave of Arcy-sur-Cure (28,000 – 24,500 BP, Yonne, France)', *International Congress of Rock Art, IFRAO* (National Park Serra da Capivara, Piauí, Brazil).
- Reiche, I., Chalmin, E., d'Orlyé, F., Sansot, E., Menu, M., Charlet, L., Oriol, G., Geremia, R., Baffier, D., and Girard, M. 2006. 'Study of Calcite Formation on Palaeolithic Cave Paintings: The Case of Arcy-sur-Cure "Grande Grotte" (28000 BC, Yonne, France)', in Jean-François Moreau (ed.), *36th International Symposium on Archaeometry, ISA2006* (Quebec city: Laval's series of Publications in Archeometry).
- Chalmin, E., Farges, F., Vignaud, C., Susini, J., Menu, M., and Brown Jr, G.E. 2006. 'Discovery of Unusual Minerals in Paleolithic Black Pigments from Lascaux (France) and Ekain (Spain)', in P. Hedman and P. Pianetta (eds.), *X-ray Absorption Fine Structure XAFS13* (Stanford (US): American Institute of Physics), 220-22.
- Aujoulat, N., Chalmin, E., Vignaud, C., and Menu, M. 2002. 'Lascaux : les pigments noirs de la Scène du puits', *L'art avant l'histoire, la conservation de l'art préhistorique. 10èmes journées d'études de la SFIIC* (L'art avant l'histoire; Paris: SFIIC), 5-14.

IV.6. Rapports de fouille

Responsable d'opération

- Constitution d'une « Pigmentothèque » : un outil pour comprendre l'approvisionnement en matériaux

colorants durant la Préhistoire. Dir. Chalmin E., Salomon H., et al. [Rapport de recherche] Service Régional de l'Archéologie Auvergne-Rhône-Alpes; Laboratoire EDYTEM. **2016, 2018, 2019, 2020, 2021 et 2022**

Contributeur

- Projet Datation Grottes ornées. La grotte aux Points d'Aiguèze (Aiguèze, Gard). dir. Monney J. [Rapport de recherche] Service Régional de l'Archéologie Languedoc-Roussillon. **2019-2020**
- Le Rocher du Château (Bessans, Savoie). Rapport d'opération archéologique programmée. dir. C. Defrasne [Rapport de recherche] Service Régional de l'Archéologie Auvergne Rhône Alpes. **2015-2016-2018-2019 et 2021**
- Projet Chuchwayha : Homme et Nature en Similkameen, Colombie Britannique - Canada. dir. A. Quiles [Rapport de recherche] Ministère de l'Europe et des Affaires Etrangères. **2022**
- Otello (St Rémy de Provence, Bouches du Rhône). Rapport d'opération archéologique programmée. dir. C. Defrasne [Rapport de recherche] Service Régional de l'Archéologie Provence-Alpes-Côte-d'Azur. **2022**
- Trou de la Féclaz (St Jean d'Arvey, Savoie). Rapport d'opération archéologique programmée. dir. C. Defrasne. [Rapport de recherche] Service Régional de l'Archéologie Auvergne Rhône Alpes. **2019-2020**
- Les Oullas (St Paul sur Ubaye, Alpes de Haute-Provence). Rapport d'opération archéologique programmée. dir C. Defrasne [Rapport de recherche] Service Régional de l'Archéologie Provence Alpes Côte d'Azur. **2021-2022**
- Roches gravées de Guadeloupe. Archéologie, sens et société. Rapport triennal **2015-2017**. Dir. Julien Monney
- Les dessins noirs et rouges de la grotte de Combarelles I, Les Eyzies-de-Tayac, Dordogne. Dir. Man-Estier E., Paillet P. [Rapport de recherche] Service Régional de l'Archéologie Aquitaine; Centre national de préhistoire. **2015**
- Fouille archéologique de la Grande Rivoire à Sassenage (Isère). Dir. Nicod P-Y, Picavet R. [Rapport de recherche] Service Régional de l'Archéologie Auvergne-Rhône-Alpes; Université de Genève. **2017**

IV.7. Communications orales (depuis 2010)

Séminaires

Chalmin E. « L'instrumentation portable et non invasive pour l'étude des parois ornées : avantages, inconvénients et perspectives. Eau de cas sur les peintures schématiques néolithiques dans les Alpes. » 22 novembre 2022. Workshop « pigments préhistoriques : de la paroi à la Source. Toulouse. Organisé par E. Lopez-Montalvo et G. Mauran.

Invitée

- Chalmin E. « De l'*in situ* au laboratoire : une complémentarité essentielle pour comprendre les matières colorantes de l'art pariétal », 3e Journée de rencontres en Archéométrie de l'IFAO, EFEO, Paris, 11 avril 2018
- Chalmin E., « L'apport de la physico-chimie pour la compréhension de la matière picturale en art pariétal », Table ronde Pour une archéologie des images rupestres préhistoriques, MMSH, Aix-en-Provence, 13-14 juin 2017
- Chalmin E., Salomon H., Monney J., Chanteraud C., Demange M., Soufi F., Camizulli E., Pradeau JV, Fabro E. « Contribution d'une Pignothèque, un outil pour comprendre l'approvisionnement en matières colorantes durant la Préhistoire », Journée thématique BDD du réseau CAIRN, Nice, 15 mars 2017
- Chalmin E., Salomon H, Monney J. « Construction d'une Pignothèque, comment et pourquoi? Apport de l'étude géochimique et ses limites », Séminaire CNP/LIA-ARTEMIR « Couleurs et parois ornées », CNP Périgueux, 25-26 avril 2016
- Chalmin, E. « Rock art pigments: alteration and weathering processes in caves and open sites », Synchrotron radiation and neutron in art and archaeology (SR2A) Paris, sept. 2014.
- Chalmin E., « Vulnérabilité des peintures préhistoriques : procédés d'altération et de dégradation en milieu karstique », Comité scientifique de la grotte de Lascaux, Paris, 25 novembre 2014

Autres

- Chassin de Kergommeaux A., Defrasne C., Lemasson Q., Kergoulay F., Martinetto P., Goemaere E., Chalmin E. « Comparer les rouges. L'étude taphonomique des parois, un pré-requis de l'analyse des matières colorantes liées à l'art rupestre ». XXIII^e colloque d'archéométrie, GMPCA, Chambéry mai 2022
- Chassin de Kergommeaux A., Rossi M., Salomon H., Chalmin E., Delannoy J-J « Les roches rouges et jaunes riches en fer du bassin versant de l'Yonne – Implications pour les études de provenance sur les sites de Pincevent (La Grande-Paroisse), de la grotte du Renne (Arcy-sur-Cure) et du Mont Saint-Aubin (Oisy) ». XXIII^e colloque d'archéométrie, GMPCA, Chambéry mai 2022
- Chanteraud C., Quiers M., Maris-Froelich A., Chalmin E., Salomon H., Nous C., Perrette Y., Monney J. « Lumière dans la grotte : stimulation UV et détection de films d'opale en contexte d'art pariétal paléolithique. Développement méthodologique et application à la grotte aux Points (Aiguèze, Gard, France) ». XXIII^e colloque d'archéométrie, GMPCA, Chambéry mai 2022
- Chassin de Kergommeaux A., M. Rossi, H. Salomon, J.-J. Delannoy, E. Lesvigne, C. Peschaux, G. Dumarçay, O. Bignon-Lau, E. Chalmin. La variabilité des roches rouges et jaunes collectées au Madgalénien à Pincevent : genèse, sélection et altération. 27^e Réunion des Sciences de la Terre, Lyon, 1-5 Nov 2021
- Danash F., D. Ziebelin, E. Chalmin. A Triple-M Theory of Part-Whole Relations in Tangible Entities. Microsoft CMT, 2021
- Chanteraud C., Chalmin E., A. Chassin de Kergommeaux, E. Goemaere, J.V Pradeau, H. Salomon, J. Monney, De l'importance des références géologiques de roches ferrugineuses pour la reconnaissance des matières archéologiques. Journée thématique du Réseau national CAI-RN : De la conception à l'épistémologie : Nature, concepts et enjeux des référentiels en archéométrie et sciences du patrimoine. Paris, reporté à mai 2022
- Chalmin E., Schmitt B., Chanteraud C., Chassin de Kergommeaux A., Soufi F. and Salomon H.. The contribution of diffuse reflectance on the knowledge of prehistoric red coloring matter. AIC Avignon Novembre 2020
- Biguenet M., Sabatier P., Chaumillon E., Chagué C., Arnaud F., Jorissen F., Coulombier T., Geba E., Cordrie L., Vacher P., Develle A.L., Chalmin E., Soufi F., Feuillet N. 1600 years of tsunami and hurricane events in the Lesser Antilles (Scrub Island, Anguilla). RST, Lyon Octobre 2020
- Chalmin E., F. Kergoulay, A. Chassin de Kergommeaux, P. Martinetto, N. Blanc, N. Boudet, C. Defrasne. Shed light on the schematic paintings of Savoy : the use of μ XRD to understand the painted wall. Cultural and Natural heritage workshop - ESRF. Janvier 2020 Grenoble
- Biguenet M., Sabatier P., Chaumillon E., Arnaud F., Vacher P., Develle A.L., Chalmin E., Coulombier T., Feuillet, N. « Enregistrement sédimentaire de tsunamis et cyclones lors des derniers 1500 ans BP dans l'arc antillais (Scrub Island, Anguilla) ». 17^e congrès français de sédimentologie ASF, 25/10/19, Beauvais
- Defrasne C., E. Chalmin, E. Thirault, L. Bellot-Gurlet. Les peintures schématiques néolithiques des Alpes occidentales : étude du site du Rocher du Château (Bessans, Haute Maurienne). Journée de l'archéologie en Savoie. Juin 2019 Annecy
- Chanteraud C., E. Chalmin, H. Salomon, J.-J. Delannoy, P. Guillermin, J. Monney. Provenance de matière première colorante dans le bassin versant de l'Ardèche. Identification d'un marqueur minéral. XXII^e Colloque GMPCA Archéométrie, Montréal. 9-12 mai 2019
- Chalmin E., Salomon, H, Pradeau, J.V, Monney, J, Chanteraud, C. Une librairie de roches ferrugineuses : l'identification de sources d'approvisionnement de matières colorantes utilisées pendant la Préhistoire. 26^e réunion des Sciences de la Terre (RST) 22-26 Octobre 2018 Lille
- Chalmin E., Desfrane C., Bellot-Gurlet L., Thirault E. « Neolithic rock art at the Rocher du Château site (Bessans, Savoy, France): the input of the coloring matter study », IFRAO, Valcamonica (Italie), 29 août-2 septembre 2018
- Castets G., Chalmin E., David B., Delannoy J-J, Geneste J-M, Gunn R. G., Martinetto P. and Katherine M. « Inputs of the analysis of colouring and coloured matters into the integrated study of the rock art site of Nawarla Gabarnmang (Arnhem Land, North Territory – Australia) », IFRAO, Valcamonica (Italie), 29 août-2 septembre 2018
- Chalmin E., Desfrane C., Bellot-Gurlet L., Thirault E. « Integrated study of Neolithic rock art at the Rocher du Château, a striking rock on a transalpine route (Bessans, Savoy, Vallée de la Maurienne, France) », Colloque international de l'Union des Sciences Préhistoriques et Protohistoriques, Paris, 3-6 juin 2018
- Castets G., Chalmin E., David B., Delannoy J-J, Geneste J-M, Gunn R. G., Martinetto P. and Katherine M. « Approach of cultural and human practices from 50,000 years ago at the rock art site of Nawarla Gabarnmang (Arnhem Land, North Territory – Australia) », Colloque international de l'Union des Sciences Préhistoriques et Protohistoriques, Paris, 3-6 juin 2018.
- Chanteraud C., Chalmin E., Hœrlé S., Salomon H., Monney J. « Première étude comparative des matières colorantes issues de la fouille de la grotte aux Points ». 21^e colloque Groupe des Méthodes

Pluridisciplinaires Contribuant à l'Archéologie, Rennes, 18-21 avril 2017

- Castets G., Chalmin E., Martinetto P., Hodeau J.-L., Blanc N., David B., Delannoy J.-J., Geneste J.-M., Gunn R.G., Katherine M. « Le passé révélé des ancêtres aborigènes Jawoyn à Nawarla Gabarnmang (Australie) : l'étude structurale des crayons et des écailles colorées » ? Congrès de l'Association Française de Cristallographie, Marseille, France, 4-7 juillet 2016.
- Castets G., Chalmin E., David B., Delannoy J.-J., Geneste J.-M., Martinetto P., Hodeau J.-L., Gunn R.G. "What can the chemistry of archaeological artefacts tell us about the past? Spatio-temporal correlations at Nawarla Gabarnmang (Australia)", 41st International Symposium on Archaeometry (ISA), Kalamata, Grèce, 15-21 mai 2016.
- Chalmin E., Castets G., Martinetto P., Cersoy S., Hodeau J.-L., Leynaud O. « Les rayons X au service de l'art pariétal australien : identification des matières picturales et des phases d'altération », XI^{ème} colloque Rayons X et Matière, Grenoble, France, 1-4 décembre 2015.
- Castets G., Chalmin E., David B., Delannoy J.-J., Geneste J.-M., Develle A.-L., Soufi F., Martinetto P., Pairis S., Cersoy S., Gunn R.G., Boche E., Hœrlé S., Barker B., Katherine M. "Determining natural versus cultural coloured rocks (pigments) at Nawarla Gabarnmang, a 48,000-50,000 year old Aboriginal site in northern Australia", XVII^e Congrès Mondial de l'UISPP (Union des Sciences Préhistoriques et Protohistoriques), Burgos, Espagne, 1-6 septembre 2014.
- Corrick E., Drysdale E., Hellstrom J., Greig A., Ireland T.R., Holden P., Rivard C., Chalmin E. and Zanchetta G. « Application of Microanalytical Techniques to an Extremely Slow Growing Speleothem: a Pilot Study Covering the Last Glacial Period », AGU 2014, San Francisco, déc. 2014
- Quiers M., Perrette Y., Couchoud I., Poulénard J., Chalmin E., Albéric P., Smith C., Blyth, A. « Environmental changes in mountain environments during Holocene. A record from organic proxies in stalagmites" Karst record 7, Melbourne Australia 29 september – 3 october 2014
- Quiers M., Perrette Y., Poulénard J., Chalmin E., Revol M. « Quantitative approach of speleothems fluorescence », EGU 2014. Vienne, Autriche, Avril 2014
- Quiers M., Perrette Y., Poulénard J., Chalmin E., Revol M. « Soils as environmental fluorescence database to explain the speleothem fluorescence signal », EGU 2014. Vienne, Autriche, Avril 2014
- Domaizon I., Cailhol D., Chalmin E., Hoblea F., Tual Y. Characterization of prokaryotic and eukaryotic diversity in microbial mats from the gouffre de la Sambuy Seythenex, Savoie, France. " Karst and Microorganisms", 22nd International Karstological School" Classical karst", Postojna, Slovenia 2014.
- Castets G., Chalmin E., Soufi F., Pairis S., Martinetto P., Hœrlé S., Boche E., Delannoy J.-J., Geneste J.-M., David B., Barker B., Lamb L. "Rock Paintings in Jawoyn Country, Arnhem Land (Australia): An Integrated Study", III Encuentro Internacional de doctorandos y postdoctorandos, El Arte de las Sociedades Prehistóricas, Nerja, Espagne, 5-8 décembre 2013.
- Castets G., Chalmin E., S. Hœrlé, E. Boche, J.J. Delannoy, J.M. Geneste, B. David, B. Barker, L. Lamb and R. Whear: "Rock crusts and rock paintings in Jawoyn country, Arnhem Land (Australia): initial results", GMPCA, Caen, Avril 2013
- Chalmin E., Hœrlé S., Castets G., Boche E., Delannoy J.-J., Geneste J.-M., David B., Barker B., Lamb L., Whear R.L. « Étude des pigments rouges du panneau "Genyornis", Terre d'Arnhem, Australie : origine de l'hématite ? », Table ronde Autour de l'hématite : Circulation et transformation au cours de la préhistoire récente, Namur, Belgique, 7-8 février 2013.
- Castets G., Chalmin E., Hœrlé S., Boche E., Delannoy J.-J., Geneste J.-M., David B. « Apport de la caractérisation de la matière picturale à l'art rupestre : exemple de l'étude du panneau Genyornis, Terre d'Arnhem, Australie », 3^{èmes} Rencontres d'Art Rupestre, Les Eyzies, France, 25-26 juin 2012.
- Giguet-Covex C., Poulénard J., Chalmin E., Arnaud F., Jenny J.-P., Dorioz J.M.: "Pedogenesis and phosphorus species evolution: reconstruction from mountain lake sediment archives" Eurosoil 2012, Bari, Italy

IV.8. Posters (depuis 2010)

- Chassin de Kergommeaux A., Rossi M., Salomon H., **Chalmin E.**, Delannoy J.-J. « Trajectoires des roches riches en fer au Paléolithique : genèse, sélection et altération ». XXIII^e colloque d'archéométrie, GMPCA, Chambéry mai 2022
- Le Turnier M., **Chalmin E.**, Defrasne C. « Comparaison des matières picturales et colorantes sur le site à peintures schématiques holocènes du Trou de la Féclaz (Mont Peney, massif des bauges, Savoie) ». XXIII^e colloque d'archéométrie, GMPCA, Chambéry mai 2022
- Danash F., Ziebelin D. **Chalmin E.** « A Parthood Approach for the conceptual modelling of Tangible Objects Composition (TOC) - an application on Cultural Heritage ». ESWC2020. Juin 2020
- Ziebelin, D., Srreves, M., Danash, F., **Chalmin, E.**, Patrimap, an integrated and interdisciplinary cultural

- heritage platform for West Alpine region, FAIR Heritage, 17 juin 2020
- Chalmin E.**, L. Rivière, M. Duval, P. Martinetto, P. Bordet, K. Froment, C. Dejoie, N. Blanc, N. Holzschuch, D. Ziebelin, P.-A. Davoine. « Patrimoine, Science of Heritage : perspectives on cultural artworks » World meeting « Heritage Sciences and Technologies, 13-16 Février 2019, Paris
- Salomon, H., **Chalmin E.**, Chanteraud, C. Towards a library of raw ferruginous rocks: challenges to source coloring rocks used during the Prehistory. Colloque Tramin2018 « Trajectoires socioenvironnementales des territoires miniers », Chambéry, 15 - 17 octobre 2018
- Chalmin E.**, Salomon H., Pradeau J.V., Monney J., Chanteraud C. « Towards a library of raw ferruginous and manganese rocks: challenges to source coloring rocks used during the Prehistory », Colloque international de l'Union des Sciences Préhistoriques et Protohistoriques, Paris, 3-6 juin 2018
- Chanteraud C., Salomon H., **Chalmin E.**, Monney J., Pradeau J.V., Delannoy J.-J.. « On Palaeolithic colouring agents: epistemological analysis of scientific process ». Colloque international de l'Union des Sciences Préhistoriques et Protohistoriques, Paris, 3-6 juin 2018.
- Chanteraud C., **Chalmin E.**, Lebon M., Salomon H., Delannoy J.-J., Monney J. « *In situ* and laboratory analysis of colouring agents from multiple contexts in the Paleolithic rock art cave Grotte aux Points (Gard, France) » 42th International Symposium of Archaeometry, Merida (Mexique), 20-26 mai 2018
- Chalmin E.**, Salomon H., Monney J., Chanteraud C., Pradeau J.V., Fabbro E. « Construction d'une bibliothèque de matériaux colorants naturels : Le début d'une Pigmentoθήque », 21e colloque Groupe des Méthodes Pluridisciplinaires Contribuant à l'Archéologie, Rennes, 18-21 avril 2017
- Leynaud O., Bordet P., Castets G., Cersoy S., **Chalmin E.**, Hodeau J.-L., Martinetto P. "Can X-Ray Diffraction Computed Tomography be achieved on a generic laboratory diffractometer?", EPDIC14 (European Powder Diffraction Conference", Aarhus, Danemark, 15-18 juin 2014.
- Castets G., **Chalmin E.**, David B., Delannoy J.-J., Geneste J.-M., Develle A.-L., Soufi F., Martinetto P., Pairis S., Cersoy S., Magnin V., Gunn R.G., Barker B., Katherine M. "Investigating the excavated coloured rocks ('ochres') from Nawarla Gabarnang, a c. 48,000 year old Aboriginal site in northern Australia", TECHNART, Catane, Sicile, 27-30 avril 2015.
- Castets G., **Chalmin E.**, Hørle S., Boche E., Delannoy J.-J., David B., Geneste J.-M., Barker B., Lamb L., Whear R.L. "Rock crusts and rock paintings in Jawoyn country, Arnhem Land (Australia): Initial results", GMPCA, Caen, France, 22-26 avril 2013.
- Develle A.L., Arnaud F., Sabatier P., Guedron S., Astrade L., **Chalmin E.**, Rossi M. "Géochimie haute résolution sur archives naturelles continentales (sédiments, spéléothèmes, cernes d'arbres): mesures de routine et développements analytiques" 14ème congrès français de sédimentologie, Nov 2013, Paris, France
- Quiers M., Develle A.L., Couchoud I., Perrette Y., **Chalmin E.** "Adaptation de la technique de mesure de fluorescence X par core scanner aux spéléothèmes" 14ème congrès français de sédimentologie, Nov 2013, Paris, France
- Hørle S., Boche E., Delannoy J.-J., Geneste J.-M., O'Farrell M., Sadier B., Barker B., Castets G., **Chalmin E.**, David B., Lamb L., Gunn R.G., Douglas L., James D., Whear R.L., 2013. "Interdisciplinary approach to the relative chronology of rock art sites: Genyornis Occupation Site, Arnhem Land (Australia)", GMPCA, Caen, France, 22-26 avril 2013.
- Chalmin E.**, Y. Perrette, J. Poulenc, I. Domaizon, D. Genty, E. Naffrechoux : « Transfert des matières organiques naturelles et polluantes à travers le système karstique : rôle du mondmilch », Resmo, Biarritz, 28-30 janvier 2012
- Chalmin E.**, Perrette Y., Fangeat B., Drysdale R. "Investigation of organic matter entrapped during calcite growth by a multi-method approach", EGU2012, Vienne, Autriche, Avril 2012
- Cottin N., **Chalmin E.**, Jenny J.P., Pignol C., Perga M., Naffrechoux E.: "Historical contamination of three french peri-alpine lakes sediments by PCBs: influence of local sources and watershed characteristics". EMEC 2011, St Etienne, 7-9 Décembre 2011
- Chalmin E.**, Perrette Y., Fangeat B.: "Investigation of organic matter entrapped in synthetic carbonates". Karst Record 6. University of Birmingham, 26-30 Juin 2011
- Chalmin E.**, Perrette Y., Poulenc J., Domaizon I., Saber A.: "Characterization of moonmilk deposits as a potential natural recorder of organic matter and contaminant flows". Karst Record 6. University of Birmingham, 26-30 Juin 2011
- Chalmin E.**, Perrette Y., Fangeat B., Poulenc J.: "Détermination des mécanismes de piégeage de la matière organique lors de la croissance cristalline de calcite" Journée de la SCF, Région Rhône-Alpes, 9 Juin 2011

Table des figures

Figure 1 : Rencontre avec la grotte Chauvet (salle des Bauges) en décembre 2018. Photo S. Jaillet 15

Figure 2 : Schéma illustrant les problématiques liées aux matières colorantes. Connexions existant entre les expressions graphiques peintes sur une paroi (schéma de gauche avec présence humaine), le contexte archéologique (schéma de droite, site tel qu'il apparaît aujourd'hui) ainsi que le lien entre le site (étoile noire) et les sources d'approvisionnement en matières colorantes (points rouges et oranges). Conception E. Chalmin, réalisation C. Defrasne 20

Figure I.1 : Évolution du nombre de publications concernant l'analyse des matières colorantes dans le temps à l'échelle française et internationale. Aucune distinction n'a été faite dans cette synthèse entre les études selon leur localisation ou la chrono-culture concernée. Certaines études intègrent également des questions de taphonomie de paroi. Ces matières colorantes sont pour certaines considérées dans le cas de peintures pariétales ou sur des objets mobiliers, mais également dans d'autres contextes non spécifiés. Réalisation E. Chalmin 26

Figure I.2 : Illustrations des différents types de vestiges présentant de la matière colorante : (a et b) exemples d'objets d'art mobilier présentant des traces de matières picturales - (a) plaquette ornée de motifs rouges, grotte de Parpalló, Gandia, Valencia, Espagne (Roldan Garcia et al. 2016), (b) scapula ornée de l'abri Pataud, Dordogne (Lebon et al. 2014a) ; (c, d et e) vestiges de roches colorantes cohésives issues de niveaux d'habitat - (c) fragment de matière colorante sans trace d'exploitation technique de la grotte aux Points, vallée de l'Ardèche (Chanteraud et al., 2019), (d) bloc strié du site JSARN-113/23, Terres d'Arnhem, Australie, photographie S. Morton (David et al. 2017, chap. 14), (e) roche ferrugineuse facettée mise au jour dans la séquence châtelperonnienne de la grotte du Renne, photographie H. Salomon ; (f et g) objets présentant des traces de poudre colorée - (f) coquillage *Haliotis midas* rempli de matière colorante trouvé dans la grotte de Blombos, littoral de Southern Cape, Afrique du Sud (Henshilwood et al. 2011), (g) meule et pilon couvert de poudre rouge, site de l'Hermitage, Auneau, Eure-et-Loire (Soressi 2020) ; (h) objet coloré, fragment de galet présentant une face colorée, Le Rocher du Château, Bessans, Vallée de la Maurienne (Defrasne et al. 2019). 28

Figure I.3 : Schéma dynamique de restitution par la chaîne opératoire du système technique possible dans la réalisation de l'art pariétal. La chaîne opératoire met en évidence la diversité des pratiques humaines : collecte de la matière première, transport, transformation/production, utilisation et rejet de la matière sous forme transformée ou non et réalisation de l'expression graphique. (Conception et réalisation C. Chanteraud, 2020).29

Figure I.4 : La scène du Puits (Photo N. Aujoulat, Centre national de Préhistoire, MCC) et localisation des micro-prélèvements. Clichés de microscopie électronique à balayage et à transmission (E. Chalmin) : a) fines et longues aiguilles d'oxyde de manganèse au baryum provenant du rhinocéros, b) cristal de todorokite provenant du rhinocéros, c) Amas de feuillettes d'oxyde de manganèse au baryum provenant du prélèvement de l'oiseau, d) feuillettes mal définies d'oxyde de manganèse au baryum provenant du bison, e) cristal de hollandite et f) de cryptomélane provenant du Bison. Aujoulat et al. 2002 36

Figure I.5 : Les blasons de Lascaux (Dordogne, France)(Chalmin & Huntley, 2017). Photo en haut à gauche : vue générale du panneau de la « vache noire » avec les blasons (© Jean-Michel Geneste—Centre National de Préhistoire— Ministère de la Culture et de la Communication). Photos du milieu : détails des blasons de gauche et de droite avec la numérotation des compartiments. Colonne de droite : clichés de microscopie électronique en transmission des prélèvements des compartiments N43 (noir), V46 (violet) et R50 (rouge), et l'image d'une coupe polie du prélèvement N52 (noir) obtenue par microscopie optique. Ligne du bas : résumé des minéraux identifiés dans chaque compartiment des deux blasons. Réalisation E. Chalmin 47

Figure I.6 : Les panneaux gauche et droite de la Rotonde de Lascaux (Dordogne, France) : identification des phases de réalisations à partir de l'étude des microprélèvements sur des groupes de figures (à partir des relevés de N. Aujoulat, modifiée par E. Chalmin ; Reiche et al. accepté). 51

Figure I.7 : Proposition d'approche méthodologique pour l'étude à différentes échelles d'un site orné, développée par Amandine Dransart Laborde* (Master 2, 2012, co-encadrée avec J.-J. Delannoy) 58

Figure I.8 : Schéma typique d'une coupe transverse d'une paroi peinte (à gauche) ou gravée (à droite) (d'après S. Hoërlé, dans Chalmin et al. 2017a) 60

Figure I.9 : Schéma représentant les principaux facteurs environnementaux influençant l'altération des sites ornés (Réalisation J.-J. Delannoy, conception E. Chalmin, accessible dans Chalmin et al. 2017a). 61

Figure I.10 : Coupe transverse d'une stalactite observée au microscope optique polarisant visualisant une couche externe épaisse et opaque de calcite, une fine couche de peinture et une couche interne transparente de calcite (Chalmin et al. 2007). 63

Figure I.11 : Microprélèvements de la grotte aux Points (Aiguèze) : (a) image de plaquettes d'hématite recouvertes par un dépôt d'opale observées en mode d'électron secondaire par MEB-FEG (Institut Néel) et image acquise sous lumière blanche et UV (Quiers et al. 2022) 64

Figure I.12 : Détail d'une paroi avec des vermiculations (Salle des Taureaux). Photo S. Konik © Ministère de la Culture et de la Communication / CNP 65

Figure I.13 : Schéma heuristique reliant l'acte graphique dans ces différents contextes (en gris) et les trois grands enjeux liés à sa production : économique, culturel et temporalité (en vert). Parmi les différentes approches s'intéressant à l'acte graphique (violet et bleu), l'approche physico-chimique des matières colorantes (en orange) s'intègre aux autres connaissances pour apporter des réponses sur les questions (en jaune) de pratiques et d'usage, sur les stratégies d'approvisionnement et dans une moindre mesure à la sélection du lieu, des supports de production. Conception et réalisation E. Chalmin 70

Figure I.14 : Exemples de matières colorantes, outils colorés et éléments de parure corporelle mis au jour à Pincevent (Photo : A. Chassin de Kergommeaux, H. Salomon et E. Levignes). 72

Figure I.15 : Schéma de synthèse explicitant les différentes trajectoires des matières colorantes de la source à leur usage et abandon, et leur conservation impliquant différents degrés de transformation. Une corrélation entre ce degré de transformation et la perte d'information sur la compréhension de ces matières est proposée. Conception H. Salomon et E. Chalmin, Réalisation H. Salomon 74

Figure I.16 : Illustration des dynamiques humaines et physiques dans le passé en lien avec l'approvisionnement, la transformation et l'utilisation de matières colorantes. Réalisation H. Salomon. Conception : H. Salomon 75

Figure II.1 : Schéma représentant l'approche analytique des matières colorantes combinant les approches in situ, en laboratoire et sur grands instruments. Illustration de la complémentarité des méthodes et des échelles d'observation. Conception et réalisation C. Defrasne et E. Chalmin. 84

Figure II.2 : Carte des prospections réalisées dans le cadre de la thèse d'Aurélien Chassin de Kergommeaux et antérieures dans le sud-est du bassin versant de l'Yonne. Prospection des formations ferrugineuses proches d'Oisy et d'Arcy-sur-Cure (MNT de l'IGN et fond de carte géologique d'après la carte géologique vectorisée et harmonisée du BRGM). DAO A. Chassin de Kergommeaux. 87

Figure II.3 : Carte des prospections dans le massif des Alpilles. Prospection thématique des formations de bauxites et des calcaires ferruginisés autour du site d'Otello. (MNT de l'IGN et fond de carte géologique d'après la carte géologique vectorisée et harmonisée du BRGM). DAO A. Chassin de Kergommeaux. 88

Figure II.4 : Principe méthodologique de l'étude des matières premières minérales. Conception et réalisation H. Salomon 89

Figure II.5 : Schéma de description des matériaux géologiques par typologie d'échantillons préparés par faciès. DAO A. Chassin de Kergommeaux 91

Figure II.6 : Spectres de réflectance Vis-NIR des poudres des 6 échantillons de référence : Pierremorte, Bordezac, Roussillon, Huy, Beauregard et Pierrerie (poudres de granulométrie < 160 µm) obtenus sur les dispositifs SHINE et SHADOW de l'IPAG. 94

Figure II.7 : a) Localisation des affleurements des six échantillons standards (Huy en jaune ; Beauregard en gris ; Bordezac en vert ; Pierremorte en bleu ; Roussillon en rouge ; Pierrerie en rose ; modifié à partir de la carte géologique vectorielle du BRGM au 1:50000 superposée à la carte topographique IGN, cf. infoterre pour avoir la légende complète) ; b) Images de coupes transversales polies : A, Huy (pierre de fer oolithique) ; B, Pierrerie (croûte irondurique dans un profil bauxitique) ; C, Pierremorte (crinoïde-richlimestone partiellement ferruginisé) ; D, Roussillon (fragment ferricrete d'un profil ocre) ; E, Beauregard (crinoïde-richlimestone entièrement ferruginisé) ; F, Bordezac (veine hydrothermale métallique riche en hématite). Chalmin et al. 2021. 95

Figure II.8 : Planche photographique des vestiges archéologiques représentatifs de chaque classe identifiée dans les fouilles de Nawarla Gabarnmang (échelle orange à 5 cm ; bleue à 1 cm ; noire à 1 mm) et leur proportion relative. DAO G. Castets (Castets, 2017). 99

Figure II.9 : Classes lithologiques des vestiges colorants de la grotte aux Points et de l'abri des Pêcheurs. DAO C. Chanteraud 100

Figure II.10 : ACP sur les spectres obtenus à partir des mesures sur paroi vierge et paroi ornée. La composante 1 (PC1) est le signal du calcaire (Ca), qui explique 75,8% de la variance ; la composante 2 (PC2) est la couche de matière colorante, qui explique 20,9% de la variance. Il n'y a pas de distinction claire entre les analyses de la paroi vierge et celles des couches de matière picturale. DAO C. Chanteraud 103

Figure II.11 : Photographie du dispositif Raman portable (laboratoire MONARIS) devant la paroi du panneau des cerfs du site néolithique du Rocher du Château (1750 m d'altitude, Bessans) illustrant les contraintes liées à l'ensoleillement, au manque de stabilité de la mesure en raison du vent, à la hauteur des figures nécessitant un échafaudage, à l'utilisation d'un groupe électrogène respectant les contraintes d'un parc naturel (bruit, émanation d'essence, ...). Photo E. Chalmin 104

Figure II.12 : Prototype de dispositif portable de spectroscopie de réflectance diffuse (modèle développé par B. Schmitt, O. Brissaud (IPAG) et E. Malet) utilisé sur le site du Trou de la Féclaz (St Jean-d'Arvey). Photo E. Chalmin 105

Figure II.13 : Typologie des différentes altérations de paroi rencontrées au Rocher du Château (Bessans, Haute Maurienne) - DAO A. Chassin de Kergommeaux 107

Figure II.14 : Observation du micro-prélèvement RDC2016-P1 en coupe transversale, provenant du Rocher du Château (Bessans, Haute Maurienne) par a) microscopie optique ; b) à f) microscopie électronique à balayage en mode électronique rétrodiffusion (20kV, distance de travail : 26,5 mm). Localisation de chaque couche d'encroûtement et détails de la morphologie : c) quelques particules géométriques individuelles pour la couche L2a, d) morphologie duveteuse pour la couche L2b, e) particules lisses pour la couche L2c et f) cristaux lamellaires pour la couche L2d - E. Chalmin 108

Figure II.15 : Processus d'altération des peintures schématiques néolithiques du Rocher du château (Bessans, Haute-Maurienne) - Conception E. Chalmin et C. Defrasne, Réalisation C. Defrasne 109

Figure II.16 : Cartographie des états descriptifs des parois au niveau du panneau PeJ, Rocher du Château (Bessans, Haute-Maurienne) - DAO A. Chassin de Kergommeaux 110

Figure II.17 : Cartographie archéo-géomorphologique à une échelle moyenne, celle de la paroi est du Rocher du Château (Bessans, Haute Maurienne). DAO J. Jacquet 112

Figure II.18 : Localisation d'un micro-prélèvement sur la paroi du Rocher du Château (Bessans) : arrière train du cerf n°11 du panneau des cerfs. Macrophotos obtenues avec un microscope numérique Dinolite (grossissement x56). Photo C. Defrasne et E. Chalmin 114

Figure II.19 : Image MEB de la coupe du micro-prélèvement du cerf n°5 du Rocher du Château, Conditions opératoires : MEB-FEG Zeiss Ultra+ (Z107) couplé à une sonde SDD Bruker de l'Institut Néel, image en électrons rétrodiffusés, tension d'accélération 15 kV. S. Pairis 115

Figure II.20 : Schéma général d'organisation et de gestion des données au travers des différentes infrastructures et projets (la zone grisée concerne les projets dont j'ai la responsabilité ou la co-responsabilité)122

Figure II.21 : a) Modèle conceptuel pour l'organisation de la donnée acquise pour l'étude des matières colorantes dans le cadre d'un site orné. b) Modèle illustré sur l'exemple du Rocher du Château (<https://prezi.com/view/TkkVHlt0jqhfTxZVsN7b>). Réalisation E. Chalmin 127

Figure II.22 : Modèle conceptuel complet reliant les entités étudiées dans le cas d'étude du Rocher du Château et leur niveau d'appartenance. Réalisation F. Danash 128

Figure II.23 : Plateforme interopérable Patrimalp (<http://lig-tdcge.imag.fr/steamer/patrimalp/public/>). Conception D. Ziebelin, contributeurs : F. Danash, A. Chassin de Kergommeaux, F. Bouquet, K. Aubry, G. Vega et P. Genoud 130

Figure II.24 : Modèle de composition des objets tangibles : étude des relations partielles et globales entre les entités (Part-whole relations). D'après F. Danash (Danash et al. 2020) et illustré à partir de l'exemple du Rocher du Château (E. Chalmin) 132

Figure II.25 : Lecture disciplinaire des mémoires pariétales et de leur temporalité. Réalisation J.-J. Delannoy 135

Figure III.1 : Cartographie des sites ornés étudiés, projets associés, financements obtenus et doctorants encadrés 142

Figure III.2 : Localisation de la Terre d'Arnhem, du Pays Jawoyn et du site de Nawarla Gabarnang (d'après Gunn 2018) et paysage caractéristique du plateau de Terre d'Arnhem. Photo J.J. Delannoy 144

Figure III.3 : Schéma synoptique de la démarche intégrée et intégrative mise en place pour l'étude des sites australiens. Conception J.-J. Delannoy et E. Chalmin, réalisation J.-J. Delannoy 145

Figure III.4 : Vue nord-ouest de l'abri rocheux en quartzite de JSARN-124 (Terre d'Arnhem, Australie). Photo J.-J. Delannoy 146

Figure III.5 : Analyses des micro-prélèvements du site de JSARN-124 (Terre d'Arnhem, Australie) : a) diffractogramme compilé à partir des données en Diffraction-Tomographie (DSCCT, D2AM, JL Hodeau, S. Cersoy et P. Martinetto, I. Néel) permettant d'identifier la leucophosphite, comme phase d'altération de la quartzite, le quartz du substrat rocheux, l'hématite comme pigment rouge utilisée pour la peinture; b) micrographie obtenue par MEB-FEG (S. Pairis, I. Néel) d'un micro-prélèvement de paroi vierge mettant en évidence une morphologie alvéolaire liée à des dissolutions des phases d'encroûtements. 147

Figure III.6 : Représentation schématique de la microstratigraphie observée dans les coupes transversales des échantillons du site JSARN-124 (Terre d'Arnhem, Australie). Conception et réalisation E. Chalmin. 148

Figure III.7 : Vue du site de Nawarla Gabarnang (Terre d'Arnhem, Australie)- Photo J.-J. Delannoy 150

Figure III.8 : Carte de distribution des écailles colorées culturelles et à statut indéterminé en fonction de leur âge (cal. BP) à Nawarla Gabarnang. Carte géomorphologique produite par J.-J. Delannoy et modifiée par G. Castets. 152

Figure III.9 : Localisation de l'ensemble des sites ornés recensés dans les gorges de l'Ardèche dont Chauvet et la grotte aux Points. DAO J. Monney 155

Figure III.10 : Dispositif pXRF dans la grotte aux Points (Aiguèze) avec la collaboration de M. Lebon (MNHN). Photo E. Chalmin 156

Figure III.11 : Vue 3D de l'espace entourant les gorges de l'Ardèche avec la figuration des formations géologiques (BRGM). Contextualisation des matières colorantes présentant la diversité des terrains géologiques à proximité des sites de la grotte aux Points et de l'abri des Pêcheurs - carte K. Génuite et conception C. Chanteraud 157

Figure III.12 : Distribution des sites à peintures et gravures schématiques en France méridionale et dans les Alpes occidentales et exemples de représentations graphiques. Localisation des sites d'études : Trou de la Féclaz (Massif des Bauges, St Jean d'Arvey) et Rocher du Château (Haute Maurienne, Bessans). En violet sont mentionnés les sites relevés depuis 2014 - Réalisation, photo et relevés C. Defrasne 161

Figure III.13 : Le Rocher du Château (Bessans, Haute Maurienne), photo aérienne par drone S. Jaillet 162

Figure III.14: Microphotographies MEB obtenues sur des vestiges (blocs non cohésifs) du Rocher du Château (Bessans) : a) morphologie de cristaux d'hématite et b) de sphérules d'apatite. A. Chassin de Kergommeaux 163

Figure III.15 : Le Trou de la Féclaz, point de vue depuis l'abri, vue de la vire rocheuse depuis l'intérieur de la grille et détail d'un panneau orné. Relevé C. Defrasne, photo E. Chalmin 167

Figure III.16 : Exemple d'une fiche de synthèse rassemblant les résultats obtenus sur l'échantillon TFB_20_P11 de l'abri du Trou de la Féclaz. Réalisation M. Le Turnier 170

Figure III.17 : Observation de micro-prélèvements du Trou de la Féclaz au MEB-EDX (Tescan VEGA 3, Isterre) : (a) TF_P05 (rouge clair) : observation de cristaux parallélépipédiques fracturés de sulfate de calcium. (b) TF_P07B : enchevêtrement de baguette de sulfate de baryum. M. Le Turnier 172

Figure III.18 : Image MEB-FEG (I. Néel) de l'échantillon TF_P11_401 (Trou de la Féclaz) : cartographie montrant la couche de matière picturale dispersée dans la matrice calcaire contenant des cristaux de dolomite (Mg) et de glauconite (Fe et Mg, orange) piégée entre deux couches de sulfate de calcium (S) dont une plus épaisse à l'extérieur (en bas) et déposée sur une couche de carbonate de calcium avec de larges cristaux géométriques (en haut) - S. Pairis 173

Figure III.19 : Exemples d'altérations biologiques et/ou chimiques observés au Trou de la Féclaz : a) efflorescence et b) revêtement sombre. Macrophoto M. Le Turnier. 174

Figure III.20 : Orthophotographie du panneau orné du Trou de la Féclaz habillé des différents faciès d'altérations physiques identifiés. Le haut de la paroi est situé du côté droit de l'image. Orthophotographie O. Veissière, habillage J. Jaquet, réalisation M. Le Turnier 175

Figure III.21 : (a) Localisation de la vallée de la Similkameen, réalisation J. Jaquet, (b) carte de répartition des sites archéologiques dans la vallée de la Similkameen, réalisation J.-J. Delannoy d'après Copp 2006 179

Figure III.22 : Exemples de pictogrammes rouges du site de Chuchuwayha. Photo A. Quiles et J.J. Delannoy 180

Figure III.23 : Vue d'ensemble du gîte de Ochre Bluffs, Tulameen. Octobre 2021. Photo E. Chalmin 182

Figure III.24 : Vue d'ensemble du gîte de Ochre Bluffs, Tulameen après les crues de mars 2022. Photo prise le 6 juin 2022 E. Chalmin 183

Figure III.25 : Exemple d'un banc présentant une alternance très fine de plusieurs couleurs (BC_004_Banc8) - Ochre Bluffs, Tulameen. Photo E. Chalmin 183

Figure III.26 : Plots polis réalisés sur une sélection de 8 blocs collectés lors de la mission d'octobre 2021 sur le site d'Ochre Bluff. Coupes préparées par W. Bouits 185

Figure III.27 : Exemple de localisation de micro-prélèvements sur une zone ornée du site de Chuchuwayha. Photo A. Quiles et E. Chalmin 187

Figure III.28 : Localisation des prélèvements d'encroûtements sur le site de Chuchuwayha. Photo et réalisation A. Quiles 187

Figure III.29 : Exemple de micro-prélèvements (images obtenues par observation avec un microscope numérique Keyence) : (a, b) HC22-10B déposé sur un scotch C avant observation au MEB : les petits grains blancs de calcite (de 5 à 25 µm) recouvrent la surface de la couche picturale prise dans la masse d'une patine transparente (effet de vitrification) ; (c et d) coupe transverse du prélèvement HC22-09A permettant de visualiser la très fine couche de matière picturale (10 µm max) piégée entre les larges cristaux translucides du substrat rocheux (quartz) et une fine couche d'encroûtement, encore non identifiée. E. Chalmin 188

Figure IV.1 : Méthodologie pluri-analytique et multiscalaire de caractérisation des matières picturales. Réalisation C. Defrasne. Conception E. Chalmin et C. Defrasne 197

Figure IV.2 : Image hyper-spectrale obtenue avec un spectro-imageur Specim-IQ sur les parois du Rocher du château (Bessans)- B. Schmitt 202

Figure IV.3 : Proposition de mise en commun de « couches » de lectures disciplinaires d'une zone d'intérêt : peintures (rouge), figures piquetées (jaune), gravures fines (blanc), signatures (bleu), enlèvement de matière et impact (rouge foncé), desquamation de paroi (orange) et encroûtement calcitique (rose). Panneau orné du site des Oullas (Saint-Paul-sur-Ubaye, Les Hautes-Alpes). Conception J.-J. Delannoy 205

Figure V.1 : Echantillons synthétiques de calcite avec insertion d'acide humique Aldrich à différentes concentrations (C_5, C_50 et C_500 respectivement : 5, 50 et 500 mg/L) : cartographie du S en micro-XRF (ID21, ESRF ; énergie: 2.1 keV, pixel : 2 x 2 µm²) sur un cristal a) C_50, b) C_500 ; c) spectres XANES au seuil du S obtenus sur les cristaux C_50 et C_500, comparés au AH standard Aldrich (Chalmin et al. 2013) 220

Figure V.2 : Montage de synthèse de calcite avec contrôle de la pression de CO₂, pH, conductivité, température et débit. Photo E. Chalmin 221

Figure V.3 : a. Prélèvement du mondmilch blanc et brun de la grotte des Elaphes (Massif des Bauges). b. Similarité des MON solubles extraites de mondmilch (blanc WM, brun BM et argileux CM) de la grotte et des sols au dessus (Cambisol et leptosol) mesurée par spectroscopie de fluorescence (Excitation à 320 nm). Poster Chalmin et al. EGU2012, Vienne, Autriche, Avril 2012 222

Figure 3 : Evolution des répartitions des heures effectives entre les CM, TD et TP de 2009 à 2022, avec la période de 2009 à 2014 correspondant à la décharge d'enseignement due à la Chaire CNRS et l'année 2018-2019 correspondant au CRCT 278

Figure A.1 : Structure du projet SEMIOTIC. Le projet vise (i) la caractérisation des formes graphiques, matières colorantes et « vides » des parois rocheuses ; (ii) leur intégration et interrogation conjointe au sein d'un même modèle spatial dans le but de mettre en évidence des fragments de syntaxes graphiques préhistoriques (DAO : C. Defrasne). 320

Figure A.2 : Trajectoires des matières premières transformées et leurs altérations. 333

Table des tableaux

Tableau I.1 (extrait de Medina-Alcaide et al. 2018) : Compilation de différents types de vestiges archéologiques présents dans des grottes ornées du Paléolithique européen. Ici, le type de vestiges conservés concerne les matières colorantes et colorées et les objets associés à sa production. 44

Tableau II.1 : Lecture disciplinaire des mémoires pariétales associées à un espace-temps et à ses limites. 136

Tableau V.1 : Tableau de synthèse du niveau d'information des différentes techniques sur la caractérisation de la matière organique (HA) associée à la calcite. (Chalmin et al. 2013) 218

Tableau 1 : Récapitulatif des enseignements dispensés de 2009 à 2014 279

Tableau 2 : Récapitulatif des enseignements dispensés de 2014 à 2022 280

Tableau 3 : Détail des enseignements dispensés durant les 4 dernières années 282

Annexes

AI. Tableau des méthodes analytiques couramment utilisées pour l'analyse des matières colorantes

publié dans Chalmin et Huntley 2017 (Oxford Handbook)

Microscopy	Analytical method	Operating condition	Noninvasive	In situ	Synchrotron	Mapping mode or microbeam	Expected results	References
	Optical Microscopy (OM)	All kind of objects	Yes	Yes	No	-	General description, morphology, and spatial organization	Chalmin et al. 2003; Chalmin, Menu et al. 2004, Chalmin et al. 2017; d'Errico et al. 2016; Hernanz et al. 2016
	Scanning Electron Microscopy (SEM)	<ul style="list-style-type: none"> All kind of objects Coated with C or Au samples 	Yes	No	No	Chemical mapping when coupled with EDS detector	Microscopic observation of the morphology and spatial organization coupled with EDS detector	Chalmin et al. 2003; Chalmin, Menu et al. 2004, Chalmin et al. 2017; d'Errico et al. 2016; Darchuk et al. 2010; Huntley et al. 2015
	Transmission Electron Microscopy (TEM)	- Only prepared samples on a small grid	No	No	Yes	-	Morphology, chemistry, and structure at micron scale; identification of minerals and of heat-treatment fingerprint	Chadefaux et al. 2008; Chalmin, Menu et al. 2004, Chalmin et al. 2008; Salomon et al. 2014
	Micro-Computed Tomography (μ -CT)	All kind of objects	Yes	No	Yes	-	Morphology, density	Huntley & Freeman 2016

	Analytical method	Operating condition	Noninvasive	<i>In situ</i>	Synchrotron	Mapping mode or microbeam	Expected results	References
Spectroscopy	Energy Dispersive X-Ray Spectrometry (EDS or EDX)	<ul style="list-style-type: none"> All kind of objects Coated with C or Au samples (though 'environmental microscopes' that require no coating are becoming more accessible) 	Limited	No	No	Yes	Chemical analysis coupled with SEM or TEM	Chalmin et al. 2003, Chalmin, Menu et al. 2004, Chalmin et al. 2017; d'Errico et al. 2016; Darchuk et al. 2010; Huntley et al. 2015
	Particle Induced X-Ray or Gamma-Ray Emission (PIXE-PIGE)	All kind of objects	Limited	No	No	Yes	Chemical analysis (major, minor, and trace elements), element mapping	Chadefaux et al. 2008; Chalmin et al. 2017; Creagh et al. 2007; Pichon et al. 2010; Zoppi et al. 2002; David et al. 1993 (PIGE)
	X-Ray Fluorescence (XRF)	All kind of objects	Limited	Yes	Yes	Yes	Chemical analysis, handheld device adapted for in situ elemental analysis	p.-Beck, Rousselière et al. 2012; d'Errico et al. 2016; Gay et al. 2015; Huntley 2012; Pitarch et al. 2014; Sepulveda et al. 2015
Spectroscopy	Laser Ablation-Inductively Coupled Plasma-Atomic Emission Spectroscopy or Mass Spectrometry	Dissolution or laser ablation of the sample	No	No	No	No	Chemical analysis, element mapping	Jezequel et al. 2011; Resano et al. 2007; Scadding et al., 2015
	Laser Induced Breakdown Spectroscopy (LIBS)	All kind of objects	No	In development	No	No	Chemical analysis	Bassel et al. 2016; Borba et al. 2012; Lofrumento et al. 2012; Prieto et al. 2000; Bruder, Menut Et Detalle 2007

Raman Spectroscopy (RS)	All kind of objects	Limited	Yes	No	Yes	Mineralogical and organic compound identification	Edwards et al. 2000; Hernanz, Gavira-Vallejo et al. 2006; Hernanz, Beatriz et al. 2006; Hernanz 2015; Pitarch et al. 2014
Fourier Transformed Infrared (FTIR)	<ul style="list-style-type: none"> All kind of objects Powder Transparent pellet of KBr 	Limited	No	Yes	Yes	Mineralogical and organic compound identification	<ul style="list-style-type: none"> Bonneau et al. 2012; Darchuk et al. 2010; Hunt et al. 2016 Syn-: Hunt et al. 2015
<i>Structural</i> X-ray Diffraction (XRD)	<ul style="list-style-type: none"> All kind of objects Powder Capillary 	Limited	In development	Yes	Yes	Mineralogical identification and information of the degree of crystallinity and structural default	<ul style="list-style-type: none"> p-: Beck, Salomon et al. 2012; Rifkin et al. 2016; Rotondo et al. 2010 syn-: Creagh et al. 2007; Huntley et al. 2014
<i>Tomography X-Ray Diffraction (Tomo-XRD)</i>	Capillary	Limited	No	Yes	Yes	Mineralogical identification and localization, information on the degree of crystallinity and structural default	Cer soy et al. 2015
X-Ray Absorption (XAFS, XANES)	<ul style="list-style-type: none"> Powder Cross-section Small objects 	Limited	No	Obligatory	Yes, but time consuming	Mineralogical identification	Chalimin, Vignaud et al. 2006; Farges et al. 2005; Gay et al. 2015

p-, portable device; syn-, synchrotron facility. In bold: commonly applied techniques; in italic: rarely applied techniques.

AII. Fiches synoptiques des principaux projets en cours

- **Pigmentoθήque** : PCR (projet collectif de recherche) avec H el ene Salomon, financ e par la DRAC de la r egion Auvergne-Rh one-Alpes - 2016-2023
- **Color-Sources** : ANR port e par M. Lebon (MNHN, Paris) - 2022-2025
- **Patrimalp** : projet CDTools IDEX ComUE UGA, avec L. Riviere (LUHCIE, UGA), V eronique Adam (Litt&Art, UGA) P. Martinetto (Institut N eel, UGA) - 2022-2025
- **MIRA** : AAP USMB avec J.-J. Delannoy et C. Defrasne - 2022-2023
- **SEMIOTIC** : AAP MITI, Nouvelles fronti eres de l'arch eologie : Connaissance et pr eservation des mat eriaux anciens avec C. Defrasne et B. Schmitt - 2023-2024

AII.1. PIGMENTOTHEQUE

Comprendre l'origine des matériaux : la construction d'une Pigmentothèque

Pour systématiser et structurer les travaux sur l'origine des matières colorantes, un **Projet Collectif de Recherche – le PCR Pigmentothèque** a débuté en 2016. Son objectif était de construire et développer des outils partagés, des méthodes d'investigation, des collections géologiques, des échantillons préparés et des données permettant de répondre aux questions relatives aux exploitations anciennes de matières colorantes.

La Pigmentothèque vise également à décrire les propriétés mécaniques, visuelles et texturales des roches (critères sensibles et d'exploitabilité) afin d'accompagner les expérimentations en cours et à venir. L'ensemble de la méthode développée dans le cadre de la Pigmentothèque s'appuie sur l'expérience du réseau des lithothèques [1,2] en l'adaptant, ainsi que sur les méthodes déjà mises en pratique pour les matières colorantes en contexte archéologique [3].

Objectif général

L'objectif principal de l'édification de la Pigmentothèque réside dans la mise en place d'un outil dynamique en lien avec les autres matériauthèques, en particulier le Réseau des lithothèques [1, 4-6] qui permet de restituer les premières séquences des chaînes opératoires et ainsi d'aborder les questions de choix opérés et contraints par la nature des matières premières disponibles, les stratégies, les connaissances et les valeurs partagées, les réseaux d'approvisionnement, les modalités de circulation des matières, des hommes ou des idées, les territoires et donc les espaces dans lesquels se sont inscrites les sociétés au cours du temps. C'est en effet le point de départ des chaînes opératoires qui permet de restituer les éléments à partir desquels on peut reconnaître des traditions culturelles. Pour aborder ces problématiques, l'établissement de référentiels géologiques se place désormais comme un préalable indispensable à la mise en évidence des exploitations des ressources minérales par les populations de la Préhistoire. L'analyse des réseaux de circulation des matières colorantes trouve ainsi tout son sens dans le contexte plus large de l'exploitation de l'ensemble des matières (ressources siliceuses destinées à la taille, les coquilles, la faune). Au-delà de la détermination des caractéristiques des matières premières et de la distance qui sépare les gîtes des sites archéologiques, la mise en place de la Pigmentothèque vise à restituer de manière systémique, c'est-à-dire par un dialogue avec les travaux menés sur l'exploitation des autres ressources, et dans la diachronie, la fluctuation des territoires, les modalités d'exploitation des ressources et les aires d'influence.

A l'origine de la Pigmentothèque

L'idée et la conception de la Pigmentothèque résulte des investigations menées par plusieurs membres du programme (Julien Monney, Hélène Salomon et Jean-Victor Pradeau), initiées depuis 2003. Ces premières actions, sous forme d'investissements bénévoles ou comprises dans des programmes de recherche de courte durée, et concernant différentes régions isolées

(sud-est et sud-ouest du Bassin parisien, Dordogne, Hérault, sud de l'Ardèche, nord du Gard, Alpes-Maritimes) ont donné non seulement l'occasion de croiser les expériences et les sources documentaires, mais encore avec la contribution des membres de l'équipe formée depuis 2016, de poser les principes fondamentaux et fondateurs de la mise en commun des références géologiques et d'harmonisation des modalités d'enregistrement, de caractérisation et de traitement des collections de référence et enfin de leur spatialisation.

Dans un premier temps, les travaux se sont concentrés sur une zone géographique-test pour poser les enjeux, intérêts et difficultés de la Pigmentoθήque : cette zone couvre les gorges de l'Ardèche et du Gardon et leurs alentours où la collection a été développée. De plus, une forte concentration de sites paléolithiques, notamment ornés s'y situe. Enfin cette aire soulève plusieurs enjeux méthodologiques comme la diversité des ressources de matières colorantes qui ont pu être largement exploitées et des contextes géologiques contrastés.

Organisation et attendus

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

- Elaborer un **atlas des ressources** riches en oxy(hydroxy)des de fer et de manganèse disponible sous la forme d'une base de données informatisées comportant une documentation photographique multiscalair du terrain à l'échelle microscopique, les informations de localisation, de gîtologie, les caractéristiques lithologiques, pétrographiques et physico-chimiques des références géologiques, mais aussi disponible de manière physique en plusieurs lieux de conservation (EDYTEM et Musée d'Ornac l'Aven) ;
- **Géoréférencer** les formations à matières colorantes à l'échelle du sud de l'Ardèche et du nord du Gard dans un premier temps, une extension géographique sera discutée en fonction des collaborations et des axes proposés selon les années ;
- **Comparer** avec des séries de roches pigmentaires archéologiques, voire à des peintures ou dessins sur parois (*cf.* chapitre II) ;
- **Diffuser** auprès des acteurs concernés les banques de données de géomatères colorantes de référence, en précisant leurs caractéristiques intrinsèques ;
- **Former les collègues** et les futurs collègues à la reconnaissance et à la caractérisation des matières colorantes, afin que ce type de vestiges soit traité dans de bonnes conditions dès la fouille de manière à être étudiés ;
- **Diffuser les apprentissages méthodologiques** tant en ce qui concerne la caractérisation de ces matières que pour ce qui est de la spatialisation des informations générées afin que les résultats des différentes équipes puissent être comparés et croisés.

Méthode générale

Les roches riches en oxy(hydro)des de fer et de manganèse utilisées durant le Paléolithique jusqu'au Néolithique sont très diversifiées. Ces roches, associées à des contextes de formation

et d'évolution des dépôts géologiques, présentent des caractéristiques remarquables à différentes échelles d'observation (nature des minéraux porteurs du fer, niveau d'oxydation du fer, concentration en fer, couleur, texture, fabrique, éléments figurés, état de fraîcheur *versus* état d'altération, ciment et matrice, inclusions minérales, couleur et pouvoir colorant, dureté), d'où la nécessité d'adopter une approche solide pour identifier et décrire ces matières et leurs origines géologiques et être à même de les comparer entre elles.

Ces méthodes, qu'elles soient ou non destructives, se révèlent plus ou moins efficaces en fonction des contextes géologiques et archéologiques étudiés, mais aussi en relation directe avec la composition des roches analysées, dont les constituants sont souvent présents en quantités et concentrations très variables au sein d'un même gisement géologique (filon, couche, altérite...), voire d'un même objet. Nous avons récemment démontré la nécessité de recourir à des moyens d'investigation complémentaires dans le cadre d'observations et d'analyses multiscalaires. Les critères descriptifs, fondés sur les géosciences et les méthodes d'identification des empreintes des gîtes (par la pétrographie, la minéralogie et la géochimie) ont été fixés et la méthode/démarche peut être appliquée à un vaste corpus de références géologiques.

Depuis 2016, le principe méthodologique est resté le même et basé sur des grandes étapes de la recherche documentaire, la prospection, la caractérisation et enfin la restitution sous forme de système d'information géolocalisé (SIG). En revanche, au sein de chaque grande étape, la méthodologie n'a cessé d'être réévaluée, discutée, ajustée et améliorée à la vue des verrous rencontrés et suite à des échanges de pratiques au sein de l'équipe grandissante de la Pigmentothèque. En effet, des formulaires ont évolué et ont été ensuite validés par les collègues de disciplines différentes (archéologues, conservateurs, géologues, physico-chimistes, ...).

A partir des différentes étapes de cette démarche, il est possible d'alimenter une boîte à outils opérationnelle dans un objectif de partage et une volonté de pédagogie pouvant ensuite alimenter la réflexion et la comparaison avec le matériel archéologique.

Ma contribution

Au-delà de l'organisation du projet, sa gestion administrative et le suivi des budgets, je suis particulièrement impliquée dans l'acquisition et la gestion des données par spectroscopie de réflectance diffuse avec B. Schmitt (IPAG) sur l'ensemble des échantillons de la collection. Je supervise également l'acquisition des données géochimiques avec Anne-Lise Develle en spectroscopie de fluorescence des rayons X à longueur d'onde dispersive.

Concernant les prospections de terrain, j'organise les prospections en Savoie, dans le cadre des sites à peintures schématiques néolithiques (Tour de la Féclaz - massif des Bauges et Rocher du Château - vallée de la Haute Maurienne) ainsi que dans les Monts du Vaucluse et les Alpilles à la recherche des gîtes d'approvisionnement en matières colorantes des nombreux sites ornés rapportés au Néolithique.

Equipe impliquée

Hélène Salomon / CNRS - EDYTEM : co-direction du projet, prospection, documentation, observations pétrographiques, analyses physico-chimiques
Lucile Beck / CEA : mesures PIXE
Estelle Camizuli / indépendante : Géologie minière, SIG
Claire Chanteraud / USMB - EDYTEM : prospection, pétrographie, analyses physico-chimiques, lexique, BdD, contribution au rapport
Aurélié Chassin de Kergommeaux / USMB - EDYTEM : prospection, pétrographie, analyses physico-chimiques, lexique, BdD, préparations d'échantillons, contribution au rapport
Claudia Defrasne / CNRS - EDYTEM : prospection, opération archéologique du Trou de la Féclaz et d'Otello
Laure Dayet / TRACES : méthodologie
Vincent Delvigne / ULg - PACEA : matériauthèque (BdD géomatères), formations, prospection, lexique
Anne-Lise Develle / CNRS - EDYTEM : analyse XRF, MEB-EDS, dispositif porte-échantillon
Olivier Dubreuil / CEA : traitement de mesures chimiques et aide à la mise en page
Paul Fernandes / Paléotime - PACEA : matériauthèque (BdD géomatères et SIG), formations, lexique
Raphaël Gallet / CNRS - EDYTEM : dispositif porte-échantillon
Dominique Gasquet / USMB - EDYTEM : pétrographie, lexique
Kim Genuite / USMB - EDYTEM : géomorphologie
Eric Goemaere / IRScNB : prospection, pétrographie, physico-chimie, lexique
Patricia Guillermin / Musée du Grand Aven d'Ornac : accueil de la matériauthèque
Manuel Henry / GET : analyses physico-chimiques
Matthieu Lebon / MNHN : prospection, analyses physico-chimiques
Quentin Lemasson / C2RMF : mesures PIXE et traitement mesures chimiques
Esther López Montalvo / CNRS TRACES : prospection
Guilhem Mauran / MNHN : prospection, analyses physico-chimiques
Romain Mensan / indépendant - TRACES : prospection
Brice Moignard / C2RMF : PIXE
Julien Monney / indépendant - EDYTEM : prospection, documentation
Claire Pacheco / C2RMF : mesures PIXE et traitement mesures chimiques
Laurent Pichon / C2RMF : mesures PIXE et traitement mesures chimiques
Cécile Pignol / USMB - EDYTEM : archivage, BdD
Jean-Victor Pradeau / collaborateur : prospection, pétrographie, lexique
Magali Rossi / USMB - EDYTEM : pétrographie, lexique
Giorgia Sardelli / USMB - EDYTEM - U-Ferrara : prospection, préparation d'échantillons, pétrographie, MEB, PIXE, lexiques, contribution au rapport
Bernard Schmitt / CNRS - IPAG : spectroscopie de réflectance diffuse (analyse et traitement de données), création du PIG@SSHADÉ, contribution au rapport
Fayçal Soufi / USMB - EDYTEM : préparation d'échantillons
Wafaa Bouits / CNRS - EDYTEM : préparation d'échantillons
Christophe Tuffery / INRAP-CEPAM : BdD géomatères, application de terrain

Etudiants depuis 2016

Nina Criton - master géoscience appliqué à l'archéologie (2022) : prospections, pétrographie et analyses physico-chimiques
Mathilde Waymel – licence ENSG 2020/2021 – soutenance en septembre 2021
Marianne Le Turnier – master archéométrie université de Bordeaux Montaigne 2020/2021 – soutenance en juin 2020
Iris Querenet Onfroy de Bréville – master préhistoire université de Paris 1 2020/2021 – soutenance en juin 2021

Claire Chanteraud - doctorante USMB : prospection et analyses physico-chimiques. Thèse soutenue le 18 septembre 2020
Aurélien Chassin de Kergommeaux - master géologie 2018/2019 : prospections, pétrographie et analyses physico-chimiques. Projet long de fin d'étude (ENS Lyon) 2020 : prospection, pétrographie, analyses physico-chimiques. Doctorante USMB depuis le 1 septembre 2020
Giorgia Sardelli - doctorante Université de Ferrara et USMB (co-tutelle Vinci) depuis le 1 octobre 2020 : prospections, pétrographie et analyses physico-chimiques.
Gauthier Trumel – master préhistoire université de Toulouse Jean-Jaurès 2018/2019 – soutenance en septembre 2019
Margot Demange : master géologie 2016/2017
Florent Betsch : master enseignement physique chimie 2016/2017
Claire Shang : master enseignement physique chimie 2016/2017
Eva Fabro : master géologie 2015/2016
Laura Guenoden : licence, analyses physico-chimiques 2015/2016

Production scientifique associée

Rapports de 2016 à 2022

Salomon H. et Chalmin E. « Constitution d'une Pigmentoθήque » : un outil pour comprendre l'approvisionnement en matériaux colorants durant la Préhistoire. PCR - DRAC Auvergne Rhône Alpes - Service d'Archéologie

Articles

Salomon, H., Chanteraud, C., Chassin de Kergommeaux, A., Monney, J., Pradeau, J.-V., Goemaere, E., Coquinot, Y. & Chalmin, E. 2021. A Geological Collection and Methodology for Tracing the Provenance of Palaeolithic Colouring Matter, *Journal of Lithic Studies*, special issue : The value of lithic raw materials in defining prehistoric social territories, 8(1), open access.
Chalmin, E., Schmitt, B., Chanteraud, C., de Kergommeaux, A.C., Soufi, F. & Salomon, H., 2021. How to distinguish red coloring matter used in prehistoric time ? The contribution of visible near-infrared diffuse reflectance spectroscopy. *Color Research & Application*, 46(3), pp.653-673.
Chanteraud, C., Chalmin, É., Lebon, M., Salomon, H., Jacq, K., Noûs, C., Delannoy, J.J. & Monney, J., 2021. Contribution and limits of portable X-ray fluorescence for studying Palaeolithic rock art : a case study at the Points cave (Aiguèze, Gard, France). *Journal of Archaeological Science : Reports*, 37, p.102898.

Communications orales

Chanteraud C., Chalmin E., Chassin de Kergommeaux A., Goemaere E., Pradeau J-V, Salomon H., Monney J. De l'importance des références géologiques de roches ferrugineuses pour la reconnaissance des matières archéologiques, communication à la journée CAI-RN « De la conception à l'épistémologie : nature, concepts et enjeux des référentiels en archéométrie et sciences de la conservation », mai 2022.
Chassin de Kergommeaux A., Rossi M., Salomon H., et al. La variabilité des roches rouges et jaunes collectées au Magdalénien à Pincevent : genèse, sélection et altération, (Lyon, 1-5 nov. 2021).
Chalmin E., Salomon H., Monney J., Chanteraud C., Demange M., Soufi F., Camizulli E., Pradeau JV, Fabro E. « Contribution d'une Pigmentoθήque, un outil pour comprendre l'approvisionnement en matières colorantes durant la Préhistoire », Journée thématique BDD du réseau CAIRN, Nice, 15 mars 2017
Chalmin E., Salomon H., Monney J. « Construction d'une Pigmentoθήque, comment et pourquoi ? Apport de l'étude géochimique et ses limites. » Séminaire CNP/LIA-ARTEMIR « Couleurs et parois ornées », CNP Périgieux, 25-26 avril 2016
Chalmin E., Salomon H., Pradeau J.V., Monney J., Chanteraud C. « Towards a library of raw ferruginous and manganous rocks: challenges to source coloring rocks used during the Prehistory », Colloque international de l'Union des Sciences Préhistoriques et Protohistoriques, Paris, 3-6 juin 2018
Chalmin E., Salomon H., Monney J., Chanteraud C., Pradeau JV, Fabbro E. « Construction d'une bibliothèque de matériaux colorants naturels : Le début d'une Pigmentoθήque », 21e colloque Groupe des Méthodes Pluridisciplinaires Contribuant à l'Archéologie, Rennes, 18-21 avril 2017

Références bibliographiques

- [1] Fernandes, P., 2015. PCR Réseau de lithothèques en Rhône-Alpes. ADLFI. Archéologie de la France- Informations. Une revue Gallia.
- [2] Fernandes, P., Delvigne, V., Vaissie, E., et al. 2020. Réseau de lithothèques en Auvergne - Rhône-Alpes (Research Report). Paléotime ; Service régional de l'archéologie Auvergne - Rhône-Alpes.
- [3] Salomon, H., Chalmin, E., Chanteraud, C., et al. 2022. Constitution d'une "Pigmentoθήque" : un outil pour comprendre l'approvisionnement en matériaux colorants durant la Préhistoire. Rapport intermédiaire 2021 (Research Report No. 2213729). DRAC - SRA Auvergne Rhône Alpes.
- [4] Bressy, C., Bintz, P., 2002. Inventaire des ressources siliceuses et projet de mise en réseau des lithothèques du quart sud-est de la France. Les industries lithiques taillées holocènes du bassin rhodanien : problèmes et actualités 69–77.
- [5] Fernandes, P., 2012. Itinéraires et transformations du silex : une pétroarchéologie refondée, application au Paléolithique moyen (PhD Thesis).
- [6] Tomasso, A., Binder, D., Martino, G., Porraz, G., Simon, P., Naudinot, N., 2013. Ressources lithiques, productions et transferts entre Alpes et Méditerranée.

Financement

PCR Pigmentoθήque - Service régional de l'Archéologie de la région Auvergne Rhône Alpes : entre 9000 et 13000€/ an en 2016, 2018, 2019, 2020, 2021 et 2022.

AAP Transfert - USMB - 10 k€ en 2020

AII.2. COLOR-SOURCES

Méthodologies pour l'étude de la provenance des matières colorantes préhistoriques : implication de l'ANR Color-Sources

Contexte

Depuis le lancement du projet Pigmentothèque en 2016 et la mise en place d'une stratégie d'étude naturaliste et archéométrique des matériaux géologiques, la volonté de partager les compétences, le vocabulaire et les protocoles n'a cessé de grandir dans un premier temps avec nos étudiants, nos collègues à l'échelle nationale puis internationale. La dynamique ainsi impulsée à donner lieu à la création d'un projet parallèle de Pigment-HO, Pigmentothèque en vallée de l'Homme et Bassin aquitain (PCR porté par Matthieu Lebon et Laure Dayet, SRA-DRAC Nouvelle Aquitaine), mobilisant cette stratégie appliquée aux contextes archéologiques du Paléolithique moyen au Paléolithique supérieur de Dordogne. Ce PCR PIGMENT-HO a pour but de fédérer ces recherches et de permettre de mutualiser, structurer et diffuser plus largement le travail de prospection et de référencement des gites de matières colorantes dans cette région aquitaine.

Ces 2 PCR s'alimentent respectivement et donnent un cadre scientifique et épistémologique pour développer l'étude des matières colorantes et fournir des référentiels géologiques dans différentes régions de France. Pour autant, le cadre de ces projets ne permet pas le développement méthodologique multi-méthodes nécessaire pour prendre en considération la diversité des protocoles d'analyses et l'hétérogénéité des données produites entre laboratoires et équipes de recherche : ces biais limitent la comparaison des données entre les études et freinent la généralisation de ces approches. De plus pour palier à la difficulté d'analyser et comparer la composition de blocs de matières colorantes et celle de résidus à la surface d'artéfacts, il faut développer des stratégies robustes de traitement de données.

Objectif

Ainsi est né le projet Color-Sources, porté par Matthieu Lebon et financé par l'ANR pour impulser une nouvelle dynamique aux études de provenances des matières colorantes préhistoriques à l'échelle nationale et internationale, en développant et en mutualisant les connaissances et méthodologies nécessaires à la constitution de collections géologiques de référence et à leur comparaison avec des corpus archéologiques. L'objectif sera réalisé en développant une dynamique de « science ouverte » et de production de données « FAIR » (Facile à trouver, Accessible, Interopérable, Réutilisable). Pour cela, Color-Sources s'appuiera sur un consortium interdisciplinaire pour (i) mettre en commun les expériences acquises sur nos différents terrains afin de mieux comprendre les chaînes évolutives, élaborer une méthodologie commune d'étude des matières colorantes et la mettre en œuvre sur un terrain commun : la Dordogne et sa périphérie ; (ii) développer des protocoles d'acquisition des données interopérables, améliorer les protocoles de traitement statistique des données produites (notamment des données élémentaires), et développer une méthodologie d'analyse élémentaire par LA-ICP-MS/MS pouvant être appliquée à la fois sur des blocs et des résidus

de matières colorantes afin de limiter les biais induits par l'utilisation de plusieurs techniques différentes ; (iii) concevoir un système d'information permettant de sauvegarder, réutiliser et diffuser les données acquises par la communauté française sur les sources de matières premières utilisées pendant la Préhistoire.

Le programme Color-Sources se structure en 3 WP :

WP 1.1/ Confronter les méthodologies employées jusqu'ici par les membres du consortium pour établir une méthodologie commune de recherche de gîtes de matières colorantes et la tester sur plusieurs contextes archéologiques dans une même zone géographique : la Dordogne et sa périphérie.

WP 1.2/ Documenter les chaînes évolutives des matières colorantes, par l'étude de plusieurs gîtes aux caractéristiques différentes.

WP 2.1/ Développer des protocoles interopérables d'acquisition des données. Il s'agira d'inter-calibrer nos systèmes analytiques, sur des jeux d'échantillons communs, notamment pour l'analyse élémentaire couramment utilisée pour nos projets.

WP 2.2/ Optimiser les protocoles de traitements statistiques des données. Il s'agira d'optimiser les protocoles de prétraitements des données (sélection des données significatives, normalisation des données) et des protocoles d'analyses multivariées adaptés à nos données.

WP 2.3/ Établir des protocoles adaptés à l'analyse des résidus. Pour cela, nous avons choisi de focaliser nos efforts sur l'analyse par ICP-MS/MS à Ablation Laser dont les premiers résultats montrent la faisabilité et le potentiel pour la caractérisation micro-invasive de blocs et de résidus à la surface d'objets archéologiques.

WP 3/ Développer une base de données (BdD). Il s'agira de construire la structure permettant le stockage, le suivi, la pérennisation et la réutilisation des informations relatives à la localisation et à la nature des gîtes, la localisation des lithothèques et des échantillons qu'elles contiennent, mais encore les caractéristiques structurelles, minéralogiques et chimiques des références aussi bien que des échantillons archéologiques, ainsi que toute la documentation associée. Cet outil sera construit en collaboration avec les membres du GDR Silex et interopérable avec leur système ; il servira à la diffusion de l'ensemble des données acquises.

Mon implication

Mon travail s'intègre principalement dans les WP 2.1 et 3 permettant de m'appuyer sur la méthodologie déjà éprouvée (*cf* chapitre II), de proposer une expertise pour la construction de la base de données, d'intégrer mes données acquises sur des matériaux géologiques dans cette base de données et également proposer des perspectives en terme analytique. Je participe à l'organisation du travail de litholamelage avec la responsabilité de Wafaa Bouits, embauché dans le projet. Je coordonne avec Anne-Lise Develle, la mise au points de méthode de quantification des matrices chargées en fer en spectroscopie de fluorescence des rayons X

(TIGER, dispersif en longueur d'onde). Je participe à la rédaction du plan de gestion des données.

Personnes impliquées

Partenaire	NOM	Prénom	Position	Rôle(s) et Responsabilité(s)	WP	Implication
HNHP	LEBON	Matthieu	EC	Porteur, Archéométrie	0,1,2,3	36
HNHP	CHIOTTI	Laurent	Ass. Rech.	Archéologie - Fouilles archéologiques	1,3	1
HNHP	GALLET	Xavier	IE	Géologie - Archéométrie	1,2,3	8
HNHP	GARBE	Lisa	Tech.	Préparation d'échantillons	1,2,3	8
HNHP	GOMES	Germain	AI	SIG	3	4
HNHP	GREGOIRE	Sophie	EC	Pétro-archéologie	1,3	1
HNHP	MAURAN	Guilhem	Ch. Associé	Archéométrie - Matières colorantes	2,3	1
HNHP	NESPOULET	Roland	EC	Archéologie - Conservation des collections	1,3	1
HNHP	PLEURDEAU	David	EC	Archéologie - Fouilles archéologiques	1,3	1
HNHP	PUAUD	Simon	IE	Géologie - Pétrographie	1,2,3	8
HNHP	SAOS	Thibaud	EC	Géologie - Archéométrie	1,2,3	2
EDYTEM	CHALMIN	Emilie	EC	Archéométrie - Matières colorantes	1,2,3	12
EDYTEM	CHANTERAUD	Claire	Ch. Associé	Archéométrie	1,3	1
EDYTEM	CHASSIN DE KERGOMMEAUX	Claire	Doctorante	Géologie - Matières colorantes	1,3	2
EDYTEM	DEVELLE	Anne-Lise	IR	Géochimie	1,2,3	8
EDYTEM	PIGNOL	Cécile	IE	Bases de données	3	6
EDYTEM	SALOMON	Hélène	CR	Archéologie - Matières colorantes	0,1,3	18
EDYTEM	SOUFI	Fayçal	IE	Préparation d'échantillons	1,2,3	4
ISTeP	CARON	Benoît	IR	Géologie - Géochimie	1,2,3	4
BBEES	CALLOU	Cécile	EC	Bases de données	3	1
BBEES	BALY	Isabelle	IE	Bases de données	3	2
BBEES	MARTIN	Chloé	IR	Bases de données	3	2
CEPAM	PASQUALINI	Antoine	IE	Bases de données	3	1
TRACES	DAYET	Laure	Ch. Associé	Archéométrie - Matières colorantes	1,2,3	18
TRACES	MENSAN	Romain	Ch. Associé	Géomorphologie - Fouilles archéologiques	1,3	1
INRAP	TUFFERY	Christophe	IR	Bases de données	1,3	1
IRAMAT	LE BOURDONNEC	François-Xavier	EC	Archéométrie - Analyse de données	2,3	2,4
ArScAn	PORRAZ	Guillaume	CR	Archéologie - Fouilles archéologiques	1,3	0,5
UMS 2AD	BLIN	Amandine	IE	Analyse de données	2,3	3
PACEA	LANGLAIS	Mathieu	CR	Archéologie - Fouilles archéologiques	1,3	0,5
PACEA-MNP	CRETIN	Catherine	Cons.	Archéologie - Conservation	1,3	0,5
Univ. Liege	DELVIGNE	Vincent	Ch. Associé	Pétro-archéologie	1,3	0,5
PACEA	DUCASSE	Sylvain	CR	Archéologie - Fouilles archéologiques	1,3	0,5
PACEA	FERNANDES	Paul	Ch. Associé	Pétro-archéologie	1,3	1
PACEA	MORALA	André	Ch. Associé	Archéologie - Pétréoarchéologie	1,3	0,5
PACEA-MNP	FOURMENT	Nathalie	Cons.	Archéologie - Conservation	1,3	0,5

Tableau 1 : Partenaires et personnes impliquées dans le projet Color-Sources (hors recrutements et étudiants). « EC » : Enseignant chercheur ; « IE » : Ingénieur d'étude ; « IR » : Ingénieur de recherche ; « AI » : assistant ingénieur ; « CR » : chargé de recherche ; « Cons » : Conservateur, « Ch. Associé » : Chercheur(e) associé(e), « Ass. Rech. » : Assistant de recherche. Implication en mois.

Financement

ANR, CE27 « Culture, créations, patrimoine », 2022-2025 (48 mois)

Porté par M. Lebon

AII.3. PATRIMALP

Science du Patrimoine ; regard croisé sur l'œuvre

Contexte

La proximité géographique d'équipes souhaitant s'impliquer dans l'étude des objets du patrimoine a été un des ingrédients de la mise en place d'une pluridisciplinarité nouvelle dans la région grenoblo-chambérienne. Cela a été également un vecteur important pour rendre plus lisible mes attentes et ma démarche scientifiques. C'est dans cette dynamique que j'ai souhaité m'impliquer dans des sciences renouvelées du patrimoine à l'échelle de la COMUE de l'UGA, notamment en co-portant le projet Patrimalp (<https://patrimalp.univ-grenoble-alpes.fr>, financement IDEX, CDP, UGA 2017-202). Celui-ci a été pérennisé par un financement IDEX CDTools, UGA 2022-2025. L'objet et le défi majeur de ce projet consistaient et consistent à créer une dynamique interdisciplinaire sur le patrimoine culturel matériel et d'en ouvrir de nouvelles connaissances tant vers sa conservation, sa valorisation et sa diffusion dans la société contemporaine.

Il ne s'agit pas de juxtaposer les disciplines les unes à côté des autres, mais bien de co-construire un regard novateur sur les objets frontières, c'est-à-dire porteurs d'un intérêt scientifique pour chacune des disciplines impliquées dans le projet. La démarche scientifique consiste donc à étudier dans une interdisciplinarité assumée et volontariste des objets patrimoniaux (= artefact, objet issu de mains humaines) datés du Néolithique à l'époque préindustrielle, conservés dans les Alpes occidentales et le couloir rhodanien. Ces objets sont étudiés selon une approche intégrative par l'ensemble de neuf laboratoires partenaires (EDYTEM, Institut Néel, Laboratoire Universitaire Histoire Culture Italie Europe, Laboratoire d'Informatique de Grenoble, Arc Nucléart, Laboratoire Jean Kuntzmann, European Synchrotron Radiation Facility, et nouvellement arrivés l'Institut de Planétologie et d'Astrophysique de Grenoble et le laboratoire Litt&Arts).

Objectifs

Les objectifs principaux visent :

- (i) Une analyse intrinsèque pour reconstituer toutes les étapes qui ont permis leur réalisation (matériaux, sources d'approvisionnements, procédés, savoir-faire, modèles) et leurs transformations, dégradations/altérations jusqu'à nos jours.
- (ii) Une analyse extrinsèque pour les replacer dans leur contexte historique de création (environnement naturel, socio-économique, culturel, symbolique) et restituer le mieux possible leur histoire jusqu'à l'époque actuelle.
- (iii) Une restitution de l'objet patrimonial dans sa matérialité ancienne permettant, à l'aide d'expérimentations en sciences du numérique :
 - de valider - ou non- les résultats obtenus par les autres disciplines ;
 - de servir d'appui pour la démarche de conservation-restauration ;
 - de valoriser l'artefact afin d'en favoriser l'accès auprès du grand public.

La structuration d'une communauté scientifique régionale a permis de créer une visibilité sur les recherches qui y sont menées sur les patrimoines et de s'insérer désormais dans les dynamiques des autres réseaux régionaux ainsi qu'à l'échelle nationale.

Les projets de recherche financés par Patrimalp se concentrent désormais sur la matière colorée des objets culturels matériels anciens. En effet, la matière colorée apparaît comme une interface de premier plan entre nos disciplines : elle questionne tout autant le physico-chimiste, le géologue, le restaurateur, l'historien de l'art, le philologue, le littéraire, le conservateur, l'informaticien, le géomaticien.

L'objectif est de poursuivre dans cette dynamique de partage et d'ouverture des données, dans laquelle je vais poursuivre mon investissement. Il s'agira également de partager ces connaissances avec les institutions culturelles impliquées et engagées dans la valorisation de ces connaissances auprès de la société civile.

Mon implication

Les études réalisées ont d'ores et déjà permis de s'intéresser aux sites d'art rupestre schématique et de financer la thèse de Julien Jacquet et Fatima Danash que je co-encadre. Les données acquises dans le cadre de l'étude des sites d'art schématique alimentent la plateforme Patrimalp (*cf.* chapitre II).

Je participe aux réunions du copil tous les mois. Plusieurs journées d'étude ont été régulièrement organisées depuis quatre ans. Une convention est actuellement en cours de signature avec la Fondation des sciences du Patrimoine afin de pouvoir accéder au dispositif d'appels d'offre de la fondation et de pouvoir collaborer avec d'autres laboratoires impliqués dans les sciences du patrimoine. Nous venons de déposer un projet de financement de thèse avec les laboratoires IPAG et le LSCE comme partenaire (projet REDDISH).

Personnes impliquées

ARC-Nucléart/CEA, EDYTEM, LJK, Institut NEEL, LIG, LUHCIE, ESRE, LITT&ARTS et IPAG, OSUG

Financement

CDTools, IDEX-UGA

porté par V. Adam, P. Martinetto, L. Rivière et E. Chalmin

AII.4. MIRA

MémoIRes des pArois

Contexte et enjeux scientifiques

Le projet porte sur le concept de « mémoire », sur ses appropriations et usages dans les différents champs de recherche mobilisés par EDYTEM et sur la manière de co-construire l'histoire d'un objet donné à partir des traces laissées par les dynamiques environnementales et sociétales passées. Ces traces de différentes natures et temporalités relient mémoire et histoire que nous souhaitons faire dialoguer [1].

Si le concept de mémoire est avant tout discuté et porté par les sciences humaines et cognitives, il est également investi par d'autres champs disciplinaires. En témoignent le recours aux archives naturelles, reconstitutions paléogéographiques, analyses paysagères, traces et gestes laissés par les humains... dans la compréhension des interactions passées sociétés/environnements ; autant d'informations, de mémoires, qui demandent à être dévoilées, discutées, croisées pour construire « Une histoire de nos environnements et des Humanités » [2, 3 et 4]. « La mémoire fait que nous avons une histoire... avoir une histoire, c'est donner sens aux choses, aux valeurs que nous donnons d'un passé » : cette citation de Bergson résonne avec nombre de travaux menés au sein des différentes équipes et disciplines du laboratoire.

Du fait de la diversité des « traces » naturelles et anthropiques qui font « mémoire » d'un lieu, la construction de son histoire est nécessairement interdisciplinaire. Dans ce projet, nous souhaitons la développer au-delà des actuelles connivences scientifiques qui caractérisent les lectures plurielles et approches intégrées des objets de recherche investis dans le thème « Ressources & Patrimoines » d'Edytem (sites miniers, grottes ornées, sites archéologiques et/ou paléontologiques, géopatrimoines, etc.).

L'approche interdisciplinaire, cœur du projet, est un choix fort et partagé. L'objectif est de fédérer davantage de disciplines autour d'objets d'étude communs pour en extraire un maximum d'épisodes, d'événements qui les caractérisent et surtout les faire dialoguer pour construire de nouvelles visions et dimensions scientifiques, voire patrimoniales. Ce projet porte une dimension clairement exploratoire car il vise à sortir de nos « zones de confort » respectives, à connaître, comprendre, se nourrir des démarches des autres dans ses propres recherches et dans un construit collectif.

L'idée force du projet est : comment accéder aux différentes mémoires inscrites dans un lieu pour en co-construire une histoire augmentée à partir de nos différentes perceptions du temps et des agents de transformation (temps de la géologie, temps de la Nature, temps des processus, temps des humains, temps des idées...) ? Si nombre de travaux récents tendent vers des lectures plurielles de l'environnement en démêlant la part des dynamiques environnementales, sociétales et de leurs interactions [5, 6 et 7], peu s'inscrivent sur une analyse visuelle d'un objet volontairement resserré dans l'espace pour optimiser au maximum nos apports respectifs et « forcer » le croisement de nos regards. Les recherches menées sur

des sites à très fortes valeurs patrimoniales et conservatoires ont démontré l'efficacité de cette démarche et de ses apports dans le développement méthodologique et de l'interdisciplinarité [8, 9 et 10].

Objectifs

L'objectif du projet est de rechercher, révéler, articuler toutes les mémoires d'un même site pour en co-construire une histoire qui aille au-delà de la somme des discours disciplinaires.

Une interdisciplinarité à construire : objectifs communs et sites fédérateurs

Les limites d'un tel projet sont (i) la pertinence des sites retenus et leur dimension intégratrice (possibilité de croiser les différents champs disciplinaires), (ii) la volonté des participants d'intégrer leurs résultats dans une approche transverse, (iii) la compréhension des problématiques des autres disciplines et (iv) leur intégration dans ses propres démarches. Ces limites réelles ont été discutées et seront rediscutées tout au long du projet car il s'inscrit dans un véritable processus de co-construction autour des objectifs précédemment cités. Pour tenter de dépasser ces limites, les recherches se concentreront sur deux sites, fédérateurs par leurs caractéristiques morphologiques et historiques, sur lesquels des travaux ont déjà été engagés par les membres de l'équipe en différents domaines et parfois indépendamment les uns des autres. Ils permettront d'intégrer le plus large spectre de lectures possible.

Nous avons également conscience que ce projet est ambitieux car il s'inscrit aux marges de la plupart des champs de recherche investis [11]. C'est pourquoi l'idée est de le conduire sur deux ans et d'être accompagné par des compétences et éclairages de disciplines/chercheurs extérieurs au laboratoire. Autour du concept de mémoire, de la volonté d'articuler dans un même modèle de raisonnement les différentes mémoires abordées, nous ferons intervenir le philosophe E. Coccia [12 et 13] pour discuter ensemble des dimensions mémorielles de nos objets de recherche et penser leurs interactions. Le recours original à un éclairage extérieur sur nos travaux a un double objectif : (i) poursuivre et développer la construction d'une recherche la plus intégrative possible ; (ii) ouvrir nos recherches à d'autres dynamiques développées à l'échelle (inter)nationale (projets ANR COSMO-ART, SCHEMA, projet franco-canadien Chuchuguayha...).

Une recherche en deux temps : de l'identification à la mise en dialogue des mémoires

Si la 1^{ère} année vise l'identification et l'analyse des différentes mémoires inscrites sur un même site, l'accent sera mis durant la 2^e année sur leurs articulations, les hiatus temporels qui les séparent et les ponts à construire pour reconstituer une « histoire intégrée » des sites étudiés. C'est pourquoi une attention particulière sera portée aux manières de représenter les différentes mémoires sur un même support visuel. L'idée est de chercher d'autres formes ou concepts de représentations graphiques : la frise chronosystémique sera mobilisée [14], mais nous souhaitons également aller jusqu'à la construction de visuels expérimentaux faisant dialoguer les différents apports disciplinaires (année 2). Dans cette démarche, nous inviterons

le collectif « architecte, histoire des sciences, philosophe, graphiste » auteur du manuel de cartographies potentielles - Terraforma [15].

Une interdisciplinarité à valoriser : poser les bases d'une recherche à long terme

Outre la publication d'articles en 2022/2023, nous souhaitons valoriser l'ensemble de cette démarche dans un ouvrage collectif (Collection Edytem ou autre) et un colloque projeté en fin de contrat pluri-annuel autour des trois entrées du thème « Ressources et Patrimoines ». Enfin cette réflexion sur les mémoires inscrites dans les parois ou paysages peut être le socle de projets d'envergure nationale (ANR – exemple projet SCHEMA) ou internationale (actions bilatérales franco-canadienne, franco-espagnole, et à construire dans le cadre d'Unita) dont l'objectif serait de faire disparaître les barrières encore trop souvent érigées entre disciplines pourtant complémentaires dans l'étude de nos objets de recherche. D'autres disciplines (écologie microbienne, lichénologie, ethnologie, anthropologie...) encore absentes de notre équipe scientifique pourraient être intégrées à mesure de l'avancement des travaux sur les sites investis.

Repenser la mise en valeur des sites

En plus de renforcer une interdisciplinarité interne au laboratoire EDYTEM et au-delà du laboratoire dans le cadre de coopérations actuelles et à venir (*cf.* études programmées DRAC, DREAL, Ministère Culture), ce projet permettra de repenser la valorisation patrimoniale des sites étudiés. La mise au jour de mémoires jusqu'alors inconnues ou ignorées permettra d'envisager une patrimonialisation prenant en compte l'ensemble des mémoires constituant le site plutôt qu'une patrimonialisation focalisée sur l'une d'entre elles. Dans ce cadre, des échanges avec les acteurs locaux sont envisagés pour proposer de nouvelles solutions de mise en valeur qui pourront être proposées à l'issue du projet.

Ma contribution

Il s'agit à la fois de confronter nos regards respectifs et notre capacité individuelle à percevoir les mémoires enregistrées dans la paroi. L'objectif est donc de participer à des journées de terrain communes, puis de partager nos résultats obtenus sur une surface limitée. Les deux terrains choisis sont le Rocher du Château (Bessans), déjà investigué par ailleurs et le « défilé de Saint Christophe-la-grotte » (Les Echelles). Nous allons devoir imaginer ensemble une sémiologie pour intégrer nos résultats sur un support cartographique 3D. Je pourrais alors proposer l'intégration spatialisée des données physico-chimiques obtenues à partir de points représentatifs. Il s'agira alors de produire des images collectives et intégratives des différentes mémoires identifiées.

Nous pourrions ensuite produire un canevas chronologique des différentes mémoires révélées à partir de chronologie relative et de datation absolue, afin d'aboutir à la construction de frise chronosystémique.

Equipe impliquée

Delannoy J.-J., Defrasne C, Chalmin E, Chassin de Kergommeaux A, Collange Y, Deline P, Duval M, Forget M, Gasquet D, Griggo C, Hoblea F, Jacquet J, Jaillet S, Kemper J, Mai-Yung-Sen V, Rolland Y

Financement

AAP USMB pour 2 ans 2022 et 2023

Références bibliographiques

- [1] RICOEUR, P. 1983. Temps et Récit. Tome 1 : L'intrigue et le récit historique. Paris : Le Seuil
- [2] BECK, C, LUGINBÜHL Y. et MUXART T. 2006. Temps et espaces des crises de l'environnement. Versailles : Quae
- [3] FELD St. et BASSO K.H., (sous la direction) 1996 – Senses of Place, School of American Resarch Edit. Santa Fe
- [4] DELANNOY J.J., 2018 - Discussions autour des notions d'instant, d'archives, de mémoires et d'indicateurs - Karstologia. Mémoires, n°20 pp. 31-51
- [5] BARRAL, Ph., MAGNY M., THIVET M, 2016-De la reconstitution des paysages à l'histoire des sociétés Infolio Editions
- [6] CHAPMAN J., 2000- Fragmentation in archaeology Routledge- London
- [7] MENDEZ, A. (dir.). 2010. Processus. Concepts et méthode pour l'analyse temporelle en sciences sociales. Louvain : Academia-Bruylant
- [8] DELANNOY J.J. et GENESTE J.M (sous la dir.), 2020, Atlas de la grotte Chauvet-Pont d'Arc, Éditions de la Maison des sciences de l'homme - Documents d'Archéologie Française, Paris, 384 p.
- [9] DAVID B., 2002, Landscape, Rock Art and the dreaming, Leicester Univ. Press
- [10] VAN DYKE R.M, and ALCOCK S.E., 2003, Archaeologies of memory, Blackwell Publishing
- [11] HOBLEA F., 2018. Adressing pending and emerging issues related to geodiversity and geoheritage through the concept of "hyper-geosite. Geophysical Research Abstracts, Vol. 20.
- [12] COCCIA E., 2016. Une métamorphose du mélange
- [13] AÏT-TOUATI F, COCCIA E., 2021 (sous la direction) Le cri de Gaïa, Éditions Les empêcheurs de penser en rond- Paris
- [14] BERGERET A., Delannoy J.J., George-Marcelpoil E., Delphine Piazza-Morel, et al., 2015, "L'outil-frise, dispositif d'étude interdisciplinaire du changement territorial." EspacesTemps.net
- [15] AÏT-TOUATI F, ARENES A. et GREGOIRE A., 2019, Terra forma, Manuel des cartographies potentielles, Éditions B42- Paris.

AII.5. SEMIOTIC

Des formes Et Matières de la paroi Ornée à la syntaxe de l'art pariétal schématique holocène

Contexte et enjeux scientifiques

Le projet SEMIOTIC vise à caractériser la syntaxe de l'art pariétal schématique holocène (Ve-IIe mill. avant J.C.) de France méridionale pour en caractériser la nature cognitive. Cet art pariétal est-il schématique au sens défini par la sémiotique cognitive ? Pourrait-il s'agir d'une écriture en images mobilisée pour transcrire et mémoriser des récits ? Pour traiter une telle problématique, il est impératif de développer une approche intégrée des parois ornées croisant archéologie, sciences des matériaux et géomorphologie et ayant pour objectif l'interrogation conjointe des formes graphiques, matières picturales et zones non-ornées des parois. La caractérisation de ces dernières constitue en effet le premier enjeu du projet. Les zones de paroi paraissant dénuées de peintures pariétales le sont-elles vraiment et si oui pourquoi ? Les vides sont-ils naturels (liés à des processus d'altération/d'évolution de la paroi), culturels (constitutifs de la syntaxe des systèmes graphiques) ou liés aux états de paroi au moment de l'acte graphique ? Le second enjeu consiste en l'identification du signal propre à la matière picturale malgré la présence de faciès d'altérations de paroi complexes. Le développement d'une méthodologie multiscalaire et multi-analytique est ainsi envisagé, basée sur la complémentarité (i) des analyses *in situ*, de laboratoire et sur grands instruments; (ii) des études ponctuelles et de surface; (iii) la consultation de bases de données de références. Une attention particulière sera portée au traitement et à l'interprétation des données issues de l'imagerie hyperspectrale, une méthode d'analyse inédite des parois ornées. Les résultats issus de l'analyse des formes graphiques, des matières colorantes et de la nature des vides sont finalement intégrés dans un même modèle spatial mettant en relation chacun de ces aspects pour permettre l'identification d'éléments de syntaxe des systèmes graphiques.

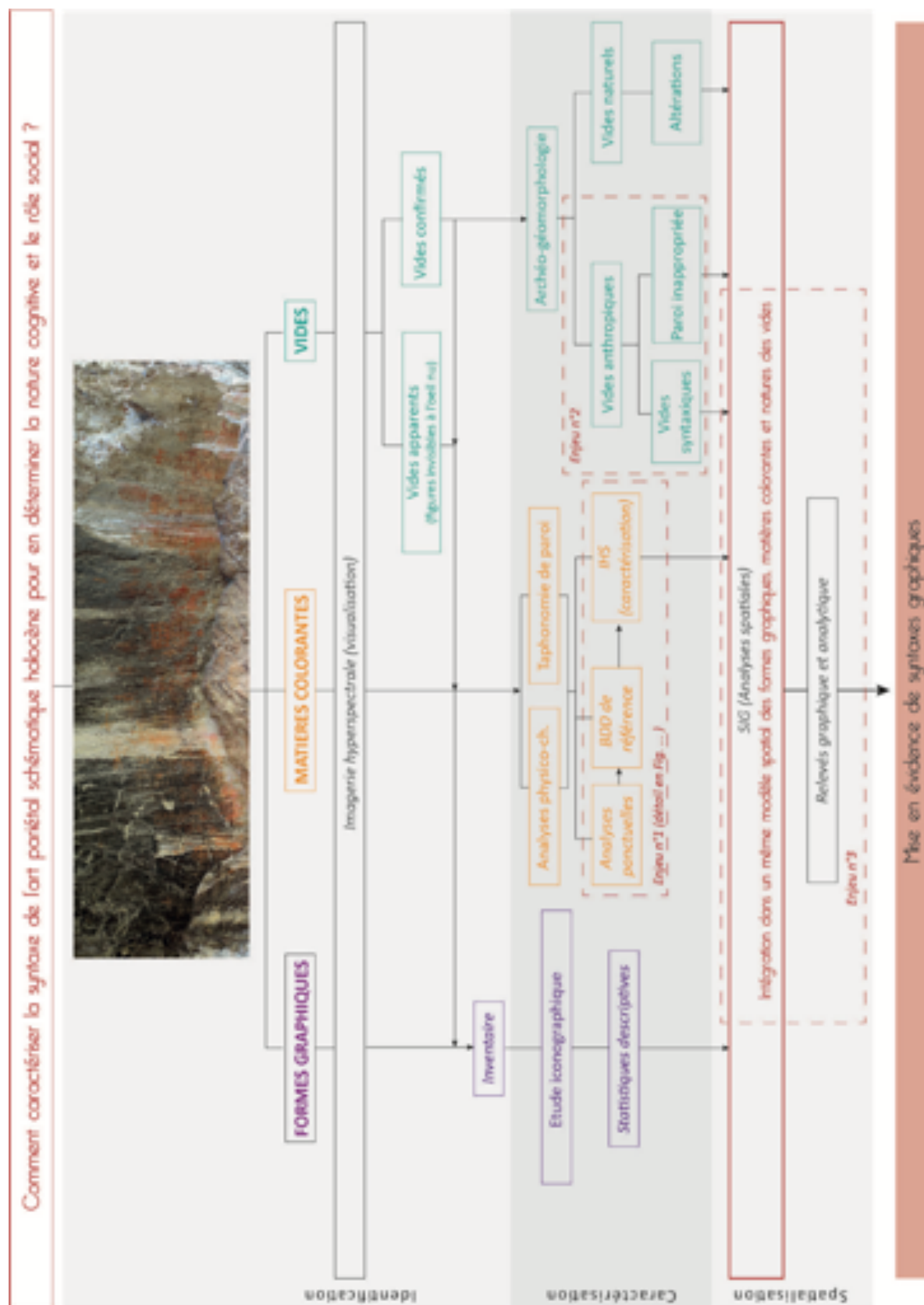


Figure A.1 : Structure du projet SEMIOTIC. Le projet vise (i) la caractérisation des formes graphiques, matières colorantes et « vides » des parois rocheuses ; (ii) leur intégration et interrogation conjointe au sein d'un même modèle spatial dans le but de mettre en évidence des fragments de syntaxes graphiques préhistoriques (DAO : C. Defrasne).

Objectifs

Le projet vise ainsi la construction d'une méthodologie capable de contribuer à la restitution des syntaxes préhistoriques par (i) le croisement des regards disciplinaires (archéologie, géomorphologie, caractérisation physico-chimique des matières picturales et des faciès d'altération) et (ii) le développement d'outils et méthodes analytiques robustes et répliquables (Figure A1). Deux difficultés doivent ici être considérées : (i) la présence de « vides » sur les parois ; (ii) l'accès souvent difficile à la matière picturale de l'art pariétal. La présence de vides est constitutive de la discipline archéologique qui compose avec des vestiges par nature partiels. Ces vides s'imposent à différentes échelles (paroi, site, groupe de sites, région) et compromettent toute analyse spatiale qui n'en aurait pas questionné l'origine, et ici l'analyse syntaxique des systèmes graphiques. Comment être sûr que ce que l'on identifie est représentatif de ce qui a existé et de ce qui est préservé ? Pour appréhender la syntaxe de cet art pariétal et en extraire des informations anthropologiques, il est indispensable de s'assurer de l'identification de toutes les figures préservées et de l'origine des « vides » confirmés. Sont-ils volontaires et liés à la syntaxe des systèmes graphiques ? Sont-ils issus de l'évolution géomorphologique de la paroi (blocs effondrés...), d'altérations anthropiques (réappropriation de la paroi, graffiti...) ou naturelles (encroûtement, lessivage, desquamation), ou liés aux états de paroi contemporains des actes graphiques favorables ou non à l'apposition ou la conservation des peintures (nature de la roche, granularité, porosité, degré d'humidité) ? La deuxième difficulté concerne l'accès aux matières picturales. Celles-ci sont indispensables à la compréhension des syntaxes de l'art pariétal. Leur caractérisation permet notamment la mise en évidence de superpositions parfois invisibles à l'œil nu, le regroupement objectif de figures sur la base de leur composition, l'identification d'une évolution chronologique des « recettes » et sources d'approvisionnement en matières colorantes ainsi que la caractérisation de la chaîne opératoire de la matière picturale mettant en lumière les pratiques sociales associées. Toutefois, l'accès à la matière picturale est rendu difficile du fait (i) des processus taphonomiques qui ont affecté la paroi ; (ii) de la présence de nombreuses superpositions souvent difficile à distinguer. Comment dissocier le signal de la paroi et de ses altérations et celui de la matière picturale ? Comment être sûr que l'analyse ponctuelle (*in situ* ou sur les microprélèvements) est représentative de la figure ou groupe de figures ?

Mon implication

La méthodologie requise par la problématique archéologique de ce projet est par conséquent interdisciplinaire, multiscalaire et multi-analytique. Je serais plus particulièrement impliquée dans le volet CARACTERISATION des MATIERES PICTURALES ET ETATS DE PAROI. La méthodologie mise en œuvre ici se fonde sur la complémentarité des différents outils d'analyses *in situ* (non-invasifs) et de laboratoire, et de mesures ponctuelles et spatiales pour caractériser les matières picturales, les couches d'altération et statuer sur la présence des vides identifiés par ailleurs (*cf.* chapitre II). En parallèle de l'analyse par spectroscopie de réflectance diffuse (SRD), il s'agira de réaliser de l'imagerie hyperspectrale (IHS). L'interprétation des spectres de réflectance obtenus en IHS et SRD mobilisera des bases de

données (BDD) de références : une BDD de minéraux purs dans l'infrastructure SSHADE, et une BDD de roches ferrugineuses (PIG@SSHADE, PCR Pigmentothèque). Il s'agira également de procéder à l'analyse structurale, morphologique et géochimique de micro-prélèvements de paroi vierge et ornée.

Ensuite, il est indispensable de rassembler et spatialiser l'ensemble des données acquises (données graphiques, géomorphologiques et de caractérisation des matières picturales et altérations de paroi) afin de les mettre en relation au sein d'un SIG (QGIS) construit à l'échelle de la paroi.

Équipe impliquée

Co-porteurs : Defrasne C., Chalmin E. (EDYTEM) ; Schmitt B. (IPAG)

Membres : J.-J. Delannoy, E. Malet, S. Jaillet, J. Jacquet, W. Bouits, A.-L. Develle, C. Théron (EDYTEM) ; O. Brissaud (IPAG) ; M. Massé, S. le Mouelic, M. Girault (LPG) ; P. Martinetto, P. Bordet (Institut Néel) ; M. Quiers, K. Jacq (Envisol/Specsol) ; P. Hameau (LAPCOS)

Financement : CNRS-MITI, Archéologie aux frontières pour 2 ans 2023 et 2024

AIII. Résumés des sujets de thèse co-dirigée

AIII.1. Géraldine Castets (2013-2017)

Bourse SISEO. Co-direction avec J.-J. Delannoy (EDYTEM).

Thèse soutenue le 01/12/2017

Approche intégrée des matières colorantes issues des fouilles archéologiques du site de Nawarla Gabarnmang (Terre d'Arnhem, Australie) : l'apport de la caractérisation physico-chimique

Au cours de l'élaboration des peintures rupestres, divers matériaux colorants peuvent être mobilisés et produire des vestiges archéologiques liés aux différentes étapes de la préparation de la matière picturale. À Nawarla Gabarnmang, site majeur d'art rupestre Jawoyn (Terre d'Arnhem, Territoire du Nord – Australie), les fouilles archéologiques ont mis au jour un grand nombre de ce type de vestiges. La séquence archéologique, obtenue par datation au ^{14}C , a révélé la présence de dépôts culturels parmi les plus anciens connus en Australie, avec une occupation du site qui s'étend de $\geq 48\ 000$ ans cal BP jusqu'au début du 20^e siècle. Plafonds et piliers du site présentent plusieurs générations de peintures ; les plafonds du site contiennent à eux seuls près de 1400 entités graphiques. La place de cet art interroge : est-il l'expression des premiers Hommes arrivés sur le continent australien il y a près de 50 000 ans ou le témoin d'occupations plus récentes ? Caractérisé par la superposition de plusieurs générations de peintures qu'on ne peut dater de manière « directe » en raison de la nature minéralogique des composants des peintures, la définition de leur chronologie constitue un fort enjeu de recherche. Menés d'emblée dans une approche intégrée, les premiers travaux ont permis d'étudier la chronologie et la nature des occupations, via les fouilles archéologiques, d'identifier les aménagements réalisés au cours des différentes phases d'occupation et de mettre en avant la richesse et la diversité de son répertoire artistique de même que l'abondance et la variété des vestiges associés à l'art rupestre.

Afin d'appréhender au mieux la temporalité et les usages du site de Nawarla Gabarnmang depuis les premières occupations préhistoriques jusqu'aux fréquentations subactuelles, l'analyse des matières colorantes et colorées, retrouvées dans les carrés de fouille réalisés sous les panneaux peints des plafonds ou à l'aplomb des piliers décorés permet de reconstituer les étapes de la chaîne opératoire ayant produit les matières picturales : de la source d'approvisionnement en matières premières, aux modes de transformation et de préparation (broyage, mélange avec charges et/ou liants, traitement thermique) jusqu'à leur application. La stratégie méthodologique mise en place couvre un large panel de techniques de caractérisation physico-chimique pour répondre aux problématiques soulevées par les différents vestiges associés à l'art rupestre. De l'observation macroscopique aux micro-analyses non invasives couplées à des analyses structurales, en passant par des techniques basées sur le rayonnement synchrotron, l'étude menée sur les matières colorantes et colorées a permis de révéler une diversité et une complexité de phases minérales utilisées dans l'art rupestre de Nawarla Gabarnmang. Croisée avec les données archéologiques, anthropogéomorphologiques et pariétales, elle permet de proposer un cadre chronologique des différentes générations de peintures en lien avec les phases d'occupation qui ont marqué l'histoire du site.

L'analyse des matières colorantes et colorées réalisée au cours de cette thèse constitue un vecteur de connaissances importantes et livre des informations complémentaires aux approches archéologique, géomorphologique et pariétale menées sur le site de Nawarla Gabarnmang. Les informations apportées par l'étude de ces matières permettent de renseigner tant sur les évolutions techniques et comportementales que sur l'implication culturelle de ce site, aussi bien dans ses dimensions spatiales que temporelles.

AIII.2. Claire Chanteraud (2016-2020)

Bourse handicap ministérielle. Co-direction avec J.-J. Delannoy (EDYTEM).

Thèse soutenue le 18 septembre 2020

Utilisation et provenance des matériaux colorants et colorés de la Grotte aux Points (Ardèche, France)

Depuis une vingtaine d'années, il existe une volonté de plus en plus affirmée d'inscrire l'étude des sites d'art rupestre dans une approche intégrée dont le fondement est de croiser autour de questions archéologiques et paléanthropologiques les apports des différentes disciplines, tant dans leurs concepts que leurs méthodologies d'acquisition et de traitement des données (Delannoy et al., 2020a ; Castets, 2017 ; David et al., 2017 ; Lebon et al., 2014).

C'est dans cette philosophie de recherche qu'a été menée cette thèse, son objectif est d'inscrire la grotte aux Points dans son enveloppe territoriale passée à partir des études sur les matières colorantes et picturales (Monney, 2018). Cette démarche intellectuelle repose sur la mise en connexion des matières picturales composant les entités graphiques (poudre), des matières (blocs cohésifs) trouvées dans les sédiments qui contiennent les vestiges du Paléolithique supérieur et des matières ferrugineuses disponibles dans l'environnement local et régional.

Ce travail sur la matière colorante s'appuie sur une méthodologie multiscalair *in situ* et en laboratoire afin de décrire les vestiges et matières picturales d'un point de vue morphologique, minéralogique, et géochimique et d'en extraire les informations pertinentes pour recréer la chaîne opératoire depuis les zones d'extraction jusqu'à leur présence (au sol, en paroi, ...) sur le site d'étude. L'approche intégrée constitue le vecteur de construction des différents espaces, étapes et éléments de la chaîne opératoire.

L'apport de cette thèse est double. D'un point de vue méthodologique, elle propose un nouveau regard sur les techniques d'analyse *in situ* dans les cavités ornées et présente un cahier des charges adapté aux questions archéologiques sur les matières ferrugineuses. Elle a également permis le développement de nouveaux outils pour l'observation des parois et des phases d'altération. Enfin, elle permet de faire ressortir des verrous physiques et techniques de l'analyse des matières très riches en fer, questionnant ainsi la reproductibilité des analyses sur les différents objets archéologiques « colorants » et « colorés », dont les parois.

Pour ce qui est des productions humaines passées, malgré d'autres verrous induits par les dynamiques hydro-géomorphologiques des cavités karstiques (syn- et post-fréquentations), des liens entre matières picturales et blocs de matières colorantes en stratigraphie ont pu être établis offrant un contexte chronologique, technique et culturel solide à l'art pariétal de la grotte aux Points.

La nature géologique des blocs cohésifs de la grotte aux Points a été identifiée, et mise en relation avec celle des matières colorantes présentes dans le site de l'abri des Pêcheurs situé à 40 Km au nord (Ardèche, France). La lithologie similaire entre ces deux sites du Paléolithique supérieur laisse supposer une exploitation spécifique à l'échelle régionale d'un type de matière première alors que l'environnement géologique présente une grande diversité de ressources disponibles (Chanteraud et al., 2019).

AIII.3. Fatima Danash (2019 - 2023)

Financement Patrimalp. Co-direction avec D. Ziebelin (LIG, UGA)

Conceptual Modeling for Cultural Heritage Artefacts, description transformation and creation processes

Heritage Sciences, including cultural heritage, study patrimonial entities, such as rock art sites and polychrome sculptures, in a cross-disciplinary manner. The goal is to enable the construction and transmission of their tangible discourse i.e. the material characteristics that can be observed, analyzed and interpreted (e.g. form, materials, technical constructions, etc.) which allow to attribute insights about its immaterial characteristics (e.g. function, meaning, value, etc.).

For this goal, it is necessary to study the structure and the spatial setting of these tangible entities at various scales, from the landscape in which it is found, to its atomic structure. This includes a set of criteria which makes each entity unique e.g. its spatial location, shape, dimensions, color(s), and material composition. Moreover, entities that share a certain number of criteria are grouped together to form a collection such as types of their location (rock shelters or deep cavities), their particular cognitive register (schematic figures or figurative representations), and their dating to specific time periods. Thus, it is essential to describe all the structural and spatial elements of patrimonial entities. Indeed, understanding their tangibility, through their structure and spatial settings, allows for shaping their meaning, value, symbols, and significance and forming thus the intangible aspect of these entities.

In order to establish an interdisciplinary dialogue around a cultural heritage entity, that is a patrimonial cross-disciplinary entity, the multiple disciplines need to understand each other, communicate their information, and share their results within a semantic based content integration. To achieve such a dialogue, we need to overcome the syntactic and semantic heterogeneity of their information, systems, and models, by arriving to a common and shared understanding unifying the various viewpoints. The shared understanding is a basis for a formal shared representation across the disciplines which yields in further system engineering benefits such as re-usability of the representation by various parties, reliability upon the automation of reasoning and consistency checking over a formal representation, and a specification for a possible shared system.

Resolving the semantics of an interdisciplinary field via a shared model falls under the problem of semantic data integration and allows for semantic interoperability. Ontologies address such a problem by explicitly specifying a shared conceptualization, acting as an intermediate language/model between the different parties. A Global-As-View (GAV) ontology based approach provides a global ontology that supports the heterogeneous views of each particular discipline while achieving semantic interoperability.

For the description and understanding of cultural heritage entities, only a model of composition, whose scope and purpose is to study the structural and spatial settings of an entity, allows to understand the intended criteria. The study and representation of the structural and spatial relations among and between entities are referred to as foundational relations in the applied ontological literature.

Thus, the fundamental objective of this thesis, is to represent and model the composition of a tangible entity in general, and a cultural heritage tangible entity in particular, using

foundational ontological structural and spatial relations, within a global ontology as Global-as-view applied ontological approach.

This objective motivates for two points: (1) acquiring a number of foundational ontological, structural and spatial, relations that enable understanding the composition of a tangible entity within a formal language of relations, and (2) modeling the composition of a tangible entity as a complex structure using the formal language, within an ontology that enables representing and navigating this structure for preservation and restoration purposes.

To accomplish the objective and its two motivation points, we propose in this thesis an ontology whose conceptual specification addresses the intended representations, and logical rendering explicates the intended semantics at different specification choices, named the Foundational Ontological Relations Theory: FORT.

The conceptualization of the ontology specifies the indispensable relations for achieving the intended representations by identifying the scope of the ontology as modular one of the following foundational relations: dependence, parthood, location, membership, and constitution, and their rule constraints.

The logical rendering of the ontology, explicates the ontology at two different specification choices (expressivity and decidability) yielding in a two-folded specification (the FORT reference ontology and the FORT lightweight ontology), and two formalization levels (theoretically and empirically). It is based on a proposed ontology engineering methodology of six steps.

The first step is to specify (conceptually) and formalize (logically) the relations of FORT in a highly-expressive formal language that is adequate for the formalization of foundational theories: a first-order logic (FOL) formalization of the FORT reference ontology.

The second step is to analyze the relations of FORT in the presence of other foundational theories that encompass foundational relations, demonstrating the novelty of FORT. Also, to validate FORT by serializing it in another formal language, demonstrating this its consistency: a Common Logic (CLIF) serialization of the FORT reference ontology.

The third step is to extract a secondary decidable fragment from the original formalization that guarantees desirable computational services, and translate the FOL-formalization into a decidable, yet expressive, knowledge representation and reasoning language: a SROIQ Description Logic formalization of the FORT lightweight ontology.

The fourth step is to design the practice of the secondary ontology in the semantic web using semantic web technologies and standards, and implement the T-boxes of the SROIQ formalization into a semantic web ontological model: an OWL2-DL implementation of the FORT lightweight ontology.

The fifth is to link the ontology to domain models, by import FORT as a relation ontology into user models, and populate the FORT RDF graph using data from local models, based on several possible population scenarios. Thus, demonstrating the applicability FORT.

The sixth step is to explore the RDF graph using FORT's semantics to visualize data, and navigate through different data sources to infer new data based on several possible navigation scenarios. Thus, demonstrating the convenience of FORT.

Thus, this thesis contributes to the field of applied ontology with a modular and global ontology of exclusive foundational relations, using knowledge representation languages and some semantic web technologies. The ontology offers a tool for modelers to explicate and enrich the semantics of representing the composition of any tangible entity. And since the

ontology is global (specifies a meta-conceptualization using a meta-modeling language), then it is robust with respect to variations in the domain in which it can be imported.

In particular, by demonstrating its applicability and convenience for the representation of tangible cultural heritage entities, we contribute also to the field of cultural heritage. Such an ontological model enables the description and understating of cultural heritage tangible entities, upon which the construction of their tangible discourse becomes feasible.

AIII.4. Julien Jacquet (2020-2023)

Financement Patrimalp. Co-direction de J.-J. Delannoy et Claudia Defrasne (EDYTEM)

Paysages et temporalités des sites ornés de montagnes. Apports de l'approche archéo-géomorphologique

Contexte de la recherche doctorale

Ce sujet de thèse s'inscrit dans les actions de recherche de PATRIMALP (Cross Disciplinary Program, IDEX, Université Grenoble Alpes) qui regroupe sept laboratoires travaillant sur des objets patrimoniaux dans une volonté de renforcer les dynamiques interdisciplinaires à l'échelle régionale (<https://patrimalp.univ-grenoble-alpes.fr>).

Un des axes de recherche de PATRIMALP est l'étude des sites à peintures rupestres alpins avec une attention particulière sur la compréhension de leur insertion dans leur environnement physique et sur la définition de leurs temporalités en lien avec les fréquentations humaines. Dans ce cadre, leur étude vise à interroger leur conservation et à préciser leur contexte chrono-culturel encore très incertain (Ve – IIIe millénaire avant J.C., Hameau 2002 ; Defrasne et al. 2019). L'approche intégrée et intégrative apparaît comme le bon vecteur d'analyse de ces sites en associant étude iconographique, archéologique, archéo-géomorphologique et caractérisation physico-chimique des matières colorantes. Cette incertitude chrono-culturelle n'est pas inhérente aux seules Alpes, elle concerne un grand nombre d'espaces de montagne ayant été englacés lors des épisodes froids du Pléistocène voire de récurrences plus tardives.

Afin de mieux appréhender les temporalités de fréquentation et d'ornementation des sites d'altitude, il est indispensable de connaître l'évolution morphologique du site et de son environnement immédiat et de pouvoir les caler chronologiquement en relation avec les événements géologiques et géomorphologiques régionaux. La construction de ce canevas chrono-morphologique, par l'approche géomorphologique, permet de mieux cerner les périodes et conditions de fréquentations de ces sites par les communautés humaines passées.

Au-delà des données déjà acquises par les champs de l'archéologie, le sujet de recherche doctorale a pour principal objet la construction des connaissances nécessaires à l'étude intégrée des sites étudiés. L'accent sera plus particulièrement mis sur les apports de l'approche morphogénique associée aux outils de la modélisation 3D à différentes échelles spatiales (du site aux états de paroi) et temporelles (de la mise en place du site aux gestes et actions anthropiques). Une attention sera également portée sur l'évolution post-fréquentations de ces sites afin de mieux appréhender leurs états de conservation. La recherche doctorale s'articulera avec les autres travaux doctoraux et de master qui sont déjà engagés dans le cadre du projet Patrimalp par les laboratoires partenaires sur les sites ornés alpins et de montagne.

Objectifs et attendus de la recherche doctorale

Le projet de thèse s'inscrit dans les dynamiques émergentes de recherche sur les sites archéologiques (pré)historiques en les abordant d'emblée par une approche intégrative des processus physiques, environnementaux et anthropiques dont les interactions définissent leurs valeurs symboliques et patrimoniales. Les récents travaux sur de tels sites ayant eu un écho international résultent de telles recherches interdisciplinaires (Aubert et al., 2018 ; Hoffmann et al., 2018 ; Jaubert et al. 2016 ; Delannoy et al., 2017, 2018, 2020 ; Chalmin et al., 2018).

Enjeux scientifiques

Développer le concept d'étude intégrée des sites archéologiques via l'émergence de nouveaux noumènes et approches méthodologiques constitue un nouvel enjeu scientifique fort car il réinterroge les façons d'appréhender ces objets et porte de nouveaux regards sur leurs valeurs culturelles en les replaçant dans leur environnement naturel et dans leur espace social. Le projet de thèse répond à cet enjeu en mobilisant les différentes « mémoires morphologiques » présentes dans ces sites afin de faire la part des évolutions naturelles et des actions anthropiques dans la compréhension de leur facture paysagère actuelle et contemporaine des fréquentations passées.

Il s'agit d'aborder les caractères des sites à peintures de montagne (alpins voire d'autres aires géographiques) dans une même chaîne d'analyses et de raisonnement ayant pour objectif de (re)créer les liens entre les sites archéologiques et leurs environnements naturels et humains passés. Les concepts de « mémoires morphologiques » et d'anthropo-géomorphologie et les méthodes qui leur sont associées (Delannoy et al. 2017 et 2018), seront mobilisés dans cette recherche doctorale afin de souligner la pertinence de l'analyse géomorphologique à haute résolution spatiale dans la reconstitution de l'environnement physique contemporain des fréquentations (pré)historiques et dans la définition de la chronologie des différents événements morphogéniques responsables de leur facture paysagère syn-fréquentation. Une attention sera également portée aux dynamiques morphogéniques postérieures afin d'appréhender les causes des états de paroi actuels et de conservation des entités graphiques peintes et/ou gravées.

Ces objectifs de recherche nécessitent d'aborder les sites étudiés à différentes échelles spatiales : des écailles et encroûtements de paroi à l'insertion des sites dans leur relief environnant. Cette approche multi-scalaire est un vecteur pertinent pour (i) intégrer l'ensemble des processus ayant participé à la facture morphologique des sites et (ii) travailler sur les emboîtements de formes et de formations afin de poser les bases d'une chronologie relative robuste. Cette approche par étapes successives de raisonnement permet de définir les supports mobilisables pour réaliser des datations absolues (cosmogénique, U/Th, 14C...). Le travail doctoral aura pour objet de fixer ces supports de datation et d'engager les analyses.

L'approche intégrative des sites rupestres via les entrées géomorphologiques a, par ailleurs, pour intérêt d'appréhender les modalités d'accès aux sites ainsi que de déplacement dans l'environnement montagnard proximal (englacement, accès aux cols, praticabilité des fonds de vallée, etc.) faisant ainsi le lien entre les conditions physiques et les modes d'occupation anthropiques depuis le début du désenglacement.

Si l'entrée géomorphologique est privilégiée dans cette recherche doctorale, elle se doit d'être pensée comme support de connaissances à une compréhension globale et la plus intégrée possible de ces sites notamment dans leur dimension sociale et culturelle. Les recherches récentes sur les sites ornés indiquent qu'une part, parfois importante, de leur géométrie est liée à des actions anthropiques contemporaines de leur fréquentation. Bien que cela n'ait pas été jusqu'ici relevé dans les sites rupestres alpins, une attention sera portée sur ces éventuelles modifications anthropiques en croisant les données géomorphologiques et archéologiques.

Approche méthodologique

La recherche se concentrera sur un corpus de deux sites alpins : (i) Le Rocher du Château, Bessans, Savoie (Defrasne et al. 2019) ; et (ii) Les Oullas, Saint-Paul-sur-Ubaye, Alpes-de-

Haute-Provence (Defrasne 2014 ; Defrasne et Bailly 2014). Le site de Chuchuweya (Hedley) en Colombie britannique pourra faire partie du corpus dans le cadre d'actions programmées.

Les outils classiques de l'approche géomorphologique seront mobilisés pour mener cette recherche doctorale : cartographie géomorphologique, relevés et coupes géologiques et sédimentaires, analyses pétrographiques, granulométriques et morphoscopiques des formations présentes sur le site en fouilles archéologiques.

Les outils d'acquisition, de traitement et de modélisation 3D seront également investis afin de quantifier les modifications du paysage physique du site et de son proche environnement (Jaillet et al. 2017 ; Delannoy et al. 2019).

Le couplage de l'approche géomorphologique et des outils 3D permettra de discriminer les événements qui ont marqué l'évolution du relief et de les associer aux modalités d'enregistrement des sites archéologiques. L'étude de l'emboîtement spatial des formes du relief et de dépôts permet de construire le canevas morphogénique (évolution du site) et de poser les différentes étapes du façonnement du relief. Une attention sera ici portée aux méthodes permettant de poser avec acuité l'évolution du contexte physique avant, pendant et après les occupations des sites étudiés. C'est en précisant la temporalité des différents épisodes, que l'on pourra accéder à une chronologie des fréquentations humaines et de la réalisation des peintures.

La recherche doctorale s'appuiera également sur les données existantes aussi bien archéologiques et géologiques sur les sites retenus et leur environnement régional (rapports de fouilles, articles, thèses...) et pourra le cas échéant rediscuter des résultats au vue des données acquises durant le travail doctoral.

Delannoy J.-J., David B., Gunn R., Geneste J.-M. And Jaillet S., 2017 - Archaeomorphological Mapping: Rock Art and the Architecture of Place, in David. B. (eds), *The Oxford Handbook of the Archaeology and Anthropology of Rock Art*, Oxford Univ. Ed.

Delannoy J.-J. (2018) Le karst souterrain et ses temporalités : vecteurs de dialogues interdisciplinaires. Discussions autour des notions d'instant, d'archives, de mémoires et d'indicateurs In : *Karstologia. Mémoires*, n°20 pp. 31-51

Delannoy J.J., David B., Geneste J.M, Gunn Robert C., Katherine M. (2019) - Nawarla Gabarnmang (Terre d'Arnhem, Australie). L'architecture d'un site orné. In : *Les Nouvelles de l'Archéologie* (2019) N°154 pp 8-15

Defrasne, C., 2014, Digital image enhancement for recording rupestrian engravings: applications to an alpine rockshelter, *Journal of Archaeological Science*, 50 31-38.

Defrasne, C., Bailly, M., 2014, Les Oullas: An Image Bearing Rockshelter on a Neolithic Alpine Path? , in *Around the Petit-Chasseur Site in Sion (Valais, Switzerland) and New Approaches to the Bell Beaker Culture*, Proceedings of the International Conference (Sion, Switzerland – October 27th – 30th 2011), Besse, M. (eds.), Oxford. Archaeopress, 101-110.

Defrasne, C., Chalmin, E., Bellot-Gurlet, L., Thirault, E., André, G., 2019, From archaeological layers to schematic rock art? Integrated study of the Neolithic coloring materials on an alpine rock art site, *Archaeological and Anthropological Sciences* 1-27.

Jaillet S., Delannoy J.J., Monney, J., Sadier, S. (2017) - 3-D modelling in rock art research: Terrestrial laser scanning, photogrammetry and the time factor. In David. B., (eds), *The Oxford Handbook of the Archaeology and Anthropology of Rock Art*, Oxford Univ. Ed.

AIII.5. Aurélie Chassin de Kergommeaux (2020-2023)

Financement ENS. Co-direction avec J.-J. Delannoy, M. Rossi et H. Salomon (EDYTEM)

Trajectoires des roches riches en fer durant le Paléolithique : genèse, sélection et altération

Contexte général

Les sociétés nomades de chasseurs-collecteurs du Paléolithique supérieur, entre environ 40 000 et 10 000 ans avant nos jours, se sont appropriées des espaces dans lesquels elles ont reproduit leurs cultures. En s'assurant l'accès à des ressources minérales et vivantes, elles ont délimité des territoires, construits et déconstruits au cours du temps, qui peuvent être reconnus comme des réseaux de lieux faits de relations entre matières, humains et lieux de fréquentation. C'est principalement à partir de la reconnaissance des circulations de silex, matière indispensable pour la chasse et le traitement de nombreuses ressources vitales, que les dynamiques des territoires passés ont été appréhendées. Un réseau national de lithothèques pour l'étude de la Préhistoire (GdR SILEX) a posé les fondations du référencement et du partage des données gîtologiques, lithologiques et cartographiques concernant les ressources en silex.

Autres ressources minérales abondamment exploitées durant le Paléolithique supérieur, les roches riches en fer sont restées longtemps délaissées par les recherches. Elles sont pourtant découvertes dans de nombreux contextes archéologiques en relation avec un vaste éventail de pratiques (peintures, activités domestiques et artisanales). En s'intéressant à ces matières colorantes, il est possible d'interroger les relations entre les différents lieux fréquentés par les groupes humains : gisements de matières premières, habitats, grottes ornées. Ces matières peuvent provenir de diverses lithologies ayant des propriétés physico-chimiques et mécaniques distinctes (e.g., hardground, filon métallifère, altérites, argiles riches en fer, oolithes ferrugineuses) sélectionnées selon des impératifs de production, eux-mêmes conditionnés par les objectifs visés, autant que par les possibilités techniques d'exploitation. Les recherches menées jusqu'à présent démontrent que, durant la Préhistoire, les utilisateurs de ces matières avaient une connaissance approfondie tant des propriétés des matières qu'ils ont sélectionnées, que des lieux où les trouver (Salomon 2019). Se réapproprier ces connaissances aujourd'hui perdues, en déterminant les origines géologiques et géographiques des matières colorantes, est complexe notamment du fait de leurs modifications techniques lors de leur exploitation et de la faible quantité préservée.

De plus, de leur genèse (Rossi 2013) à leur (re)découverte par les archéologues, les roches riches en fer ont subi de nombreuses transformations qui se traduisent par la modification plus ou moins prononcée de caractéristiques intrinsèques : c'est ce qu'on appelle la chaîne évolutive des matières. Comme indiqué sur la figure A2, les matières colorantes évoluent sur le lieu de leur formation (gîte primaire, 1) sous l'effet de circulations de fluides et de lessivages (2). Sous l'effet de l'érosion, elles peuvent être transportées (gravité, ruissellement, etc.) et déposées dans un nouveau milieu (gîte secondaire, 3) où elles subissent de nouvelles transformations. Récoltées durant le Paléolithique, elles ont été ensuite chauffées, réduites en poudre, mélangées avec d'autres substances (4), et appliquées sur divers supports avant d'être abandonnées. Le lessivage, l'érosion, le recouvrement et l'encroûtement continuent de modifier ces matières sur les parois (5) et dans les sédiments (6). La restitution des stratégies d'approvisionnement repose donc sur l'identification, la reconnaissance et la discrimination

des différentes caractéristiques acquises par la matière tout au long de la chaîne évolutive, documentation qui fait défaut actuellement.

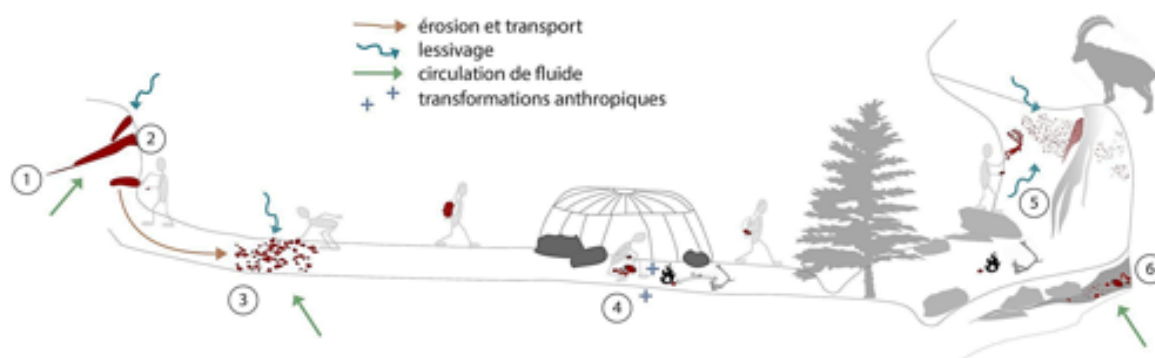


Figure A.2 : Trajectoires des matières premières transformées et leurs altérations.

Objectifs

L'objectif principal de cette recherche doctorale porte sur la caractérisation de l'ensemble de la chaîne évolutive des matières colorantes riches en fer depuis leur genèse jusqu'à leur prélèvement, afin de reconstituer leurs trajectoires spatiales et compositionnelles. Démêler les caractéristiques primaires et acquises au cours de la chaîne évolutive en prenant en compte les effets de la taphonomie est l'enjeu principal pour (i) reconnaître les critères sensibles de leur sélection dans le passé (couleur, résistance, homogénéité, texture, exploitabilité, accessibilité), (ii) retrouver les distances parcourues par les groupes humains pour accéder aux ressources colorantes, (iii) comparer les pratiques et les espaces fréquentés au cours du temps, (iv) mettre en évidence les modifications volontaires d'origine anthropique et (v) préciser les objectifs des exploitations de matières colorantes dans les différents contextes d'utilisation et de mise œuvre.

Pour atteindre ces objectifs, une clef de détermination des références géologiques et des vestiges colorants ou colorés sera mise en place, ce qui permettra de faciliter l'étude des corpus archéologiques, d'utiliser de manière pertinente les collections de références disponibles et de mettre en relation les vestiges archéologiques et les lieux de collecte.

Méthodologie

La recherche complètera les références de la Pigmentothèque (Chalmin et al. 2018 ; Salomon et al. 2019). Cette lithothèque de matières colorantes est alimentée depuis 2015 par des roches échantillonnées dans divers contextes géologiques, en lien avec les autres matériauthèques du GdR SILEX.

L'étude des corpus archéologiques sélectionnés pour la grande qualité de leur documentation, offrira plusieurs contextes d'utilisation et d'altérations post-dépositionnelles des matières colorantes (accords acquis). L'étude de pièces archéologiques paléolithiques sera privilégiée afin de présenter une étude exhaustive sur cette période de temps.

L'unicité et le caractère précieux des vestiges archéologiques nécessitent le recours à des méthodes de caractérisation géochimique et minéralogique non destructives et le moins intrusives possibles. C'est pourquoi, l'accent sera porté sur la caractérisation par des méthodes non destructives fondées sur l'observation multi-échelle (loupe binoculaire, MEB), couplée à l'analyse élémentaire (MEB-EDS), et sur la caractérisation minéralogique en micro-diffraction

des Rayons X (μ DRX), en spectroscopie Raman, et des analyses géochimiques comprenant principalement des dispositifs dédiés aux objets du patrimoine culturel comme l'analyse par faisceau d'ion extrait. En complément, des analyses invasives ou nécessitant la préparation d'échantillon (DRX, ICP-MS et LA-ICPMS) seront réalisées sur une sélection restreinte de vestiges archéologiques et de références géologiques.

AIII.6. Coline Théron (2022-2025)

Financement PRIME80 (MITI, CNRS). Co-direction avec P. Martinetto (I. Néel) et C. Defrasne (EDYTEM)

Des histoires en couleurs. L'apport de l'étude géo-physico-chimique des matières colorantes à la compréhension de l'expression schématique néolithique

Ce projet de thèse s'inscrit dans des recherches visant à développer une approche intégrée inédite de l'art rupestre schématique néolithique combinant (i) l'analyse iconographique inspirée par la sémiotique cognitive de la culture visuelle, l'anthropologie de la mémoire et la psychologie cognitive, (ii) l'étude archéologique, (iii) la caractérisation de la matière colorante et (iv) la géomorphologie. Cette interdisciplinarité a pour objectif de lever les verrous qui freinent l'étude de ce corpus graphique, notamment son caractère schématique, qui en fait une iconographie ardue, et sa datation imprécise, qui le tiennent à l'écart des restitutions des sociétés préhistoriques. Pourtant, avec 130 sites de la péninsule ibérique au Piémont italien, cet art rupestre est à même (i) d'apporter un éclairage complémentaire sur les sociétés néolithiques européennes et la répartition spatiale de leurs composantes culturelles ; (ii) de participer à la modélisation de leurs dynamiques culturelles. Pour ce faire, il est nécessaire de comprendre les pratiques et processus cognitifs qui en sont à l'origine, de caractériser sa structure et de préciser son contexte chrono-culturel. Cet art rupestre préhistorique était-il une écriture sélective permettant la mémorisation et la transmission de récits partagés dans l'Europe néolithique ?

Les matières colorantes apparaissent alors comme un vecteur d'information irremplaçable. Leur composition, leur diversité, leur succession chronologique et leur distribution spatiale sur les parois, leurs relations avec les faciès d'altération ainsi que leur éventuelle provenance sont autant d'informations sur la chronologie des peintures, leur fonctionnement, les processus cognitifs impliqués, les pratiques sociales associées et les territoires. Il est alors nécessaire de mettre en place des méthodologies robustes et rigoureuses, pour la plupart inédites dans l'étude de l'art pariétal (Defrasne et al. 2021). Les méthodes analytiques de caractérisation, non invasives, réalisées soit *in situ* à l'aide d'instruments mobiles soit sur des micro-prélèvements doivent être enrichies d'outils permettant (i) de fournir une image globale des matières picturales et en permettre un échantillonnage représentatif ; (ii) de comprendre l'évolution de la matière colorante sur la paroi et la distinguer des processus taphonomiques. Les instruments utilisés pour mettre en œuvre les différentes techniques analytiques combinées : spectroscopies de réflectance diffuse (coll. IPAG) et Raman (coll. MONARIS), diffraction et fluorescence des rayons X seront donc développés ou adaptés pour permettre une analyse cartographique des matières, de l'échelle de la figure à l'échelle de la paroi. L'obtention d'images 3D reconstituant finement la stratigraphie des micro-échantillons à partir de méthodes tomographiques non destructives sur synchrotron sera également recherchée (Bordet et al. 2021).

Bordet et al. "Applying multivariate analysis to x-ray diffraction computed tomography: the study of medieval applied brocade samples", *Journal of Analytical Atomic Spectrometry*, 2021, 36, 1724.

Defrasne et al., « Saint-Jean-d'Arvey – Le Trou de la Féclaz », ADLFI. Archéologie de la France - Informations [En ligne], Auvergne-Rhône-Alpes, mis en ligne le 21 juillet 2021. URL : <http://journals.openedition.org/adlfi/88189>

Abstract

Working on rock art is a challenge because developments aimed at understanding its functions, its place in culture and its social role in ancient societies will always remain hypothetical. Research focused on colouring materials is nonetheless helping to build up knowledge about these societies. These societies used techniques, skills and knowledge to identify, extract and transform colouring raw materials before depositing them in a layer of pictorial material on the walls of caves or rock shelters. These different concepts open the door to research into the relationships that these past societies had with their environment, whether natural or cultural. To meet these knowledge challenges, the integrated approach used to study rock art involves new dynamics, particularly interdisciplinary, by mobilising the fields of archaeology, materials science and geosciences.

The research carried out in recent years is firmly in line with this approach. The aim is to analyse the indices contained in the various remains of colouring materials, from their genesis to their application, by examining the roles (and interactions) of the support and alterations on their composition. The methods developed to meet these knowledge challenges are based on the physical chemistry of materials. Microscopic and spectroscopic methods are used to characterise these materials at different scales and to understand the different types of alteration that occur when they are applied to rock walls or buried. The taphonomic approach is essential for understanding the spatial nature of the different states of the paints and reconstructing their trajectories over time. Furthermore, by investigating the links between the ornate sites and the various sources of supply of colouring materials, we can address the spatiality of the territories and geographies of past societies, as well as the exchanges that may have taken place between different communities.

Only an integrated approach that examines graphic acts in their entirety and in their different contexts can hope to provide some answers to the issues of chronology and the space occupied by ancient societies.

This manuscript for the « Habilitation à Diriger des Recherches » takes stock of previous work and reviews current research into colouring materials and, more generally, rock art. It is also an opportunity to present the dynamics of this work in a research group that is essential for establishing a shared framework of knowledge.

Étude intégrée de l'art pariétal : construction d'un dialogue entre taphonomie et matières colorantes

Manuscrit d'habilitation à diriger des recherches

Emilie Chalmin

Résumé

Travailler sur l'art rupestre et pariétal est un défi car les développements visant la compréhension de ses fonctions, de sa place dans la culture et de son rôle social dans les sociétés anciennes resteront toujours du domaine de l'hypothèse. Les recherches centrées sur les matières colorantes permettent néanmoins de construire des connaissances sur ces sociétés. Elles ont en effet eu recours à des techniques, des savoir-faire et des connaissances pour identifier, extraire et transformer les matières premières colorantes avant de les déposer en une couche de matière picturale sur les parois des grottes ou d'abris-sous-roche. Ces différentes notions ouvrent vers la recherche des relations que ces sociétés passées entretenaient avec leur environnement, qu'il soit naturel ou culturel. Pour répondre à ces enjeux de connaissance, l'approche intégrée des sites ornés engage de nouvelles dynamiques, notamment interdisciplinaires en mobilisant les champs de l'archéologie, des sciences des matériaux et des géosciences.

Les recherches menées au cours de ces dernières années s'inscrivent résolument dans cette approche. Elles ont pour objet l'analyse des indices contenus dans les différents vestiges de matières colorantes, depuis leur genèse jusqu'à leur application en interrogeant les rôles (et interactions) du support et des altérations sur leur composition. Les méthodes développées pour répondre à ces enjeux de connaissance relèvent de la physico-chimie des matériaux. Les méthodes microscopiques et spectroscopiques sont ici mobilisées pour caractériser ces matières à différentes échelles et comprendre les différentes natures de leur altération suite à leur application sur les parois ou lors de leur enfouissement. L'approche taphonomique est indispensable pour comprendre la spatialité des états différents des peintures et reconstituer leurs trajectoires dans le temps. Par ailleurs, en recherchant les liens entre les sites ornés et les différentes sources d'approvisionnement de matières colorantes, on aborde la spatialité des territoires et des géographies des sociétés passées ainsi que les échanges pouvant exister entre les différentes communautés.

Seule une approche intégrée questionnant les actes graphiques dans leur globalité et leurs différents contextes peut prétendre apporter des éléments de réponse à ces enjeux de chronologie et d'espace investi par les sociétés anciennes.

Ce manuscrit d'habilitation à diriger des recherches fait le point sur les travaux antérieurs et dresse un état des lieux des recherches actuelles sur les matières colorantes et plus généralement sur l'art pariétal. C'est l'occasion également de présenter la dynamique de ces travaux dans un collectif de recherche essentiel pour poser un cadre partagé de connaissances.