ANTHROPOLOGICA ET PRAEHISTORICA



125/2014

ERAUL 143

STUDIA PRAEHISTORICA
BELGICA 8

With the participation of:

F.R.S.-FNRS, SRA-DRAC Normandie, Ministère de la Culture et de la Communication (France), CNRS – Trajectoires, Université de Liège, Geological Survey of Belgium, Royal Belgian Institute of Natural Sciences, Service Public de la Wallonie, Université de Rennes 1 CREAAH

Société royale belge
d'Anthropologie et de Préhistoire
a.s.b.l.
Rue Vautier, 29
B-1000 Bruxelles

Fondée en 1882, la Société d'Anthropologie de Bruxelles est devenue la Société royale belge d'Anthropologie et de Préhistoire à partir de 1931. Elle réunit des chercheurs professionnels ou non, belges et étrangers, spécialistes en archéologie préhistorique, en anthropologie physique, en anthropologie génétique ou en paléontologie humaine.

Koninklijke Belgische Vereniging
voor Antropologie en Prehistorie
v.z.w.
Vautierstraat, 29
B-1000 Brussel

De Vereniging voor Antropologie van Brussel, gesticht in 1882, kreeg vanaf 1931 de benaming van Koninklijke Belgische Vereniging voor Antropologie en Prehistorie. Ze verenigt al dan niet professionele onderzoekers, zowel Belgische en buitenlandse, gespecialiseerd in de prehistorische archeologie, in de fysische antropologie, in de genetische antropologie of in de menselijke paleontologie.

Bureau 2016

Présidente	Martine VERCAUTEREN	Voorzitster
Vice-présidente & Bibliothécaire	Rosine ORBAN	Ondervoorzitter & Bibliothecaris
Secrétaire générale	Caroline POLET	Secretaris-generaal
Trésorier	Jeremy LEROY	Schatbewaarder

☎ +3226274145

srbap@naturalsciences.be

Compte bancaire
Bankrekening
BE46 0000 3074 2936

AetP 125/2014 – ISSN 1377-5723 (Print) - ISSN 2507-0169 (Online)
ERAUL 143 – D/2015/0480/11
SPB 8 – D/2016/7181/1

ANTHROPOLOGICA ET PRAEHISTORICA

**Bulletin de la
Société royale belge d'Anthropologie
et de Préhistoire**

**Bulletin van de
Koninklijke Belgische Vereniging
voor Antropologie en Prehistorie**

125/2014

Autour de l'hématite – *About haematite*

Circulation et transformation au cours de la Préhistoire récente
Procurement and transformation during Recent Prehistory

Actes de la Table-Ronde internationale / *Acts of the international Round Table*
7-8/02/2013, Namur (Jambes)

Volume 1

Cyrille Billard, Dominique Bosquet, Roland Dreesen, Éric Goemaere,
Caroline Hamon, Ivan Jadin, Hélène Salomon & Xavier Savary

Éditeurs - *Editors*

2016

TABLE DES MATIÈRES – *TABLE OF CONTENTS*

VOLUME 1

Marcel OTTE (Professeur émérite de Préhistoire à l'Université de Liège) 7-11
L'hématite et les ocres. Préface des Actes

Jean PLUMIER (Directeur de la Direction Archéologie au SPW) 13-14
Préface de la Table-Ronde

1. AUTOUR DE L'HÉMATITE. APPROVISIONNEMENT ET TRANSFORMATION DURANT LA PRÉHISTOIRE RÉCENTE – *ABOUT HAEMATITE. PROCUREMENT AND TRANSFORMATION DURING RECENT PREHISTORY*. Les éditeurs – *The editors*
Introduction 17-20

2. PROJET COLLECTIF DE RECHERCHE SUR LES HÉMATITES OOLITHIQUES DES SITES NÉOLITHIQUES BELGES ET NORMANDS – *COLLECTIVE RESEARCH PROJECT ON THE OOLITIC IRONSTONES FROM THE BELGIAN AND NORMAN NEOLITHIC SITES*

2.1. Éric GOEMAERE, Alfred KATSCH, Iradj ESCHGHI & Roland DREESEN 23-43
Geological record and depositional setting of Palaeozoic oolitic ironstones in Western Europa

2.2. Caroline HAMON, Cyrille BILLARD, Dominique BOSQUET, Claude CONSTANTIN & Ivan JADIN 45-61
Usages et transformation de l'hématite dans le Néolithique ancien d'Europe du Nord-Ouest

2.3. Cyrille BILLARD, Xavier SAVARY, Lionel DUPRET & Caroline HAMON 63-87
Premières données sur l'exploitation de l'hématite en Basse-Normandie durant la Préhistoire récente : ses contextes archéologiques et géologiques, son insertion dans le cadre de la néolithisation de l'ouest du Bassin parisien

2.4. Éric GOEMAERE, Hélène SALOMON, Cyrille BILLARD, Guirec QUERRÉ, François MATHIS, Mark GOLITKO, Carole DUBRULLE-BRUNAUD, Xavier SAVARY & Roland DREESEN 89-119
Les hématites oolithiques du Néolithique ancien et du Mésolithique de Basse-Normandie (France) : caractérisation physico-chimique et recherche des provenances

2.5. Dominique BOSQUET, Claude CONSTANTIN, Éric GOEMAERE, Caroline HAMON, Ivan JADIN & Hélène SALOMON 121-151
Provenance, exploitation et utilisation de l'hématite oolithique au Néolithique ancien en Belgique : contextes et problématiques

2.6. Éric GOEMAERE, Hélène SALOMON, Guirec QUERRÉ, François MATHIS, Roland DREESEN, Caroline HAMON, Claude CONSTANTIN, Dominique BOSQUET, Joost WIJNEN & Ivan JADIN 153-191
Caractérisation physico-chimique et recherche des provenances des hématites oolithiques des sites du Néolithique ancien de Hesbaye (Province de Liège, Belgique) et des sites néolithiques des sources de la Dendre (Province du Hainaut, Belgique)

2.7. Cyrille BILLARD, Xavier SAVARY, Dominique BOSQUET, Ivan JADIN, Caroline, HAMON, Éric GOEMAERE, Roland DREESEN, Lionel DUPRET & Guirec QUERRÉ 193-202
Différenciation des hématites oolithiques à partir d'observations macroscopiques non destructives : essais de comparaison des matériaux ordoviciens normands et dévoniens belges

2.8. Roland DREESEN, Xavier SAVARY & Éric GOEMAERE 203-223
Definition, classification and microfacies characteristics of oolitic ironstones used in the manufacturing of red ochre. A comparative petrographical analysis of Palaeozoic samples from France, Belgium and Germany

2.9. Hélène SALOMON, Éric GOEMAERE, Cyrille BILLARD, Roland DREESEN, Dominique BOSQUET, Caroline HAMON & Ivan JADIN 225-246
Analyse critique du protocole de caractérisation des hématites oolithiques mis en place dans le cadre du projet collectif de recherche sur *L'origine des hématites oolithiques exploitées durant la Préhistoire récente entre l'Eifel (DE) et la Normandie (FR)*

TABLE DES MATIÈRES – *TABLE OF CONTENTS*

VOLUME 2

3. MATIÈRES FERRUGINEUSES : MÉTHODES DE CARACTÉRISATION ET SOURCES DE MATIÈRES PREMIÈRES - *FERRUGINOUS RAW MATERIAL: METHODS OF CHARACTERIZATION AND SOURCING*

4. UTILISATIONS DE ROCHES RICHES EN OXYDES DE FER DURANT LA PRÉHISTOIRE *USES OF IRON OXIDES RICH ROCKS DURING PREHISTORY*

5. POURQUOI UNE TABLE-RONDE AUTOUR DE L'HÉMATITE DANS LA PRÉHISTOIRE ? *WHY A ROUND TABLE ON HEMATITE IN PREHISTORY?* Les éditeurs – *The editors*

Anthropologica et Præhistorica, 125/2014 (2016) : 7-11

L'HÉMATITE ET LES OCRES

PRÉFACE DES ACTES

Le rouge, le sang, la vie, voilà les principes fondamentaux propres au fonctionnement de toute conscience humaine, par les jeux combinés des symboles et de la physiologie. Les travaux présentés ici étirent les approches factuelles sur lesquelles la réflexion théorique peut ensuite se fonder. Mais elles dissimulent à peine la fascination constante traversée par chaque auteur quel qu'ait été leur regard porté, jusqu'aux déterminations minéralogiques. Les hématites, brillantes au polissage, produisent une lumière noire aux origines des objets précieux et décoratifs. Leur éclat troublant était transféré de l'objet à son porteur dans un cycle prestigieux.

L'accroche territoriale peut aussi être amorcée par la reconnaissance de réseaux géographiques régissant l'exploitation et la distribution. Elle établit un certain rapport entre les valeurs accordées à la roche et les modes réflexifs suscités, puis entretenus. Par la restitution du fil des actions mené en sens inverse, de l'objet au gîte, les enchaînements d'intentions se révèlent aussi progressivement. Des filets d'activités entrecroisées furent jetés sur les paysages comme autant d'emprises, modulées selon les traditions et les fonctions. Divers modes de pensée resurgissent alors, fondés sur chaque contribution de ce puissant recueil.

Par ses qualités mécaniques, l'hématite peut servir à la fabrication d'outils particuliers et de petites dimensions. Mais l'immense majorité de ses emplois procèdent par sa réduction en poudre, mêlée à l'argile, et universellement reconnue comme « ocre rouge » dont l'emploi est directement lié à son aptitude dans une coloration différée, vers tout autre support, dur ou souple, telles les peaux. Ainsi, quelle qu'ait été la valeur et le sens du colorant original, ces qualités se trouvent désormais portées par l'objet coloré qui en assume dès lors les fonctions (Fig. 1). Ce transfert s'impose clairement dans le cas des peaux animales, éventuellement tannées à l'ocre mais surtout définitivement colorées : elles accompagnent le défunt à ce double titre, technique et symbolique. Dans ce cas, le principe du fonctionnement vital s'impose avec évidence.

Les vastes domaines couverts par les mythologies et les rituels récupèrent souvent la force vitale du rouge. Évoquées ici quelques fois, ces transmutations d'énergie se manifestent autant dans l'art que dans les sépultures. L'accès à l'irréel est ainsi offert par cette couleur chargée de force et d'apparence éternelle. Le rouge minéral pétrifie et perpétue des actes et des pensées fugitives ; il combat le temps, par son plus somptueux renvoi à l'existence et à son perpétuel renouvellement.

Ces Actes imposants l'attestent : toutes les périodes, toutes les traditions utilisent la symbolique du rouge, spécialement sous sa forme minérale ocrée. En extension spatiale, son emploi s'étire de l'Australie aux Indes, de l'Afrique australe à l'Europe. Cette simple constatation par laquelle se superposent un espace immense, une durée illimitée et un égal partage entre les cultures, démontre à quel point la valeur de l'ocre rouge relève de la substance même de la spiritualité humaine. De tels mécanismes de convergence universelle éclairent une partie du fonctionnement de notre pensée et du fondement de nos valeurs. Voilà où touchent les contributions contenues dans ces Actes.

Considérée en dehors de ces contextes archéologiques, l'Anthropologie fournit une approche cohérente et universelle (Eliade, 1952). Le rouge renvoie au sang, à la vie et à la force mais de manières distinctes. En premier lieu, le feu produit ce rouge qui éclaire et réchauffe. Son action perturbe les lois habituelles de la matière. Par son ambiguïté, il crée autant qu'il détruit (Fig. 2). Sa maîtrise permet d'approcher le fonctionnement mystérieux de la nature, aux sources de toute vie. Son symbole serra donc le rouge, comme les grenades, les « feux » de circulation, les interdits, les dangers. Tout ce qui est redoutable et procède de l'interdiction sera signalé en rouge, à l'instar du feu soi-même.



Fig. 1 – Sépulture gravettienne des *Arene Candide*. L'ocre, la vie et la mort se trouvent symboliquement associés (d'après Henry-Gambier, 2003).

Le rouge symbolise aussi la force, la puissance, l'action. On le retrouve dans la désignation des ordres militaires, dans les tatouages de guerre, dans la hiérarchie épiscopale. Il incarne l'héroïsme comme dans les marques de noblesse ou par la pourpre impériale. Il contient la puissance et exalte l'action, le courage via les étendards et les drapeaux. C'est le rouge de la colère, de la violence et de l'agressivité. Les régimes forts s'en drapent, comme le nazisme, le bolchévisme, le maoïsme. C'est le rouge du sang versé au service d'une idéologie totalitaire, sans partage (Fig. 3, haut).

Mais il existe aussi les rouges écarlates, les vermillons, les espoirs, issus du sang de la vie. C'est la couleur de l'ocre dont s'enduisent les jeunes filles nubiles en Afrique (Fig. 3, bas). C'est le rouge des initiations, lors du passage vers une nouvelle vie. Le statut biologique bascule alors de l'enfance à la reproduction : un nouveau sang s'impose au titre de marqueur social, de reconnaissance, de procréation. Il accompagne les jeux amoureux prénuptiaux et les cérémonies de mariages, puis de naissance. La femme porte le rouge du sang en elle : la chasse et la mise à mort lui sont symétriquement interdits ; les deux rouges s'opposent sans se mélanger. Aucune autre couleur ne possède ce dédoublement, dans la tonalité et dans sa symbolique.

En tous temps et en tous lieux, le rouge écarlate forme un attribut féminin. Il incarne la joie, la passion, le désir. Sa vocation le place au cœur du mystère vital, dans la chaleur du présent, dans le souffle de la vie.

Marcel OTTE



Fig. 2 – Le feu détruit le défunt, lui donne sa teinte rouge et lui rend la puissance vitale (Guiart, 1972).



Fig. 3 – Le rouge foncé est la couleur de la force (haut) ;
le vermillon est la couleur de la vie, du renouveau (bas), d'après Iten, 1983.

Bibliographie

ELIADE M., 1952. *Images et symboles. Essais sur le symbolisme magico-religieux*. Gallimard, Les Essais, **LX**, Paris.

GUIART J. (éd.), 1979. *Les Hommes et la mort. Rituels funéraires à travers le monde*. Le Sycomore, Objets et Mondes, La Revue du Musée de l'Homme, **19**, Paris.

HENRY-GAMBIER D., 2003. Évolution des pratiques funéraires en Italie au paléolithique supérieur. *In* : D. VIALOU, J. RENAULT-MISKOVSKY & M. PATOU-MATHIS (dir.), *Comportements des hommes du Paléolithique moyen et supérieur en Europe : territoires et milieux*. Actes du Colloque du G.D.R. 1945 du CNRS, Paris, 8-10 janvier 2003, ERAUL, **111**, Liège : 213-229.

ITEN O., 1983. *Le Soudan*. Silva, Zurich.

Anthropologica et Præhistorica, 125/2014 (2016) : 13-14

PRÉFACE DE LA TABLE-RONDE

La rencontre organisée les 7 et 8 février 2013 à Namur, capitale de la Wallonie et consacrée à la circulation et à la transformation de l'hématite durant la Préhistoire récente ainsi qu'aux méthodes d'analyse permettant d'en identifier la provenance a rencontré un plein succès, réunissant une soixantaine de chercheurs venant de l'Europe entière.

Pourquoi l'organisation de rencontres scientifiques de ce type est-elle importante pour le Service de l'Archéologie du SPW ?

Tout d'abord, elles sont l'occasion de rappeler que l'archéologie est bien une Science, qui vise la compréhension du fonctionnement des sociétés humaines à travers les âges par l'analyse et par l'étude scientifique des vestiges matériels issus des fouilles. Si, par la force des choses, le quotidien des agents est consacré principalement à l'organisation et la réalisation des opérations de terrain déclenchées par les projets d'urbanisme, leurs efforts sont amplifiés par les travaux de recherche et les publications qui en découlent, tant à l'échelle régionale qu'à l'échelle internationale. La Région wallonne favorise à cet égard la valorisation scientifique des recherches qu'elle mène.

Ensuite, la Wallonie étant actuellement la seule région d'Europe où l'archéologie est entièrement maitrisée par les pouvoirs publics, nous sommes à la fois les prescripteurs et les acteurs des opérations de terrain et du post-fouille – ce que beaucoup de nos collègues étrangers nous envient – et la tâche est immense. Bien que des spécialistes fassent actuellement partie de nos équipes, notre domaine de compétence ne peut pas s'étendre à toutes les disciplines en rapport avec les découvertes archéologiques. Il est donc capital pour nous d'entretenir un lien fort et dynamique avec les chercheurs et les institutions qui contribuent aux progrès des connaissances dans le domaine de l'archéologie. Notre rencontre s'inscrit clairement dans cette logique. D'autant que, si la fouille nourrit la recherche, l'inverse est également vrai : sur le terrain, il est difficile d'exploiter au mieux une découverte et de faire les bons gestes si on ne maîtrise pas les problématiques, si on n'a pas les questions récentes à l'esprit. La collaboration internationale enrichit tous nos agents.

Les modalités d'approvisionnement en matières premières tiennent une place importante dans la recherche archéologique, dans la mesure où elles jouent un rôle central dans le quotidien des populations et régissent de ce fait une part importante de l'organisation socio-économique des groupes humains, encore aujourd'hui. Pour les périodes les plus anciennes, ce thème a, depuis longtemps déjà, fait l'objet de recherches. On a ainsi pu mettre en évidence des réseaux d'échange de divers matériaux sous forme de produits finis ou semi-finis, sur des distances parfois considérables. On songe notamment ici aux productions en silex de Spiennes, dont le site des minières est classé au Patrimoine de l'Humanité par l'Unesco. D'autres matériaux lithiques présents dans les sites de la Préhistoire récente, tels que le schiste, le grès, le phtanite, ont fait l'objet d'études ponctuelles, mais ce n'est pas le cas de l'hématite. Ce matériau présente pourtant un potentiel tout à fait réel en ce qu'il est à la fois omniprésent en contexte archéologique et relativement rare en affleurements disponibles dans la nature. Ainsi, dans bon nombre de sites, il a été importé sur des distances qui, sans être nécessairement considérables, laissent entrevoir la possibilité de mettre en évidence des réseaux d'échange entre sites proches mais aussi entre régions plus ou moins éloignées. Or, les progrès intervenus dans les méthodes d'analyse, autre thème central de la table ronde, permettent aujourd'hui d'espérer de réelles avancées quant à l'indentification des sources d'approvisionnement en hématite. L'étude détaillée des modes de transformation et d'utilisation

de l'hématite, autre sous-thème du colloque, permet quant à elle d'entrevoir la large gamme d'utilisations potentielles de ce matériau dans les sphères domestique, funéraire et symbolique.

Plusieurs chercheurs ont ainsi éprouvé la nécessité de faire le point sur la question et ont été à l'initiative de cette table ronde.

La Direction de l'archéologie du SPW est donc particulièrement heureuse d'avoir pu prendre une part active à son organisation, en collaboration avec les autres institutions qui ont œuvré à sa réalisation : l'Institut royal des Sciences naturelles de Belgique, l'Université de Liège, le FNRS, le Service régional d'Archéologie de Basse-Normandie et le CNRS qui sont ici remerciés. Le SPW se réjouit également de voir les actes du colloque publiés et ainsi de permettre la diffusion des connaissances.

Je voudrais, pour conclure faire mienne la phrase d'Henri Ford : « Se réunir est un début ; rester ensemble est un progrès ; travailler ensemble est la réussite » !

Namur, 05/08/2014

Jean PLUMIER,
Directeur - Direction de l'archéologie

1

Autour de l'hématite
Approvisionnement et transformation durant la Préhistoire récente

About Haematite
Procurement and transformation during Recent Prehistory

Les éditeurs / The editors



Hématite facettée. Châtelperronien. Grotte du Renne à Arcy-sur-Cure (© H. Salomon)

1. Billard C., Bosquet D., Dreesen R., Goemaere É., Hamon C., Jadin I., Salomon H. & Savary X. (éd.), 2016. Introduction : 17-20.

In : C. Billard *et al.* (éd.), *Autour de l'hématite / About haematite. Actes de / Acts of Jambes, 7-8/02/2013, Volume 2*, Liège, ERAUL, **143** – *Anthropologica et Præhistorica*, **126/2015**.

Anthropologica et Præhistorica, 125/2014 (2016) : 17-20

Autour de l'hématite. Approvisionnement et transformation durant la Préhistoire récente

About haematite. Procurement and transformation during recent prehistory

INTRODUCTION

DE L'INTRODUCTION AU PROJET COLLECTIF DE RECHERCHE...

L'hématite, oxyde de fer au fort pouvoir colorant, a été intensément utilisée tout au long de la Préhistoire sur différents continents. Elle se présente sous différentes formes (cristaux purs ou grains constitutifs de certaines roches) et provient de gisements d'origine sédimentaire ou métamorphique.

L'hématite oolithique (OIS) est l'une des formes sédimentaires de cette roche, parfois fossilifère, caractérisée par des oolithes composées de couches concentriques de minéraux ferrifères (oxydes, hydroxydes, carbonates ou phyllosilicates de fer) déposés autour d'un noyau et incluses dans un ciment ou une matrice à teneur en fer variable. En Europe du Nord-Ouest, cette hématite oolithique semble avoir été très prisée au Néolithique ancien, les autres roches riches en hématite étant souvent présentes, mais en moins grand nombre dans les sites de cette période. L'exploitation ancienne de l'hématite oolithique est notamment connue en Hainaut et en Hesbaye (Belgique), dans l'Eifel (Allemagne) et a, beaucoup plus récemment, été mise en évidence en Basse-Normandie (France).

Les autres roches riches en hématite présentent des caractéristiques fréquemment ubiquistes, souvent issues de formations lenticulaires, démantelées et de ce fait difficiles à repérer. Tous ces matériaux non oolithiques riches en fer ont aussi

FROM THE INTRODUCTION TO A COLLECTIVE PROGRAM OF RESEARCH...

Haematite, an iron oxide with high colouring strength, has been intensively used throughout Prehistoric times on different continents. Haematite exists in different forms (pure crystals, constitutive grains of certain rocks...), and can be found in both sedimentary and metamorphic formations.

Oolitic ironstone (OIS) is one of the sedimentary forms of this rock, sometimes fossiliferous, and made up of ooids composed of concentric layers of iron-rich minerals (oxides, hydroxides, carbonates or iron-bearing phyllosilicates) deposited around a core and incorporated within a cement or matrix with variable iron content. In north-western Europe at the beginning of the Neolithic, this oolitic ironstone was more sought after than other types of ferruginous rocks which tend to occur in smaller quantities on archaeological sites. This early exploitation of oolitic ironstone is documented in Hainaut and Hesbaye (Belgium), in the Eifel (Germany) and, more recently, has also come to light in Normandy (France).

Other haematite-rich rocks share common characteristics, and are often found in lenticular and dismantled formations and, therefore, more difficult to identify. All of these non-oolitic haematite-rich rocks were exploited as ore in ancient metallurgy, sometimes to the extent that the

été exploités en tant que minerai dans la sidérurgie ancienne, parfois jusqu'à leur épuisement complet. Dès lors, de nombreuses roches riches en oxydes de fer mises au jour dans les sites préhistoriques n'ont plus d'équivalent actuellement. Par ailleurs, ces roches sont peu documentées par les travaux miniers et les cartes géologiques. Au contraire, les hématites oolithiques ont fait l'objet d'une exploitation minière certes intensive, mais plus récente, qui donne accès à des coupes et des terrils résultant d'activités remontant à une centaine d'années tout au plus, à des descriptions de ces roches et à des échantillons préservés dans des collections institutionnelles. Si les affleurements actuels ne sont pas les stricts équivalents de ce que les populations de la Préhistoire ont pu connaître, de nombreux documents sont encore accessibles et permettent d'étudier la relation entre les aires riches en hématite oolithique et les implantations préhistoriques.

En 2010, a ainsi été initié un projet collectif de recherche centré sur ce type particulier de roche hématitique. Son objectif était de mettre en évidence les critères de description et d'identification de ces roches et de tester une série de méthodes de caractérisation à différentes échelles (observations 8 et analyses physico-chimiques) permettant d'établir l'origine géologique et géographique des blocs d'hématite oolithique archéologiques. En s'appuyant sur une démarche croisée, ces travaux visaient à préciser le mode d'approvisionnement et, le cas échéant, les réseaux d'échange de ce matériau durant le Néolithique ancien en Europe occidentale. Ce travail concernait principalement trois zones géographiques fournissant à la fois des gisements d'hématite oolithique exploitables au Néolithique et des sites d'habitat ayant livré des objets en OIS : en Belgique, les bassins de Dinant, Verviers et Namur ; en France, les synclinaux du sud de la Plaine de Caen et de la zone bocaine ; en Allemagne, la région de l'Eifel. Les Pays-Bas ne possédant pas de source géologique d'OIS, les objets archéologiques découverts dans les sites de la région de Maastricht ont été comparés aux matières premières disponibles dans les différents ensembles géologiques précités.

La présente publication rassemble les résultats de ce projet collectif et propose une synthèse sur les modalités d'approvisionnement et d'exploitation des hématites oolithiques en Europe du Nord-Ouest durant le Néolithique ancien.

deposits were completely exhausted. Consequently, many of the rocks used on Prehistoric sites have completely disappeared today. Moreover, they are generally scarcely mentioned in mining studies and geological maps. In contrast, oolitic ironstones have been the subject of more intensive mining but in more recent times, particularly during the last century. This means that researchers have access to geological sections and slagheaps resulting from the extractive activity, and to samples and rock descriptions preserved in institutional collections. Although today's outcrops do not strictly correspond to those accessible to prehistoric populations, several sources allow us to study the relationship between haematite-rich areas and prehistoric settlements.

In 2010, therefore, a collective research project was launched which focused on this particular haematitic rock. Its goals were to establish the best descriptive criteria and to test a series of characterization methods at different scales (from macroscopic observations to physico-chemical analyses), so as to establish the geological and geographical origin of the haematitic fragments found on archaeological sites. This integrated approach was adopted in order to determine the supply strategy and exchange networks for these materials during the early Neolithic in north-western Europe. Three main geographical areas were selected, based on the richness of their oolitic haematite deposits and the concentrations of sites where these materials were found: in Belgium the Dinant, Verviers and Namur basins; in France the southern synclines of the Plain of Caen; in Germany the Eifel region. As no sources of oolitic haematite are known in The Netherlands, the archaeological samples discovered in the Maastricht region have been compared to the raw materials available in the other three regions.

The following publication presents the results of this collective project, and provides a synthesis of the exploitation and supply strategies associated with oolitic haematite in north-western Europe at the beginning of the Neolithic.

... À L'AVANT-PROPOS DE CE VOLUME !

Cette publication rassemble les contributions présentées lors d'une Table-Ronde sur l'exploitation de l'hématite durant la Préhistoire qui s'est tenue les 7 et 8 février 2013 à Jambes, près de Namur et au Centre d'Interprétation de l'Homme de Spy (commune de Jemeppe-sur-Sambre), et qui a réuni 80 chercheurs. Son organisation a été possible grâce à la Direction de l'Archéologie du Service public de Wallonie, à l'équipe du Centre d'Interprétation de l'Homme de Spy et à l'investissement de collègues de différentes institutions belges et françaises, comme l'Institut royal des Sciences naturelles de Belgique, l'Université de Liège et la Direction régionale des affaires culturelles de Normandie. Une visite de différents gisements belges d'hématite oolithique a été organisée, accompagnée d'un livret-guide d'excursion (Goemaere *et al.*, 2013). Des «Pré-Actes» ont également été édités par les organisateurs de la Table-Ronde (Billard *et al.*, 2013).

La première partie de ce volume est consacrée à la présentation des résultats détaillés et à la synthèse du projet de recherche sur l'exploitation de l'hématite dans le Néolithique ancien, tandis que la seconde partie rassemble des articles traitant la diversité des approches, méthodes et problématiques développées autour de l'exploitation et de l'utilisation de l'hématite dans différentes aires géographiques durant la Préhistoire.

Cette publication n'aurait pas été possible sans les membres du comité scientifique qui se sont chargés de l'organisation du colloque et de la mise sur pied du comité de lecture sollicité pour la relecture des contributions. La mise en page de l'ouvrage a été réalisée grâce à l'équipe dynamique de l'ADIA – Association pour la Diffusion de l'Information Archéologique, asbl – pour le compte des éditions ERAUL et de la revue Anthropologica et Praehistorica.

Enfin, l'édition du volume a bénéficié du soutien financier du Fonds de la Recherche Scientifique - FNRS (F.R.S. - FNRS, BE), de la Direction régionale des affaires culturelles de Normandie - Service régional de l'archéologie, et du Conseil départemental du Calvados - Service d'archéologie (FR).

... TO THE FOREWORD OF THIS PUBLICATION!

This volume brings together a series of contributions presented at the Exploitation of haematite during Prehistory workshop held on the 7th and 8th of February 2013 in Jambes (near Namur) and at the *Homme de Spy* Interpretive Centre (in Jemeppe-sur-Sambre). This meeting, which brought together around 80 researchers, was made possible with the help and funding support of the Archaeological Direction of the public service of Wallonia, the staff of the *Homme de Spy* Interpretive Centre and the input of colleagues from Belgian and French institutions, such as the Royal Belgium Institute of Natural Sciences, the University of Liège and the *Direction des affaires culturelles de Normandie*. A fieldtrip was organized to various deposits of oolitic haematite in Belgium, and an accompanying guide booklet was produced (Goemaere *et al.*, 2013). In addition an abstract book was published by the organizers of the round-table (Billard *et al.,* 2013).

The first part of this volume is devoted to the presentation of the detailed results and to a synthesis of the collective project on the exploitation of haematite in the early Neolithic. The second part brings together articles dealing with the diverse approaches, methods and problems developed around the exploitation and use of haematite in different geographical areas throughout Prehistory.

This publication would not have been possible without the members of the Scientific Committee who took responsibility for the organization of the round-table conference and who established a scientific board for the review of papers submitted for publication. The layout of this volume was undertaken by the dynamic team from the ADIA (*Association pour la Diffusion de l'Information Archéologique,* non-profit organisation) - on behalf of ERAUL editions and the *Anthropologica et Praehistorica* international review.

Finally, the publication of this volume has been financially supported by the "Funds for Scientific Research - FNRS" (F.R.S.-FNRS, BE), the *Direction régionale des affaires culturelles de Normandie - Service régional de l'archéologie,* and the *Conseil départemental du Calvados* (FR)

Bibliographie - *Bibliography*

BILLARD C., BOSQUET D., DREESEN R., GOEMAERE É., HAMON C., JADIN I., SALOMON H. & SAVARY X. (org.), 2013. *Autour de l'hématite. Circulation et transformation au cours de la préhistoire récente : Méthodes d'analyse – About hematite. Procurement and transformation during recent prehistory: Analytical methods. Table ronde internationale – International workshop. 7-8 février 2013, Jambes (Belgique)*. Direction de l'Archéologie wallonne, Service Public de Wallonie, Namur : 57 p.

GOEMAERE É., DREESEN R. & BOSQUET D., 2013. *Guide Field book of the International Workshop: About Hematite. Procurement and transformation during recent prehistory – International workshop. 7-8 février 2013, Jambes (Belgique)*. Direction de l'Archéologie wallonne, Service Public de Wallonie, Namur : 25 p.

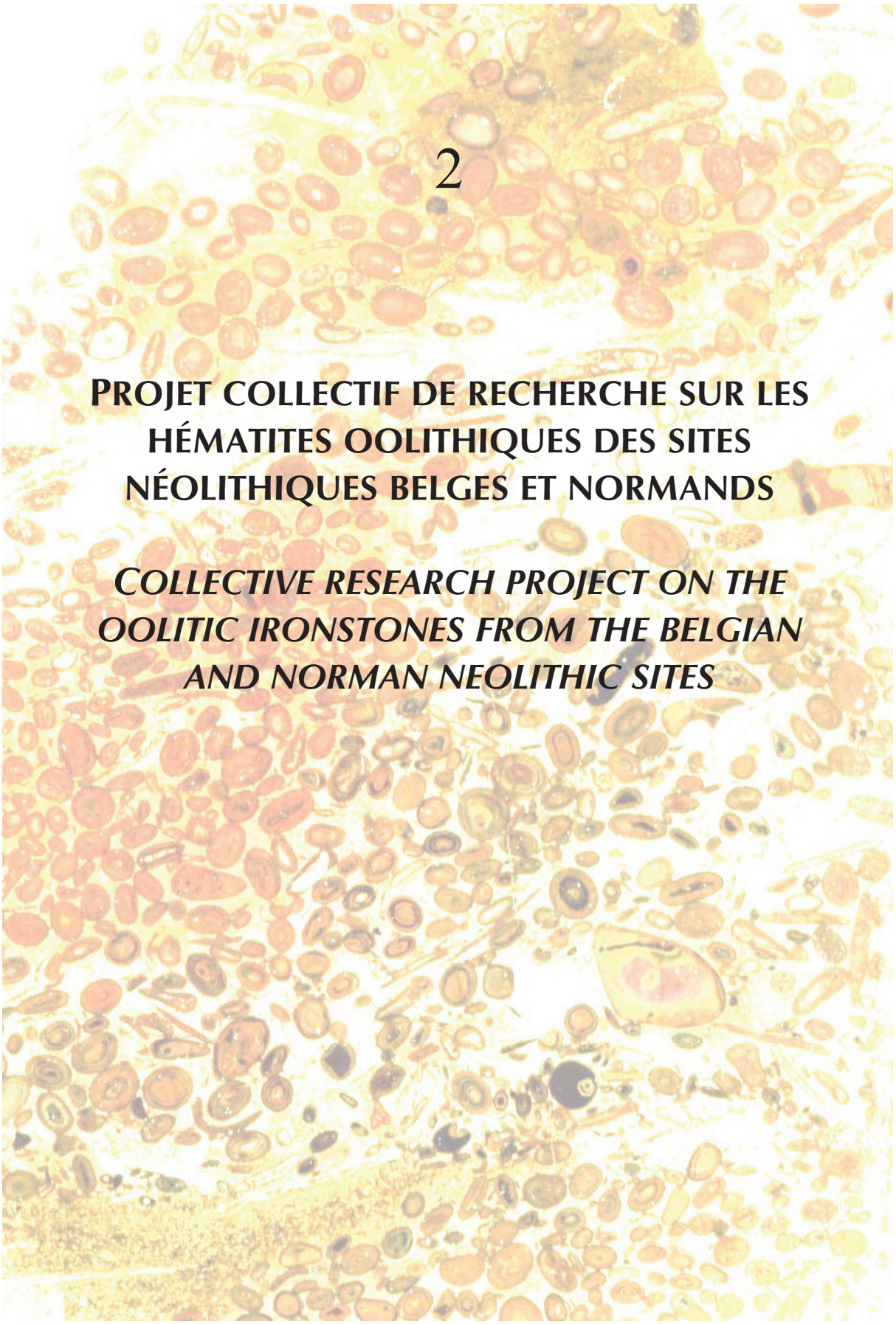
***

LES ORGANISATEURS DE LA TABLE-RONDE

ROUND TABLE MEETING ORGANIZERS

Comité scientifique et d'édition - *Scientific Committee and Editorial Board*
Cyrille Billard, Dominique Bosquet, Roland Dreesen, Éric Goemaere, Caroline Hamon, Ivan Jadin, Hélène Salomon et Xavier Savary.

Comité de lecture - Reading committee
Cyrille Billard, Anne Bocquet-Liénard (U. Caen, FR), Dominique Bosquet, Frédéric Boulvain (ULg, BE), Jacques Brulhet (ANDRA, FR), Christian Burlet (IRSNB / RBINS, BE), Nadia Cantin (U. Bordeaux-Montaigne, FR), Émilie Chalmin (U. Savoie, FR), François Charraud (U. Paris-1, FR), Jean-Pierre Coutard, Pierre-Yves Declercq (IRSNB / RBINS, BE), Patrick Degryse (KULeuven, BE), Julien Denayer (ULg, BE), Roland Dreesen, Michiel Dusar (IRSNB / RBINS, BE), Nicolas Fromont (INRAP, FR), Éric Goemaere, Mark Golitko, Caroline Hamon, Ivan Jadin, Jimmy Linton (ULg, BE), Alexandre Livingstone-Smith (MRAC, BE), Stéphane Pirson (SPW, Direction de l'Archéologie, BE), Ivan Praud (INRAP, FR), Hélène Salomon, Xavier Savary, Philip Van Peer (KULeuven, BE) & Robert Wyns (BRGM, FR).



2

PROJET COLLECTIF DE RECHERCHE SUR LES HÉMATITES OOLITHIQUES DES SITES NÉOLITHIQUES BELGES ET NORMANDS

COLLECTIVE RESEARCH PROJECT ON THE OOLITIC IRONSTONES FROM THE BELGIAN AND NORMAN NEOLITHIC SITES

Image au microscope optique polarisant d'un minerai de fer oolithique belge (Famennien, Synclinorium de Namur, BE)

2.1. GOEMAERE É., KATSCH A., ESCHGHI I. & DREESEN R., 2016. Geological record and depositional setting of Palaeozoic oolithic ironstones in Western Europa : 23-43.

2.2. HAMON C., BILLARD C., BOSQUET D., CONSTANTIN C. & JADIN I., 2016. Usages et transformation de l'hématite dans le Néolithique ancien d'Europe du Nord-Ouest : 45-61.

2.3. BILLARD C., SAVARY X., DUPRET L. & HAMON C., 2016. Premières données sur l'exploitation de l'hématite en Basse-Normandie durant la préhistoire récente : ses contextes archéologiques et géologiques, son insertion dans le cadre de la néolithisation de l'ouest du Bassin parisien : 63-87.

2.4. GOEMAERE É., SALOMON H., BILLARD C., QUERRÉ G., MATHIS F., GOLITKO M., DUBRULLE-BRUNAUD C., SAVARY X. & DREESEN R., 2016. Les hématites oolithiques du Néolithique ancien et du Mésolithique de Basse-Normandie (France) : caractérisation physico-chimique et recherche des provenances : 89-119.

2.5. BOSQUET D., CONSTANTIN C., GOEMAERE É., HAMON C., JADIN I. & SALOMON H., 2016. Provenance, exploitation et utilisation de l'hématite oolithique au Néolithique ancien en Belgique : contextes et problématiques : 121-151.

2.6. GOEMAERE É., SALOMON H., QUERRÉ G., MATHIS F., DREESEN D., HAMON C., CONSTANTIN C., BOSQUET D., WIJNEN J. & JADIN I., 2016. Caractérisation physico-chimique et recherche des provenances des hématites oolithiques des sites du Néolithique ancien de Hesbaye (Province de Liège, Belgique) et des sites néolithiques des sources de la Dendre (Province du Hainaut, Belgique) : 153-191.

2.7. BILLARD C., SAVARY X., BOSQUET D., JADIN I., HAMON C., GOEMAERE É., DREESEN R., DUPRET L. & QUERRÉ G., 2016. Différenciation des hématites oolithiques à partir d'observations macroscopiques non destructives : essais de comparaison des matériaux ordoviciens normands et dévoniens belges : 193-202.

2.8. DREESEN R., SAVARY X. & GOEMAERE É., 2016. Definition, classification and microfacies characteristics of oolitic ironstones used in the manufacturing of red ochre. A comparative petrographical analysis of Palaeozoic samples from France, Belgium and Germany : 203-223.

2.9. SALOMON H., GOEMAERE É., BILLARD C., DREESEN R., BOSQUET D., HAMON C. & JADIN I., 2016. Analyse critique du protocole de caractérisation des hématites oolithiques mis en place dans le cadre du projet collectif de recherche sur *L'origine des hématites oolithiques exploitées durant la Préhistoire récente entre l'Eifel (DE) et la Normandie (FR)* : 225-246.

In : C. BILLARD *et al.* (éd.), *Autour de l'hématite / About haematite. Actes de / Acts of Jambes, 7-8/02/2013, Volume 1*, Liège, ERAUL, **143** – *Anthropologica et Præhistorica*, **125/2014**.

Anthropologica et Præhistorica, 125/2014 (2016) : 23-43

Geological record and depositional setting of Palaeozoic oolitic ironstones in Western Europa

Éric GOEMAERE, Alfred KATSCH, Iradj ESCHGHI & Roland DREESEN

Résumé

Cet article décrit les différentes occurrences géologiques d'hématites oolithiques connues dans la partie nord-ouest de l'Europe. Les contextes géologiques, lithostratigraphiques, structuraux et paléoenvironnementaux de certaines couches de minerais de fer oolithique sont explicités pour les gisements belges (Lochkovien, Givetien, Frasnien et Famennien, Aalénien-Bajocien), normands (Ordovicien), grand-ducaux (Aalénien-Bajocien) et provenant de l'Eifel (Emsien-Eifelien). Des données chimiques générales ainsi que leur attribution à un des trois types d'hématites oolithiques complètent le tableau général. Ces données de base sont mises en perspective par rapport aux sites d'habitat du Néolithique ancien des régions concernées.

***Mots-clés** : Minerai de fer oolithique, Famennien, Ordovicien, Dévonien moyen, occurrences géologiques, Europe occidentale, Belgique, Eifel, Normandie.*

Keywords: Oolitic ironstones, Famennian, Ordovician, Middle Devonian, geological record, Western Europe, Belgium, Eifel, Normandy.

1. INTRODUCTION

Approximately 175 different oolitic ironstone (OIS) occurrences are known worldwide (Fig. 1). Table 1 presents the age range of OIS in selected Western European countries. They accumulated on shallow shelves after waning of the normal sedimentation that built shoaling-upward detrital sequences (Van Houten & Arthur, 1989). The genesis of oolitic ironstones is poorly understood and is still a matter of controversy and discussion (see Young, 1989). From a sedimentological point of view, OIS formed at low sedimentation rates or even hiatuses in normal sedimentation, often producing lag deposits. From a sequence-stratigraphical point of view, OIS often correspond to transgressive system tracts (TST) and condensed sequences (CS). They are frequently capped by hardgrounds, underlying major flooding surfaces (MFS) (Fig. 2). Therefore, OIS represent excellent stratigraphical marker beds that can be traced over several tens of kilometers throughout sedimentary basins (see a.o. Dreesen, 1989a). Their worldwide abundance is mainly concentrated during two Phanerozoic episodes: the Ordovician through the Devonian and the Jurassic through the Paleogene. Ironstones developed repeatedly in about 15 major successions preserved in only about 10 sedimentary basins throughout the globe. They are uncommon in Cambrian, Permian, Triassic and Cenozoic times. Long episodes comprise composite successions of ironstones interrupted by non-productive intervals of a few tens of million years long. For the unstable post-Caledonian Ardennes shelf in Southern Belgium, 7-8 episodes have been inventoried from the Lower Devonian through the Latest Devonian by Van Houten & Arthur, 1989. Remarkably, Phanerozoic OIS and black shales often developed simultaneously during the above Ordovician-Devonian and Jurassic-Palaeogene 150-170 Ma plate-tectonically controlled intervals. Their recurring stratigraphic association suggests that they were a specific response to mutually favorable conditions, such as: continental breakup and dispersal or subdued orogeny, weak oceanic circulation and widespread oceanic anoxia, moderate detrital influx building shoaling-upward regressive sequences followed by rapid transgression associated with hiatus and unconformities, and accumulation in inland seas or on continental margins where the width of shallow shelves was rapidly modified by transgressions and regressions.

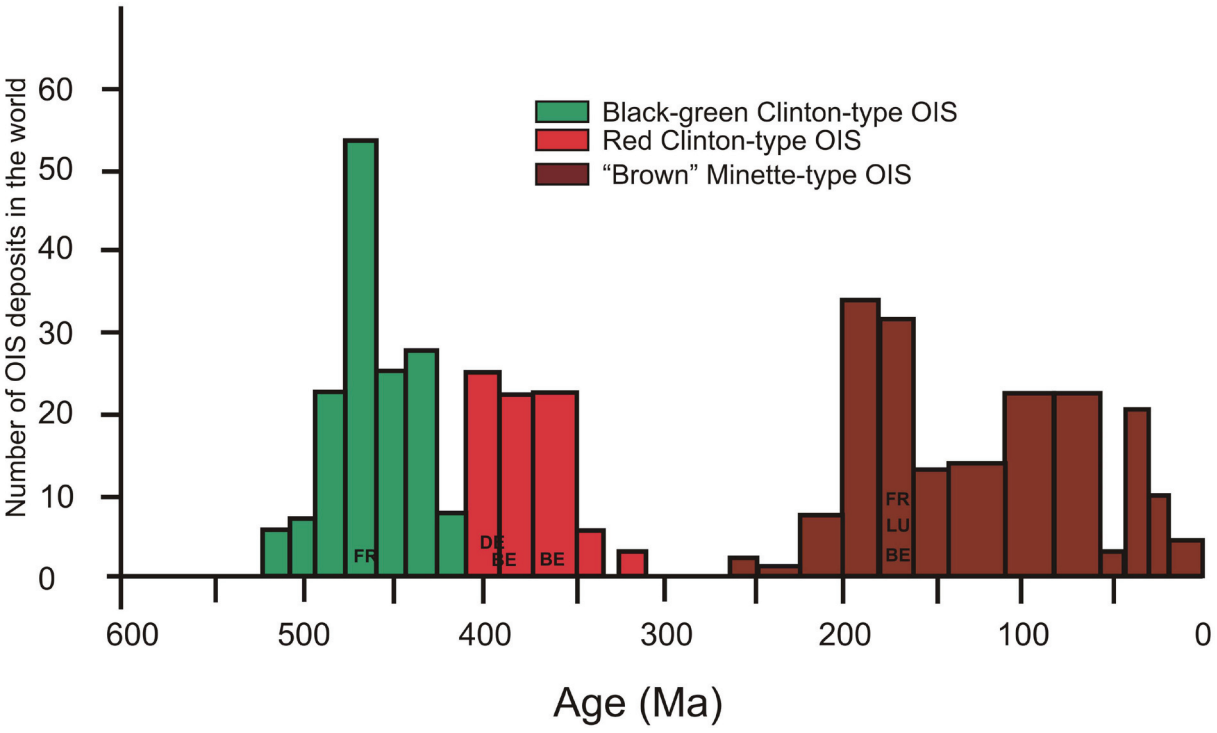


Fig. 1 – Secular distribution of Phanerozoic oolitic marine ironstones. FR= France, DE= Germany, BE= Belgium, LU= Grand-Duchy of Luxemburg. Modified after Bekker *et al.*, 2010, from Petranek and Van Houten (1997).

Fig. 1 *– Distribution temporelle des hématites oolithiques marines. FR = France, DE = Allemagne, BE = Belgique, LU = Grand-Duché de Luxembourg. Modifié d'après Bekker et al., 2010 de Petranek and Van Houten (1997).*

	Czech Rep.	*Austria*	*Germany*	*NL*	*Belgium*	*GDLux*	*N.France*	*UK*
Tertiary	–	–	Eocene	–		–	–	–
Cretaceous	–	–	Middle Cretaceous	–	–	–	Middle Cretaceous	Lower Cretaceous: Valanginian to Hauterivian
Middle Jurassic	–	–	Aalenian to Oxfordian	–	(Aalenian)	Aalenian	Bajocian	
Lower Jurassic	–	–	Sinemurian to Pliensbachian	–	Up.Toarcien	Up.Toarcien	–	Pliensbachian to Toarcian
Devonian - Lower - Middle - Upper	–	–	Eifelian Emsian	–	Frasnian/Famennian Eifelian/Givetian (Lochkovian)	–	–	–
Silurian	–	LLandov Ludlow	–	–	–	–	–	–
Ordovician	Caradocian Llanvirnian –		Caradocian – Arenigian	–	–	–	– Llanvirnian Arenigian	Caradocian Llanvirnian Arenigian

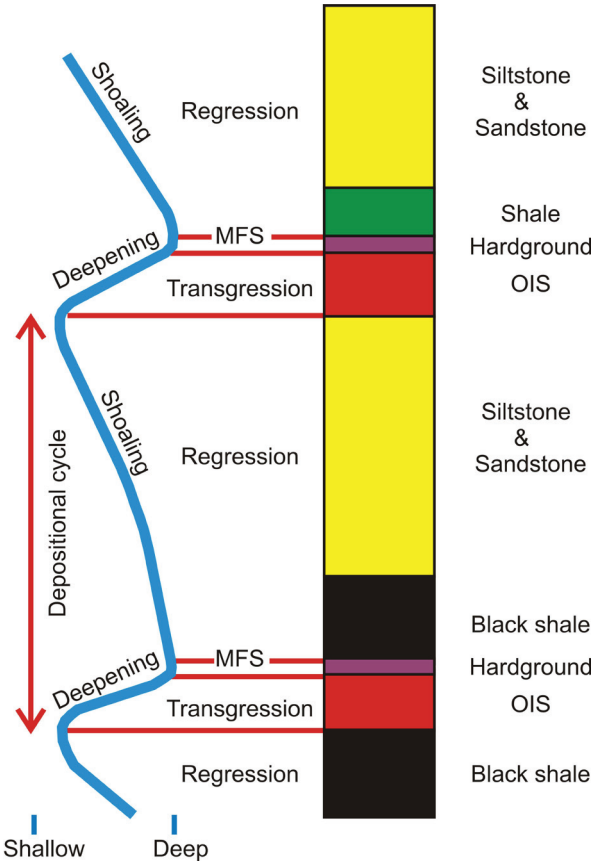


Fig. 2 – Generalised sequence-stratigraphical model for the Phanerozoic OIS (Bekker *et al.*, 2010). MFS: Maximum Flooding Surface.
Fig. 2 *– Modèle général de stratigraphie séquentielle pour les OIS phanérozoiques OIS (Bekker et al., 2010). MFS : surface d'inondation maximale.*

Since 2010 a team of archaeologists and geologists have been studying OIS found on Linear Bank Keramik (LBK) and Mesolithic sites both of the Hesbaye area and the Dendre river area in Belgium and of Normandy in France. As a consequence only the geological occurrences of OIS from the westernmost part of Germany (Eifel), Belgium and North France (Normandy) are here described in detail, so that they can be linked to other papers included in this volume, that were written by members of the same research team. Occurrences are presented country by country, and from the east to the west. An overview of the classification schemes and current terminology of Phanerozoic sedimentary iron deposits, more especially that of ironstones, is given by Dreesen *et al.* (2016: this vollume). In the latter study a comparative petrographical analysis has been applied to the geological samples of OIS susceptible of having being used as raw materials for prehistoric red ochres.

2. OIS FROM THE EIFEL AREA (W-GERMANY)

The Rhenohercynian Zone is the deepest part of the Variscan geosyncline and it is present both in western Germany (Eifel) and in Belgium (Ardennes Allochthon and Brabant Parautochton *sensu* Belanger *et al.*, 2012). It is filled with Devonian and Carboniferous sediments, up to 10,000 m thick. Intensive folding and faulting and locally foliation, took place during the middle part of the late Carboniferous. This zone is known for its important metallogenic belt and its richness in minerals, especially those of the Pb-Zn-Fe-Ag group, but also for its Ba and Cu mineralisations. The iron ore mining started since the La Tène time, more especially in the Lahn-Dill area (east of the Rhine river) that is rich in Devonian silica-rich exhalative ironstone deposits. An iron smelting furnace of Hallstatt age was discovered NW of Hillesheim (Haffner, 1971), whereas Roman slags of iron smelting were found south of Ahrweiler (Kleemann, 1965). Sixty-five iron ore mines were once active in Western Germany but they are all closed since more than twenty years. Information on iron extraction before 1800 and during the Middle Ages is rather scarce. The in-

Tab. 1 – (opposite page) Age range of OIS in selected Western European countries. In green: Black/green iron ore (Clinton-type OIS); in red: red iron ore (Clinton-type OIS); in orange: Brown iron ore (Minette-type OIS). Definitions of Clinton-type and Minette-type OIS can be found in Dreesen, Savary & Goemaere, 2016.
Tab. 1 – (page précédente) Distribution des OIS dans les pays d'Europe occidentale en fonction de leur âge. En vert : minerai de fer noir/vert (Clinton-type OIS); en rouge : minerai de fer rouge (Clinton-type OIS); en orange : minerai de fer brun (Minette-type OIS). Les définitions des Clinton-type et Minette-type OIS peuvent être trouvés dans l'article de Dreesen, Savary & Goemaere, 2016.

tense and long lasting mining activity in Germany has induced the destruction of most if not all of the older iron extraction sites (Walther, 1986). Presently, natural outcrops are quite rare and they are restricted to deeply incised valleys only. The access to the best iron ore deposits is therefore strictly limited.

The Northern Eifel iron ores are of Lower Devonian through Lower Carboniferous age (Fig. 3-4). They include Lower Devonian ferruginous sandstones and mudstones, Middle to Upper Devonian pseudo-oolitic ironstones (OIS) and Middle to Upper Devonian sulfide-ore gossans (Tertiary alteration deposits; Table 1). The Carboniferous iron ores consist of Lower Carboniferous iron-manganese paleo-karst deposits and Upper Carboniferous manganese-rich fossil bog iron deposits (Rath, 2003; Kronz & Eggers, 2001).

On the left side of the Rhine, the Eifel area is mainly built up of Lower Devonian sedimentary

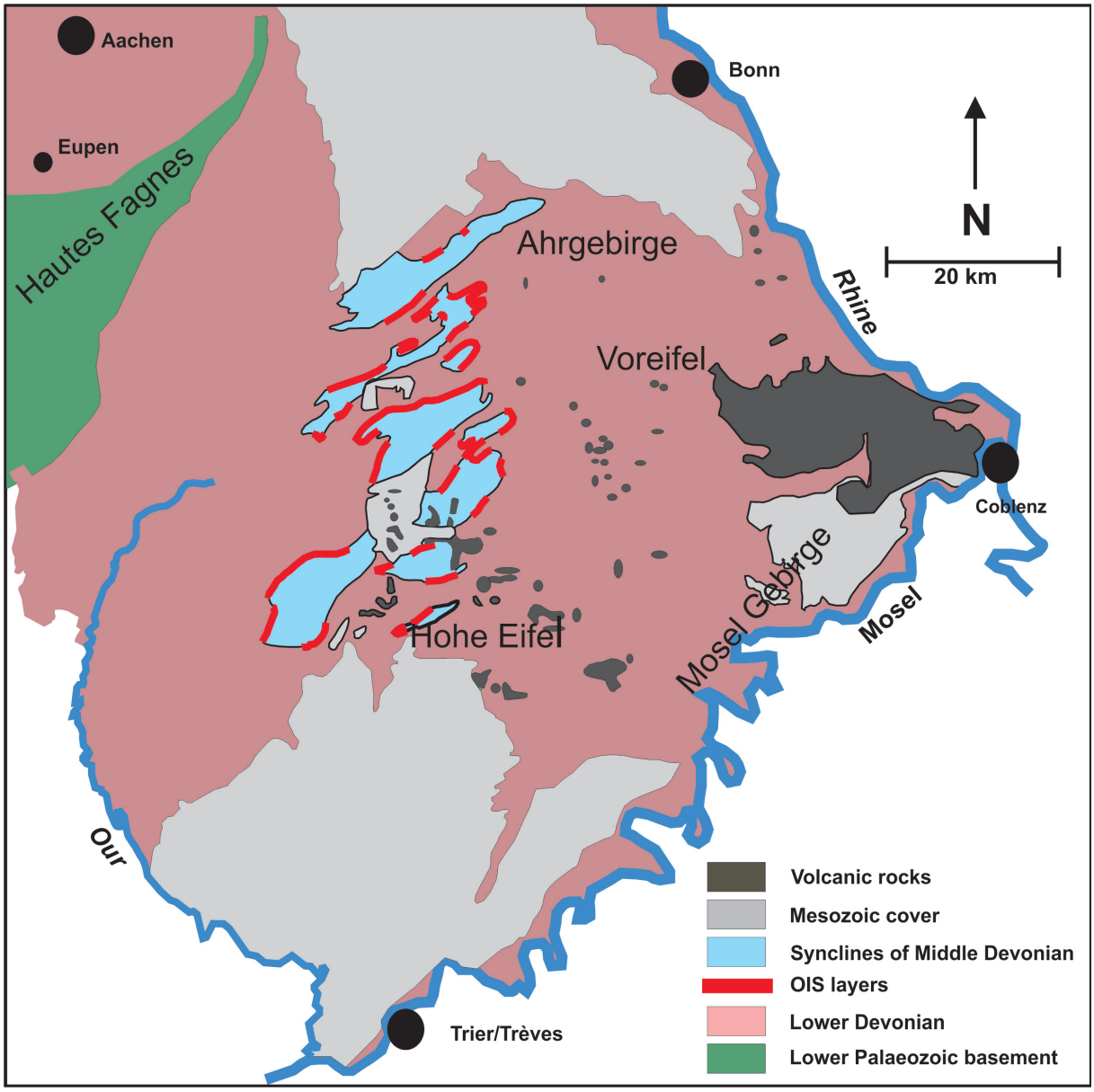


Fig. 3 – Geological map of the Eifel area (modified after Wemmer, 1909; Kasig, 2000; Rath, 2003).
Fig. 3 – *Carte géologique de l'Eifel (modifiée d'après Wemmer, 1909; Kasig, 2000; Rath, 2003).*

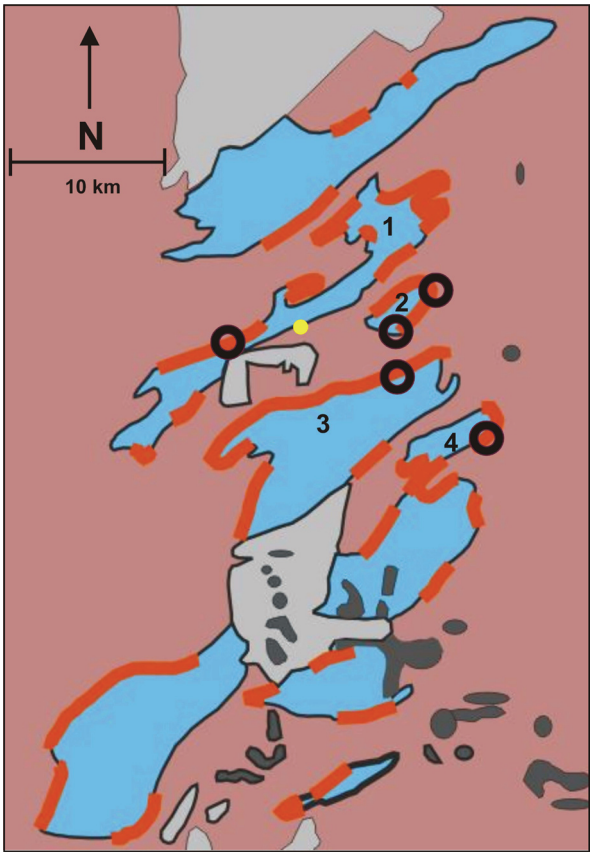


Fig. 4 – Detail of the previous geological map of the Eifel area, showing the location of the sampling points (open black circles). 1: Söttenicher syncline; 2: Rohrer syncline; 3: Dollendorfer syncline; 4: Ahrdorfer syncline. B: Blankenheim; D: Dollendorf; F: Freilingen R : Rohr; S: Stadt Kyll.

Fig. 4 *– Détail de la carte géologique précédente représentant l'Eifel, montrant la localisation des points échantillonnés (cercles vides à bordure noire). 1 : synclinal de Söttenicher; 2 : synclinal de Rohrer; 3 : synclinal de Dollendorfer; 4 : synclinal de Ahrdorfer. B : Blankenheim; D : Dollendorf; F : Freilingen R : Rohr; S : Stadt Kyll.*

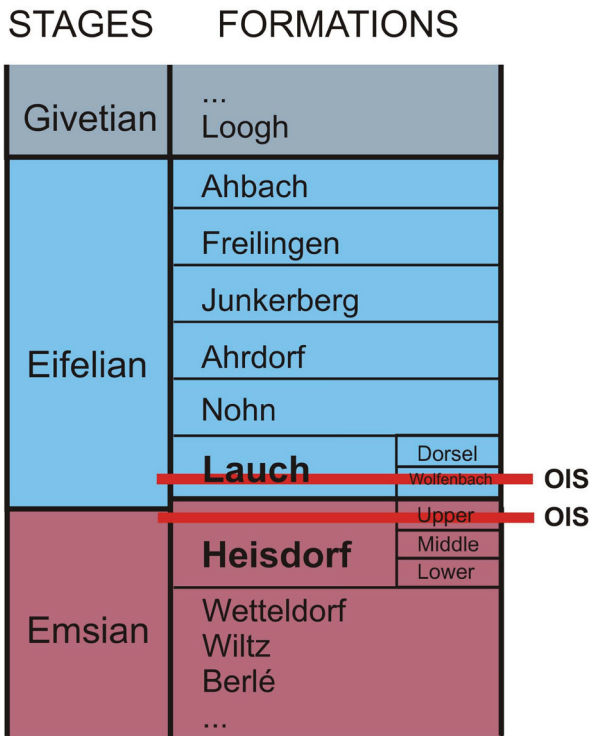


Fig. 5 – Lithostratigraphic column of the studied formations from the western Eifel area (after Struve, 1961).

Fig. 5 – *Colonne lithostratigraphique des formations étudiées de la zone de l'Eifel occidental (d'après Struve, 1961).*

deposits including Middle Devonian carbonate strata in the core of NNE-SSW-oriented synclines (the so-called Eifeler Kalkmulden; Fig. 3-4). Four stratigraphically distinct red pseudo-oolitic (Clinton-type) OIS layers are known, respectively within the Heisdorf Formation (topmost Emsian, Lower Devonian), the Lauch Formation (Basal Eifelian, Middle Devonian), the Nohn Formation (Middle Eifelian, Middle Devonian) and the Freilingen Formation (Uppermost Eifelian, Middle Devonian; Fig. 5). Only the first two levels are important ore deposits and have been sampled for further analysis by us (see Table 2 and another paper included in this book). From north to south, OIS levels are exposed on both flanks of the succeeding Söttenicher, Rohrer, Dollendorfer and Ahrdorfer synclines (Fig. 4). The ironstone-bearing strata are mostly two to three meters thick, but they can reach up to 17 m in the Dollendorfer syncline, and even to 50 m in the Prümer syncline (Meyer, 1994). Detailed information on the lithological composition of the Heisdorf OIS is rather scarce in the literature. However, Wemmer (1909) gave a short overview of its general lithostratigraphical characteristics and mapped its most important outcrops in the Eifel area. The Heisdorf oolitic iron ore consists of fine-grained oolitic ironstones and varies in thickness between 0.5 m (sometimes even less) and 5 m with an average iron content of about 30 %. The Heisdorf OIS layer often comprises several sublevels separated by limestone or shaly interbeds. Locally the OIS laterally grade into an oolitic fossiliferous limestone. Its thickness varies according to its location within

the individual synclines: 0,5 m at the SE-border of the Sötenicher syncline, 1.30 m (enclosing a 0,3 m thick limestone bed) at the SE-border of the Blankenheimer syncline and 0.75 m at its SW-border, 1.50-2 m in the Rohrer syncline, 2-3 m at the NW-border of the Lommersdorfer Syncline, 1 m in the Hillesheimer syncline, 0.75 m in the Gerolsteiner syncline and 0.30-1 m in the Prümer syncline. Because of its thinness, the Heisdorf OIS nas bever been extracted underground. Mining activity lasted until 1860 in different quarries (Grubenfelder), called "Valentin" near Nettersheim, "Silistria" near Rohr and "Oskar" near Ripsdorf, Lohscheid (Gerolstein).

On average, the iron ore contains 16-18 % Fe, 5-8 % SiO_2 and up to 28 % of CaO and it has mainly been used for flux purposes (Neumann-Redlin *et al*., 1977a). The iron ores of the Heisdorf Formation in the Dollendorfer syncline have been mined until 1928. Although the iron ores from the Upper Nohn Formation (so-called Hundsdell-iron) and from the Freilingen Formation have a higher iron content, their thicknesses are not important enough for industrial iron mining (Meyer, 1994).

In the nineties, the Heisdorf and Lauch OIS were geochemically studied in detail by A. Katsch, but the results of this study still remain unpublished. In this study, the lateral variations in thickness and chemical composition (from north to south) of the OIS have been investigated. Moreover, the possibility of geochemically differentiating between the OIS-bearing Lauch and Heisdorf Formations has been demonstrated, corroborating the palaeogeographical evolution scheme of Struve (1961, 1963) for the Eifel limestone synclines (Eifeler Kalkmulden).

In the LBK-settlement of Langweiler (Aldenhoven) located between Aachen and Köln, 118 samples of red ochre (so-called "Rötelproben") have been unearthed. Mineralogical-petrographical and geochemical analysis of the samples pointed to a mix geological origin of the iron ores (Horsch & Keesmann, 1982): only 23 % consists of OIS, possibly derived from relatively nearby Eifel occurrences, besides ferruginous silt- and sandstones, silica-rich hematite ores (related to Lahn-Dill type iron ores) and undifferentiated alteration products.

3. THE NETHERLANDS OIS

The Dutch Linear Pottery Culture (Linearbandkeramik Culture or LBK) sites represent the northwestern most occurrences within the LBK-settlement area. They represent the first farming communities to settle the Netherlands, more precisely within the South Limburg province. Red ochres were found in numerous LBK sites (graveyards, settlements) and contain both

1. **Söttenicher syncline:** SW of Schmidtheim (sample n° 2384 of A. Katsch) – railway cut
2. **Rohrer Mulde**:
   2.1. Reetz, near Blankenheim (60-80 cm sequence of thin-bedded crinoidal limestone containing a more massive 20-30 cm thick limestone bed (grainstone) with ferruginised allochems (oolitic ironstone) assigned to the Laucher Schiechten – followed by marly shales (Obere Lauch) and thin-bedded fossiliferous limestones (with brachiopods & trilobites) (Untere Nohn).
   2.2. Rohr (sample n° 2337 of A. Katsch) - Antonius Busch profile. Heisdorf-Lauch transitional beds: crinoidal limestone (grainstone) with ferruginised allochems and large lithoclasts (brown sandstone), succeeding to green sandstones (= Klerfer Schichten).
3. **Dollendorfer syncline** (nice outcrop, located South of Oberahreck, along road B285 from Blankenheim to Ahrhütte, SW of Freilingen). Estimated total thickness of the Heisdorf oolitic ironstone level: 150 cm divided in different cm- to dm-thick layers. Contains succeeding enrichments with ferruginised allochems**.** These layers were intensively mined.
4. **Ahrdorfer syncline:** Stahlhof (vicinity of Blankenheim) – Heisdorf level. Thin fossiliferous ironstone level: cloudy or patchy concentrations (of a few cm thick) of hematitic and chamositic allochems = corresponds to the Heisdorf OIS level.
5. **Ahrdorfer-Hillesheimer syncline:** Hammermühle II, Geopfad Hillesheim n° 15: Nice outcrop of fossil ore-type OIS-bearing Heisdorfer Schichten near the Lower-Middle Devonian transition (with ferruginised oncoids and intraclasts).

Tab. 2 – Description of sampled outcrops of the Heisdorf and Lauch OIS.
Tab. 2 *– Description des affleurements échantillonnés des OIS de Heisdorf et de Lauch.*

OIS and compact ironstones (without ooids). The archaeological material from the Dutch South Limburg LBK-sites, has recently been studied by Wijnen (2013). However, there is no geological occurrence of OIS within The Netherlands, so the raw material must have come from elsewhere. The nearest sources of OIS are located more than 40 km from the Dutch LBK sites, more precisely in Belgium or in Germany (Eifel area).

4. THE BELGIAN OIS

The bedrock of Belgium has been mined for different metals, mainly Fe, Pb and Zn, and more accessorily Mn and Au. Iron ores have already been extracted by the Gauls in the Iron Age, before the Roman invasions. The metallic mining industry reached its acme between 1850 and 1870, after which the mining activity steadily declined. The last Clinton-type OIS mine of Couthuin (city of Andenne, north of the Meuse Valley) was closed in 1945. The Minette-type OIS were exploited in the Belgian Lorraine area at Halanzy (city of Aubange) and Musson until 1978 (Dejonghe, 1986). The latter iron ores were used to produce cast iron and steel. Noteworthy is the fact that red waste from the mining of OIS in Andenne, was crushed to produce red powder and that it has been used as a red pigment for industrial applications at the beginning of the 20th century. Besides Palaeozoic OIS ores, Holocene bog iron deposits (in the Campine area), ferruginous sandstones from the Miocene Diest Formation,

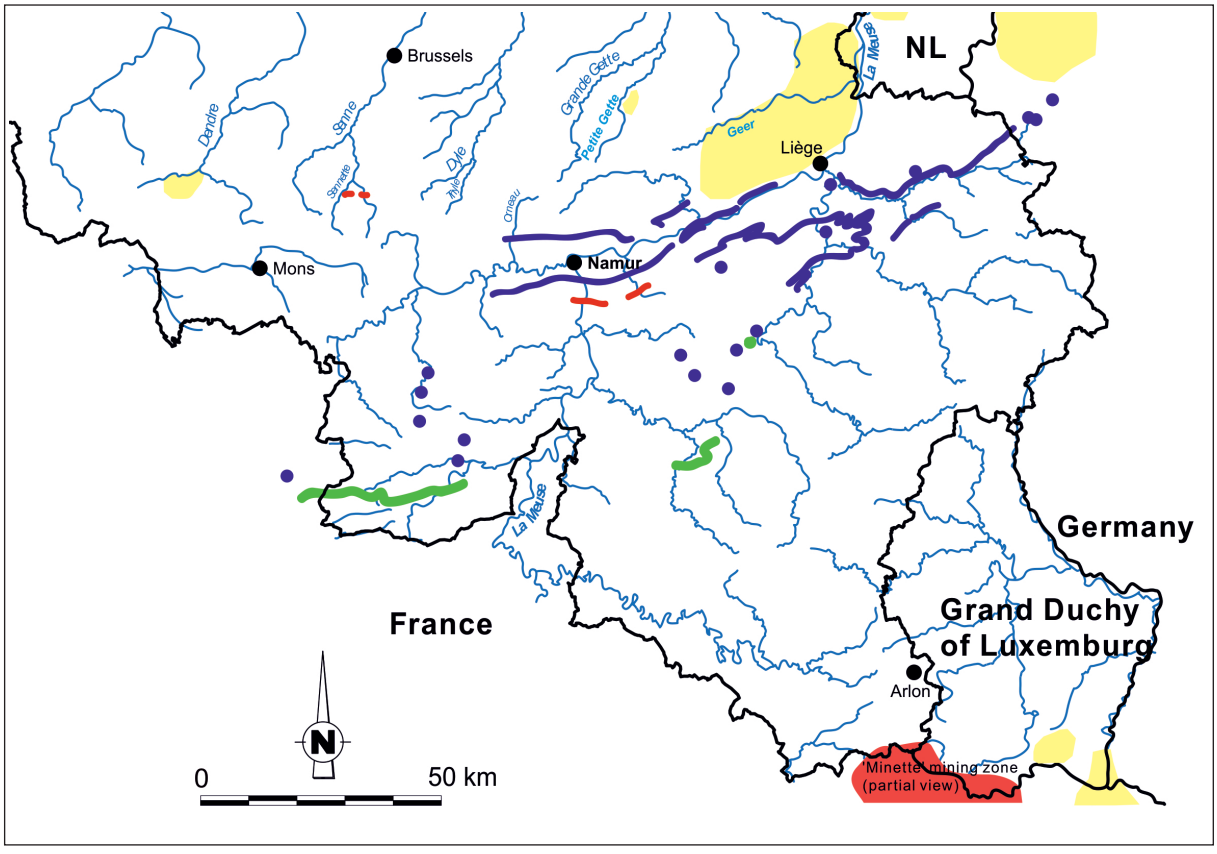


Fig. 6 – Location map of the occurrences of the different OIS layers (after Goemaere *et al.*, 2013) and of the Early Neolithic settlements (yellow areas, after Bosquet). Green lines: the basal Eifelian Clinton-type OIS; red line and dots: Lowermost Frasnian Clinton-type OIS; blue line and dots: Lower Famennian Clinton-type OIS; red area: Jurassic minette.

Fig. 6 *– Carte de localization des occurrences des différentes couches d'OIS (d'après Goemaere et al., 2013) et les habitats du Néolithique ancien (aires colorées en jaune, d'après Bosquet). Lignes vertes : Clinton-type OIS de l'Eifelien ; Lignes et points rouges : Clinton-type OIS du Frasnien basal ; Lignes et points bleus : Clinton-type OIS du Famennien inférieur ; Surfaces rouges : minette-type du Jurassique.*

Lutetian ferruginous sandstones from the Brussels Formation, the "minerai de fer des prés" and the limonitic gossan were mined as well, in order to produce cast steel.

Since the end of the 19th century, several stratigraphically distinct OIS levels have been reported from Lower Devonian (Lochkovian), Middle Devonian (Eifelian), Upper Devonian (Frasnian and Famennian) and Middle Jurassic (Aalenian, Bajocian) strata of Belgium. The Jurassic OIS crop out around the triple point Belgium-France-Grand Duchy of Luxembourg and known as "minette". The geographic distribution of all these iron ores in Belgium and its bordering areas is depicted on figures 6 and 7. The first overviews of the Belgian iron ores are due to Delmer (1912, 1913).

The thin OIS layer enclosed in the Lochkovian shales at the south-eastern limb of the Dinant Synclinorium (Ardennes Allochton) is poorly known (Fig. 6). This level was locally mined as an

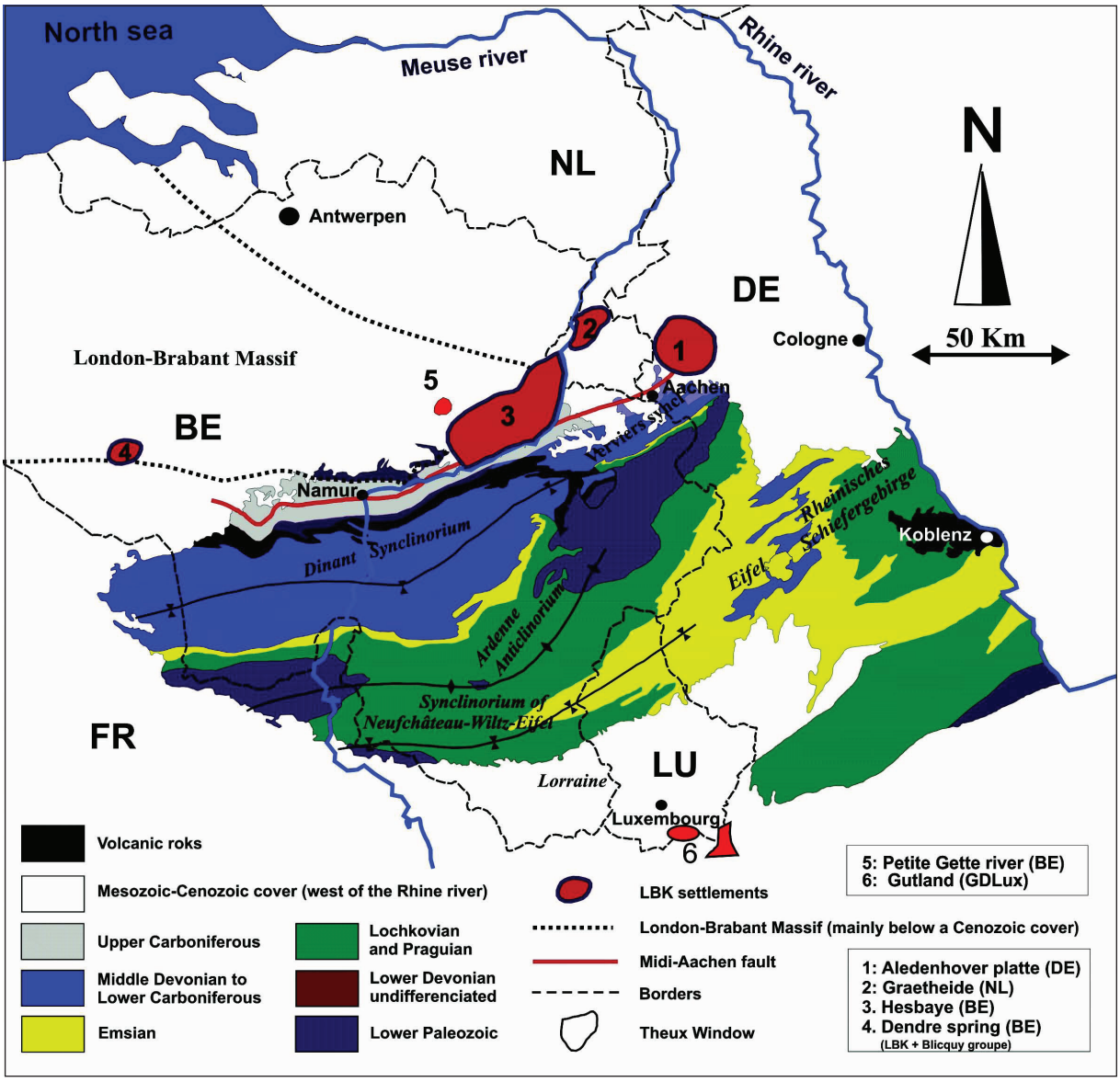


Fig. 7 – Location of the Early Neolithic settlements (in red) plotted on a geological map for Southern Belgium and the Eifel area, west of the Rhine River.

***Fig. 7** – Localisation des habitats du Néolithique ancien (en rouge) superposés à la carte géologique du sud de la Belgique et la partie de l'Eifel située à l'ouest du Rhin.*

iron ore between Couvin – and Chimay (Marion & Barchy, 2001). This ore is rather high grade (43 % Fe), is siliceous (17-21 % SiO_2) and phosphorus (1.03-1.17 % P) (Dejonghe, 1977, Ancion & Van Leyckwijk, 1947). This level is no longer outcropping and representative samples are not present in the Belgian collections.

A Clinton-type OIS level of Eifelian age was mined until 1875 along the 65 km long Wellin-Couvin-Givet-axis, at the southern limb of the Dinant Synclinorium (Fig. 6). This OIS level is not outcropping and representative samples are not available in the Belgian collections. In the area between Sambre-and-Meuse, this OIS level is composed of two individual layers separated by 10 m of interburden. In Momignies, the lower layer consists of 6 thin individual OIS beds enclosed in a ferruginous carbonate matrix. Its total thickness can reach 3 m. Its iron content varies between 34.86 and 42.05 %. It has a relative high. Al and siderite content (Ancion & van Leckwijck, 1947).

An OIS layer associated with shales is interbedded within Givetian limestones at the southern border of the Vesdre massif (Fig. 6). It is only known from one locality, southeast of Verviers (Dejonghe, 1977) and has no economic value.

The Lochkovian, Eifelian and Givetian OIS described above are poorly understood because good outcrops and representative samples are mostly lacking and because no recent investigations were carried out on them. The available data are too old and too imprecise. The iron content is variable and the matrix is often rich in carbonates.

Several stratigraphically distinct, Clinton-type OIS occur in the Upper Devonian of the Ardenne shelf, south and southeast of the Caledonian London-Brabant Massif (Fig. 6, Fig. 8). Where they occur, the thickest levels (mainly those of the basal Famennian, possibly also the one at the base of the Frasnian) have been intensively mined as an iron ore in the middle of the 19th century. However, the first mining activities are much older, probably dating already from Roman times. Medieval forges are located in the vicinity of the outcrops of thin OIS layers when this iron ore was the only available raw material. The individual OIS levels are thin, centimetric to pluridecimet-

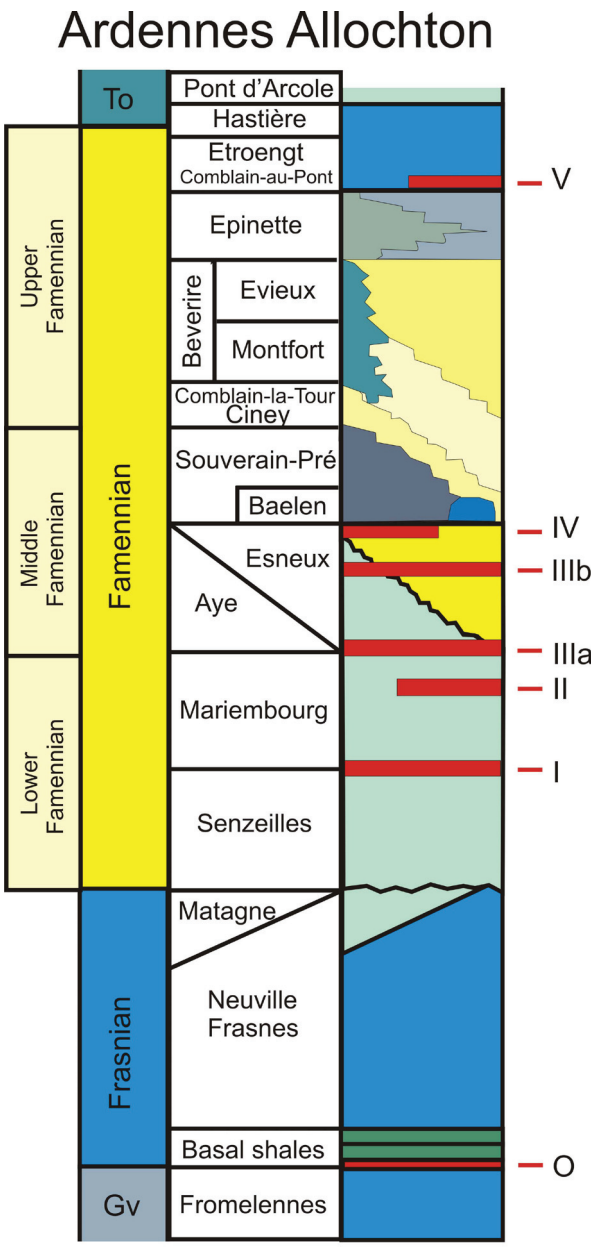
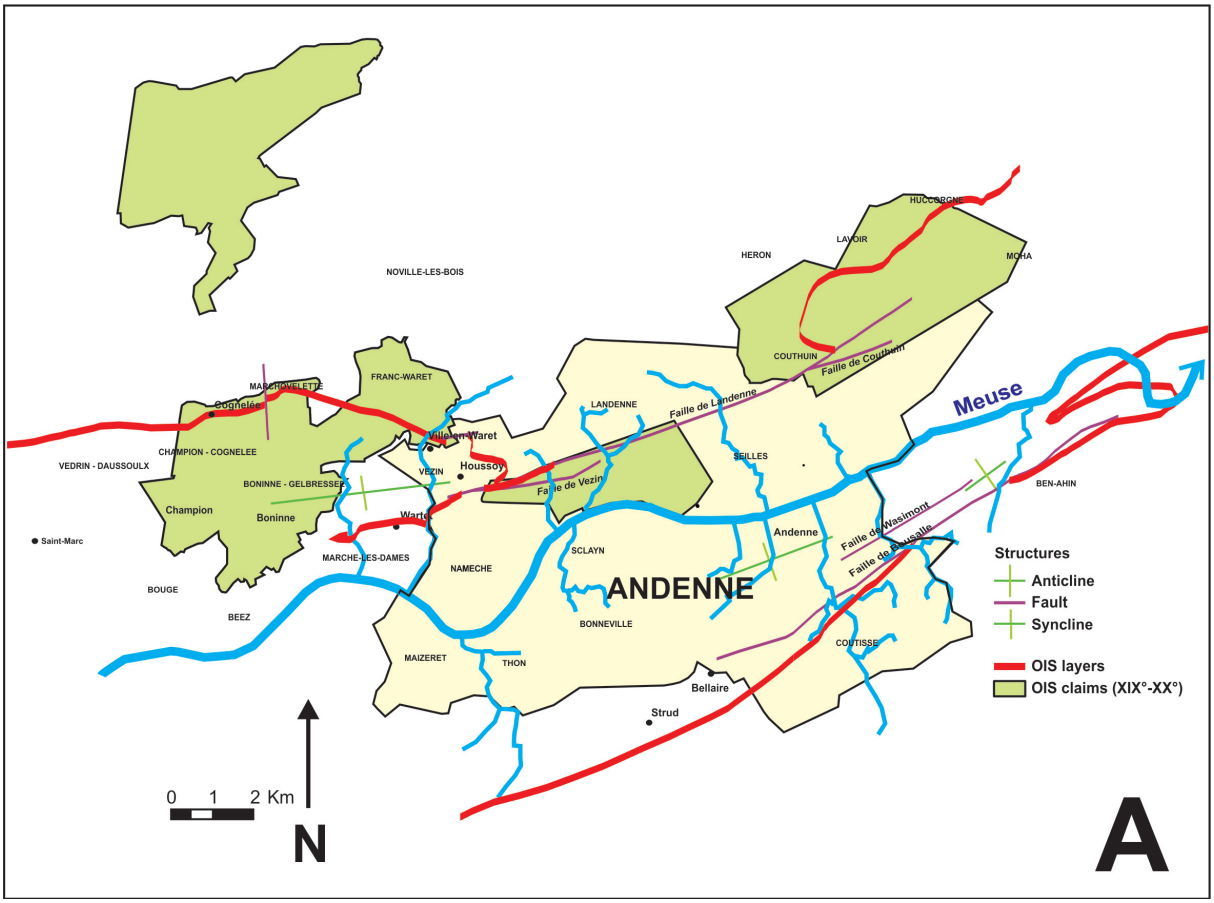
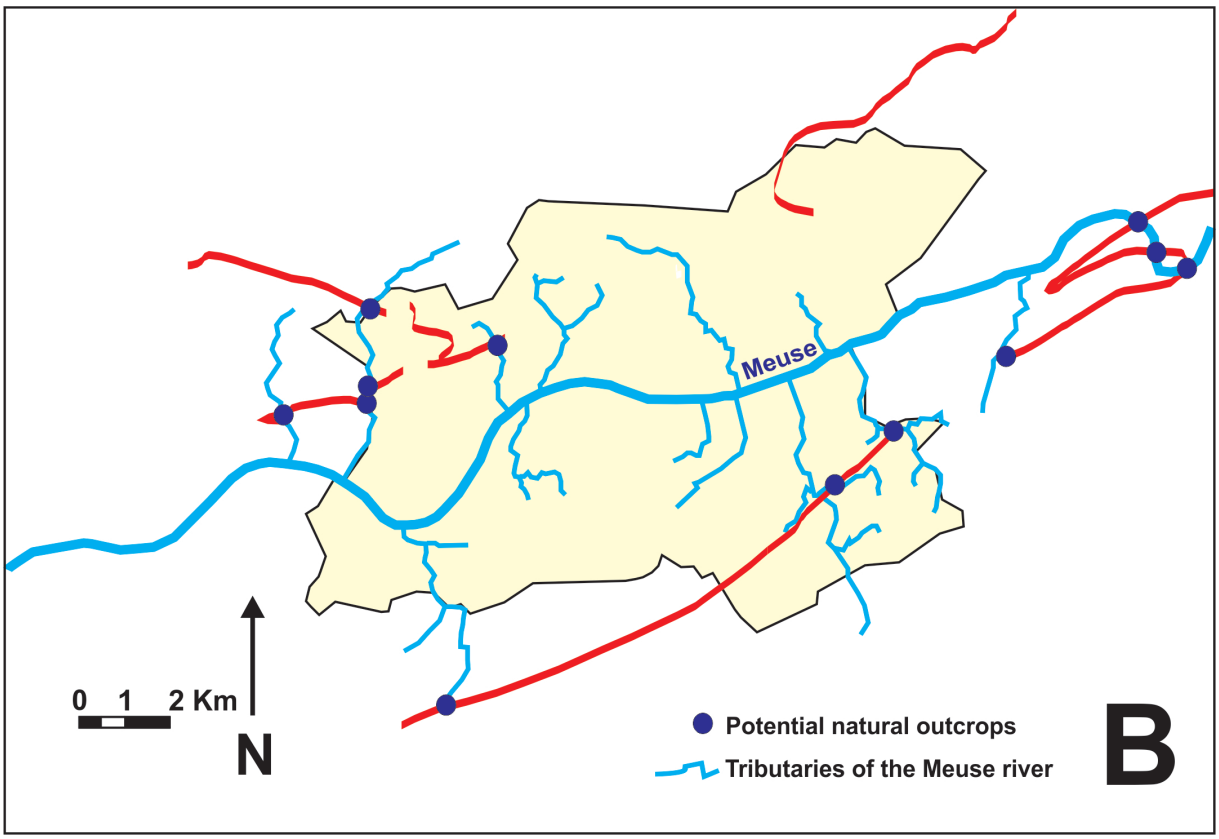


Fig. 8 – Lithostratigraphical setting of the 7 oolitic ironstone levels in the Belgian Uppermost Devonian of the Ardenne Allochthon (Dinant Synclinorium). Red lines with Roman numerals refer to the stratigraphically distinct Famennian OIS levels (modified after Dreesen, 1989a; Thorez *et al.*, 2006).

Fig. 8 *– Cadre lithostratigraphique des 7 niveaux d'hématite oolithique du Dévonien supérieur belge de l'Allochtone ardennais (Synclinorium de Dinant). Les lignes rouges avec des chiffres romains font référence aux différentes couches d'OIS famenniennes stratigraphiquement distinctes (document modifié d'après Dreesen, 1989a ; Thorez et al., 2006).*


NOVILLE-LES-BOIS
HUCCORGNE
LAVOIR
HERON
MOHA
COUTHUIN
Faille de Couthuin
FRANC-WARET
MARCHOVELETTE
Cognelée
LANDENNE
Faille de Landenne
Meuse
Villers-Perwin
CHAMPION - COGNELEE
VEDRIN - DAUSSOULX
VEZIN
Houssoy
SEILLES
BONINNE - GELBRESSEE
Faille de Vezin
BEN-AHIN
Champion
Boninne
Waret
Saint-Marc
Andenne
Faille de Wasimont
Faille de Sclaigneaux
MARCHE-LES-DAMES
NAMECHE
SCLAYN
ANDENNE
BOUGE
BONNEVILLE
COUTISSE
BEEZ
MAIZERET
THON
Bellaire
Strud
0 1 2 Km
N
Structures
Anticline
Fault
Syncline
OIS layers
OIS claims (XIX°-XX°)
A


Meuse
0 1 2 Km
N
Potential natural outcrops
Tributaries of the Meuse river
B

ric beds, with a plurikilometric aerial extension. These horizons only crop out in the main valleys or in their deeply incised tributaries.

A very thin layer of Clinton-type OIS is located at the very base of the Frasnian (Fig. 8). It has a rather large geographical extension but only a poor economic value. It occurs on the northern and eastern limbs of the Dinant Synclinorium, on the eastern part of the southern flank of the Namur Synclinorium and in the Verviers Synclinorium (Dejonghe, 1977, 1986). It belongs to the shaly and fossiliferous Presles Formation. It is a pseudo-oolitic ore, composed of both hematitic and chamositic ooids often displaying a fossil ore-type OIS facies. Ferruginous ooids or pseudo-ooids are often scattered within a carbonate matrix (Denayer *et al.*, 2011). This OIS level is composed of several succeeding thin (centimetric to a few decimetre thick) lenticular ferruginised pseudo-ooids-bearing limestones.

The Famennian Clinton-type OIS, considered economically as the second most important iron ores in Belgium after the Minette-OIS, have been previously mined mostly along the northern flank of the Namur Basin (Brabant Parautochton[1]; Denayer *et al.*, 2011 (Fig. 9-10). In the latter tectonic unit, the thickness of the ore beds ranges between 0.25 and 1.50 m, but their geological and geographical distribution is quite large, resulting in a maximum development of the Lower Famennian iron ore level. Different stratigraphically distinct Famennian OIS levels occur also at the southern border of the Namur Basin, at the northern and eastern border of the Dinant Basin and within the Vesdre Basin (Dreesen, 1982).

1 The Brabant Parautochton was formerly named Namur Syncline. See Belanger *et al.*, 2012.

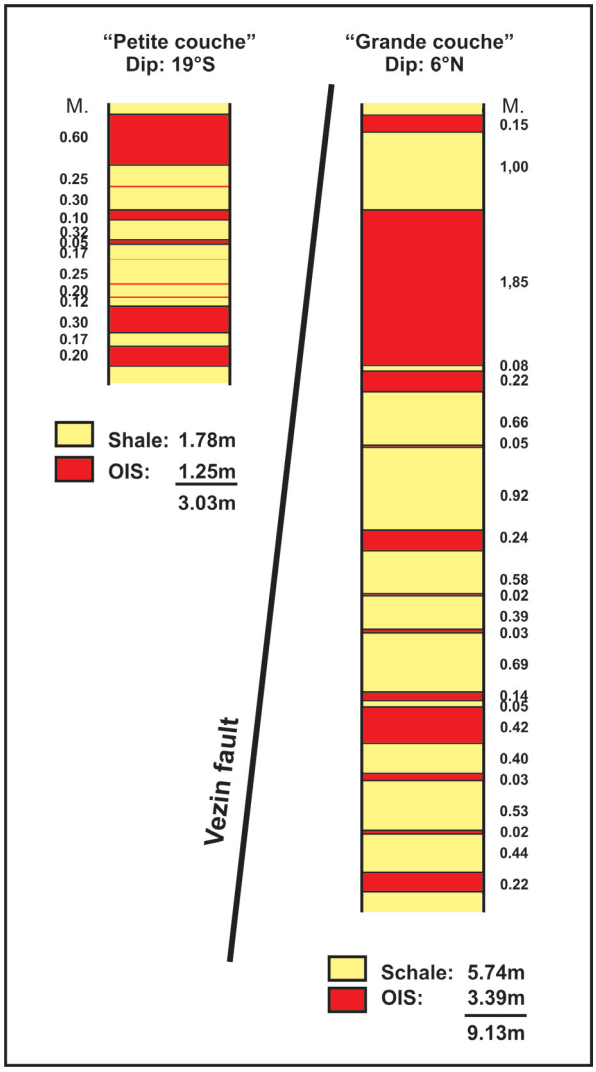


Fig. 9 – (opposite page) A) Map of the occurrences of Famennian OIS beds (red lines) in the Brabant Parautochthon, based on the geological map of the city of Andenne.
B) Detail of the previous map showing that the (potential/probable) outcrops are restricted to the Meuse valley and to its tributaries.
Fig. 9 *– (page précédente) A) Carte des occurrences d'OIS famenniennes (lignes rouges) dans le Parautochtone de Brabant, basée sur la carte géologique du territoire de la ville d'Andenne. B) Détail de la carte précédente montrant que les affleurements (potentiels/probable) sont limités à la vallée de la Meuse et à ses affluents.*

Fig. 10 – Variability of the number and thickness of OIS layers within the Lower Famennian OIS levels (condensed levels I-II?) at the northern flank of the Brabant Parautochton. The "petite couche" (thin bed) and the "grande couche" (thick bed) are separated by the Vezin fault (Denayer *et al.*, 2011).
Fig. 10 *– Variabilité du nombre et de l'épaisseur des couches d'OIS d'âge Famennien inférieur (niveaux condenses I-II?) au bord nord du Parautochtone de Brabant. La « petite couche » (banc mince) et la « grande couche » (couche épaisse) sont séparées par la faille de Vezin (Denayer et al., 2011).*

In the Dinant Synclinorium, supposedly only the basal Frasnian OIS level (level 0 of Dreesen, 1989a) has been mined during historical times, as an iron ore. The distal facies of the other Lower to Middle Famennian OIS levels were probably too thin (uneconomical) and too rich in carbonates for industrial purposes. Moreover, their content in hematitic allochems is much lower than that of the coeval proximal facies in the Brabant Parautochton, where more important and lean accumulations of ferruginous ooids occur. However, the OIS of the northern and eastern borders of the Dinant Synclinorium might well have provided different sources for red ochre manufacturing (*e.g.* in the Hamoir area).

Both in the Dinant and the Verviers Synclinoria, four conspicuous closely spaced OIS beds (levels I, II, IIIa and IIIb) are described (Fig. 7, Fig. 11). They are located at lithostratigraphical boundaries within the shally Hodimont Formation and the silty-sandy Esneux (Aye) Formation (Dreesen, 1982, 1989a, Laloux *et al.*, 1996, Laenen *et al.*, 2002). Two levels occur in the Lower Famennian Hodimont Formation (I, II) and 2 other levels occur at the base of and within the Middle Famennian Esneux (Aye) Formation (levels IIIa and IIIb l - 0.15 to 0.70 m thick). Moreover, a fifth OIS level (level IV – a few cm to 0.2 m thick) is present near the transition of the Middle Famennian Esneux- Souverain-Pré Formations (Dreesen, 1982). All those levels consist of centimetric to a few decimeters thick bioclastic limestones enriched with ferruginised allochems (ooids, pseudo-ooids, micro-oncoids and bioclasts). For instance, in the Lambermont road section (Verviers Synclinorium), level I is divided in three different beds consisting of lenticular concentrations of ferruginised allochems in a bioclastic carbonate matrix. These OIS contain hematitic flax-seed-type ooids or oncoids, rounded skeletal grains (fossil ore-type) and less important amounts of chamositic and phosphatic, coated grains. OIS beds show a density-stratification with hematitic ooids concentrated near the bottom and chamositic ooids near the top. The amount of chamosite grains also increases from proximal to distal shelf settings. Most OIS beds surmount an erosional unconformity and start with a transgressive lag deposit. They are often topped by ferruginised microstromatolitic hardgrounds developed at the end of a shoaling upward sequence, considered as a flooding surface (Dreesen, 1989a; Laenen *et al.*, 2002). Most of the natural outcrops in the Verviers Synclinorium are restricted to the Vesdre valley and its tributaries, due to the shaly nature of the enveloping sediments of the Hodimont Formation.

A sixth OIS level (level V) finally is located at the base of the Strunian (Uppermost Famennian). It is composed of a 10 cm thick accumulation of ferruginised bioclasts in a bioclastic grainstone. It has only been found in one borehole in the Dinant Basin and does not crop out. The OIS level I of the Hodimont Formation generally consist of different sublevels, i.e. discontinuous or lenticular concentrations of ferruginised allochems within

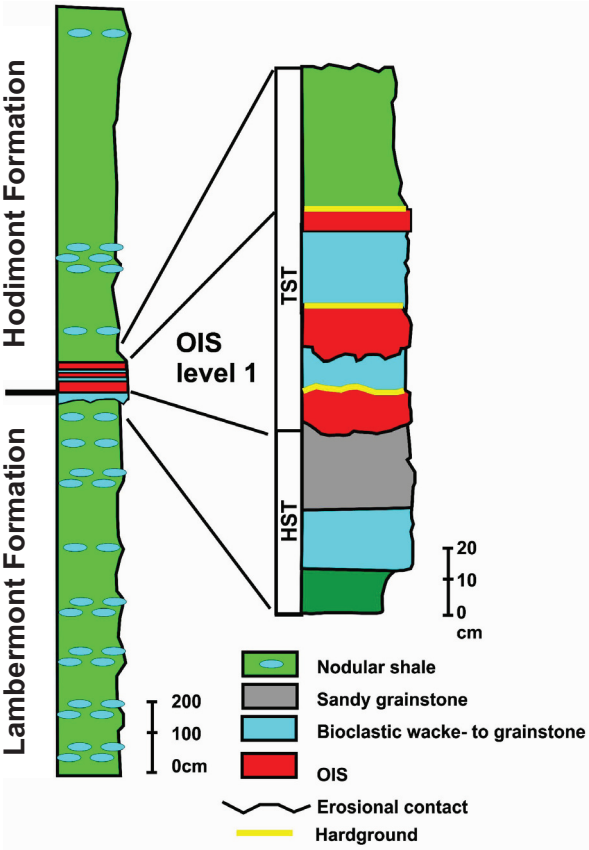


Fig. 11 – Columnar section, lithostratigraphical and sequence-stratigraphical interpretation of the Lambermont road section (Verviers, Verviers Synclinorium) (after Dreesen, 1982; Laenen *et al.*, 2002).

Fig. 11 – *Colonne lithologique, interprétation lithostratigraphique et en stratigraphie séquentielle de la coupe de Lambermont (Verviers, Synclinorium de Verviers) (d'après Dreesen, 1982 ; Laenen et al., 2002).*

bioclastic limestone beds, interstratified within greenish shales.

The exact litho- and biostratigraphical position, the geographical distribution, the macro- and microfacies characteristics of the Famennian OIS throughout the Dinant Basin and the Vesdre Basin, were studied in great detail by Dreesen (1982). Furthermore, a new depositional model has been proposed by the same author (1989a) for the Upper Devonian OIS in Belgium, suggesting a storm-induced origin (tempestites) and a possible volcanic origin for the iron. The variations in concentration of the ferruginised allochems and the quite large aerial distribution of the OIS are both probably related to this storm wave activity. As a consequence, proximal and distal OIS facies have been recognised on the basis of lateral variations in thickness and in mineralogy: the proximal OIS tend to be much thicker and leaner, with dominantly hematitic ooid concentrations, whereas the distal OIS facies are generally thinner, contain more dispersed ferruginised ooids and show a higher chamosite content. The Lower Famennian OIS of the Brabant Parautochton are considered as proximal facies, whereas most of the other Lower-Upper Famennian OIS levels that occur throughout the Dinant and Verviers Synclinoria, are considered as more distal facies. The proximal facies of the OIS generally correspond to stacked pluricentimetric to pluridecimetric beds of mostly hematitic ferruginous ooids within ferruginous shaly, silty to carbonate matrices, separated by often red-stained ferruginous shales or siltstones. The distal facies of the Famennian OIS generally correspond to lenticular pluricentimetric or pluridecimetric ferruginous ooid-bearing, bioclastic wacke- to grainstones (limestone beds) interbedded in shales, nodular shales or micaceous silt- and sandstones. The red staining of these ferruginous ooid-bearing limestones depends on the concentration of the iron pigment. The most distal coeval facies of some particular OIS levels are characterised by a lack of ferruginised allochems and by a conspicuous red staining only (purplish shales or pink carbonate beds). OIS level IIIa has even been correlated with an important red-stained griotte-type cephalopod limestone bed (the Cheiloceras Limestone) in the Upper Famennian of the Aachen area (Dreesen, 1989b). For further details on the microfacies characteristics of the Famennian OIS, the reader is referred to Dreesen *et al.* (2016: this volume). Because of their large areal distribution and their conspicuous synchronism with synsedimentary volcanic-tectonic events, OIS have also been used as event-stratigraphical marker beds throughout the latest Devonian of the Ardenno-Rhenish realm, allowing accurate intrabasinal correlations (Dreesen *et al.*, 1988; Paproth *et al.*, 1986). Moreover, the Famennian OIS levels are frequently used in Belgium as lithostratigraphical marker beds for mapping purposes (Thorez *et al.*, 2006) and for elucidating the geology of complex tectonically affected strata.

5. MINETTE-TYPE OIS IN LORRAINE

The Middle Jurassic minette-type OIS (Formation of Mont-Saint-Martin, dated from the Upper Toarcian to the Lower Bajocian; Boulvain *et al.*, 2001) is considered to be economically important (Fig. 12). The iron mining area, called the "Minette district", extends over three adjacent countries (Grand-Duchy of Luxembourg – GDL, Belgium and France) representing a broad area called Lorraine (Gutland in the GDL) corresponding to the northeastern rim of the Paris Basin. Iron-bearing strata crop out and gently dip towards the southwest. In the minette district of Lorraine, recorded mining traces go back to Gallo-Roman times. The iron-ore deposits were worked by open mines in the GDL and by underground mines in Belgium, GDL and in France.

The northern limb of the Lorraine-Luxembourg iron ore basin, crops out in Belgium, south of Musson and Halanzy, near the top of the Bajocian cuesta. In the Gaume area of Belgium, the ore is less well developed than in the more southern part of the basin. In Halanzy, the thickness of the Aalenian is only 4.8 m, in Musson-Grand Bois, 4.5 m. Two individual ore layers can be observed with respective thicknesses of 2.15 m and 1.35 m, separated by 0.4 m of ferruginous marls. The ore consists of red to reddish brown ferruginous ooids (with a dominant goethite composition and locally glauconite grains), and well-rounded quartz grains in an argillaceous, limonitic or carbonate matrix, locally enclosing fossil shell debris. The interburden contains no or only rare ferruginous ooids (Boulvain, 2014). In the basin, the Minette-bearing formation has a thickness varying between 15 and 65 m.

The conditions for OIS-formation during the Mesozoic corresponded to marine high stands, widespread inland seas or epicontinental seas and a warm humid climate, favouring chemical weathering on the continent. The minette-type OIS mark the top of a regressive, coarsening- and shallowing-upward depositional sequence. The ferruginous ooids themselves were formed during sea-level lowstands or in condensed sections. The Minette is internally composed of coarsening-up sequences representing large-scale subtidal sand bars or shoals, built up during transgressions (Teyssen, 1989).

The ore is composed of goethite-berthierine, it is iron-rich (35-39 % Fe) and phosphorous (0.5-0.6 % P) in Belgium. The iron content varies from layer to layer. The ores are divided into a siliceous group with a CaO/SiO_2 ratio below 4 and a more calcareous group, varying according to the different sub-basins. Generally, the calcareous group overlays the siliceous group. The iron content reaches 35 % in the richest beds, about 12 to 18 % in the interbeds and about 10 % in the poorest beds. The color of the beds changes in function of the mineralogy, the iron content and the weathering state: reddish, brick red, black, green, blackish green, grey, yellow or brownish. The calcareous group has the less economic significance (Neumann-Redlin *et al.*, 1977b).

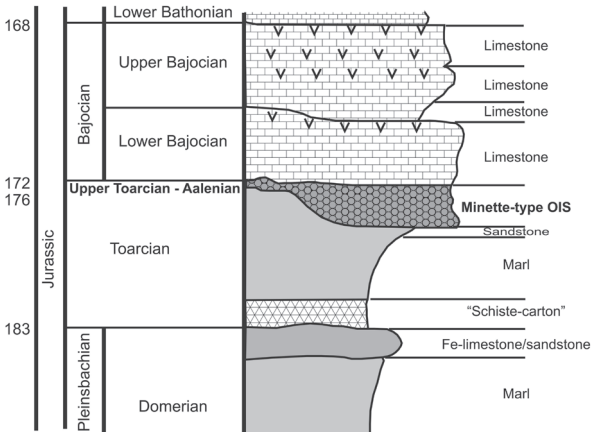


Fig. 12 – Simplified stratigraphical column locating the minette iron ore (after Cartannaz & Dolliou, 2010).
Fig. 12 *– Colonne stratigraphique simplifiée positionnant le minerai de fer appelé « minette » (d'après Cartannaz & Dolliou, 2010).*

6. OIS FROM NORMANDY (FRANCE)

OIS are well known from the Ordovician shelf sequences of SW Europe (the Western European Platform), the Avalonian Terranes of several W-European areas (France, Portugal, Spain, Bohemia, Thuringia...), and North Africa, where they formed at mid to high palaeolatitudes, mostly on the margins of the Gondwana supercontinent. On a global scale, they represent the most important group of deposits of the first of the two major periods of Phanerozoic OIS generation (Ordovician-Devonian and Jurassic-Paleogene) (Young, 1989). The Lower Ordovician oolitic ironstones of the Armorican Massif, were studied in detail by Chauvel (1971), Joseph (1982) and more recently, by Gloaguen *et al.* (2007).

The western part of the Lower Normandy area (Manche, Orne, Calvados) consists of folded Phanerozoic rocks, continuous with those of Great Britain, and that belong to the Armorican massif (Fig. 13-14). Due to their resistance to erosion processes, the gritty bands of the Armorican sandstones form the ridges in the landscape. Folds consist of a succession of anticlines and synclines, oriented WNW-ESE.

The Lower Ordovician OIS layer is 3 to 8 m thick and crops out in the successive synclines of (named from the north to the south) Caen, May-sur-Orne - Saint André-sur-Orne, Soumont-Urville, Falaise - Saint-Rémy-sur-Orne (zone bocaine), Domfront-Mortain-La Ferrière-aux-Etangs, Sées – Ecouves, Pail – Multonne and Coevrons (Fig. 13-14). The synclines of Laval and Menez Belair are poorly mineralised and have never been mined. Only the first three synclines have been sampled, because of their relative proximity to the archaeological sites in the surroundings of Caen.

The OIS layer was intensively mined but all mines are now closed. The layer is divided in two main lithofacies. The lower facies is a grey-green to blackish green (when the rock is fresh) chlorite-siderite rich ore. The upper facies is a red hematite-rich ore. Both the base and top of the OIS layer are silica-rich and have not been mined. This OIS level was studied in detail (by means of petrography and geochemistry – see tables 3 and 4) – by Joseph (1982), but the results of his study were never published. Today, due to inten-

Fe (total)	35.2-40.6%
Fe^{2+} (siderite, Fe-chlorite)	28.4-34.2%
SiO_2	6.5-15%
Al_2O_3	3.2-8.8%
Cao	1.6-2.8%
MgO	0.6-1.9%
Mn	0.15-0.97%
P	0.04-0.14%

Tab. 3 – Mean chemical composition of the OIS from Normandy (data from Schnaebele, 1963 and published by Horon, 1977).
Tab. 3 *– Composition chimique moyenne des OIS de Normandie (données de Schnaebele, 1963 et publiées par Horon, 1977).*

sive extraction activities, outcrops are quite rare and they are mainly restricted to the border facies and/or to the strongly weathering zones, that are enriched in goethite or iron oxy-hydroxides. The mineralogical compositions are variable, not only inside the layer, but also from north to south, a phenomenon linked to the paleographical conditions and the position of the former continent.

The folded Palaeozoic rocks disappear beneath the overlying cover of flat-lying Mesozoic rocks that range from the Trias to the Cretaceous, and represent the western part of the Paris Basin.

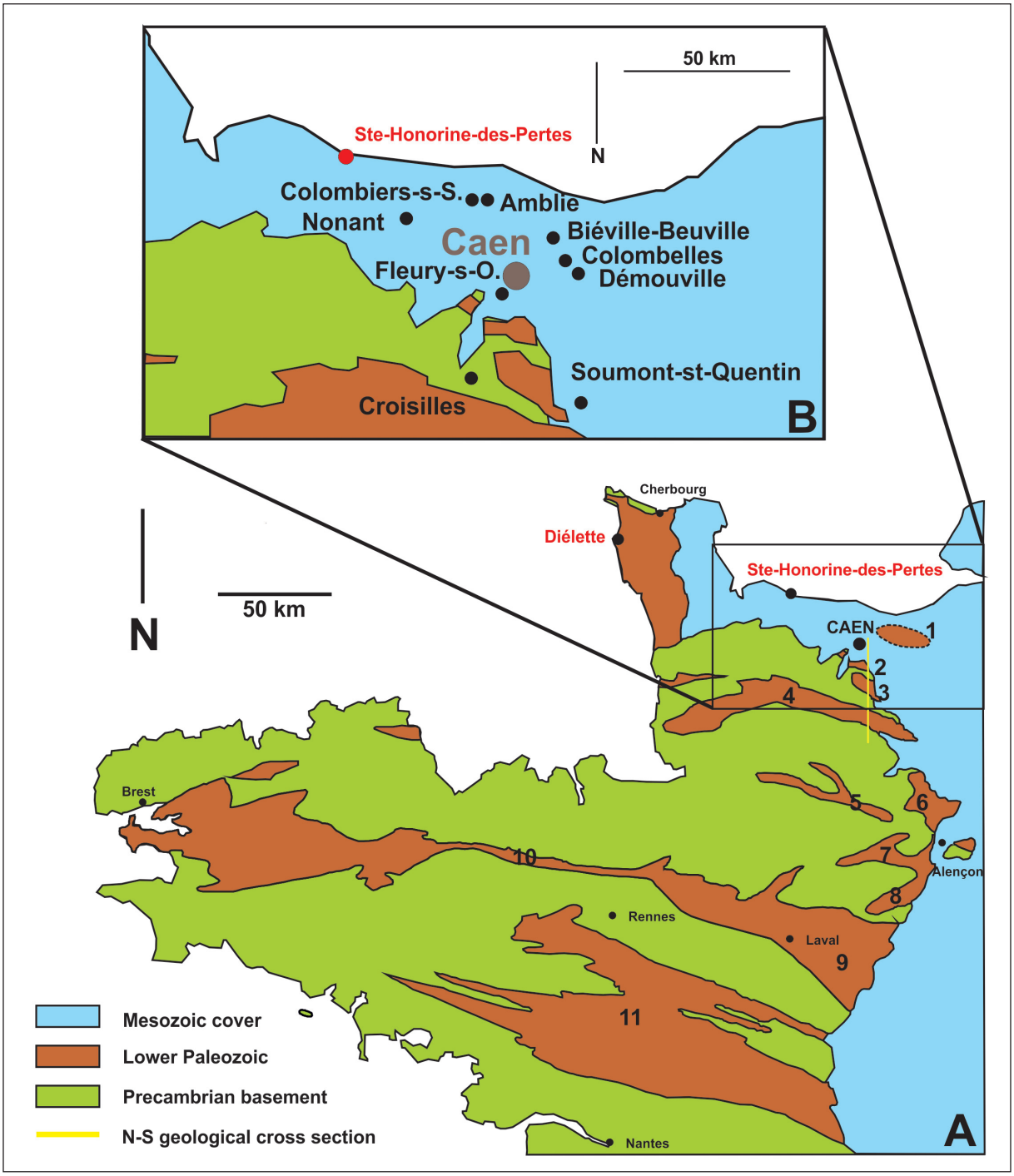
The OIS-bearing sequence in Normandy is organised into plurimetric negative sequences (shale-sandstone-iron ore) reflecting progradation phenomena. The oolitic iron ore has been deposited on a subtidal open shelf, exposed to tidal wave activity and located south of the infra-Cambrian continent. Giant parallel-oriented ooid bars were separated by muddy depressions. Field studies demonstrated that the OIS layer can be subdivided in 2 units, locally separated by shaly-sandy interbeds. The aerial distribution of these units points to the perennial role of an ancient Cadomian structure, called the Cap bas-normand of the Domnonée area. Detailed sedimentological, petrographical and geochemical analyses, have been carried out by Joseph (1982) on the extracted iron ores. The author distinguished an "oxide" facies (red or pink unit rich in hematite) and a "chlorite-carbonate" facies (greyish-green or black). The latter unit has not always been exploited over his total thickness, because of the excessive silica content in its uppermost part. The same author showed also the successive steps in the appearance of the following ore minerals: chlorite, hematite and siderite.

In the Mesozoic cover in Normandy mentioned earlier, a particular minette-type OIS occurs, with good outcrops along the coast. It

Claim	*Nature*	*Fe %*	*SiO_2 %*	*Al_2O_3 %*	*MgO %*	*CaO %*	*S %*	*P %*	*Mn %*	*Perte au Feu %*
May-sur-Orne	Hematite « cru »	45-50	10							
May-sur-Orne	« Taché cru »	35-38	16-20							
May-sur-Orne	Couche totale	41-42	15-16				0.12	0.1-0.4	1	10
Saint-Rémy	Hematite « cru »	53	8	3.32	0.46	3	0.05	0.75	0.24	8.55
Saint-Rémy	Carbonated « cru »	41-42	14	5.5	1.38	2.66	0.09	0.58	0.4	14-15

Tab. 4 – Mean, but incomplete chemical composition of the OIS from two mines of Normandy (after Joseph, 1982).
Tab. 4 *– Composition chimique moyenne et incomplète des OIS provenant de 2 mines normandes (d'après Joseph, 1982).*

is called the "Oolithe ferrugineuse de Bayeux". Most conspicuous is the historical Bajocian stratotype and natural coastal outcrop at Sainte-Honorine-des-Pertes, near Bayeux (Normandy). Here, the formation is extremely condensed (0,5 m) and composed of 4 decimetric beds that contain centimetric rounded ferruginous oncoids, ferruginous microstromatolitic hardgrounds, ferruginised lithoclasts and abundant well-sorted ferruginous ooids of mainly goethite (Préat *et al.*, 2000). The feruginous ooids range in size from 0.3 to 2 mm and may be variably abundant in different beds, but they never give rise to a supporting framework. The intergranular matrix is represented by wackestones to packstones containing bivalve and echinoderm fragments, benthic foraminifera, peloids, and scattered quartz grains (Pavia & Martire, 2009).



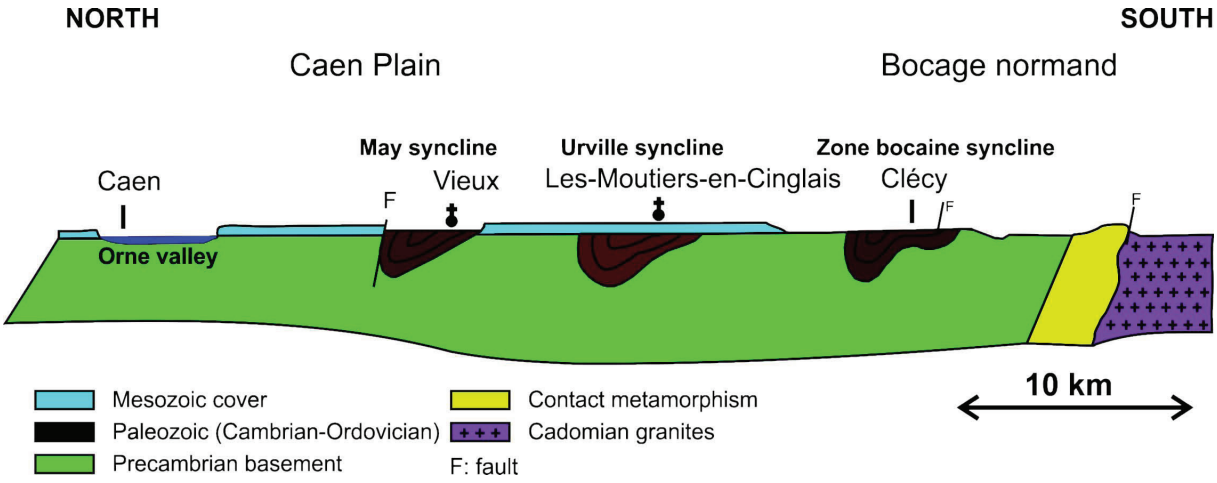


Fig. 14 – Geological cross-section through the Basse-Normandie.
Fig. 14 – *Coupe géologique transversale à travers la Basse-Normandie.*

In the Anjou area, located 60 to 100 km south of the OIS-occurrences in Normandy, a particular OIS ore also occurs within the Lower Member of the Grès Armoricain Formation (Ordovician) in the Châteaubriant anticline. At some places, epigenetic hydrothermal alteration affects this OIS layer, leading to a pervasive and massive sulphidization with the formation of stratoid pyritised lenticular bodies within the OIS layer (Gloaguen *et al.* 2007).

7. SPATIAL RELATIONSHIP WITH THE LINEAR POTTERY CULTURE SETTLEMENTS IN BELGIUM, IN THE NETHERLANDS AND IN NORMANDY.

LBK settlements studied from Basse-Normandy, Hesbaye, the Dendre valley, the Netherlands and the Gutland have been plotted on general large-scale geographical and geological maps (Fig. 6-7, Fig. 13).

Fig. 13 – (opposite page) Geological sketch map showing the location of the oolitic iron ores of the Basse-Normandy area. Note the presence of Lower Paleozoic synclines (brown colour), enclosing Clinton-type OIS levels, and the location of the Early Neolithic sites around Caen (see inset above). A Bajocian minette-type OIS (historical stratotype of the Bajocian stage) is located at Sainte-Honorine-des-Pertes). In Diélette magnetite ores are present. 1: the covered syncline of Caen-Ranville; 2: the May sur Orne-Saint André syncline; 3: Soumont-Urville syncline; 4: the Falaise - Saint-Rémy syncline (zone bocaine); 5: the Domfront-Mortain-La Ferrière-aux-Étangs-Halouze syncline; 6: the Sées – Écouves syncline; 7: the Pail – Multonne syncline; 8: the Coevrons syncline. The synclines of Laval (9), and Menez-Belair (10) contain thin and very iron-poor OIS layers. The large southern structure (11) does not contain any OIS layers (after Bicot, 1930).

Fig. 13 – *(page précédente) Carte géologique schématique montrant la localisation des niveaux de minerais de fer oolithique de la zone de Basse-Normandie. Notez la présence de synclinaux constitués de Paléozoïque inférieur (couleur brune), renfermant des couches de Clinton-type OIS, et la localisation des sites datés du Néolithique ancien autour de Caen (voir partie supérieure du schéma). Un niveau minette-type OIS du Bajocien (stratotype historique de l'étage géologique Bajocian est situé à Sainte-Honorine-des-Pertes). A Diélette, un minerai de magnétite est présent. 1 : le synclinal caché de Caen-Ranville ; 2 : le synclinal de May sur Orne-Saint André ; 3 : le synclinal de Soumont-Urville; 4 : le synclinal de Falaise - Saint-Rémy (zone bocaine) ; 5 : le synclinal de Domfront-Mortain-La Ferrière-aux-Étangs-Halouze ; 6 : le synclinal de Sées – Écouves ; 7 : le synclinal de Pail – Multonne ; 8 : le synclinal de Coevrons. Les synclinaux de Laval (9) et Menez-Belair (10) renferment des couches minces et pauvres en OIS. La grande structure plus au sud (11) ne renferme pas de couches d'OIS (d'après Bicot, 1930).*

These settlement are discussed in detail in several individual papers within the present book.

Similarly, the artefacts characterization and their comparison with the OIS are discussed in their respective articles in this book. Furthermore, they are the subject of a general synthesis and a summary published at the end of this book.

In a very general way, the settlement location is not guided by the immediate proximity of the OIS deposits. The agricultural quality of soils and the presence of fresh water rather seem to represent the most important selection criteria.

OIS found on archeological sites come from regional sources, located several kilometers to dozens of kilometers south of the sites of consumption. OIS are not the only base raw material for red pigment. Red-stained rocks and non-oolitic iron-rich ores that are not present in the immediate surroundings of the villages, were regularily found as well. However, these represent only a small part of the total red material. Their study is still in progress, the first results of which will be presented in a forthcoming paper.

Outcrops are restricted to valleys that cut superficial deposits, such as the loess cover in the Hesbaye area (e.g. Fig. 6). Actually, it is quite exceptional to observe the latter outcrops in the field, because they have been the starting point of initial surficial mining, followed by extraction in underground galleries in various historic times. For geological mapping purposes, the OIS levels are used as lithostratigraphic marker beds as they often correspond to boundaries between geological formations (or members). Furthermore, they have also been used as a high-resolution correlation tool between sections throughout large sedimentological basins (Dreesen, 1989a).

All macro- and microfacies variations of the Devonian and Jurassic OIS described above, are generally related to palaeogeography and, as a consequence, to the actual geographical conditions: these are offering keys to understand and relate archaeological samples to geological and geographical sources. If we consider both the restricted thickness and the folding of the OIS layers, we can imagine the difficulty to find and collect this raw material in the field. However, their conspicuous red colour and their property to stain the enveloping weathered shales, must have been favourable field criteria. The southern flank of the Brabant Parautochton is characterised by reversed strata with a high dip. Otherwise, the northern flank of the Namur Parautochton, is only gently inclined to the south. It is important to consider the influence of the dipping on the width of the outcrop zone. For example, a 0.30 m-thick layer with a dip of 80° has an outcrop width of 0.30 m while the same layer with an inclination of 10°, has an outcrop width of 1.68 m. So, the probability of discovering thin red-coloured OIS layers intercalated within green shales and of the opportunity to collect them in the field, were probably much higher at the northern flank of the Brabant Parautochton.

Short synthesis

This paper deals with the description of the different geological occurrences of oolitic ironstones known in northwestern Europe. The geological, lithostratigraphical, structural and paleoenvironmental settings of some particular oolitic iron ores weare discussed, in particular those of the Belgian Lochkovian, Givetian, Frasnian and Famennian stages, those of the Ordovician in Normandy (France), those of the Aalenian-Bajocian in the Grand Duchy of Luxemburg and those of the Emsian-Eifelian in the Eifel area (Germany). General available chemical data were provided as well as the assignment to one of the three OIS types in order to complete this general overview.

Acknowledgements

We are most indebted to Prof. em. W. Kasig (RWTH-Aachen) for allowing us to use unpublished data from different geological mapping projects carried out under his direction in the Eifel area, and for providing us with the original map of Maximilian Wemmer (1909) showing the geographical extension of the Heisdorf OIS-layer within the Eifeler Kalkmulden area. We thank Frédéric Boulvain (Professeur de géologie et sédimentologie, University of Liège, Belgium) and Xavier Savary (Géologue, Service archéologie DGA Jeunesse, Culture et Territoires, Caen, France) for their constructive review of the manuscript.

Bibliography

ANCION C. & VAN LECKWIJCK W., 1947. Les minerais de fer du sol belge. *In*: P. FOURMARIER, *Introduction à la Géologie de la Belgique*. Congrès 1947, section géologie. Centenaire de l'Assemblée des Ingénieurs sortis de l'École de Liège: 96-104.

BEKKER A., SLACK J. F., PLANAVSKY N., KRAPEZ B., HOFMANN A., KONHAUSER K. O. & ROUXEL O. J., 2010. Iron formation: the sedimentary product of a complex interplay among mantle, tectonic, oceanic, and biospheric processes. *Economic Geology*, **105**: 467-508.

BELANGER I., DELABY S., DELCAMBRE B., GHYSEL P., HENNEBERT M., LALOUX M., MARION J.-M., MOTTEQUIN B. & PINGOT J.-L., 2012. Redéfinition des unités structurales du front varisque utilisées dans le cadre de la nouvelle Carte géologique de Wallonie (Belgique). *Geologica Belgica*, **15** (3): 169-175.

BICOT A., 1930. Sketch of the geology of Low Normandy. *Proceedings of the Geologists' Association*, **41** (4): 363-395.

BOULVAIN F., 2014. Web site: http://www2.ulg.ac.be/geolsed/sedim/sedimentologie.htm. Éléments de Sédimentologie et de pétrologie sédimentaire.

BOULVAIN F., BELANGER I., DELSATE D. & GHYSEL P., 2001. Triassic and Jurassic lithostratigraphic units (Belgian Lorraine). *Geologica Belgica*, **4** (1-2): 113-119.

CARTANNAZ C. & DOLLIOU V., 2010. Log stratigraphique synthétique de Lorraine. Notice explicative de la carte des curiosités géologiques de la Lorraine. *Rapport final, BRGM/RP-57546-FR*, octobre 2010. Site web du BRGM.

CHAUVEL J. J., 1971. *Contribution à l'étude des minerais de fer de l'Ordovicien inférieur de Bretagne*. Mémoire de la Société géologique et minéralogique de Bretagne, **16**: 243 p.

DEJONGHE L., 1977. The iron ore deposits in Belgium. *In*: A. ZITZMANN (ed.), *The iron ore deposits of Europe and adjacent areas*, Hannover 1977, International Geological Congress, Commission for the Geological Map of the World. Explanation Notes to the International Map of the Iron Ore Deposits of Europe, 1:2,500,000, **I**: 97-100.

DEJONGHE L., 1986. Belgium. *In*: F. W. DUNNING & A. M. EVANS (ed.), *Mineral deposits of Europe,* volume **3**: Central Europe, The Institution of Mining and Metallurgy, The Mineralogical Society: 99-110.

DELMER A., 1912. La question du minerai de fer en Belgique. *Annales des Mines de Belgique*, **17** (4): 854-890.

DELMER A., 1913. La question du minerai de fer en Belgique (suite). *Annales des Mines de Belgique*, **18** (2): 325-448.

DENAYER J., PACYNA D. & BOULVAIN F., 2011. *Le minerai de fer en Wallonie. Cartographie, histoire, géologie*, Namur, Éditions de Service Public de Wallonie: 316 p.

DREESEN R., 1982. Storm-generated oolitic ironstones of the Famennian (Fa1b-Fa2a) in the Vesdre and Dinant Synclinoria (Upper Devonian, Belgium). *Annales de la Société Géologique de Belgique*, **105**: 105-129.

DREESEN R., 1989a. Oolitic ironstones as event-stratigraphical marker beds within the Upper Devonian of the Ardenno-Rhenish Massif. *In*: T. P. YOUNG & W. E. G. TAYLOR (ed.), *Phanerozoic Ironstones*. Special Publication **46**, Geological Society of London: 65-78.

DREESEN R., 1989b. The "*Cheiloceras* Limestone" a Famennian (Upper Devonian) event-stratigraphical marker in Hercynian Europe and Northwestern Africa? *Bulletin de la Société belge de Géologie*, **98**: 127-133.

DREESEN R., PAPROTH E. & THOREZ J., 1988. Events documented in Famennian sediments (Ardenne-Rhenish Massif, Late Devonian, NW Europe). *Memoirs of the Canadian Society of Petroleum Geologists*, **14**: 295-308.

DREESEN R., SAVARY X. & GOEMAERE É., 2016. Definition, classification and microfacies characteristics of oolitic ironstones, used in the manufacturing of red ochre - a comparative petrographical analysis of Palaeozoic samples from France, Belgium and Germany. *In*: C. BILLARD *et al.* (ed.), *Autour de l'hématite / About haematite. Actes de / Acts of Jambes, 7-8/02/2013, Volume 1*, Liège, ERAUL, **143** - *Anthropologica et Præhistorica,* **125/2014**: 203-223.

GLOAGUEN E., BRANQUET Y., BOULVAIS P., MOËLO

Y., CHAUVEL J. J., CHIAPPERO J. J. & MARCOUX E., 2007. Palaeozoic oolithic ironstone of the French Armorican Massif: a chemical and structural trap for orogenic base metal As-Sb-Au mineralization during Hercynian strike-slip deformation. *Mineral Deposita*, **42**: 399-422.

GOEMAERE É., JUNGELS C. & HAUZEUR A., 2013. Oolithic ironstones from Spy cave. *In*: H. ROUGIER & P. SEMAL (ed.), *Spy cave. 125 years of multidisciplinary research at the Betche aux Rotches (Jemeppe-sur-Sambre, Province of Namur, Belgium), Volume 1.* Anthropologica et Præhistorica, **123/2012**. Brussels, Royal Belgian Institute of Natural Sciences, Royal Belgian Society of Anthropology and Praehistory & NESPOS Society: 151-166.

HAFFNER A., 1971. Ein Hallstattzeitlicher Eisenschmelzofen von Hillesheim. Kries Daun. *Trierer Zeitschrift für Geschichte und Kunst* des Trierer Landes und seiner Nachbargebiete, **34**: 21-29.

HORON O., 1977. Les gisements de fer de la France. *In*: A. ZITZMANN (ed.), *The iron ore deposits of Europe and adjacent areas*, Hannover 1977, International Geological Congress, Commission for the Geological Map of the World. Explanation Notes to the International Map of the Iron Ore Deposits of Europe, 1:2,500,000, volume **I**: 143-159.

HORSCH H. & KEESMANN I., 1982. Die Eisenerze vom Siedlungsplatz Langweiler 8. *Archäologischer Korrespondenzblatt*, **12**: 145-151.

JOSEPH Ph., 1982. *Le minerai de fer oolithique Ordovicien du Massif Armoricain: sédimentologie et paléogéographie*. Thèse présentée à l'École Nationale Supérieure des Mines de Paris: 325 p.

KASIG W., 2000. Die Geologie der Eifel; in Eifelführer (Herausgeber: Eifelverein). *Aufl.*, **38**: 18-36.

KLEEMANN O., 1965. Römerzeitliche Eisengewinnung im Ahrgebiet. *Prähistorisches Zeitschrift*, **43-44**: 334-336.

KRONZ A. & EGGERST., 2001. Archäomettallurgische Untersuchungen aus dem Hügelgräberfeld Hillesheim, Kreis Daun. *Trierer Zeitschrift*, **64**: 69-109.

LAENEN B., DREESEN R. & ROELANDTS I., 2002. Sequence stratigraphic significance and comparative REE-fractionation patterns of Rupelian glaucony concentrates and Famennian oolithic ironstones (Belgium). *Aardkundige Mededelingen*, **12**: 51-54.

LALOUX M., DEJONGHE L., GHYSEL P. & HANCE L., 1996. *Notice explicative de la Carte géologique de la Wallonie, Feuille Fléron-Verviers* (42/7-8): 150 p.

MARION J. M. & BARCHY L., 2001. *Carte géologique de Wallonie, Feuille 57/5-6, Momignies - Seloignes: échelle 1:25,000 et notice explicative* (75 p.). Documents édités par le Ministère de la Région wallonne, Direction générale des ressources naturelles et de l'environnement, Namur (Belgique).

MEYER W., 1994. Geologie der Eifel. *Schweizerbart'sche Verlagbuchhandlung (Nägele und Obermiller)*. Stuttgart, Germany, 3d edition: 616 p.

NEUMANN-REDLIN C., WALTHER H. W. & ZITZMANN A., 1977a. The iron ore of the Federal Republic of Germany. *In*: A. ZITZMANN (ed.), *The iron ore deposits of Europe and adjacent areas*, Hannover 1977, International Geological Congress, Commission for the Geological Map of the World. Explanation Notes to the International Map of the Iron Ore Deposits of Europe, 1:2,500,000, volume **I**: 165-186.

NEUMANN-REDLIN C., WALTHER H. W. & ZITZMANN A., 1977b. The iron ore deposits of Luxembourg. *In*: A. ZITZMANN (ed.), *The iron ore deposits of Europe and adjacent areas*, Hannover 1977, International Geological Congress, Commission for the Geological Map of the World. Explanation Notes to the International Map of the Iron Ore Deposits of Europe, 1:2,500,000, volume **I**: 1227-228.

PAPROTH E., DREESEN R. & THOREZ J., 1986. Famennian paleogeography and event stratigraphy of Northwestern Europe. *Annales de la Société géologique de Belgique*, **109**: 175-186.

PAVIA G. & MARTIRE L., 2009. Indirect biostratigraphy in condensed successions: a case study from the Bajocian of Normandy (NW France). *Volumina Jurassica*, **7**: 67-76.

PRÉAT A., MAMET B., DE RIDDER C., BOULVAIN F. & GILLAN D., 2000. Iron bacterial and fungal mats, Bajocian stratotype (Mid-Jurassic, northern Normandy, France). *Sedimentary Geology*, **137**: 107-126.

RATH S., 2003. *Die Erforschungsgeschichte der Eifel-Geologie, 200 Jahre ein klassisches Gebiet geologischer Forschung*. Genehmigte Dissertation. Von der Fakultät für Georessourcen und Materialtechnik der Rheinisch-Westfälischen Technischen Hochschule Aachen: 239 p.

SCHNAEBELE M., 1963. Géologie des minerais de fer de l'Ouest. *Revue de l'Industrie Minérale*, **45** (1): 24-42.

STRUVE W. 1961. Zur stratigraphie der südlichen Kalkmulden (Devon: Emsium, Eifelium, Givetium). *Senckenbergia Lethaia*, **42**: 291-345.

STRUVE W., 1963. Das Korallen-Meer der Eifel vor 300 Millionen Jahren: Fund, Deutungen, Probleme. *Nat. Mus.* **93**: 237–276.

TEYSSEN T. A. L., 1989. Sedimentology of the Minette oolitic ironstones of Luxembourg and Lorraine: a Jurassic subtidal sandwave complex. *Sedimentology*, **31**: 195-211.

THOREZ J., DREESEN R. & STREEL M., 2006. Famennian. *Geologica Belgica*, **9**: 27-45.

VAN HOUTEN F. B. & ARTHUR M. A., 1989. Temporal patterns among Phanerozoic oolithic ironstones and oceanic anoxia. *In*: T. P. YOUNG & W. E. G. TAYLOR (ed.), *Phanerozoic Ironstones*, Geological Society Special Publication n° **46**: 33-49.

WALTHER H. W., 1986. Federal Republic of Germany. *In*: F. W. DUNNING & A. M. EVANS (ed.), *Mineral deposits of Europe*, volume 3: Central Europe, The Institution of Mining and Metallurgy, The Mineralogical Society: 175-301.

WEMMER M., 1909. *Die Erzlagerstätten der Elfel mit Ausschluss der näheren Umgebung van Aachen. Mit einer Erzlagerstättentafel*. Inaugural-Dissertation zur Erlangung der Doktorwürde bei der hohen Philosophischen und Naturwissenschaftlichen Fakultät der Königlichen Westfälischen Wilhelms-Universität zu Münster i.w., Iserlohn: 1-27.

WIJNEN J., 2013. *Characterization of red ochre in the Dutch Linearbandkeramik. Chemical analysis of hematite-rich ironstones by XRF and HH-XRF*. Unpublished master thesis of the Leiden University, Faculty of Archaeology, The Netherlands, Delft, 30 june 2013: 126 p.

YOUNG T. P. (1989). Phanerozoic ironstones: an introduction and review. In: T. P. YOUNG & W. E. G. TAYLOR (ed.), *Phanerozoic Ironstones*. Geological Society Special Publication, **46**: ix-xxv.

Authors address:

Éric GOEMAERE
Roland DREESEN
Royal Belgian Institute of Natural Sciences
OD Earth and History of life
Geological Survey of Belgium
13, Jenner street
1000 Brussels (Belgium)
eric.goemaere@naturalsciences.be

Alfred KATSCH
76, Müselterweg
52080 Aachen (Germany)

Iradj ESCHGHI
246, Münsterstrasse
52076 Aachen (Germany)

Anthropologica et Præhistorica, 125/2014 (2016) : 45-61

Usages et transformation de l'hématite dans le Néolithique ancien d'Europe du Nord-Ouest

Caroline HAMON, Cyrille BILLARD,
Dominique BOSQUET, Claude CONSTANTIN & Ivan JADIN

Résumé

L'exploitation de l'hématite durant le Néolithique ancien en Europe du Nord-Ouest (soit de la Linearbandkeramik à la fin du Blicquy/Villeneuve-Saint-Germain, 5200-4700 BC) est attestée sur des sites d'habitats et funéraires, en particulier à proximité des sources d'approvisionnement géologique.

À partir d'une analyse technologique et fonctionnelle des fragments d'hématite et des outils macrolithiques portant des traces de colorants, il est possible de mieux appréhender l'usage des colorants dans le système technique. 496 fragments d'hématite issus de 22 sites dans trois régions différentes ont été analysés : la plaine de Caen (Normandie - 12 sites), le bassin de la Dendre (Hainaut - 3 sites), et la Hesbaye liégeoise (Liège - 7 sites).

Les caractéristiques des fragments d'hématite utilisés sont comparables entre ces différentes régions et suggèrent une gamme commune d'usages. La combinaison de la morphologie et de la distribution des traces d'usure sur différents types d'objet permettent de proposer plusieurs interprétations fonctionnelles. Si la production de poudre et l'application de colorant sur différent types de matières semblent bien avoir été l'objectif principal de ces productions, les propriétés abrasives de l'hématite ont également été recherchées pour des opérations de façonnage d'objet ou d'assouplissement de matières semi-souples.

Sur les sites d'habitat, les hématites ont été transformées et réduites en poudre à l'aide de meules, de percuteurs et de concasseurs. Les outils de percussion ont été employés pour le concassage d'hématite en fractions relativement grossières avec parfois une seconde étape de broyage plus fin. Les meules ont été réutilisées selon un geste circulaire (et non en va-et-vient) afin d'obtenir de la poudre. Il s'agit dans ce cas de réemplois de faible intensité et durée d'utilisation. Parallèlement, des outils opportunistes tels que des éclats façonnés ou retouchés ont été employés pour le broyage de colorants.

L'usage de matières colorantes avec des polissoirs et de molettes à main est lié à leur utilisation respectivement pour le façonnage par abrasion de différents types d'objets et l'assouplissement de matières semi-souples. L'originalité du traitement de l'hématite durant le Néolithique ancien du nord-ouest de l'Europe réside ainsi dans l'importante variété de ses modes de transformation et de ses usages.

Mots-clés : Néolithique ancien, Europe du Nord-Ouest, hématite, outils macrolithiques, tracéologie.

Abstract

The exploitation of hematite during the Early Neolithic of north-western Europe (from the Linearbandkeramik to the end of Blicquy/Villeneuse-Saint-Germain, 5200-4700 BC) is attested on settlements and funerary contexts, especially when located near geological sources.

After the technological and use-wear analysis of fragments of hematite and macrolithic tools wearing traces of colorings, it is possible to better understand how the use of colouring materials is contributing to the technical system. 496 fragments of hematites from 22 sites in three different regions have been analyzed: the plain of Caen (Normandie - 12 sites), the Dendre basin (Hainaut - 3 sites), and Hesbaye (Liège - 7 sites).

The characteristics of the fragments of hematites used is comparable between the different regions, suggesting a common range of uses. The combination of the morphology and of the distribution of the use-wear traces on the different types of objects allows the proposal of several functional hypotheses. If the production of powder and the application of color on different types of matters seems to have been one of the main goals of these productions, the abrasive properties of hematites have also been searched for some operations of shaping of objects and suppling of half hard matters.

On settlements, hematites have been processed and reduced into powder with querns, hammerstones and crushing tools. Percussive tools have been employed for the crushing of hematites in quite coarse fractions, with sometimes a second stage of finer grinding. Querns have been reused in a circular motion (and not in a back-and-forth one) in order to obtain powder. In this case, it represents a reemployment of low intensity, and low duration. In parallel, opportunist

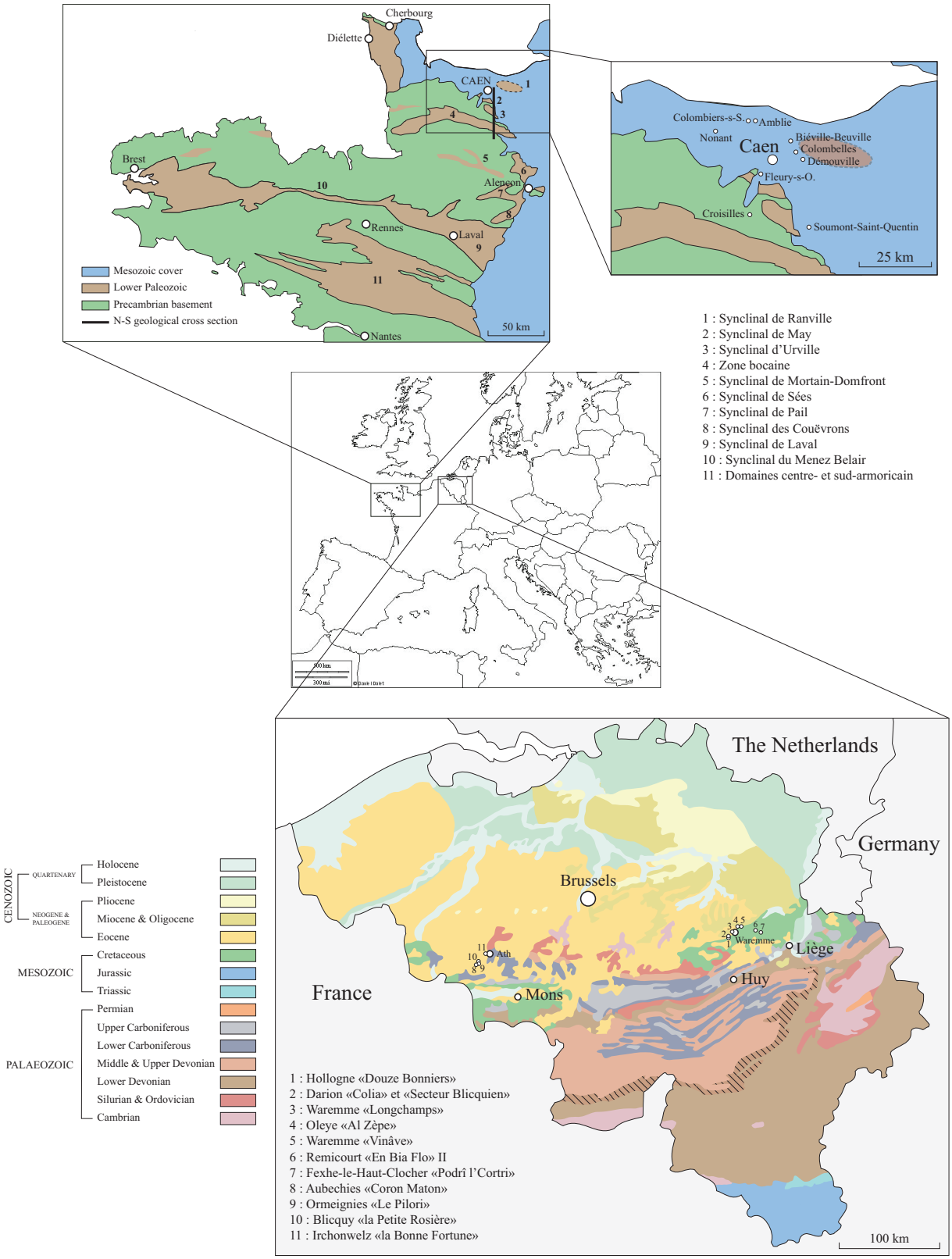


Fig. 1 – Carte de localisation des sites analysés en plaine de Caen, Hainaut et Hesbaye (Infographie : Dominique Bosquet).

tools such as shaping or resharpening flakes were used for the grinding of colorings.

The use of colorings matters with polishers or handstones is linked to their use respectively for the shaping by abrasion of different kind of objects, and the suppling of half-rigid matters. The originality of hematite treatment in the early Neolithic of North-Western Europe is definitely linked to an important variety of the modes of transformation and uses of this matter.

***Keywords**: Early Neolithic, North-Western Europe, hematite, macrolithic tools, use-wear analysis.*

1. INTRODUCTION

Les matériaux colorants, qu'il s'agisse d'hématites oolithiques (OIS) ou non, d' « ocres » ou de grès à forte composante ferrugineuse, sont l'une des éléments de la Culture rubanée partagée par de nombreux sites européens. Outre la recherche d'un pouvoir colorant privilégiant la teinte rouge, ces matériaux offrent des propriétés multiples, potentiellement adaptées à une gamme d'usages très variée : qualités abrasives, rôle asséchant pour le traitement des peaux, propriétés aseptisantes et de conservation des matières organiques, etc.

Sur les sites rubanés, ces matériaux colorants sont en particulier utilisés dans les pratiques funéraires où ils recouvrent le fond de la fosse sépulcrale, la chevelure du défunt, ses vêtements ou sa parure (Bonnardin, 2009 ; Dohrn-Ihmig *et al.,* 1983 ; Jadin, 2003 ; Jeunesse, 1993, 2002 ; Modderman, 1970 ; Thevenet, 2010, 2016 : volume 2). Sur les sites d'habitat, les quantités de fragments de colorant (hématitique ou non) varient fortement d'une région à l'autre en fonction, notamment, de la proximité et de l'accessibilité des gisements de matières premières (Billard *et al.,* 2016 : ce volume ; Goemaere *et al.,* 2016 : ce volume ; Goldenberg, 2003 ; Kovarnik, 1987). L'usage de ces matériaux par les Rubanés revêtait donc probablement plusieurs dimensions, d'ordre à la fois technique et « symbolique ».

Si les hématites sont absentes du Bassin parisien en raison de la rareté des gisements de matières premières disponibles, leur transformation est, par contre, bien attestée sur d'autres sites d'Europe du Nord-Ouest : dans la plaine de Caen en Normandie (Billard *et al.,* 2004), sur des sites belges de Hesbaye (Bosquet *et al.*, 2016 : ce volume ; Jadin, 2003) et des sources de la Dendre (Constantin *et al.,* 2009), au Luxembourg comme à Altwies « Op dem Boesch » (Hauzeur & Jost, 2002 ; Hauzeur, 2006), aux Pays-Bas (Verbaas & van Gijn, 2007 ; Wijnen, 2013) ou encore dans le Bassin rhénan (Zimmermann, 1988).

Nous présentons dans cet article les premiers résultats de l'analyse tracéologique combinée de fragments d'hématite utilisés et d'outils macrolithiques (meules ou les polissoirs en grès) portant des traces de colorant issus de plusieurs habitats rubanés d'Europe nord-occidentale (Hamon, 2007, 2011 ; Billard *et al.,* 2014). L'objectif d'une telle étude était de mieux comprendre la fonction de ces objets, leurs modes de transformation et d'utilisation ainsi que leur rôle dans le système technique. L'hématite était-elle utilisée uniquement sous forme de poudre ? Était-elle impliquée dans une seule chaîne opératoire ou dans plusieurs procédés techniques relevant de différentes activités artisanales ? Avait-elle une fonction purement colorante voire symbolique ?

2. CORPUS ÉTUDIÉS

L'analyse a porté sur une série de 496 fragments d'hématite (oolithiques ou « OIS », et non oolithiques) provenant de trois régions occupées plus ou moins densément durant le Néolithique ancien, soit entre 5200 et 4700 avant notre ère environ. Ces fragments sont issus de 22 sites : 12 en Basse-Normandie, 3 en Hainaut et 7 en Hesbaye (Fig. 1 et Tab. 1). Chaque site a livré des ensembles variables, tant en termes de quantité d'objets que de qualité de l'information tracéologique exploitable.

En Basse-Normandie, une utilisation d'hématite oolithique (OIS) a été mise en évidence dans la plaine de Caen sur le site rubané de Colombelles « Le Lazzaro » (Billard *et al.,* 2016 : ce volume). Ce site occupe la partie nord de la plaine de Caen et est situé à 9 km du plus proche affleurement d'hématite. La fouille a permis d'identifier un total de 9 à 11 ensembles de structures matérialisant des unités d'habitation. Le mobilier céramique et les datations radiocarbones le rattachent à l'étape finale du Rubané récent du Bassin parisien (ou Rubané récent du Bassin de la Seine *in* Ilett & Meunier, 2013), et au tout début du V^{ème} mil-

Site	*Contexte*	*Datation*	*Nbre objets hématite*
Darion « Colia »	fouille	Rubané	3
Oleye « Al Zèpe »	fouille	Rubané	62
Waremme « Vinâve »	fouille	Rubané	9
Waremme « Longchamps »	fouille	Rubané	69
Hollogne « Douze Bonniers »	fouille	Rubané	42
Remicourt « En Bia Flo II »	fouille	Rubané	27
Fexhe-le-Haut-Clocher	fouille	Rubané	11
Remicourt « Fond de Momalle »	fouille	Rubané	1
Blicquy « la Petite Rosière »	fouille	Rubané	58
Irchonwelz « la Bonne Fortune »	fouille	BQY/VSG	24
Aubechies « Coron Maron »	fouille	Rubané	22
Colombelles « Le Lazzarro »	fouille	Rubané	148
Banville « La Fougère »	surface		1
Amblie « Devant la Croix Rouge »	surface		6
Bieville-Beuville « Le Vivier »	sondages	Mésolithique final	2
Saint-Martin-de-Fontenay « Le Diguet »	surface		2
Commeaux	surface		2
Fleury-sur-Orne	surface		2
Nonant « L'Angleterre »	surface		1
Soumont-Saint-Quentin « Les Longrais »	surface		1
Démouville « ZAC du Clos Neuf »	fouille	Rubané	1
Croisilles « Tiesmesnil »	surface		1
Colombiers-sur-Seulles « Houx »	surface		1

Tab. 1 – Corpus d'objets étudiés : hématites utilisées et macro-outils à traces de colorant en Basse-Normandie, Hesbaye et bassin de la Dendre.

lénaire. Il s'agit du site rubané le plus occidental connu à ce jour. Le site comporte un total de 148 fragments de colorants, dont 20 sont utilisés. Au sein de l'outillage macrolithique, trois catégories d'outils macrolithiques ont été utilisées pour la transformation de l'hématite : des percuteurs, des pièces intermédiaires et des « marteaux-enclumes » (Billard *et al.,* 2014 ; Hamon *et al*., 2007). Vingt autres objets en hématite, issus de 11 sites normands, ont été analysés. Il s'agit principalement d'objets issus de découvertes de surface, et dont la datation reste incertaine (pour plus de détails voir Billard *et al.,* 2016 : ce volume). Leur attribution au Néolithique ancien n'est donc pas avérée et demeure une hypothèse de travail, d'autant plus que l'utilisation de l'hématite est connue, notamment en Basse-Normandie, sur des sites datés du Mésolithique final comme à Biéville-Beuville (Artur & Billard, 2008). Malgré le poids et la morphologie parfois très marqués de ces objets, plusieurs d'entre eux n'ont pu bénéficier d'une analyse tracéologique en raison d'une patine très développée.

En Hesbaye, 223 objets en hématite issus de 7 sites rubanés ont été analysés (Bosquet *et al.,* 2016 : ce volume). Ces sites sont issus de différentes fouilles programmées, comme à Darion « Colia », Oleye « Al Zèpe » ou Waremme « Longchamps » (Cahen *et al*., 1990 ; Keeley *et al*., 2005) et n'ont la plupart du temps été que partiellement fouillés. Ces sites d'habitat présentent tous une

enceinte. Entre 1993 et 2000, le nombre de sites fouillés a augmenté grâce à l'opération d'archéologie préventive menée sur le tracé du TGV, en particulier à Remicourt « En Bia Flo » II, Fexhe-le-Haut-Clocher et Waremme « Vinâve » (Bosquet *et al.,* 2004 ; Bosquet & Fock, 1996). Ces fouilles ont abouti entre autre à la définition d'une phase pionnière de peuplement à laquelle appartiennent les maisons situées à l'écart des villages (Bosquet & Golitko, 2012).

Dans le bassin de la Dendre, au sud d'Ath, 16 sites du Néolithique ancien (7 rubanés et 9 blicquiens) sont connus sur une surface relativement restreinte de 3 km par 9, à la suite des prospections intenses effectuées par Léonce Demarez et d'autres découvertes faites par Michel Daubechies ou mises au jour à la suite de travaux préalables à la construction de la ligne TGV Lille-Bruxelles (Constantin *et al.*, 2009 ; Bosquet *et al.,* 2016 : ce volume ; Livingstone Smith, 2012). Ces sites ont été fouillés de façon très inégale et les fragments d'hématite étudiés proviennent des 3 sites fouillés le plus extensivement. Il s'agit des sites rubanés, « Coron Maton » à Aubechies (Constantin *et al.,* 2010a) et « la Petite Rosière » à Ormeignies-Blicquy (Constantin *et al.,* 2010b), auquel a été adjoint un site blicquien : celui de « la Bonne Fortune » à Irchonwelz (Constantin *et al.,* 2010c). Près de 104 objets en hématite issus de ces sites ont été analysés (Tab. 2).

3. Les hématites utilisées

Sans entrer dans la description fine de chaque fragment d'hématite (voir les publications des monographiques en cours), nous proposons ici une analyse synthétique des principales caractéristiques partagées par l'ensemble de ces objets

Site	*Nco*	*Nco / N o.s.*	*Nco / N o.g.*
Aubechies	55	4,80 %	28,50 %
Ormeignies - Blicquy	64	6,70 %	60 %
Irchonwelz	23	6,20 %	27,30 %

Tab. 2 – Présence absolue et relatives des fragments de colorants. Nco : nombre de fragments par site ; N o.s. : nombre d'outils en silex ; N o.g. : nombre d'outils en grès.

pour en proposer un premier niveau d'interprétation fonctionnelle.

3.1. Méthodologie d'étude

Une même méthodologie a été mise en place pour l'étude de l'ensemble des objets en hématite des trois régions. L'analyse visait à déterminer quelles pièces avaient été utilisées, comment et pour quel usage. Les pièces non transformées ont été prises en compte lors de l'étude. De même, tous les colorants ont été intégrés à l'analyse, qu'il s'agisse d'hématite oolithique (OIS), d'hématites non oolithiques ou d'autres matériaux en particulier certains grès ferrugineux, pour tenter de déterminer s'ils avaient subi des traitements différents.

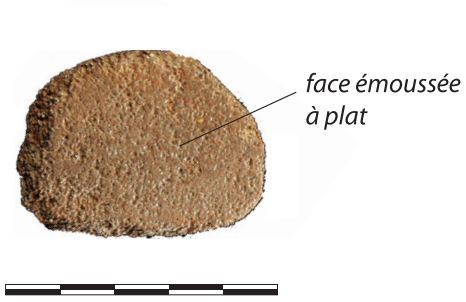
La méthode d'analyse fonctionnelle suivie repose sur celle mise en place pour l'étude du macro-outillage lithique sur roches grenues (Adams *et al.,* 2009). Les caractéristiques technomorphologiques (morphologie, dimensions, localisation des plages utilisées) des hématites et des macro-outils ont été documentées. Les traces d'utilisation affectant chacune des plages actives ont été analysées en termes de nature, distribution, orientation, morphologie et combinaisons au microscope stéréoscopique (*low power approach*) afin de proposer des interprétations fonctionnelles selon le principe de l'analogie avec un référentiel expérimental élaborés par nos soins (Hamon, 2008 ; Billard *et al.*, 2014) ou issu de publications (Hodgkiss, 2010).

Soulignons enfin que certaines pièces n'ont pu faire l'objet d'une analyse tracéologique optimale en raison :
- d'une patine prononcée (en particulier les objets issus des collections de surface normandes) ;
- de conditions de stockage et de nettoyage moins favorables à la préservation des traces archéologiques et la création de traces récentes (émoussés ou stries « fraîches ») ;
- d'une altération plus avancée du matériau : friabilité, altération de la partie superficielle des objets (en particulier sur les séries du Hainaut).

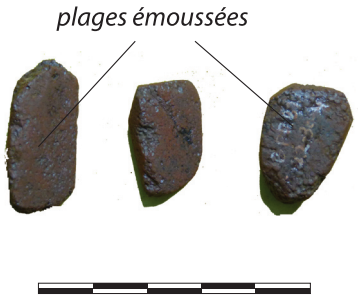
3.2. Morphologie des plages d'utilisation

Une à plusieurs parties sont plus particulièrement sollicitées lors de l'utilisation des fragments d'hématite : il en résulte que chaque objet com-

Objets à facettes d'utilisation



Remicourt



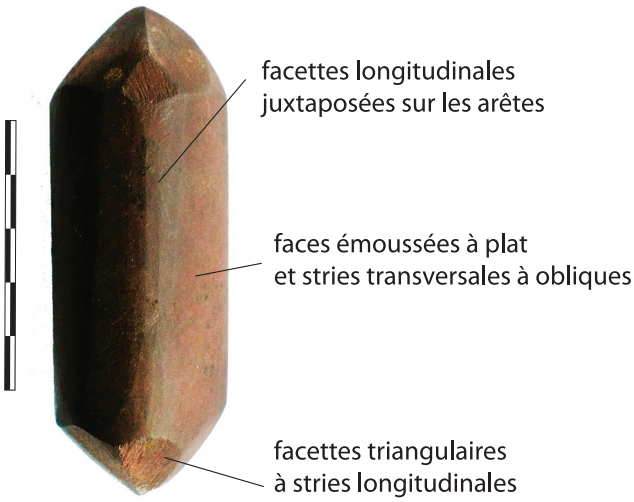
Blicquy

Bâtonnets



Darion

«Crayon»



Oleye

Objets semi-circulaires



Oleye

Fig. 2 – Types d'objets en hématites et principales caractéristiques : objets à facettes d'utilisation, bâtonnets, crayons et objets semi-circulaires ; exemples normands et belges.

bine des plages d'utilisation sur les faces, arêtes, flancs et/ou extrémités. À partir des dimensions des objets, de la localisation de ces plages d'utilisation et de leur morphologie, nous avons distingué plusieurs types d'objets (Fig. 2, Fig. 3) :

- la plupart des objets en hématite ne présentent pas de forme spécifique de leurs plages d'utilisation : souvent de très petites dimensions, ils présentent des facettes abrasées sur leurs faces, arêtes, tranches et / ou extrémités. Ces facettes résultent d'une utilisation à plat ou selon un angle compris entre 0° et 45° à l'origine de la création de plages plus biseautées ;
- des bâtons abrasés sont des objets de forme et de section quadrangulaires, de petites dimensions (longueur max : 3 cm ; largeurs et épaisseurs : moins d'1 cm) dont une à plusieurs faces ont été appliquées sur un support rigide à l'origine de la formation d'angles très marqués. Ces objets sont présents notamment à Colombelles, Remicourt et Hollogne ;
- des crayons grossièrement cylindriques se distinguent par leurs dimensions importantes et la disposition de leurs plages d'utilisation. Ils présentent de larges plages longitudinales juxtaposées sur les faces et flancs, associées à des extrémités appointées à multiples plages d'utilisation triangulaires, juxtaposées en « biseau ». Trois proviennent d'Oleye « Al Zèpe » (Jadin, 2003), de Remicourt « En Bia Flo » II (Bosquet *et. al.*, 2004) et d'Altwies « Op dem Boesch » (Hauzeur & Jost, 2002) ;
- des objets semi-circulaires : ils sont utilisés à plat sur une ou deux de leurs faces, et présentent une tranche dont la forme curviligne résulte de la juxtaposition de plusieurs petites facettes d'utilisation sur un support semi-rigide ;
- des objets appointés dont les pans curvilignes ou anguleux constituent les principales plages actives. Les flancs sont utilisés soit à plat sur support rigide (forme « triangulaire » avec arêtes vives), soit selon un angle à 45° environ sur support semi-rigide (forme « ovoïdes » avec arêtes émoussées). L'angle formé entre l'objet et la surface de contact est à l'origine de la courbure convexe de ces bords, l'utilisation successive des deux bords entraînant la formation d'une forme « appointée » ;
- des objets à plages concaves sont peu nombreux (Darion, Colombelles). Ces objets d'assez grandes dimensions présentent des plages d'utilisation concaves ou convexo-concaves sur une ou deux de leurs faces. Ces plages ont été obtenues du fait d'une utilisation sur des surfaces semi-souples convexes. Les flancs plano-concaves de ces objets ont également été générés par des surfaces plano-convexes. Certains de ces objets présentent des plages concaves de type « rainure » larges et évasées, qui évoquent plutôt un usage comme outil passif de type polissoir ;
- de petites molettes de friction ont surtout été retrouvées lors de découvertes de surfaces en Normandie (Amblie, Banville, Colombiers-sur-Seulles). Ces outils sont de grandes dimensions. L'ensemble de leurs faces constituent des plages d'utilisation. Les faces sont utilisées à plat, les tranches convexes sur des supports concaves en lien avec la transformation de matériaux semi-souples, et les extrémités en biseau sur des supports rigides selon un angle compris entre 0 et 45°.

Plusieurs indices plaident pour une utilisation relativement intensive de ces objets. Leurs dimensions résultent-elles d'un choix de petits supports ou d'un fort degré d'utilisation ? Il semble bien que les deux cas de figures coexistent avec de petits fragments d'hématite utilisés sur une seule de leurs faces et de petits objets présentant toute une série de plages d'utilisation juxtaposées, résultant de plusieurs épisodes d'utilisation successifs plus ou moins rapprochés dans le temps.

Une autre caractéristique de ces objets réside dans les dimensions parfois très réduites des plages d'utilisation. Les surfaces de contact d'à peine quelques millimètres de large (arêtes en particulier) suggèrent des opérations minutieuses d'application de matière colorante sur un support rigide à semi-rigide. L'abrasion de ces arêtes n'avait en effet qu'un intérêt très limité en termes de production de poudre colorante du fait des quantités réduites produites.

3.3. Quelles traces d'utilisation ?

On soulignera d'emblée l'uniformité des traces d'utilisation observables sur les fragments d'hématite issus de corpus de différentes régions et donc leur probable similarité d'usages. Si l'aspect de certaines traces d'utilisation peut varier en fonction de la matière première utilisée, leurs principales caractéristiques peuvent être résumées comme suit (Fig. 4).

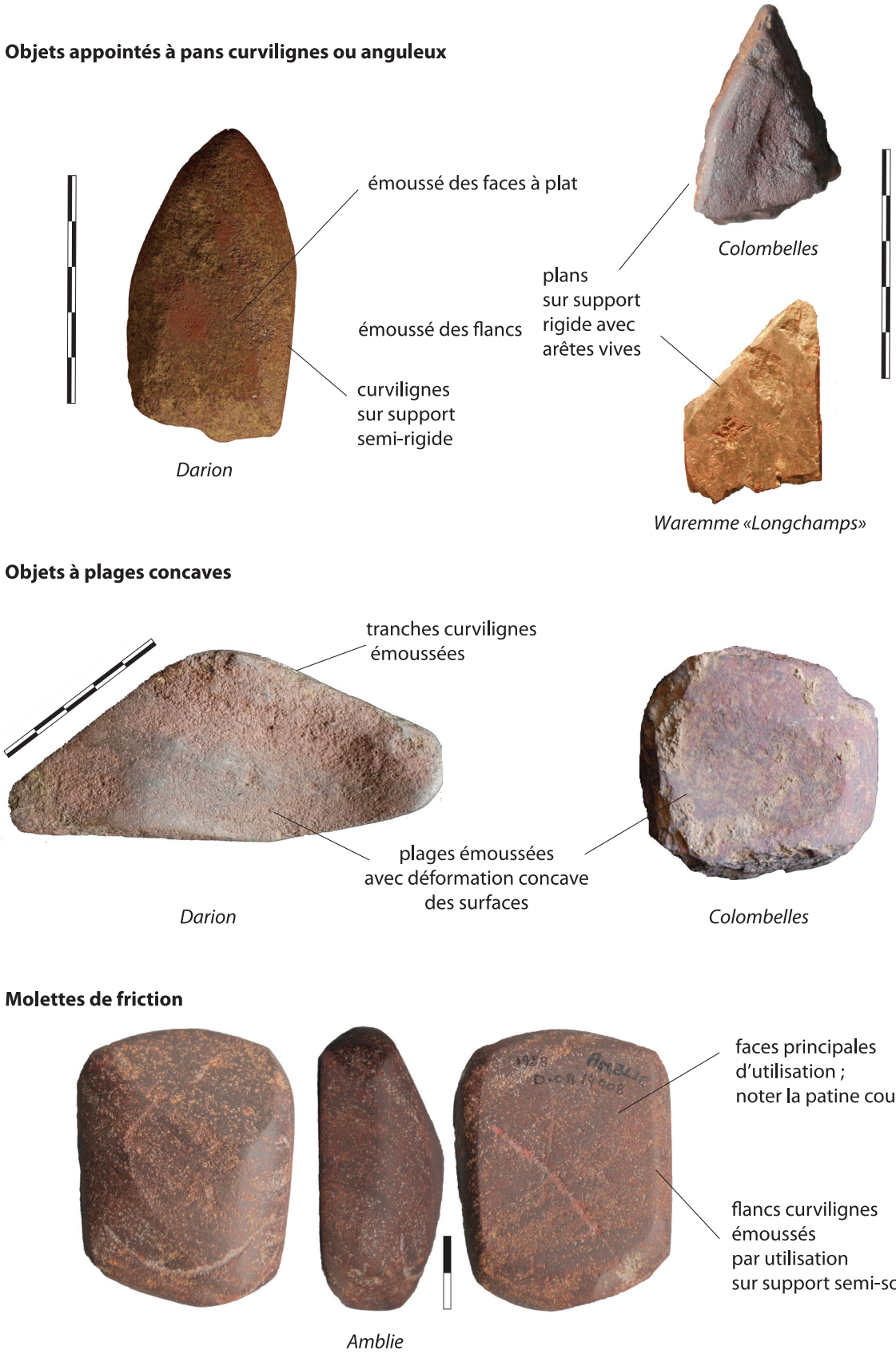


Fig. 3 – Types d'objets en hématites et principales caractéristiques : objets appointés à pans curvilignes ou anguleux, objets à plages concaves et molettes de friction ; exemples normands et belges.

La plupart des plages d'utilisation sur fragments d'hématite présentent un émoussé d'aspect « doux », continu et homogène, qui peut aller jusqu'à la création d'une zone uniformément lisse (en particulier sur les faces utilisées à plat). Sur un matériau grenu comme l'hématite oolithique (OIS), cette uniformité de l'émoussé de surface implique très certainement un apport d'eau au cours de l'utilisation (en particulier dans le cas d'une application directe de la matière colorante sur un support). Ceci expliquerait d'ailleurs l'absence d'uniformité et de continuité apparente de l'émoussé sur une partie des hématites transformées. Certaines de ces plages émoussées présentent en outre parfois un lustré très prononcé.

Ces objets sont également caractérisés par l'omniprésence de stries d'utilisation. Leurs dimensions, orientation et distribution varient essentiellement en fonction de la partie de l'objet concernée. Sur les faces et les plages localisées aux extrémités des fragments d'hématite, de courtes stries irrégulièrement espacées s'orientent majoritairement de façon transversale à légèrement oblique ; des groupes de stries secondaires et de plus petites dimensions attestent d'un seconde étape d'utilisation de ces mêmes plages. Ces stries d'utilisation contrastent avec les stries longitudinales qui affectent en particulier les arêtes des fragments d'hématite.

Enfin, de fins impacts de percussion épars entament parfois les surfaces émoussées, sans qu'il ne soit possible de les attribuer à une opération à proprement parler (concassage, etc.).

Aucune combinaison systématique entre les différents types de traces n'a pu être mise en évidence. Lorsque plusieurs traces sont associées, la formation des traces d'utilisation se fait en deux temps. Un premier émoussé sur l'arête, largement débordant et de texture fluide, semble entamé dans un second temps par une nouvelle action d'abrasion, à l'origine de la formation de stries longitudinales marquées.

3.4. Interprétations fonctionnelles

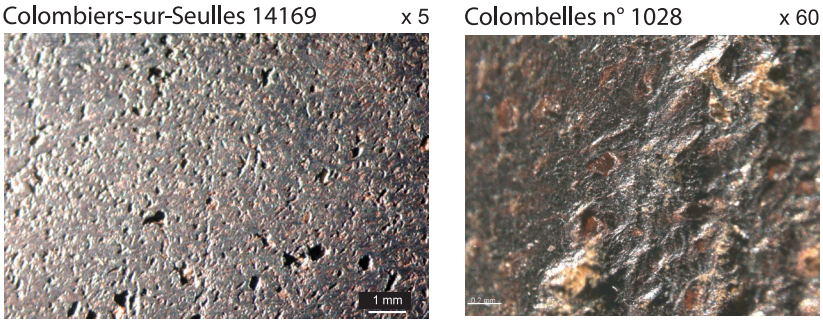
Les caractéristiques des fragments d'hématite utilisés semblent comparables entre les différentes régions d'implantation rubanées et blicquiennes, suggérant une même gamme d'usages. Il apparaît clairement que l'étendue de l'émoussé sur le flanc des objets, l'angulation des pans utilisés en biseau et la présence de groupes de stries évoquent l'application d'hématite directement sur un matériau abrasif semi-rigide de nature indéterminée.

L'hypothèse généralement admise, et dans certains cas testés expérimentalement, pour les fragments d'hématites utilisées au Paléolithique est celle d'une abrasion sur bloc pour obtenir une poudre de granulométrie plus fine et de teinte plus homogène que celles obtenues par broyage (Salomon, 2009). Si cette hypothèse reste plausible pour les fragments d'hématite rubanés, les traces archéologiques observées sont rarement similaires à ce qu'on peut obtenir expérimentalement par abrasion sur plaque de grès (Hodgkiss, 2010 : fig. 2).

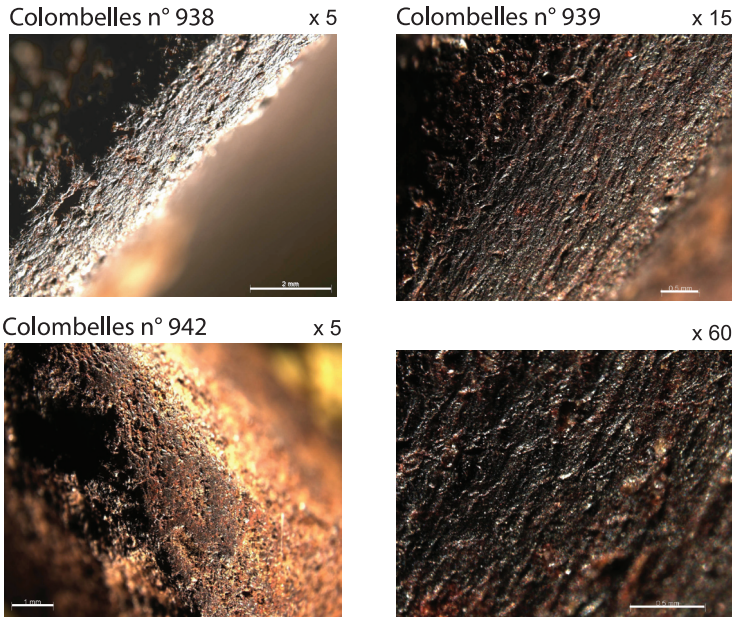
La combinaison de la morphologie de la distribution des traces d'utilisation et des caractéristiques des objets en hématite utilisés nous permet de proposer d'autres hypothèses fonctionnelles :

- les objets à surfaces d'utilisation planes et arêtes vives (bâtons, crayons, objets appointés) résulteraient de l'application directe de matière colorante par frottement (et plus épisodiquement percussion fine) sur différents supports rigides voir semi-souples (parois, objets en bois, matières dures animales, etc.) ; ceci rejoint les observations réalisées par d'autres auteurs qui évoquent l'usage de ces objets pour « produire des tracés colorés » (Salomon, 2009 : 332) ;
- les objets à plages convexes et arêtes émoussées (objets semi-circulaires, molettes de friction) auraient servi à assouplir des matières semi-souples de type peaux ou textiles. Les traces observées présentent en effet de nombreuses similitudes avec celles obtenues expérimentalement dans d'autres contextes (Hodgkiss, 2010 : fig. 3f) ; il reste cependant difficile de déterminer si les propriétés abrasives des blocs d'hématite étaient uniquement recherchées ou si l'application simultanée de couleur avait présidé au choix spécifique de ce matériau ;
- les objets à plages concaves à stries d'abrasion multidirectionnelles auraient servis à la régularisation de surfaces convexes ou semi-convexes à la manière d'un lissoir ;
- les objets à plages concaves avec stries de raclage ou présentant une rainure d'utilisation résulteraient d'un usage « dormant » plutôt comme abraseur ou affûtoir ; les caractéristiques abrasives des hématites seraient dans ce cas particulièrement recherchées.

Émoussé des faces



Émoussé et striations des arêtes et flancs



Stries et émoussé sur les facettes d'utilisation

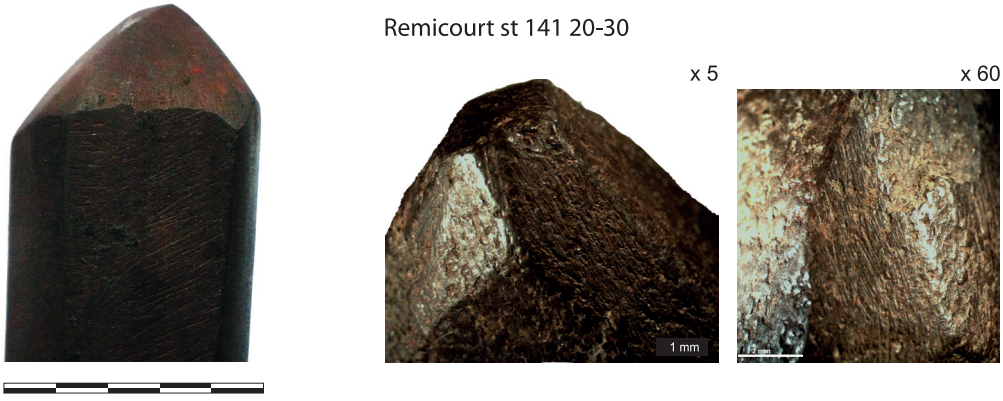


Fig. 4 – Caractéristiques des principales traces d'utilisation identifiées sur les objets en hématite normands et belges.

Site	*Meules / molette*	*Mortier / table broyage*	*Outils concassage / percussion*	*Polissoirs*	*Molette de friction*	*Fragment*	*Éclats (entame, façonnage, ravivage)*	*Total*
Darion « Colia »	10	2	2	6	2	14	27	63
Oleye « Al Zèpe »	3			4	1		4	12
Waremme « Vinâve »								0
Waremme « Longchamps »	1					6	16	23
Hollogne « Douze Bonniers »	4							4
Remicourt « En Bia Flo » II	9	1	1	1	1			13
Fexhe-le-Haut-Clocher	2	1		1		2	6	12
Remicourt « Fond de Momalle »								0

Tab. 3 – Nombre et types d'outils macrolithiques à traces de colorant visibles macroscopiquement sur les sites rubanés de Hesbaye.

Afin d'affiner l'interprétation fonctionnelle, il conviendra d'étendre le référentiel expérimental en particulier en testant de nouvelles combinaisons de gestes et de supports sur lesquels la matière colorante a été appliquée. Néanmoins, il est d'ores et déjà possible de distinguer trois types d'usages différents pour ces objets en hématite : si la production de poudre et l'application de couleur sur différents supports semblent avoir constitué des objectifs importants, les propriétés abrasives de ces hématites semblent également avoir été recherchées pour certaines opérations de façonnage d'objets et d'assouplissement de matières.

4. Le macro-outillage impliqué dans la transformation et l'utilisation des colorants

En écho à la diversité des usages des fragments d'hématite dans les procédés techniques rubané et blicquiens, plusieurs catégories d'outils macrolithiques ont été utilisées pour la transformation et l'application de celle-ci. Ceci est particulièrement perceptible à Colombelles (Basse-Normandie) et en Hesbaye liégeoise (Tab. 3), dont le macro-outillage a fait l'objet d'une analyse tracéologique (Hamon, 2007, 2008 ; Billard *et al.*, 2014).

4.1. La transformation de l'hématite

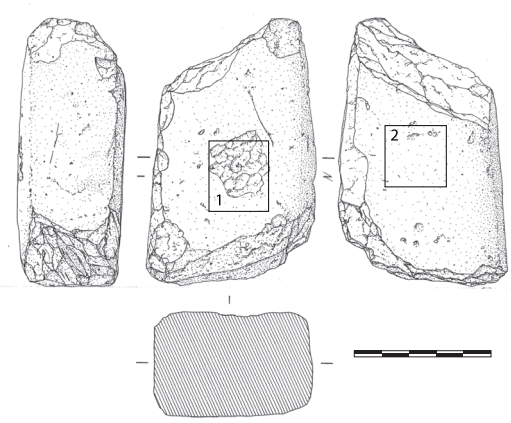
Deux grandes catégories d'outils peuvent être assimilées à la transformation des matières colorantes sur les sites normands et hesbignons : des outils de concassage et des outils de broyage.

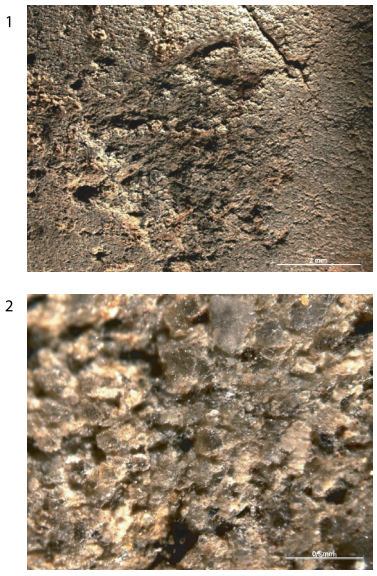
4.1.1. Concasseurs et percuteurs

Sur les sites de Normandie et de Hesbaye, plusieurs percuteurs en silex présentent des traces de colorant, associées spécifiquement aux plages de fine percussion. Ces outils ont été utilisés pour la transformation de matières colorantes, probablement à différentes étapes non spécifiques de leur traitement : concassage des plus grosses fractions de colorant, voir ravivage des outils ayant servi au broyage des matières colorantes, comme à Remicourt.

L'existence de concasseurs sur galets employés pour la transformation d'hématite a également été identifiée grâce à la présence de résidus de matières colorantes visibles à l'œil nu, en particulier à Colombelles. Ces outils se caractérisent par la présence d'impacts de percussion traînés ou séparés, et parfois l'existence de cupules profondes et larges (Fig. 5a). Ces traces évoquent le concassage d'une matière très dure, de quelques centimètres de diamètre, aux arêtes et angles

Marteau (Colombelles)

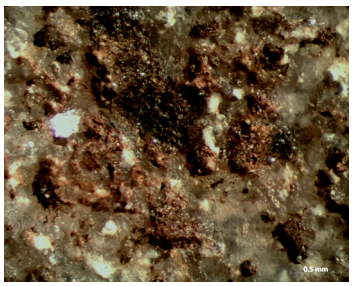




a

Table de broyage (Remicourt)

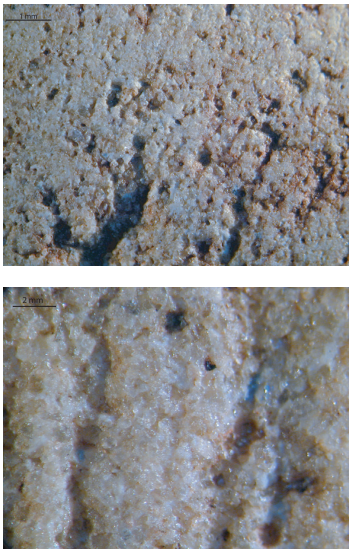




b

Molette de friction (Colombelles)





c

Fig. 5 – Caractéristiques tracéologiques des outils macrolithiques en lien avec l'utilisation des colorants : exemples normands et hesbignons.

contondants. Des traces récurrentes de résidus de matière minérale colorante sont piégées dans les interstices autour des grains.

Autour des plages à impacts de percussion, des zones émoussées indiquent qu'un geste de broyage était directement associé et réalisé dans la continuité directe des opérations de concassage. L'hypothèse fonctionnelle la plus vraisemblable pour ces outils est donc celle du concassage/broyage d'une matière minérale dure et colorante de fraction grossière à moyenne.

4.1.2. Meules

C'est en Hesbaye liégeoise que l'on trouve un grand nombre de meules portant des traces de colorant. Il s'agit le plus souvent d'outils cassés et de meules à céréales en position de remploi. Leur usage pour la transformation des colorants a été mis en évidence d'une part par la présence de résidus visibles à l'œil nu et d'autre part grâce à une analyse tracéologique. Il s'agissait notamment de déterminer si ces résidus résultaient d'un simple contact avec de la matière colorante comme cela a pu être mis en évidence sur des sites rubanés néerlandais (Verbaas & van Gijn, 2007) ou si les fragments de meules avaient été utilisés pour des actions effectives de broyage de matières colorantes. Les traces d'utilisation microscopiques observées sur les surfaces actives montrent que le lissage et le nivellement de la microtopographie caractéristiques d'un usage primaire pour les céréales, s'accompagnent de grains bien séparés, individualisés et microfracturés qui indiquent clairement un usage pour le broyage de matières minérales(Fig. 5b). Les traces liées au broyage des matières minérales avec résidus d'hématite indiquent un remploi de faible intensité et probablement de courte durée, selon un geste de broyage circulaire et non en va-et-vient visant à obtenir une fraction fine de type poudre.

Un outillage plus opportuniste a également été utilisé pour le broyage de ces colorants : des éclats de façonnage ou de réfection des bords des meules ont été employés pour l'obtention de poudre d'hématite par broyage.

4.2. L'utilisation de l'hématite

D'autres outils macrolithiques ont été employés non plus pour la transformation des matières colorantes, mais en association avec des matières colorantes pour d'autres opérations.

4.2.1. Polissoirs à mains et à plages

En Hesbaye, plusieurs polissoirs en grès fins micacés de dimensions variées présentent une signature tracéologique renvoyant à la mise en contact de plusieurs matières d'œuvre : les grains nets, séparés et bien individualisés, aux faces altérées renvoient au façonnage par abrasion d'objets en matières dures animales, tandis que la microfracturation des grains de quartz est à rapprocher des résidus de poudre colorante visibles microscopiquement, et à l'utilisation probable d'hématite comme adjuvant abrasif.

4.2.2. Molettes de friction

Une autre utilisation de l'hématite a pu être mise en évidence sur les sites rubanés, en particulier à Colombelles. Plusieurs molettes de friction y présentent des traces caractéristiques du traitement des matières animales souples, associées à l'ajout de matières minérales abrasives à rapprocher des résidus des matières colorantes bien visibles microscopiquement. Ces objets quadrangulaires présentent plusieurs faces et bords convexes utilisés en friction. Le poli des faces actives déborde largement au-delà des arêtes de la face active, ce qui engendre un émoussé continu sur toute la longueur (Fig. 5c). Il se traduit dans certains cas par un véritable lustré, d'aspect gras et luisant. De nombreuses stries transversales très courtes, denses et parallèles se surimposent préférentiellement à cet émoussé et ce sur les deux arêtes/bords de la face active. Ces traces rappellent les outils expérimentaux ayant participé au grattage d'une peau sèche ocrée (Gonzalez *et al.*, 2002 : 74), selon un geste transversal contraint. Il semble en outre qu'une étape de percussion lancée, réalisée par les extrémités des outils, ait été associée à ces opérations de traitement des peaux. L'association de ces critères morphologiques et tracéologiques indiquerait donc une utilisation similaire de toutes ces molettes de friction pour le traitement des peaux animales avec application de colorant minéral.

5. DISCUSSION

Comme le montre l'analyse tracéologique des hématites utilisées et des outils macrolithiques

impliqués dans leur transformation et utilisation, les matières colorantes semblent intervenir à différents niveaux du système technique rubané. Si toutes les étapes de la transformation de l'hématite ne semblent pas exactement identiques d'un site à l'autre, l'utilisation de matières colorantes dans les sphères domestiques, techniques et symboliques constitue bien un aspect de la culture matérielle partagé par les Rubanés à l'échelle européenne. L'utilisation de l'hématite dans le monde rubané semble relever de plusieurs procédés techniques et participer à de nombreuses chaines opératoires de transformation, en application directe ou sous forme de poudre comme adjuvant.

De très nombreuses catégories fonctionnelles du macro-outillage (meules, concasseurs, polissoirs, molettes de friction) montrent que l'hématite a été transformée en petites fractions par des outils de concassage, (marteaux de Colombelles) ou en poudre par des outils de broyage (meules de Hesbaye) dans les régions où ce matériau est disponible en relative abondance. Cette opération, reposant sur l'emploi de galets ou le réemploi d'outils de broyage, revêtirait donc un caractère relativement opportuniste dans le procédé. La quantité des outils impliqués évoquerait quant à elle une quantité de produit broyé relativement conséquente. Son usage en contexte funéraire constitue ainsi une utilisation importante, tant sur le plan des quantités produites que de sa signification. En contexte domestique, l'hématite aurait été employée comme abraseur ou comme adjuvant pour le façonnage voire la décoration d'objets en matières dures animales qu'il s'agisse d'outils ou d'objets de parure. Il semble qu'elle ait également été régulièrement employée pour l'assouplissement, voire la coloration, des peaux animales. Son usage comme dégraissant céramique a un temps été suggérée puis écartée, et la question d'une utilisation comme composé d'engobes céramiques reste ouverte. L'usage des bâtonnets et crayons pour tracer des motifs de couleur suggère également un usage « décoratif » : sur des supports durs aussi variés que le bois ou la terre, composant à la fois le mobilier et l'architecture rubanés, mais sans exclure un usage « cosmétique » avec application sur des supports souples directement sur la peau des hommes et des femmes rubanés, ou celle de leurs animaux employés comme vêtements. L'ensemble de ces hypothèses fonctionnelles ne pourront cependant être précisées qu'en élaborant un référentiel expérimental beaucoup plus complet en termes de gestes et de supports.

L'originalité de l'hématite dans le monde rubané d'Europe du Nord-Ouest résiderait donc à la fois dans la variété de ses usages et dans la diversité de ses modes de transformation. Cette omniprésence dans les procédés techniques rubanés contraste cependant avec la quasi absence de l'utilisation de ce matériau sur des centaines de kilomètres, dans des régions où les gisements se font rare. L'ubiquité, la diversité et l'intensité des usages de l'hématite sur certains sites contrastent ainsi avec son caractère relativement circonscrit à quelques zones géographiques. On pourrait ainsi s'étonner de l'absence de diffusion à plus large échelle de ce matériau au sein de l'aire rubanée, alors même que les réseaux de circulation et d'approvisionnement en matières premières lithiques apparaissent fortement structurés. Ceci pourrait s'expliquer également par l'usage de colorants rouges de nature autres que minérales dans les zones où l'hématite se fait rare.

Bibliographie

ADAMS J., DELGADO S., DUBREUIL L., HAMON C., PLISSON H. & RISCH R., 2009. Functional analysis of macro-lithic artefacts. *In :* F. STERNKE, L. EIGELAND & L. COSTA (éd.), *Non-flint Raw Material Use in Prehistory Old Prejudices and New Direction, 15th UISPP congress, Lisbon-September 2006,* BAR International Series, **1939**.

ARTUR E., BILLARD C., avec la coll. de HERVIEU G., MARIE N. & DUBRULLE F., 2008. Les occupations du Mésolithique final de Biéville-Beuville « Le Vivier » (Calvados). *Revue Archéologique de l'Ouest*, **25** : 53-92.

BILLARD C., ALIX P., BONNABEL L., BONNARDIN S., BOSTYN F., CASPAR J.-P., DEGOBERTIÈRE S., DIESTCH-SELLAMI M.-F., HAMON C., MARCOUX N. & MARGUERIE D., 2004. Le site d'habitat du Néolithique ancien de Colombelles « le Lazzarro » (Calvados) – Présentation préliminaire. *Internéo,* **4** : 29-34.

BILLARD C., BOSTYN F., HAMON C. & MEUNIER K., 2014. *L'habitat du Néolithique ancien de Colombelles « Le Lazzaro » (Calvados).* Société préhistorique française, Mémoire, **58** : 408 p.

BILLARD C., SAVARY X., DUPRET L. & HAMON C., 2016. Premières données sur l'exploitation de l'hématite en Basse-Normandie durant la préhistoire récente : ses contextes archéologiques et géologiques, son insertion dans le cadre de la néolithisation de l'ouest du Passin parisien. *In* : C. BILLARD *et al.* (éd.), *Autour de l'hématite / About haematite. Actes de / Acts of Jambes, 7-8/02/2013, Volume 1*, Liège, ERAUL, **143** – *Anthropologica et Præhistorica*, **125/2014** : 63-87.

BONNARDIN S., 2009. *La parure funéraire du Néolithique ancien en Bassins parisien et rhénan. Rubané, Hinkelstein, Villeneuve-Saint-Germain*. Société préhistorique française, Mémoire **49** : 322 p.

BOSQUET D. & FOCK H., 1996. Vestiges rubanés à Waremme-*Vinâve*. *Notae Praehistoricae*, **16** : 151-154.

BOSQUET D., FOCK H., GOFFIOUL C., PREUD'HOMME D. & MARCHAL J.–Ph., 2004. La néolithisation en Hesbaye (Belgique) : apport des fouilles récentes (1996-1999) sur le tracé du TGV oriental et le domaine militaire d'Alleur. *In* : *Section 9 et 10. Néolithique et âge du cuivre. Actes du XIV*ème *Congrès UISPP (Liège, 2-8 septembre 2001)*. Oxford, Archaeopress, BAR International Series, **1303** : 81-94.

BOSQUET D. & GOLITKO M., 2012. Highlighting and characterizing the pioneer phase of the Hesbayan LBK (Liège Province, Belgium). *In* : S. WOLFRAM, H. STAUBLE, M. CLADDERS & Th. TISCHENDORF (dir.), *Siedlungsstruktur und Kulturwandel in der Bandkeramik, Beitrage der Internationale Tagung "Neue Fragen zur Bandkeramik oder Alles beim Alten?", Leipzig, 23-24. September 2010*. Dresden, Landesmat für Archäologie, Arbeits- und Forschungsberichte zur Sächischen Bodendenkmalpflege, **25** : 91-106.

BOSQUET D., CONSTANTIN C., GOEMAERE É., HAMON C., JADIN I. & SALOMON H., 2016. Provenance, exploitation et utilisation de l'hématite oolithique au Néolithique ancien en Belgique : contextes et problématiques. *In* : C. BILLARD *et al.* (éd.), *Autour de l'hématite / About haematite. Actes de / Acts of Jambes, 7-8/02/2013, Volume 1*, Liège, ERAUL, **143** – *Anthropologica et Præhistorica*, **125/2014** : 121-151.

CAHEN D., KEELEY L., VAN BERG P.-L. & JADIN I., 1990. Trois villages fortifiés du Rubané récent en Hesbaye liégeoise. *In* : D. CAHEN & M. OTTE (ed.), *Rubané et Cardial. Actes du Colloque de Liège (Liège, novembre 1988)*. Liège, Université de Liège, Études et Recherches Archéologiques de l'Université de Liège; **39** : 125-146.

CONSTANTIN C., ALLARD P., DEMAREZ L., AUXIETTE G., BAKELS C., FIRMIN G., KRAUSZ S., LUNDSTROM-BAUDAIS K., MUNAUT A., PERNAUD J.-M. & SALAVERT A., 2010a. Le site rubané d'Aubechies, Coron-Maton (Hainaut), Fouilles de 1984 à 2002. *Bulletin du Cercle archéologique Hesbaye-Condroz*, **30** : 5-111.

CONSTANTIN C., DERAMAIX I., DEMAREZ L., BAKELS C., KRAUSZ S. & SALAVERT A., 2010b. Le site rubané d'Ormeignies-Blicquy, la Petite Rosière (Hainaut). *Bulletin du Cercle archéologique Hesbaye-Condroz*, **30** : 113-174.

CONSTANTIN C., DEMAREZ L. & DAUBECHIES M., 2009. Le complexe de sites du Néolithique ancien du bassin de la Dendre, implantation dans l'environnement naturel. *Bulletin des Chercheurs de la Wallonie*, **48** : 43-53.

CONSTANTIN C., LANCHON Y., FARRUGGIA J.-P., DEMAREZ L., DAUBECHIES M., BAKELS C., HACHEM L., LUNDSTROM-BAUDAIS K., OHNENSTETTER M., SALAVERT A. & SANTALIER D., 2010c. Le site blicquien d'Irchonwelz « la Bonne Fortune » (Hainaut). Fouilles de 1983. *Bulletin du cercle archéologique Hesbaye-Condroz*, **30** : 245-281.

DOHRN-IHMIG, M., CZARNETZKI A. & HORSCH H., 1983. Das bandkeramische Gräberfeld von Aldenhoven-Niedermerz, Kreis Düren. *In* : G. BAUCHHENSS (éd.), *Archäologie in den Rheinischen Lössbörden*. Beiträge zur Siedlungsgeschichte im Rheinland. Köln - Bonn, Rheinland Verlag, Habelt, Rheinische Ausgrabungen, **24** : 47-190.

GOEMAERE É., KATSCH A., ESCHGHI I. & DREESEN R., 2016. Geological record and depositional setting of Palaeozoic oolithic ironstones in Western Europa. *In* : C. BILLARD *et al.* (éd.), *Autour de l'hématite / About haematite. Actes de / Acts of Jambes, 7-8/02/2013, Volume 1*, Liège, ERAUL, **143** – *Anthropologica et Præhistorica*, **125/2014** : 23-43.

GOLDENBERG G., MAASS A., STEFFENS G. & STEUER H., 2003. Hematite Mining during the Linear Ceramics Culture in the Area of the Black Forest, South West Germany. *In* : T. STÖLLNER, G. KÖRLIN & G. STEFFENS (éd.), *Man and Mining Mensch und Bergbau. Studies in honour of Gerd*

Weisgerber on occasion of his 65th birthday, Bochum, Veröffentlichungen aus dem Deutschen Bergbau - Museum Bochum, Der Anschnitt, **16** : 179-186.

GONZALEZ J. E. & IBANEZ J. J., 2002. The use of pebbles in Eastern Vizcaya between 12 000 and 10 000 B.P. *In* : H. PROCOPIOUL & R. TREUIL (éd.), *Moudre et broyer. L'interprétation fonctionnelle de l'outillage de mouture et de broyage dans la Préhistoire et l'Antiquité. Actes de la table ronde internationale, Clermont-Ferrand, 30 nov - 2 déc. 1995. I. Méthodes*, CTHS, Paris : 69-80.

HAMON C. avec la collab. de GOEMAERE É. , 2007. Outils de broyage et outils d'abrasion en contexte rubané de Hesbaye : premiers résultats d'une analyse techno-fonctionnelle. *Notae Praehistoricae*, **27** : 109-119

HAMON C., 2008. Functional analysis of stone grinding and polishing tools from the earliest Neolithic of north-western Europe. *Journal of Archaeological Science,* **35** : 1502-1520.

HAMON C., 2011. L'utilisation des hématites. *In* : A. HAUZEUR, I. JADIN & C. JUNGELS, *5000 ans avant J. C., La grande migration ? Le Néolithique ancien de la Collection Louis Éloy.* Bruxelles, Édition du service du patrimoine culturel de la Fédération de Wallonie-Bruxelles, Collections du Patrimoine culturel, **3** : 145-147.

HAUZEUR A. & JOST C., 2002. Une occupation rubanée particulière à Altwies – « Op dem Boesch » (Grand-Duché du Luxembourg). *Bulletin de la Société Préhistorique Luxembourgeoise,* **23-24**/2001-2002 : 209-239.

HAUZEUR A., 2006. *Le Rubané au Luxembourg : contribution à l'étude du Rubané du Nord-Ouest européen*. Luxembourg, Musée National d'Histoire et d'Art, Dossier d'archéologique, **X**, Liège, ERAUL, **114**.

HODGSKISS T., 2010. Identifying grinding, scoring and rubbing use-wear on experimental ochre pieces. *Journal of Archaeological Science,* **37** (12) : 3344-3358.

ILETT M. & MEUNIER K., 2013. Avant-Propos. *In* : *Chronologie du Rubané dans le Bassin parisien* (Séance de la Spf du 10 juin 2011, Institut d'art et d'archéologie, Paris), *Bulletin de la Société préhistorique française*, **110** (3) : 415-420.

JADIN I., 2003. *Trois petits tours et puis s'en vont... La fin de la présence danubienne en moyenne Belgique*, 2ème éd., Liège, ERAUL, **109**.

JEUNESSE Chr., 1993. *Recherches sur le Néolithique danubien du Sud de la plaine du Rhin supérieur et du Nord de la Franche-Comté*. Thèse de Doctorat, Université des Sciences de Strasbourg II, Institut des antiquités nationales.

JEUNESSE Chr. (dir.), 2002. *Vendenheim « le Haut du Coteau ». Une nécropole néolithique ancien*. Document final de synthèse, Service régional de l'archéologie d'Alsace, INRAP.

KEELEY L. H., BOSQUET D., QUICK R. S., JADIN I. & GOLITKO M., 2005. Nouvelles fouilles sur le site rubané de Waremme-Longchamps. Rapport de la campagne 2005. *Notae Praehistoricae*, **25** : 153-161.

KOVARNIK J., 1987. Die Anwendung von mineralischen Farbstoffen im Neolithikum. *In* : J. RULF, *Bilany Seminar 1987. Collected papers*, Archeologický Ústav Čsav, Praha : 149-160.

LIVINGSTONE SMITH A. (dir.), 2012. *Habitats du Néolithique ancien en Hainaut occidental (Ath et Belœil, Belgique) : Ormeignies « Le Pilori » et Aubechies « Coron Maton »*. Namur, Études et Documents (Archéologie), **18** : 278 p.

MODDERMAN P. J. R., 1970. *Linearbandkeramik aus Elsloo und Stein*. Leiden, Analecta Praehistorica Leidensia, **3** : 3 vol.

SALOMON H., 2009. *Les matières colorantes au début du Paléolithique Supérieur. Sources, transformations et fonctions*. Thèse de Doctorat, Université de Bordeaux 1, Bordeaux.

THEVENET C., 2010. *Des faits aux gestes... Des gestes aux sens ? Pratiques funéraires et société durant le Néolithique ancien en Bassin parisien*. Thèse de Doctorat, Université de Paris I, Panthéon-Sorbonne, Paris : 892 p.

THEVENET C., 2016. Quelques hypothèses quant à l'usage des colorants dans les sépultures du Néolithique ancien du Bassin parisien. *In* : C. BILLARD *et al.* (éd.), *Autour de l'hématite / About haemitite. Actes de / Acts of Jambes, 7-8/02/2013, Volume 2*, Liège, ERAUL, **143** – *Anthropologica et Præhistorica*, **126/2015** : 187-199.

VERBAAS A. & VAN GIJN A., 2007. Querns and other hard stone tools from Geleen-Janskamperveld. *In* : P. VAN DE VELDE, Excavations at Geleen-Janskamperveld 1990/1991, *Analecta Praehistorica Leidensia*, **39** : 191-204.

WIJNEN J., 2013. *Characterization of red ocher In the Dutch Linearbandkeramik. Chemical analysis of hematite –rich ironstones by XRF and HH-XRF*. Master of Science in Archaeology / Thèse de Master, University of Leiden, Archeologie, (spécialisation: Material Culture and Artefact Studies) : 128 p.; téléchargeable sur Internet (https://openaccess.leidenuniv.nl/handle/1887/21264).

ZIMMERMANN A., 1988. Steine. *In* : U. BOELICKE, D. VON BRANDT, J. LÜNNING, P. STEHLI & A. ZIMMERMANN, *Der bandkeramische Siedlungsplatz Langweiler 8, Gemeinde Aldenhoven, Kreis Düren*. Rheinische Ausgrabungen, Koln, **28/2** : 569-787.

Adresse des auteurs :

Caroline HAMON
Chargée de recherche CNRS
UMR 8215 Trajectoires
Maison de l'archéologie et de l'ethnologie
21, allée de l'Université
92023 Nanterre cedex (France)
caroline.hamon@mae.cnrs.fr

Cyrille BILLARD
DRAC, Service régional de l'archéologie
13bis, rue Saint-Ouen
4052 Caen cedex 04 (France)
cyrille.billard@culture.gouv.fr

Dominique BOSQUET
SPW, DG Service de l'archéologie
Direction extérieure du Brabant wallon
88, rue de Nivelles
1300 Wavre (Belgique)
dominique.bosquet@spw.wallonie.be

Claude CONSTANTIN
16, Clos de Verrières
91370 Verrieres-le-Buisson (France)

Ivan JADIN
Institut royal des Sciences
naturelles de Belgique
DO Terre et Histoire de la vie
Anthropologie & Préhistoire
29, rue Vautier
1000 Bruxelles (Belgique)
ivan.jadin@naturalsciences.be

Anthropologica et Præhistorica, 125/2014 (2016) : 63-87

Premières données sur l'exploitation de l'hématite en Basse-Normandie durant la Préhistoire récente : ses contextes archéologiques et géologiques, son insertion dans le cadre de la néolithisation de l'ouest du Bassin parisien

Cyrille BILLARD, Xavier SAVARY, Lionel DUPRET & Caroline HAMON

Abstract

The oolithic ironstones (OIS) are one of the main sources of prehistorical red dye. The geological occurrences are well known in Basse-Normandie because they were used into mining industry. The fields are often disappeared today and the samples we took are not always representative. This paper summarizes the main characteristics and the genesis of these oolithic levels. They has been deposited on a subtidal open shelf, exposed to tidal wave activity and located south of the infra-Cambrian continent. The presence of oolithic ironstone artifacts in some archeological sites is an evidence of their use as raw materials for prehistorical red ochres. To compare the geological materials and the archeological artifacts, we set up a protocol of analysis including macroscopic observations, petrography, geochemistry and color analysis. Furthermore, we integrated samples from Belgium and Germany, potentially incriminated in long-distance interchanges in Western Europe.

Keywords*: France, Basse-Normandie, oolithic ironstones, stratigraphy, genesis, Geology, Archaeology, color, analysis protocol.*

1 INTRODUCTION

Les plus anciennes manifestations de l'utilisation de colorants durant la préhistoire normande sont documentées par les grottes pariétales de la vallée de la Seine. Datant du Paléolithique supérieur final, la grotte du Cheval à Gouy et la grotte du Renard à Orival ont toutes deux livré plusieurs taches ocrées ainsi que des traces sur des pièces en silex (Martin, 1998a, 1998b). Au travers de prospections en Seine-Maritime, J.-P. Watte a identifié un lot de 8 blocs d'hématite abrasés récoltés pour la plupart sur des sites de surface (Watte *et al.*, 1993 ; Watte, 2011). Une lame mince réalisée sur l'un d'eux provenant de Saint-Paër a permis de confirmer la détermination d'une hématite oolithique comparable à celles de l'Ordovicien bas-normand. Le caractère oolithique des autres objets permet de supposer une même origine. Leur contexte chronologique n'est cependant pas assuré.

Les hématites oolithiques de type « oolithic ironstones » (OIS) définies par les géologues (Goemaere *et al.*, 2016 : ce volume) constituent l'une des sources de matériaux exploités pour la fabrication de colorant rouge au cours de la Préhistoire récente. Les gisements géologiques livrant ces matériaux sont bien connus en Basse-Normandie et ont été largement documentés à des fins d'exploitation minière. Leur origine géologique est plus facilement caractérisée que celles d'autres types d'hématite, dont la collecte peut provenir de gisements plus discrets et très ponctuels, ou même de simples encroûtements pédologiques. Intensément exploités aux périodes moderne et contemporaine, ces gisements de minerais de fer oolithiques sont aujourd'hui en grande partie épuisés en surface et ne constituent plus que de grandes cicatrices dans le paysage ou de longues galeries souterraines vides de roche. Pourtant, les conditions d'affleurement et la couleur de ces roches ferrugineuses a sans doute permis aux populations préhistoriques de les repérer facilement, selon leur position dans le paysage. La fouille récente du site de Colombelles « Le Lazzaro » (Calvados) a mis en lumière une exploitation d'hématite oolithique inédite pour le Néolithique ancien

de Normandie, associée à une exploitation plus large d'autres matériaux locaux inscrits dans un vaste réseau d'échange (outils en silex, bracelets en schiste, perles en calcaire...). Le caractère nouveau de cette production d'objets liés à la fabrication de colorants a conduit à rechercher les caractéristiques de ces matériaux identifiés comme les minerais de fer oolithiques de type OIS, au regard d'autres gisements exploités aux frontières nord-orientales de la France (Belgique, Allemagne) et potentiellement incriminés dans des échanges à longues distances en Europe de l'Ouest.

L'objectif de cet article est d'amorcer de manière générale l'élaboration d'un corpus régional et de son contexte. Les questions concernant la définition géologique précise et la fonction des matériaux choisis seront traités de manière plus approfondie dans les autres articles de ce volume (notamment Goemaere *et al.*, 2016 : ce volume ; Dreesen *et al.*, 2016 : ce volume ; Hamon *et al.*, 2016 : ce volume).

2 LES CONTEXTES GÉOLOGIQUES BAS-NORMANDS

2.1 Répartition géographique

Dans la stratigraphie régionale (Fig. 1), la couche de minerai de fer oolithique normand est située à la base des Schistes noirs d'Urville (Llanvirnien, Ordovicien, Paléozoïque). Ces formations géologiques ont été largement plissées à la fin du Paléozoïque avec la mise en place d'une grande chaîne de montagnes : la chaîne varisque (ou hercynienne). Les affleurements sont donc accessibles sur les flancs sud et nord d'entités géologiques alignées du nord au sud entre Caen et Laval, principalement des structures synclinales (Fig. 2), vestiges de cette chaîne de montagnes (Goemaere *et al.*, 2016 : ce volume). Les gisements sont connus pour avoir été exploités de façon intensive dans des mines jusqu'à des périodes récentes. Les minerais sont ainsi définis comme ceux de May-sur-Orne, de Soumont, de Halouze, etc., en fonction du lieu de leur exploitation.

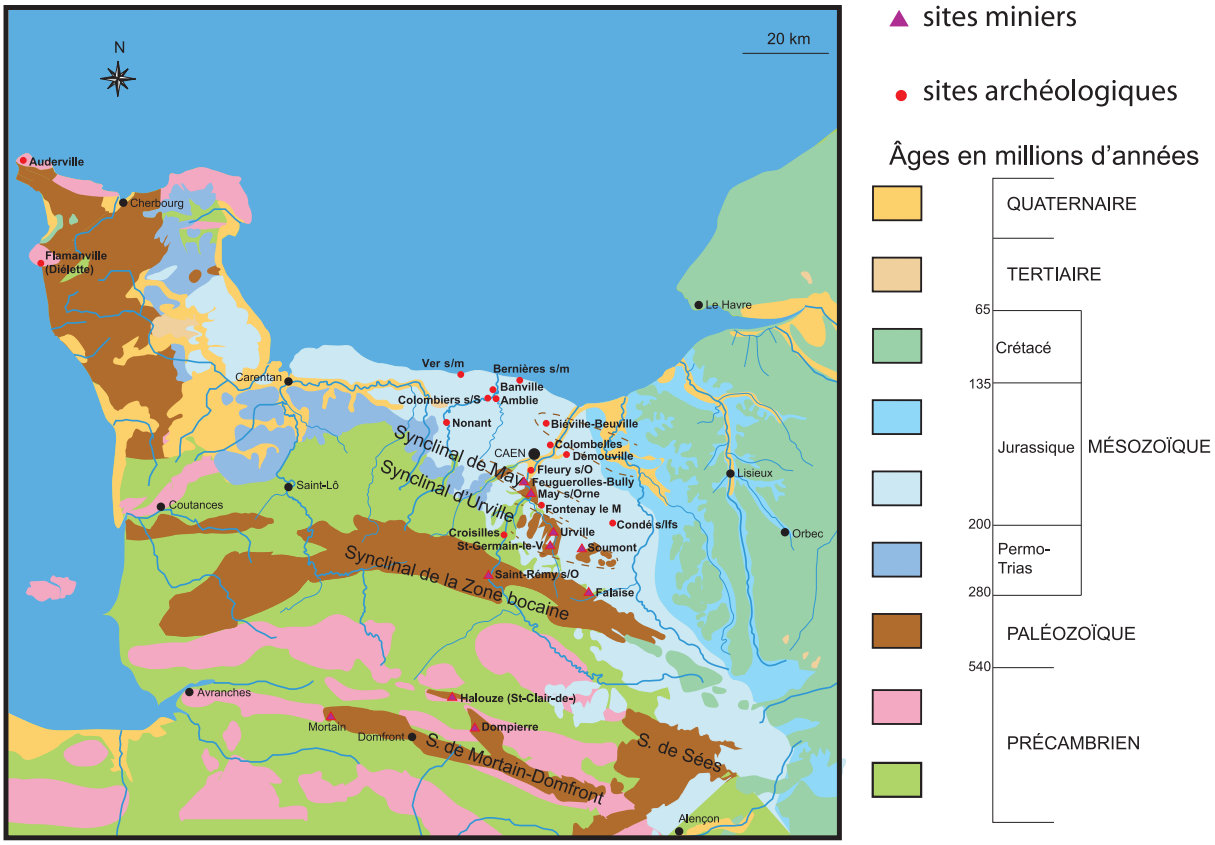


Fig 1 – Carte géologique simplifiée de la zone d'étude avec position des sites archéologiques et miniers mentionnés dans le texte.

2.2 Mise en place des dépôts et genèse des ooïdes

Les minerais de fer oolithiques normands[1] ont pour origine des sédiments marins comme en témoignent les fossiles contenus dans les schistes d'Urville (des trilobites notamment). L'analyse minéralogique et séquentielle de Philippe Joseph (Joseph, 1982) des minerais de Halouze et de Soumont notamment, accompagnée d'un traitement statistique appliquée à la taille des éléments (ooïdes, noyaux des ooïdes, grains de quartz libres) lui a permis de reconnaître une organisation en séquences de dépôts, comparables au modèle défini pour les OIS du Phanérozoïque (Goemaere *et al.*, 2016 : ce volume). Les minerais normands sont caractérisés par des séquences plurimétriques négatives (schistes/grès/minerai), témoignant de phénomènes de progradation (la sédimentation progresse vers le large à partir d'un talus continental). L'environnement de dépôt de ces séquences correspond globalement à une plate-forme sous-marine ouverte vers le large (zone subtidale) et soumise à l'action des marées. Dans les minerais, le fer est présent sous forme de trois principaux minéraux : la chlorite (minéral ferromagnésien), l'hématite (oxyde de fer) et la sidérite (carbonate de fer), dont les premiers sont d'origine sédimentaire et le dernier issu de transformations chimiques dans les sédiments depuis le dépôt jusqu'à la solidification de la roche (diagénèse). Ces minéraux sont présents dans la matrice, le ciment et dans les ooïdes ferrugineux formés d'un noyau et de fines enveloppes de fer superposées. La présence de ces minéraux dans le sédiment définit deux faciès : le faciès rougeâtre « oxydé » et le faciès gris-vert « chlorito-carbonaté », constituant une séquence typique, qui résulte de la superposition d'une séquence sédimentaire (chlorite et hématite) et d'une séquence diagénétique (chlorite et sidérite). Les répartitions géographiques de ces deux ensembles mettent en évidence le rôle joué dans cette sédimentation par une ancienne structure cadomienne, Cap bas-normand de la Domnonée ou ancienne cordillère de Coutances, jouant le rôle de continent émergé à l'époque du dépôt (Goemaere *et al.*, 2016 : ce volume).

Issus de l'altération de ces terres émergées, les minéraux ferrugineux (chlorite et hématite principalement) sont transportés jusqu'à la mer par les cours d'eau. Le minerai dit « oxydé » correspond aux dépôts les plus proches du littoral ordovicien, dans des milieux peu profonds (zone subtidale) soumis à l'agitation et l'oxygénisation de l'eau (Fig. 3). Vers le large, les dépôts sont plus fins et plus chloriteux. Ils sont moins soumis à l'agitation, ce qui favorise plutôt la formation d'oolithes chloriteuses. Plus au large encore, se déposent des sédiments de milieu plus profond, à l'origine des grès ferrugineux et des schistes noirs. Par la suite, l'ennoiement des terres émergées favorise le dépôt de sédiments correspondant au faciès « chlorito-carbonaté » et surmontant le faciès « oxydé ». La répartition géographique des faciès est directement responsable de la qualité des minerais exploités dans les mines de fer : plus riches en hématite et en fer à May-sur-Orne et Halouze, plus pauvres à Soumont et Mortain. Cette répar-

1 Le terme d'ooïde définit la forme des grains constituant le lithofaciès, tandis que celui d'oolithe définit la formation elle-même.

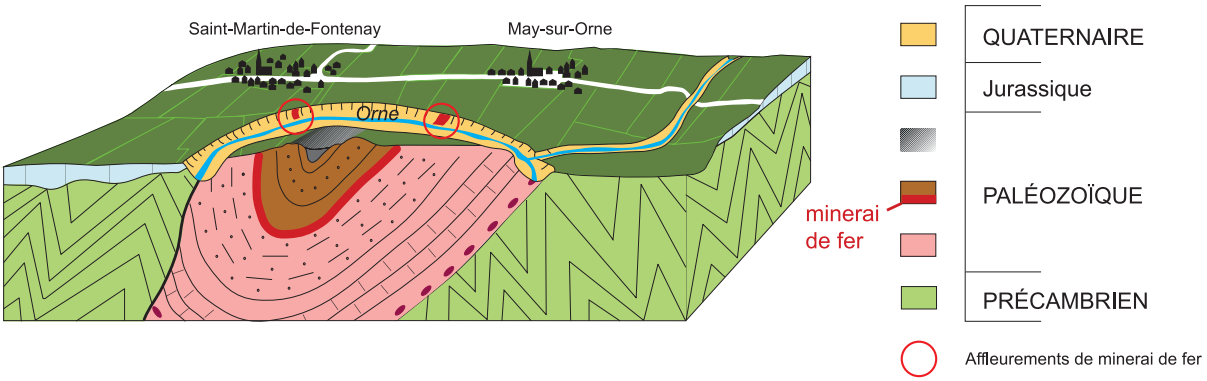


Fig. 2 – Diagramme 3D du synclinal de May et conditions d'affleurement du minerai oolithique dans la Vallée de l'Orne à hauteur de Saint-Martin-de-Fontenay et de May-sur-Orne.

tition a également un impact sur la disponibilité des hématites oolithiques pour les populations anciennes, les couches étant plus riches en hématite et plus épaisses dans les environnements proximaux. Cette répartition doit être prise en compte dans la réflexion sur les approvisionnements anciens en colorant.

De façon imagée, il faut imaginer un environnement marin littoral d'estran avec des rides géantes sous-marines plus ou moins parallèles et séparées par des dépressions à fonds vaseux qui constituent le site préférentiel de formation des oolithes. L'étude fine de la structure oolithique à la microsonde a conduit P. Joseph à proposer une genèse des oolithes en relation avec cette paléogéographie reconstituée : cristallisation d'une enveloppe « chloriteuse » (chlorite de type bavalite-chamosite), puis transport des oolithiques avec hématisation et tassement de l'enveloppe par reprise et maintien en milieu agité oxydant. Survient ensuite le dépôt d'une nouvelle enveloppe chloriteuse. Ce processus aboutit à la création de microséquences intra-oolithiques (couple chlorite-hématite) de taille moyenne 6-7 microns qui sont caractéristiques des minerais normands (Fig. 4). Les tailles des ooïdes sont également données par P. Joseph et se répartissent en deux familles centrées sur 300 et 700 micromètres (1 mm = 1000 micromètres) ; les oolithes des faciès « oxydés » comptent parmi les plus grosses. Les noyaux sont essentiellement constitués de quartz, de chlorite microcristalline ou de sidérite. Les fragments d'organismes fossiles sont rares. La corrosion des noyaux de quartz peut conduire au remplacement partiel du quartz par de la chlorite ou de la sidérite. Le matériel prélevé a donné lieu à une étude pétrographique (Dreesen *et al.*, 2016 : ce volume).

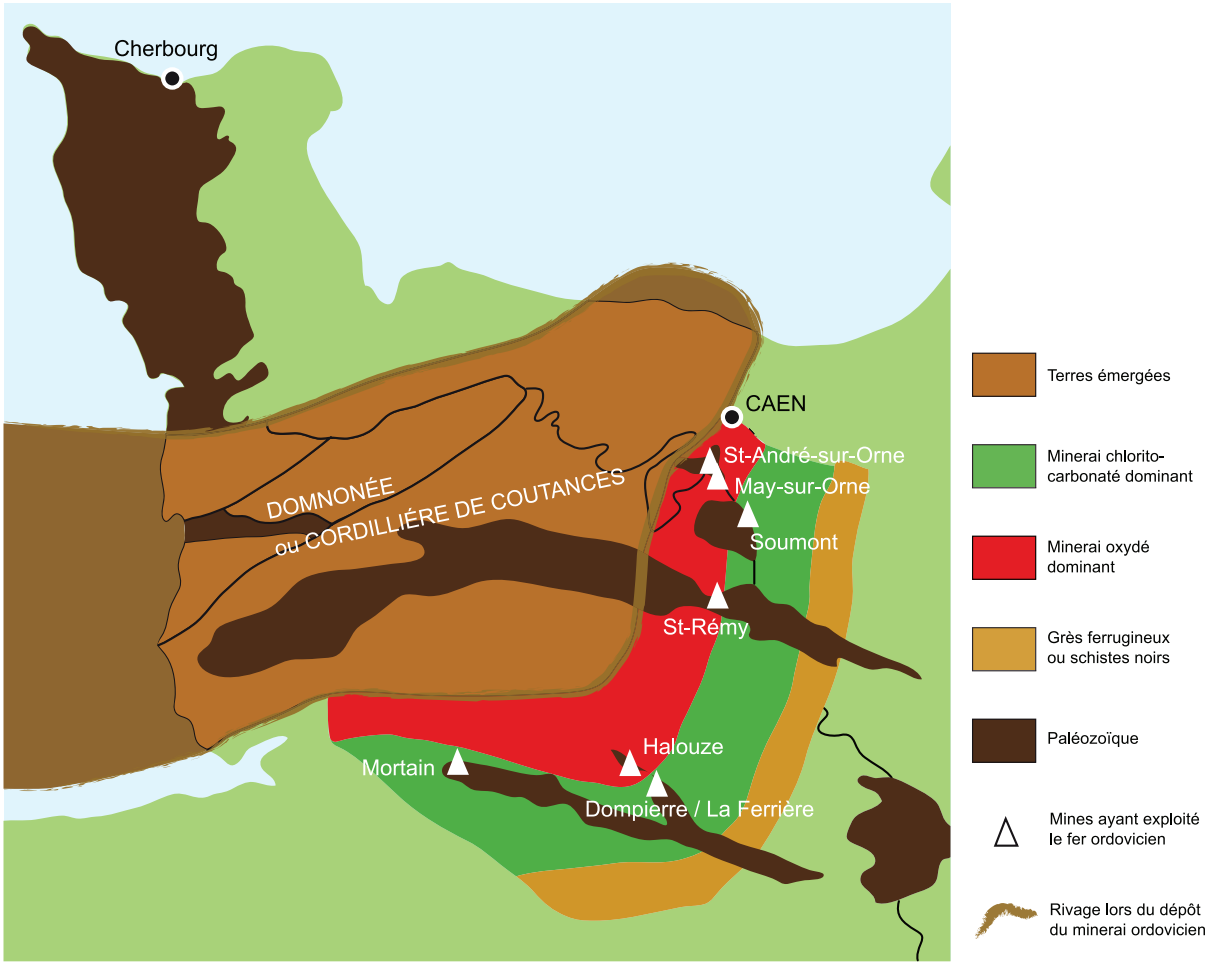


Fig. 3 – Reconstitution de la géographie des dépôts du minerai de fer vers - 460 millions d'années (Ordovicien, Paléozoïque). Dessin d'origine (Le Gall *et al.*, 2003) d'après Doré (1969) et Joseph (1982).

2.3 Les gisements bas-normands

Les différents gisements de minerais oolithiques bas-normands ont fait l'objet de prospections dans le cadre de ce programme de recherche. Cette approche a révélé de nombreuses difficultés qui concernent à la fois l'observation des coupes et les prélèvements d'échantillons géologiques en raison de l'exploitation intensive et de l'épuisement des gîtes. Les gisements ne sont plus perceptibles dans le paysage actuel qu'au travers des cicatrices laissées par leur disparition. Les coupes relevées par Philippe Joseph nous apportent des descriptions précises de ces gisements. Les figures 5, 6 et 7 synthétisent ses travaux (Joseph, 1982) en montrant la composition des différents niveaux de minerai exploités dans les mines, la nature minérale dominante des ooïdes ferrugineux et la nature des constituants assurant la liaison entre les ooïdes (ici, principalement un ciment). Les niveaux de minerai dit « oxydé hématitique » sont les plus riches en hématite, ils correspondent aux niveaux les plus aptes à être utilisés pour la fabrication de colorants. Ils ont été colorés en rouge vif sur les coupes. Ils sont généralement composés d'ooïdes hématitiques inclus dans un ciment de sidérite rouge (May-sur-Orne), d'hématite (Halouze) ou composite (hématite, chlorite et sidérite à Soumont). Les niveaux surlignés en rose correspondent généralement au minerai dit « oxydé taché », riche en chlorite plus ou moins oxydée au sein d'un faciès rougeâtre riche en hématite. Le nom des différents niveaux exploités sont ceux utilisés par les mineurs dans chaque exploitation.

Il faut donc, dans le cadre de la réflexion sur l'exploitation de ces hématites oolithiques, tenter de reconstituer à partir des données géologiques et topographiques les conditions d'affleurement, et imaginer les repères que devaient constituer ces roches rougeâtres dans le paysage préhistorique. Deux critères ont guidé la démarche de terrain à l'appui de cette réflexion, d'abord

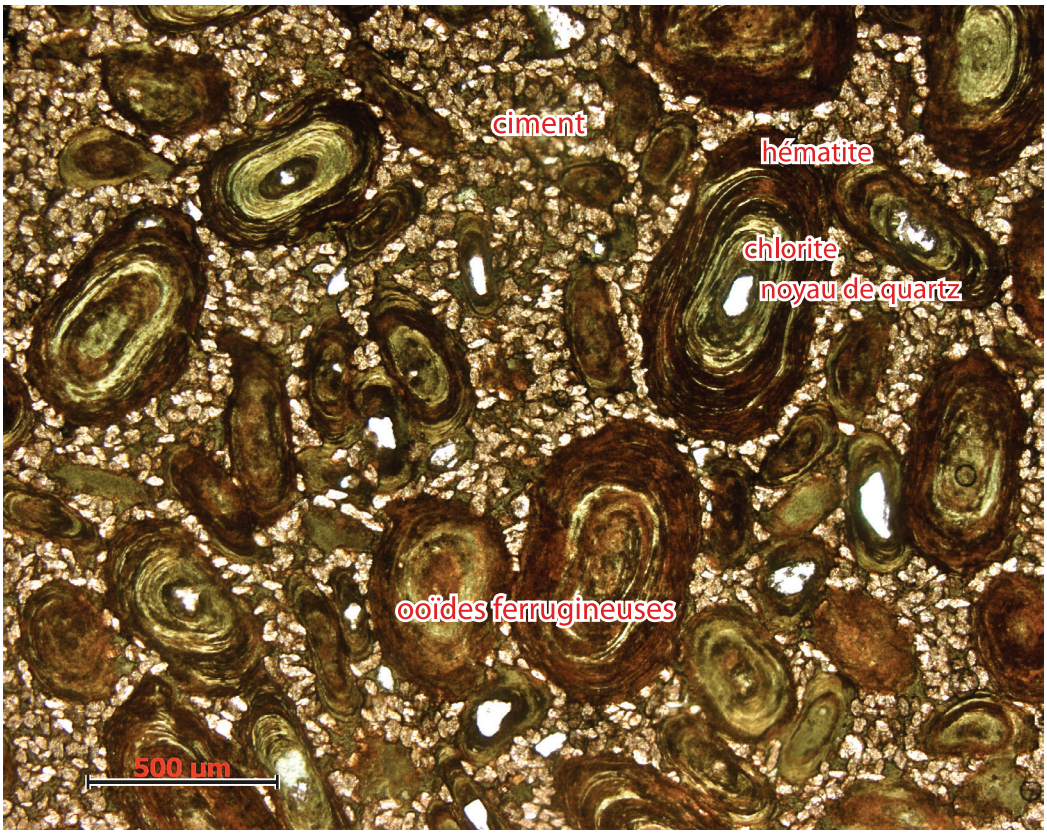


Fig. 4 – Photographie au microscope polarisant du minerai oolithique montrant des ooïdes ferrugineuses à alternance de lamines hématitique (brun rouge) et chloritique (vert). Le ciment est composé de chlorite et de rhomboèdres de sidérite.

intensifier la prospection aux affleurements les plus proches géographiquement des sites archéologiques ayant livré du matériel lié à la production d'ocre. C'est pourquoi notre étude s'est naturellement limitée aux synclinaux de May-sur-Orne, d'Urville-Soumont, de la Zone bocaine et du synclinal de Mortain-Domfront-Halouze, situés respectivement et approximativement à 10, 25, 35 et 55 kilomètres de Colombelles (Fig. 1). Le second critère a été de s'intéresser aux niveaux de minerais les plus riches en hématite, minéral ferrugineux qui a été jugé suffisamment colorant lors des essais de broyage et de coloration par frottement. Il s'agissait donc d'étudier les gîtes potentiels du faciès « oxydé » des minerais normands.

3 ACCESSIBILITÉ DES GISEMENTS ET MODALITÉS DE PRÉLÈVEMENT

2.1 Observations et prélèvements sur les gisements

Toutes les mines sont aujourd'hui fermées ou ennoyées. La difficulté de prélèvement vient des exploitations récentes qui ont extrait le maté-

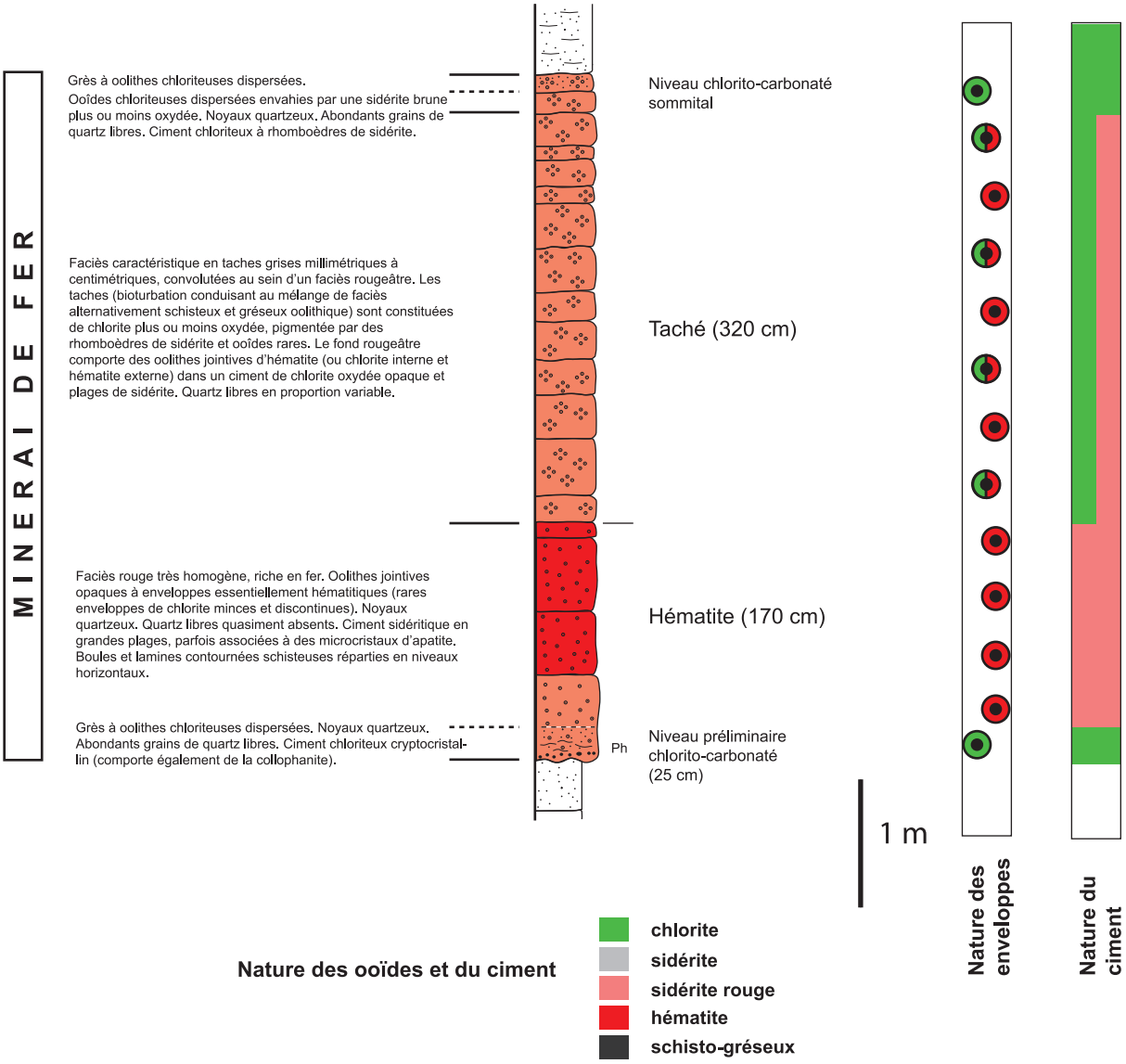


Fig. 5 – Coupe stratigraphique du gisement de May-sur-Orne (d'après Joseph, 1982) : de minerai le plus riche en hématite est signalé en rouge.

riau de meilleure qualité que représentait l'hématite oolithique. Certains prélèvements proviennent donc des épontes[2], minerai moins riche en hématite. Des hématites de meilleure qualité, c'est-à-dire possédant de bonnes qualités colorantes, ont pu être prélevées, mais de manière indirecte, dans des stocks délaissés lors de la fermeture des mines : ce fut le cas à Saint-Germain-le-Vasson, à Saint-Rémy « musée de la mine » et à Feuguerol-

2 Parois délimitant la couche de minerai.

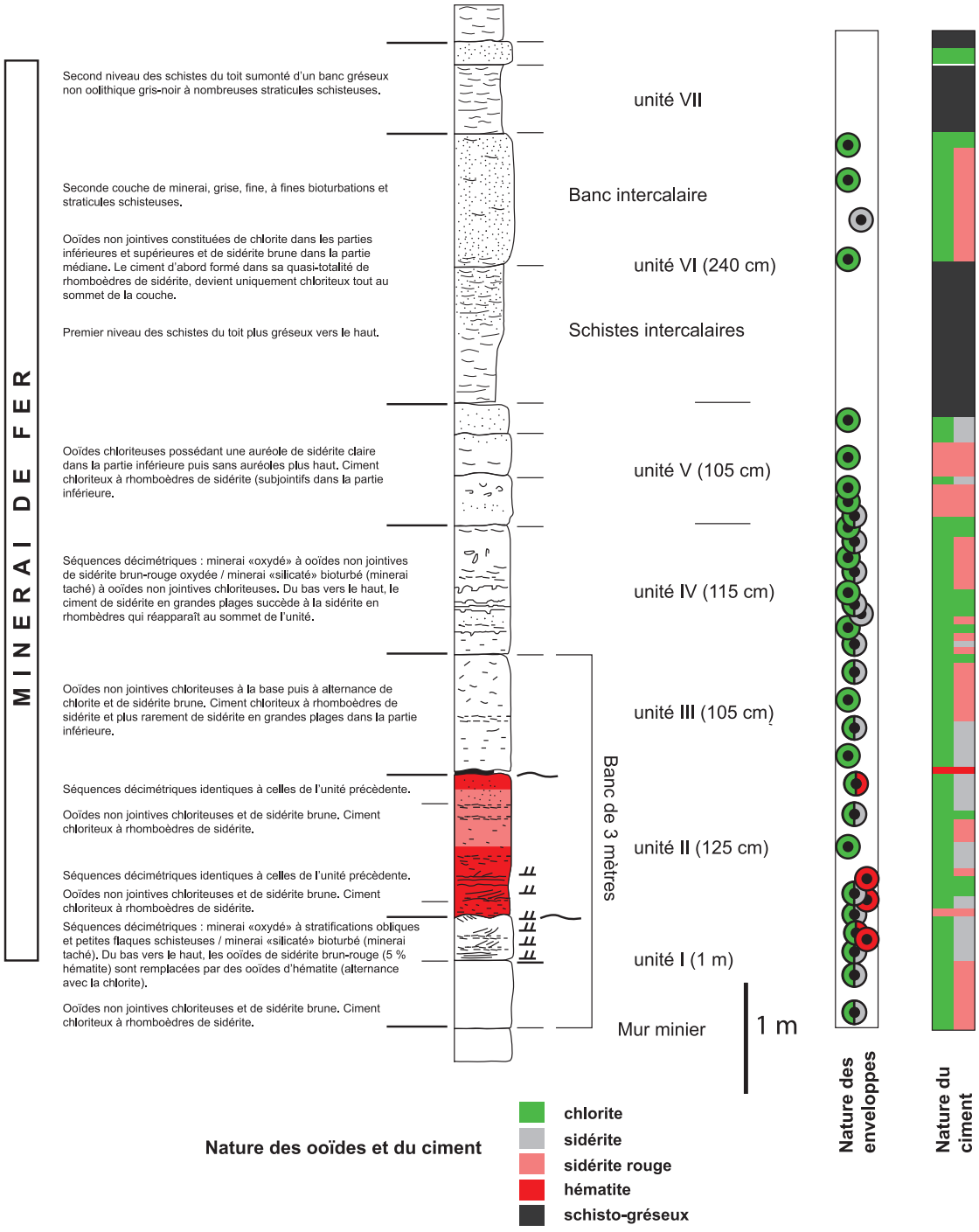


Fig. 6 – Coupe stratigraphique du gisement de Soumont-Saint-Quentin (d'après Joseph, 1982) : le minerai le plus riche en hématite est signalé en rouge.

les-Bully (éch. n° 5, carreau de la mine de May, en rive gauche de l'Orne).

Les matériaux qui restent encore disponibles à l'affleurement n'ont probablement pas la même qualité que ceux prélevés sur des gisements vierges de toute exploitation. Il faut donc garder à l'esprit ces difficultés de prélèvement qui constituent un biais important dans le cadre de comparaisons avec les objets archéologiques. Deux

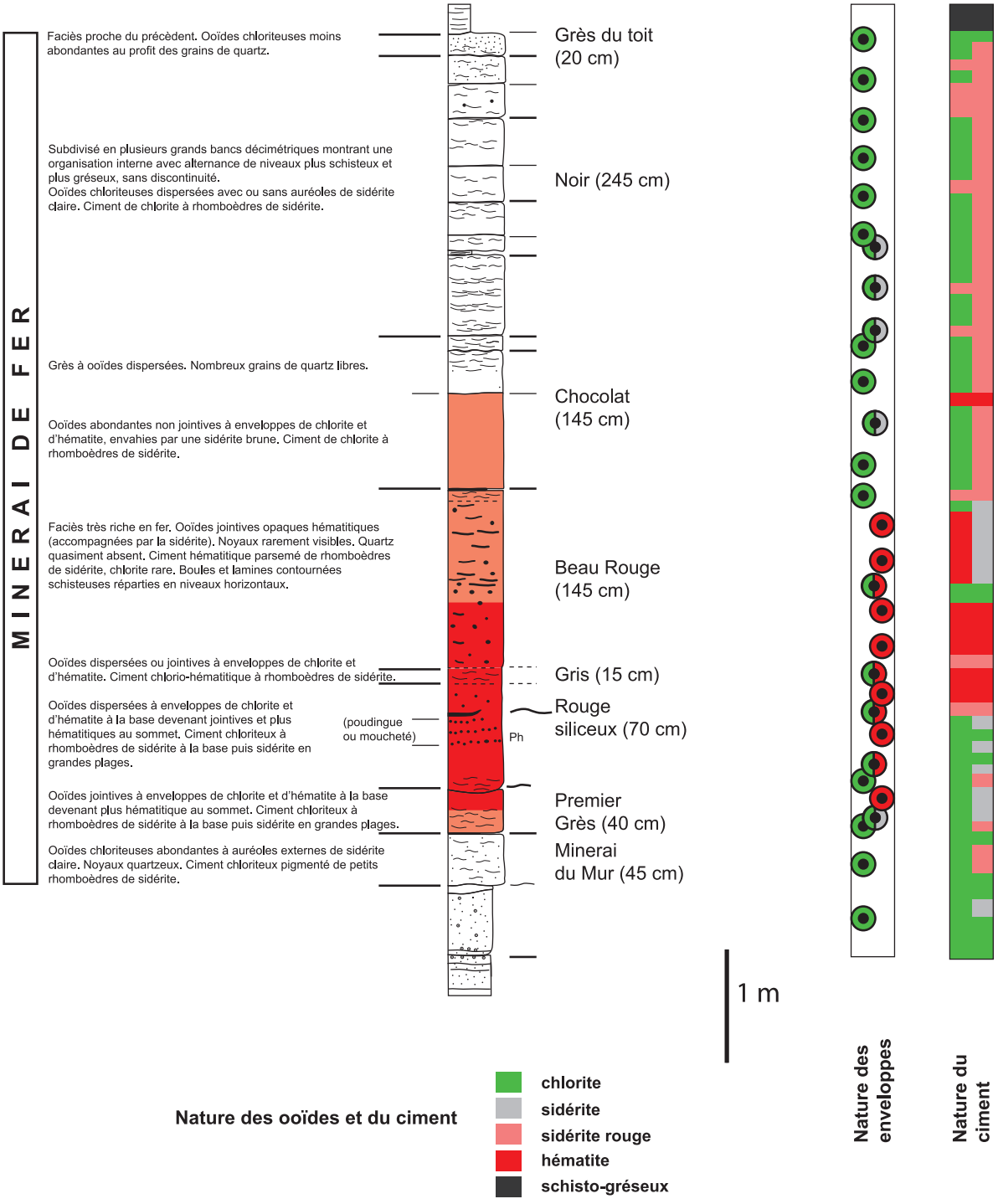


Fig. 7 – Coupe stratigraphique du gisement de Halouze (d'après Joseph, 1982) : le minerai le plus riche en hématite est signalé en rouge.

journées de prélèvement ont permis de couvrir l'essentiel des gisements d'hématite accessibles par les populations préhistoriques.

Sur 10 gisements disponibles, 9 ont toutefois été prospectés et 8 ont été échantillonnés : sites de Feuguerolles-Bully, Saint-André-sur-Orne (échantillons en position dérivée), May-sur-Orne, Urville, Saint-Rémy, Saint-Germain-le-Vasson (échantillonnage indirect sur le carreau de la mine), Dompierre et Falaise (château). Ce dernier ne comporte que des grès ferrugineux, apparemment non oolithiques, mais qui ont des propriétés colorantes.

3.2 Accessibilité aux populations préhistoriques

Au total, l'origine géologique de l'hématite oolithique a pour conséquence de très faibles surfaces accessibles aux populations préhistoriques. Dans la Plaine de Caen et sur la bordure du Massif armoricain, les synclinaux sont en grande partie recouverts par des auréoles de calcaires jurassiques. Les affleurements sont accessibles uniquement sur les flancs sud et nord des synclinaux, dont les couches se présentent avec un fort pendage, parfois proche de la verticale. Les surfaces disponibles sont donc remarquablement limitées. Pour le synclinal de May, certains affleurements, tels ceux de Feuguerolles-Bully ou Saint-André-sur-Orne, n'apparaissaient que sur quelques dizaines de m² (Fig. 8). Recouverts par la végétation, leur identification n'était pas des plus aisées et nécessitait une solide pratique du terrain.

On peut toutefois remarquer que les gisements sont fréquemment affleurants en fond de vallée, à proximité immédiate de certaines rivières comme l'Orne (à Feuguerolles-Bully, à May-sur-orne) ou la Laize (à Urville). Ainsi, la fréquentation des berges des cours d'eau a pu faciliter la découverte de ces gisements.

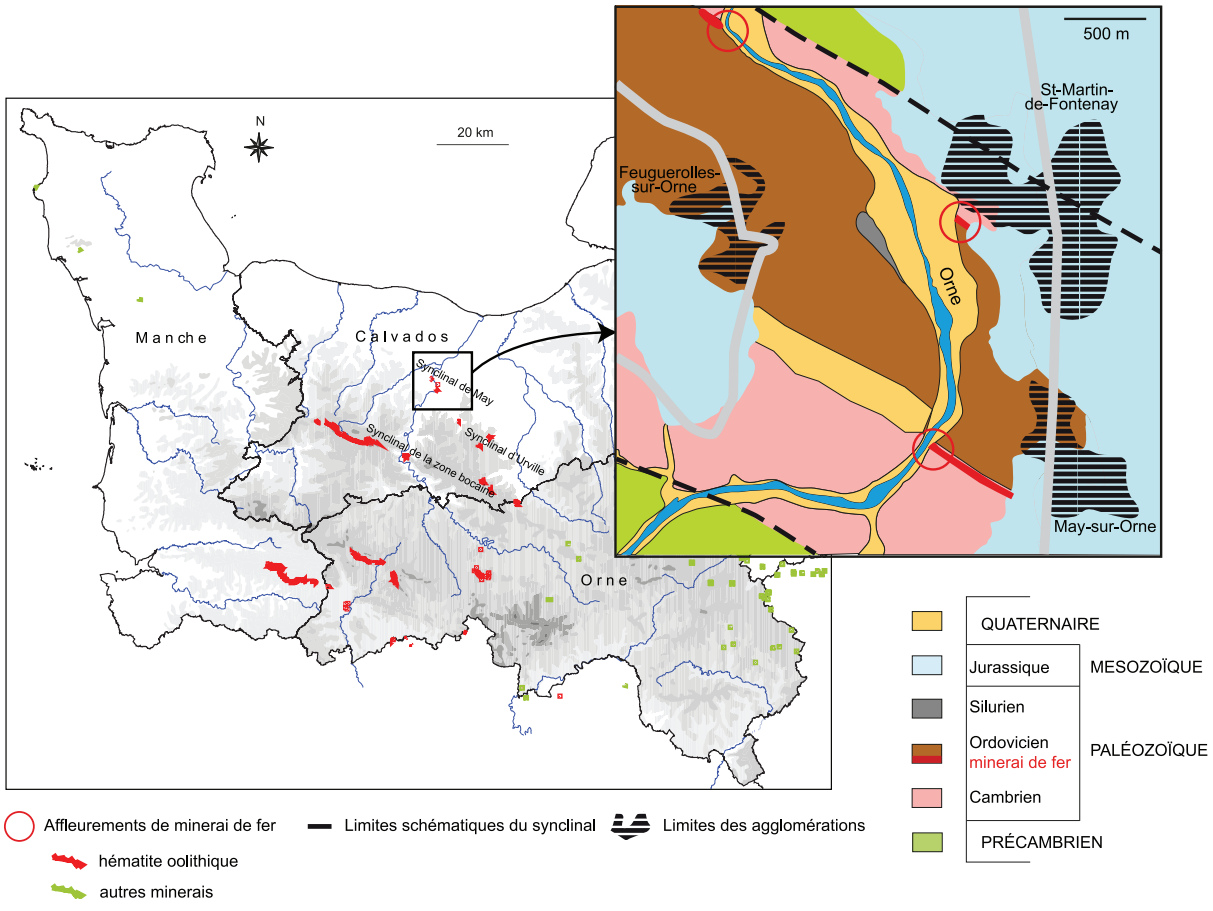


Fig. 8 – Carte simplifiée des gisements de minerai de fer en Basse-Normandie et exemple d'une zone d'affleurement du minerai (source carte archéologique, DRAC Basse-Normandie et Vernhet *et al.*, 2002)



Fig. 9 – Objets en hématite de Biéville-Beuville « Le Vivier » Calvados.

Une fois connue l'existence des affleurements, le matériau recherché était disponible en quantités et facilement exploitable.

De même, leur exploitation à flanc de coteau n'offrait pas de difficulté majeure. Si la couche de minerai de fer variait entre 3 et 6 m d'épaisseur, la partie la plus intéressante pour ses propriétés colorantes, riche en hématite, ne dépassait que rarement 1,50 m. Ces conditions de gisements à l'affleurement (faible surface disponible, mais bonne accessibilité) sont communes aux gisements de Hesbaye belge (Bosquet *et al.*, 2016 : ce volume). La principale différence tient toutefois dans la forte épaisseur des couches d'hématite normande, plus favorable à une extraction en masse de matériaux colorants.

4 Corpus et contextes archéologiques

4.1 Les découvertes bas-normandes en contexte archéologique

L'intérêt porté par les prospecteurs et les fouilleurs à ce matériau s'est accru depuis la découverte de nombreux fragments façonnés en contexte archéologique, apportant ainsi son lot de nouvelles données. Jusqu'à présent, rares étaient ceux qui avaient isolé ce type de matériau de couleur brune, assez proche d'aspect d'un grès ferrugineux. Les chercheurs et prospecteurs ayant accepté de mettre à disposition leurs découvertes de blocs d'hématite (J. Barge, J. Couvelart, J.-J. Dedouit, N. Le Maux, P. Lorren et P. Lebas) doivent être ici vivement remerciés.

En Basse-Normandie, l'utilisation d'hématite a dans un premier temps pu être identifiée lors de la fouille de plusieurs sites mésolithiques du Nord-Cotentin (Manche), notamment ceux de Flamanville (site de la centrale nucléaire : Verron, 1979) et d'Auderville (Ghesquière *et al.*, 2000). La mise en évidence d'une exploitation de l'hématite spécifiquement oolithique en Basse-Normandie est plus récente, avec notamment la fouille du site de Colombelles « Le Lazzaro » (Billard *et al.*, 2014).

Le minerai local utilisé sur les sites mésolithiques de la Manche était certainement très différent des gisements des synclinaux du Calvados et de l'Orne. Accessibles sur les plages voisines sous la forme de galets, celui-ci est composé pour 50 % de magnétite et contient pour le reste des sulfures et des oxydes.

Le cas du site de Biéville-Beuville « Le Vivier » dans le Calvados est particulier, puisque ses blocs (Fig. 9) proviennent d'une zone restreinte qui a fait l'objet à la fois de prospections et de sondages : localisé au nord de la Plaine de Caen, il a livré une importante série lithique lors de prospections de surface, qui peut se rattacher à l'extrême fin du Mésolithique (Artur & Billard, 2008 ; Billard, 2008). Les sondages réalisés sur le site ont permis de constater que les vestiges étaient sensiblement remaniés, mais que la série semblait homogène. L'hypothèse de deux phases du Mésolithique final a été avancée. La première est marquée par la présence de types d'armatures partagés avec les groupes du Retzien identifiés dans la moitié sud des Pays-de-la-Loire et en Poitou-Charentes : trapèzes asymétriques et triangles scalènes à épine. La seconde pourrait voir se développer les armatures triangulaires à retouches inverses rasantes et à piquants trièdres conservés.

La proximité de certaines armatures (considérées ici à titre d'hypothèse comme les plus évoluées) telles que les triangles scalènes à retouches inverses rasantes à piquant trièdre, avec les armatures danubiennes pose également la question d'éventuels transferts techniques avec les premiers groupes néolithiques. Avec un total de 11 pièces en hématite, il s'agit là d'un ensemble remarquable, qui se distingue de celui de Colombelles par la part prédominante de gros blocs abrasés, que l'on peut qualifier de blocs portatifs (Fig. 9). Ils sont de poids assez variés : de moins de 1 g pour l'un d'entre eux (non dessiné) et de 6, 76, 78, 82, 86, 98, 208, 270, 496 et 636 g pour les autres.

Les deux premiers blocs sont de petites dimensions et de même module. Le bloc n° 6 est une petite plaque de 5,5 x 6,2 cm pour une épaisseur de 1,5 cm, lissée sur une face et sur un côté (poids 78 g) ; les stries d'abrasion[3] y sont presque absentes. Le bloc n° 2 est également obtenu à partir d'une plaquette, grossièrement semi-circu-

3 L'abrasion résulte d'une action par frottement du bloc sur une surface, tandis que le raclage résulte de l'utilisation d'un outil pour extraire la matière.

laire et mesurant 4,5 x 6,3 x 2 cm (poids 76 g). Les traces d'abrasion portent en premier lieu sur une face présentant une rainure rectiligne et profonde. Le pourtour de la pièce est lissé de façon quasi continue. Les stries d'abrasion sont peu marquées et limitées à la rainure principale.

Les deux autres blocs sont de dimensions beaucoup plus importantes et grossièrement parallélépipédiques. Le n° 7 mesure 8,5 x 13,5 cm pour une épaisseur de 4,6 cm (poids 636 g). Il présente trois plages marquées par de nombreuses stries d'abrasion : la quasi-totalité de la face supérieure qui forme une cuvette large, environ la moitié de la face inférieure et l'un des deux grands côtés. Le bloc n° 1 mesure 6,5 x 14 cm

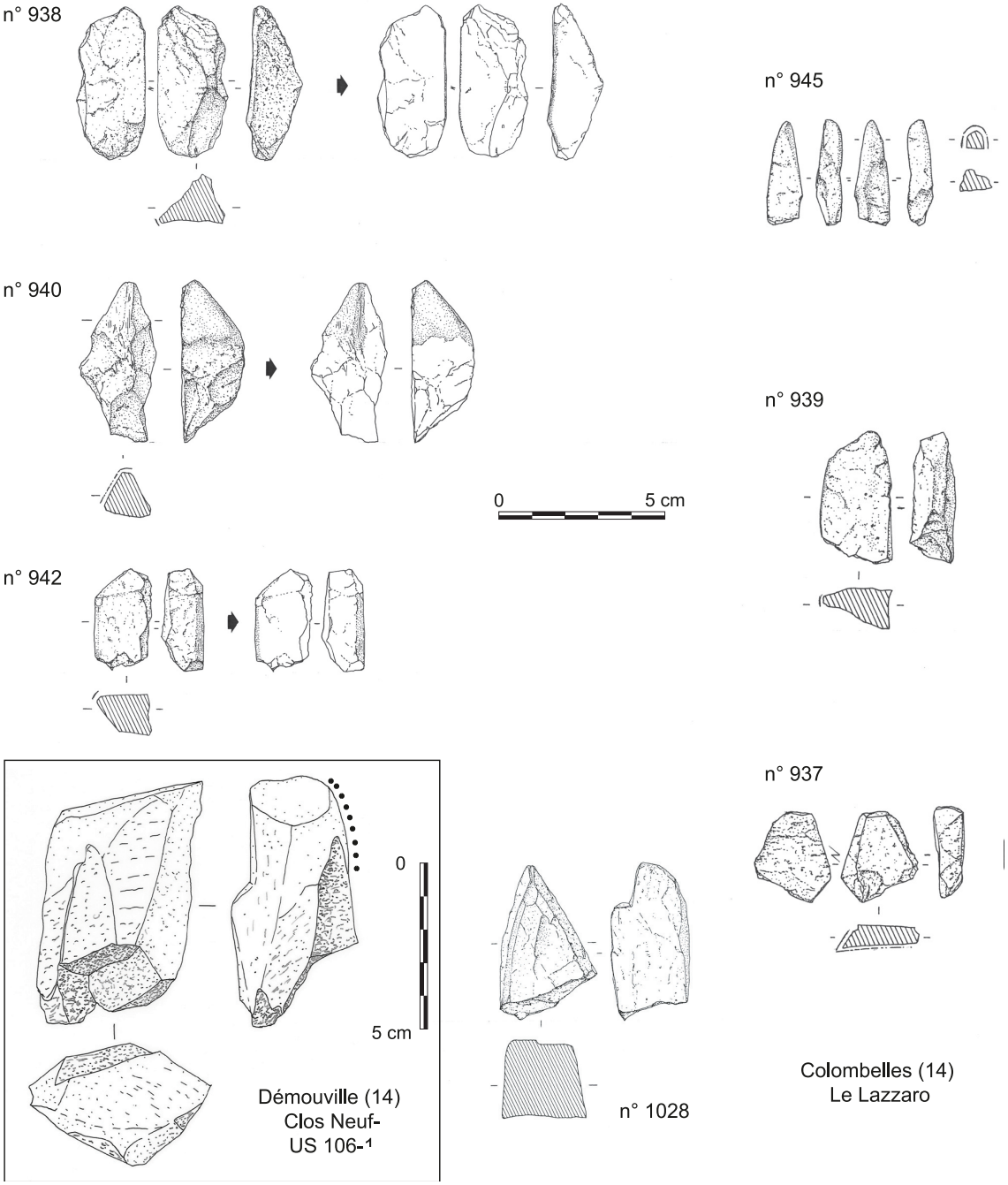


Fig. 10 – Objets en hématite de Colombelles « Le Lazzaro » et Démouville « Le Clos Neuf » (Calvados), fouille M. Le Saint-Allain.

pour 4,5 cm d'épaisseur (poids 496 g). Il présente quatre plages avec de nombreuses stries d'abrasion : plages en cuvette sur les deux grandes faces opposées et surfaces planes marquées de stries obliques profondes sur les deux grands côtés.

Le n° 8, est un bloc globuleux de 270 g offrant 2 plages d'abrasion sur ses 2 plus grandes faces. Le n° 4 est une sorte d'éclat de 86 g présentant une seule surface lissée presque sans stries. Le n° 10 est un long éclat de section triangulaire lissé sur deux faces et une extrémité (poids : 82 g). Le n° 5 est un fragment de 8 g provenant probablement d'un morceau plus important. Le n° 9 est un morceau de 98 g ne présentant pas de trace d'abrasion. Le n° 3 est un gros morceau de 208 g présentant 3 plages d'abrasion : l'une lissée en cuvette, la seconde en légère dépression avec de nombreuses stries profondes, la troisième lissée et plane. Le dernier fragment non dessiné mesure 15 cm sur 11 cm.

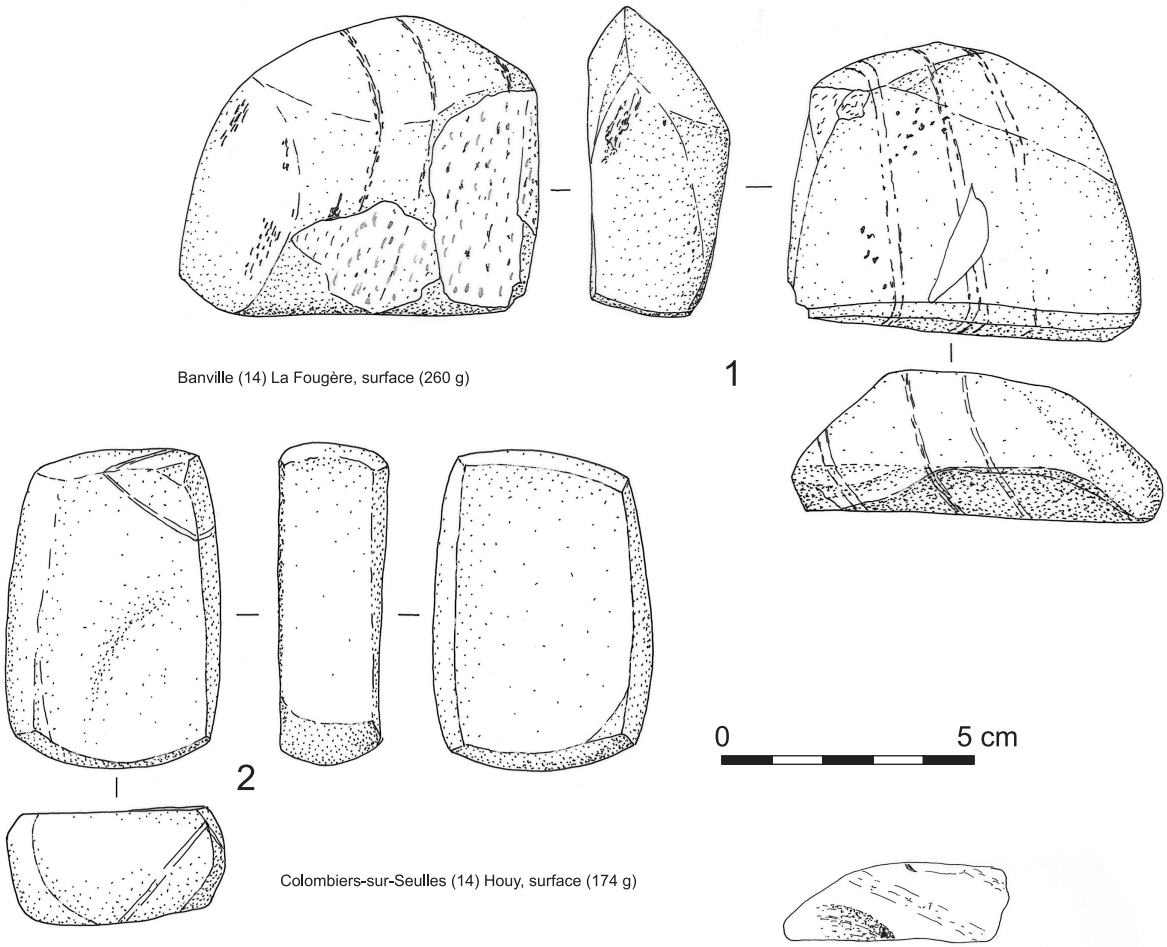
Deux types de traces d'utilisation peuvent être distingués : la première consistant en des plages lisses et peu striées, de forme plane ou en rainure, et de l'autre, des impacts de percussions associés à de nombreuses stries profondes, réalisées probablement en percussion. L'intérêt de l'opération de sondages est de mettre en lumière deux petits fragments qu'il aurait été quasiment impossible de détecter lors de prospections de surface et qui pourraient résulter d'une activité de broyage telle qu'elle a été mise en évidence sur le site de Colombelles (Hamon *et al.*, 2016 : ce volume). Il n'en reste pas moins qu'avec un effectif de 9 blocs abrasés de grandes dimensions, le site de Biéville-Beuville n'offre pas véritablement de comparaisons. Dans la publication initiale (Artur & Billard, 2008), nous avions avancé que la présence de blocs portatifs était peut-être plus conforme à des groupes humains itinérants, mais leur effectif important confère également au site un statut tout particulier.

Le site de Colombelles « Le Lazzaro » occupe la partie nord de la Plaine de Caen, vaste plateau de calcaires bathoniens recouverts de limons quaternaires, proche du littoral actuel. Il est situé à une dizaine de kilomètres du plus proche affleurement d'hématite. La fouille a mis en évidence 9 à 11 groupes de fosses, attestant de l'existence d'unités d'habitation. Le mobilier céramique et les datations ^{14}C le rattachent à l'étape finale du RRBP, à l'extrême fin du VIème millénaire, ce qui en fait le site rubané le plus occidental connu.

Le site comporte un total de 148 objets en hématite, dont 20 abrasés (Figs 10 et 13). L'utilisation de ces fragments est attestée par des plages lissées ou abrasées, transversalement ou longitudinalement, sur les faces et arêtes. Il est parfois possible de distinguer une légère entame des faces de ces fragments par fine percussion.

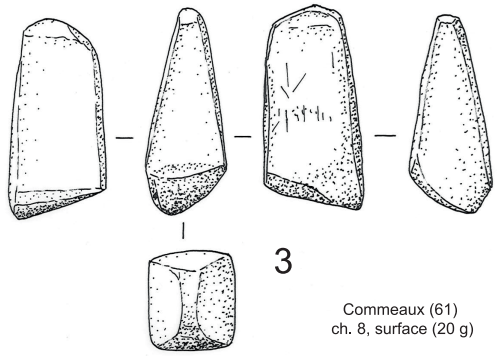
Par ailleurs, au sein de l'outillage macrolithique, trois catégories d'outils de percussion, les percuteurs, les pièces intermédiaires et les « marteaux-enclumes », témoignent de la pratique du broyage de l'hématite. Pour une description plus complète de ce corpus, nous renvoyons à la monographie du site (Billard *et al.*, 2014).

La présence d'hématite abrasée à Colombelles, qui peut paraître assez exceptionnelle pour la moitié nord de la France, n'en reflète pas moins une tradition technique bien connue à travers tout le Rubané européen. Des petits fragments de lignite ou de matières colorantes (ocre) abrasées se retrouvent assez régulièrement dans les fosses latérales d'habitation et dans les sépultures. Dans le Bassin parisien, les fragments d'ocre à facettes d'abrasion sont rares : les pratiques funéraires en Bassin parisien et dans le Haut-Rhin privilégient le saupoudrage d'ocre au dépôt de fragments (Jeunesse, 1993 ; Thevenet, 2016 : volume 2). Les fragments de colorants sont cependant attestés dans le Néolithique d'Europe centrale (Kovarnik, 1987), et connus en contexte funéraire rubané dans la plaine du Rhin supérieur (Dohrn-Ihmig, 1983 ; Moddermann, 1970) et en Basse-Alsace (Jeunesse, 1993 ; 2002). De véritables mines d'hématites, attribuées au Rubané, sont également connues dans la Forêt Noire (Goldenberg *et al.*, 2003). Le site luxembourgeois d'Altwies « Op dem Boesch » a par ailleurs livré un « crayon » d'hématite et un fragment à facettes d'abrasion très proches de ce qui a pu être observé à Colombelles (Hauzeur *et al.*, 2002). Enfin, plus d'une centaine de fragments de colorants abrasés sont attestés sur six sites rubanés de Hesbaye : ils présentent des traces d'utilisation similaires à celles observées sur les fragments de Colombelles et y sont associés au broyage/concassage intense de colorants sur des meules et molettes (Hamon & Goemaere, 2007 ; Hamon, 2011 ; Jadin, 2003).

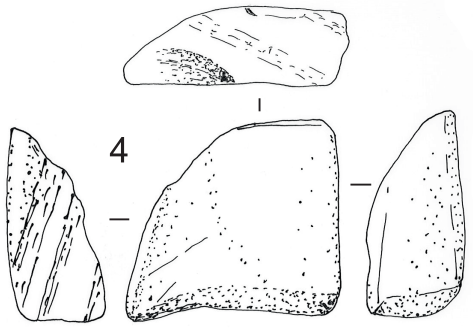


Banville (14) La Fougère, surface (260 g)

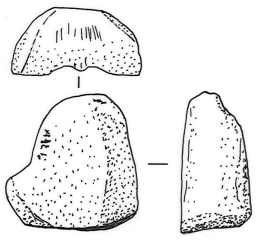
Colombiers-sur-Seulles (14) Houy, surface (174 g)



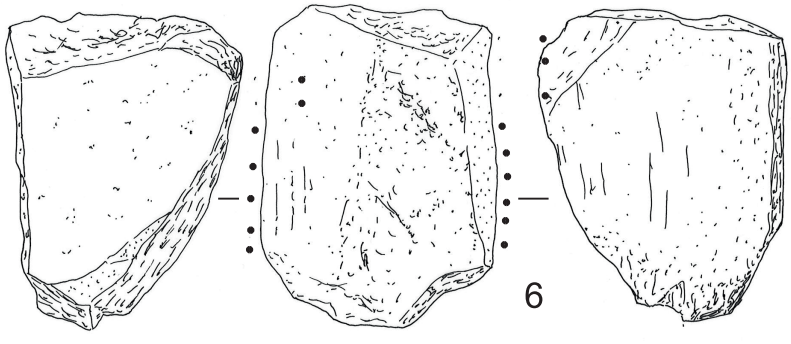
Commeaux (61)
ch. 8, surface (20 g)



Nonant (14) L'Angleterre, surface (54 g)



Croisilles (14)
Tiemesnil, surface (15 g)



Fleury-sur-Orne (14) Périph. 2, surface (275 g)

La découverte de deux blocs d'hématite travaillée sur le site de Démouville « Le Clos Neuf », Calvados (appartenant au Rubané final, voire récent ; Le Saint-Allain (2013) semble indiquer que cette période de la colonisation rubanée constitue un contexte d'utilisation privilégiée de ce type de matériau colorant (Fig. 10). Bien que moins nombreux, les blocs d'hématite se retrouvent sur les sites néolithiques par la suite, à partir du Blicquy/Villeneuve-Saint-Germain.

Un diagnostic réalisé à Bernières-sur-Mer « rue du Maréchal Montgomery » (Calvados) a en particulier livré un bloc multifacetté de 7 cm de longueur pour 3 cm d'épaisseur dans un contexte VSG (Marcigny dir., 2005).

Un échantillon de la nécropole du Néolithique moyen de Condé sur-Ifs, fouillée par J.-L. Dron, (hématite oolithique provenant du paléosol des monuments : datation possible au Cerny) a également été intégré au corpus. On signalera également la découverte très récente d'un fragment d'hématite abrasé dans le fossé d'enceinte du Néolithique moyen II de Fontenay-le-Marmion « La Dîme » (Ghesquière, 2012), ainsi que celle d'un petit fragment d'hématite oolithique non abrasé, de quelques grammes, dans les fosses-carrières périphériques au probable monument funéraire de Saint-Sylvain « rue Vilaine » en contexte de transition Néolithique moyen I et II (Calvados ; Fromont *et al.* 2009).

Aucun contexte postérieur au Néolithique moyen n'a donc pour l'heure livré d'éléments d'hématite.

4.2 Les découvertes de surface (Figs 11, 12 et 14)

Le reste du corpus, réuni très récemment, est constitué de blocs provenant de ramassages de surface :

- Nonant (14) « L'Angleterre » : 1 bloc abrasé (prospection P. Lebas),
- Fleury-sur-Orne : 1 bloc brut (prospection J. Barge),
- Fleury-sur-Orne « Périph. 2 » : 1 bloc abrasé (prospection J. Barge),
- Amblie (14) « Derrière la Croix Rouge » : 4 blocs abrasés (prospection J. Barge),
- Colombiers-sur-Seulles (14) « Houy » : 1 bloc abrasé (prospection J. Barge),
- Banville (14) « La Fougère » : 1 bloc abrasé (prospection J. Barge),
- Soumont-Saint-Quentin (14) « Les Longrais » : bloc brut (prospection Bernard Edeine sur un site ayant livré des éléments rubanés),
- Commeaux (61) « ch. 8 » : un petit « crayon » d'hématite non oolithique (prospection P. Lorren),
- Croisilles (14) « Tiemesnil » : un petit bloc d'hématite oolithique abrasée (prospection J.-J. Dedouit),
- Ver-sur-Mer (14) : un petit bloc parallélépipédique abrasé sur toutes ses faces (prospection J. Couvelart).

D'une manière générale, on note une certaine concentration dans le nord de la Plaine de Caen. Ce phénomène est peut-être lié à la proximité du gisement de May-sur-Orne, mais sa réalité archéologique n'est pas assurée dans la mesure où cette distribution est en partie liée aux zones privilégiées par certains prospecteurs.

5 Observations générales sur le corpus des blocs d'hématite

Indépendamment de l'étude approfondie des traces d'utilisation à laquelle nous renvoyons le lecteur (Hamon *et al.*, 2016 : ce volume), on peut observer qu'il existe clairement des différences marquées entre le corpus de Colombelles et celui des autres sites, différences qui pourraient s'expliquer par leur contexte de découverte et/ou leur contexte chronologique.

Sur le site de Colombelles, les surfaces abrasées sont souvent limitées à une arête et le poids des blocs reste souvent inférieur à 100 g. Les blocs abrasés sont présents, mais en un seul exemplaire à chaque fois. À noter par ailleurs, à Colombelles, la présence d'autres formes de minerai de fer provenant parfois d'autres contextes géologiques : petits galets de minerai sidéritique ; fragments d'encroûtements pédologiques à limonite (formations tertiaires) et grès ferrugineux (pouvant provenir des mêmes gisements que l'hématite oolithique).

Fig. 11 – (ci-contre) Objets en hématite provenant de ramassages de surface :
1-2, 6, collection J. Barge ; 3, collection P. Lorren ; 4, collection P. Lebas ; 5, collection J.-J. Dedouit.

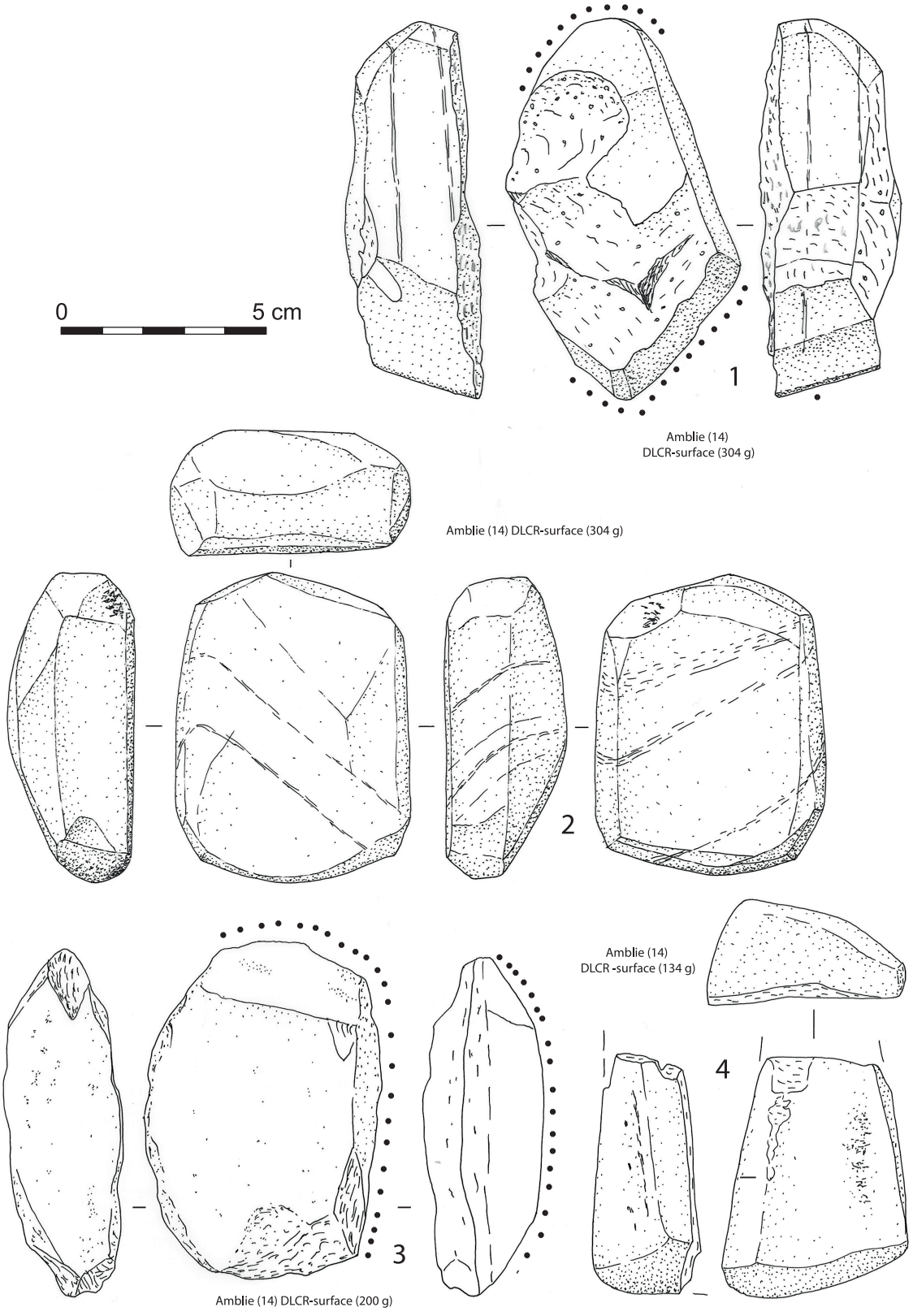


Fig. 12 – Objets en hématite du site d'Amblie (Calvados) : prospections J. Barge.

À l'inverse, sur les sites de surface, les prospecteurs ont principalement été attirés par les blocs les plus gros (jusqu'à plus de 600 g) et présentant une surface à l'aspect poli, facilement repérable. Certains de ces prospecteurs ont même parfois ramassé ces blocs en pensant qu'il pouvait s'agir de haches polies ou de fragments de ce type d'objets. De plus, la couleur sombre de l'hématite ne rend pas son identification au sol facile pour ceux qui ne connaissent pas ce matériau. On y trouve principalement de l'hématite oolithique, mais aussi en proportion non négligeable, quelques blocs d'hématite spéculaire (Commeaux, Colombiers-sur-Seulles, Amblie) ou des grès ferrugineux non oolithiques.

Parmi les objets de surface, rappelons que certains sont regroupés en lot sur le même site comme à Amblie (Calvados) sur lequel 3 blocs d'hématite oolithique et un bloc de grès ferrugineux (4 blocs abrasés) ont été découverts au même endroit (site non sondé). On peut y ajouter le site de Biéville-Beuville (Calvados), même si son contexte chronologique est connu par des sondages : 10 blocs d'hématite oolithique découverts sur un espace restreint.

Le type de contexte semble donc largement influer sur la nature des artefacts identifiés, constituant ainsi un biais important dans l'analyse du corpus.

5.1 Formes des blocs

L'hématite semble pour partie circuler sous la forme de blocs portatifs qui, suite à leur utilisation, prennent des formes diverses : en crayon (bloc oblong facetté) ; en bloc rainuré (une ou plusieurs dépressions offrant des traces d'abrasion), en plaque parallélépipédique aux angles arrondis et au litage dans le sens de l'axe principal de l'objet ; en plaque parallélépipédique à litage oblique (par rapport à l'axe principal de l'objet).

Plusieurs chaînes opératoires de transformation des blocs sont envisageables en fonction des caractères observés : certains blocs de

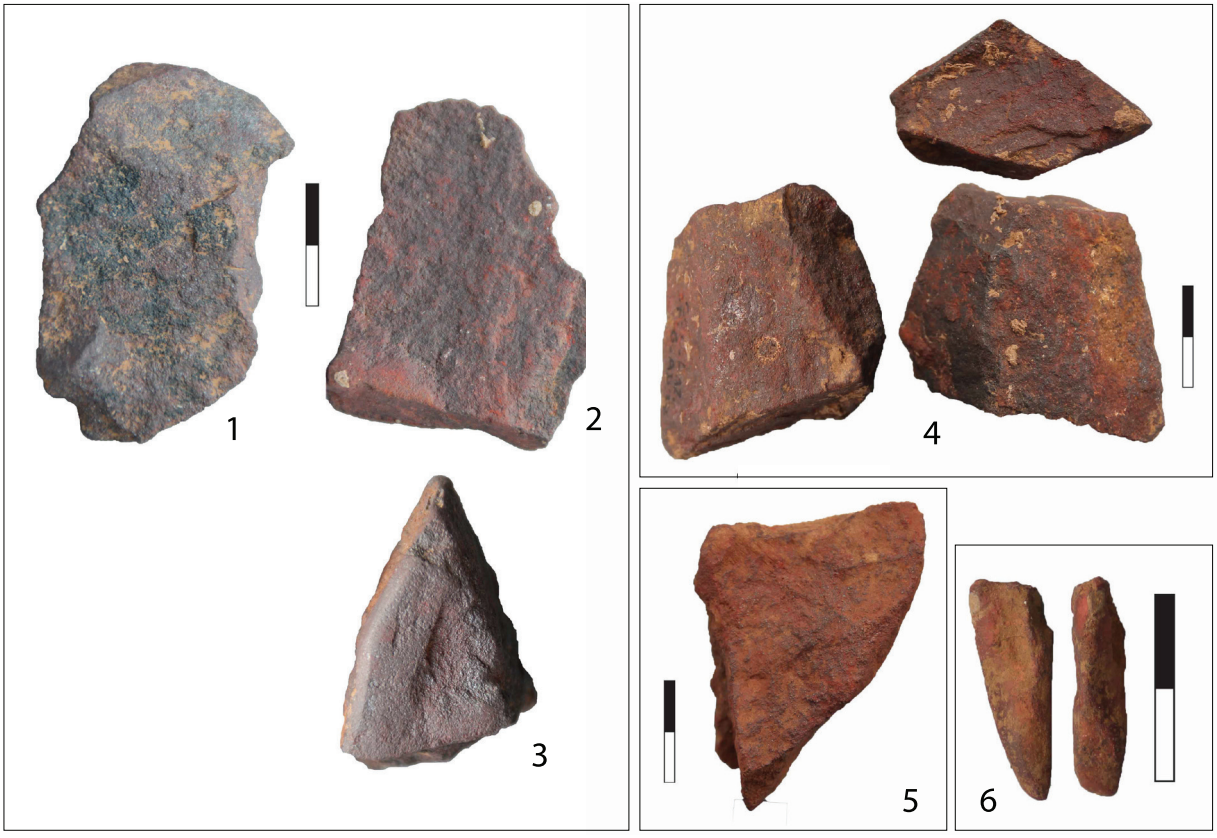


Fig. 13 – Mobilier en hématite de Colombelles « Le Lazzaro » (Calvados).



Fig. 14 – Blocs d'hématite oolithique de Amblie et Banville (Calvados), prospections de surface J. Barge.

Amblie, Banville et Nonant présentent un litage oblique caractéristique (celui-ci est bien visible uniquement parce que les blocs sont lissés) qui ne coïncide donc avec aucun des plans des faces des objets. Cette observation nous semble significative d'une des chaînes opératoires d'utilisation/transformation des matériaux. Initialement les blocs bruts pourraient avoir été extraits selon le plan de litage horizontal de la roche. À son terme, l'abrasion, localisée de manière privilégiée sur les arêtes, aurait ensuite produit de nouvelles surfaces à 45° des précédentes.

5.2 Enregistrement des couleurs

À partir d'échantillons susceptibles d'être sacrifiés, quelques tests ont été tentés afin d'enregistrer la couleur. Se posaient notamment plusieurs questions concernant la codification des couleurs : quel code choisir (Munsell, RAL, code CMJN d'Illustrator...) ? La couleur se mesure-t-elle sur le broyat sec ou humide, sur un broyat dilué appliqué sur un papier ? Après une réflexion sur les normes pour les chercheurs qui travaillent sur les colorants, nous avons convenu de réaliser des observations sur un produit broyé fin et sec. Les principales teintes de coloration obtenues sont indiquées avec leurs codes de comparaison avec le référentiel CMJN d'Illustrator (Fig. 15). Les teintes de coloration par broyage/abrasion des échantillons archéologiques et géologiques apparaissent en bonne corrélation. Il reste à tester plus largement les comparaisons entre hématites d'origine géologique distincte.

Programme d'analyses et bilan

Cet état des lieux a offert l'opportunité d'un programme collectif de recherche, centré sur la comparaison des corpus normands (Tab. 1), belges et allemands, et qui ouvre des perspectives importantes quant à la diffusion de ce matériau en Europe de l'Ouest. Un protocole d'analyses, dont les résultats sont présentés dans d'autres articles de ce même volume, a été mis en place : macrophotographies des surfaces ; macroscopie ; microscopie (réalisation de lames minces au service d'archéologie du département du Calvados) ; géochimie par analyse LA-ICP-MS (Field Museum à Chicago) ; diffractométrie de Rayons X par analyse des minéraux argileux (agrégats orientés N-EG-Q500 ; labo MC2 de Caen) et par analyse en poudres désorientées de roche totale (au laboratoire du Service géologique de Belgique) ; analyses PIXE (Paris, C2RMF, accélérateur de particules du Grand Louvre et Liège) ; spectrométrie PXRF (analyseur portable de fluo-

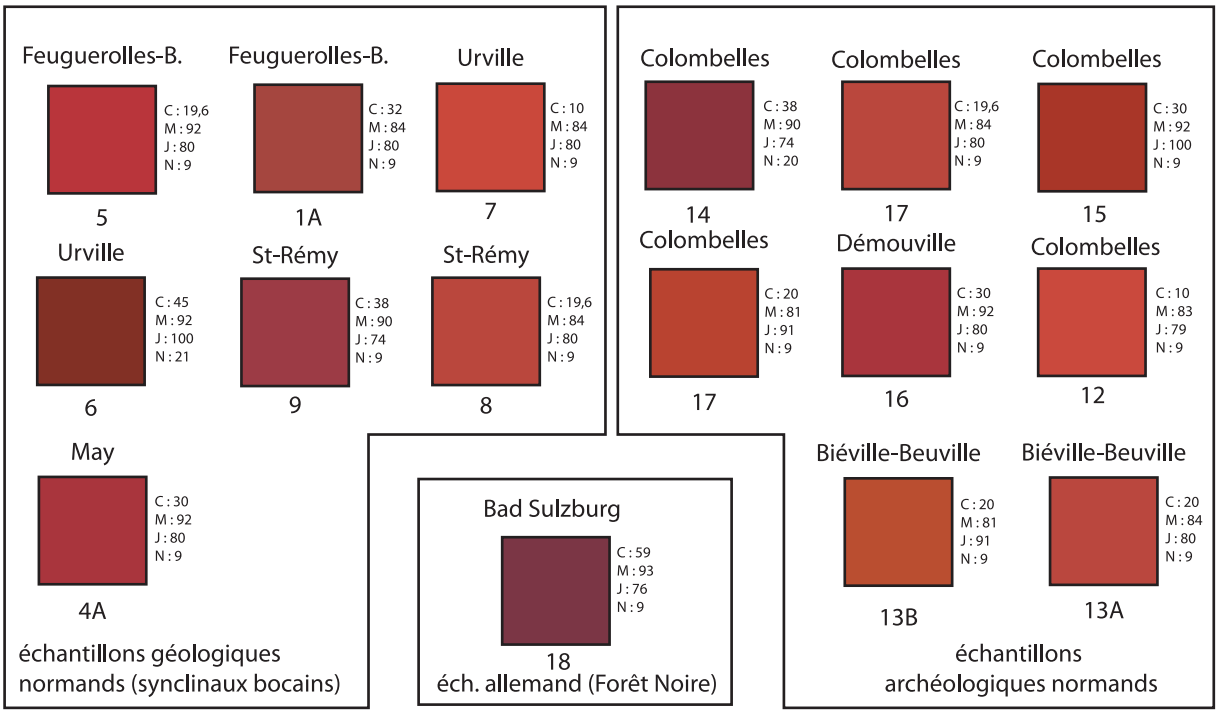


Fig. 15 – Essai d'enregistrement des couleurs. Résultats liminaires.

Identifiant	N° labo, collection ou réf. Archéo	Géol./Archéo.	Pays/ Département	Commune	Nom du gisement ou du site	coordonnées Lambert1 - X	coordonnées Lambert1 - Y	contexte de prélèvement	contexte géologique	Obs. Macro direct	Diff. Rayons X (poudres désorientées – Bruxelles)	DRX agrégats orientés N-EG-Q500 (minéraux argileux-Caen)	Lames minces	Géochimie LA-ICP-MS	PIXE (ACLAE-C2RMF)	PIXE 2012	DRX Fluorescence X portable
1A		Géol.	France/ Calvados	Feuguerolles-Bully	Carrière SMC - 1	399801 E	1162287 N	ancienne entrée de mine colmatée en bordure de l'Orne	hématite oolithique Ordovicien	x	x	x	x	x		x	x
1B		Géol.	France/ Calvados	Feuguerolles-Bully	Carrière SMC - 1	399801 E	1162287 N	ancienne entrée de mine colmatée en bordure de l'Orne	hématite oolithique Ordovicien	x	–	x	x	x		x	x
2		Géol.	France/ Calvados	Feuguerolles-Bully	Feuguerolles-Bully – carrière SMC – 2	399796 E	1162154 N	observation de grès très ferrugineux sur le front actuel de la carrière	grès ferruginaux	x	–	–	–	–	–	–	–
3		Géol.	France/ Calvados	Saint-André-sur-Orne	rue du minerai			pas d'affleurement visible, prélèvement de quelques blocs dans des zones remaniées	hématite oolithique Ordovicien, flanc nord du synclinal de May	x	–	–	–	–	–	–	–
4A		Géol.	France/ Calvados	May-sur-Orne	entrée de mine (rive droite), au sud de l'entrée	401339 E	1159328 N	prélèvement direct dans les formations en place, au sud de la porte d'entrée de la mine	hématite oolithique Ordovicien	x	x	x	x	x	x	x	x
4B		Géol.	France/ Calvados	May-sur-Orne	entrée de mine (rive droite), au nord de l'entrée	401339 E	1159328 N	prélèvement direct dans les formations en place, au nord de la porte d'entrée de la mine	hématite oolithique Ordovicien	x	–	–	–	–	–	–	–
5		Géol.	France/ Calvados	Feuguerolles-Bully	Feuguerolles-Bully carreau de mine (rive gauche, face à l'entrée de la mine de May)			même gisement que ligne au dessus, mais blocs éparses extraits à grande profondeur et récoltés au sol	hématite oolithique Ordovicien	x	x	x	x	x	–	x	x
6		Géol.	France/ Calvados	Urville	Urville 1	406940 E	1151092 N	prélèvement direct dans les formations en place, dans le talus d'un chemin	hématite oolithique Ordovicien	x	x	x	x	x	–	x	x
7		Géol.	France/ Calvados	Urville	Urville 2	406933 E	1151112 N	prélèvement direct dans les formations en place, dans le talus d'un chemin (une vingtaine de m entre les 2 gisements)	hématite oolithique Ordovicien	x	x	x	x	x	–	x	x
8		Géol.	France/ Calvados	Saint-Rémy	« La Mousse »	393562 E	1141725 N	prélèvement direct dans les formations en place, sur la paroi d'une ancienne zone d'extraction (XVIII-XIXème s. ?)	hématite oolithique Ordovicien	x	x	x	x	x	–	x	x
9		Géol.	France/ Calvados	Saint-Rémy	carreau de la mine (musée)	393562 E	1141725 N	prélèvement de blocs éparses sur le carreau de la mine (musée)	hématite oolithique Ordovicien	x	x	x	x	x	x	x	x
10		Géol.	France/ Calvados	Falaise	Falaise « Château »			à prélever	hématite oolithique Ordovicien	x	–	–	–	–	–	–	–
11		Géol.	France/ Manche	Flamanville	Flamanville (Manche), Port de Dielette	294633	1212619	prélèvement de galets à marée basse sous l'embarcadère du port de Dielette	seul minerai de fer d'âge dévonien : Dévonien, magnétite	x	x	x	x	x	–	–	–
12	sd. 16 - st. 13 (éval.)	Archéo.	France/ Calvados	Colombelles		408745	1169624	fouille	hématite oolithique	x	x	x	x	x		x	x
13	T4 - 1 (st. 2)	Archéo.	France/ Calvados	Biéville-Beuville		406327	1175434	en surface du site meso. final	hématite oolithique	x	x	–	x	x		x	x
13B	T6 - 4 déc.	Archéo.	France/ Calvados	Biéville-Beuville		406327	1175434	fouille	hématite oolithique	x	x	–	x	x		x	x
14 A	st. 164 - BG54	Archéo.	France/ Calvados	Colombelles		408745	1169624	fouille	hématite oolithique	x	x	–	x	x		x	x
14B	st. 164 - BG54	Archéo.	France/ Calvados	Colombelles		408745	1169624	fouille	grès fin hématitique	x	x	–	x	x		x	x
15	st. 464 - AB116	Archéo.	France/ Calvados	Colombelles		408745	1169624	fouille	hématite oolithique	x	x	–	x	x	x	x	x
16	st. 86 - US 161-9	Archéo.	France/ Calvados	Démouville		410471	1166777	fouille	hématite oolithique	x	x	–		x	x	x	x
17	st. 491-492 déc. Mec.	Archéo.	France/ Calvados	Colombelles		408745	1169624	fouille	hématite oolithique	x	x	–		x	x	x	x

20	st. 41 - US 106-1	Archeo. - surface - préservé	France/ Calvados	Démouville				fouille	hématite oolithique	X	_	_	_	_	_	_	X
21	surface	Archeo. - surface - préservé	France/ Calvados	Amblie				surface	grès fin ferrugineux (pas d'oolithes)	X	_	_	_	_	_	_	X
22	surface	Archeo. - surface - préservé	France/ Calvados	Amblie		393100	1179500	surface	hématite oolithique litée	X	_	_	_	_	_	_	_
23	surface	Archeo. - surface - préservé	France/ Calvados	Amblie				surface	hématite oolithique litée	X	_	_	_	_	_	_	_
24	surface	Archeo. - surface - préservé	France/ Calvados	Colombiers-sur-Seulles				surface	grès ferrugineux fin (une diaclase) à vérifier	X	_	_	_	_	_	_	_
25	surface	Archeo. - surface - préservé	France/ Calvados	Soumont-Saint-Quentin				surface	hématite oolithique	X	_	_	_	_	_	_	_
26	surface	Archeo. - surface - préservé	France/ Calvados	Banville		314575	1182100	surface	hématite oolithique litée avec un petit filon de quartz	X	_	_	_	_	_	_	X
27	surface	Archeo. - surface - préservé	France/ Calvados	Commeaux				surface	grès ferrugineux sans oolithe, hématite spéculaire	X	_	_	_	_	_	_	_
28	surface	Archeo. - surface - préservé	France/ Calvados	Croisilles				surface	hématite oolithique	X	_	_	_	_	_	_	_
29	fouille	Archéo.	France/ Calvados	Flamanville					hématite spéculaire	X	_	_	_	_	_	_	_
30	fouille	Archéo.	France/ Calvados	Auderville					grès ferrugineux	X	_	_	_	_	_	_	_
31	géol.	Géol.	France/ Calvados	Saint-Germain-le-Vasson				surface, carreau de la mine	Synclinal d'Urville	X	_	_	_	_	_	_	_
32	surface	Archeo. - surface - préservé	France/ Calvados	Amblie		393100	1179500	surface	hématite oolithique litée	X	_	_	_	_	_	_	X
33	T6 - 4 déc.	Archéo.	France/ Calvados	Biéville-Beuville		406327	1175434	fouille	hématite oolithique litée	X	_	_	_	_	_	_	X
34	surface	Archeo. surface	France/ Calvados	Fleury-sur-orne				surface	hématite oolithique	X	_	_	_	_	_	_	_
35	st. 16 - AF37	Archéo.	France/ Calvados	Colombelles					un des deux blocs abrasés 939 ou 940	X	_	_	_	_	_	_	X
36		Archeo. - surface - préservé	France/ Calvados	Nonant					hématite oolithique	X	_	_	_	_	_	_	_
37	st. 164 - BD55	Archéo.	France/ Calvados	Colombelles					hématite oolithique	X	_	_	_	_	_	_	_
38	st. 380 - AD92	Archéo.	France/ Calvados	Colombelles					grès ferrugineux sans oolithe, hématite spéculaire	X	_	_	_	_	_	_	_
39	st. 117 quart NO	Archéo.	France/ Calvados	Colombelles				pièce dessinée 937	hématite oolithique	X	_	_	_	_	_	_	_
40	st. 22 - 2-AD8	Archéo.	France/ Calvados	Colombelles				pièce dessinée 942	hématite oolithique	X	_	_	_	_	_	_	_
41	st. 464 - AF114	Archéo.	France/ Calvados	Colombelles					hématite oolithique	X	_	_	_	_	_	_	_
42	st. 463 - AI125	Archéo.	France/ Calvados	Colombelles					hématite oolithique	X	_	_	_	_	_	_	_
43	st. 160	Archéo.	France/ Calvados	Colombelles					hématite oolithique	X	_	_	_	_	_	_	_
44	st. 126 - AF52-1	Archéo.	France/ Calvados	Colombelles					hématite oolithique	X	_	_	_	_	_	_	_
45	st. 126 - AF52-2	Archéo.	France/ Calvados	Colombelles					hématite oolithique	X	_	_	_	_	_	_	_

Tab. 1 – Référence des échantillons normands et types d'analyse pratiqués.

rescence X ; non destructif ; Rennes, UMR 6566) et quelques tests de spectrographie RAMAN sur un unique échantillon.

Au-delà de la comparaison entre régions productrices d'hématite oolithique, les principaux résultats montrent une bonne correspondance entre les matériaux géologiques locaux et le mobilier archéologique dans chacune des régions étudiées. Cette première présentation du corpus bas-normand a également permis de mettre en lumière l'exploitation d'un matériau insoupçonnée jusqu'à présent. Elle laisse augurer de nouvelles découvertes maintenant que la communauté des prospecteurs a pris conscience des objets susceptibles d'être rencontrés. La découverte d'hématite travaillée sur les sites de Biéville-Beuville « Le Vivier » (Mésolithique final) et de Démouville « Le Clos Neuf » (Rubané final, voire récent) semble indiquer un contexte d'utilisation plutôt « ancien », trouvant son meilleur exemple sur le site de Colombelles « Le Lazzaro » (étape finale du Rubané récent du Bassin parisien) lors de la néolithisation, avec de possibles transferts culturels entre populations autochtones et colons néolithiques. Le site de Colombelles se trouve au cœur d'une zone géographique riche en ressources minérales exploitées précocement et ayant donné lieu à des échanges à longue distance dès le début de la colonisation agricole : c'est le cas en particulier pour les silex jurassiques, le schiste, mais aussi la dolérite et les cornéennes. Le silex jurassique à grain fin et de couleur grise à gris brun, communément appelé « silex du Cinglais », terme consacré par l'usage en référence aux seuls ateliers de débitage laminaire connus aux Moutiers-en-Cinglais, a par exemple été largement diffusé à partir de sites producteurs encore peu ou mal identifiés. D'autres silex bathoniens, de couleur gris clair et à structure plus grenue, sont bien connus par la fouille des minières à silex de Bretteville-le-Rabet (Desloges, 1986 ; 1999) et celle des minières de Ri et Ronai (Marcigny, 2010 ; Marcigny *et al.*, 2011 ; Charraud, 2012). La colonisation agricole de la Plaine de Caen coïncide aussi avec les prémices d'une exploitation du schiste pour la production de bracelets. Ce phénomène suppose la mise en œuvre d'un réseau d'approvisionnement à l'intérieur du Massif armoricain et le développement d'un réseau d'échanges à longue distance, notamment vers le Bassin parisien (Fromont, 2011). Pour des étapes plus récentes, on y ajoutera les roches tenaces pour la fabrication de lames de haches telles que la dolérite et les cornéennes (Le Maux, 2014. La fin du Mésolithique et le tout début du Néolithique ancien, avec la mise en évidence d'une extension des groupes rubanés dans la Plaine de Caen, semblent incontestablement avoir constitué une période privilégiée pour l'utilisation de l'hématite oolithique. Les contextes postérieurs (B/VSG ou Néolithique moyen) sont toutefois loin d'être vierges de ce matériau.

De manière plus marginale, se pose enfin la question de l'apparition récurrente d'éléments d'oolithes dans les lames minces de céramique du Néolithique ancien, notamment dans le Rubané allemand (Ramminger *et al.*, 2013) et dans la Néolithique ancien bas-normand (travaux en cours X. Savary et D. Jan). Même si cette observation répétée reste encore énigmatique, elle méritera à elle seule un développement ultérieur à partir d'un corpus important.

Bibliographie

ARTUR E., BILLARD C., avec la collaboration de HERVIEU G., MARIE N. et DUBRULLE F., 2008. Les occupations du Mésolithique final de Biéville-Beuville « Le Vivier » (Calvados). *RAO*, **25** : 53-92.

BILLARD C., 2008. *Rapport sur les sondages réalisés sur le site du Mésolithique final de Biéville-Beuville « Le Vivier » (Calvados).* DRAC Basse-Normandie, service régional de l'archéologie : 14 p., 14 fig. et annexes.

BILLARD C., BOSTYN F., HAMON C. & MEUNIER K. (dir.), 2014. L'habitat du Néolithique ancien de Colombelles « Le Lazzaro » (Calvados). *Bulletin de la Société préhistorique française*, Mémoire **58** : 408 p.

BOSQUET D., CONSTANTIN C., GOEMAERE É., HAMON C., JADIN I. & SALOMON H., 2016. Provenance, exploitation et utilisation de l'hématite oolithique au Néolithique ancien en Belgique : contextes et problématiques. *In* : C. BILLARD *et al.* (éd.), *Autour de l'hématite / About haematite. Actes de / Acts of Jambes, 7-8/02/2013, Volume 1*, Liège, ERAUL, **143** – *Anthropologica et Præhistorica*, **125/2014** : 121-151.

CHARRAUD F., 2012. *Espaces interculturels et évolution des systèmes techniques au Néolithique dans le Nord-Ouest de la France. Productions, usages et circulation des outillages en silex jurassiques de*

Normandie. Thèse de doctorat de l'université Nice-Sophia Antipolis, 2 vol. : 480 p + 538 p.

DESLOGES J., 1986. Fouilles de mines à silex sur le site de Bretteville-le-Rabet (Calvados). *Actes du X^e colloque interrégional sur le Néolithique, Caen, 1983*. Revue Archéologique de l'Ouest, suppl. n°**1** : 73-101.

DESLOGES J., 1999. Une mine de silex au Néolithique, l'exemple de Bretteville-le-Rabet. *In* : G. SAN JUAN, J. MANEUVRIER (dir.), *L'exploitation ancienne des roches dans le Calvados : histoire et archéologie*. Couleurs Calvados, Service départemental d'archéologie du Calvados, Société historique de Lisieux : 53-77.

DORÉ F., 1969. Les formations cambriennes de Normandie. Thèse de Doctorat d'État, Caen : 790 p.

DOHRN-IHMIG M., 1983. Das bandkeramische Gräberfeld von Aldenhoven-Niedermerz, Kreis Düren. *In* : G. BAUCHHENß (éd.), *Archäologie in den rheinischen Lößbörden. Beiträge zur Siedlungsgeschichte im Rheinland*, Rheinische Ausgrabungen, 24, Köln: Rheinland-Verlag : 47-190.

DREESEN R., SAVARY X. & GOEMAERE É., 2016. Definition, classification and microfacies characteristics of oolitic ironstones, used in the manufacturing of red ochre - a comparative petrographical analysis of Palaeozoic samples from France, Belgium and Germany. *In* : C. BILLARD *et al.* (ed.), *Autour de l'hématite / About haematite. Actes de / Acts of Jambes, 7-8/02/2013, Volume 1*, Liège, ERAUL, **143** - *Anthropologica et Præhistorica*, **125/2014** : 203-223.

FROMONT N., 2011. *Anneaux et cultures du Néolithique ancien. Production, circulation et utilisation entre massifs ardennais et armoricain*. Thèse de doctorat, université de Paris 1, 2 vol. : 1136 p.

FROMONT N., GERMAIN-VALLÉE C., CHARRAUD F., ARBOGAST R.-M., MAIGROT Y., BONHOMME F., THIRON D., OEIL DE SALEY S., SÉHIER E., HUGOT C., KOCH N., COUTARD S. & BESNARD M., 2009. *Saint-Sylvain « rue Vilaine/chemin rural d'Argences » (Basse-Normandie, Calvados*. Rapport final d'opération. DRAC Basse-Normandie, Inrap, 2 vol. : 179 p. + 142 p.

GHESQUIÈRE E., LEFÈVRE P., MARCIGNY C. & SOUFFI B., 2000. *Le Mésolithique moyen du Nord-Cotentin, Basse Normandie, France*. Oxford, BAR, Internationale Series, **856**.

GHESQUIÈRE E. (dir.), 2012. *Fontenay-le-Marmion « La Dîme » (Calvados)*. Rapport final d'opération. DR*AC Basse-Normandie*, Inrap.

GOEMAERE É., KATSCH A., ESCHGHI I. & DREESEN R., 2016. Geological record and depositional setting of Paleozoic oolitic ironstones in Western Europea. *In* : C. BILLARD *et al.* (ed.), *Autour de l'hématite / About haematite. Actes de / Acts of Jambes, 7-8/02/2013, Volume 1*, Liège, ERAUL, **143** - *Anthropologica et Præhistorica*, **125/2014** : 23-43.

GOLDENBERG G., MAASS A., STEFFENS G. & STEUER H., 2003. Hematite Mining during the Linear Ceramics Culture in the Area of the Black Forest, South West Germany. In : *Man and mining: studies in honour of Gerd Weisgerber on occasion of his 65th birthday*. Eds : Thomas Stöllner, Bochum : 179-186.

HAMON C., 2011. L'utilisation des hématites. In: HAUZEUR A., JADIN I. & JUNGELS C. (eds), *5000 ans avant J.-C., La grande migration? Le Néolithique ancien dans la collection Louis Éloy*. Collection du Patrimoine Culturel, **3**: Brussels : 145-147.

HAMON C., BILLARD C., BOSQUET D., CONSTANTIN C. & JADIN I., 2016. Usages et transformation de l'hématite dans le Néolithique ancien d'Europe du Nord-Ouest. *In* : C. BILLARD *et al.* (ed.), *Autour de l'hématite / About haematite. Actes de / Acts of Jambes, 7-8/02/2013, Volume 1*, Liège, ERAUL, **143** - *Anthropologica et Præhistorica*, **125/2014** : 45-61.

HAMON C. avec la collab. de GOEMAERE É., 2007. Outils de broyage et outils d'abrasion en contexte rubané de Hesbaye : premiers résultats d'une analyse techno-fonctionnelle. *Notae Praehistoricae*, **27**/2007 : 109-119.

HAUZEUR A. & JOST C., 2002. Une occupation rubanée particulière à Altwies – « Op dem Boesch » (Grand-Duché du Luxembourg). *Bulletin de la Société préhistorique luxembourgeoise*, **23-24/2001-2002** : 209-239.

JADIN I., 2003. *Trois petits tours et puis s'en vont... La fin de la présence danubienne en Moyenne Belgique*. Avec la participation, par ordre alphabétique, de Daniel CAHEN, Isabelle DERAMAIX,

Anne HAUZEUR, Jean HEIM, Alexandre LIVINGSTONE SMITH et Jacques VERNIERS. 2e édition, Études et Recherches Archéologiques de l'Université de Liège (ERAUL). Liège, **109** : 726 p.

JEUNESSE Chr., 1993. *Recherches sur le Néolithique danubien du Sud de la plaine du Rhin supérieur et du nord de la Franche-Comté*. Thèse de Doctorat, Université des sciences humaines de Strasbourg II, Institut des antiquités nationales.

JEUNESSE Chr. (dir.), 2002. *Vendenheim « le Haut du Coteau ». Une nécropole néolithique ancien*. Document final de synthèse, Service régional de l'archéologie d'Alsace, INRAP.

JOSEPH P., 1982. *Le minerai de fer oolithique ordovicien du Massif armoricain : sédimentologie et paléogéographie*. Thèse présentée à l'École Nationale Supérieure des Mines de Paris : 352 p.

KOVÁRNÍK J., 1989. Die anwendung von mineralischen Farbstoffen im Neolithikum. *In* : J. RULF (dir.), *Bylany Seminar 1987*. Collected papers, Praha : Archeologický ústav ČSAV : 149-160.

LE GALL J., DUGUÉ O., RODET J., BRETEL P. & LESUEUR P., 2003. La Normandie physique. In : GUERIN A. (dir.), *La Normandie. La géologie, les milieux, la faune, la flore, les hommes*. La bibliothèque du Naturaliste, Éd. Delachaux et Niestlé, Paris : 23.

LE MAUX N., 2014. *Produire des haches de pierre polies néolithiques en cornéenne en Basse-Normandie*. In : C. LOUBOUTIN et VERJUX C. (dir.), *RACF 51, colloque interrégional sur le Néolithique de Tours en 2011*.

MODDERMAN P. J. R., avec la contrib. de NEWELL R. R., BRINKMAN E. J. & BAKELS C. C., 1970. *Linearbandkeramik aus Elsloo und Stein*. Leiden. Analecta Praehistorica Leidensia, III, 3 vol. : 232 p.

LE SAINT-ALLAIN M., 2013. *Démouville « Le Clos Neuf » (14)*. Rapport de fouille préventive, Oxford Archéologie, 2 t.

MARCIGNY C. (dir.), 2010. *Ri et Ronai (Orne), « Le Fresne ». Une minière de silex du Néolithique*. Rapport final d'opération, Inrap Grand Ouest, **1** : 543 p., inédit.

MARCIGNY C. (dir.), avec la col. de BESNARD M., GHESQUIÈRE É. et FROMONT N., 2005. *Berniè-res-sur-Mer (Calvados) « rue du Maréchal Montgomery ». Rapport de diagnostic archéologique*. DRAC Basse-Normandie, Inrap : 14 p., 28 fig., 3 photos et annexes.

MARCIGNY C., GHESQUIÈRE E., GIAZZON D., TSOBGOU-AHOUPE R., CHARRAUD F., JUHEL L. & GIAZON S., 2011. The flint mine of Ri "Le Fresne". *In* : CAPOTE M., CONSUEGRA S., DIAZ-DEL-RIO P. & TERRADAS X. (éd), *Proceedings of the 2nd International Conference of UISPP Commission on Flint Mining in Pre- and Protohistoric Times (Madrid, 14-17 October 2009)*, Oxford, Archaeopress, (BAR International Series, **2260**) : 67-75.

MARTIN Y., 1998a. La grotte paléolithique ornée de Gouy. *In* : *De la préhistoire. Découvertes récentes et anciennes du Paléolithique au Néolithique dans la région de Louviers*. Catalogue d'exposition : 16-23.

MARTIN Y., 1998b. L'ornementation pariétale paléolithique de la grotte du Renard à Orival. *In* : *De la préhistoire. Découvertes récentes et anciennes du Paléolithique au Néolithique dans la région de Louviers*. Catalogue d'exposition : 24-29.

RAMMINGER B., STILBORG O. & HELFERT M. (ed.), 2013. Naturwissenschaftliche Analysen vor- und frühgeschichtlicher Keramik III. *Universitätsforschungen zur Prähistorischen Archäologie*, **238** : 305-328.

THEVENET C., 2016. Quelques hypothèses quant à l'usage des matières colorantes rouges dans les sépultures du Néolithique ancien du Bassin parisien. *In* : C. BILLARD *et al.* (ed.), *Autour de l'hématite / About haematite. Actes de / Acts of Jambes, 7-8/02/2013, Volume 2*, Liège, ERAUL, **143** - *Anthropologica et Præhistorica*, **126/2015** : 187-199.

VERNHET Y., MAURIZOT P., Le GALL J., GIGOT P., DUPRET L., BARBIER G., LEROUGE G. BESOMBES J. C. & PELLERIN J., 2002. *Carte géologique de France (1/50.000), feuille Villers-Bocage (145). Orléans*. Bureau de recherches géologiques et minières. Notice explicative par Vernhet Y. *et al.*

VERRON G., 1979. Chroniques régionales : Flamanville, site de la centrale atomique. *Gallia Préhistoire*, **22** (2) : 490-493.

WATTE J.-P., 2011. Utilisation de colorant rouge dans des gisements préhistoriques de Seine-Maritime. *Annales du Patrimoine de Fécamp*, **18** : 6-13.

WATTE J.-P., BOUFFIGNY A., BROGLIO G. avec la collaboration de BRETON G. et HENRY S., 1993. Crayons d'ocre utilisés au Néolithique et à l'époque gallo-romaine en Seine-Maritime. In : *Journées Lennier, objets rares ou énigmatiques en sciences de la terre, Le Havre, 11-12 déc. 1993*. Bulletin trimestriel de la Soc. Géol. De Normandie et des amis du Muséum du Havre, **LXXX** (3-4) : 73-78.

Adresse des auteurs :

Cyrille BILLARD
DRAC Normandie
Service régional de l'archéologie
13bis, rue Saint-Ouen
14052 Caen cedex 04 (France)
cyrille.billard@culture.gouv.fr

Xavier SAVARY
Service d'archéologie
du département du Calvados
36, rue Fred Scamaroni
14000 Caen (France)
xavier.savary@calvados.fr

Caroline HAMON
Chargée de recherche CNRS
UMR 8215 Trajectoires
Maison de l'archéologie et de l'ethnologie
21, allée de l'Université
92023 Nanterre cedex (France)
caroline.hamon@mae.cnrs.fr

Lionel DUPRET
Département de géologie
de l'université de Caen
Esplanade de la Paix
14000 Caen (France)
lionel.dupret@unicaen.fr

Anthropologica et Præhistorica, 125/2014 (2016) : 89-119

Les hématites oolithiques du Néolithique ancien et du Mésolithique de Basse-Normandie (France) : caractérisation physico-chimique et recherche des provenances

Éric GOEMAERE, Hélène SALOMON, Cyrille BILLARD, Guirec QUERRÉ, François MATHIS, Mark GOLITKO, Carole DUBRULLE-BRUNAUD, Xavier SAVARY & Roland DREESEN

Abstract

"Early Neolithic & Mesolithic oolitic ironstones from Basse-Normandie (France): chemical and physical characterization and provenance study".

Oolitic ironstones (OIS) disccovered at archaeological (Early Neolithic & Mesolithic) sites in the Caen region (Basse-Normandie, France) were analyzed and compared with Ordovician OIS sampled in geological sites in Basse-Normandie, in order to establish the source of the raw materials used in prehistory. Samples of OIS were analyzed and characterized by X-ray diffraction (whole rock and clay fraction), LA-ICP-MS, HH-XRF and PIXE. Ironstone objects from Colombelles (early Neolithic) show compositions that are different from those recovered at Biéville-Beuville (final Mesolithic). Those at Colombelles were initially extracted from slightly weathered ironstone layers and it is suggested here that their extraction required extra digging to reach less weathered hematite-rich material. In contrast, OIS from Biéville-Beuville have a mineralogical composition indicative of more intense weathering, which might indicate collection of surface material. The final Mesolithic raw material of Biéville-Beuville seems to have been obtained through a different mode of acquisition than that utilized during the early Neolithic. Our research allows us to conclude that all the archaeological OIS from the Plain of Caen are of local or regional origins and that Devonian (Lower Famennian, Frasnian) OIS from Belgium, Lower/Middle Devonian, OIS from the Eifel (Germany) or Mesozoic OIS from Lorraine (in the three border areas between the Grand Duchy of Luxembourg, Belgium and France) are totally lacking. Early Neolithic sites in Belgium contain no oolitic ironstone imported from Normandy. As a consequence, we can conclude that for this specific raw material, there is a lack of exchange between early Neolithic Belgian populations (Hesbaye and Dendre Springs) and the population of the Plain of Caen.

***Keywords**: OIS, Clinton-type oolitic ironstone LA-ICP-MS, PIXE, X-Ray fluorescence, Linear Band Ceramic, Early Neolithic, Mesolithic, Caen,* Basse-Normandie*, France.*

Mots-clés : OIS, hématite oolithique Clinton-type, LA-ICP-MS, PIXE, fluorescence X, Rubané, Néolithique ancien, Mésolithique, Caen, Basse-Normandie, France.

1. INTRODUCTION

Le présent article a pour objet la caractérisation physico-chimique (minéralogique et géochimique) des hématites oolithiques (acronyme : OIS) de la région de Caen (Basse-Normandie). L'étude étudie et compare les OIS mises au jour en contexte archéologique (Néolithique ancien & Mésolithique) avec celles prélevées par nos soins en contexte géologique.

Les lecteurs voudront bien se référer aux articles publiés dans ce volume par Billard et co-auteurs pour le contexte archéologique des hématites oolithiques du Néolithique ancien de Basse-Normandie, Goemaere et co-auteurs pour le contexte géologique et Dreesen et co-auteurs pour l'analyse pétrographique.

L'article présente les résultats issus de différentes méthodes analytiques, comme la pétrographie, la diffractométrie et la géochimie. L'analyse minéralogique a été effectuée par diffraction des rayons X sur poudres désorientées de roche totale et sur agrégats orientés pour la fraction argileuse. Les résultats présentés sont complètement

inédits. Seul Joseph (1982) a fourni dans sa thèse doctorale des résultats de même nature couplés, comme dans le cadre de notre recherche, à une étude pétrographique et concernaient uniquement des minerais frais dont les échantillons étaient issus des mines en activité à l'époque et de forages de prospection. Sa recherche a permis de montrer les variations verticales et latérales du contenu minéralogique, et donc du contenu en fer, des couches d'OIS dans le bassin minier. Nous comparerons les résultats obtenus à partir de trois méthodes géochimiques différentes : LA-ICP-MS, PIXE et HH-XRF. L'histoire sédimentaire et diagénétique présidant à la formation des OIS présente un grand nombre de caractéristiques (nature des phases minérales, étage d'oxydation du fer, relations mutuelles entre espèces minérales, texture, nature du ciment...) susceptibles d'imprimer des particularismes dans la matière première et qu'il convient de détailler. Ces caractéristiques permettront aussi d'appréhender les minerais altérés, tels ceux affleurant au Néolithique ancien. Toutes ces méthodes de caractérisation des OIS sont complémentaires et visent aussi à dégager des signatures locales et verticales pour tenter de relier les sites géologiques d'où proviennent les OIS et les sites archéologiques dans lesquels elles ont été trouvées. Les apports et les limites de différentes méthodes, à la fois en terme d'identification de la signature de la source des matières premières qu'en terme d'altération des OIS, révélatrices de la position verticale, primaire ou secondaire des roches lors de leur récolte durant la Préhistoire et le choix de matière première parmi les ressources disponibles, sont synthétisés pour les sites normands, belges et allemands (Eifel) par Salomon et collègues dans le présent ouvrage.

2. MATÉRIEL ET MÉTHODES D'ANALYSES

Onze échantillons géologiques (sites de Feuguerolles-Bully, May-sur-Orne, Saint-André-sur-Orne, Saint-Germain-le-Vasson, Saint-Rémy, Urville) et trente-trois échantillons archéologiques (sites de Amblie, Auderville, Banville, Biéville-Beuville, Colombelles, Colombiers-sur-Seulles, Commeaux, Croisilles, Démouville, Fleury-sur-Orne, Nonant, Saint-Germain-le-Vasson, Soumont-Saint-Quentin) composent le corpus d'étude (Fig. 1, Tab. 1, informations supplémentaires en fin d'article). Les échantillons géologiques ont été récoltés sur le terrain dans les coupes disponibles des synclinaux paléozoïques proches de Caen et les haldes d'anciennes mines. Les échantillons archéologiques sont issus de fouilles menées à proximité de l'agglomération caennaise et de ramassages de surface. Ils ont été décrits par Billard *et al.* (2016 *:* ce volume). La description pétrographique et la géologie des minerais de fer oolithiques ont été décrites respectivement par Dreesen *et al.* (2016 : ce volume) et Goemaere *et al.* (2016a-b : ce volume).

Les techniques de laboratoire visant à caractériser les matières premières minérales et les produits transformés se sont considérablement développées au cours de ces deux dernières décennies. Cette étape vient compléter, en les précisant, les observations macro-, méso- et microscopiques des roches afin de déterminer la provenance des matières premières (p. ex. Froh, 2004 ; Bianchini *et al.*, 2006 ; Basso *et al.*, 2008 ; Stravakeva, 2008 ; Tite, 2008 ; Brulet *et al.*, 2010 ; Palanivel & Meyvel, 2010 ; Rasmussen *et al.*, 2012). Le panel de techniques appliquées aux hématites oolithiques géologiques et archéologiques de la région de Caen sont la pétrographie en lames-minces, plusieurs méthodes, décrites dans la suite du texte, d'analyses géochimiques (HH-XRF, LA-ICP-MS, PIXE) et la diffraction des Rayons X (DRX).

2.1. La diffraction des rayons X

La diffraction des rayons X a été utilisée pour identifier et estimer les proportions relatives des composants minéraux bien cristallisés, tant de la roche totale que de la fraction argileuse. Le contenu minéral en diffractométrie de poudres désorientées (PDRX) a été étudié au laboratoire de minéralogie du Service géologique de Belgique. Les échantillons archéologiques et géologiques analysés sont repris au tableau 1. Tous les échantillons ont été modérément broyés à la main dans un mortier en agate (<63 µm) et préparés de manière identique. Les données ont été recueillies par un diffractomètre PANanalytical Empyrean (anticathode au cuivre λ : 1,5418 Å, filtre au nickel, 45 KV et 40 mA, détecteur X'celerator). Les échantillons étaient placés dans un support en acier sans étain, effectuant 2 tours par seconde pour minimiser les orientations préférentielles. La plage étudiée est comprise entre 5 et 75 degrés 2-theta et les données sont obtenues en réflexion dans une géométrie Bragg-Brantano. La fraction broyée à moins de 60 µm dans un mortier en

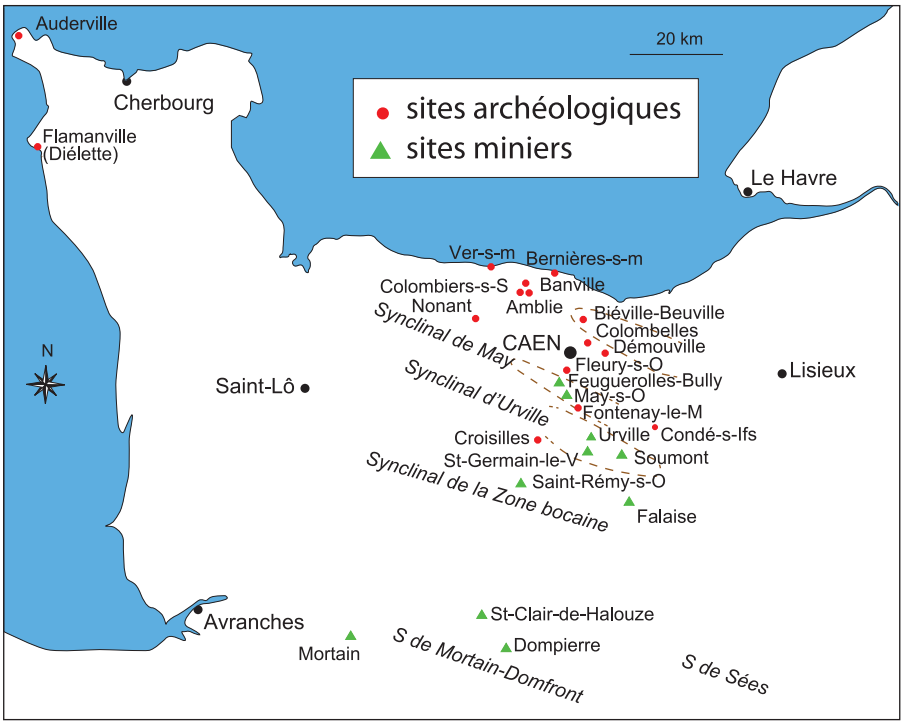


Fig. 1 – Carte géographique et géologique très schématique de Basse-Normandie (France) localisant les sites archéologiques (Néolithique ancien et Mésolithique) étudiés et les sites miniers exploitant les hématites oolithiques.
Fig. 1 – *Geographical and geological sketch map of the Basse-Normandy area (France) showing the location of the archaeological sites (Early Neolithic and Mesolithic) studied and of the oolitic iron ores mining areas.*

agate a servi à la préparation de poudres désorientées et soumises à la diffraction des rayons X. Les diffractogrammes obtenus ont été comparés à des bases de données publiées par l'International Centre for Diffraction Data (ICDD).

La fraction argileuse a été étudiée au laboratoire de Dynamique des Systèmes côtiers de l'Université de Caen. Le protocole des lames orientées d'argile est basé sur ceux du laboratoire de Strasbourg (Holtzapffel, 1985). À partir de plusieurs grammes d'échantillon préalablement broyés, plusieurs prétraitements sont appliqués et permettent d'éliminer toutes les particules supérieures à 2 µm dans l'échantillon. La poudre est mise en suspension et décalcifiée à l'acide chlorhydrique (10 %), rincée à l'eau désionisée, puis concentrée successivement par centrifugation jusqu'à ce que le pH de la solution surnageante soit neutre et l'obtention de suspensions stables. Le culot est récupéré, puis remis en suspension et enfin laissé à décanter pendant 1h40. Les deux premiers centimètres (application de la loi de Stokes) du surnageant sont prélevés et concentrés par centrifugation. Ce nouveau culot est récupéré pour la préparation des lames orientées : la pâte est étalée en une mince couche sur une lame de verre et est mise à sécher. Le taux d'humidité relative de la pièce est contrôlé. Les agrégats orientés passent au diffractomètre RX en étant soumis à trois tests successifs classiques : Naturel, Glycolé et Chauffé. Les enregistrements ont été réalisés sur un diffractomètre de marque Philips, modèle PW 3040/00 X'Pert MPD/MRD (anticathode au cobalt λ : 1,793 Å, filtre au fer, 30 kV, 45 mA. L'échantillon simplement séché à l'air est défini comme étant au « naturel ». Cette même lame est ensuite placée au contact de vapeurs d'éthylène glycol pendant 12h (détection des argiles dites gonflantes), puis diffractée. La lame est ensuite chauffée à 490°C pendant 3h30, avant une nouvelle analyse au diffractomètre. La comparaison des trois diffractogrammes permet d'identifier les minéraux argileux. La semi-quantification des cortèges des minéraux argileux estime l'abondance relative des minéraux argileux dans le cortège. La méthode uti-

lisée est basée sur un calcul de la surface du pic de la réflexion d(001) de chaque minéral argileux (Biscaye, 1965) enregistrée sur le diffractogramme de l'essai glycolé, en tenant compte du bruit de fond (Dunoyer de Ségonzac, 1969). Ce calcul de surface est estimé par le logiciel Highscore en considérant la forme du diffractogramme comme une somme de courbes de type lorentzien. On effectue ensuite la somme des valeurs obtenues pour chaque espèce argileuse identifiée, ramenée à 100 % et on obtient le pourcentage d'une espèce donnée pour les 100 % de minéraux argileux de la fraction analysée.

2.2. L'analyse à la sonde nucléaire PIXE (Particule Induce X-Ray Emission)

L'analyse par faisceau d'ions (PIXE) est une analyse ponctuelle qui permet de mesurer la composition élémentaire des minéraux jusqu'aux éléments traces (limites de détection de 1 à 500 ppm) en détectant la quasi-totalité des éléments du tableau périodique. Cette analyse ne requiert pas la moindre préparation des échantillons. Il nous a donc été possible d'analyser des roches de référence, des coupes mais aussi des objets archéologiques.

Pour des raisons pratiques, les analyses PIXE ont été réalisées avec deux équipements différents : l'accélérateur Tandem AGLAE (Accélérateur Grand Louvre d'Analyse Élémentaire) à Paris, France et le cyclotron de l'Institut de Physique Nucléaire Atomique et de Spectroscopie de l'Université de Liège, Belgique. C'est pourquoi, assurer des conditions de travail et des résultats comparables avec les deux appareillages constituait l'un des points cruciaux de cette étude, et nous y avons accordé une attention toute particulière durant les phases d'acquisition et de traitement des mesures.

AGLAE est un accélérateur tandem de 2 MV et l'accélérateur du Centre Européen d'Archéométrie est un cyclotron à champ azimutal variable (Azimutal Varying Field cyclotron). Les deux appareillages ont été utilisés pour produire un faisceau extrait de protons de 3 MeV. La taille du faisceau mesure environ 1 mm de diamètre à Liège et 50 µm de diamètre à AGLAE. Pour s'assurer que le volume analysé est équivalent et du fait de la forte hétérogénéité des échantillons, le faisceau d'AGLAE balayait une surface de 1 mm² sur l'échantillon. Dans les deux cas, les faisceaux étaient extraits à travers une fenêtre de Si3N4 de 100 nm d'épaisseur. Un flux d'hélium est soufflé entre la fenêtre et l'échantillon pour éviter la dispersion spatiale et énergétique du faisceau. Les spectres de rayons-X ont été enregistrés avec deux détecteurs orientés à 45° par rapport à la direction du faisceau incident. L'un mesure les rayons X de basse énergie issus des éléments légers de la matrice de nos échantillons (Si, Al, Ca, Fe). Le détecteur est le même sur les deux appareillages, c'est-à-dire un détecteur Si(Li) équipé d'une fenêtre en polymère ultra fin (AP3.3 from Moxtek®). Un flux d'hélium est maintenu entre l'échantillon et le détecteur pour éviter l'absorption dans l'air des rayons X de basse énergie. Le second est dédié à la détection des rayons X de haute énergie (6-35 keV) émis par les éléments mineurs et traces. Il est équipé d'un filtre sélectif afin de réduire le signal des éléments majeurs et le télescopage qu'ils provoquent (effet produit par l'arrivée de plusieurs photons au même moment sur le détecteur qui est interprété non pas comme la somme de plusieurs photons, mais comme un seul photon d'énergie plus élevée, ce qui masque le signal des éléments traces présents en très faible quantité). AGLAE est équipé d'un détecteur Si(Li) 50 mm² (Pichon *et al.*, 2010) avec une fenêtre en béryllium. Un filtre de chrome de 20 µm d'épaisseur (déposé sur 150 µm de polymère) sert à absorber les rayons X du fer et un second filtre accolé, cette fois en aluminium mesurant 50 µm d'épaisseur, vise à réduire les rayons X secondaires issus de la fluorescence du filtre de Cr. À Liège, la ligne PIXE est équipée d'un détecteur Ultra-LEGe de Canberra avec une fenêtre en béryllium de 0,3 mm d'épaisseur (Mathis *et al.*, 2014). Un filtre de 10 µm de Cr (monté sur 150 µm polymère) a été placé devant le détecteur. Toutes les caractéristiques des deux montages expérimentaux sont synthétisées dans le tableau 2 (informations supplémentaires enfin d'article).

Les spectres PIXE ont été collectés durant 10 à 15 min avec un courant d'environ 5 nA à AGLAE et 7 nA à Liège pour une fluence totale d'environ 4 µC dans les deux cas. Pour comparer les résultats analysés, nous avons mesuré les mêmes standards géologiques (DR-N, MA-N, BE-N, UB-N du CRPG) et quatre OIS archéologiques et géologiques (2 à 4 points analysés) sur les deux appareils, ce qui a permis de confirmer une reproductibilité des mesures très satisfaisante (Mathis *et al.*, 2014). Le recours aux filtres sélectifs a permis d'avoir accès à des limites de détection comprises entre moins de 10 ppm et 100 ppm selon les éléments mesu-

rés. Elles sont détaillées au tableau 3 (informations supplémentaires enfin d'article). Les spectres de la matrice sont équivalents sur les deux appareils alors que les spectres des éléments traces sont plus détaillés à AGLAE avec un nombre total de coups supérieur, ce qui s'explique par une meilleure optimisation de la géométrie et un plus grand angle solide. Ceci explique que les limites de détection (LD – LOD) des éléments traces soient différentes sur les deux appareillages.

Le traitement des spectres et le calcul des concentrations ont été réalisés automatiquement avec le logiciel TRAUPIXE (Pichon *et al.*, 2010) qui utilise le code GUPIXWIN (Campbell *et al.*, 2010) pour le traitement et l'ajustement des spectres, extrait la concentration, les incertitudes, les limites de détection et les autres paramètres expérimentaux des fichiers de sortie de Gupixwin et les classe dans un tableau. La concentration élémentaire de la matrice a été calculée sur le spectre basse énergie en normalisant le total des concentrations d'oxydes à 100 % alors que la concentration en éléments traces a été calculée en normalisant la valeur du fer issue de la mesure sur le détecteur à haute énergie avec la valeur du fer trouvée dans le calcul de la matrice.

Pour déterminer automatiquement la détection des éléments trace en prenant en compte les différences de limites de détection entre les deux appareils, nous n'avons conservé que les valeurs pour lesquelles la concentration élémentaire moins son incertitude (paramètre « Fit Error » de Gupixwin) était supérieure à la limite de détection.

2.3. Analyse par fluorescence-X portable

Les analyses ont été faites à l'Université de Rennes 1 à l'aide d'un analyseur portable de fluorescence X (XRF spectromètre NITON XL3t GOLDD+, anticathode en Au, tube refroidi à l'air, 50 kV -à 40 µA-, 100 µA maximum -à 20 kV-, 2 W de puissance maximale appliquée au tube, fenêtre de sortie en béryllium de 0,127 mm, détecteur de type SDD refroidi à -27°C par effet Peltier). Un dispositif équipé de 5 filtres escamotables est monté sur le collimateur. Les filtres sont sélectionnés en fonction du programme et de la gamme analytique désirée (Tab. 4, informations supplémentaires enfin d'article). Le diamètre du faisceau (spot) à l'endroit où il touche l'échantillon est de 8 mm ou 3 mm de diamètre en fonction de la taille et de l'état de surface de l'échantillon (Tab 4). Une LED blanche et une caméra CCD permettent de visualiser la zone analysée. De un à quatre spectres sont acquis pour chaque point dans des conditions d'alimentation du tube et de filtres permettant de voir et de doser différentes gammes d'éléments chimiques. La photographie de la zone analysée est enregistrée avec les spectres de rayons X. Le temps d'acquisition est de 30 secondes pour chacune des configurations, soit un total de deux minutes pour chacune des analyses. Le spectromètre a été calibré sur la base d'analyses d'étalons internationaux. Les données spectrales sont interprétées en termes d'analyses chimiques élémentaires quantitatives à l'aide du logiciel Niton fourni par l'équipementier. Les éléments chimiques dosés vont du magnésium à l'uranium. Le sodium n'est pas visible par le spectromètre et ne peut donc pas être dosé ni les autres éléments légers (carbone, oxygène, hydrogène). Le magnésium est souvent considéré comme étant « mal dosé ». Toutefois, le spectromètre indique la somme des éléments qu'il ne dose pas (balance).

Deux séances de mesures ont été requises pour analyser 115 échantillons (respectivement 34 et 81). Les échantillons analysés concernent tant des échantillons géologiques (Basse-Normandie, Belgique, Eifel occidental), qu'archéologiques (Basse-Normandie, Hesbaye liégeoise et sources de la Dendre en Belgique). Seuls les échantillons géologiques et archéologiques bas-normands sont traités dans le présent article.

2.4. Analyses par spectrométrie de masse par torche à plasma et abrasion laser (LA-ICP-MS)

Les analyses géochimiques par LA-ICP-MS ont été réalisées au Laboratoire d'analyse élémentaire (EAF) du Field Museum of Natural History à Chicago (Illinois, USA) utilisant un Varian Quadrupole ICP-MS (Elliott *et al.*, 2004). Le microéchantillonnage direct est effectué par ablation laser (λ : 213 nm - New Wave UP213 à 0,2 mJ et une fréquence de 15 Hz) sur la matrice obtenue sur une fracture fraîche des échantillons sélectionnés. La matière prélevée est alors balayée par un gaz porteur (He) et ionisée dans un plasma d'argon avant l'introduction dans le spectromètre de masse. Les fragments de céramiques (cassure fraîche) ont été introduits dans la chambre laser, et sur chacun d'eux dix spots de 100 µm ont été ciblés. Pour chaque spot, neuf répétitions composées

de trois balayages de la plage de masse mesurée ont été faites, avec les trois premiers de ces répétitions retirés des calculs finaux pour tenir compte de toute contamination de surface potentielle et pour permettre au signal résultant de se stabiliser. Les valeurs mesurées de ces dix points ont ensuite été moyennées pour produire une valeur de composition finale. Les isotopes de 58 éléments allant de Li à U ont été mesurés. Quatre éléments (Se, As, Ag et In) dont les valeurs sont sous la limite de détection (estimée à 3x la valeur de la déviation standard pour une chambre vide, valeurs calibrées à partir du verre standard NIST610) ont été rejetés. Le 57Fe est utilisé comme standard interne (Gratuze et al., 2001, Speakman & Neff, 2005). Deux matériaux standards ont été mesurés entre chaque set de 5 échantillons géologiques ou archéologiques. Le premier, NIST679 (Brick Clay), a été utilisé pour calculer les concentrations de tous les éléments mineurs et en trace. Un sulfure de fer synthétique, G4 (Dewaele *et al.*, 2007), a été employé pour calibrer les éléments majeurs et mineurs comme les Mg, Al, Fe, Mn, Co, Ni, Cu, Zn, As et Pb. La variabilité entre les différents cratères d'ablation était de l'ordre de 10-30 % pour les éléments majeurs (à l'exclusion du fer) et de 30-40 % pour les éléments mineurs et en traces.

3. RÉSULTATS

3.1. Apports de la diffractométrie

L'analyse porte sur des échantillons représentatifs de la diversité de faciès observés et de leur état de fraicheur. Les minéraux identifiés avec certitude par diffraction des rayons X sur poudres désorientées de roche totale (Tab. 5) sont l'hématite (γFe_2O_3), le quartz (SiO_2) et la goethite [$\alpha FeO(OH)$]. La sidérite ($FeCO_3$) n'apparaît que dans un seul échantillon frais tandis que la chamosite [$(Fe^{2+},Mg,Fe^{3+},Al)_6(Si,Al)_4O_{10}(OH,O)_8$] est plus délicate à reconnaître sur les spectres et n'est pas reconnue par les logiciels automatiques, de même que la kaolinite [$Al_2Si_2O_5(OH)_4$] ... La chamosite en (relativement) faible proportion dans le mélange est confondue par les logiciels avec la kaolinite et/ou la berthiérine (septochlorite), minéraux qui partagent des réflexions majeures communes. Des minéraux comme la chamosite ou la berthiérine [$(Fe^{2+},Fe^{3+},Al,Mg)_{2-3}(Si,Al)_2O_5(OH)_4$], respectivement caractéristiques des Clinton-type OIS et Minette-type OIS sont mal rendus par la diffractométrie de routine, lorsqu'ils sont en mélange avec d'autres phases cristallines.

Les résultats semi-quantitatifs calculés par les logiciels et comparés avec l'observation en lames-minces montrent une forte surestimation du quartz et une forte sous-estimation de la chamosite. La goethite, indicatrice d'une altération des autres phases porteuses du fer (chamosite et sidérite), est probablement aussi sous-estimée compte tenu de la difficulté de tenir compte de l'état de cristallinité réel du minéral. Les chiffres fournis sont donc indicatifs. On peut conclure que la diffractométrie sur poudres désorientées de roche totale n'est pas un outil performant pour différencier différents niveaux géologiques d'OIS et pour comparer ceux-ci avec les échantillons archéologiques mais permet d'apprécier le degré d'altération atmosphérique de l'objet examiné.

La fraction <2 µm de 8 échantillons bas-normands a été étudiée. Les spectres DRX montrent que les minéraux des argiles sont très mal représentés dans les assemblages dominés par l'hématite, la goethite et dans certains échantillons par le quartz. Les hydroxydes de fer et, dans une moindre mesure, les oxydes de fer, sont généralement sous-estimés lorsque leur cristallinité est faible. Les valeurs données dans le tableau 6 sont donc indicatives et ne concernent que les phyllosilicates. La distinction entre la kaolinite et la chamosite ferrifère est souvent délicate pour les logiciels automatiques d'identification de phases d'autant que les deux minéraux partagent des réflexions communes (7,1Å) et que les spectres de références des chamosites manquent. La distinction entre la chamosite ferrifère et la kaolinite se base sur l'espacement des plans cristallins (004) de la chamosite et (002) de la kaolinite respectivement à 3,53Å et 3,57Å. La présence conjointe des deux phases se marque sur le diffractogramme par un doublet 3,53Å-3,57Å ou d'une seule réflexion avec un épaulement vers les bas ou les grands angles en fonction de l'abondance relative des deux minéraux. L'estimation de ces deux phases est basée sur les intensités relatives de ces deux réflexions (semi-quantification) permettant de comparer les échantillons entre eux. La chamosite est sensible à l'altération atmosphérique. Le fer ferreux s'oxyde relativement rapidement en fer ferrique et quitte la structure du minéral en formant des oxy-hydroxydes de fer qui vont colorer la roche dans les teintes ocre-jaune à ocre-

brun. L'absence des illites ou micas ainsi que des feldspaths dans les assemblages, caractérise les OIS bas-normands et permet d'emblée de les distinguer des OIS belges des synclinoriums de Dinant (Allochtone ardennais) et de Namur (Parautochtone de Namur). La présence de kaolinite dans tous les échantillons géologiques et archéologiques peut paraître surprenante car le minéral (au même titre que les smectites, les vermiculites et les interstratifiés irréguliers) disparaît dans les séries fortement diagénétisées comme le sont les séries ordoviciennes de Basse-Normandie. Les roches « évoluées » présentant généralement un assemblage « Micas – Chlorite ». Joseph (1982) avait reconnu le minéral dans son étude et écrit un chapitre (pages 212-213) qu'il a appelé « Le problème de la kaolinite ». L'auteur a reconnu dans des minerais prélevés en profondeur (sondages de Touffreville, Saint Samson, Bavent, Troarn, Bures) des oolithes où la kaolinite (voir l'illite) remplace la chamosite en détruisant la structure oolithique. La kaolinite apparaît dans les différents sous-faciès identifiés par Joseph (*op. cit.*) et dont la formation est incertaine (altération au début du Secondaire liée à l'émersion des roches, altération récente sans plus de précision ni d'évocation du mécanisme, voire même néoformation lors du dépôt des séquences sédimentaires). Tous les sites où Joseph (*op. cit.*) a identifié la kaolinite proviennent des deux flancs du Synclinal de Ranville, à peu de distance, à l'est du site archéologique de Colombelles. Les néolithiques n'ont cependant pas pu prélever d'OIS dans les séries de ce synclinal car il est recouvert d'une épaisse couverture de terrains jurassiques et n'affleure donc pas ! L'étude de Joseph ne décrit pas la présence ni l'absence de kaolinite dans les synclinaux affleurants de May ou de Soumont, mais sa présence est probable. Il est vraisemblable que l'échantillon prélevé en mines (May) n'en contient pas, contrairement aux autres échantillons, indiquant une probable variété dans les sources d'approvisionnement en roches rouges par les néolithiques. Le contenu minéralogique de la fraction argileuse est donc le reflet d'un état altéré aux dépens de la roche originale. Géologiquement, ce type d'altération est « normal » pour les roches qui se trouvent exposées au-dessus de la zone de battement de la nappe phréatique. Ce niveau dépend de la topographie locale et de l'altitude des sources et/ou du niveau du cours d'eau drainant le bassin versant. À l'affleurement, les processus de kaolinisation se poursuivent. En environnement acide, le phénomène s'amplifie. Les processus d'altération peuvent se poursuivre dans les dépôts archéologiques si ces dépôts sont soumis à un lessivage acide.

3.2. Apports de la fluorescence-X (HH-XRF)

Pour la Normandie, les analyses chimiques élémentaires ont été faites sur 22 objets au total, 14 objets archéologiques issus de 5 sites et 8 échantillons géologiques provenant de 4 gisements normands (Tab. 7, informations supplémentaires en fin d'article). Les échantillons ont été choisis afin de refléter la diversité des faciès et des origines géographiques. Les erreurs de mesures sont reprises au tableau 8 (informations supplémentaires en fin d'article).

Sur l'ensemble des 35 éléments chimiques mesurés par le spectromètre, plusieurs d'entre eux sont en-dessous de la limite de détection. Il est certain que les méthodes PIXE et La-ICP-MS sont nettement mieux adaptées pour l'analyse des éléments en traces. Si l'on se focalise sur les éléments majeurs et mineurs, plusieurs observations peuvent être faites.

Tout d'abord, deux échantillons, un archéologique et un géologique, s'individualisent très nettement de l'ensemble. Il s'agit tout d'abord de l'échantillon géologique provenant de Feuguerolles (éch. n°5) qui présente des concentrations anormalement élevées en calcium (Ca 2,6 %) et en phosphore (P 1,5 %) par rapport à la moyenne générale (Ca 0,5 %; P 0,4 %). La seconde analyse qui sort de l'ensemble est celle d'un objet provenant du site de Colombelles (éch. n°35) avec une teneur en fer particulièrement basse (Fe 17 %) par rapport à la moyenne (Fe 50 %).

Lorsque l'on figure les analyses dans un diagramme ternaire Fe-Si-Al (Fig. 2), les points représentatifs des échantillons se répartissent en deux sous-ensembles distincts. Le premier est composé des échantillons n° 9 (Feuguerolles), 12 (St-Rémy) et 39 (Urville-2). Ces échantillons sont appauvris en fer par rapport à ceux du second sous-ensemble et enrichis en silice. Si l'on replace les minéraux dans le diagramme ternaire, cela correspond dans la roche à une plus grande proportion de quartz avec de facto, un déficit en oxydes ou hydroxydes de fer (hématite, goethi-

te...). Le second sous-ensemble correspond aux cinq échantillons restants qui sont plus riches en oxydes-hydroxydes de fer et moins en quartz. Par contre, ils sont plus riches en aluminium probablement liés à une plus forte proportion de minéraux des argiles comme la kaolinite dans les roches.

En ce qui concerne les objets archéologiques, ils constituent un unique ensemble mais avec une plus large gamme de composition que les références géologiques. Dans le diagramme ternaire Fe-Si-Al, ils se placent le long d'une droite joignant le pôle fer correspondant à l'hématite et à la goethite et celle des silicates d'alumine et en particulier la kaolinite. Les objets les plus concentrés en fer ont une composition identique à celle du deuxième sous-ensemble géologique précédemment défini, ce qui pourrait traduire une origine commune. Le reste des objets les plus pauvres en hématite-goethite et les plus riches en minéraux argileux ne correspondent à aucun des échantillons géologiques de références analysés.

L'ensemble de ces résultats sont en accord avec les analyses effectuées par diffraction des Rayons X. Les analyses par PIXE et LA-ICP-MS vont permettre d'affiner ces conclusions.

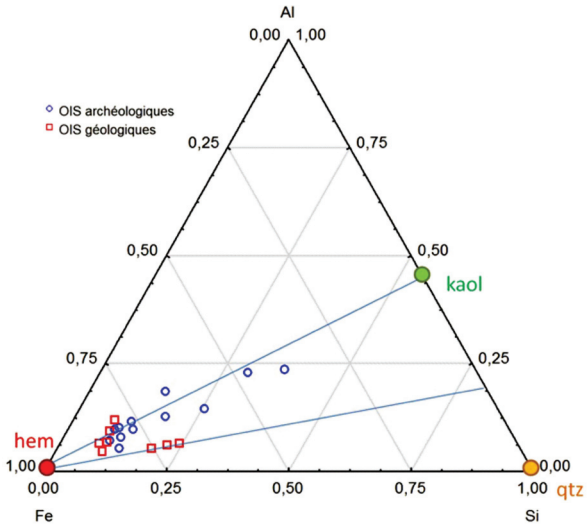


Fig. 2 – Graphe représentant les échantillons normands analysés par fluorescence-X portable en fonction des principaux éléments majeurs. hem : hématite ; qtz : quartz.

***Fig. 2** – Ternary graph representing samples from Normandy analysed by HH-XRF as a function of their main major chemical elemental concentrations. hem: hematite; qtz: quartz.*

3.3. Résultats des analyses par PIXE

La composition élémentaire permet de reconnaître certaines différences entre plusieurs ensembles de roches (soit des sources géologiques, soit des zones d'affleurement ou des positions dans le développement vertical de chaque formation géologique). Nous avons réalisé des tests de Pearson et des graphiques xy pour chercher les correspondances entre certains éléments traces et certaines phases : phase ferrugineuse, phase phosphatée (apatite), phases d'altération et terrigène réunissant les contributions détritiques à la roche.

En effet, compte tenu de l'histoire de la formation des OIS, l'empreinte chimique est susceptible d'être mise en évidence dans les phases phosphatées ou terrigènes plutôt que dans la phase ferrugineuse, contrairement aux situations exposées dans les études précédentes (références dans ce volume et par exemple Popelka-Filcoff *et al.*, 2012).

Les résultats des analyses (Tab. 9 – voir fin d'article) indiquent qu'il n'est pas possible, d'après les mesures réalisées en PIXE, de distinguer les faciès à partir des éléments traces, trop ubiquistes. Ils sont en effet présents dans les nombreuses phases minérales qui composent les OIS. Les différences ont été établies à partir des concentrations en éléments majeurs, en cherchant les proportions relatives des différentes phases minérales comme indicatrices de la position stratigraphique des OIS au sein d'une séquence théorique allant, de la base au sommet, d'une hématite oolithique riche en quartz, à une OIS riche en hématite, sidérite et chlorite et pour finir à une OIS riche en hématite, goethite, sidérite et chamosite (Joseph, 1982 ; Billard *et al.*, 2016 : ce volume). Ces faciès se définissent par la diminution progressive, de la base au sommet, de la teneur en quartz et par l'augmentation de la teneur en éléments liés à l'altération (aluminium et titane en particulier). Les variations latérales n'ont pu être appréhendées faute d'un échantillonnage suffisant limité par la forte modification des affleurements suite aux exploitations minières.

Les roches (échantillons géologiques) de Feuguerolles-Bully (FeBu) sont riches en calcium et portent des teneurs de Fe_2O_3 comprises entre 60 et 90 % (Fig. 3). Seuls deux objets archéolo-

giques du site de Colombelles (COL 17 et COL 14) présentent des teneurs en Fe_2O_3 très basses, comprises entre 30 et 40 %. Ces vestiges se dégagent de la sorte de la tendance générale des OIS archéologiques et géologiques échantillonnées et indiqueraient que deux sources de matières premières ont été exploitées (à comprendre comme deux sous-ensembles géologiques, qui peuvent cependant coexister en un même lieu. Les propriétés très différentes des roches prélevées étaient appréciables à l'œil nu, puisque ces objets étaient plus riches en quartz et en argiles que les autres OIS qui constituent le corpus. Reste à savoir s'il s'agit d'une sélection volontaire à la source ou de déchets rejetés sur le site archéologique de Colombelles. Ces deux objets ne présentent pas de traces d'usure liées à leur utilisation (références dans ce volume) et pourraient donc indiquer une sélection peu exigeante à la source et un tri effectué sur le site d'habitat.

Le phosphate de calcium (apatite) présent dans les OIS permet d'exclure la formation de Feuguerolles-Bully comme source potentielle des OIS récoltées durant le Mésolithique final et le tout début du Néolithique), alors que celle-ci est la plus proche géographiquement des occupations néolithiques (Fig. 4). En effet, la teneur en phosphate de calcium dans l'OIS de Feuguerolles-Bully est plus élevée que celle des autres échantillons du corpus. Par ailleurs, les OIS de Biéville-Beuville révèlent des teneurs basses en phosphate de calcium peu compatibles avec les échantillons géologiques dont nous disposons. En outre, la teneur en phosphate de calcium est



Fig. 3 – Graphe mettant en relation les teneurs en CaO en fonction des teneurs en Fe_2O_3. La plupart des OIS (géologiques comme archéologiques) ont une teneur en Fe_2O_3 supérieure à 60 %. Deux objets archéologiques ont cependant une très basse teneur en fer (entre 30 et 40 % de Fe_2O_3). Abréviations des sites archéologiques : BB (Biéville-Beuville), COL (Colombelles), DE (Démouville) ; abréviation des sites géologiques : FeBu (Feuguerolles-Bully), MsO (May-sur-Orne), SR (Saint-Rémy).
Fig. 3 *– Graph showing the CaO content as a function of Fe_2O_3. Most of the geological and archaeological OIS samples have a Fe_2O_3 content higher than 60 %. Two artefacts have a low Fe_2O_3 content (between 30 and 40 % Fe_2O_3). Abbreviations of the archaeological sites: BB (Biéville-Beuville), COL (Colombelles), DE (Démouville); Abbreviations of the geological sites: FeBu. (Feuguerolles-Bully), MsO (May-sur-Orne), SR (Saint-Rémy).*

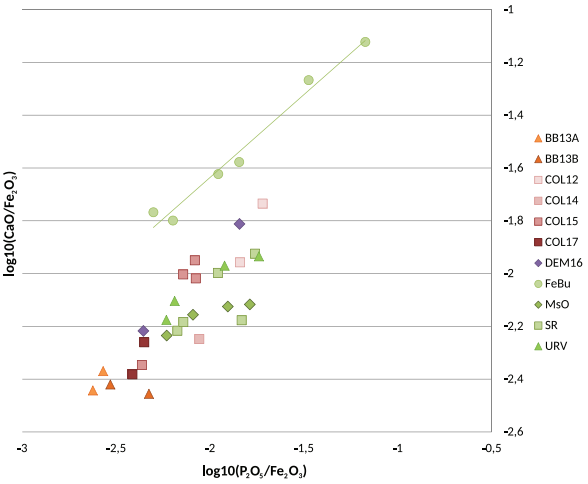


Fig. 4 – Contribution des phosphates de calcium pour la distinction des ensembles géologiques. Les échantillons de Feuguerolles-Bully présentent une stricte corrélation des phosphates et du calcium avec une tendance différente de celle des autres échantillons, due à une teneur plus élevée en phosphate de calcium que dans les échantillons archéologiques et les autres échantillons géologiques. Les objets archéologiques de Biéville-Beuville présentent les teneurs en phosphate de calcium les plus basses du corpus. Abréviations identiques à celles de la figure 2.
Fig. 4 *– The calcium phosphates content allows to discriminate the Feuguerolles-Bully samples from all other geological and archaeological samples. The correlation of phosphate and calcium reveals a different compositional trend reflecting a higher calcium phosphate content. The Biéville-Beuville artefacts have the lowest calcium phosphate content. Same abbreviations as in figure 2.*

très variable au sein d'un même fragment d'OIS comme le montrent les mesures réalisées sur l'objet de Démouville (DEM9). Enfin, le corpus archéologique de Colombelles semble assez homogène.

Le titane est révélateur du processus d'altération des OIS. En effet, le titane remplace le silicium dans les structures des phyllosilicates, mais aussi sous forme d'oxydes de titane (rutile, anatase) et d'oxydes mixtes de fer et de titane (ilménites, hémo-ilménites, titano-magnétites). Sous l'effet de l'action de l'altération météorique, les phyllosilicates et les oxydes mixtes de fer et de titane s'altèrent en libérant et donc en concentrant les oxydes de titane (rutile ou anatase, selon les conditions d'oxydo-réduction) immobiles par rapport aux éléments plus mobiles comme les alcalins par exemple. Sur le graphique (Fig. 5), plus la teneur relative en Si est haute, plus la teneur relative en Ti est basse. Les pièces présentant ces caractéristiques proviennent de niveaux peu altérés essentiellement dominés par l'hématite et le quartz à la base de la séquence type des couches d'OIS bas-normandes (niveau 1A).

À l'inverse, la couche supérieure 1B (couche rouge inférieure de la séquence-type des OIS bas-normandes) est plus pauvre en quartz, plus riche en minéraux argileux et présente une association d'hématite, goethite, sidérite et chlorite. Les objets archéologiques qui présentent des teneurs basses en silicium avec une teneur élevée en titane révèlent un stade avancé d'altération et proviennent des marges ou des parties sommitales de la formation géologique (références dans ce volume).

Feuguerolles-Bully peut être définitivement écarté comme source potentielle (distance plus élevée par rapport aux sites archéologiques) alors que May-sur-Orne, Urville et Saint-Rémy sont compatibles avec la plupart des objets de Colombelles et avec l'objet de Démouville (Fig. 6). Certains objets archéologiques (Biéville-Beuville, Colombelles n° 14 et n° 17) n'ont pas d'équivalent géologique ce qui peut s'expliquer par le fait que l'échantillonnage actuel est limité à la disponibilité des OIS après exploitation industrielle.

Les objets de Colombelles (Néolithique ancien) montrent une tendance différente de ceux de Biéville-Beuville (Mésolithique final). Les premières viennent principalement de couches géologiques peu altérées, peut-être non accessibles durant le Néolithique. Il est envisageable que leur extraction ait nécessité un creusement. Au

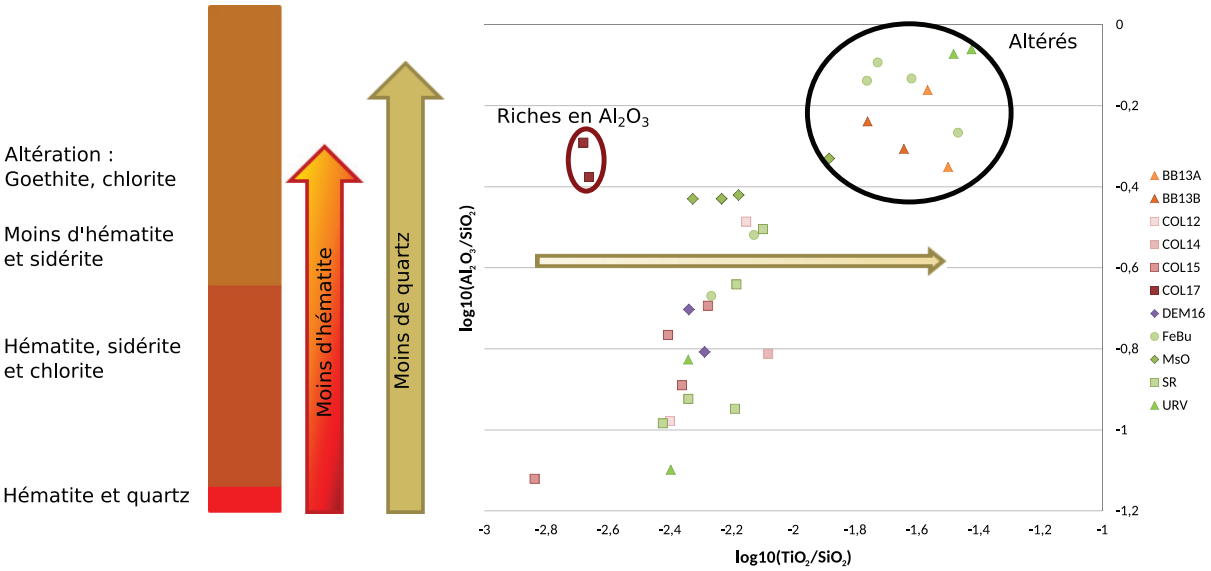


Fig. 5 – Graphique présentant les teneurs d'aluminium en fonction des teneurs en titane sous forme de log centrés sur le silicium. Abréviations identiques à celles des figures 2 et 3.
Fig. 5 – *Graph showing the aluminium content as a function of the titanium content. Same abbreviations as in figures 2 and 3.*

contraire, les OIS de Biéville-Beuville présentent une forte composante attribuable à l'altération ce qui indiquerait un ramassage de surface. La matière première exploitée durant le Mésolithique final de Biéville-Beuville semble avoir donné lieu à un mode d'acquisition différent par rapport au Néolithique ancien.

3.4. Résultats des analyses par LA-ICP-MS

Les résultats analytiques concernent 54 éléments chimiques présentant des valeurs supérieures à la limite de détection (Tab. 10 – informations supplémentaires en fin d'article).

Le rapport Al/Si reflète les rapports entre les minéraux argileux (chamosite + kaolinite)/(minéraux argileux + quartz). Les valeurs les plus basses de ce rapport indiquent la présence de quartz dans la roche (e.g. échantillons n° 5 de Feuguerolles-Bully, 7 d'Urville -, 8 de Saint-Rémy, 15 de Colombelles et 16 de Démouville). Certains échantillons archéologiques contiennent du quartz et correspondent à la base et au sommet des séquences plurimétriques d'OIS trouvées sur les flancs des synclinaux situés au sud de Caen (cfr. carte géologique, article Goemaere *et al.*, 2016a : ce volume). Ces résultats montrent que la collecte de la matière première par les préhistoriques concerne plusieurs niveaux différents au sein de l'épaisse couche d'OIS bas-normande.

Les représentations triangulaires à partir des éléments majeurs sont délicates à interpréter dans la mesure où le fer, le silicium, l'aluminium et le potassium caractérisent plusieurs minéraux de groupes différents. Le fer est à la fois présent dans

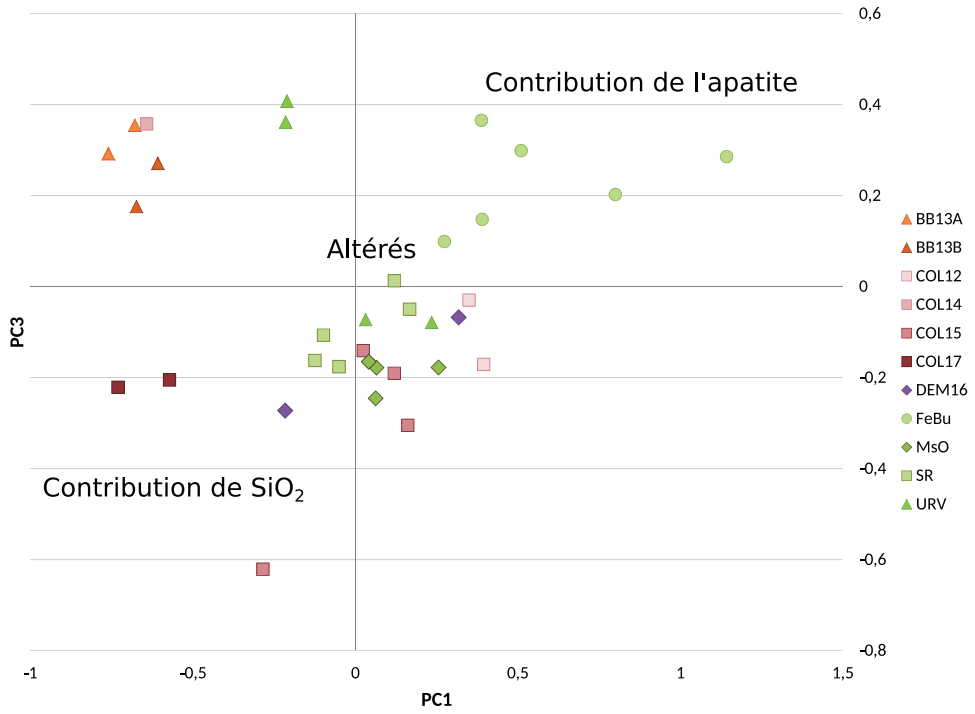


Fig. 6 – Graphique ACP sur les log 10 centrés par rapport à Fe_2O_3 en utilisant le CaO, P_2O_5, SiO_2 et TiO_2 met en évidence les OIS provenant des profils altérés (Feuguerolles-Bully, COL 14, Biéville-Beuville et un échantillon d'Urville) et les échantillons provenant des couches peu altérées (COL 17 et COL15) et les OIS des faciès intermédiaires (autres objets de Colombelles, Démouville, échantillons de Saint-Rémy, May-sur-Orne et un objet d'Urville). Abréviations identiques à celles des figures 2, 3 et 4.

***Fig. 6** – The PCA graph generated on centered log 10-ratios of Fe_2O_3, using CaO, P_2O_5, SiO_2 et TiO_2 highlights the difference between OIS from weathered profiles (Feuguerolles-Bully, COL 14, Biéville-Beuville and one sample from Urville) and OIS samples from intermediate facies (others samples from Colombelles, Démouville, samples from Saint-Rémy, May-sur-Orne and one sample from Urville). Same abbreviations as in figures 2, 3 and 4.*

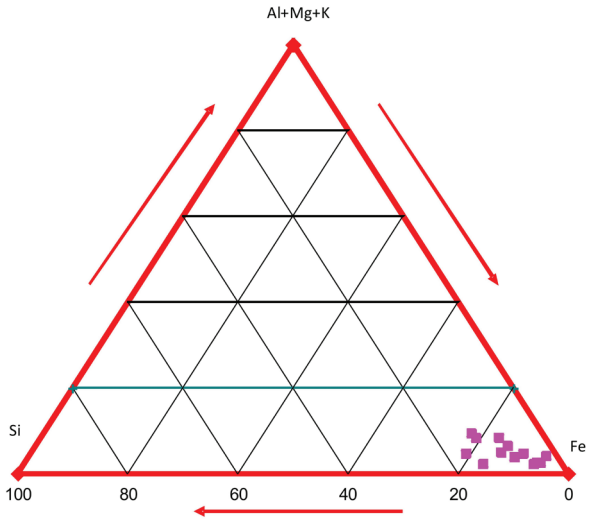


Fig. 7 – Graphe représentant les échantillons normands en fonction des principaux éléments majeurs.
Fig. 7 *– Ternary graph representing samples from Normandy as a function of their main major chemical elemental concentrations.*

l'hématite, la goethite, la chamosite et la sidérite. Le Si est présent dans la chamosite-fer, la kaolinite et le quartz et l'Al caractérise les minéraux argileux. Le diagramme de la figure 7 montre surtout la richesse en fer des OIS, la rareté des phyllosilicates (pôle Al-Mg-K) et la présence de quartz.

La somme des Terres Rares présentent des teneurs comprises entre 76 et 310 pm avec une valeur extrême de 875 ppm pour un échantillon archéologique (Colombelles-12). Hormis cet échantillon, on observe un appauvrissement en Terres Rares dans les échantillons géologiques oxydés et les échantillons archéologiques (Figs 8-9). Les Terres Rares sont ici reliées aux phosphates et aux carbonates. En effet, l'analyse statistique montre une corrélation positive entre a) les teneurs en Terres Rares, d'une part et la teneur en phosphore (P), d'autre part et b) la teneur en Terres Rares et celle du calcium (Ca). Le coefficient de corrélation est améliorée (0,95) lorsque les TR sont comparées avec la somme

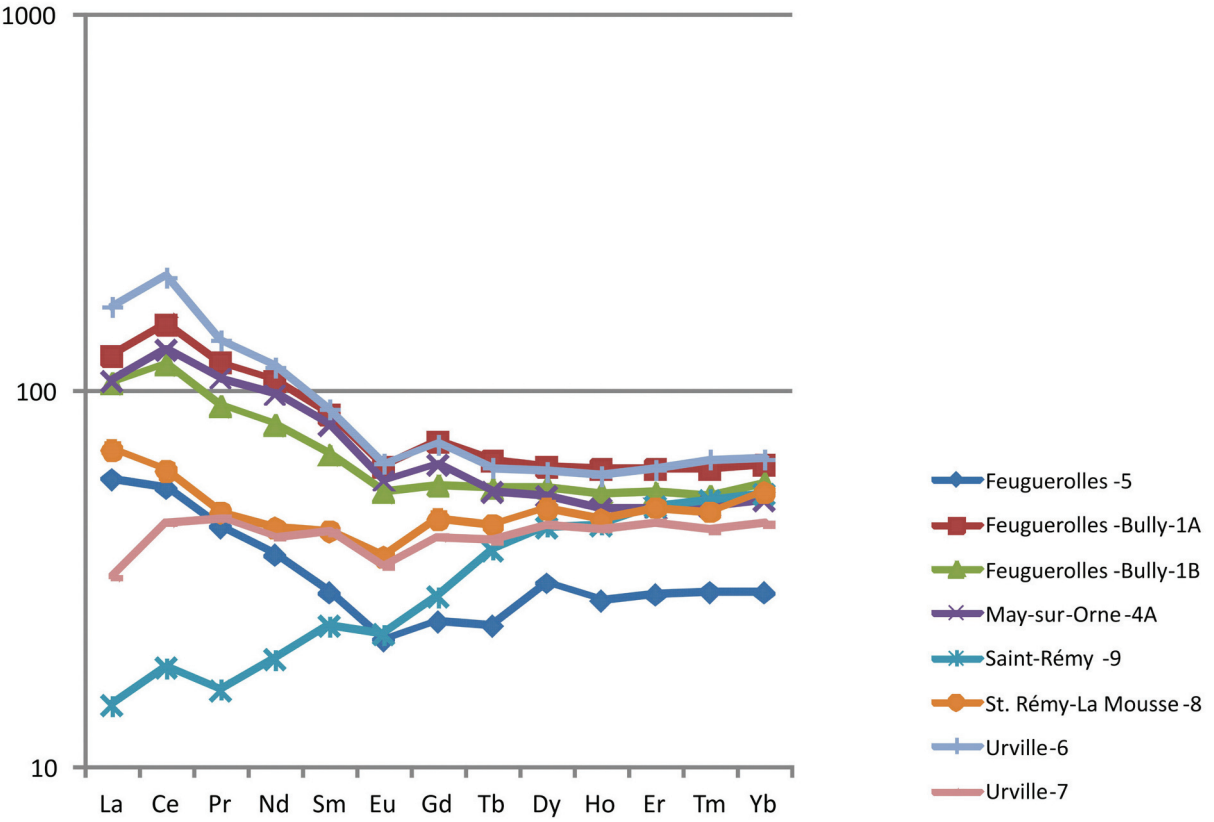


Fig. 8 – Profils des Terres Rares des échantillons d'OIS géologiques de Normandie normalisés par rapport aux chondrites. Échelle de l'axe Y exprimée en ppm.
Fig. 8 *– Chondrite-normalized Rare Earth Elements profiles for geological OIS samples from the Basse-Normandie. Scale in ppm on the axis Y.*

du Ca et du P. Notons toutefois que la corrélation est fortement influencée par la présence de l'échantillon archéologique Colombelles-12 riche en carbonates et en phosphates et donc en Terres Rares. En retirant cet échantillon, la corrélation reste positive mais le coefficient de corrélation chute à 0,64.

Seules cinq OIS géologiques présentent des profils de Terres Rares similaires (Urville-6, Feuguerolles-Bully1A et 1B, Feuguerolles-5 et May-sur-Orne-4A). L'échantillon de minerai frais[1] (Saint-Rémy-9) est nettement appauvri en TR légères tandis que les deux autres échantillons montrent un profil intermédiaire. Tous montrent une légère anomalie négative en Europium (0,78 à 0,87) et une légère anomalie positive en Cérium (1,05 à 1,33). L'examen des profils des TR des OIS archéologiques montre leur très grande variabilité et l'absence de parallélisme clair avec les échantillons géologiques eux-mêmes couvrant la gamme entre les matériaux frais et les matériaux ayant subi une altération atmosphérique. Ils montrent une anomalie négative en Europium (0,69 à 0,94) et une légère anomalie positive (1,12 à 1,25) à négative en Cérium (0,16 à 0,93). L'échantillon Biéville-Beuville 13A présente une anomalie négative en Cérium la plus forte. Ces anomalies négatives en Cérium sont dues à la différence de comportement entre le Ce^{3+} et le Ce^{2+} lors des processus d'altération qui se sont certainement déroulés au sein du dépôt archéologique.

1. Le minerai « frais » désigne ici un matériau non affecté par les processus d'altération atmosphérique car issu d'un niveau d'extraction d'un site minier situé sous la surface piézométrique. Il présente encore sa couleur vert bouteille typique, indiquant que les minéraux qui le composent sont exempts de transformation, notamment en conservant un étage d'oxydation 2+ pour le fer présent dans les minéraux porteurs de cet élément.

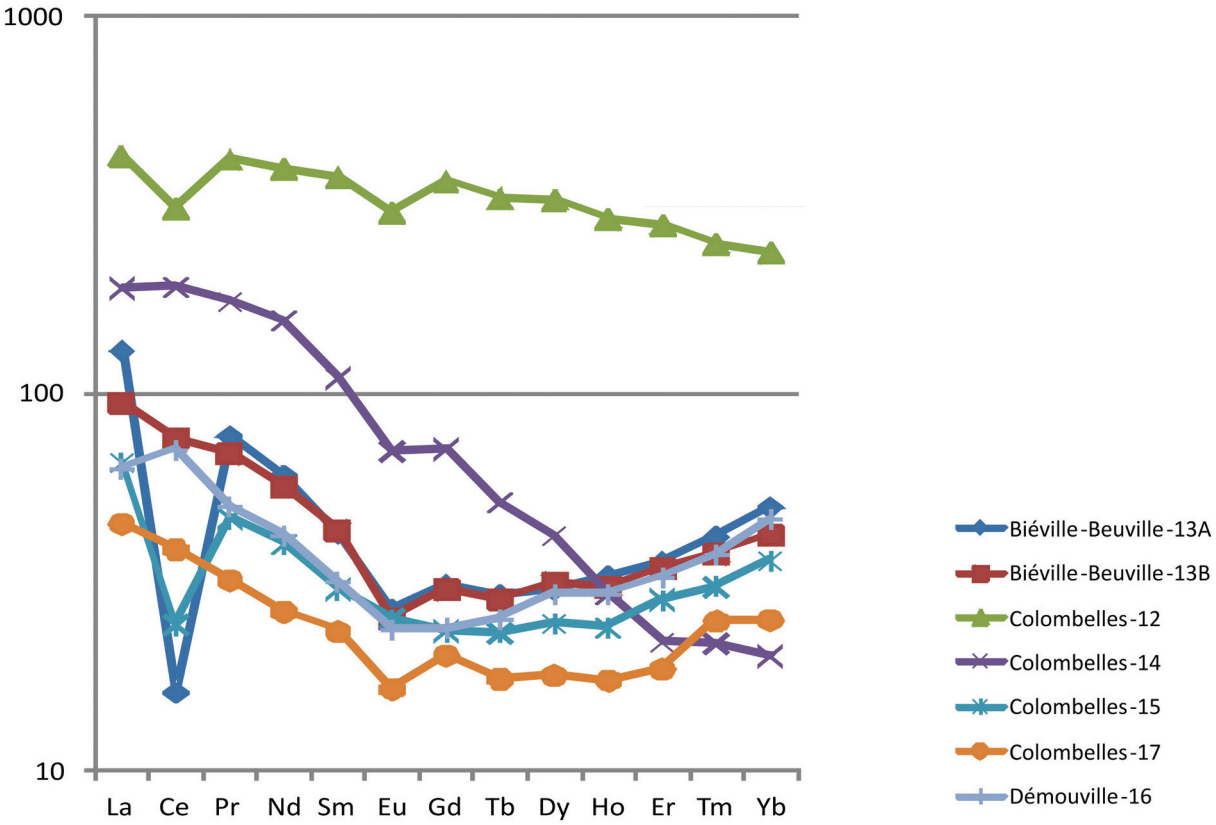


Fig. 9 – Profils des Terres Rares des échantillons d'OIS archéologiques de Basse-Normandie normalisés par rapport aux chondrites.

Fig. 9 – *Chondrite-normalized Rare Earth Element profiles for archaeological OIS samples from the Basse-Normandie.*

La construction de dendrogrammes a été effectuée sur la base des éléments mineurs et les éléments en traces (47 éléments) (Fig. 10). On observe que les distances euclidiennes sont très faibles (inférieures à 5) et indicatives d'une forte proximité de tous les échantillons qu'ils aient été prélevés en contexte géologique ou issus des sites archéologiques. Dans le détail, on peut regrouper les échantillons les plus proches en trois groupes où on notera une très forte proximité entre l'échantillon géologique de Saint-Rémy « La Mousse » et les deux échantillons archéologiques de Biéville-Beuville et un échantillon de Colombelles (groupe I, distance euclidienne <1). Le groupe II rassemble des échantillons géologiques de sites différents. Le groupe III montre une parenté géochimique entre les sites géologiques de May et de Feuguerolles-Bully et de deux échantillons archéologiques de Démouville et de Colombelles. De ces données, on peut conclure que la géochimie par LA-ICP-MS permet de relier les OIS archéologiques et géologiques de Basse-Normandie, et que si la distinction entre les différents sites géologiques peut être faite (avec prudence), alors on peut dire que les OIS du site archéologique de Colombelles proviennent de sites géologiques et donc géographiques différents mais situés tous dans un rayon d'une vingtaine de kilomètres (périmètre local).

4. CONCLUSIONS

De nombreuses méthodes analytiques ont été utilisées au cours de cette étude des OIS de Basse-Normandie, qu'ils soient d'origine géologique ou trouvés en contexte archéologique néolithique ancien ou mésolithique. Il est aisé de les distinguer des OIS géologiques et archéologiques belges, notamment par l'absence des illites ou micas ainsi que des feldspaths dans les assemblages (cf. article Goemaere *et al.*, 2016b :

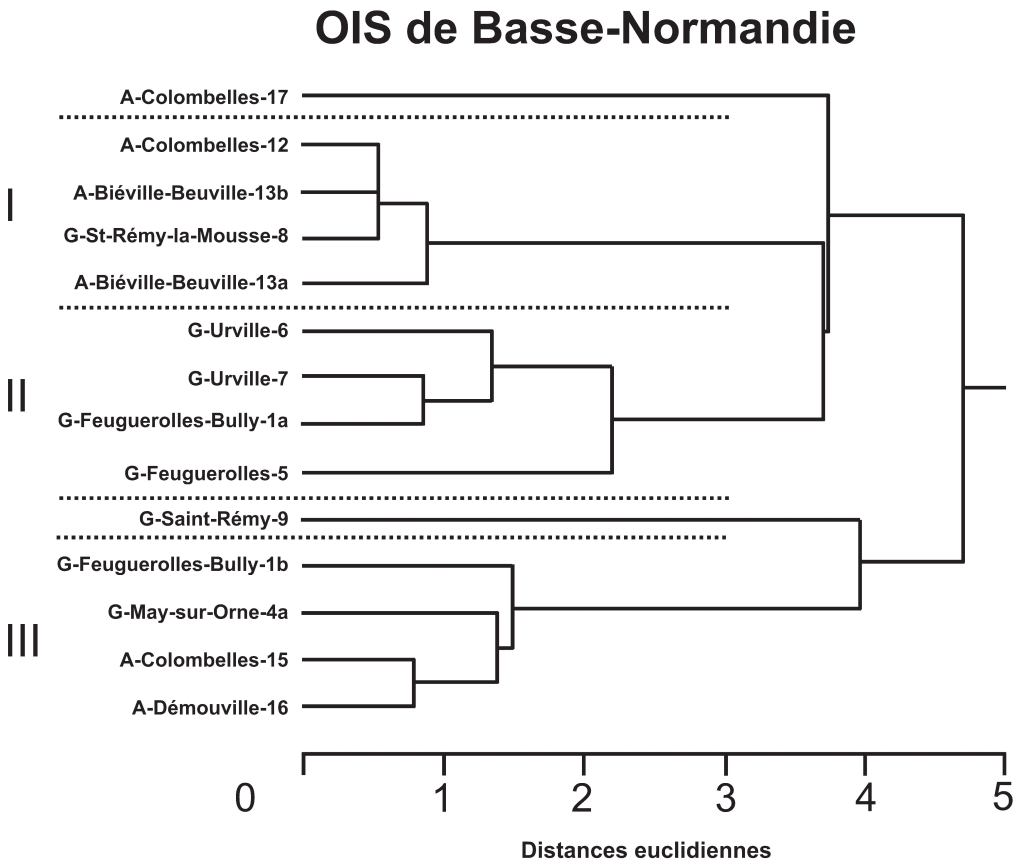


Fig. 10 – Dendrogramme construit sur base des éléments mineurs et en traces mesurés par LA-ICP-MS.
Fig. 10 *– Hierarchical clustering dendrogram, based on minor and trace elements measured by LA-ICP-MS.*

ce volume). La présence de kaolinite dans tous les échantillons géologiques et archéologiques bas-normands peut paraître surprenante car le minéral (au même titre que les smectites, les vermiculites et les interstratifiés irréguliers) disparaît dans les séries fortement diagénétisées de l'Ordovicien de Basse-Normandie. La kaolinite apparaît néanmoins dans les différents sous-faciès identifiés par Joseph (*op. cit.*) et dont la formation est incertaine (altération au début du Secondaire liée à l'émersion des roches, altération récente sans plus de précision ni d'évocation du mécanisme, voir même néoformée lors du dépôt des séquences sédimentaires). La sidérite est le minéral carbonaté présent dans les OIS fraîches ou peu altérées, alors que dans les OIS belges, c'est la calcite et/ou la dolomite qui sont les carbonates présents. Ils se distinguent aussi des OIS de l'Eifel (Allemagne) car ces derniers ont un ciment plus ou moins abondant de calcite. La sidérite pourrait apparaître dans les OIS belges, comme minéral secondaire et uniquement dans des veinules ; ce minéral n'a cependant pas été observé dans les échantillons archéologiques belges. L'absence de fossiles et la petite taille des oolithes sont aussi des éléments permettant de distinguer les matériaux normands des matériaux belges et de l'Eifel.

Le phosphate de calcium (apatite) présent dans les OIS permet d'exclure la formation de Feuguerolles-Bully comme source potentielle des OIS récoltées durant le Mésolithique final et le tout début du Néolithique, alors que celle-ci est la plus proche géographiquement des occupations néolithiques. Les gisements géologiques de May-sur-Orne, Urville et Saint-Rémy sont compatibles avec la plupart des objets trouvés sur les sites archéologiques de Colombelles et avec l'objet de Démouville. Par contre, nous n'avons pas trouvé d'équivalent géologique pour certains objets archéologiques (Biéville-Beuville, Colombelles 14 et 17), ce qui tient très certainement à la modification des affleurements depuis la Préhistoire suite aux extractions industrielles dont ont fait l'objet ces roches. Par contre, leur nature (pétrographique et propriétés physico-chimiques) les rattache sans aucun doute aux OIS de Basse-Normandie.

Les objets en OIS de Colombelles (Néolithique ancien) proviennent de couches géologiques peu altérées indicatives d'une extraction par creusement afin d'accéder aux parties relativement fraîches des couches d'hématite oolithique. Les OIS de Biéville-Beuville plus altérées indiqueraient un ramassage de surface. La matière première exploitée durant le Mésolithique final de Biéville-Beuville semble avoir donné lieu à un mode d'acquisition différent que durant le Néolithique ancien.

Cette observation importante doit être rapprochée de celles qui touchent l'acquisition des matières siliceuses à la transition Mésolithique-Néolithique. L'essentiel des silex utilisés au Mésolithique final est principalement constitué de matières premières locales et prélevés en surface. À l'inverse, le Néolithique ancien est marqué par une rupture presque totale de son approvisionnement, avec une importante contribution des matières premières régionales ou provenant de longues distances, et surtout l'émergence du phénomène minier qui autorise des productions laminaires en série à partir d'un silex sain et exempt d'imperfections liées à son séjour en surface. Hématite et silex semblent donc avoir subi de concert la même « révolution minière » dès le début de la colonisation rubanée. Ce résultat majeur mérite à lui seul des développements ultérieurs.

Cette recherche permet de conclure que toutes les hématites oolithiques archéologiques de la Plaine de Caen sont de provenance locale-régionale et qu'il n'y a aucun apport d'OIS dévoniennes belges (Famennien inférieur, Frasnien...), ni de Lorraine (à la frontière du Luxembourg, de la Belgique et de la France), ni de l'Eifel (Massif schisteux rhénan, Allemagne). De même, les sites du Néolithique ancien de Belgique ne renferment aucune hématite oolithique issue de Normandie (cf. article Goemaere *et al.*, 2016b : ce volume). On peut conclure que, pour cette matière première spécifique, il y a absence d'échanges entre les populations de Hesbaye et des sources de la Dendre, d'une part et les populations de Basse-Normandie, d'autre part, au cours du Néolithique ancien.

Remerciements

Les auteurs remercient les relecteurs Émilie Chalmin (Université de Savoie, France) et Christian Burlet (SGB-IRSNB, Belgique) pour leur relecture attentive et l'amélioration du manuscrit qui en a découlé.

Bibliographie

BASSO E., CAPELLI C., RICCARDI M. P. & CABELLA R., 2008. A particular temper: mineralogical and petrographic characterisation of ceramic fabrics with glauconitic inclusions - Un dégraissant particulier : caractérisation minéralogique et pétrographique de pâtes céramiques à inclusions glauconitiques. *ArchéoSciences*, **32** : 93-97.

BIANCHINI G., MARROCCHINO E., MORETTI A. & VACCARO C., 2006. Chemical-mineralogical characterization of historical bricks from Ferrara: an integrated bulk and micro-analytical approach. *In* : M. MAGGETTI et B. MESSIGA (ed.), *Geomaterials in Cultural Heritage*. Geological Society, London, Special Publications, **257** : 127-140.

BISCAYE P. E. , 1965. Mineralogy and sedimentation of recent deep-sea clay in the Atlantic Ocean and adjacent seas and oceans. *Geological Society American Bulletin*, **76** : 803–831.

BILLARD C., SAVARY X., DUPRET L & HAMON C., 2016. Premières données sur l'exploitation de l'hématite en Basse-Normandie durant la Préhistoire récente : ses contextes archéologiques et géologiques, son insertion dans le cadre de la néolithisation de l'ouest du Bassin parisien. *In* : C. BILLARD *et al.* (éd.), *Autour de l'hématite / About haematite. Actes de / Acts of Jambes, 7-8/02/2013, Volume 1*, Liège, ERAUL, **143** – *Anthropologica et Præhistorica,* **125/2014** : 63-87.

BRULET R., VILVORDER F. & DELAGE R., 2010. *La céramique romaine en Gaule du Nord. Dictionnaire des céramiques. La vaisselle à large diffusion.* Brepols Publishers Ed. : 464 p.

CAMPBELL J. L., BOYD N. I., GRASSI N., BONNICK P. & MAXWELL J. A., 2010. The Guelph PIXE software package IV. *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research Section B*, **268** (20) : 3356-3363.

DEWAELE S., MUCHEZ P. & HERTOGEN J., 2007. Production of a matrix-matched standard for quantitative analysis of iron sulphides by laser ablation inductively coupled plasma-mass spectrometry by welding: a pilot study. *Geologica Belgica*, **10** (1-2) : 109-119.

DREESEN R., SAVARY X. & GOEMAERE É., 2016. Definition, classification and microfacies characteristics of oolitic ironstones, used in the manufacturing of red ochre - a comparative petrographical analysis of Palaeozoic samples from France, Belgium and Germany. *In* : C. BILLARD *et al.* (éd.), *Autour de l'hématite / About haematite. Actes de / Acts of Jambes, 7-8/02/2013, Volume 1*, Liège, ERAUL, **143** - *Anthropologica et Præhistorica*, **125/2014:** 203-223.

DUNOYER de SEGONZAC G., 1969. Les minéraux argileux dans la diagénèse, passage au métamorphisme. *Mémoires du Service de la carte géologique d'Alsace et de Lorraine*, **29** : 320 p.

ELLIOTT S., KNOWLES M. & KALINITCHENKO I., 2004. A new direction in ICP-MS. *Spectroscopy*, **19** (1) : 30-38.

FROH J., 2004. Archaeological ceramics studied by scanning electron microscopy. *Hyperfine Interactions*, **154** : 159-176.

GOEMAERE É., KATSCH A., ESCHGHI I. & DREESEN R., 2016. Geological record and depositional setting of Paleozoic oolitic ironstones in Western Europea. *In* : C. BILLARD *et al.* (éd.), *Autour de l'hématite / About haematite. Actes de / Acts of Jambes, 7-8/02/2013, Volume 1*, Liège, ERAUL, **143** - *Anthropologica et Præhistorica*, **125/2014** : 23-43.

GOEMAERE É., SALOMON H., QUERRÉ G., MATHIS F., DREESEN D., HAMON C., CONSTANTIN C., BOSQUET D., WIJNEN J. & JADIN I., 2016. Caractérisation physico-chimique et recherche des provenances des hématites oolithiques des sites du Néolithique ancien de Hesbaye (Province de Liège, Belgique) et des sites néolithiques des sources de la Dendre (province du Hainaut, Belgique). *In* : C. BILLARD *et al.* (éd.), *Autour de l'hématite / About haematite. Actes de / Acts of Jambes, 7-8/02/2013, Volume 1*, Liège, ERAUL, **143** - *Anthropologica et Præhistorica,* **125/2014** : 153-191.

HOLTZAPFFEL T., 1985. Les minéraux argileux. Préparation. Analyse diffractométrique et détermination. *Société géologique du Nord*, **12** : 136 p.

JOSEPH P., 1982. *Le minerai de fer oolithique ordovicien du Massif armoricain : sédimentologie et paléogéographie*. Thèse présentée à l'École Nationale Supérieure des Mines de Paris : 352 p.

MATHIS F., BODU P., DUBREUIL O. & SALOMON H., 2014. PIXE identification of the provenance of ferruginous rocks used by Neanderthals. *Nu-*

clear Instruments and Methods in Physics Research, Section B, **331** : 275–279.

PALANIVEL R. & MEYVEL S., 2010. Microstructural and microanalytical study (SEM) of archaeological pottery artefact. *Romanian Journal of Physics*, **55** (3–4) : 333–341.

PICHON L., BECK L., WALTER P., MOIGNARD B. & GUILLOU T., 2010. A new mapping acquisition and processing system for simultaneous PIXE-RBS analysis with external beam. *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research*, Section B, **268** (11-12) : 2028-2033.

POPELKA-FILCOFF R. S., LENEHAN C. E., GLASCOCK M. D., BENNETT J. W., STOPIC A., QUINTON J. S., PRING A. & WALSHE K., 2012. Evaluation of relative comparator and k O-NAA for characterization of Aboriginal Australian ochre. *Journal of Radioanalytical and Nuclear Chemistry*, **291** : 19.

RASMUSSEN K. L., DE LA FUENTE G. A., BOND A. D., MATHIESE K. K. & VERA S. D., 2012. Pottery firing temperatures: a new method for determining the firing temperature of ceramics and burnt clay. *Journal of Archaeological Sciences*, **39** : 1705-1716.

STRAVAVEKA D., 2008. Chemical and petrographical characteristics of pottery fragments from the Neolithic and Chalcolithic site Bulgarchevo, Blagoevgrad region. *In* : R. I. KOSTOV, B. GAYDARSKA et M. GUROVA (éd.), *Geoarchaeology and Archaeomineralogy*. Proceedings of the International Conference, 29-30 October 2008 Sofia, Publishing House "St. Ivan Rilski", Sofia : 55-59.

TITE M. S., 2008. Ceramic production, provenance and use – A Review. *Archaeometry*, **50** : 216–231.

Adresse des auteurs :

Éric GOEMAERE
Roland DREESEN
Institut royal des Sciences naturelles de Belgique
DO Terre et Histoire de la Vie
Service géologique de Belgique
13, rue Jenner
1000 Bruxelles (Belgique)
eric.goemaere@naturalsciences.be
roland.dreesen@telenet.be

Hélène SALOMON
Service de Préhistoire, F.R.S.-FNRS
Université de Liège
7, place du XX août
4000 Liège (Belgique)
helene.salomon@ulg.ac.be

Cyrille BILLARD
DRAC-Normandie,
Service régional de l'archéologie
13bis, rue Saint-Ouen
14052 Caen cedex 04 (France)
cyrille.billard@culture.gouv.fr

Guirec QUERRÉ
Université de Rennes 1
Laboratoire Archéosciences Rennes
CReAAH - UMR6566 CNRS
263, avenue du Général Leclerc
Campus de Beaulieu - CS 74205
35042 Rennes Cedex (France)
guirec.querre@univ-rennes1.fr

François MATHIS
Université de Liège
Centre Européen d'Archéométrie
10, Allée du 6 Août, Sart Tilman
4000 Liège (Belgique)
francois.mathis@ulg.ac.be

Mark GOLITKO
Department of Anthropology
University of Notre Dame
621, Flanner Hall
Notre Dame, IN 46556 (USA)
mgolitko@nd.edu
&
Field Museum of Natural History
Chicago, Illinois 60605 (USA)
mgolitko@fielmuseum.org

Carole DUBRULLE-BRUNAUD
UMR-CNRS 6143, Université de Caen
2-4, rue des Tilleuls
14000 Caen (France)
carole.brunaud@unicaen.fr

Xavier SAVARY
Service d'Archéologie
du département du Calvados
36, rue Fred Scamaroni
14000 Caen (France)
xavier.savary@calvados.fr

Échantillons d'hématites oolithiques (OIS) et de grès ferrugineux de Basse-Normandie						
Id	*N° labo, collection ou réf. Archéo*	*Origine*	*Commune*	*Nom du gisement ou du site*	*Contexte de prélèvement*	*OIS/grès*
1A	sans	GEO	Feuguerolles-Bully	carrière SMC - 1	ancienne entrée de mine colmatée en bordure de l'Orne	OIS
1B	sans	GEO	Feuguerolles-Bully	carrière SMC - 1	ancienne entrée de mine colmatée en bordure de l'Orne	OIS
2	sans	GEO	Feuguerolles-Bully	carrière SMC - 2	observation de grès très ferrugineux sur le front actuel de la carrière	OIS
3	sans	GEO	Saint-André-sur-Orne	rue du minerai	pas d'affleurement visible, prélèvement de quelques blocs dans des zones remaniées	OIS, flanc nord du synclinal de May
4A	sans	GEO	May-sur-Orne	au sud de l'entrée de mine	prélèvement direct dans les formations en place	OIS
4B	sans	GEO	May-sur-Orne	au nord de l'entrée de mine	prélèvement direct dans les formations en place	OIS
5	sans	GEO	Feuguerolles-Bully	carreau de mine (face à l'entrée de la mine de May)	Idem 4B, mais blocs épars de minerai frais	OIS
6	sans	GEO	Urville	Urville 1	prélèvement direct dans les formations en place, dans le talus d'un chemin	OIS
7	sans	GEO	Urville	Urville 2	prélèvement direct dans les formations en place, dans le talus d'un chemin (une vingtaine de m entre les 2 gisements)	OIS
8	sans	GEO	Saint-Rémy	« La Mousse »	prélèvement direct dans les formations en place, sur la paroi d'une ancienne zone d'extraction (XVIII-XIX^{ème} s. ?)	OIS
9	sans	GEO	Saint-Rémy	carreau de la mine (musée)	prélèvement de blocs épars sur le carreau de la mine (musée)	OIS
12	Sd16-fosse 13 (évaluation)	ARCH	Colombelles	Lazzaro	fouille	OIS
13A	T4-1 (st.2)	ARCH	Biéville-Beuville	Le Vivier	en surface du site méso.final	OIS
13B	T6-4 déc.	ARCH	Biéville-Beuville	Le Vivier	fouille	OIS
14A	St164-BG54	ARCH	Colombelles	Lazzaro	fouille	OIS
14B	St164-BG54	ARCH	Colombelles	Lazzaro	fouille	OIS
15	St464-AB116	ARCH	Colombelles	Lazzaro	fouille	OIS
16	St86-US 161-9	ARCH	Démouville	Le Clos Neuf	fouille	OIS
17	St491-492 déc. Mec.	ARCH	Colombelles	Lazzaro	fouille	OIS
20	st41-US 106-1	ARCH	Démouville	Le Clos Neuf	fouille	OIS
21	surface	ARCH	Amblie	Derrière la Croix rouge	surface	grès fin ferrugineux
22	surface	ARCH	Amblie	Derrière la Croix rouge	surface	OIS litée
23	surface	ARCH	Amblie	Derrière la Croix rouge	surface	OIS litée
24	surface	ARCH	Colombiers-sur-Seulles	Houy	surface	grès ferrugineux fin (une diaclase)

Analyses effectuées								*Commentaires*
Id	*DRX (PDRT)*	*DRX (AO)*	*LM*	*LA-ICP-MS*	*PIXE (AGLAE-C2RMF)*	*PIXE (ULg)*	*HH-XRF*	
1A	x	x	x	x	...	x	x	hématite homogène, assez peu colorante
1B	...	x	x	x	...	x	x	
2	...	...	...	...	...	...	...	grès ferrugineux altérés et colorants
3	...	...	...	...	...	...	...	origine des matériaux incertaine
4A	x	x	x	x	x	x	x	échantillons homogènes mais peu colorants
4B	...	...	...	...	...	...	...	
5	x	x	x	x	...	x	x	échantillons très homogènes et peu altérés à quelques exceptions (blocs à l'air libre depuis longtemps ?)
6		x	x	x	...	x	x	échantillons assez hétérogènes avec limonite et sidérose : bonne qualité colorante
7		x	x	x	...	x	x	échantillons plus homogènes que Urville 1 et très colorants
8		x	x	x	...	x	x	variations latérales très importantes ; faible qualité colorante
9		x	x	x	x	x	x	blocs peu altérés et peu colorants
12		x	x	x	...	x	x	
13A		...	x	x	...	x	x	
13B		...	x	x	...	x	x	
14A		...	x	x	...	x	x	
14B		...	x	x	...	x	x	
15		...	x	x	x	x	x	
16		...	...	x	x	x	x	
17		...	...	x	x	x	x	
20		...	...	...	...	...	x	
21		...	...	...	...	...	x	
22		...	...	...	...	...	...	
23		...	...	...	...	...	...	
24		...	...	...	...	...	...	

Échantillons d'hématites oolithiques (OIS) et de grès ferrugineux de Basse-Normandie						
Id	*N° labo, collection ou réf. Archéo*	*Origine*	*Commune*	*Nom du gisement ou du site*	*Contexte de prélèvement*	*OIS/grès*
25	surface	ARCH	Soumont-Saint-Quentin	Les Longrais	surface	OIS
26	surface	ARCH	Banville	La Fougère	surface	OIS litée avec veinule de quartz
27	surface	ARCH	Commeaux	ch.8	surface	grès ferrugineux
28	surface	ARCH	Croisilles	Tiemesnil	surface	OIS
30	fouille	ARCH	Auderville	Le Roc de Gîte	fouille	grès ferrugineux
31	géol	ARCH	Saint-Germain-le-Vasson	carreau de la mine (musée)	Surface, carreau de la mine	Synclinal d'Urville
32	surface	ARCH	Amblie	Derrière la Croix rouge	surface	OIS litée
33	T6-4 déc.	ARCH	Biéville-Beuville	Le Vivier	fouille	OIS litée
34	surface	ARCH	Fleury-sur-Orne	Périph. 2	surface	OIS
35	St.16-AF37	ARCH	Colombelles	Lazzaro	fouille	un des 2 blocs abrasés 939 ou 940
36		ARCH	Nonant	L'Angleterre	fouille	OIS
37	st. 164-BD55	ARCH	Colombelles	Lazzaro	fouille	OIS
38	st.380-AD92	ARCH	Colombelles	Lazzaro	fouille	grès ferrugineux
39	st. 117 quart NW	ARCH	Colombelles	Lazzaro	fouille	OIS
40	st. 22-2-AD8	ARCH	Colombelles	Lazzaro	fouille	OIS
41	st. 464-AF114	ARCH	Colombelles	Lazzaro	fouille	OIS
42	st. 463-AI125	ARCH	Colombelles	Lazzaro	fouille	OIS
43	st. 160	ARCH	Colombelles	Lazzaro	fouille	OIS
44	st. 126-AF52-1	ARCH	Colombelles	Lazzaro	fouille	OIS
45	st. 126-AF52-2	ARCH	Colombelles	Lazzaro	fouille	OIS

Analyses effectuées								*Commentaires*
Id	*DRX (PDRT)*	*DRX (AO)*	*LM*	*LA-ICP-MS*	*PIXE (AGLAE-C2RMF)*	*PIXE (ULg)*	*HH-XRF*	
25		...	...	...	...	...	...	
26		...	...	...	...	...	x	
27		...	...	...	...	...	...	
28		...	...	...	...	...	...	
30		...	...	...	...	...	...	
31		...	...	...	...	...	...	
32		...	...	...	...	...	x	
33		...	...	...	...	...	x	
34		...	...	...	...	...	...	
35		...	...	...	...	...	x	
36		...	...	...	...	...	...	
37		...	...	...	...	...	...	
38		...	...	...	...	...	...	
39		...	...	...	...	...	...	pièce dessinée 937
40		...	...	...	...	...	...	pièce dessinée 942
41		...	...	...	...	...	...	
42		...	...	...	...	...	...	
43		...	...	...	...	...	...	
44		...	...	...	...	...	...	
45		...	...	...	...	...	...	

Tab. 1 – Échantillons géologiques et archéologiques normands faisant partie de la recherche du collectif « hématite oolithique en contexte néolithique ancien ».
Tab. 1 *– Geological and archeological samples from Normandy that were studied by the research group "oolitic ironstones during the Early Neolithic".*

	Faisceau	*Taille du faisceau*	*Surface balayée*	*Détecteur basse énergie*	*Filtre*	*Détecteur haute énergie*	*Filtres*	*Courant*	*Temps d'acquisition*	*Fluence totale*
AGLAE	P 3MeV	50 µm	1x1 mm²	Si(Li)	Ultra thin window +He	Si(Li)	Be window	5 nA	10-15 min	3-4 µC
				10 mm²		50 mm²	Cr 20 µm			
							Al 50 µm			
Liège	P 3MeV	1 mm		Si(Li)	Ultra thin window +He	Ultra-LEGe	Be window	7 nA	10 min	4 µC
				10 mm²		50 mm²	Cr 10 µm			

Tab. 2 – Comparatif des conditions opératoires des analyses menées au PIXE à Paris (AGLAE) et Liège.
Tab. 2 *– Comparison of the PIXE analytical setups at Paris (AGLAE) and Liège.*

Sr	*Y*	*Zr*	*Nb*	*Mo*	*Ag*	*Sn*	*Sb*	*Ba*	*W*	*Pb*	*Bi*
2	3	3	4	3	5	4	9	17	43	59	16
10	17	18	16	26	37	46	40	330	63	87	27

Tab. 3 – Limites de détection du PIXE entre AGLAE (Paris) et Liège.
Tab. 3 *– Detection limits of PIXE analysis at AGLAE (Paris) and Liège.*

Tension au tube X (kV)	*Intensité (µA)*	*Filtres*	*Spectre*
50	40	Mo	"High"
50	40	Al-Fe	"Main"
20	100	Cu	"Low"
8	200	aucun	"Light"

Tab. 4 – Caractéristiques techniques de l'équipement HH-XRF utilisé à l'Université de Rennes (France).
Tab. 4 *– Hand held XRF settings employed at the University of Rennes (France).*

N°	*Sites*	*GEO/ARCH*	*Hématite (%)*	*Goethite (%)*	*Quartz (%)*	*Sidérite (%)*	*Chamosite (%)*	*Kaolinite (%)*
1	Feuguerolles	GEO	60	-	oui	40	oui	-
4	May-sur-Orne	GEO	69	-	31	-	-	-
5	Feuguerolles	GEO	76	-	24	-	oui	?
6	Urville 1	GEO	100	-	-	-	oui	-
7	Urville 2	GEO	24,8	19,8	55,4	-	-	-
8	Saint-Rémy « La Mousse »	GEO	42	9	49	-	-	-
9	Saint-Rémy « La Mousse »	GEO	91	-	9	-	-	-
12	Colombelles	ARCH	62,5	21,2	16,2	-	-	-
13A	Biéville-Beuville	ARCH	100	-	oui	-	oui	-
13B	Biéville-Beuville	ARCH	64	36	oui	-	oui	-
14	Colombelles	ARCH	83	-	17	-	-	-
15	Colombelles	ARCH	76	24	oui	-	-	-
16	Démouville	ARCH	68	21	11	-		-
17	Colombelles	ARCH	10	-	70	-	20	oui

Tab. 5 – Cortège minéralogique identifié par diffraction des rayons X sur poudre totale.
GEO : échantillon géologique, ARCH : échantillon archéologique. Valeurs exprimées en %
Tab. 5 *– Mineralogical assemblages identified by powder X-ray diffraction applied to whole rock samples. GEO: geological sample, ARCH: archaeological sample. Values in %.*

N°	*Sites*	*GEO/ ARCH*	*Chamosite (%)*	*Kaolinite (%)*	*Illite (%)*	*K-Sm (%)*	*I-Sm (%)*	*Autres*
16	Colombelles sol fosse B (*)	ARCH		51	traces	21	29	Goethite, hématite, quartz
1A	Feuguerolles-Bully	ARCH	78	22				Hématite, goethite, sidérite et traces de quartz
1B	Feuguerolles-Bully	ARCH	83	17				Hématite, goethite, sidérite, quartz
2	May (*)	GEO	100	??				Hématite, quartz
9	Saint-Rémy	GEO	??	100				Quartz, goethite, hématite
8	Saint-Rémy « La Mousse » (*)	GEO	?	oui	?			Hématite, goethite, quartz
6	Urville1	GEO		78	22 (illite ouverte)			
7	Urville2	GEO		oui	?			Goethite, quartz, hématite
1	Feuguerolles-Bully	ARCH	85 : Chlorite+ Chamosite	15				Sidérite, hématite, goethite, quartz

GEO/ARCH : échantillons géologiques/archéologiques ; K-Sm : interstratifié irrégulier kaolinite-smectite ; I-Sm : interstratifié illite-smectite
Note : la teneur en minéraux argileux de l'échantillon archéologique de Colombelles est très faible, rendant délicate la lecture des spectres des minéraux argileux.
(*) échantillons dans lesquels la teneur en fraction argileuse est très faible.

Tab. 6 – Contenu en minéraux argileux sur la fraction inférieure à deux microns déterminé par diffraction des rayons X. Valeurs exprimées en %.
Tab. 6 *– Clay mineral content extracted from the sub-two micron fraction acquired by X-ray diffraction. Values in %.*

N° éch.	Basse-Normandie	ppm	ppm	ppm	ppm	ppm	ppm	ppm	ppm	ppm	ppm	ppm	ppm	ppm
	Gisement	Bal	Mg	Al	Si	P	K	Ca	Ti	Mn	Fe	S	V	Cr
1A	Feuguerolles	350266	< LOD	58287	53041	4369	< LOD	11308	802	3723	513110	< LOD	628	533
1B	Feuguerolles	339084	< LOD	42157	49175	4361	671	11895	457	5299.7	542152	< LOD	555	488
4A	May-sur-Orne	271347	< LOD	49716	65301	4569	996	4681	527	246	597367	< LOD	627	522
5	Feuguerolles	276807	< LOD	44053	163339	15449	< LOD	26291	578	864	467058	363	692	543
6	Urville 1	322202	< LOD	79945	52693	3444	829	4647	1208	7754	521478	< LOD	764	528
7	Urville2	307657	< LOD	36270	124212	8348	< LOD	8037	< LOD	< LOD	491283	1077	< LOD	< LOD
8	Saint-Rémy	272878	< LOD	44996	154964	5310	< LOD	4547	709	2086	508554	< LOD	945	531
9	Saint-Rémy	267668	< LOD	33721	66158	2696	< LOD	< LOD	1636	547	602699	968	< LOD	< LOD
12	Colombelles	300900	< LOD	36648	83643	8336	715	10013	446	3011	549855	< LOD	564	477
12	Colombelles	187087	< LOD	92627	93153	2604	< LOD	< LOD	1698	1147	603246	1158	< LOD	< LOD
13A	Biéville-Beuville	298546	< LOD	65167	63737	1901	< LOD	< LOD	< LOD	< LOD	542970	1194	< LOD	< LOD
13B	Biéville-Beuville	281830	< LOD	86584	126381	2370	< LOD	4053	1495	2651	472828	1348	< LOD	< LOD
14	Colombelles	344485	< LOD	63695	248382	3308	< LOD	< LOD	2450	603	319762	1195	< LOD	< LOD
15	Colombelles	286603	< LOD	22620	47852	4941	< LOD	6173	< LOD	922	608204	961	< LOD	< LOD
16	Démouville	260131	< LOD	56415	83911	2530	< LOD	< LOD	< LOD	997	575649	1626	< LOD	< LOD
20	Démouville	105448	< LOD	162256	132967	6383	2680	5865	868	527	577538	< LOD	680	508
21	Amblie	282463	< LOD	160927	209092	2391	2414	3355	2923	1975	329406	237	643	442
26	Banville	206159	< LOD	77025	77351	2408	2454	10096	1084	< LOD	603512	13945	821	447
32	Amblie	201938	< LOD	55355	71611	3768	< LOD	< LOD	< LOD	635	628627	2658	< LOD	< LOD
33	Biéville-Beuville	159347	29009	78454	104774	2627	< LOD	< LOD	< LOD	283	613408	1278	< LOD	< LOD
35	Colombelles	458278	12180	104748	164433	3035	33265	13420	< LOD	504	172305	1003	< LOD	22535

N° éch.	Basse-Normandie	ppm	ppm	ppm	ppm	ppm	ppm	ppm	ppm	ppm	ppm	ppm	ppm	ppm	
	Gisement	Zn	As	Rb	Sr	Zr	Nb	Ag	Sn	Ba	La	Ce	Pb	Th	Flags
1A	Feuguerolles	< LOD	< LOD	20	47	119	< LOD	216	< LOD	291	386	701	65	< LOD	-8 mm
1B	Feuguerolles	57	< LOD	21	52	58	< LOD	189	65	283	328	719	166	22	-8 mm
4A	May-sur-Orne	< LOD	< LOD	< LOD	17	32	< LOD	217	< LOD	566	415	704	236	< LOD	-8 mm
5	Feuguerolles	47	< LOD	< LOD	170	90	15	199	66	327	389	794	78	< LOD	-8 mm
6	Urville 1	55	< LOD	19	25	80	7	208	< LOD	1089	396	739	107	< LOD	-8 mm
7	Urville2	44	< LOD	12	480	116	< LOD	195	< LOD	353	294	532	93	< LOD	-3 mm
8	Saint-Rémy	78	90	14	38	160	< LOD	206	< LOD	552	324	649	78	< LOD	-8 mm
9	Saint-Rémy	< LOD	< LOD	10	156	59	< LOD	229	61	237	370	564	138	< LOD	-3 mm
12	Colombelles	80	< LOD	20	771	76	10	177	< LOD	857	411	775	190	< LOD	-8 mm
12	Colombelles	< LOD	< LOD	13	969	50	< LOD	225	< LOD	419	313	518	218	101	-3 mm
13A	Biéville-Beuville	< LOD	91	8	123	93	7	192	< LOD	236	262	519	67	< LOD	-3 mm
13B	Biéville-Beuville	56	150	10	714	65	10	157	< LOD	193	266	414	< LOD	85	-3 mm
14	Colombelles	< LOD	32	< LOD	1022	142	11	< LOD	< LOD	187	159	294	35	< LOD	-3 mm
15	Colombelles	64	< LOD	9	364	24	< LOD	212	< LOD	280	343	570	160	105	-3 mm
16	Démouville	< LOD	< LOD	9	245	57	< LOD	228	< LOD	243	325	584	69	< LOD	-3 mm
20	Démouville	56	< LOD	29	368	67	< LOD	210	< LOD	353	387	618	204	< LOD	-8 mm
21	Amblie	< LOD	< LOD	< LOD	63	251	14	147	55	327	371	715	243	14	-8 mm
26	Banville	92	< LOD	40	24	76	< LOD	181	< LOD	270	391	766	239	< LOD	-8 mm
32	Amblie	86	< LOD	13	682	54	13	178	< LOD	320	345	561	190	< LOD	-3 mm
33	Biéville-Beuville	70	< LOD	11	254	73	< LOD	218	78	282	344	522	214	< LOD	-3 mm
35	Colombelles	17	34	< LOD	9822	157	13	< LOD	< LOD	2622	162	343	< LOD	51	-3 mm

Tab. 7 – Résultats analytiques bruts obtenus par HH-XRF. Échantillons géologiques : 1 à 9 ; Échantillons archéologiques : 12 à 35.

***Tab. 7** – HH-XRF raw analytical results. Geological samples: 1 to 9; Archaeological samples: 12 to 35.*

N° éch.	*Basse-Normandie*	*Mesures des erreurs (ppm)*												
	Gisement	*Bal*	*Mg*	*Al*	*Si*	*P*	*K*	*Ca*	*Ti*	*Mn*	*Fe*	*S*	*V*	*Cr*
1A	Feuguerolles	15251	26138	3345	877	196	310	305	115	159	4582	90	86	79
1B	Feuguerolles	15007	26132	2926	828	188	174	317	111	184	5066	82	84	78
4A	May-sur-Orne	15701	26436	3239	964	196	187	217	111	119	5931	86	85	80
5	Feuguerolles	16052	27849	3294	1484	341	297	449	106	115	4000	56	81	73
6	Urville 1	14903	24324	3705	847	178	178	211	131	208	4735	80	96	79
7	Urville2	14856	20306	2042	2613	301	10709	1844	1375	206	5558	86	7244	8026
8	Saint-Rémy	14888	25291	3028	1461	236	302	205	120	139	4577	83	93	75
9	Saint-Rémy	17707	21637	2054	1684	174	11332	3944	731	125	7943	78	7717	8693
12	Colombelles	15587	27338	2940	1082	244	180	299	117	153	5102	85	89	82
12	Colombelles	17986	21253	3349	2218	182	11166	3885	721	137	7846	82	7612	8555
13A	Biéville-Beuville	17364	21051	2714	1667	162	11686	4055	1505	221	6909	86	7962	8805
13B	Biéville-Beuville	14830	18597	2904	2685	192	10804	1901	703	146	5347	87	7399	8159
14	Colombelles	12090	18005	2507	4018	286	9479	3242	582	98	2901	101	6018	6642
15	Colombelles	18255	22776	1813	1305	216	11408	1976	1492	132	8118	80	7922	8833
16	Démouville	18173	23774	2670	2049	188	11230	3896	1448	132	7472	101	7662	8536
20	Démouville	19705	29107	6007	1365	238	239	241	123	119	5449	91	92	80
21	Amblie	13771	19144	4910	1566	235	204	173	126	113	2326	49	82	65
26	Banville	19533	32939	4383	1078	216	236	305	124	236	5936	187	94	84
32	Amblie	19717	24251	2719	1929	207	12245	4251	1601	129	8702	124	8491	9500
33	Biéville-Beuville	18913	11837	3184	2576	192	11706	4093	1532	119	8084	87	8137	9039
35	Colombelles	8438	5253	2383	2428	193	4244	1600	1178	76	1291	72	6165	3233

N° éch.	Basse-Normandie	Mesures des erreurs (ppm)													
	Gisement	Bal	Zn	As	Rb	Sr	Zr	Nb	Ag	Sn	Ba	La	Ce	Pb	Th
1A	Feuguerolles	15251	36	62	6	5	7	6	34	57	100	99	137	20	11
1B	Feuguerolles	15007	21	76	7	6	6	7	34	29	101	100	139	26	10
4A	May-sur-Orne	15701	43	95	14	4	6	7	37	63	114	110	151	31	20
5	Feuguerolles	16052	17	59	9	9	7	3	33	29	98	97	135	18	14
6	Urville 1	14903	20	73	6	4	7	3	34	59	112	101	140	22	17
7	Urville2	14856	17	43	3	37	6	6	37	57	76	81	103	26	59
8	Saint-Rémy	14888	21	37	6	5	9	7	35	59	107	102	142	20	16
9	Saint-Rémy	17707	37	57	3	30	5	7	39	30	77	85	107	37	65
12	Colombelles	15587	22	86	7	23	9	4	35	61	115	106	148	26	19
12	Colombelles	17986	40	60	4	62	6	7	40	62	83	88	110	41	46
13A	Biéville-Beuville	17364	36	26	3	26	6	3	38	58	77	83	106	30	66
13B	Biéville-Beuville	14830	17	23	2	44	5	3	37	56	76	82	103	48	32
14	Colombelles	12090	23	14	3	43	6	3	102	51	67	72	90	16	41
15	Colombelles	18255	22	60	3	40	5	7	40	63	81	88	111	39	45
16	Démouville	18173	41	52	3	34	5	7	43	68	86	94	120	33	79
20	Démouville	19705	21	89	7	15	8	7	37	64	111	109	150	28	19
21	Amblie	13771	24	66	7	4	8	3	28	24	85	84	116	18	6
26	Banville	19533	25	99	8	5	7	7	37	65	112	111	154	31	20
32	Amblie	19717	24	66	4	53	6	4	40	63	83	90	113	41	77
33	Biéville-Beuville	18913	22	64	3	35	6	8	41	32	82	89	112	40	82
35	Colombelles	8438	8	7	3	126	6	2	77	39	75	55	70	15	17

Tab. 8 – Valeurs des erreurs de mesures de l'équipement de fluorescence-X portable.
Tab. 8 *– Measurement error values for hand held X-ray fluorescence analysis.*

N°	Sites	Geo/ARCH	MgO - K		Al_2O_3 - K		SiO_2 - K		P_2O_5 - K		K_2O - K		CaO - K		TiO_2 - K		V_2O_3 - K	
				Err %		Err %		Err %		Err %		Err %		Err %		Err %		Err %
13A	Biéville-Beuville	ARCH	0,22	18,3	6,01	1,87	13,48	1,03	0,21	11,2	0,09	6,56	0,34	2,78	0,43	2,79	0,07	10,1
13A	Biéville-Beuville	ARCH	-	36,1	9,68	1,46	14,03	0,98	0,18	12,1	0,09	7,51	0,27	3,07	0,38	3,24	0,08	8,29
13B	Biéville-Beuville	ARCH	-	0	9,5	1,5	16,45	0,94	0,21	11,5	0,04	14	0,28	3,07	0,29	4,06	0,07	9,02
13B	Biéville-Beuville	ARCH	-	52,4	7,95	1,75	16,1	1,03	0,35	8,52	0,04	17,7	0,26	3,58	0,37	3,82	-	30,8
12	Colombelles	ARCH	0,13	26,9	2,58	2,82	24,53	0,8	1,32	3,35	0,12	5,79	1,28	1,2	0,1	9,03	0,05	11,3
12	Colombelles	ARCH	0,21	17,3	3	2,49	9,2	1,19	1,22	3,2	0,15	4,26	0,93	1,3	0,06	10,7	0,06	9,97
14	Colombelles	ARCH	-	0	7,44	1,6	48,19	0,58	0,38	6,96	0,04	13,3	0,24	3,32	0,4	3,16	0,05	14
15*	Colombelles	ARCH	0,27	12	2,04	1,96	26,85	0,54	0,3	4,41	0,02	18,5	0,31	1,14	0,04	9,55	0,06	6,38
15	Colombelles	ARCH	0,2	18,8	2,5	2,94	14,58	1	0,68	5,04	0,03	23,1	0,77	1,63	0,06	14,3	0,07	8,76
15*	Colombelles	ARCH	0,22	9,69	2,25	2,04	17,49	0,41	0,64	7,85	0,02	18,7	0,87	2,12	0,08	17,1	0,07	7,09
15	Colombelles	ARCH	0,15	22,4	3,45	2,26	17,06	0,86	0,56	5,19	0,07	8,66	0,77	1,45	0,09	8,58	0,08	7,1
17	Colombelles	ARCH	-	0	21,57	0,99	42,14	0,6	0,14	12,9	0,02	24,1	0,15	3,79	0,09	7,83	0,06	7,81
17	Colombelles	ARCH	-	0	17,23	1,06	40,97	0,59	0,18	9,97	0,02	18,7	0,22	2,82	0,09	7,56	0,07	7,09
16*	Démouville	ARCH	0,22	12,6	3,4	1,56	17,15	0,55	0,34	6,96	0,08	6,57	0,47	1,68	0,08	9,54	0,08	6,12
16*	Démouville	ARCH	0,21	14,4	2,72	1,85	17,45	0,56	1,1	2,96	0,04	11,1	1,18	0,97	0,09	8,53	0,08	6,43
1A	Feuguerolles	ARCH	0,94	6,85	6,36	1,95	7,88	1,46	1,15	3,9	0,06	11,3	2,13	0,94	0,15	7,6	0,09	7,87
1A	Feuguerolles	ARCH	0,82	7,72	5,64	2,05	7,66	1,44	0,9	4,56	0,07	12,3	1,95	1	0,18	6,13	0,08	8,95
1B	Feuguerolles	ARCH	1,15	6,06	4,35	2,23	5,97	1,56	0,54	6,09	0,05	12,3	1,36	1,15	0,1	9,25	0,1	6,61
1B	Feuguerolles	ARCH	1,65	5,1	1,4	4,29	2,58	2,4	0,45	6,9	0,01	41,3	1,55	1,03	0,09	10,5	0,06	10
5	Feuguerolles	ARCH	0,48	8,15	4,18	1,9	13,81	0,93	4,74	1,38	0,01	106	5,33	0,43	0,1	7,58	0,1	5,47
5	Feuguerolles	ARCH	0,61	7	4,31	1,88	20,1	0,77	2,28	2,02	0,02	36,8	3,69	0,52	0,11	7,03	0,07	7,41
4a*	May-sur-Orne	Geo	0,44	6,55	6,76	0,92	18,17	0,48	0,9	2,98	0,13	3,78	0,54	1,32	0,09	7,68	0,09	4,96
4a*	May-sur-Orne	Geo	0,09	28,4	2,73	1,66	5,85	0,94	0,53	4,39	0,03	12,9	0,13	3,59	0,08	8,69	0,07	6,17
4a*	May-sur-Orne	Geo	0,25	11,2	4,37	1,31	11,49	0,68	1,33	2,48	0,11	4,62	0,62	1,32	0,08	7,49	0,08	5,79
4a	May-sur-Orne	Geo	0,29	14,7	4,43	2,24	11,91	1,13	0,66	5,35	0,1	7,58	0,57	2,04	0,07	12,9	0,08	8,21
8	Saint-Rémy	Geo	0,14	22,5	3,29	2,19	31,65	0,65	0,92	3,51	0,04	12,1	0,42	2	0,12	6,59	0,11	5,38
8	Saint-Rémy	Geo	0,17	18,3	3,4	2,15	28,44	0,67	1,14	3,11	0,04	11,2	0,78	1,34	0,13	6,08	0,11	5,24
9*	Saint-Rémy	Geo	0,17	14,7	4,01	1,32	12,84	0,61	0,89	3,17	0,02	17,5	0,81	1,08	0,1	5,56	0,09	4,76
9*	Saint-Rémy	Geo	0,15	17,7	1,76	2,19	15,57	0,54	0,54	4,48	-	79,5	0,49	1,5	0,1	5,72	0,09	5,17
9	Saint-Rémy	Geo	0,15	21,2	3,17	2,32	13,85	0,93	0,58	4,76	-	50,9	0,53	1,78	0,09	8,55	0,08	6,71
6	Urville 1	Geo	0,23	19,1	6,88	1,85	7,91	1,43	0,48	6,73	0,08	9,39	0,54	2,18	0,3	4,58	0,07	10,3
6	Urville 1	Geo	0,39	11,5	8,64	1,58	10,2	1,19	0,5	6,02	0,14	5,73	0,61	1,87	0,34	3,82	0,11	6,88
7	Urville2	Geo	-	56,5	3,26	2,37	21,81	0,8	1,31	3,13	0,06	10,7	0,84	1,43	0,1	8,45	0,08	7,55
7	Urville2	Geo	-	37,4	2,23	3,4	28	0,8	0,81	5,04	0,04	16,9	0,72	1,91	0,11	9,22	0,08	9,05

Tab. 9 – Résultats analytiques PIXE ; l'incertitude est exprimée en % de la teneur. Les échantillons analysés à AGLAE sont accompagnés d'une étoile (*). MgO, Al_2O_3, SiO_2, P_2O_5, K_2O, CaO, TiO_2, V_2O_3, MnO et Fe_2O_3 sont exprimés en % en poids. Les autres éléments sont exprimés en ppm.

N°	Sites	Geo/ARCH	MnO - K		Fe_2O_3 - K		ZnO - K		As_2O_5 - K		SrO - K		Y_2O_3 - K		ZrO_2 - K	
				Err %		Err %		Err %		Err %		Err %		Err %		Err %
13A	Biéville-Beuville	ARCH	-	30,9	78,69	0,17	78	21	316	9	-	77	-	59	82	25
13A	Biéville-Beuville	ARCH	-	27,4	74,83	0,16	54	29	123	15	32	35	-	162	95	21
13B	Biéville-Beuville	ARCH	-	70,4	72,86	0,17	27	57	136	16	141	18	-	76	98	26
13B	Biéville-Beuville	ARCH	0,05	21	74,15	0,21	582	6	92	19	128	15	-	52	-	42
12	Colombelles	ARCH	0,21	5,75	69,3	0,18	50	35	52	28	748	5	49	32	-	141
12	Colombelles	ARCH	0,32	3,95	84,3	0,15	74	26	112	15	933	4	47	35	-	0
14	Colombelles	ARCH	-	136	43	0,22	-	77	34	29	93	16	-	233	70	26
15*	Colombelles	ARCH	0,08	5,28	69,61	0,14	113	7	79	5	58	5	19	6	29	7
15	Colombelles	ARCH	0,12	9,45	80,84	0,17	126	16	99	19	45	34	-	53	-	41
15*	Colombelles	ARCH	0,14	7,51	77,71	0,13	114	6	113	6	65	4	39	9	36	8
15	Colombelles	ARCH	0,04	21,7	77,46	0,15	43	34	41	34	42	35	-	72	-	65
17	Colombelles	ARCH	-	103	35,6	0,21	-	87	49	18	-	86	-	50	82	21
17	Colombelles	ARCH	-	40,4	40,9	0,2	-	295	44	24	26	30	-	91	50	27
16*	Démouville	ARCH	-	40,9	77,68	0,12	43	14	67	7	39	6	22	9	51	5
16*	Démouville	ARCH	-	0	76,67	0,15	32	17	70	6	51	5	70	4	51	5
1A	Feuguerolles	ARCH	0,47	3,41	80,32	0,18	48	37	33	40	70	23	62	28	-	51
1A	Feuguerolles	ARCH	0,47	3,36	81,85	0,18	79	26	396	9	46	37	52	33	-	42
1B	Feuguerolles	ARCH	0,58	2,76	85,51	0,16	45	43	42	39	97	19	-	84	85	29
1B	Feuguerolles	ARCH	1,05	1,77	90,65	0,15	-	68	-	0	48	37	51	38	-	174
5	Feuguerolles	ARCH	-	31,5	70,7	0,14	-	57	-	108	219	11	144	15	-	0
5	Feuguerolles	ARCH	0,14	6,45	68,2	0,15	34	37	37	31	157	12	68	23	-	63
4a*	May-sur-Orne	Geo	-	0	72,41	0,11	27	19	52	8	19	11	26	8	40	7
4a*	May-sur-Orne	Geo	-	0	89,99	0,1	24	22	54	8	9	19	27	7	32	7
4a*	May-sur-Orne	Geo	-	0	81,47	0,12	30	19	55	8	19	10	34	6	35	7
4a	May-sur-Orne	Geo	-	166	81,49	0,17	37	38	67	21	-	103	44	29	71	21
8	Saint-Rémy	Geo	0,3	3,54	62,72	0,16	-	46	83	19	-	158	55	28	38	41
8	Saint-Rémy	Geo	0,05	14,1	65,49	0,15	58	25	72	20	-	53	-	52	85	22
9*	Saint-Rémy	Geo	0,04	14,9	80,72	0,11	21	26	100	5	47	5	72	4	58	5
9*	Saint-Rémy	Geo	0,03	19	80,8	0,11	32	17	85	6	32	7	69	4	39	6
9	Saint-Rémy	Geo	0,04	20,5	81,15	0,14	39	39	107	15	-	85	60	25	45	36
6	Urville 1	Geo	1,68	1,47	81,36	0,18	37	47	57	26	-	44	66	25	81	23
6	Urville 1	Geo	0,85	2,04	77,71	0,16	60	28	55	25	-	72	43	33	41	43
7	Urville2	Geo	0,03	26,8	72,12	0,16	33	41	59	23	69	23	38	37	-	40
7	Urville2	Geo	-	529	67,58	0,2	35	40	80	18	-	50	46	34	-	49

Tab 9 *– PIXE analytical results. The measurement uncertainty is expressed in % of elemental concentration. Samples studied at AGLAE are indicated by asterisks (*). MgO, Al_2O_3, SiO_2, P_2O_5, K_2O, CaO, TiO_2, V_2O_3, MnO and Fe_2O_3 are expressed as % oxide weight. Other elements are expressed as ppm.*

Éléments majeurs et mineurs (ppm)															
	N°	*Origine*	*Fe*	*Si*	*Al*	*K*	*Ca*	*Mg*	*P*	*Mn*	*Ti*	*V*	*Na*	*Cl*	*Ba*
Géol	5	Feuguerolles	549053	62300	26267	112	7032	6373	1882	1908	682	858	102	404	75
Géol	1a	Feuguerolles-Bully	534061	49342	31914	811	18800	7788	8711	3645	1080	775	120	105	62
Géol	1b	Feuguerolles-Bully	608982	12658	8216	296	17578	18471	5303	10599	382	517	128	369	55
Géol	4a	May	608420	24813	15322	526	10781	892	11693	378	464	585	86	174	249
Géol	9	Saint-Rémy	581243	52462	23668	63	1218	1586	1168	757	602	805	49	293	27
Géol	8	St. Rémy-La Mousse	491216	100823	27772	446	3335	2046	6248	563	877	1100	194	316	389
Géol	6	Urville	521726	52858	47677	2555	5146	2947	8354	6867	1382	873	98	27	854
Géol	7	Urville	528788	91231	13649	246	1609	569	6625	1105	210	282	176	371	59
Archéol	13a	Biéville-Beuville	497081	79483	45727	3707	4812	3197	3062	845	2244	339	165	19	185
Archéol	13b	Biéville-Beuville	487885	81104	58611	562	2813	389	2185	162	2459	731	168	150	108
Archéol	12	Colombelles	487201	32152	22870	1988	60195	1056	39687	2470	513	575	330	363	663
Archéol	15	Colombelles	617852	34134	13143	279	2273	1765	2440	1488	478	774	56	141	182
Archéo	16	Démouville	623143	29770	16546	722	2595	702	1372	368	699	873	187	357	112
Archéol	17	Colombelles	461782	129672	25695	376	1551	92	3157	83	449	736	12	110	142
LOD			0.86	–	–	–	–	–	1,1	0,18	0,02	0,004	–	–	0,005

Éléments mineurs et en traces (ppm)															
	N°	*Li*	*Be*	*B*	*Sc*	*Cr*	*Co*	*Ni*	*Cu*	*Zn*	*As*	*Se*	*Rb*	*Sr*	*Y*
Géol	5	20,9	8,6	51,6	23,3	33,1	246,2	12,5	1,8	1,3	4,1	1,5	1,1	46,2	37,1
Géol	1a	18,2	7,2	58,5	29,1	47,8	260,7	20,8	3,7	1,1	1,0	0,0	6,0	89,6	79,2
Géol	1b	7,2	8,0	32,7	34,3	26,9	398,1	22,2	2,5	1,5	0,8	13,4	2,3	82,7	69,7
Géol	4a	24,0	12,4	27,3	32,6	29,3	124,1	7,8	3,4	1,1	4,4	0,0	5,4	60,9	60,2
Géol	9	14,2	7,2	32,8	19,9	45,4	163,9	8,9	6,4	0,9	8,5	0,0	0,7	21,3	55,8
Géol	8	31,6	5,2	29,6	23,0	55,9	245,2	26,6	53,3	2,2	8,1	0,0	5,6	37,7	61,9
Géol	6	34,7	6,7	29,4	39,2	69,9	347,6	24,3	7,3	2,1	4,9	0,0	6,1	29,3	75,3
Géol	7	19,4	26,2	48,0	15,2	9,7	159,3	33,2	27,2	3,0	13,2	0,0	16,1	46,9	59,8
Archéol	13a	273,1	9,0	121,7	35,2	399,9	455,0	106,9	26,3	6,9	6,5	1,7	108,9	47,5	45,7
Archéol	13b	29,5	6,9	171,7	27,9	72,2	50,8	16,3	6,3	0,6	12,2	0,0	6,7	224,0	38,0
Archéol	12	10,0	15,3	80,4	23,1	30,5	184,6	56,9	11,2	2,3	6,3	2,1	18,6	2175,9	346,6
Archéol	15	3,7	18,8	288,2	29,0	37,0	226,6	21,6	23,4	4,3	8,8	0,0	3,6	61,2	34,7
Archéo	16	39,5	6,1	98,5	13,5	47,3	136,6	21,5	8,2	0,7	6,2	0,0	8,6	32,5	23,2
Archéol	17	28,8	4,3	169,2	78,5	45,8	12,5	8,0	4,9	0,3	4,2	0,0	1,7	27,5	17,8
LOD		0,12	0,01	0,03	0,02	0,32	0,002	0,02	2,2	0,03	0,97	–	0,003	0,0006	0,0009

Tab. 10 – Résultats de l'analyse chimique par LA-ICP-MS exprimés en ppm d'éléments. LOD : limite de détection. Les LOD n'ont pas été déterminées pour les éléments majeurs, mais sont bien inférieures aux valeurs mesurées dans tous les échantillons. Abréviations: BB (Biéville-Beuville), COL (Colombelles), DE (Démouville), FeBu (Feuguerolles-Bully), MsO (May-sur-Orne), SR (Saint-Rémy), SRM (Saint-Rémy « La Mousse »).

Éléments mineurs et en traces (ppm)														
	N°	*Zr*	*Nb*	*Ag*	*Cd*	*In*	*Sn*	*Sb*	*Cs*	*Pb*	*Bi*	*Th*	*U*	*Hf*
Géol	5	40,8	3,5	0,1	0,6	0,1	1,0	9,2	1,7	0,2	0,2	6,9	1,8	1,2
Géol	1a	88,6	7,8	0,1	3,2	0,1	1,8	3,7	2,6	0,3	0,8	19,7	4,5	2,2
Géol	1b	51,7	3,8	0,1	0,8	0,1	1,0	2,2	1,4	0,1	0,3	16,8	3,7	1,4
Géol	4a	38,0	2,7	0,0	1,7	0,1	0,7	12,2	2,4	0,3	0,5	10,3	11,9	0,9
Géol	9	70,3	4,5	0,0	0,8	0,1	1,5	1,4	0,5	0,3	1,1	14,4	5,4	2,1
Géol	8	62,2	6,4	0,0	0,9	0,1	1,6	0,9	4,8	0,5	0,3	16,0	4,2	1,8
Géol	6	65,0	9,2	0,0	1,5	0,2	2,8	8,9	1,6	0,4	1,3	19,3	15,2	1,8
Géol	7	15,4	1,3	0,0	1,7	0,1	0,8	3,3	81,7	0,1	0,1	4,2	3,7	0,5
Archéol	13a	108,8	6,3	0,1	3,9	0,2	1,5	2,6	108,5	0,5	0,7	18,8	4,5	3,1
Archéol	13b	83,8	17,9	0,0	1,5	0,1	3,0	6,5	7,3	0,6	0,5	20,6	6,1	2,9
Archéol	12	51,9	2,7	0,1	13,7	0,1	0,8	6,9	12,9	0,4	0,2	12,2	6,6	1,1
Archéol	15	46,7	3,9	0,1	4,1	0,2	1,7	12,6	4,3	1,3	0,5	6,7	20,4	1,5
Archéo	16	66,4	5,1	0,02	0,86	0,06	1,6	16,2	12,2	0,6	0,7	22,8	7,6	2,9
Archéol	17	62,8	3,2	0,0	1,5	0,2	1,3	8,7	0,4	0,6	0,1	7,4	3,1	2,0
LOD		0,001	0,002	0,001	–	0,003	0,46	0,01	0,005	0,04	0,002	0,0007	0,0009	0,0020

Terres Rares (ppm)															
N°	*La*	*Ce*	*Pr*	*Nd*	*Sm*	*Eu*	*Gd*	*Tb*	*Dy*	*Ho*	*Er*	*Tm*	*Yb*	*Lu*	*Som*
5	13,95	33,93	4,16	17,22	4,49	1,28	5,05	0,90	7,91	1,58	4,78	0,75	4,99	0,82	101,80
1a	29,54	92,75	11,31	50,01	13,36	3,65	15,19	2,45	16,17	3,52	10,32	1,59	10,84	1,54	262,24
1b	25,04	72,20	8,70	38,09	10,39	3,15	11,64	2,07	14,21	3,03	8,94	1,35	9,73	1,43	209,97
4a	25,42	79,30	10,34	45,95	12,54	3,38	13,21	2,03	13,39	2,78	8,16	1,27	8,73	1,20	227,71
9	3,49	11,32	1,54	9,09	3,67	1,32	5,88	1,43	11,10	2,50	8,20	1,32	9,15	1,44	71,44
8	16,59	37,75	4,55	20,37	6,53	2,11	9,44	1,67	12,44	2,59	8,16	1,23	9,18	1,39	134,01
6	39,70	123,61	13,02	54,33	13,68	3,73	14,96	2,35	15,63	3,39	10,33	1,68	11,30	1,61	309,30
7	7,62	27,56	4,38	19,26	6,50	2,00	8,44	1,51	11,28	2,45	7,46	1,09	7,59	1,12	108,27
13a	30,80	9,91	7,35	28,44	6,53	1,55	6,43	1,09	7,69	1,86	5,95	1,07	8,54	1,25	118,45
13b	22,43	46,89	6,62	26,63	6,70	1,48	6,25	1,07	8,09	1,74	5,72	0,96	7,18	1,12	142,88
12	101,23	189,05	39,65	184,08	57,54	17,44	75,16	12,26	83,17	16,47	46,37	6,34	40,17	5,56	874,49
15	15,58	14,96	4,45	18,73	4,65	1,47	4,83	0,87	6,28	1,36	4,73	0,79	6,16	0,98	85,85
16	15,08	43,64	4,76	19,78	4,86	1,38	4,95	0,95	7,51	1,67	5,41	0,96	7,92	1,28	120,15
17	10,77	26,66	3,06	12,44	3,60	0,96	4,18	0,66	4,58	0,99	3,09	0,64	4,29	0,64	76,55
LOD	0,0005	0,0003	0 ,0004	0,001	0 ,001	0,0004	0,001	0,0002	0,002	0,0005	0,0005	0,0004	0,002	0,0003	

Tab. 10 *– LA-ICP-MS analytical results expressed in ppm (elemental atoms). LOD: detection limit. LOD values were not determined for major elements, but these are well below values measured in all samples. Abbreviations: BB (Biéville-Beuville), COL (Colombelles), DE (Démouville), FeBu (Feuguerolles-Bully), Feu (Feuguerolles), MsO (May-sur-Orne), SR (Saint-Rémy), SRM (Saint-Rémy "La Mousse").*

Anthropologica et Præhistorica, 125/2014 (2016) : 121-151

Provenance, exploitation et utilisation de l'hématite oolithique au Néolithique ancien en Belgique : contextes et problématiques

Dominique BOSQUET, Claude CONSTANTIN, Éric GOEMAERE,
Caroline HAMON, Ivan JADIN & Hélène SALOMON

Résumé

L'hématite oolithique (ou OIS pour *Oolithic Ironstone*) est un matériau ubiquiste dans les sites rubanés et Blicquy-VSG de Belgique (principalement sources de la Dendre, Hainaut et Hesbaye liégeoise), mais sa présence reste discrète en terme quantitatif. L'article pose les questions relatives à son utilisation dans les sphères techniques et symbolique, aux sources potentielles d'approvisionnement et à l'insertion éventuelle de ce matériau dans un réseau d'échanges qui inclurait les sites du Hainaut, de Hesbaye et du Limbourg néerlandais, cette région n'offrant aucune source géologique d'hématite. Après l'exposé de ces problématiques, l'article est consacré à la présentation des objets analysés et des contextes échantillonnés, soit 104 objets issus de neuf sites en Hesbaye et de quatre sites du Hainaut. La plupart des objets sont illustrés en couleur, de même que sont fournis les plans des sites permettant d'identifier les fosses d'où sont issus les objets. Une courte discussion sur le caractère précieux ou non de l'hématite clos la contribution. Il est à noter que cet article s'intègre dans l'ensemble des recherches menées par le Groupe de travail (voir l'introduction à ce volume) et consacrées à la comparaison par observations macroscopiques et microscopiques des hématites belges et normandes (Billard *et al.*, 2016 : ce volume), à l'utilisation et la transformation de ce matériau (Hamon *et al.*, 2016 : ce volume) et à la caractérisation physico-chimique des OIS de Belgique (Goemaere *et al.*, 2016 : ce volume). Ce dernier propose une conclusion commune aux deux articles spécifiques à la Belgique, dont celui-ci.

Mots-clés : Hématite oolithique, Néolithique ancien, Hesbaye, sources de la Dendre, Belgique.

Abstract

Oolithic Ironstone (OIS) is an ubiquitous raw material in LBK (Linearbandkeramik) and Blicquy-VSG sites of Belgium (mainly Dendre river springs, Hainaut and Hesbaye regions), but in quantitative terms its presence remains discreet. This paper raises the questions of its use in the technical and symbolic spheres, the identification of potential outcrops and of the possible insertion of this material in an exchanges network which integrates Early Neolithic sites of Hainaut, Hesbaye and Dutch Limburg, this last region offering no geologic source of hematite. After an overview of these topics, the paper is dedicated to a presentation of the analyzed objects and sampled contexts (104 objects coming from nine sites in Hesbaye and four sites in Hainaut). Most of the objects are illustrated in color figures, as well as are provided the excavation plans of the archaeological sites with mention of pits from where analyzed objects are coming from. A short discussion about the eventual "precious" character of OIS closes the contribution. It should be noted that this article is integrated in the researches led by the workgroup (see introduction to this volume) and dedicated to the comparison by macroscopic and microscopic analysis of Belgian and Norman haematites (Billard et al., 2016: this volume), to the use and the processing of this material (Hamon et al., 2016: this volume) and to the physico-chemical characterization of OIS of Belgium (Goemaere et al., 2016: this volume). The latter proposes a conclusion common to both articles specific to Belgium, including this one.

Keywords*: Oolithic Ironstone, Early Neolithic, Hesbaye, Dendre river springs, Belgium.*

1. INTRODUCTION

Connus en Belgique depuis le 19ème siècle, les sites d'habitat du Néolithique ancien ne sont bien documentés que depuis les années 60', époque des premières fouilles extensives sur le site de Rosmeer en Limbourg (Roosens, 1961). Ces travaux seront suivis par une série de campagnes programmées sur les sites rubanés du Haut Geer en Hesbaye (province de Liège ; Cahen *et al.*, 1990 ; Jadin, 2003), de même que sur des établissements rubanés et blicquiens[1] aux sources de la Dendre en Hainaut (Cahen *et al.*, 1979 ; Constantin, 1985 ; Constantin *et al.*, 2009, 2010a-b-c) et sur quelques occupations situées sur la Petite Gette en Brabant flamand (Lodewijckx, 1990). Entre 1993 et 2000, le nombre de sites fouillés augmente encore grâce à l'opération d'archéologie préventive menée sur le tracé du TGV (Bosquet *et al.,* 2004 ; Livingstone Smith *et al.*, 2012), à l'occasion de fouilles de sauvetage à Alleur (Marchal, 1998) et Donceel (Frébutte & Marchal, 1998), et suite à des interventions programmées à Vaux-et-Borset (Hauzeur *et al.*, 1992), Waremme « Longchamps » (Keeley et *al.*, 2005) et à Verlaine « Petit Paradis » (Burnez-Lanotte, 2010), pour citer les plus importantes. C'est ainsi une trentaine de sites qui ont été investigués, totalisant plus de 100 maisons, mais à l'exception de Darion « Colia » *intra-muros* (Cahen *et al.*, 1990 ; Jadin, 2003), aucun village n'a été fouillé en totalité.

Les établissements rubanés de Belgique se caractérisent, comme ailleurs, par la présence de maisons de plan rectangulaire ou trapézoïdal en nombre variable, d'un grand nombre de fosses, spatialement associées aux bâtiments ou situées à l'écart de ceux-ci et, pour 6 d'entre eux, d'une enceinte formée d'un fossé discontinu au profil en « V » le plus souvent doublé d'une palissade. Les fouilles sur tracé linéaire ont également mis en évidence l'existence de maison(s) située(s) à l'écart des villages (Bosquet *et al.*, 2004), mais elles n'ont malheureusement pas permis de découvrir de sépultures, dont la quasi absence reste ainsi une des autres caractéristiques du Néolithique ancien belge, même si quelques fosses particulières ont parfois été interprétées comme telles, sans que cela puisse être établi de façon définitive. À ce jour, on ne compte qu'une seule sépulture qui soit assurée et ayant été correctement fouillée, attribuée au Groupe de Blicquy (Jadin, 2003). Les vestiges blicquiens, également organisés en villages, se distinguent du Rubané notamment par les plans des maisons, la technique et les décors céramiques, les techniques de débitage et les variétés de silex utilisées, ainsi que par l'absence d'enceintes et d'outillage en roches polies.

Le cadre chronologique est essentiellement construit à partir d'une analyse typologique et, après un travail original de M. Lodewijckx (1998) resté sans suite, se réfère le plus souvent à la sériation établie par P. J. R. Modderman (1970) pour le Limbourg néerlandais, adaptée et complétée par I. Jadin (2003). Des travaux récents (Bosquet & Golitko, 2012) ont cependant réaffirmé la nécessité d'établir une sériation propre à la Belgique, aujourd'hui en cours d'élaboration selon la méthode de V. Blouet *et al.* (2013).

La reconstitution de l'organisation socio-économique de ces premiers groupes agro-pastoraux a fait l'objet d'une importante série d'études menées par les équipes belgo-américaine et belgo-française à la suite des fouilles en Hesbaye et en Hainaut (entre autres Cahen *et al.*, 1986, 1990 ; Caspar, 1988 ; Constantin, 1985 ; Coudart, 1998 ; van Berg, 1988 ; Jadin, 1999, 2003 ; Toussaint & Toussaint, 1982). Par la suite, le sentiment qu'il n'y aurait rien de réellement nouveau à découvrir sur le Rubané, qui par ailleurs persiste et n'est pas propre aux néolithiciens de Belgique (Wolfram *et al.*, 2012), s'est fait clairement sentir et il a fallu attendre la fin des années 90' pour voir « le beau tableau du Rubané (...) se crevasser » (Jadin, 1999 : 697), mouvement poursuivi et amplifié par une série d'études sur les sites rubanés du TGV (Bosquet, 2013 ; Bosquet *et al.*, 2001, 2005, 2008, 2010 ; Bosquet & Golitko, 2012 ; Broes & Bosquet, 2007 ; Chevalier *et al.*, 2010 ; Golitko, 2010 ; Hamon & Goemaere, 2007 ; Salavert, 2008, 2010). À cette occasion, une phase pionnière de peuplement à laquelle appartiennent les maisons situées à l'écart des villages est notamment mise en évidence et

1 Groupe culturel du Néolithique ancien danubien, succédant au Rubané selon certains, partiellement contemporain selon d'autres (pour un état de la question, voir Jadin, 2003 et Constantin *et al.*, 2010a). Anciennement parallèle au « Groupe de Villeneuve-Saint-Germain » en France ; maintenant rassemblé pour les deux pays en « Groupe de VSG-BQY Blicquy » (Ilett & Meunier, 2013).

dont l'ancienneté est confirmée par une série de dates C14 (Jadin, 2003 ; Bosquet & Golitko, 2012). Elle se caractérise, entre autres, par des modes d'approvisionnement en silex et en argile à poterie différents de ceux adoptés lors des phases ultérieures du peuplement (Bosquet & Golitko, 2012). Ces changements de stratégies d'approvisionnement en matières premières égales en abondance, équivalentes d'un point de vue technique et disponibles à un jour de marche maximum autour des sites – voire, dans certains cas, présentes en un seul lieu – doit être soulignée en ce qu'elle offre un angle de vue quelque peu novateur sur l'économie de ces matériaux, complétant ainsi les résultats acquis en Hesbaye par l'équipe de l'Institut des Sciences naturelles de Belgique dans les années 90' et ensuite par les équipes françaises dans le Bassin parisien (Allard, 2005 ; Hamon, 2006 ; Bonnardin, 2009 ; Hachem, 2011 ; Gomart, 2012). On s'éloigne aujourd'hui nettement de l'image d'une économie de production des biens de consommation courante essentiellement familiale (au sens de la famille nucléaire) et d'une société égalitaire, fonctionnant par simple combinaison de la « logique » technique et de la loi du moindre effort. Il faut en effet admettre que, pour certains matériaux au moins, s'ajoutaient à ces critères de réelles contraintes sociales : régulation de l'accès aux ressources, hiérarchie des productions, poids des traditions, identités régionales, alliances familiales et/ou à l'échelle de plusieurs villages ou de régions.

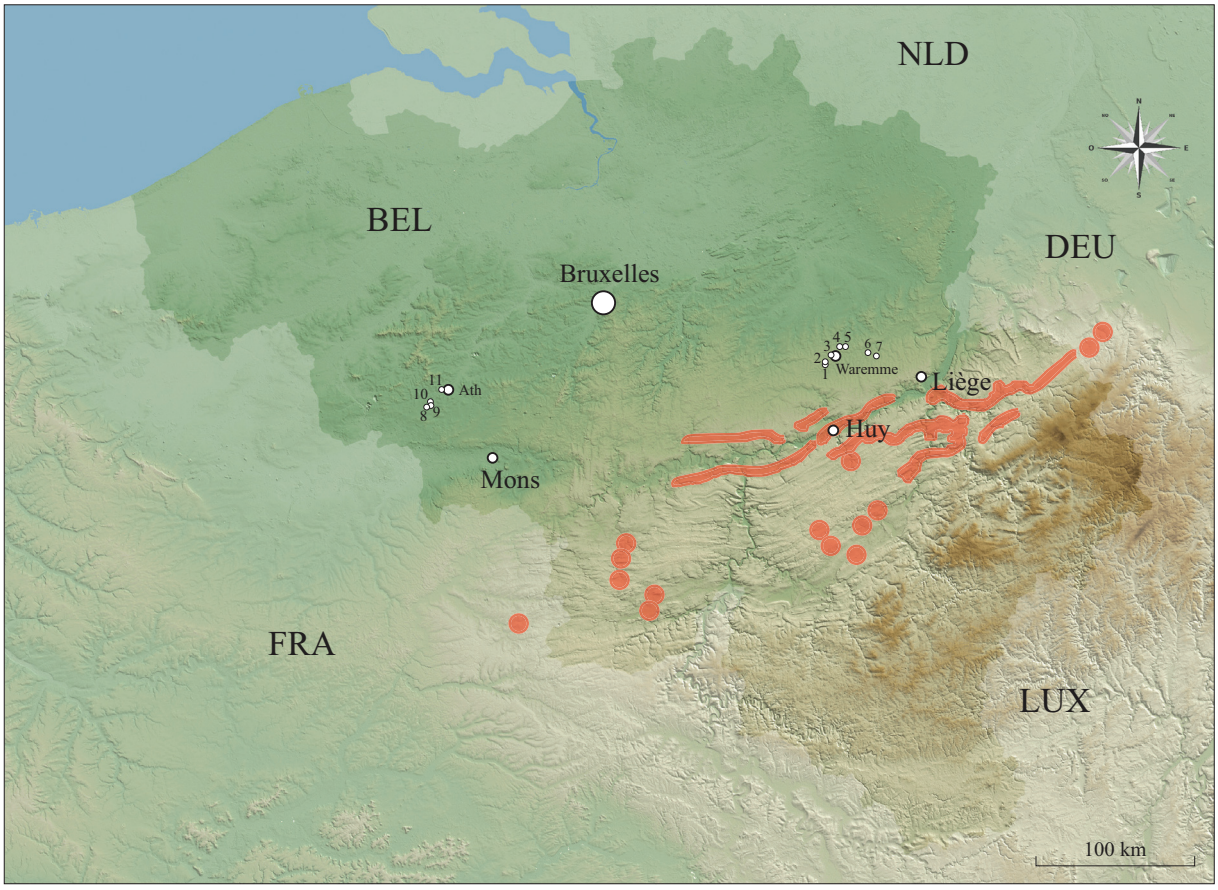


Fig. 1 – Carte de répartition des sites étudiés par rapport aux gisements et aux affleurements d'hématite oolithique : cercles et veines en rouge sur la carte de la Belgique (fond de carte K. Di Modica – Archéologie Andennaise ASBL). Localisation de sites archéologiques rubanés : 1. Hollogne « Douze Bonniers » ; 2. Darion « Colia » et Darion « Secteur Blicquien » ; 3. Waremme « Longchamps » ; 4. Oleye « Al Zèpe » ; 5. Waremme « Vinâve » ; 6 ; Remicourt « En Bia Flo » II ; 7. Fexhe-le-Haut-Clocher « Podrî l'Cortri » ; 8. Aubechies « Coron Maton » ; 9. Ormeignies « Le Pilori » ; 10. (Ormeignies-)Blicquy « La Petite Rosière » ; 11. Irchonwelz « La Bonne Fortune ».



Fig. 2 – L'affleurement de la gare de Huy-Nord.

Dans ce cadre, il semble intéressant d'observer la place que tient l'hématite oolithique (en anglais « OIS » pour *Oolithic Ironstone*) qui n'a jamais fait l'objet d'études ou d'analyses à large échelle telles que celles proposées par le Groupe de travail « Hématite », alors même que cette catégorie de matière minérale semble avoir été abondamment utilisée sur tous les sites sans exception et de façon indirecte sous forme de résidus rouges couvrant inégalement nombre d'outils de broyage et de polissage (Hamon *et al.*, 2016 : ce volume ; Hamon & Goemaere, 2007). Pour être complets, indiquons également que des grès rouges et des hématites massives non oolithiques sont trouvés, en moindre abondance, dans les sites rubanés de Hesbaye. Leur étude est en cours et les résultats seront présentés ultérieurement.

2. PROBLÉMATIQUES

Si l'hématite oolithique est abondante en Belgique en maints endroits (Fig. 1), la seule couche potentiellement exploitable par les Rubanés actuellement connue se trouve à Huy (Fig. 2). Il s'agit, comme en Basse-Normandie, d'un ensemble de plusieurs couches peu épaisses et visibles à flanc de coteau (Billard *et al.*, 2016 : ce volume). Bien évidemment, d'autres affleurements ont sûrement été sollicités au Néolithique mais nombreux ont été ceux qui furent détruits par les exploitations ultérieures, liées en particulier aux activités sidérurgiques particulièrement intenses dans la vallée de la Meuse depuis le Moyen-Âge, mais aussi du fait de l'extension de l'habitat. Ceci est d'autant plus regrettable que ces sources, de même que les gisements bas-normands, sont les seuls disponibles à la périphérie du Bassin parisien et, de ce fait, susceptibles d'avoir alimenté les populations néolithiques de ce vaste secteur (Billard *et al.*, 2016 : ce volume).

Région	*Site*	*Nombre d'objets*	*Contexte*	*Datation*
Hesbaye	Darion « Colia »	3	fouille	Rubané
Hesbaye	Oleye « Al Zèpe »	62	fouille	Rubané
Hesbaye	Waremme « Vinâve »	9	fouille	Rubané
Hesbaye	Waremme « Longchamps »	69	fouille	Rubané
Hesbaye	Hollogne « Douze Bonniers »	42	fouille	Rubané
Hesbaye	Remicourt « En Bia Flo » II	27	fouille	Rubané
Hesbaye	Fexhe-Le-Haut-Clocher	11	fouille	Rubané
Sources de la Dendre	Blicquy « La Petite Rosière »	58	fouille	Rubané
Sources de la Dendre	Irchonwelz « La bonne fortune »	24	fouille	Rubané
Sources de la Dendre	Aubechies « Coron Maton » I	22	fouille	Rubané

Tab. 1 – Tableau récapitulatif des pièces ayant fait l'objet de l'étude techno-tracéologique présentée dans ce volume (voir Hamon *et al.*, 2016, ce volume).

La première question posée, commune à plusieurs contributions de ce volume, concerne ainsi la localisation des sources d'approvisionnement, qui nécessite de pouvoir différencier les hématites oolithiques (OIS) entre elles. Identifier la source géologique de la matière première impose de connaître en détail les caractéristiques pétrographiques, minéralogiques et chimiques des sources géologiques potentielles afin de pouvoir les comparer avec les vestiges archéologiques. Quelles sont les méthodes de caractérisation les plus pertinentes ? Est-il possible de discriminer les différents gîtes tant sur le plan stratigraphique que sur le plan géologique ? Quels affleurements étaient accessibles au Néolithique ? Quelles méthodes d'extraction et/ou d'approvisionnement ont été mises en œuvre à cette époque ?

Deuxièmement, un certain nombre de questions concernent l'utilisation de l'OIS et les transformations qu'elle a subies (voir Hamon *et al.*, 2016 : ce volume). Son utilisation est documentée sur les sites rubanés par la présence de blocs utilisés et par des résidus de poudre colorante, notamment sur les outils de concassage ou de broyage (Hamon & Goemaere, 2007 ; Hamon *et al.*, 2016 : ce volume) et dans la seule tombe bien documentée en Belgique à ce jour. À Darion « Secteur Blicquien », des traces de poudre rouge ont ainsi été relevées sur le fond d'une sépulture, à l'emplacement des pieds, du torse et de la tête de la défunte (Jadin, 2003 : 414-422). C'est, à l'heure actuelle, le seul usage de matière colorante en contexte archéologique reconnu dans le Néolithique ancien de Belgique – mais commun en Europe du Nord-Ouest – ; cependant on ignore s'il remplit ici une fonction symbolique ou usuelle, s'il s'agit bien d'OIS et si le matériau était saupoudré sur le corps ou simplement issu de couvertures ou de vêtements teints en rouge.

Enfin, on s'interrogera sur l'économie de l'OIS, question en lien direct avec les acquis évoqués en introduction : les sources d'approvisionnement ont-elles changé au cours du temps, entre la phase pionnière et les phases ultérieures

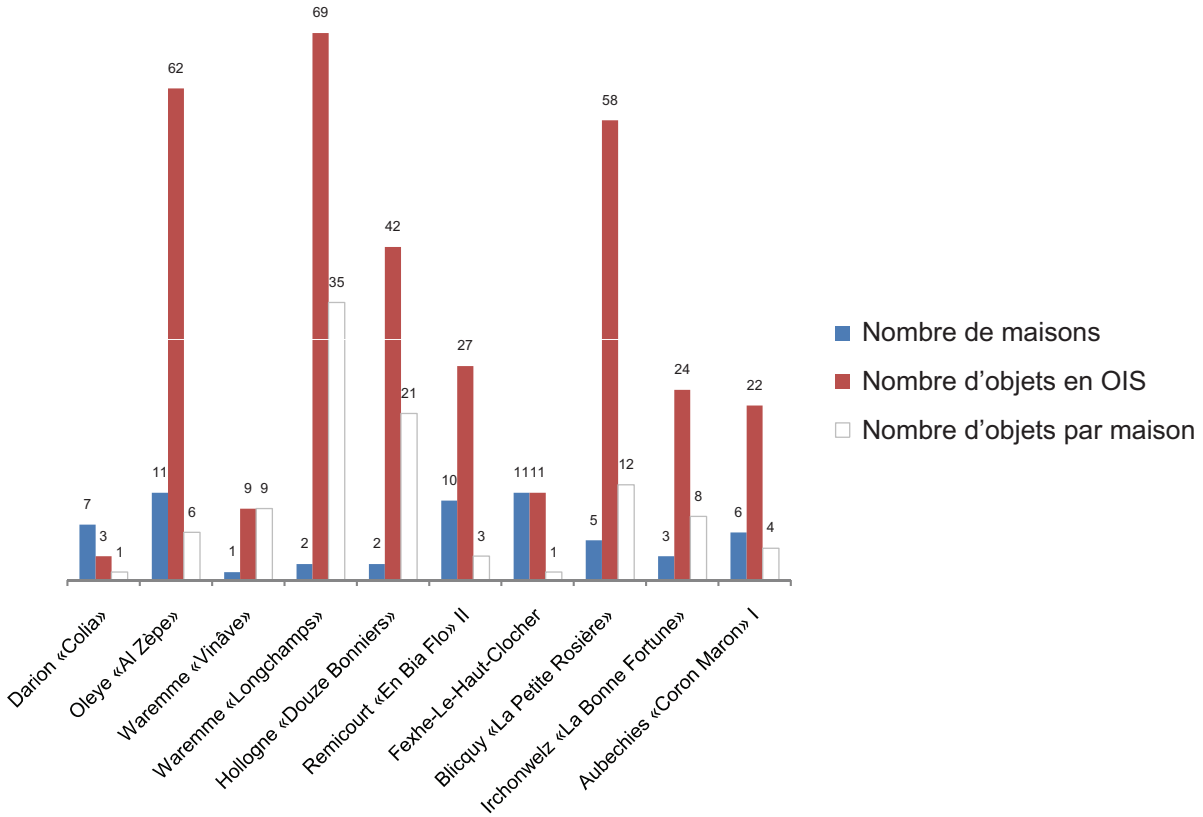


Fig. 3 – Rapport entre le nombre de maisons et le nombre d'objets en hématite oolithique présentés dans ce volume.

Région	*N° éch.*	*Site*	*N° fosse/carré/prof.*	*Chronologie*	*Type*	*Matériau*	*Techno-tracéo.*	*PIXE*	*LM*	*XRF*
Hesbaye	100	Fexhe-le-Haut-Clocher	89/B/40-51 cm	phase pionnière	Utilisé	OIS	x	x		x
	101	Fexhe-le-Haut-Clocher	89/B/40-51 cm	phase pionnière	Utilisé	OIS	x			x
	102	Fexhe-le-Haut-Clocher	89/0-20 cm	phase pionnière	Utilisé	OIS	x	x		x
	103	Fexhe-le-Haut-Clocher	61/A3/0-10 cm	Modd. phase II	Utilisé	OIS	x			
	104	Fexhe-le-Haut-Clocher	61/A2/20-30 cm	Modd. phase II	Brut	OIS	x	x		x
	105	Fexhe-le-Haut-Clocher	201/B/40-50 cm	Modd. phase II	Utilisé	OIS	x			x
	106	Fexhe-le-Haut-Clocher	310/0-10 cm	Modd. phase II	Utilisé	OIS	x			x
	107	Fexhe-le-Haut-Clocher	310	Modd. phase II	Utilisé	OIS	x			
	108	Fexhe-le-Haut-Clocher	314/0-10 cm	Modd. phase II	Utilisé	OIS	x			
	109	Remicourt « En Bia Flo » II	10/A2/-28 cm	phase pionnière	Utilisé	OIS	x	x		x
	110	Remicourt « En Bia Flo » II	90/A3-B3/20-30 cm	Modd. phase II	Brut	OIS	x	x		x
	111	Remicourt « En Bia Flo » II	136/A/10-20 cm	phase pionnière	Brut	OIS	x			
	112	Remicourt « En Bia Flo » II	136/B/0-10 cm	phase pionnière	Utilisé	OIS	x	x		x
	113	Remicourt « En Bia Flo » II	141/A/0-10 cm	phase pionnière	Brut	OIS	x	x	x	x
	114	Remicourt « En Bia Flo » II	141/A/30-40 cm	phase pionnière	Utilisé	OIS	x	x		x
	115	Remicourt « En Bia Flo » II	141/A/0-10 cm	phase pionnière	Brut	OIS	x			
	116	Remicourt « En Bia Flo » II	141/A/30-40 cm	phase pionnière	Brut	OIS	x			x
	117	Remicourt « En Bia Flo » II	141/A/60-70 cm	phase pionnière	Brut	OIS	x			
	118	Remicourt « En Bia Flo » II	141/D/50-60 cm	phase pionnière	Brut	OIS	x			
	119	Remicourt « En Bia Flo » II	141/B/0-40 cm	phase pionnière	Utilisé	OIS	x			x
	120	Remicourt « En Bia Flo » II	141	phase pionnière	Brut	OIS	x			
	121	Remicourt « En Bia Flo » II	90/B2/10-20 cm	Modd. phase II	Utilisé	OIS	x			
	122	Remicourt « En Bia Flo » II	270/B/10-20 cm	phase pionnière	Brut	OIS	x			
	123	Remicourt « En Bia Flo » II	270/A/0-10 cm	phase pionnière	Brut	OIS	x			x
	124	Remicourt « En Bia Flo » II	270/B/0-10 cm	phase pionnière	Utilisé	OIS	x			x
	125	Waremme « Vinâve »	1/C/0-10 cm	phase pionnière	Utilisé	OIS	x	x		x
	127	Waremme « Vinâve »	1/C/10-20 cm	phase pionnière	Brut	OIS	x			x
	128	Waremme « Vinâve »	1/B/0-10 cm	phase pionnière	Utilisé	OIS	x			
	129	Waremme « Vinâve »	1/C/10-20 cm	phase pionnière	Utilisé	OIS	x			
	130	Waremme « Vinâve »	1/C/20-30 cm	phase pionnière	Brut	OIS	x			
	131	Waremme « Vinâve »	1/C/0-10 cm	phase pionnière	Brut	OIS	x			
	132	Waremme « Vinâve »	1/B/0-10 cm	phase pionnière	Brut	OIS	x			
	133	Waremme « Vinâve »	1/B/0-10 cm	phase pionnière	Brut	OIS	x			
	134	Waremme « Vinâve »	3/E/10-20 cm	phase pionnière	Brut	OIS	x			
	135	Waremme « Vinâve »	1/20-30 cm	phase pionnière	Brut	OIS	x			x
	136	Waremme « Longchamps »	054/03A/-55 cm	Modd. phase II	Brut	OIS	x	x	x	x
	137	Waremme « Longchamps »	140/B4/20-30 cm	Modd. phase II	Brut	OIS	x			x
	138	Waremme « Longchamps »	140/A4	Modd. phase II	Utilisé	OIS	x	x	x	x
	139	Waremme « Longchamps »	140/B4/20-30 cm	Modd. phase II	Brut	OIS	x			x
	2a	Waremme « Longchamps »	88009/A1/0-10 cm	Modd. phase IIc/d	Brut	OIS	x	x		
	19	Darion « Colia »	82-85189/D/30-40 cm	Modd. phase IId	Brut	OIS	x	x	x	x
	22	Darion « Colia »	82128/F2/30-40 cm	Modd. phase IIc/d	Brut	OIS	x	x	x	x
	23	Darion « Colia »	81024/C	Modd. phase IId	Utilisé	OIS	x	x		x
	24	Darion « Colia »	83041/D/+10-0 cm	Modd. phase IId	Utilisé	OIS	x	x		
	00	Darion « Colia »	84089/B2/0-20 cm	Modd. phase IId	Utilisé	OIS	x			
	28	Darion « Secteur Blicquien »	89015/0-fond	CC BQY moyen	Brut	OIS	x			
	29	Darion « Secteur Blicquien »	89037/A/100-110 cm	CC BQY moyen	Brut	OIS	x		x	
	30	Darion « Secteur Blicquien »	89044/C/0-10 cm	CC BQY moyen	Brut	OIS	x		x	
	31	Darion « Secteur Blicquien »	89037/A/-80-90 cm	CC BQY moyen	Brut	OIS	x		x	
	1	Hollogne « Douze Bonniers »	89026/B/10-20 cm	Modd. phase IId	Utilisé	OIS	x			
	6	Hollogne « Douze Bonniers »	89067/B4/-30-40 cm	Modd. phase IIc	Brut	OIS	x	x	x	x
	10a	Hollogne « Douze Bonniers »	89070/B3/0-10 cm	Modd. phase IIa	Brut	OIS	x	x	x	x
	10b	Hollogne « Douze Bonniers »	89070/B3/0-10 cm	Modd. phase IIa	Brut	OIS	x			
	11	Hollogne « Douze Bonniers »	89028/C/0-10 cm	Modd. phase IIc	Brut	OIS	x	x	x	x
	13	Hollogne « Douze Bonniers »	89067/C4/0-10 cm	Modd. phase IIc	Utilisé	OIS	x	x		x
	15	Hollogne « Douze Bonniers »	89026/B/0-10 cm	Modd. phase IId	Utilisé	OIS	x	x		x
	8	Oleye « Al Zèpe »	87023/B3/-40-50 cm	Modd. phase IIa/b/c/d	Brut	OIS	x	x	x	
	9a	Oleye « Al Zèpe »	87143/A4 NE/A couche 6	Modd. phase IId	Brut	OIS	x	x		
	9b	Oleye « Al Zèpe »	87143/A4 NE/A couche 6	Modd. phase IId	Brut	OIS	x			
	12	Oleye « Al Zèpe »	88024/A/-20-30 cm	Modd. phase IId	Utilisé	OIS	x		x	x
	16	Oleye « Al Zèpe »	87074/surf.	Modd. phase IIc	Brut	OIS	x	x	x	x
	3	Vieux-Waleffe « Framaset »	89047/C/0-10 cm	Modd. phase IIb-c	Brut	OIS		x		x
	7	Vieux-Waleffe « Framaset »	89047/B/0-10 cm	Modd. phase IIb-c	Brut	OIS		x	x	
Hainaut - Sources de la Dendre	1833	Blicquy « La Petite Rosière »	6	Modd. phase IId+	Utilisé	OIS	x			x
	4122	Blicquy « La Petite Rosière »	29	Modd. phase IId+	Utilisé	OIS	x			x
	3121	Blicquy « La Petite Rosière »	29	Modd. phase IId+	Utilisé	OIS	x			x
	4220	Blicquy « La Petite Rosière »	29	Modd. phase IId+	Utilisé	OIS	x			x
	818	Blicquy « La Petite Rosière »	29	Modd. phase IId+	Utilisé	OIS	x			x
	4219	Blicquy « La Petite Rosière »	29	Modd. phase IId+	Utilisé	OIS	x			x
	3775	Blicquy « La Petite Rosière »	27	Modd. phase IId+	Utilisé	OIS	x			x
	3337	Blicquy « La Petite Rosière »	27	Modd. phase IId+	Utilisé	OIS	x			x
	610	Blicquy « La Petite Rosière »	7	Modd. phase IId+	Utilisé	OIS	x			x
	11517	Irchonwelz « La Bonne Fortune »	21	CC BQY ancien	Utilisé	OIS	x			x
	14083	Irchonwelz « La Bonne Fortune »	21	CC BQY ancien	Utilisé	OIS	x			x
	11738	Irchonwelz « La Bonne Fortune »	21	CC BQY ancien	Utilisé	OIS	x			x
	6782	Aubechies « Coron Maton » I	162	Modd. phase IIc/d	Brut	OIS	x			x
	6794	Aubechies « Coron Maton » I	162	Modd. phase IIc/d	Utilisé	OIS	x			x
	6118	Aubechies « Coron Maton » I	140	Modd. phase IIc/d	Utilisé	OIS	x			x
	6120	Aubechies« Coron Maton » I	140	Modd. phase IIc/d	Utilisé	OIS	x			x
	89	Ormeignies « Le Pilori »	10/A2/0-20 cm	Modd. phase IIc/d	Brut	OIS				x
	90	Ormeignies « Le Pilori »	122-125/A/0-10 cm	Modd. phase IIc/d	Brut	OIS				x
	94	Ormeignies « Le Pilori »	125/B4/10-20 cm	Modd. phase IIc/d	Brut	OIS				x
	95	Ormeignies « Le Pilori »	129/C/20-30 cm	Modd. phase IIc/d	Brut	OIS				x
	100	Ormeignies « Le Pilori »	132/D/0-10 cm	Modd. phase IIc/d	Brut	OIS				x
	96	Ormeignies « Le Pilori »	129/C/20-30 cm	Modd. phase IIc/d	Utilisé	OIS			x	

comme cela semble être le cas pour le silex et l'argile ? L'OIS a-t-elle circulé entre les sites et les régions comme la poterie (van Berg, 1987 ; Bosquet & Golitko, 2012), le silex (Cahen & Jadin, 1996 ; Jadin, 2003 ; Burnez-Lanotte, 2010 ; Schimmelpfennig, 2011), le phtanite ou l'amphibolite (Toussaint & Toussaint, 1982) ? Rappelons à ce sujet que la majorité des sites du Limbourg néerlandais livrent de l'OIS (Wijnen, 2013), alors qu'aucune source géologique n'est disponible à proximité de ces établissements. On entrevoit là l'occasion de mettre en évidence, de façon tangible, l'existence d'un réseau d'échanges entre plusieurs groupes d'habitats dont le lien, certes très probable et depuis longtemps évoqué (Cahen *et al.*, 1986), n'est jusqu'ici que supposé en l'absence d'évidences matérielles directes.

Les analyses réalisées dans le cadre de cette vaste étude ont permis de répondre à certaines questions posées ci-dessus, ces acquis étant présentés, pour plus de cohérence, en conclusion de l'article consacré à la caractérisation physico-chimique des OIS de Belgique (Goemaere *et al.*, 2016 : ce volume).

2. Les sites, les contextes et le matériel étudiés

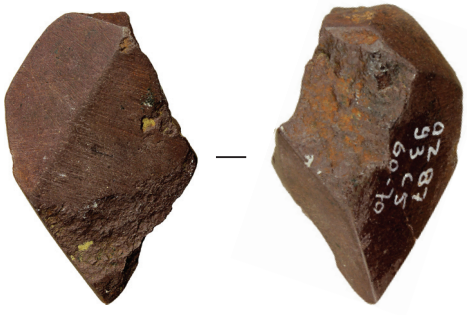
L'étude présentée porte sur le matériel des sites auxquels les auteurs ont eu un accès direct, soit neuf sites en Hesbaye et quatre en Hainaut. Ce choix n'est pas uniquement dicté par la facilité d'accès aux collections, mais également par la nécessité de tester les méthodes d'analyses et les interprétations possibles des résultats obtenus avant de mobiliser plus de documentation archéologique. Au total, 328 pièces en OIS, utilisées ou non, ont été recensées sur ces sites (Tab. 1), soit entre 2 et 34 objets par maison (Fig. 3), et soumis à une étude technologique et tracéologique (Hamon *et al.*, 2016 : ce volume). Sur ce total, 104 objets ont été présélectionnés pour des analyses géochimiques poussées dans différents domaines par différents scientifiques de notre groupe, finalement appliquées sur 85 pièces (Tab. 2). Une étude macroscopique comparative a également été effectuée sur ce matériel (Billard *et al.*, 2016 : ce volume). Parmi les objets non analysés se trouvent des objets en hématite non oolithique, dont des objets facettés (Fig. 4). Ils sont en effet nettement moins nombreux que les objets et fragments bruts d'OIS, et de plus grande taille. Soigneusement travaillés et rares, il n'était pas concevable de procéder à des analyses destructives sur ces pièces. La (ou les) source(s) géologique(s) et géographique(s) n'a (ont) pas encore pu être déterminée(s) car il ne s'agit pas d'une roche sédimentaire (comme les OIS) et donc non attribuable à un niveau stratigraphique particulier. Ces matériaux sont des minerais de fer dont on ne trouve pas d'équivalent dans les collections de référence pour la Belgique. Une potentielle origine dans le Massif schisteux rhénan est à l'étude. Cette hypothèse de travail doit encore être démontrée en comparant les matériaux rouges sur les sites allemands de même époque. On ne peut cependant exclure à ce stade une origine plus exotique pour ce type de matériau.

Sauf mention contraire dans le chapitre suivant, les objets en OIS, qu'il aient été utilisés ou non, sont tous issus d'unités détritiques en fosse, au sein desquelles sont mélangés, pêle-mêle, l'ensemble des déchets de consommation et/ou artisanaux : céramiques, silex, fragments et objets lithiques de natures et d'origines diverses, terre brûlée, charbon de bois, macro-restes et à l'exception notable des restes fauniques non carbonisés, le pH (potentiel hydrogène) du lœss leur étant particulièrement défavorable. Des études récentes (Bosquet, 2013 ; Allard *et al.*, 2013 ; Burnez-Lanotte & Allard, 2013 ; Stäuble, 2013) suggèrent que la plupart de ces déchets ont fait l'objet d'un ou plusieurs cycles de recyclage et que leur rejet dans les fosses n'a été effectué qu'après un cer-

Tab. 2 – (ci-contre) Tableau récapitulatif des échantillons analysés par contexte archéologique, matière utilisée ou brute et analyse(s) subie(s) dans le cadre de cette étude. Dans l'esprit de clarification, les phases chronologiques ont été ramenées à trois schémas : Modd. : e.a. Modderman, 1970 ; CC : Constantin, 1985 ; Phase pionnière : Bosquet & Golitko, 2012. OIS : hématite oolithique ; PIXE : sonde nucléaire PIXE (*Particle-Induced X-ray Emission* ou *Proton-Induced X-ray Emission*) ; LM : lame mince minéralogique ; XRF : *X-ray fluorescence* ou spectrométrie de fluorescence X (SFX ou FX).



Waremme «Vinâve»
éch. n° 126



Hollogne «Douze Bonniers»
éch. n° 14

2 cm



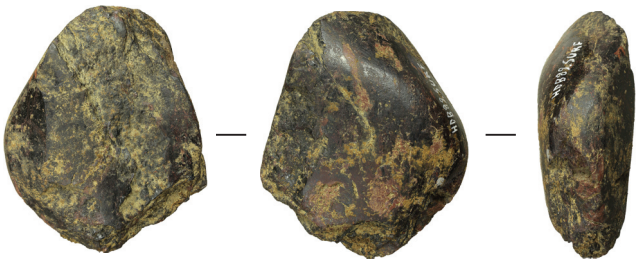
Hollogne «Douze Bonniers»
éch. n° 14



Waremme «Longchamps»
éch. n° 140



Darion «Colia»
éch. n° 26



Hollogne «Douze Bonniers»
éch. n° 5

2 cm



Hollogne «Douze Bonniers»
éch. n° 27





Fig. 5 – Exemple d'objets en hématite oolithique analysés pour le site de Darion « Colia ».

tain temps d'exposition hors fosses, par exemple dans des dépotoirs à ciel ouvert (Bosquet, 2013). Les déchets issus de ces structures en creux, qui sont les seuls à nous parvenir en fouille, ne représenteraient ainsi que quelques années d'occupation tout au plus (Bosquet, 2013 ; Allard *et al.*, 2013 ; Burnez-Lanotte & Allard, 2013).

Dans le chapitre suivant, chaque site sera rapidement présenté en mettant en exergue, le cas échéant, l'une ou l'autre particularité relative aux structures découvertes, à l'économie des matières premières ou à la chronologie, de même que seront situées sur plan les fosses dont sont issus les objets en OIS analysés.

2.1. Les sites de Hesbaye liégeoise

2.1.1. Darion « Colia »

Le site de Darion a été fouillé de 1981 à 1985 par une équipe de l'Institut royal des Sciences naturelles de Belgique en fouilles programmées (Cahen *et al.*, 1990), puis en fouilles d'urgence en 1989 (Jadin, 2003) et 2000 (Marchal, 2001). Il comprend sept maisons (Jadin, 2003) entourées d'une enceinte dont le caractère défensif est matérialisé par au moins trois entrées flanquées de bastions (Cahen *et al.*, 1990 ; Bosquet, 1992). La septième maison, pionnière (Bosquet, 1992 ; Bosquet & Golitko, 2012), se trouve à l'extérieur

Fig. 4 – Exemple d'objets rubanés en hématite non oolithique provenant de divers sites belges, étudiés dans le cadre de cette étude.

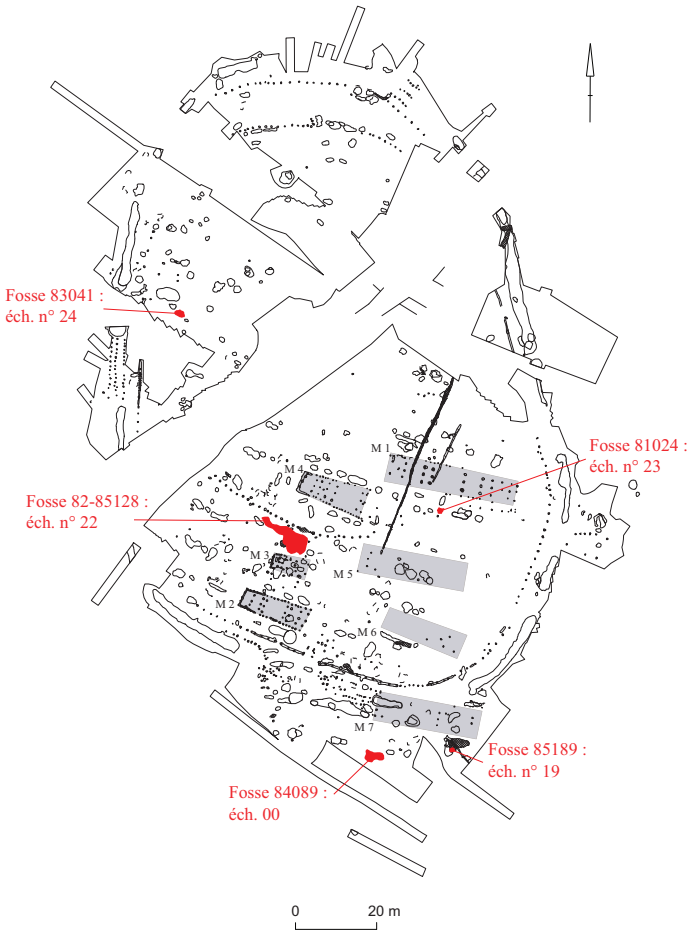


Fig. 6 – Plan de Darion « Colia » (en rouge, les fosses ayant livré les objets en hématite oolithique analysés dans cette étude ; d'après Jadin, 2003).

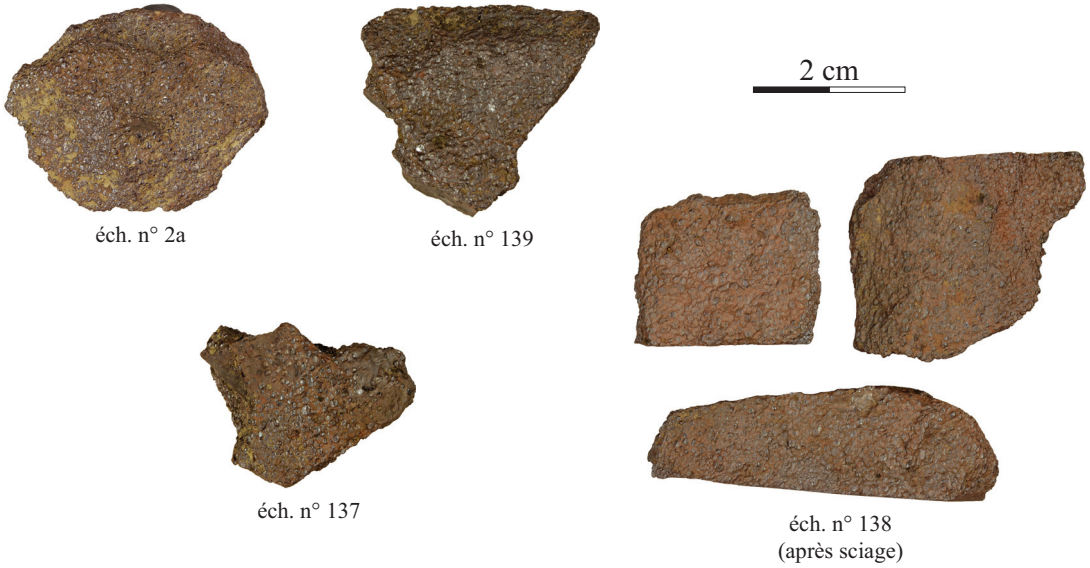


Fig. 7 – Quatre des cinq objets en hématite oolithique analysés pour le site de Waremme « Longchamps ».

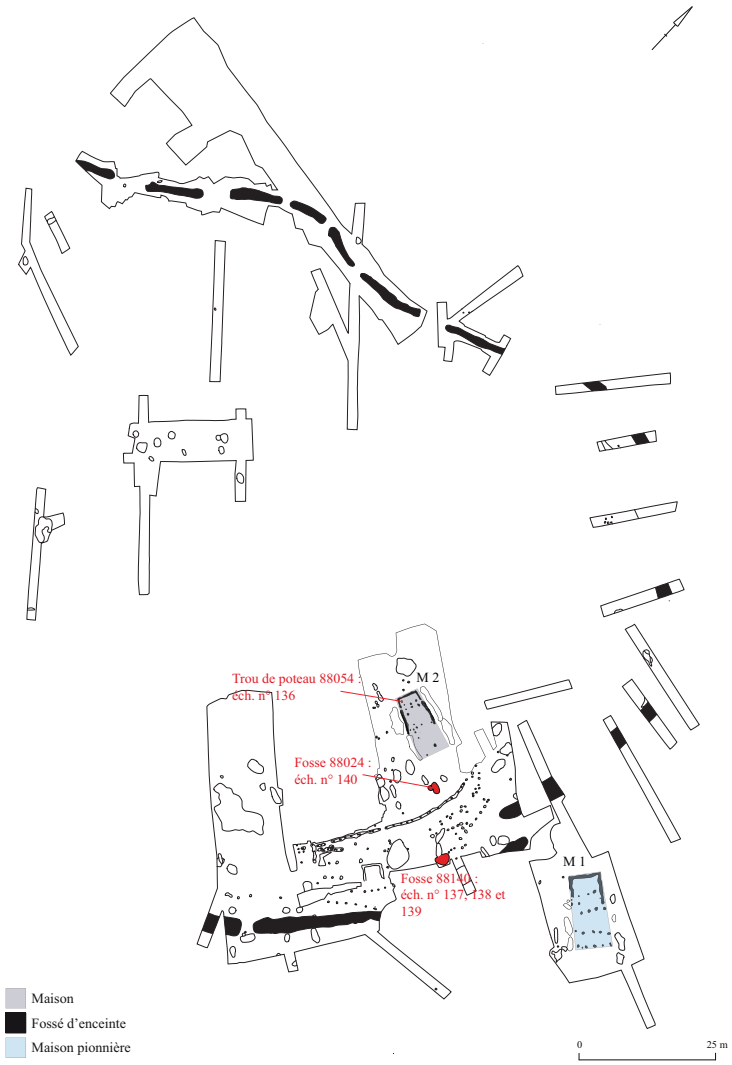


Fig. 8 – Plan de Waremme « Longchamps » (en rouge, les fosses ayant livré les objets en hématite oolithique analysés ; d'après Jadin, 2003 et Keeley *et al.*, 2005).

de l'enceinte. L'étude de la céramique (van Berg, 1988) a permis de mettre en évidence la présence de récipients fabriqués par un même artisan dans les villages de Darion, Oleye « Al Zèpe », Vaux-et-Borset et Vieux-Waleffe (*cf.* § 2.1.9 ; van Berg, 1987 ; van Berg & de Menten de Horne, 1989) et les analyses LA-ICP-MS (Golitko, 2010) ont révélé une parenté chimique entre les argiles présentes à Darion et Oleye (*cf.* § 2.1.5) qui, de ce point de vue, se distinguent des autres établissements de Hesbaye étudiés (Bosquet & Golitko, 2012). L'interprétation de ce phénomène n'est pas aisée, mais il pourrait indiquer qu'une même source d'argile est partagée par les potiers des deux villages et/ou que des échanges de vases ont eu lieu d'un groupe à l'autre.

Le site a fourni deux fragments d'OIS bruts et trois objets travaillés (Fig. 5), issus de trois fosses à l'intérieur de l'enceinte et de deux fosses extérieures (Fig. 6), dont une pourrait être associée à la phase pionnière de l'occupation (Fig. 6 : fosse 85189).

2.1.2. Darion « Secteur Blicquien »

En 1989, la construction d'un décanteur de 11 hectares à l'emplacement des fouilles précédentes a donné lieu à une intervention de sauvetage menée par les mêmes intervenants, durant laquelle plusieurs structures attribuables au Rubané et au Groupe de Blicquy furent fouillées (Jadin *et al.*, 1989 ; Jadin, 2003 : 393-521). Le

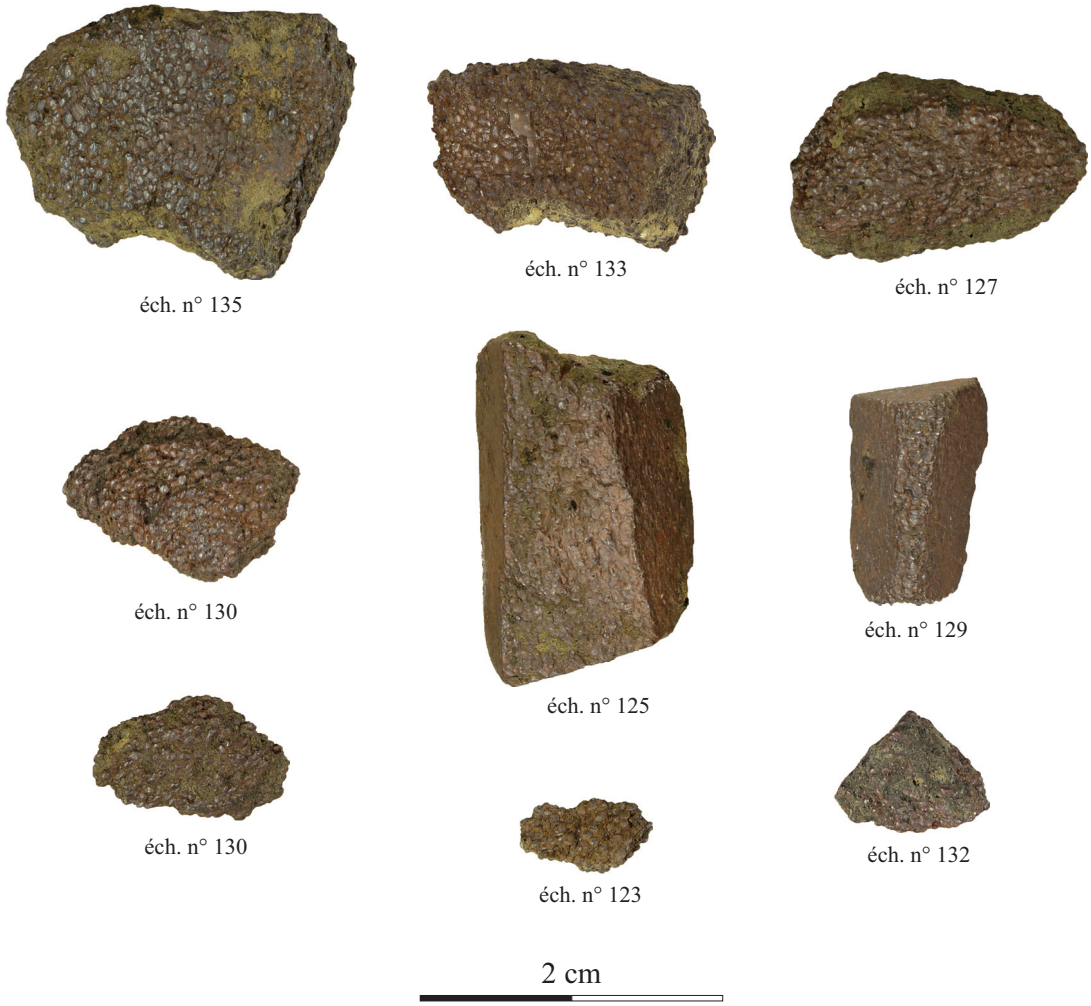


Fig. 9 – Objets en hématite oolithique analysés pour le site de Waremme « Vinâve » (d'après Bosquet *et al.*, 1996).

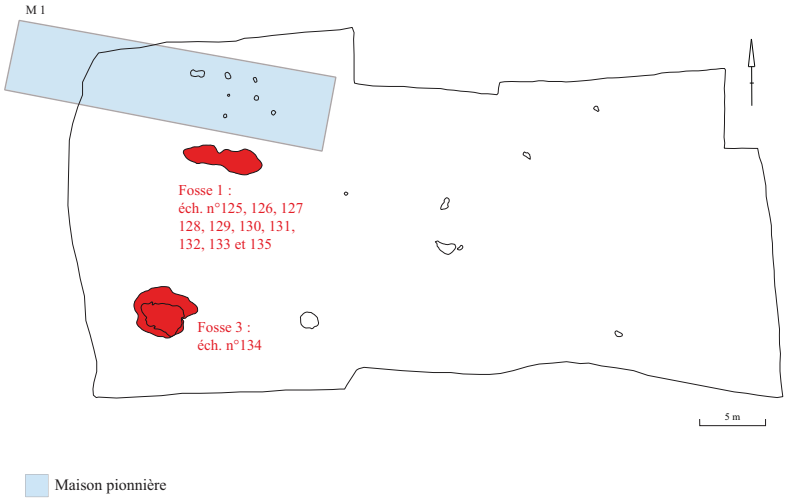


Fig. 10 – Plan de Waremme « Vinâve » (en rouge, les fosses ayant livré les objets en hématite oolithique analysés).



Fig. 11 – Site de Waremme « Vinâve » : percuteur en silex ayant servi à broyer de l'hématite.

secteur blicquien comprend une trentaine de fosses, 14 trous de poteau – dont huit évoquent une habitation se prolongeant sous la berme du décanteur – et une sépulture (*cf. supra*).

Les fragments d'OIS bruts analysés proviennent de fosses blicquiennes uniquement, situées à l'écart du bâtiment potentiel.

2.1.3. Waremme « Longchamps »

Fouillé entre 1987 et 1989 (Cahen *et al.*, 1990), puis en 2005 (Keeley *et al.*, 2005), le site n'a été que très partiellement investigué. En suivant le fossé d'enceinte, des prospections géophysiques ont permis d'en cerner l'étendue (Quick *et al.*, 2005) et il apparaît que les deux maisons – dont une appartient à la phase pionnière – et les quelques portions de fossé excavées ne représentent qu'un sixième environ de la superficie totale du village. Les analyses LA-ICP-MS[2] des pâtes céramiques permettent de rapprocher ce village de ceux de Remicourt et Fexhe (Golitko, 2010), caractérisés par la dominance des argiles éocènes et oligocènes par opposition aux argiles crétacées surtout présentes à Darion et Oleye (Bosquet & Golitko, 2012).

Les objets d'OIS analysés, soit quatre fragments bruts et un objet travaillé (Fig. 7), proviennent des fosses 54 et 140, fouillées en 2005 et de la fosse 9 fouillée en 1988 (Fig. 8).

2.1.4. Waremme « Vinâve »

Découverts sur le tracé du TGV en 1996, à 700 m à l'est du Geer (Bosquet & Fock, 1996), les quelques vestiges rubanés de « Vinâve » représentent une installation pionnière qui ne semble pas avoir donné lieu à l'établissement d'un village plus vaste. Outre 11 fragments d'OIS bruts ou tra-

2 *Laser Ablation Inductively Coupled Plasma Mass Spectrometry.*

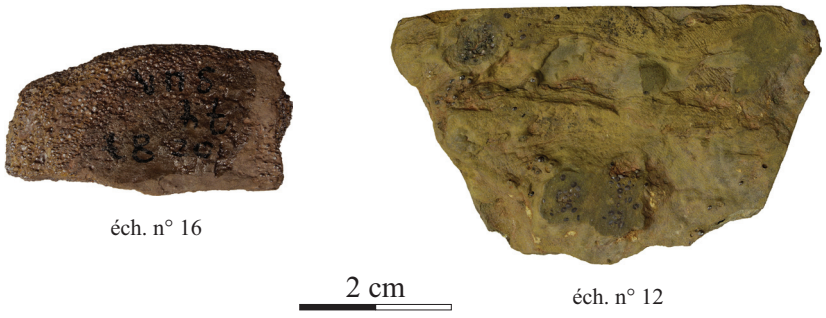


Fig. 12 – Deux des cinq objets en hématite oolithique analysés pour le site de Oleye « Al Zèpe ».

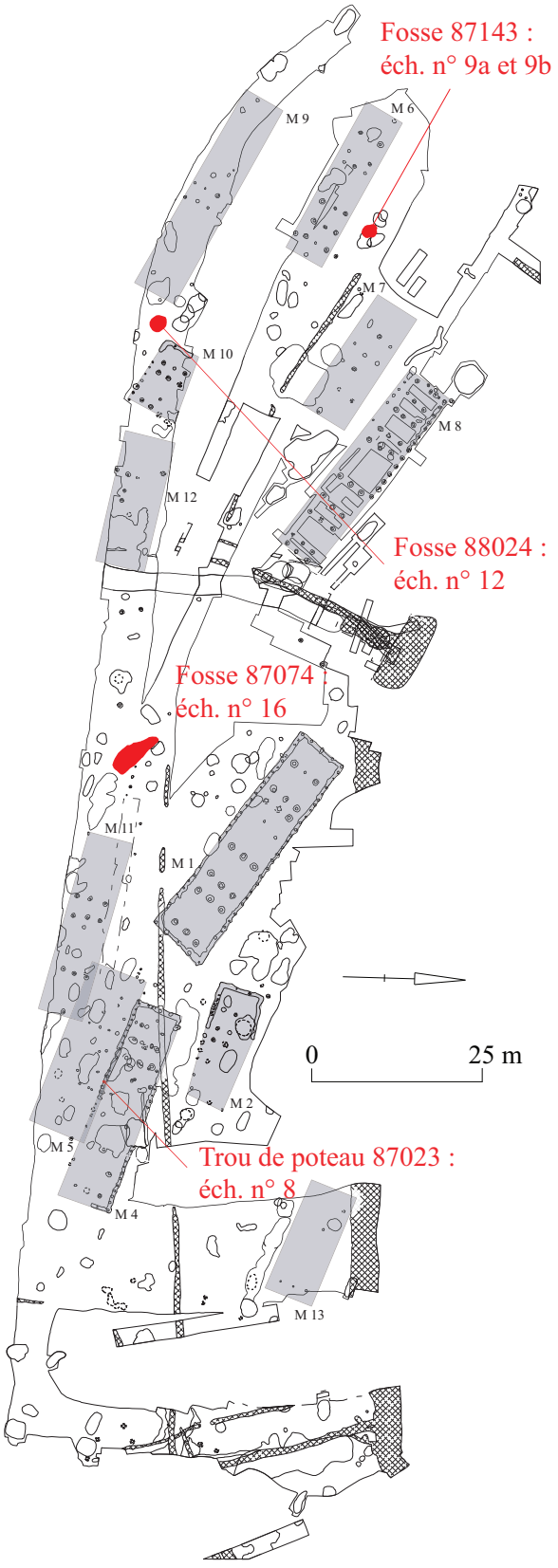


Fig. 13 – Plan de Oleye « Al Zèpe » (en rouge, les fosses ayant livré les objets en hématite oolithique sélectionnés pour cette étude; d'après Jadin, 2003).

vaillés (Fig. 9) provenant des fosses 1 et 3 (Fig. 10), le site a livré l'extrémité distale d'un crayon en hématite (Fig. 4 : éch. 126) et un percuteur sur nucléus laminaire en silex dont l'extrémité porte des traces d'hématite (Fig. 11), sans qu'il soit possible de dire s'il s'agit ou non d'OIS en l'absence d'ooïdes préservées.

2.1.5. Oleye « Al Zèpe »

Partiellement fouillé entre 1986 et 1989, le site d'Oleye « Al Zèpe » comprend 13 maisons, un court tronçon de fossé et les restes d'une palissade oblitérée par des structures plus récentes, l'ensemble témoignant d'au moins deux phases de construction (Cahen *et al.*, 1990). Les fouilles ont également mis au jour les seuls vestiges connus à ce jour d'un rejet lié à un atelier de potier, matérialisé par la présence, dans une même fosse, de réserves de matières premières (argile, chamotte, dégraissant minéral) et d'outils en grès et en silex évoquant des lissoirs (Cahen & Jadin, 1996 ; Jadin, 2003 : 232, fig. 242). Rappelons que l'étude stylistique et typologique (van Berg, 1987) ainsi que les analyses LA-ICP-MS réalisées sur la céramique et les pains d'argile de l'atelier (Golitko, 2010) mettent en lumière des échanges de production entre ce village, Darion, Vaux-et-Borset et Vieux-Waleffe, de même qu'une utilisation possible par l'artisan d'Oleye des mêmes sources d'argiles crétacées que celles sollicitées pour fabriquer la poterie de Darion (*cf.* § 2.1.1).

Le site a livré quatre fragments d'OIS bruts et un objet utilisé (Fig. 12), issus de fosses réparties sur la quasi totalité de l'aire fouillée et pour certaines associées aux maisons 4, 6 et 8 (Fig. 13).

2.1.6. Hollogne « Douze Bonniers »

Situé à 350 m à peine à l'est de Darion « Colia », en rive gauche du Faux Geer, ce site a fait l'objet de deux campagnes de fouilles en 1989 et 1990 (Cahen *et al.*, 1989 ; Cauwe *et al.*, 1990), mettant au jour deux unités d'habitation et probablement le seul exemple de puits artésien néolithique reconnu à ce jour en Hesbaye (Jadin & Cahen, 1998).

Les quatre fragments bruts et les trois objets facettés en OIS (Figs 14-15) sont issus de quatre fosses, dont une seule peut être clairement associée à la maison 1 (Fig. 16).

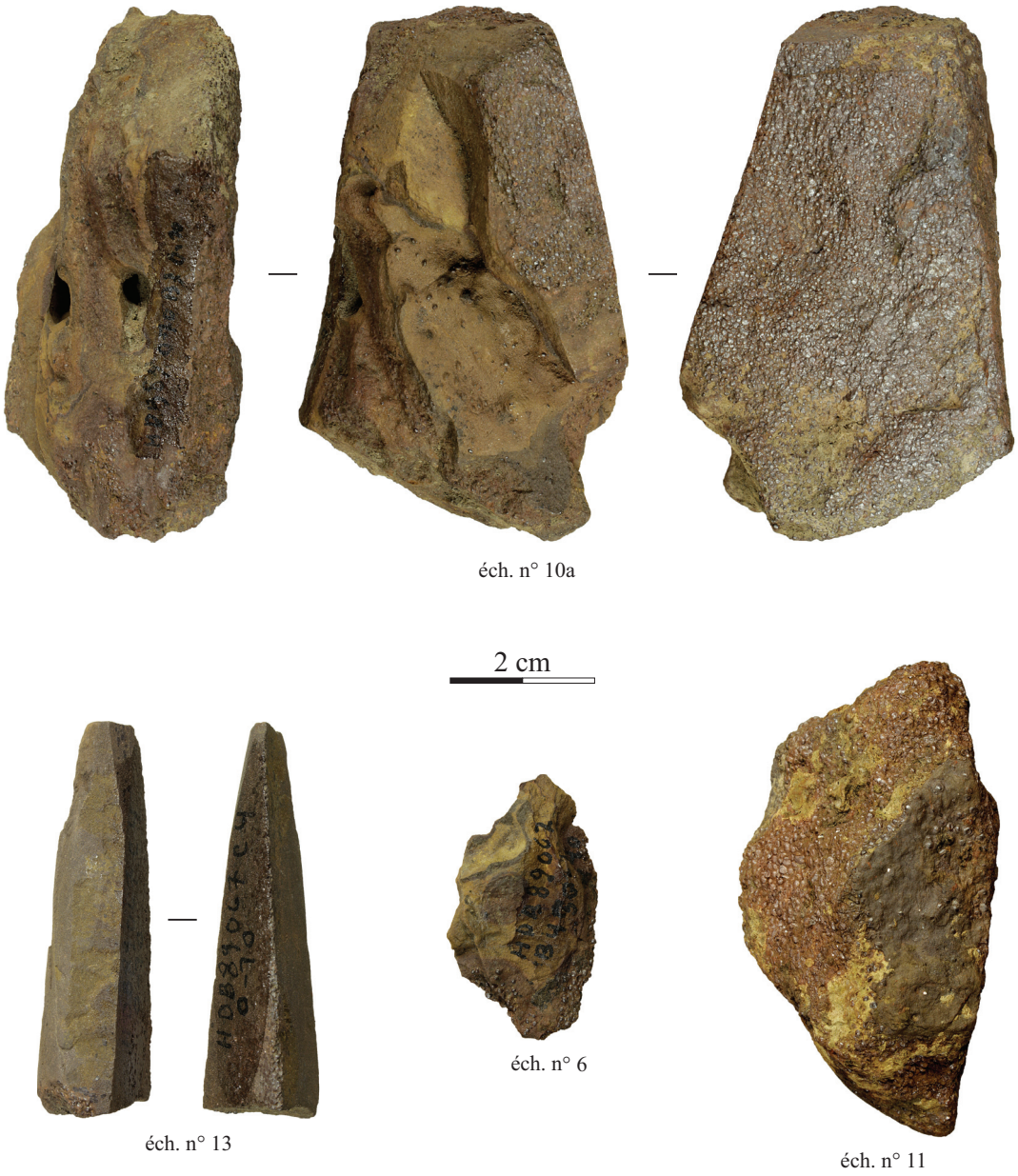


Fig. 14 – Objets en hématite oolithique analysés pour le site de Hollogne « Douze Bonniers ».

2.1.7. Remicourt « En Bia Flo » II

Repéré lors d'un diagnostic en 1996, le site a été fouillé entre septembre 1997 et janvier 1998. L'établissement se compose d'une enceinte palissadée entourant 10 maisons. Une onzième maison, associée à la phase pionnière, se trouve à 130 m hors de l'enceinte, face à l'entrée Est (Fig. 17 ; Bosquet *et al.*, 2004). Les objets en OIS (Fig. 18) sont essentiellement issus de fosses associées à la maison pionnière, mais une fosse de la maison 6 en a également livré deux fragments. À noter dans le remplissage sommital du tronçon du fossé oriental, la présence d'une meule ocrée, associée à un percuteur portant également des traces rouges riches en hématite (Fig. 19 ; Bosquet *et al.*, 1997 ; Hamon & Goemaere, 2007). D'une manière générale, la présence d'outils de broyage ocrés est récurrente sur les sites de Hesbaye, l'étude la plus récente (Hamon & Goemaere, 2007 ; Hamon, 2016 : ce volume) ayant recensé dix meules et 19 molettes portant des résidus de matière colorante rouge. La plupart de ces outils utilisés pour le travail de

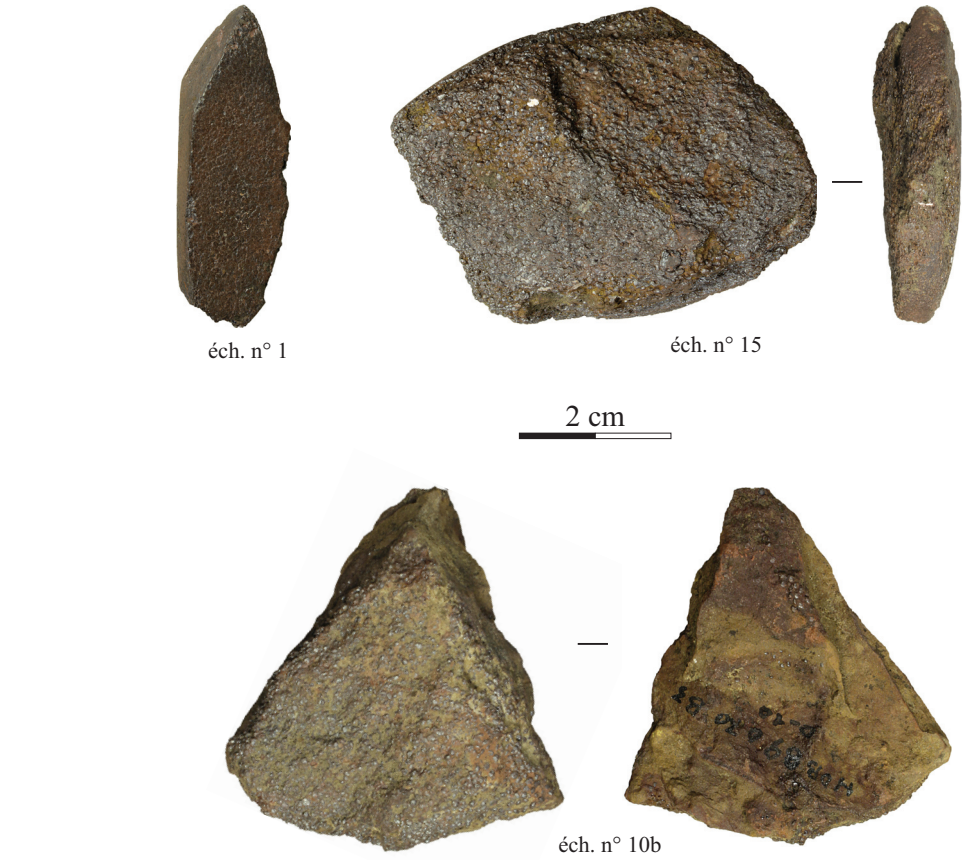


Fig. 15 – Objets en hématite oolithique analysés pour le site de Hollogne « Douze Bonniers » (suite).

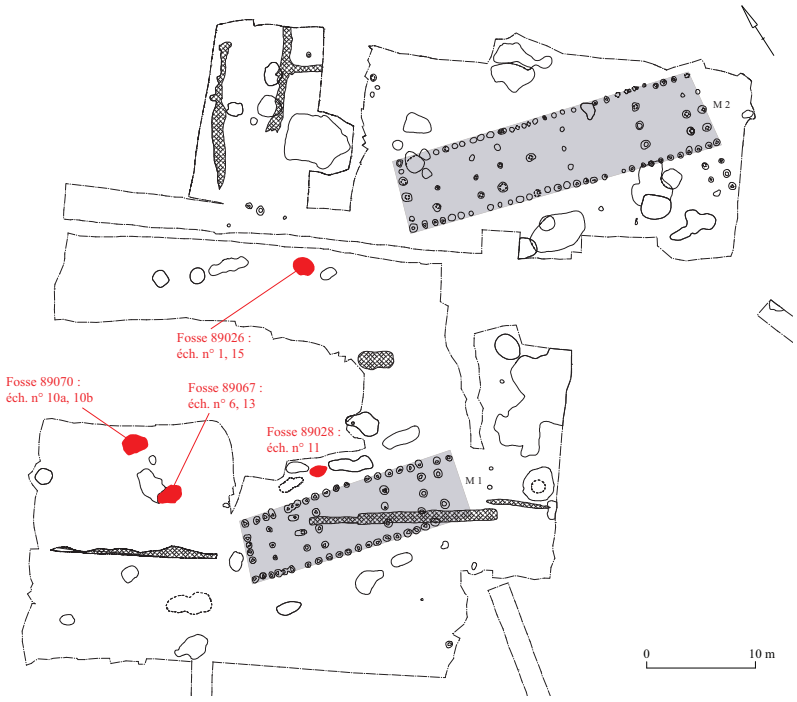


Fig. 16 – Plan de Hollogne « Douze Bonniers » (en rouge, les fosses ayant livré les objets en hématite oolithique sélectionnés pour cette étude ; d'après Jadin, 2003).

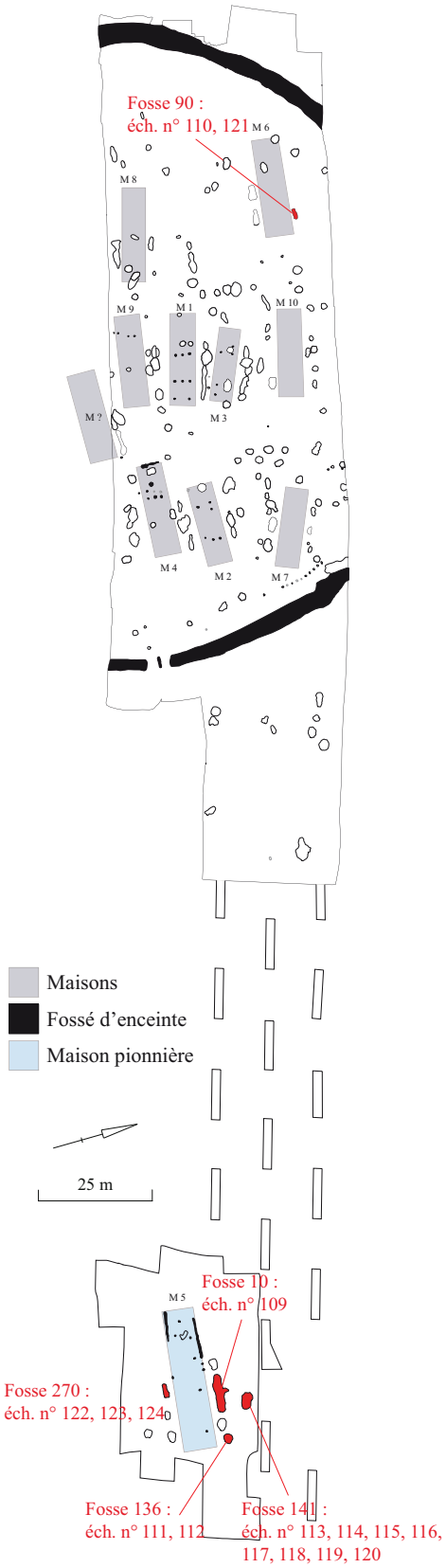


Fig. 17 – Plan de Remicourt « En Bia Flo » II (en rouge, les fosses ayant livré les objets en hématite oolithique analysés ; d'après Bosquet, 2013).

l'hématite sont des fragments d'outils ayant initialement servi au broyage des céréales.

2.1.8. Fexhe-le-Haut-Clocher « Podrî l'Cortri »

Le site de Fexhe-le-Haut-Clocher « Podrî l'Cortri », fouillé sur le tracé du TGV en 1998, comprend 12 maisons dont deux appartiennent à la phase pionnière (Fig. 20 ; Bosquet & Golitko, 2012). Les analyses LA-ICP-MS de la céramique ont révélé, outre une proximité chimique avec les pâtes analysées sur les sites de Remicourt et Waremme « Longchamps », la présence, dans une fosse de la maison pionnière, de tessons de céramique du Limbourg[3] produits hors de Hesbaye (Golitko, 2010 ; Bosquet & Golitko, 2012), sans qu'il soit possible, à ce jour, d'en identifier la provenance.

Les OIS analysées (Fig. 21) proviennent de fosses associées à la maison 1, pionnière, et aux maisons 2, 6 et 10 qui font partie de l'habitat groupé.

2.1.9. Vieux-Waleffe « Framaset »

Fouillé depuis le 19ème siècle (De Puydt, 1896), le site de la « Cité Gaillard » a été réinvesti en 1972 par P. de Menten lors de l'ouverture d'une tranchée pour le gaz (van Berg & de Menten, 1989), puis en 1989 par l'équipe de l'IRSNB (Cahen *et al.*, 1989 ; Jadin, 2003 : 273, 280). Ces fouilles récentes, dispersées sur 1,7 hectares et couvrant une superficie cumulée de 1822 m², ont consisté à réaliser huit tranchées de sondage dont certaines ont été élargies à l'endroit des vestiges découverts. Elles ont livré une trentaine de fosses et quelques trous de poteau. La céramique mise au jour en 1972 a fait l'objet d'une étude détaillée qui a permis d'associer la production de Vieux-Waleffe avec celle de Darion et Oleye (*cf.* § 2.1.1. ; van Berg & de Menten, 1989).

3 Tradition céramique définie originellement par Modderman (1970) qui, bien qu'associée aux contextes et à la céramique rubanés, s'en distingue entre autres par le dégraissant osseux et le répertoire décoratif. Ses producteurs restent difficiles à identifier en l'absence de villages attribuables exclusivement à cette tradition, d'où les débats autour de cette problématique (pour un état de la question récent, voir Vanmonfort *et al.*, 2010 ; Hauzeur, 2009).



Fig. 18 – Quatorze des seize objets en hématite oolithique analysés pour le site de Remicourt « En Bia Flo » II.

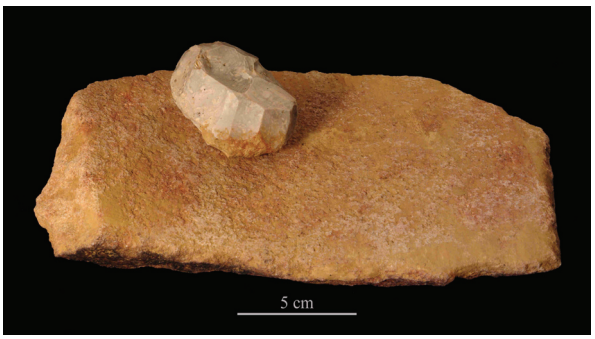


Fig. 19 – Remicourt "En Bia Flo" II : meule et pilon ayant servi à broyer de l'ocre.

Les trois objets en OIS (Fig. 22) proviennent de deux fosses situées à 10 m l'une de l'autre et à 25 m de trois trous de poteau (une tierce ?) mais, vu l'érosion des vestiges et la superposition des différentes époques, il ne fut pas possible de reconstituer une unité d'habitation sur ce site.

2.2. Les sites du Hainaut

À la suite des prospections effectuées par L. Demarez et d'autres découvertes faites par M. Daubechies ou mises au jour à la suite de travaux dont l'établissement de la ligne TGV, 16 sites du

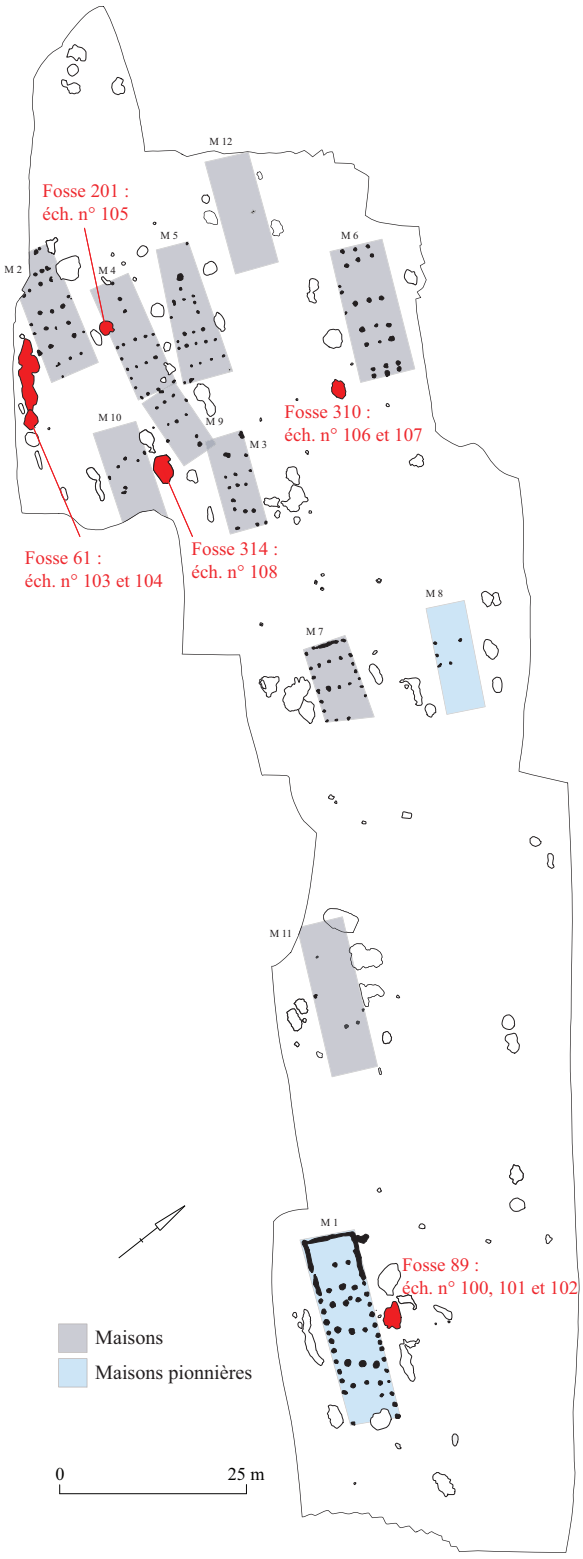


Fig. 20 – Plan de Fexhe-le-Haut-Clocher « Podrî l'Cortri » (en rouge, les fosses ayant livré les objets en hématite oolithique analysés ; d'après Bosquet & Golitko, 2012).

Néolithique ancien sont connus dans le bassin de la Dendre, au sud d'Ath, sur une surface relativement restreinte de 3 x 9 km (Constantin *et al.*, 2009). Sept de ces sites sont rubanés et neufs appartiennent au Groupe de Blicquy (Constantin *et al.*, 2010a, 2010b, 2010c ; Livingstone Smith, 2012). L'intérêt particulier de cette micro-région réside précisément dans la présence, côte à côte, de sites rubanés et blicquiens, situation qui offre l'opportunité d'étudier les relations entre ces deux groupes apparentés sur le plan de la culture matérielle, clairement danubienne, mais dont la chronologie est sujette à des discussions (pour un état de la question voir Jadin, 2003 et Constantin *et al.*, 2010a). Si on ajoute à cela que les sites rubanés du Hainaut ont également livré parmi les plus belles collections de céramique du Limbourg de Belgique (Constantin *et al.*, 2010a), on comprend l'intérêt particulier que revêt toute investigation archéologique susceptible d'alimenter les interprétations sur le fonctionnement économique de ces différents groupes en Hainaut. La détermination de la provenance de l'hématite oolithique et non oolithique, utilisées aussi bien par les Rubanés que par les Blicquiens, pourrait ainsi apporter un élément de compréhension supplémentaire sur les relations éventuelles entre eux.

Comme en Hesbaye, les établissements des sources de la Dendre ont été fouillés de façon très inégale et les quatre sites concernés par les études de matières colorantes sont ceux sur lesquels les fouilles ont été les plus extensives. Il s'agit de trois sites rubanés, « Coron Maton » (I) à Aubechies (Constantin *et al.*, 2010a), « La Petite Rosière » à Ormeignies-Blicquy (Constantin *et al.*, 2010b) et Ormeignies « Le Pilori » (Livingstone Smith, 2012), ainsi qu'un site du Groupe de Blicquy, « La Bonne Fortune » à Irchonwelz (Constantin *et al.*, 2010c : fig. 1).

2.2.1. Ormeignies « Le Pilori »

Fouillé entre 1993 et 1995, le site a livré les vestiges de deux maisons, deux autres bâtiments, plus hypothétiques étant signalés par une série de fosses latérales parallèles (Livingstone Smith, 2012). Ce petit ensemble, qui se trouve à 900 m à peine du site de « Coron Maton » (voir ci-dessous), appartient probablement à un village plus important, situé hors de l'emprise du TGV. Comme sur l'ensemble des sites rubanés du



Fig. 21 – Sept des neufs objets en hématite oolithique analysés pour le site de Fexhe-le-Haut-Clocher « Podrî l'Cortri ».



Fig. 22 – Objets en hématite oolithique analysés pour le site de Vieux-Waleffe « Framaset ».

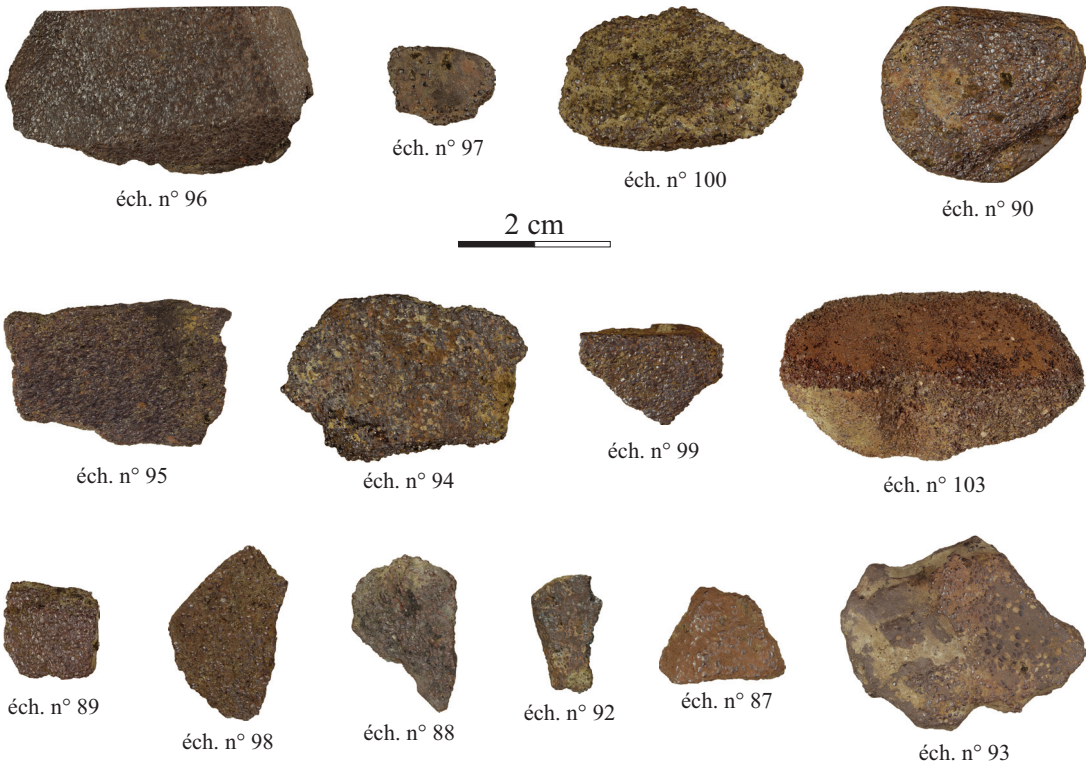


Fig. 23 – Objets en hématite oolithique issus du site d'Ormeignies « Le Pilori ».

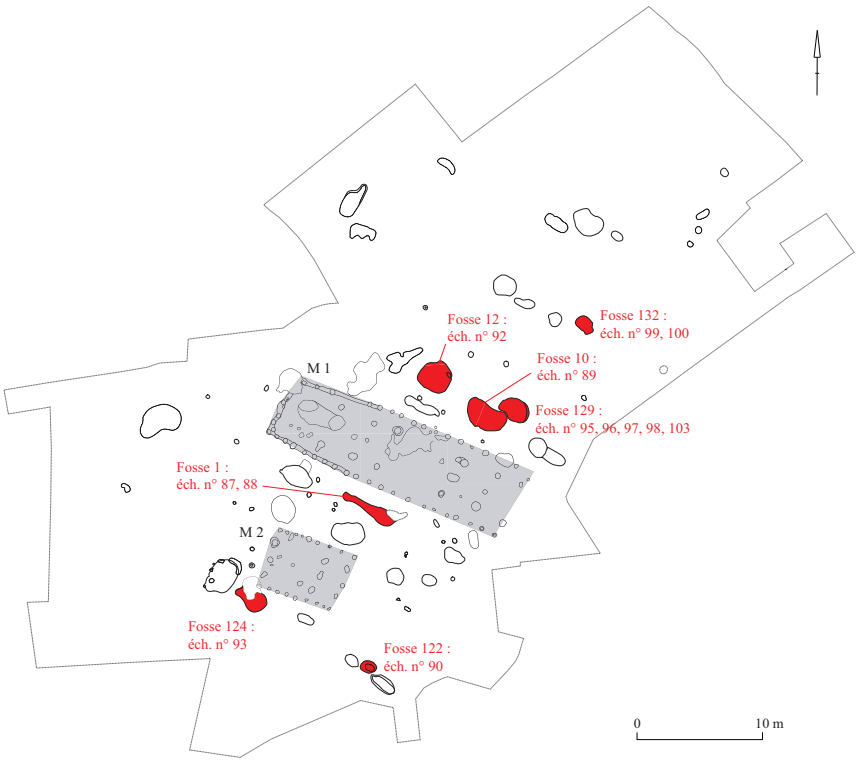


Fig. 24 – Plan d'Ormeignies « Le Pilori » (en rouge, les fosses ayant livré les objets en hématite oolithique analysés ; d'après Livingstone Smith, 2012).

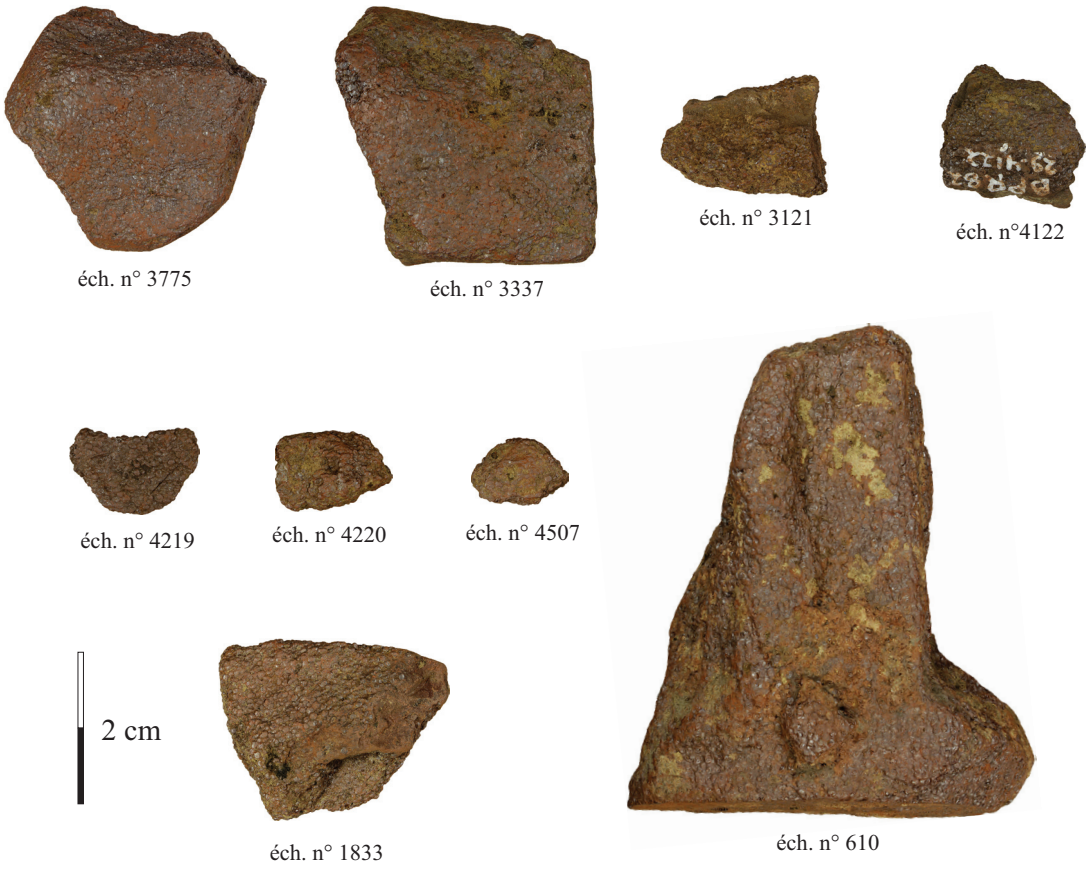


Fig. 25 – Objets en hématite oolithique analysés pour le site de Blicquy « La Petite Rosière ».

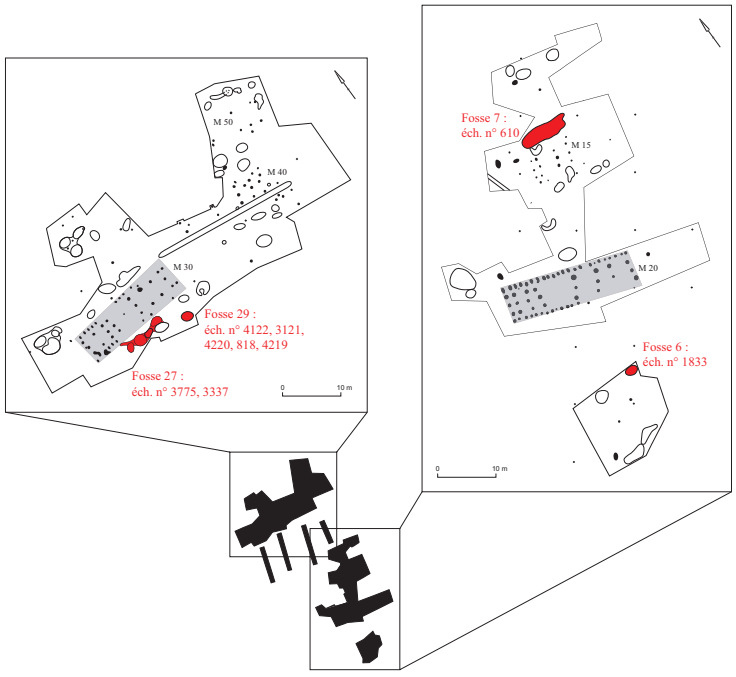


Fig. 26 – Plans de détail de Blicquy « La Petite Rosière » par rapport au plan de fouille général (en rouge, les fosses ayant livré les objets en hématite oolithique analysés ; d'après Constantin *et al.*, 2010b).

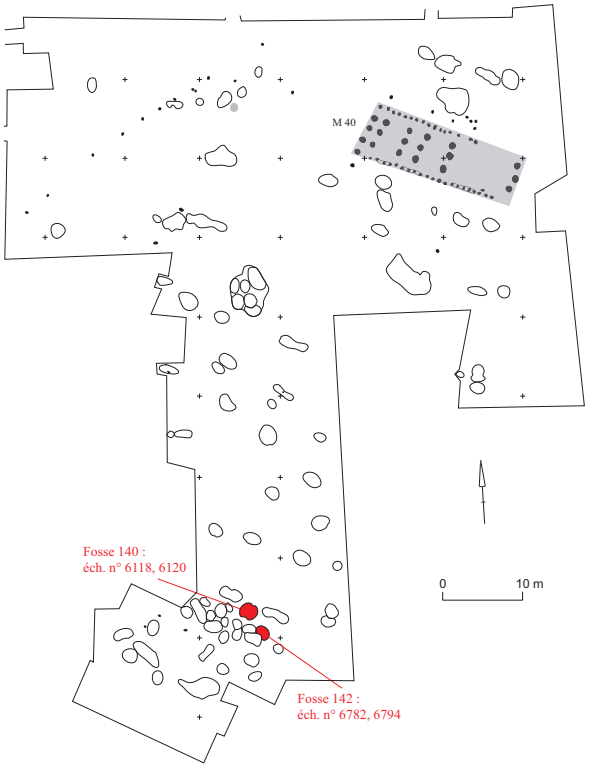


Fig. 27 – Extrait du plan d'Aubechies « Coron Maton » (en rouge, les fosses ayant livré les objets en hématite oolithique analysés, en grisé les structures douteuses ; d'après Constantin *et al.*, 2010a).

Hainaut, la présence d'objets en matières premières exogènes illustre l'insertion du site dans un réseau d'échange à moyenne (silex de Hesbaye) et plus longue distance (roche volcanique de l'Eifel). Le site a fait l'objet d'une étude interdisciplinaire complète (Livingstone Smith, 2012). Un chapitre y est consacré à l'hématite oolithique, le site en ayant livré 16 fragments. Une pièce a notamment été soumise à une analyse en lame mince, les auteurs proposant, à titre d'hypothèse, un âge Famennien inférieur pour le minerai, soit une source distante de 90 km au minimum.

L'étude présentée ici porte sur cinq fragments bruts et un objet travaillé (Fig. 23 : échantillons 89, 90, 94, 95, 96, 100), issus des fosses associées aux maisons 1 et 2 ainsi qu'à l'habitation hypothétique 3 (Fig. 24).

2.2.2. Blicquy « La Petite Rosière »

Découvert en 1978, le site a été fouillé en 1979, 1981 et 1982 (Constantin *et al.*, 2010c) et a livré 44 structures, dont cinq bâtiments attribuables au Rubané final, caractérisé en Hainaut comme en Hesbaye par des décors au peigne basculant. Plus précisément, l'occupation se situerait entre les étapes 2 et 3 du Rubané du Hainaut définies par C. Constantin (2010a-b-c). Comme à « Coron Maton », quelques fosses blicquiennes ont été fouillées à une centaine de mètres des maisons rubanées (Farrugia *et al.*, 1981). Classiquement, la présence de matériaux lithiques exogènes (silex de Hesbaye, amphibolite, phtanite) atteste un maintien du lien avec les populations rubanées de Hesbaye et au-delà.

Les fosses associées aux maisons 15 et 30 ont fourni huit pièces d'hématite oolithique travaillées, une neuvième (Fig. 25 : éch. n° 1833) provenant de la fosse 6 (Fig. 26). Toutes ont été analysées dans le cadre de cette étude.



Fig. 28 – Trois des quatre objets en hématite oolithique analysés dans cette étude pour le site d'Aubechies « Coron Maton »;

2.2.4. Aubechies « Coron Maton »

Le site d'Aubechies a livré 112 structures, dont deux bâtiments, lors de sept campagnes de fouilles entre 1973 et 2002 (Constantin *et al.*, 2010a ; Fig. 27). Le petit nombre de maisons s'explique par un phénomène d'érosion prononcé qui, comme sur le site proche d'Ormeignies « Le Pilori », a fait disparaître les trous de poteaux. Le site connaît une longue occupation qui s'étend des étapes IIb à IId de Modderman (1970), prolongée ici par l'utilisation, dans la réalisation des décors céramiques, de peigne en impressions basculantes caractéristiques de l'étape finale du Rubané belge ou phase IId+ (Modderman, 1970 ; Jadin, 2003). Aux vestiges rubanés s'additionnent 17 fosses blicquiennes et, fait particulier, une petite série d'objets blicquiens ont par ailleurs été trouvés dans les fosses rubanées, ce qui a donné lieu à diverses interprétations pour le moins antagonistes (pour un résumé, Constantin *et al.*, 2010a), qui ne seront pas abordées dans le cadre de cette contribution. Comme sur les autres sites du Hainaut, les matériaux lithiques exogènes sont bien représentés, illustrant des échanges avec la Hesbaye (silex), le Brabant (phtanite) et la Rhénanie (amphibolite).

Trois pièces en hématite oolithique brute et une travaillée (Fig. 28) ont été analysées, issues des fosses 140 et 162 bordant la maison la plus érodée (Fig. 27).

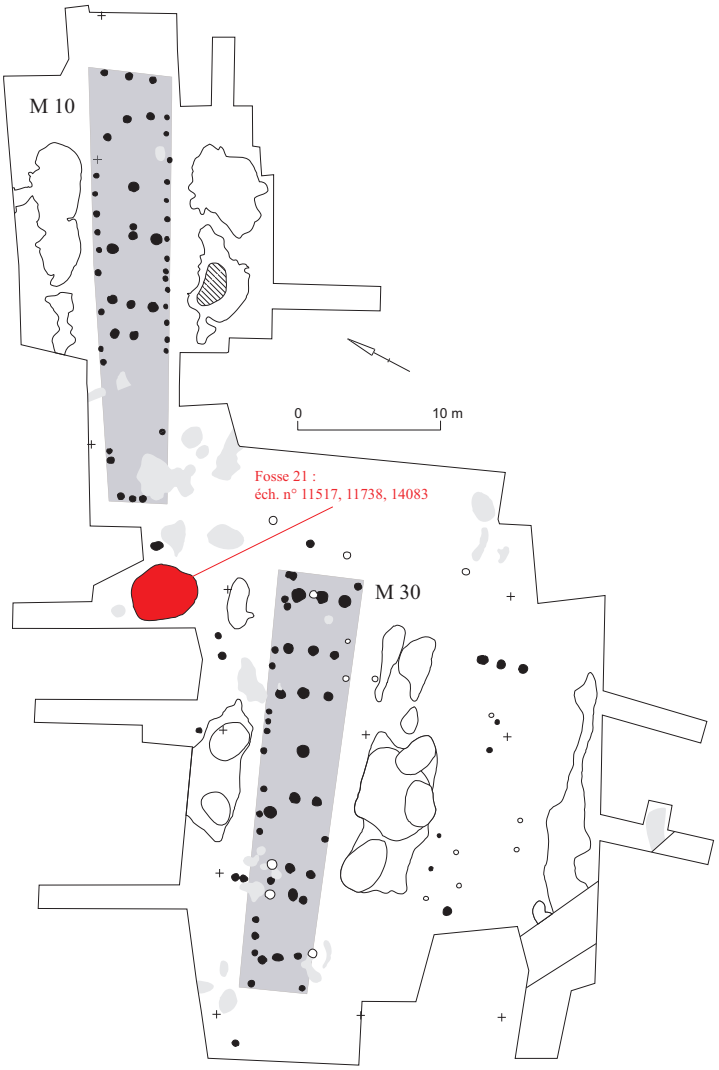


Fig. 29 – Plan d'Irchonwelz « La Bonne Fortune » (en rouge, la fosse ayant livré les objets en hématite oolithique analysés ; d'après Constantin *et al.*, 2010c).

2.2.3. Irchonwelz « La Bonne Fortune »

Essentiellement fouillé en 1978, 1980 et 1983, le site d'Irchonwelz a livré 21 structures du Groupe de Blicquy, dont 3 bâtiments diversement conservés (Fig. 29), qui appartiennent à l'étape initiale de l'occupation de cette culture en Hainaut telle qu'établie par C. Constantin (1985, 2010c) à partir de l'analyse typo-chronologique des formes céramiques. Tout comme sur les sites rubanés, l'industrie en silex témoigne d'échanges non seulement avec la Hesbaye, mais aussi avec le Bassin parisien (silex bartonien), la découverte la plus remarquable étant une série de quatre bracelets en roche verte dont l'origine, malgré deux études pétrographiques et une analyse en diffractométrie, reste incertaine : Alpes, Massif central, Massif armoricain, Vosges, Saxe, Thuringe (Constantin *et al.*, 2010c)...

Trois pièces d'hématite oolithique (Fig. 30) ont été analysées, provenant de la fosse 20, située entre les maisons 10 et 30.

3. Discussion : l'hématite, un matériau rare et « précieux » ?

Tous les sites rubanés et Blicquy-VSG de Belgique livrent de l'hématite oolithique, mais le nombre d'objets et leur morphologie varie souvent significativement d'un site à l'autre et à l'intérieur d'un même site : objets bruts et/ou travaillés, grands et/ou petits et associés ou non avec des objets en hématite non oolithique. Cependant, quelle que soit la situation, cette présence demeure très discrète en comparaison des autres témoins matériels que sont la céramique et le lithique. Il faudrait cependant se garder de conclure trop rapidement que l'hématite oolithique n'était pas un matériau, sinon usuel, au moins d'usage relativement courant et pouvant intervenir quotidiennement dans une large palette d'activités intégrées aux systèmes technique et symbolique des Rubanés (Hamon *et al.*, 2016 : ce volume). L'hématite oolithique est en effet sous-représentée pour d'autres raisons que son éventuelle rareté. La plus évidente est que, souvent utilisée sous forme de poudre, elle est imperceptible dans les contextes détritiques, à supposer qu'elle y soit présente. De la même façon, sa fabrication ne laissait probablement que très peu, voire pas de déchet. Dans le cas du broyage, traitement avéré en contexte rubané, on peut supposer que les morceaux bruts étaient intégralement réduits en poudre. En fouille ne nous parviendraient alors que les rares petits fragments ayant échappé au traitement. Le cas des pièces facettées est plus délicat à interpréter. On peut penser qu'il s'agissait également d'obtenir une poudre, éventuellement plus fine que celle issue du broyage, mais une utilisation comme « crayon », pour tracer directement sur un support, est aussi envisageable, de même qu'ont pu exister des outils en hématite, tels que des lissoirs ou des aiguisoirs (Hamon *et al.*, 2016 : ce volume). Quel que soit l'usage, la taille du morceau d'hématite devait alors jouer un rôle important, celui-ci étant soit tenu en main – ou entre deux doigts au minimum – soit éventuellement emmanché. Les objets facettés qui nous parviennent en fouille seraient alors ceux qui, devenus trop petits, auraient été rejetés dans les fosses à moins qu'ils aient aussi été broyés, d'où, encore une fois, leur rareté en contexte détritique.



Fig. 30 – L'échantillon n° 11738 en hématite oolithique analysé pour le site d'Irchonwelz « La Bonne Fortune », fouillé entre 1978 et 1983.

Les analyses de provenance réalisées (Goemaere *et al.*, 2016 : ce volume) permettent de localiser une zone d'à peine 3 km entre Loyable et Amay dans laquelle affleurent les couches d'âge Famennien inférieur du flanc sud du Synclinorium de Namur d'où sont originaires les OIS archéologiques de Hesbaye, des sources de la Dendre et du Limbourg néerlandais. Ce sont des gisements assez peu nombreux, plutôt minces (au contraire des gisements bas-normands plus épais ; Billard *et al.*, 2016 : ce volume) et à couches fortement inclinées, mais renfermant des hématites oolitiques plus homogènes que

celles du flanc nord, critère apparemment dominant dans le choix des néolithiques. Pour les Rubanés de Hesbaye, on est donc à moins d'une journée de marche des villages les plus proches, ce qui revient à dire qu'une fois les couches repérées, c'était un matériau facile à se procurer. Pour les populations des sources de la Dendre et du Limbourg néerlandais les distances étaient nettement plus grandes (respectivement 100 km et 60 km). Cependant, dans la mesure où ces sites livrent les mêmes témoins et en quantités comparables que les sites proches des gisements, il semble que l'accès de ces groupes à la ressource, qu'il soit direct ou indirect via les populations de Hesbaye, en a été peu affecté. Ceci n'a rien d'étonnant car d'autres matériaux lithiques voyagent entre ces zones d'implantations, la Hesbaye et d'autres régions parfois plus lointaines : silex, roches volcaniques, phtanite, grès, schiste...

Ainsi, dans l'état actuel de nos connaissances, il ne semble pas que l'hématite ait été un matériau de prestige ou « précieux », même si on peut postuler qu'après une sélection exigeante à la source, son usage était parcimonieux car, bien que relativement facile à se procurer, il n'était pas aussi ubiquiste que d'autres matériaux usuels, notamment le silex. Il est vraisemblable, en revanche, que l'hématite oolithique ait joué, au quotidien, un rôle important dans les sphères techniques et symboliques des populations néolithiques, mais laissant peu de traces perceptibles en fouille.

Bibliographie

ALLARD P., 2005. *L'industrie lithique des populations rubanées du nord-est de la France et de la Belgique*. Rahden, Verlag Marie Leidorf, Internationale Archäologie, **86** : 242 p., 151 pl.

ALLARD P., HAMON C., BONNARDIN S., CAYOL N., CHARTIER M., COUDART A., DUBOULOZ J., GOMART L., HACHEM L., ILETT M., MEUNIER K., MONCHABLON C. & THÉVENET C., 2013. Linear pottery domestic space: taphonomy, distribution of finds and economy in the Aisne valley settlements. *In* : P. ALLARD, C. HAMON & M. ILETT (dir.), *Actes de la Table ronde "The domestic space in LBK settlements", Maison de l'archéologie et de l'ethnologie René Ginouves, Nanterre, 5-7.10.2010*, Rahden, Verlag Marie Leidorf, Internationale Archäologie (Arbeitsgemeinschaft Symposium Tagung Kongress), **17** : 9-28.

BILLARD C., SAVARY X., DUPRET L. & HAMON C. , 2016. Premières données sur l'exploitation de l'hématite en Basse-Normandie durant la préhistoire récente : ses contextes archéologiques et géologiques, son insertion dans le cadre de la néolithisation de l'ouest du Passin parisien. *In* : C. BILLARD *et al.* (éd.), *Autour de l'hématite / About haematite. Actes de / Acts of Jambes, 7-8/02/2013, Volume 1*, Liège, ERAUL, **143** – *Anthropologica et Præhistorica*, **125/2014** : 63-87.

BLOUET V., KLAG Th., PETITDIDIER M.-P., THOMASHAUSEN T., avec la collaboration de CONSTANTIN C. & ILETT M., 2013. *Le Néolithique ancien en Lorraine – Étude typochronologique de la céramique*. Paris, Société préhistorique française, Mémoires, **LV** : 2 vol.

BONNARDIN S., 2009. *La parure funéraire du Néolithique ancien dans les bassins parisien et rhénan*. Paris, Société préhistorique française, Mémoires, **XLIX** : 322 p., 163 ill.

BOSQUET D., 1992. *Les enceintes rubanées de Belgique : interprétations et reconstitutions en trois dimensions des entrées de Darion et Waremme-Longchamps*. Bruxelles, Mémoire de Licence, Université Libre de Bruxelles, 2 vol.

BOSQUET D., 2013. Chronological signification of Linear Pottery waste assemblages and waste management at the village scale: spatial analysis of Remicourt "En Bia Flo" II (Liège province, Belgium). *In* : P. ALLARD, C. HAMON & M. ILETT (dir.), *Actes de la Table ronde "The domestic space in LBK settlements", Maison de l'archéologie et de l'ethnologie René Ginouves, Nanterre, 5-7.10.2010*, Rahden, Verlag Marie Leidorf, Internationale Archäologie (Arbeitsgemeinschaft Symposium Tagung Kongress), **17** : 29-42.

BOSQUET D. & FOCK H., 1996. Vestiges rubanés à Waremme-*Vinâve*. *Notae Praehistoricae*, **16/1996** : 151-154.

BOSQUET D., FOCK H., GOFFIOUL C., PREUD'HOMME D. & MARCHAL J. Ph., 2004. La néolithisation en Hesbaye (Belgique) : apport des fouilles récentes (1996-1999) sur le tracé du TGV oriental et le domaine militaire d'Alleur. *In* : *Sections 9 et 10. Néolithique et âge du cuivre. Actes du XIV*ème *Congrès UISPP* (Liège, 2-8 septembre 2001). Oxford: Archaeopress, BAR International Series, **S1303** : 81-94.

BOSQUET D., FOCK H. & LIVINGSTONE SMITH A., 2005. La chaîne opératoire de la céramique rubanée : essai de reconstitution sur le matériel de la fosse 10 du site de Remicourt « En Bia Flo » II. *In* : A. LIVINGSTONE SMITH, D. BOSQUET & R. MARTINEAU (dir.), *Section 2. Archéométrie. Colloque 2.1. "Pottery Manufacturing Processes : reconstruction and Interpretation", Actes du XIV*ème *Congrès UISPP (Liège, 2-8 septembre 2001)*, Oxford, BAR International Series, **S1349** : 103-114.

BOSQUET D. & GOLITKO M., 2012. Highlighting and characterizing the pioneer phase of the Hesbayan LBK (Liege Province, Belgium). *In* : S. WOLFRAM, H. STÄUBLE, M. CLADDERS & Th. TISCHENDORF (dir.), *Siedlungsstruktur und Kulturwandel in der Bandkeramik, Beitrage der Internationale Tagung "Neue Fragen zur Bandkeramik oder Alles beim Alten ?!", Leipzig, 23-24 September 2010.* Dresden, Landesmat für Archäologie, Arbeits- und Forschungsberichte zur sächsischen Bodendenkmalpflege, **25** : 91-106.

BOSQUET D., GOLITKO M. & SALAVERT A., 2008 Une phase pionnière à l'origine du peuplement rubané de la Hesbaye liégeoise (Belgique). *In* : M. ILETT, L. BURNEZ-LANOTTE & P. ALLARD (dir.), *Fin des traditions danubiennes dans le Néolithique du Bassin parisien et de la Belgique (5100-4700 BC). Autour des recherches de Claude Constantin, Actes du Colloque de Namur (24-25 Novembre 2006)*. Paris, Société préhistorique française, Mémoires, **XLIV** : 301-315.

BOSQUET D., PREUD'HOMME D., FOCK H. & GOFFIOUL C., 1997. Découverte d'un village rubané fossoyé à Remicourt au lieu-dit *En Bia Flo*. *Notae Praehistoricae*, **17/1997** : 103-110.

BOSQUET D., REGERT M., DUBOIS N. & JADIN I., 2001. Identification de brai de bouleau sur quatre vases du site rubané de Fexhe-le-Haut-Clocher « Podrî l'Cortri ». Premiers résultats. *Notae Praehistoricae*, **21/2001** : 119-127.

BOSQUET D., SALAVERT A. & GOLITKO M., 2010. Signification chronologique des assemblages détritiques rubanés : apports des données anthracologiques, typologiques et stratigraphiques sur trois sites de Hesbaye (province de Liège, Belgique) / Chronological signification of LBK waste assemblages: the contribution of anthracological, typological and stratigraphic data from three LBK sites in the Hesbaye (Liège Province, Belgium). *In* : I. THÉRY-PARISOT, L. CHABAL & S. COSTAMAGNO (éd.), *Taphonomie de la combustion des résidus organiques et des structures de combustion en contexte archéologique*, Actes de la table ronde, 27-29 mai 2008, CEPAM / *The taphonomy of burned organic residues and combustion features in archaeological contexts*, Proceedings of the round table, May 27-29 2008, CEPAM. *P@lethnology*, **2** : 39-58.

BROES F. & BOSQUET D., 2007. Fabrication d'outils de terrassier et creusement des fossés rubanés : de la théorie à la pratique. *Notae Praehistoricae*, **27/2007** : 131-149.

BURNEZ-LANOTTE L., 2010. Acquérir, transformer ou consommer les matériaux siliceux au Rubané : problématiques et approche contextuelle du site de Verlaine « Petit Paradis » (Hesbaye, Belgique). *Bulletin du Cercle Archéologique Hesbaye-Condroz*, **XXX** : 175-203.

BURNEZ-LANOTTE L. & ALLARD P., 2013. Stratigraphic relationships, chronological and spatial correlation of activities: one domestic unit in the blade producer settlement of Verlaine "Petit Paradis" (Hesbaye, Belgium). *In* : P. ALLARD, C. HAMON & M. ILETT (dir.), *Actes de la Table ronde "The domestic space in LBK settlements", Maison de l'archéologie et de l'ethnologie René Ginouves, Nanterre, 5-7.10.2010*, Rahden, Verlag Marie Leidorf, Internationale Archäologie (Arbeitsgemeinschaft Symposium Tagung Kongress), **17** : 141-154.

CAHEN D., CASPAR J.-P. & OTTE M., 1986. *Industries lithiques danubiennes de Belgique.* Liège, Études et recherches archéologiques de l'Université de Liège (ERAUL), **21** : 89 p., 38 figs, 14 tab.

CAHEN D., DEMAREZ L. & VAN BERG P.-L., 1979. Néolithique rubané de faciès omalien à Blicquy. *Archeologia Belgica*, **231** : 25-29.

CAHEN, D. & JADIN, I., 1996. Économie et société dans le Rubané récent de Belgique. *Bulletin de la Société préhistorique française*, **93** (1) : 55-62.

CAHEN D., KEELEY L. H., CORNELISSEN E., DERAMAIX I., GRATIA H., TROCKI P. & JADIN I., 1989. Découvertes récentes aux limites occidentales du Rubané de Hesbaye : Oleye, Waremme-Longchamps, Hollogne-sur-Geer et Vieux-Waleffe. *Notae Praehistoricae*, **9/1989** : 73-78.

CAHEN D., KEELEY L. H., VAN BERG P.-L. & JADIN I.,

1990. Trois villages fortifiés du Rubané récent en Hesbaye liégeoise. *In* : D. CAHEN & M. OTTE (éd.), *Rubané et Cardial. Actes du Colloque de Liège (Liège, novembre 1988)*. Liège, Études et Recherches Archéologiques de l'Université de Liège (ERAUL), **39** : 125-146.

CAUWE N., DERAMAIX I. & JADIN I., 1990. Seconde campagne de fouilles à Hollogne-*Douze Bonniers*. *Notae Praehistoricae*, **10/1990** : 55-59.

CASPAR J.-P., 1988. *Contribution à la tracéologie de l'industrie lithique du Néolithique ancien dans l'Europe nord-occidentale*. Thèse de Doctorat, Université catholique de Louvain, Louvain-la-Neuve, 2 vols.

CHEVALIER A., BOSQUET D., avec la collaboration de FOCK H. et GOFFIOUL C., 2010. Apports de l'analyse des phytolithes en contexte détritique rubané : résultats obtenus sur cinq sites de Hesbaye liégeoise (Belgique). *In* : I. THÉRY-PARISOT, C. DELHON & S. THIÉBAULT (dir.), *Des hommes et des plantes : Exploitation du milieu et gestion des ressources végétales de la Préhistoire à nos jours, Actes du XXX*ème *colloque International d'Archéologie et d'Histoire d'Antibes, Antibes-Juan-les-Pins, 22-24 octobre 2009*. Antibes/Juan-les-Pins, APCDA : 31-66.

CONSTANTIN C., 1985. *Fin du Rubané, céramique du Limbourg et post-Rubané. Le Néolithique le plus ancien en Bassin parisien et en Hainaut*. Oxford, BAR, International Series, **273**, vols I-II.

CONSTANTIN C., DEMAREZ L. & DAUBECHIES M., 2009. Le complexe de sites du Néolithique ancien du bassin de la Dendre : implantation dans l'environnement naturel. *Bulletin de la Société royale belge d'études géologiques et archéologiques « Les Chercheurs de la Wallonie »*, **48** : 43-53.

CONSTANTIN C., ALLARD P. & DEMAREZ L., avec la collaboration de AUXIETTE G., BAKELS C., FIRMIN G., KRAUSZ S., LUNDSTRÖM-BAUDAIS K., MUNAUT A.-V., PERNAUD J.- M. & SALAVERT A., 2010a. Le site rubané d'Aubechies « Coron Maton » (Hainaut). Fouilles de 1984 à 2002. *Bulletin du Cercle Archéologique Hesbaye-Condroz*, **XXX** : 5-112.

CONSTANTIN C., DERAMAIX I. & DEMAREZ L., avec la collaboration de BAKELS C., KRAUSZ S. & SALAVERT A., 2010b. Le site rubané de Ormeignies-Blicquy « La Petite Rosière » (Hainaut). *Bulletin du Cercle Archéologique Hesbaye-Condroz*, **XXX** : 113-174.

CONSTANTIN C., LANCHON Y., FARRUGIA J.-P., DEMAREZ L. & DAUBECHIES M., avec la collaboration de BAKELS C., HACHEM L., LUNDSTROM-BAUDAIS K., OHNENSTETTER M., SALAVERT A. & SANTALIER D., 2010c. Le site blicquyen d'Irchonwelz « La Bonne Fortune » (Hainaut). Fouilles de 1983. *Bulletin du Cercle Archéologique Hesbaye-Condroz*, **XXX** : 245-281.

COUDART A., 1998. *Architecture et société néolithique : l'unité et la variance de la maison danubienne*. Paris, La Maison des Sciences de l'Homme, Documents d'archéologie française, **67** : 242 p.

DE PUYDT M., 1896. Compte rendu des fouilles exécutées par MM. Davin-Rigot et M. De Puydt dans les fonds de cabanes néolithiques en 1894 et 1895. *Bulletin de la Société d'Anthropologie de Bruxelles*, **XIV/1895-1896** : 300-322.

FARRUGIA J.-P., CONSTANTIN C., DUBOULOZ J. & DEMAREZ C., 1981. Fosse du Groupe de Blicquy à Ormeignies-Blicquy (Hainaut), La Petite Rosière. *In* : *Les fouilles protohistoriques dans la vallée de l'Aisne*, **9** : 297-318.

FRÉBUTTE Ch. & MARCHAL J.-P., 1998. Implantation du Rubané récent au lieu-dit « Ferme de l'Abbaye » à Donceel (province de Liège). *Notae Praehistoricae*, **18/1998** : 123-129.

GOEMAERE É., SALOMON H., QUERRÉ G., MATHIS F., DREESEN D., HAMON C., CONSTANTIN C., BOSQUET D., WIJNEN J. & JADIN I., 2016. Caractérisation physico-chimique et recherche des provenances des hématites oolithiques des sites du Néolithique ancien de Hesbaye (Province de Liège, Belgique) et des sites néolithiques des sources de la Dendre (province du Hainaut, Belgique). *In* : C. BILLARD *et al.* (éd.), *Autour de l'hématite / About haematite. Actes de / Acts of Jambes, 7-8/02/2013, Volume 1*, Liège, ERAUL, **143** - *Anthropologica et Præhistorica,* **125/2014** : 153-191.

GOLITKO M., 2010. *Warfare and Alliance Building during the Belgian Early Neolithic, late sixth Millennium BC*. PhD Thesis, University of Illinois, Chicago.

GOMART L., 2012. *Traditions techniques et productions céramiques au Néolithique ancien : étude de huit sites rubanés du nord-est de la France et*

de la Belgique. Université de Paris 1, Thèse de Doctorat : 490 p.

HACHEM L., 2011. *Le site néolithique de Cuiry-les-Chaudardes - I. De l'analyse de la faune à la structuration sociale*. Rahden, Verlag Marie Leidorf, Internationale Archäologie, **120** : 552 p., 153 ill.

HAMON C., 2006. *Broyage et abrasion au Néolithique ancien. Caractérisation technique et fonctionnelle des outillages en grès du Bassin parisien*. Oxford, Archaeopress, BAR International Series, **S1551** : 342 p.

HAMON C. & GOEMAERE É., 2007. Outils de broyage et outils d'abrasion en contexte rubané de Hesbaye : premiers résultats d'une analyse techno-fonctionnelle. *Notae Praehistoricae*, **27/2007** : 109-119.

HAMON C., BILLARD C., BOSQUET D., CONSTANTIN C. & JADIN I., 2016. Usages et transformation de l'hématite dans le Néolithique ancien d'Europe du Nord-Ouest. *In* : C. BILLARD *et al.* (éd.), *Autour de l'hématite / About haematite. Actes de / Acts of Jambes, 7-8/02/2013, Volume 1*, Liège, ERAUL, **143** - *Anthropologica et Præhistorica*, **125/2014** : 45-61.

HAUZEUR A., CASPAR J.-P., VAN ASSCHE M., DOCQUIER J., BIT R. & TROMME F., 1992. Vaux-et-Borset « La Chapelle Blanche » : habitat rubané et vestiges protohistoriques. *Notae Praehistoricae*, **11/1991** : 67-76.

HAUZEUR A., 2009. First Appearance of Pottery in Western Europe: The Questions of La Hoguette and Limburg Ceramics. *In* : D. GHEORGHIU (éd.), *Early Farmers, Late Foragers, and Ceramic Traditions: On the Beginning of Pottery in the Near East and Europe*, Cambridge, Cambridge Scholars Publishing : 167-188.

ILETT M. & MEUNIER K., 2013. Avant-propos. *Bulletin de la Société préhistorique française*, **110** (3 / juillet-septembre 2013) : 415-420.

JADIN I., 1999. *Trois petits tours et puis s'en vont... La fin de la présence danubienne en Moyenne Belgique*. 1ère éd., Institut royal des Sciences naturelles de Belgique, Bruxelles : 724 p.

JADIN I., 2003. *Trois petits tours et puis s'en vont... La fin de la présence danubienne en Moyenne Belgique*. Avec la participation, par ordre alphabétique, de D. Cahen, I. Deramaix, A. Hauzeur, J. Heim, A. Livingstone Smith et J. Verniers. Liège, 2e édition, Études et Recherches Archéologiques de l'Université de Liège (ERAUL), **109** : 726 p.

JADIN I. & CAHEN D., 1998. Wells, Cisterns and Water Managment in the Hesbaye Linear Pottery Culture (Belgium). *In* : H. KOSCHIK (éd.), Brunnen der Jungsteinzeit, Internationales Symposium (Erkelenz 27-29 oktober 1997). Koln, Materialen zur Bodendenkmalpflege im Rheinland, **11** : 125-137.

JADIN I., KEELEY L., CAHEN D. & GRATIA H., 1989. Omaliens et Blicquiens face à face. Fouille d'urgence d'un établissement et d'une sépulture du Groupe de Blicquy à Darion-*Colia* (Geer, prov. de Liège). *Notae Praehistoricae*, **9/1989** : 61-68.

KEELEY L. H., BOSQUET D., QUICK R. S., JADIN I. & GOLITKO M., 2005. Nouvelles fouilles sur le site rubané de Waremme-*Longchamps*. Rapport de la campagne 2005. *Notae Praehistoricae*, 2**5/2005** : 153-161.

LIVINGSTONE SMITH A. (dir.), 2012. *Habitat du Néolithique ancien en Hainaut occidental (Ath et Belœil, Belgique) : Ormeignies « Le Pilori » et Aubechies « Coron Maton »*. Namur, Études et Documents (Archéologie), **18** : 278 p.

LODEWIJCKX M., 1990. Les deux sites rubanés de Wange et Overhespen (Belgique, prov. Brabant). *In* : D. CAHEN & M. OTTE (éd.), *Rubané et Cardial. Actes du Colloque de Liège, novembre 1988*. Liège, Études et Recherches Archéologiques de l'Université de Liège, **39** : 105–116.

LODEWIJCKX M., 1988. *Het Neolithicum in Noord-Haspengouw: problematiek en onderzoeksresultaten*. Doctoraatsverhandeling, Katholieke Universiteit Leuven, Louvain, 4 vol. : 306 p., 633 p., 14 p. + 202 fig.

MARCHAL J.-Ph., 1998. Sauvetage sur un site rubané à Alleur - *Domaine Militaire*, *Notae Praehistoricae*, **18/1998** : 107-117.

MARCHAL J.-Ph., 2001. Geer/Darion : sondages préventifs sur le site de « Colia ». *Chronique de l'Archéologie wallonne*, **9/2001** : 140-142.

MODDERMAN P. J. R., 1970. *Linearbandkeramik aus Elsloo und Stein*. Leiden, Analecta Praehistorica Leidensia, **3** : 218 p.

QUICK R. S., BOSQUET D., KEELEY L. H., JADIN I. &

GOLITKO M., 2005. A Large Area Geophysical Survey at Waremme-Longchamps: A Fortified Linienbandkeramik Site in Liège Province, Belgium. *Notae Praehistoricae*, **25/2005** : 145-152.

ROOSENS H., 1961. Rosmeer: Bandkeramische nederzetting. *Archéologie*, **1** : 519–520.

SALAVERT A., 2008. Analyse anthracologique de Remicourt « en Bia Flo II » (Rubané, Hesbaye). Résultats préliminaires. *In* : M. ILETT, L. BURNEZ-LANOTTE & P. ALLARD (dir.), *Fin des traditions danubiennes dans le Néolithique du Bassin parisien et de la Belgique (5100-4700 BC). Autour des recherches de Claude Constantin. Actes du Colloque de Namur, (Namur, 24-25 Novembre 2006).* Paris, Société préhistorique française, Mémoires, **XLIV** : 317-326.

SALAVERT A., 2010. *Apport de l'archéobotanique à la compréhension des sociétés néolithiques. Analyses anthracologiques et carpologiques de neuf sites rubanés de Moyenne Belgique*. Thèse de Doctorat, Université de Paris I – Panthéon-Sorbonne, Paris.

SCHIMMELPFENNIG D., 2011. La circulation du silex belgo-néerlandais. *In* : A. HAUZEUR, I. JADIN & C. JUNGELS (dir.), *5000 ans avant J.-C., La grande migration ? Le Néolithique ancien dans la Collection Louis Éloy*. Catalogue d'exposition du Musée de Préhistoire de Ramioul, Collection du Patrimoine culturel, n° **3**, [Bruxelles], Fédération Wallonie-Bruxelles : 78-79.

STÄUBLE H., 2013. What you see is what it was? *In* : P. ALLARD, C. HAMON & M. ILETT (dir.), *Actes de la Table ronde "The domestic space in LBK settlements", Maison de l'archéologie et de l'ethnologie René Ginouves, Nanterre, 5-7.10.2010*, Rahden, Verlag Marie Leidorf, Internationale Archäologie (Arbeitsgemeinschaft Symposium Tagung Kongress), **17** : 231-245.

TOUSSAINT M. & TOUSSAINT G., 1982. Pétrographie et paléographie des herminettes omaliennes de Hesbaye. *Bulletin de la Société royale belge d'études géologiques et archéologiques « Les Chercheurs de la Wallonie »*, **25** : 503-570.

VAN BERG P.-L., 1987. Rubané récent de Hesbaye : signatures récurrentes de maîtres potiers. *Bulletin de la Société royale belge d'Anthropologie et de Préhistoire*, **98** : 197-222.

VAN BERG P.-L., 1988. *Le poinçon, le peigne et le code. Essai sur la structure du décor céramique dans le Rubané récent du nord-ouest*. Thèse de Doctorat, Université de Liège, 4 vols : 600 p. et 280 pl.

VAN BERG P.-L. & de MENTEN de HORNE P., 1989. Nouvelle identification d'un potier rubané en Hesbaye. Une série de 32 vases. *Notae Praehistoricae*, **9/1989** : 69-71.

VANMONFORT B., LOUWE KOOIJMANS L., AMKREUTZ L. & VERHART L. (dir.), 2010. *Pots, Farmers and Foragers. Pottery traditions and social interaction in the earliest Neolithic of the Lower Rhine area.* Leiden, Leiden University Press, Archaeological Studies Leiden University, **20** : 213 p.

WIJNEN J., 2013. *Characterization of red ocher in the Dutch Linearbandkeramik. Chemical analysis of hematite-rich ironstones by XRF and HH-XRF*. Master Thesis, University of Leiden, Leiden, 1 vol.

WOLFRAM S., STÄUBLE H., CLADDERS M. & TISCHENDORf Th. (dir.), 2012. *Siedlungsstruktur und Kulturwandel in der Bandkeramik, Beitrage der Internationale Tagung "Neue Fragen zur Bandkeramik oder Alles beim Alten ?!", Leipzig, 23-24 September 2010*. Dresden, Landesmat für Archäologie, Arbeits- und Forschungsberichte zur sächischen Bodendenkmalpflege, **25**.

Adresses des auteurs :

Dominique BOSQUET
SPW, DG Service de l'Archéologie
Direction extérieure du Brabant wallon
88, rue de Nivelles
1300 Wavre (Belgique)
Dominique.Bosquet@spw.wallonie.be

Claude CONSTANTIN
16, Clos de Verrières
91370 Verrières-le-Buisson (France)

Éric GOEMAERE
Institut royal des Sciences
naturelles de Belgique
DO Terre et Histoire de la Vie
Service géologique de Belgique
13, rue Jenner
1000 Bruxelles (Belgique)
Eric.Goemaere@naturalsciences.be

Caroline HAMON
Chargée de recherche CNRS
UMR 8215 Trajectoires
Maison de l'archéologie et de l'ethnologie
21, allée de l'Université
92023 Nanterre cedex (France)
caroline.hamon@mae.cnrs.fr

Ivan JADIN
Institut royal des Sciences
naturelles de Belgique
DO Terre et Histoire de la Vie
Anthropologie & Préhistoire
29, rue Vautier
1000 Bruxelles (Belgique)
Ivan.Jadin@naturalsciences.be

Hélène SALOMON
Service de Préhistoire, F.R.S.-FNRS
Université de Liège
7, place du XX août
4000 Liège (Belgique)
helene.salomon@ulg.ac.be

Anthropologica et Præhistorica, 125/2014 (2016) : 153-191

Caractérisation physico-chimique et recherche des provenances des hématites oolithiques des sites du Néolithique ancien de Hesbaye (Province de Liège, Belgique) et des sites néolithiques des sources de la Dendre (Province du Hainaut, Belgique)

Éric GOEMAERE, Hélène SALOMON, Guirec QUERRÉ, François MATHIS, Roland DREESEN, Caroline HAMON, Claude CONSTANTIN, Dominique BOSQUET, Joost WIJNEN & Ivan JADIN

Abstract

"Chemical and physical characterization and provenance study of oolitic hematites found both in early Neolithic sites of Hesbaye (Province of Liège, Belgium) and Neolithic sites from the Dendre River springs (Hainaut province, Belgium)".

Oolitic ironstones (OIS) are red raw materials producing a strong red pigment that are frequently encountered on LBK (Linearbandkeramic culture or Linienbandkeramische Kultur) sites from the Hesbaye (Liège province, Belgium), the Maastricht region (Limburg province, The Netherlands) and the Dendre springs area (Hainaut province, Belgium). Macroscopical, mesoscopical and microscopical investigations show a genetic relationship between all of the studied samples. The latter consist mainly of Clinton-type OIS with fine-grained hematitic ooids and a red clayey-sandy matrix, rarely enclosing carbonates within the cement or in the fossils. The observed variation inside the geological outcrops results from differences in the proportions of the detrital matrix and the carbonate content in comparison with the richness in hematitic ooids. The geochemical analyses carried out with HH-XRF and PIXE, also show strong analogies between all of the studied archaeological objects discovered in both of the studied areas. The diffractometric analysis resulted in poor information except for the mineralogical composition of the major phases. We do not observe differences between the pioneer sites and the older occupation sites. Furthermore, no significant differences were observed between the OIS from one village to another. A comparison of geological samples from Belgium and Germany allowed to link archaeological samples to Lower Famennian OIS of the southern border of the Namur Synclinorium. The latter spots are most probably located between the towns of Loyable and Amay, along the Meuse river valley. We may therefore conclude that the early Neolithic people looked at the same spots (in a geographic area of about three kilometers along the Meuse river axis). Moreover, they have selected their primary raw materials using the richness in iron ooids and the scarcity in quartz and calcite as main selection criteria. This study is still in progress, now taking into account other types of (non-oolitic) red rocks from LBK sites in the Hesbaye area, The Netherlands and Lorraine, in order to trace the geographical and geological provenances of the raw materials. So far, we can already suggest that the sources are local to regional for the red sandstones and of German origin for the non-oolitic hematitic ores.

Keywords: *OIS, Clinton-type oolitic ironstones, macroscopic description, X-ray Diffraction, PIXE, X-Ray fluorescence, Linear Pottery Culture, LBK, Early Neolithic, Hesbaye, Dendre springs, Belgium.*

Mots-clés : OIS, hématite oolithique de type Clinton, description macroscopique, diffraction des rayons X, PIXE, fluorescence X, Rubané, LBK, Néolithique ancien, Hesbaye, sources de la Dendre, Belgique.

1. INTRODUCTION

Les matériaux rouges retrouvés en contexte archéologique belge sont constitués majoritairement d'hématite oolithique (OIS), mais aussi de grès et de siltites rouges et, plus rarement, de fragments de minerai hématitique non oolithique. Tous ces matériaux sont étudiés distinctement car il apparaît qu'ils ne sont pas liés aux mêmes contextes géologiques et proviennent, de ce fait, de lieux géographiques différents. Le travail présenté ici ne concerne que les OIS, tandis que se poursuivent en équipe les recherches sur les autres types de matériaux.

Si les OIS sont présentes dans tous les sites rubanés fouillés en Hesbaye liégeoise (Bosquet *et al.*, 2016 : ce volume : descriptif des sites et localisation géographique), des sites rubanés et blicquiens des sources de la Dendre (Bosquet *et al.*, 2016 : ce volume : descriptif des sites et localisation géographique) et des sites rubanés de Graetheide et Caberg (Province du Limburg néerlandais) près de Maastricht (Wijnen, 2013, 2014 - qui donne un descriptif des sites, une localisation géographique, des résultats analytiques et des interprétations), on retrouve cependant de nombreuses pièces en OIS sur des sites paléolithiques comme la grotte de Spy (Goemaere *et al.*, 2013), la grotte de Goyet (recherches en cours) ou la grotte de Walou à Trooz (Draily, 2011) et dans le Mésolithique du Trou Al'Wesse à Modave (fouilles en cours menées par R. Miller, ULg). La carte (Fig. 1) localise les aires géographiques des sites du Néolithique ancien concernés par cette étude. La comparaison entre les matériaux rouges retrouvés en contexte paléolithique sera publiée ultérieurement.

Le présent article vise trois objectifs dont le premier concerne la caractérisation physico-chimique (minéralogique et géochimique) des OIS : a) mises au jour en contexte archéologique et découvertes sur les sites rubanés de Hesbaye liégeoise et les sites rubanés et blicquiens des sources de la Dendre et b) collectées sur des contextes géologiques belges. Le deuxième objectif est d'apprécier, à partir des spécificités des hématites oolithiques mises au jour sur les sites rubanés, i) les différences ou ressemblances entre les assemblages de Hesbaye et des sources de la Dendre, deux régions géographiquement séparées de plus de 120 km et situées dans deux bas-

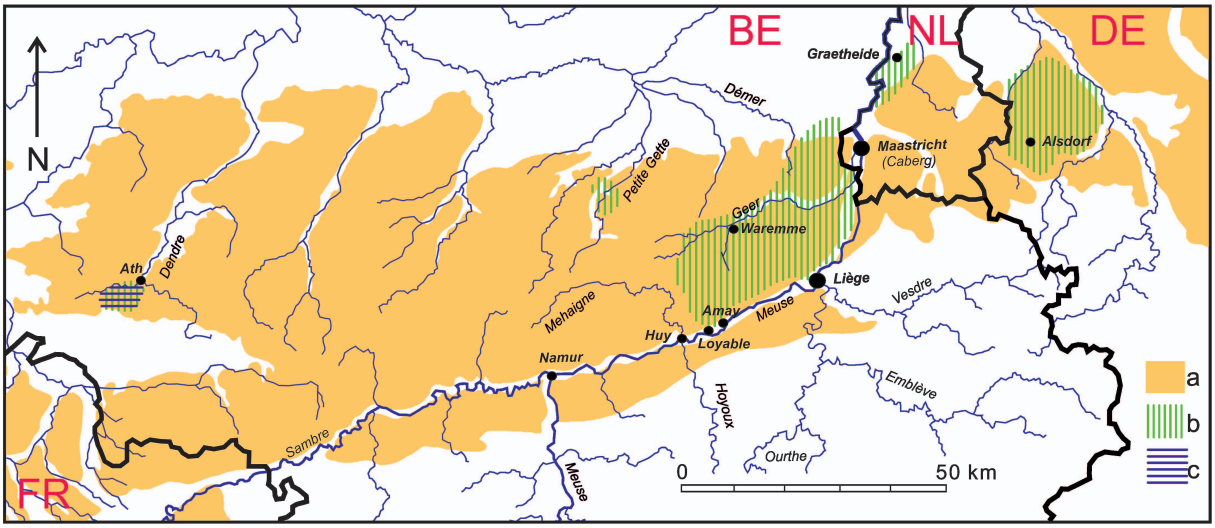


Fig. 1 – Localisation géographique des principaux sites cités dans l'article. Répartition des aires d'habitat du Néolithique ancien en Moyenne Belgique : a, lœss ; b, aire rubanée ; c, aire blicquienne. Les hachures vertes correspondent aux aires de peuplement du Rubané du Nord-Ouest ; les hachures croisées à la région des sources de la Dendre où se rencontrent villages rubanés et blicquiens (couleur bleue). La trame orangée situe la bande limoneuse de Moyenne Belgique, sur laquelle les habitats du Néolithique ancien de Belgique se sont installés, ainsi que la continuation de celle-ci en Rhénanie et les placages lœssiques du Bassin parisien. Figure modifiée d'après Jadin (2003) et Hauzeur & Jadin (2011). Dessin original : Françoise Laurent ; infographie : Aude Van Driessche et Ivan Jadin.

Fig. 1 *– Geographical location of the main places studied in this paper. Distribution of the settlements areas of the Early Neolithic on Middle Belgium: a: loess; b, LBK area; c, Blicquian area. The green hatchings correspond to the areas of Northwest LBK populating; Crossed hatchings drawned in the Dendre springs area correspond to places where LBK and Blicquian villages were encountered (blue color). The orange-colored surfaces represent the limon band of Middle Belgium, on which Early Neolithic villages of Belgium settled down, as well as the continuation of this band in Rhineland and loess veneers of the Paris Basin. Figure modified according to Jadin (2003) and Hauzeur & Jadin (2011). Original drawing by Françoise Laurent; computer graphics by Aude Van Driessche and Ivan Jadin.*

sins versants différents (respectivement le bassin hydrographique de la Meuse et celui de l'Escaut), ii) de décrire les modalités d'approvisionnement et les choix opérés lors de la sélection des matières premières en comparant les collections des sites hesbignons entre eux, iii) de reconnaître et décrire une éventuelle singularité de la phase pionnière du Rubané de Hesbaye (Bosquet & Golitko, 2012). Enfin, de manière plus large, le dernier objectif vise à tracer les sources géologiques et géographiques des matières premières afin d'en tirer des enseignements en terme de circulation des matières premières.

Commune	*Site*	*Année de fouille*	*Datation*	*Structure*	*Inventaire*	*Matière première*	*Poids (gr)*	*Longueur (cm)*	*Largeur (cm)*	*Épaisseur (cm).*	*État*	*Morphologie*	*Techno /Tracéo*
Blicquy	la Petite Rosière	1981	Rubané	6	1833	OIS	7	3	2,2	0,6	fort prob. taphonomique	trapèze	peu de plages émoussées, uniquement sur 2 faces /
Blicquy	la Petite Rosière	1982	Rubané	29	4122	OIS	4					fragments	/ poli aspérités
Blicquy	la Petite Rosière	1982	Rubané	29	3121	OIS	3					fragments	poli aspérités
Blicquy	la Petite Rosière	1982	Rubané	29	4220	OIS	2					fragments	/ poli aspérités
Blicquy	la Petite Rosière	1982	Rubané	29	818	OIS	2					fragments	/ poli aspérités
Blicquy	la Petite Rosière	1982	Rubané	29	4219	OIS	2					fragments	/ poli aspérités
Blicquy	la Petite Rosière	1982	Rubané	27	3775	OIS	28	3,5	3	1,6		trapèze	/ 1 face avec aspérités émoussées et 1 tranche curviligne avec facettes et stries longitudinales
Blicquy	la Petite Rosière	1982	Rubané	27	3337	OIS	25	3	3	1,5		rectangle	/ émoussé fluide sur face sup
Blicquy	la Petite Rosière	1981	Rubané	7	610	OIS	50	5,5	4,5	1,5	altération	trapèze	
Irchonwelz	Bonne Fortune	1983	Blicquien	21	11517	Peu oolithique (argileux)	6	3,5	2	1		fragment	/ émoussé couvrant et irrégulier
Irchonwelz	Bonne Fortune	1983	Blicquien	21	14083	Peu oolithique (argileux)	6	3	1	1,5		fragment	/ émoussé couvrant et irrégulier, associé à stries longitudinales
Irchonwelz	Bonne Fortune	1983	Blicquien	21	11738	oolithique	12	3,4	2	1		fragment	/ face sup. émoussée ; tranche avec plages biseautées polies avec stries longitudinales
Aubechies	Coron Maton	2002	Rubané	162	6782	oolithique	12	3,8	2,4	0,6		éclat brut	/
Aubechies	Coron Maton	2002	Rubané	162	6794	oolithique	10	2,8	1,8	0,8		triangle, section semi-circulaire	1 face et 2 tranches émoussées avec stries longitudinales /
Aubechies	Coron Maton	2002	Rubané	140	6118	oolithique	12	6,4	3	1,5	ok	ovoïde	1 face sup. irrg. émoussée / émoussé lâche, sur aspérités
Aubechies	Coron Maton	2002	Rubané	140	6120	oolithique	57	3,5	1,8	1,8	ok	rectangle section triangulaire	face sup. et plage biseautée associée avec émoussé couvrant et stries profondes couvrantes /

Tab. 1 – Échantillons archéologiques d'OIS des sources de la Dendre étudiés par Hamon *et al.*, 2016, ce volume et Constantin, 2010a-b-c. Les échantillons du site « Le Pilori » à Ormeignies ne sont pas repris dans ce tableau.

***Tab. 1** – Archaeological samples of OIS from the Dendre springs studied by Hamon et al., 2016, this volume and Constantin, 2010a-b-c. Samples from "Le Pilori" (Ormeignies) are not listed in this table.*

L'article décrit succinctement les OIS archéologiques, présente les résultats des analyses minéralogiques faites par diffraction des rayons X sur poudres de roche totale ainsi que ceux provenant des analyses géochimiques.

2. MATÉRIEL ET MÉTHODES

2.1. Échantillonnage

Les échantillons archéologiques de Hesbaye liégeoise (Province de Liège, Belgique) sont issus de fouilles menées par l'Institut Royal des Sciences naturelles de Belgique et le Service Public de Wallonie. Ils concernent les sites de Darion « Colia », Fexhe-le-Haut-Clocher « Podrî l'Cortri », Hollogne « Douze Bonniers », Oleye « Al Zèpe », Remicourt « En Bia Flo » II, Vieux Waleffe « Framaset », Waremme « Vinâve » et Waremme « Longchamps ». Ils ont été décrits par Bosquet *et al.* (ce travail – voir le tableau récapitulatif dressé par ces auteurs). Les échantillons provenant des sources de la Dendre (Province de Hainaut, Belgique) sont

Échantillons géologiques belges
EG-02 : Suarlée ; Les Isnes - Famennien inférieur - Flanc nord du Synclinorium de Namur (= Parautochtone de Namur) - référence SGB : 143E314
EG-03 : Ville-en-Waret (Andenne) – Ancienne mine/chapelle Sainte Barbe - Famennien inférieur - Flanc nord du Synclinorium de Namur
EG-04 : Gare de Huy Nord – Famennien inférieur – Flanc sud du Synclinorium de Namur- référence SGB 146W11-12
EG-05 : Ville-en-Waret (Andenne) – Faciès à grosses oolithes et niveau argileux (Famennien inférieur) - Flanc nord du Synclinorium de Namur
EG-06 : Pont-de-Bonne (Modave) - Flanc nord du Synclinorium de Dinant
EG-07 : Ville-en-Waret (Andenne) - Terril d'une exploitation minière - Flanc nord du Synclinorium de Namur - référence SGB : 144E275
EG-08 : Mazy (vallée de l'Orneau, Gembloux) - Lits d'OIS intercalés dans du calcaire siliceux – Flanc nord du Synclinorium de Namur - référence SGB : 143E-49
EG-09 : Rosières (Esneux) – Collection Dumont n°2177 - Flanc nord du Synclinorium de Dinant
EG-10 : Site entre Loyable et Statte - Famennien inférieur - Flanc sud du Synclinorium de Namur - Collection Dumont F1415
EG-11 : Nessonvaux (calcaire à grosses oolithes) - Famennien inférieur - Flanc sud du Synclinorium de la Vesdre
EG-13 : Huy (gare de Huy Nord) - OIS fine, couche V – Flanc sud du Synclinorium de Namur
EG-14 : Huy (gare de Huy Nord) – OIS moyenne, couche VII – Flanc sud du Synclinorium de Namur
EG-16 : Esneux (Carrière d'Esneux) – Âge Frasnien - référence SGB : 147E530 – Flanc nord du Synclinorium de Dinant
EG-18 : Carrière Debras à Arbre (Profondeville) – Flanc nord du Synclinorium de Dinant - référence SGB : 166W699
EG-19 : Heid de Fer, La Reid, Theux - Fenêtre de Theux (voir article Mottequin & Marion, ce volume)
EG-20 : Gelbressée (Ferme Pierre Tome) – Flanc nord du Synclinorium de Namur
EG-21 : Amay (rue Vigneux) – Famennien inférieur - Flanc sud du Synclinorium de Namur
EG-22 : Faux-les-Tombes (vallée du Samson) – Famennien inférieur - Flanc nord du Synclinorium de Dinant
EG 30 : Nord de la gare abandonnée de Barse, coupe de la vallée du Hoyoux – Famennien inférieur – Flanc nord du Synclinorium de Dinant
EG-31 : Site de « La limonaderie », Pont-de-Bonne (Modave) – Famennien inférieur - Flanc nord du Synclinorium de Dinant
VE-1 : Site de Vedrin (Namur) - Famennien inférieur – Flanc sud du Synclinorium de Namur

Échantillons miniers historiques étrangers
SK-1 : Stadt Kyll (Eifel, Allemagne) – Emsien – OIS rouge foncé carbonatée fossilifère – Massif schisteux rhénan
1-ESJ : Ejpovice (République tchèque) – Ordovicien – OIS fine rouge foncée très pure
Min-1 : (Grand-Duché de Luxembourg) Bajocien, Jurassique – OIS ocre brun très riche en ooïdes

Tab. 2 – Échantillons géologiques de référence de Belgique, d'Allemagne et de Tchéquie et issus des collections de l'IRSNB (collection historique ou issus d'échantillons prélevés sur le terrain).
Tab. 2 *– Geological samples selected from the RBINS's collections (historical collections or samples collected on the field), from Belgium, Germany and Czech republic.*

décrits par Caroline Hamon et Claude Constantin (Tab. 1) (Constantin *et al.*, 2010a, 2010b, 2010c ; Bosquet *et al.*, 2016 : ce volume). Ils proviennent des sites de « Coron Maton » à Aubechies, de « La Petite Rosière » à Blicquy et de « La Bonne Fortune » à Irchonwelz. Ceux-ci sont complétés par le site d'Ormeignies « Le Pilori » (Livingstone Smith, dir., 2012). Les OIS trouvées à Graetheide et Caberg (Province du Limburg néerlandais) près de Maastricht sont décrites par Wijnen (2013, 2014).

L'analyse pétrographique et la géologie des minerais de fer oolithiques ont été décrites respectivement par Dreesen *et al.* (2016 : ce volume) et Goemaere *et al.* (2016 : ce volume : contexte géologique).

Les échantillons géologiques belges de référence sont repris au tableau 2 et composent le corpus d'étude pour comparaison avec les échantillons archéologiques mais aussi avec les échantillons géologiques allemands (Tab. 3) du Massif schisteux rhénan (voir article Goemaere *et al.*, 2016 : ce volume et Dreesen *et al.*, 2016 : ce volume). De nombreux échantillons archéologiques et géologiques ont fait l'objet d'une description macroscopique, mésoscopique mais aussi d'observations microscopiques en lumière transmise sur lames minces. Les échantillons géologiques ont été récoltés sur le terrain dans les coupes disponibles des synclinoria paléozoïques de Namur (flancs nord et sud), de Dinant (flanc nord), de la Vesdre et de la fenêtre de Theux, ou proviennent des collections géologiques de références conservées à l'Institut royal des Sciences naturelles de Belgique (IRSNB). Notons que les OIS ont constitué des minerais de fer exploités pour la production de fonte, de fer et d'acier depuis les Âges des

Référ.	*Localisation*	*LM*	*Couche*	*Particularité macroscopique des OIS*
SCH-01	SW de Schmidtheim	X	Heisdorf	Calcaire crinoïdique avec allochèmes ferrugineux
HAM-01	Hammermühle/Hillesheim	X	Heisdorf	Calcaire crinoïdique grossier avec oncolithes et intraclastes ferruginisés
HAM-02	Hammermühle/Hillesheim	X	Heisdorf	Idem Ham-01 mais faciès plus sableux
HAM-03	Hammermühle/Hillesheim	X	Heisdorf	Ooïdes aplaties et pseudo-ooïdes à apparence métallique
STA-01	Stahlhof/Blankenheim	X	Heisdorf	Concentrations inégales d'hématite & allochèmes chamositiques
OBA-1	Oberahreck	X	Heisdorf	Niveau d'OIS de couleur rouge foncé
OBA-2	Oberahreck	X	Heisdorf	OIS fossilifère compact à lithoclastes (grès)
OBA-3	Oberahreck	X	Heisdorf	Lit calcaire riche en brachiopodes
OBA-5	Oberahreck	X	Heisdorf	OIS
OBA-6a	Oberahreck	X	Lauch	Grès calcaire à ooïdes ferrugineux dispersés
OBA-6b	Oberahreck	X	Lauch	Niveau d'OIS grossière
OBA-7	Oberahreck	X	Lauch	OIS à grains fins, fossilifère et hétérogène, avec lithoclastes
OBA-8	Oberahreck	–	Lauch	Faciès identique à brachiopodes
OBA-9	Oberahreck	X	Lauch	OIS à grains fins
ROH-01	Rohr	X	Heisdorf/Lauch	Calcaire crinoïdique à allochèmes ferrugineux et grands lithoclastes
REE-01	Reetz	–	Lauch	OIS impure

Tab. 3 – Échantillons géologiques de référence (Emsien-Eifelien, Dévonien, Paléozoïque) prélevés sur le terrain en 2012 en Eifel (Allemagne) par Goemaere, Dreesen, Eschgi (ancien collaborateur du Prof. W. Kasig, RWTH-Aachen et responsable du Geozentrum Daun, Eifel, Allemagne) et Katsch (ancien collaborateur du Prof. W. Kasig, RWTH-Aachen, DE). LM : lames minces.
Tab. 3 *– Geological samples (Emsian-Eifelian, Devonian, Paleozoic) collected in the field (Eifel, Germany) in 2012 by Goemaere, Dreesen, Eschgi (former collaborator of Prof. W. Kasig, RWTH-Aachen, formerly in charge of the Geozentrum Daun, Eifel, Germany) and Katsch (former collaborator of Prof. W. Kasig, RWTH-Aachen, Germany). LM: thin slides.*

Métaux. L'exploitation industrielle intense tout au long du 19ème siècle jusqu'au milieu du 20ème siècle (lire Denayer, 2016 : volume 2) a considérablement perturbé les affleurements, jusqu'à les faire disparaître, rendant les prélèvements actuels difficiles. Il persiste des terrils, vestiges des exploitations minières arrêtées au plus tard dans les années 1950, qui révèlent par conséquent un mélange d'OIS qui n'étaient pas accessibles sans creusement et dont la teneur en fer est moins élevée (déchets d'extraction) que ce qui était disponible durant la Préhistoire. Ces références géologiques permettent néanmoins d'apprécier la variabilité des OIS dans chaque secteur, mais aucune trace d'exploitation préhistorique préservée n'est par conséquent à espérer.

2.2. Les méthodes d'analyse

Les méthodes d'analyses utilisées pour cette étude sont identiques à celles décrites dans ce volume par Goemaere et co-auteurs sur la caractérisation physico-chimique et la recherche des provenances des OIS du Néolithique ancien et du Mésolithique de Basse-Normandie. Les lecteurs voudront bien s'y référer. Ces méthodes concernent la fabrication de lames minces, l'analyse par diffractométrie de rayons X (DRX) de poudre sur roches totales et l'analyse chimique au moyen d'un appareil portable de fluorescence X (HH-XRF) et de deux accélérateurs de particules (PIXE). Les lames minces sont versées dans les collections de l'IRSNB accompagnées généralement par un fragment de l'échantillon initial. Les échantillons archéologiques qui ont été sélectionnés pour la confection de lames minces étaient majoritairement des blocs bruts, ne présentant pas de traces d'usure, afin de préserver les échantillons travaillés (facettés ou porteurs de stries d'usage). Les analyses non-destructives ont été opérées tant sur des blocs bruts que sur des échantillons portant des traces d'usure telles que des facettes. La sélection a été opérée de manière à couvrir la variabilité macroscopique mais aussi chronologique (sites pionniers et phases d'habitat ultérieures).

3. RÉSULTATS

3.1. Caractéristiques macroscopiques et mésoscopiques des OIS

Les OIS archéologiques appartiennent toutes au groupe « Clinton-type OIS ». La concentration en ooïdes est généralement très élevée (>80 %) pour la majorité des pièces examinées, ce qui, par comparaison avec les matériaux encore disponibles sur les sites géologiques, nettement moins riches en oolithes, incite à conclure à un tri sélectif des matières premières par les préhistoriques. La part de la matrice argilo-siliceuse varie de très faible (forte concentration des ooïdes avec contacts entre elles) à modérée (présence d'une matrice rouge isolant les ooïdes les unes des autres). Cette matrice est de couleur rouge identique à celles des ooïdes. Elles sont de taille infra- à plurimillimétrique et en forme d'ellipsoïdes aplatis. Le classement granulométrique est bon à très bon (isométrie) et on observe dans les artéfacts les plus gros une orientation statistique des axes des ellipses et une stratification subparallèle. Les fragments de fossiles (brachiopodes, bivalves ou crinoïdes) non (ou peu) roulés et non ferruginisés sont très rarement observés. Les intraclastes et les extraclastes sont rarement présents et toujours de petite taille (infra-millimétrique à millimétrique). Aucune pièce ne présente un ciment carbonaté accompagnant des ooïdes calcitiques partiellement ferruginisées et disposées en agrégats lâches. Les échantillons archéologiques de Hesbaye et de la Dendre présentent des caractéristiques communes ne permettant pas de les distinguer.

Quelques artéfacts montrent soit une concentration moindre en ooïdes (*e.g.* Irchonwelz), soit un lit d'épaisseur millimétrique argilo-siliceux sans ooïde et de teinte rouge identique aux lits riches en ooïdes. Des paillettes inframillimétriques de micas muscovite apparaissent dans la matrice argilo-siliceuse. Les grains de quartz de la gamme granulométrique des sables (63 µm à 2 mm) n'ont pas été observés sous la loupe binoculaire.

La large majorité des pièces archéologiques non travaillées apparaissent fraîches. Les matériaux altérés et limonitisés se reconnaissant à des teintes jaune-orange sont absents des corpus d'étude. On peut quelquefois observer des surfaces interprétées comme des plans de diaclases transversales, sub-perpendiculaires au plan de stratification matérialisé par les alignements des grands axes des ooïdes. Ces surfaces de diaclases portent des traces de goethite de couleur brune. De manière exceptionnelle, de la goethite botryoïdale a été observée et associée à une

croûte d'oxydation, probablement liée à la circulation d'eaux suivant des plans privilégiés.

L'observation de toutes les pièces archéologiques permet de conclure à un continuum lithologique entre des échantillons riches en ooïdes et d'autres plus pauvres en ooïdes. Le seul critère macro-mésoscopique qui différencie un artéfact d'un autre artéfact est donc l'abondance de la matrice, ce qui devrait se traduire dans les diagrammes d'analyses chimiques construits sur les éléments chimiques liés au fer par rapport à ceux liés aux minéraux détritiques (quartz – illites/micas – chlorites).

Notons encore que ces OIS archéologiques sont similaires en tous points à celles découvertes dans les grottes de Spy (Jemeppe-sur-Sambre, vallée de l'Orneau affluent, rive gauche de la Meuse, partie centrale du Synclinorium de Namur) et de Walou (Trooz, Synclinorium de Verviers) et diffèrent fortement de celles exhumées dans la grotte de Goyet (Troisième Caverne ou Abri supérieur, Mozet, commune de Gesves, ruisseau sur le Struviaux, affluent du Samson, rive droite de la Meuse – flanc nord du Synclinorium de Dinant).

3.2. Observations microscopiques des OIS archéologiques

Un descriptif détaillé ne sera donc pas donné ici car les faciès pétrographiques des OIS (géologiques et archéologiques) ont été décrits par Dreesen *et al.* (2016 : ce volume). Synthétiquement, toutes les OIS archéologiques belges examinées sont des hématites oolithiques de type « Clinton ». Elles renferment des ooïdes zonées, hématitiques, à section elliptique et présentant généralement un nucléus constitué de grains de quartz ou de chlorite (ferrifère) secondaire. Les ooïdes sont soit jointives, soit séparées les unes des autres en fonction de l'abondance relative des ooïdes par rapport à la matrice. Cette dernière est constituée de grains de quartz détritiques, parfois sous forme d'échardes (verre volcanique), un peu d'argile fine teintée par des oxydes de fer camouflant la texture, de rares paillettes de micas inframillimétriques, de rares minéraux denses (zircon surtout). Certaines ooïdes sont poinçonnées par compaction différentielle. Quelques échantillons présentent un ciment carbonaté, généralement dolomitique (dolomite ferrifère) caractérisé par des cristaux losangiques zonés. Les fragments de fossiles sont rares, soit calcitiques, soit phosphatés. Les OIS archéologiques belges présentent une grande homogénéité des faciès pétrographiques et, comme déjà reconnu par les observations directes, aucune distinction ne peut être faite entre les régions hesbignonne et des sources de la Dendre.

La comparaison macro- et mésoscopique confirmée par l'analyse pétrographique des différents niveaux d'OIS belges connus et échantillonnés permet d'exclure les OIS du Dévonien inférieur, les OIS du Frasnien, les OIS de Lorraine (zone dite des « trois frontières » Belgique-Luxembourg-France) et les minerais de fer des prés (Lorraine). Seules restent les OIS dévoniennes du Famennien inférieur.

3.3. Apports des examens macro-, méso- et microscopiques

La comparaison des différents sites archéologiques entre eux en fonction de leur localisation géographique indique que les différences que l'on peut observer d'un site à l'autre sont négligeables et ne sont pas significatives de différences pouvant être expliquées par des provenances différentes. Il n'est pas non plus possible de distinguer les OIS des phases pionnières de celles des phases ultérieures. L'ensemble des caractéristiques observées plaident pour une source géologique unique de la matière première pour l'ensemble des sites rubanés belges, située à une distance comprise entre 5 et 20 km des sites archéologiques, dans une aire géographique qui s'étend le long de la Meuse, majoritairement sur sa rive gauche. De même, aucune hématite oolithique mise au jour sur les sites belges ne provient des ensembles géologiques de Basse-Normandie (FR), de Lorraine (BE-GDL-FR) ou de l'Eifel (DE) excluant de manière claire ces différentes sources géographiques (cfr cartes de localisation dans les articles parus de ce volume et écrits par les participants au projet collectif de recherche). Une source belge dévonienne régionale est donc à privilégier. *Mutatis mutandis*, aucun échantillon d'origine belge n'a été découvert sur les sites archéologiques normands ou lorrains. Les OIS n'ont donc pas circulé entre ces différentes régions. En revanche, il y a similitude parfaite entre les OIS trouvées sur les sites archéologiques hesbignons et néerlandais, en continuité géographique et les sites des sources de la Dendre.

3.4. Apports de la diffractométrie des rayons X à la caractérisation des OIS étudiées

Rappelons que la méthode est utilisée pour identifier et quantifier les seules phases cristallisées et qu'il existe un seuil de détection dépendant de nombreux facteurs dont la concentration dans le mélange et le degré de cristallinité des phases. Les minéraux identifiés avec certitude par diffraction des rayons X sur poudres désorientées de roche totale (Tab. 4) sont l'hématite (γFe_2O_3), le quartz et la goethite [FeO(OH)]. Les carbonates comme la calcite et la dolomite sont présents dans certains échantillons examinés comme on peut les observer en lames minces. Les micas que l'on observe parfois sous la loupe binoculaire n'ont pas été identifiés sur les diffractogrammes de poudres. La sidérite ($FeCO_3$) n'apparaît que dans un seul échantillon frais tandis que la chamosite [formule idéale : $(Fe^{2+};Mg;Fe^{3+})_5Al(Si_3Al)O_{10}(OH;O)_8$] et la kaolinite [$Al_4Si_4O_{10}(OH)_8$] ne sont pas reconnues par les logiciels automatiques... La chamosite, en (relativement) faible proportion dans le mélange, est confondue par les logiciels avec la kaolinite et/ou la berthiérine (septochlorite), minéraux qui partagent des réflexions majeures communes. Des minéraux comme la chamosite ou la berthiérine [formule idéale : $Mg_6Si_4O_{10}(OH)_8$], respectivement caractéristiques des « Clinton-type OIS « et «Minette-type OIS « sont mal détectés par la diffractométrie de routine.

On peut conclure que la DRX sur poudres désorientées est une méthode inadéquate pour répondre aux questions de provenance et de caractérisation des OIS. La microdiffraction des rayons X et/ou l'analyse chimique à la microsonde sur lames minces polies seraient certainement plus adaptées pour caractériser finement certaines phases minérales.

3.5. Apports de la fluorescence des rayons-X portable

Les échantillons soumis à l'analyse par XRF portable sont listés au tableau 5. La caractérisation des OIS allemandes fera l'objet d'une publication ultérieure.

Trente-cinq éléments ont été mesurés (Tab. 6-1, 6-2, 8 – voir en fin d'article). Lorsque les valeurs mesurées sont en-dessous ou très proches de la limite de détection, les éléments chimiques correspondants sont supprimés (Ga, Cd, Sb, Co, Ni, Cu, Mo, Hg et U). Le Cl a également été supprimé car probablement lié à une contamination par l'eau. Les temps de mesure sont de 160 secondes. Les erreurs sont reportées au tableau 7 (voir en fin d'article). Les pourcentages des éléments majeurs, exprimés sous forme d'oxydes, représentent des teneurs obtenues en bouclant à 100 % sur les valeurs obtenues par XRF et dont les données brutes sont reprises aux tableaux 6-1 et 6-2.

Les analyses chimiques - données brutes et données exprimées en % d'oxydes pour les éléments majeurs - obtenues par XRF portable (Tab. 8, reproduit en fin d'article) s'accordent avec les observations macroscopiques et microscopiques. Les OIS archéologiques belges présentent

Origine	*Âge*	*Hématite*	*Goethite*	*Chlorite*	*Quartz*	*Calcite*	*Dolomite*	*Sidérite*	*Apatite*
		%	%	*Kaolinite*	%	%	%	%	%
Vedrin (BE)	Fa inf.	50	-	24	-	8	18	-	traces
Huy Nord (BE)	Fa inf.	33	-	11	2	4	50	-	-
Lavoir (BE)	Fa inf.	96	-	1	3	-	-	-	-
Lanson (BE)	Fa inf.	78	22	-	-	-	-	-	-
Ejpovice (CZ)	Ordov.	51	-	6	27	-	-	16	-
Stadt Kyll (DE)	Emsien	9	-	-	traces	91	-	-	-

Tab. 4 – Composition minéralogique obtenue par DRX sur quelques OIS géologiques belges et étrangères (CZ = Tchéquie, DE = Allemagne).
Tab. 4 *– Mineralogical composition obtained by XRD-analysis on some OIS from Belgium and two other countries (CZ = Czech , DE = Germany).*

des teneurs élevées en oxydes de fer comprises entre 50 et 86 %. Les quelques échantillons qui présentent des teneurs moindres en fer sont ceux qui sont macroscopiquement les plus pauvres en ooïdes et les plus riches en quartz et en minéraux argileux comme le démontrent les teneurs élevées en silice et en alumine. La silice (6 à 35 %) et l'alumine (6 à 18 %), combinées avec le potassium (0 à 1,8 % mais dosés avec peu de précision par XRF portable) correspondent à l'assemblage minéral du quartz et des minéraux argileux (illite/micas et chlorites). Les hautes teneurs en fer correspondent à des OIS quasi exclusivement constituées d'ooïdes ferrugineuses. Le magnésium est mal dosé par XRF, cependant les valeurs élevées sont dues à la présence de dolomite (carbonate double de Ca et de Mg) qui est quelquefois présent dans des OIS géologiques du Synclinorium de Namur, ainsi que dans les minéraux argileux. Les teneurs en calcium sont faibles pour les OIS archéologiques belges (et hollandaises), les OIS famenniennes du Synclinorium de Namur, faibles à élevées pour les OIS dévoniennes des Synclinoria de Dinant et de Verviers et très élevées pour les OIS allemandes. On peut observer que le calcium est soit lié à la présence de calcite (fossiles et/ou ciment calcitique et/ou à la dolomite), soit à la présence de phosphates (apatite biogénique sous forme de dents de poissons, écailles, pellets, conodontes, fragments de trilobites reconnaissables en lame mince). Les diagrammes binaires CaO/P_2O_5 expriment les deux tendances. Il existe une corrélation positive forte ($R^2 = 0,91$, n = 105) entre les teneurs en CaO et les teneurs en P_2O_5

Échantillons géologiques
Échantillons géologiques belges : EG-02, EG-03, EG-04, EG-05, EG-07, EG-08, EG-09, EG-10, EG-11, EG-13, EG-14, EG-16, EG-18, EG-19, EG-20, EG-21 & EG-22
Échantillon géologique tchèque : 1-ESJ (Esjopovice, âge : Ordovicien moyen)
Échantillon géologique du Grand-Duché de Luxembourg : « Minette » (âge : Bajocien, Jurassique, Gutland)
Échantillons géologiques allemands (*) : EG-01 (Lissingen – collection André Dumont n° 2061), SCH01, REE-01, STA-01, ROH-01 (Roh, Roher syncline), HAM-01, HAM-02, HAM-03, OBA-01, OBA-02, OBA-03, OBA-04, OBA-05, OBA-6A, OBA-6B, OBA-07 & OBA-09
NB : OBA : prélèvement dans différentes couches (minces et épaisses), exploitées comme minerai de fer. Ces OIS ont aussi été broyées et utilisées comme poudre rouge pour la peau par les dames du village voisin du site, avant 1914 (communication orale 2012)

(*) voir description au tableau 3.

Échantillons archéologiques
Échantillons de différents sites de Hesbaye (LBK) : VW-3 (VW : Vieux Waleffe HDB-6 (HDB : Hollogne-12-Bonniers), HDB-10, HDB-11, HDB-13*, HDB-15*, OZ-12* (OZ : Oleye Al Zèpe), OZ-16, DA-19 (DA : Darion), DA-22, DA-23*, DA-26*, FHC-PCN-101* (FHC : Fexhe-le-Haut-Clocher), FHC-PCN-105*, FHC-PCN-106*, REM 97BFII-116 (REM : Remicourt), REM 97BFII-119*, REM 97BFII-123, REM 97BFII-124*, WAR 96VIN-127 (WAR : Waremme Vinâve), WAR 96VIN-135, WLP 88-137 (WLP : Waremme Longchamps), WLP 88-139, WLP 88-140*
Échantillons des sites des sources de la Dendre
ORM = site « Le Pilori à Ormeignies »: n° 89 (ORM/93/PIL ; C : A2, triangle: 10, H: 0-20), N°90 (ORM/93/PIL ; C : A, triangle : 122/125, H : 0-10), n° 94 (ORM/93/PIL ; C : B4, triangle : 125, H : 10-20), n° 95 (ORM/93/PIL ; C : C, triangle : 129, H : 20-30), n° 100 (ORM/93/PIL ; C : D, triangle : 132, H : 0-10), n° 102* (ORM/93/PIL ; C : D, triangle : 7, H : surface), CM : site « Coron Maton » à Aubechies : CM-st140-6118*, CM-st140-6120*, CM-st162-6782, CM-st162-6794*
BPR = site « La Petite Rosière » à Blicquy : Blicquy PR St27-3337*, Blicquy PR St27-3775*, Blicquy PR St29-3121*, Blicquy PR St29-4122*, Blicquy PR St29-4219*, Blicquy PR St29-4220*, Blicquy PR St29-818*, Blicquy PR St6-1833*, Blicquy PR St7-610*
BF = site « La Bonne Fortune » à Irchonwelz : BF-11738*

Tab. 5 – Échantillons géologiques et archéologiques soumis à l'analyse XRF.
Les objets facettés sont indiqués avec un astérisque.
Tab. 5 *– Geological and archeological samples analysed by XRF.*
Facetted objects are marked with an asterisk.

(Fig. 2) pour les OIS archéologiques (Belgique et Pays-Bas), indicative de la présence d'apatite.

Les concentrations en éléments majeurs (Fe-Si-Al-K-Ca-Mg-Ti-P-Mn) mesurées par fluorescence X portable ont été converties en % d'oxydes et représentées dans un diagramme ternaire (Fig. 3) dont les trois pôles représentent successivement les éléments métalliques (Fe_2O_3-TiO_2-MnO_2), les minéraux détritiques (quartz et minéraux des argiles : SiO_2-Al_2O_3-K_2O) et les carbonates+phosphates (CaO-P_2O_5). Notons toutefois que le titane est corrélé positivement à l'aluminium et donc aux argiles, tandis que le manganèse est plus ubiquiste. Leurs valeurs faibles ont toutefois très peu d'influence sur le graphique de la figure 3. Les carbonates correspondent tant aux débris de fossiles carbonatés qu'un éventuel ciment calcitique ou dolomitique. Les phosphates sont liés aux fossiles phosphatés. Le magnésium étant présent tant dans la dolomite que les minéraux argileux, et considéré comme mal dosé, n'a pas été intégré dans le graphique. La représentation triangulaire (Fig. 3) montre que les échantillons archéologiques belges (Dendre + Hesbaye) et néerlandais occupent une aire commune indiquant une gamme similaire de compositions chimiques attestant d'une origine commune et marquée par le couple « ooïdes de fer » et « matrice détritique » et de faibles teneurs en carbonates. Les OIS allemandes, se distinguent par leur richesse en carbonates (ciment et bioclastes calcaires) et forment un nuage séparé de celui des artefacts belgo-néerlandais. Les échantillons géologiques belges présentent toute la variabilité naturelle existante sur le territoire, mais seuls les échantillons collectés entre Loyable et Amay, sur le flanc sud du Synclinorium de Namur ont des compositions similaires aux échantillons archéologiques. Les autres sources géologiques ne peuvent avoir fourni de la matière première aux Rubanés. En effet, les OIS du flanc nord du Synclinorium

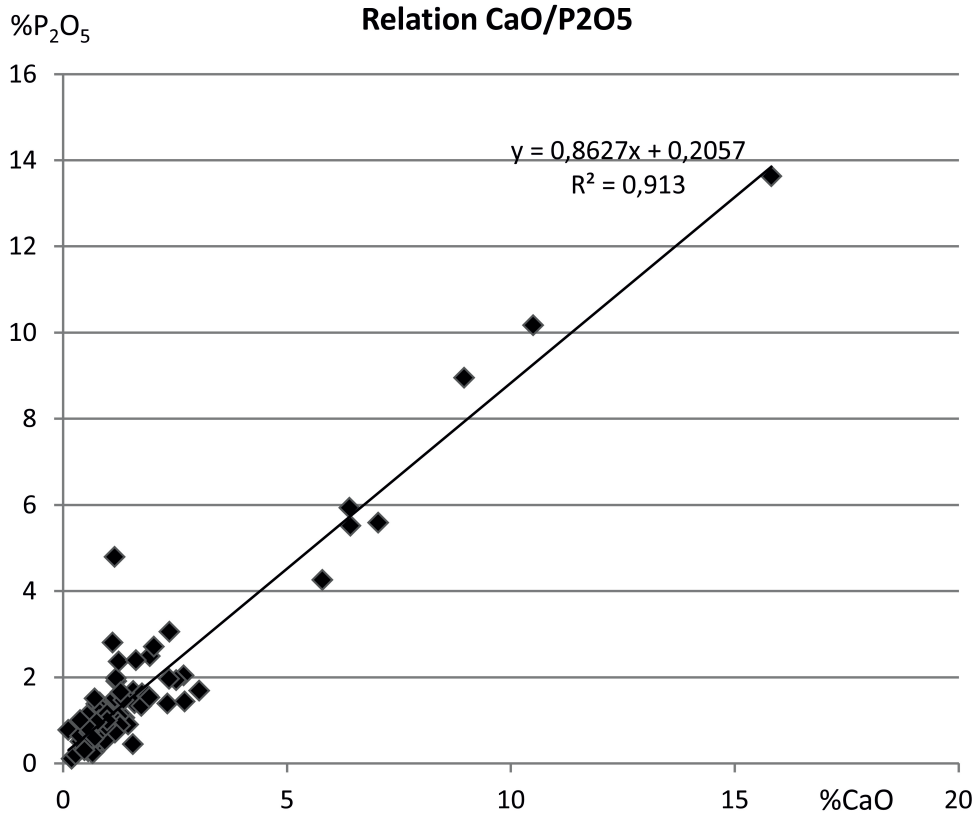


Fig. 2 – Relation linéaire entre les teneurs en calcium et en phosphore dans les OIS archéologiques belges et néerlandaises. Données provenant des analyses par XRF portable.
Fig. 2 *– Linear relation between the calcium and phosphorus contents in the OIS artefacts from Belgium and the Netherlands. Data acquired by HH-XRF.*

de Namur sont plus riches à la fois en éléments détritiques terrigènes et en fragments de fossiles, témoins de dépôts proximaux et, à l'inverse, les échantillons du flanc nord du Synclinorium de Dinant sont plus pauvres en éléments terrigènes et plus riches en calcite (fossiles et ciment).

La figure 4 regroupe toutes les données géochimiques liées au couple Ca/P. On observe que les OIS archéologiques belges de Hesbaye se superposent parfaitement avec celles trouvées dans la région de Maastricht. Les OIS archéologiques issues des sites de la Dendre montrent aussi une superposition avec les OIS archéologiques hesbignonnes, malgré une dispersion moins grande. Les OIS géologiques allemandes s'inscrivent dans un nuage bien circonscrit qui permet de les distinguer aisément des OIS archéologiques. Les OIS géologiques belges forment un nuage très large rendant compte des différents niveaux géologiques variant en stratigraphie, en géologie (paléogéographie différente), en géographie mais aussi en teneur en fer. Rappelons ici que les échantillons géologiques disponibles sur le terrain aujourd'hui ne sont pas les plus riches, ces derniers ayant été exploités à différents moments. Manifestement, les préhistoriques privilégiaient des OIS provenant de couches très spécifiques riches en fer. La meilleure correspondance se fait avec les échantillons géologiques du flanc sud du Synclinorium de Namur et, encore une fois, avec une zone de 3 km de Loyable à Amay, sur la rive gauche de la vallée de la Meuse. Les versants plus ou moins abrupts érodés par la Meuse ou aban-

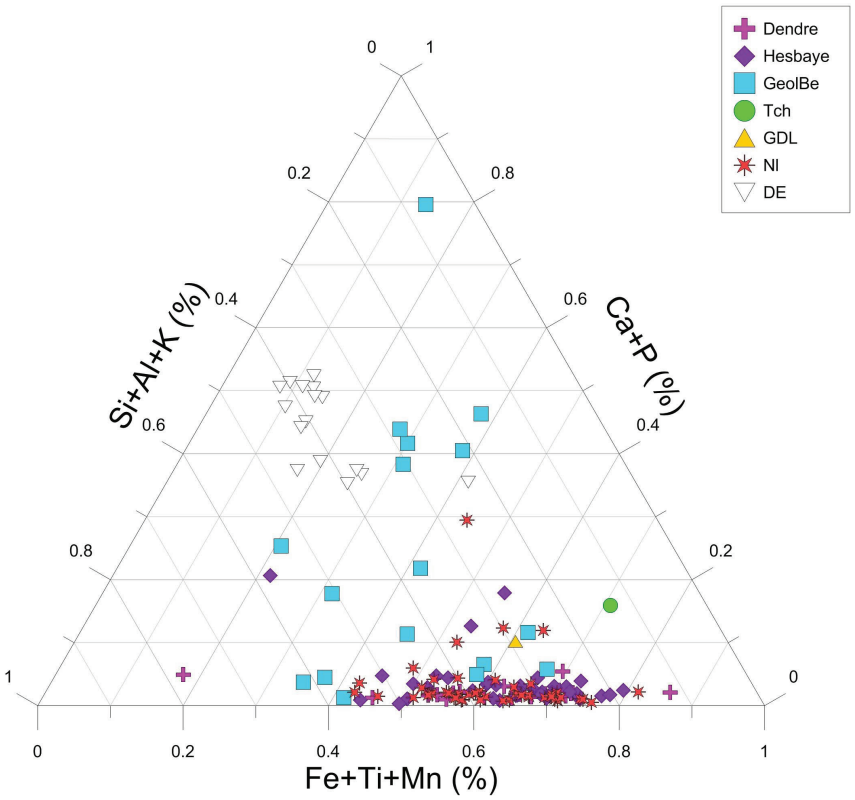


Fig. 3 – Diagramme ternaire de composition chimique (exprimé en % d'oxydes) des OIS archéologiques (sources de la Dendre : croix roses, Hesbaye : losange bleus et Pays-Bas : étoiles rouges – données de Wijnen, 2013) et géologiques (Belgique : carrés bleus et Eifel : triangles vides) acquis par XRF portable. Fe : % Fe_2O_3, Ti : % TiO_2, Mn : % MnO_2, Ca : % CaO, P : % P_2O_5, Si : % SiO_2, Al : % Al_2O_3, K : % K_2O.

Fig. 3 – *Ternary plot of the chemical compositions of the archaeological artefacts (Dendre springs: pink crosses, Hesbaye: blue lozenges and The Netherlands: red stars, data from Wijnen, 2013) and geological raw material (Belgium: blue squares and Eifel: empty triangles). Fe: % Fe_2O_3, Ti: % TiO_2, Mn: % MnO_2, Ca: % CaO, P: % P_2O_5, Si: % SiO_2, Al: % Al_2O_3, K: % K_2O.*

donnés par celle-ci offrent des opportunités à l'affleurement. Les couches (de quelques centimètres à quelques dizaines de centimètres d'épaisseur) y sont soit redressées, soit en demi-dressant, configuration offrant une grande quantité de matière première sur une certaine hauteur (plurimétrique à décamétrique). Le rafraîchissement naturel de la coupe par érosion, ravinement ou effondrement, offre des OIS non altérées constituées d'hématite bien rouge. Ces lits d'hématite oolithique sont facilement accessibles et visibles car ils sont encadrés par des shales friables brunâtres. Ces conditions sont de nature à fournir plus de matière que nécessaire pour un usage domestique et autorisent donc une sélection des blocs les plus adaptés aux usages du matériau recherché. La présence de grains de quartz à l'intérieur de la roche colorante permet un broyage aisé de la matière et l'obtention aisée d'une poudre fine (cf. contribution de Caroline Hamon *et al.*, 2016 : ce volume). Les minéraux argileux, présents en faible proportion, devaient aussi présenter un intérêt spécifique qui reste à préciser (pâte avec l'eau, lubrifiant lors du broyage...).

On note aussi que si un nouvel échantillonnage en site géologique devait être reconduit, il faut absolument privilégier les couches les plus riches en ooïdes et au sein desquelles ces dernières sont les plus fines. Notons que les couches d'OIS affleurant au niveau du flanc sud du Synclinorium de Namur ne sont pas parfaitement homogènes, et que l'on observe une variation la-

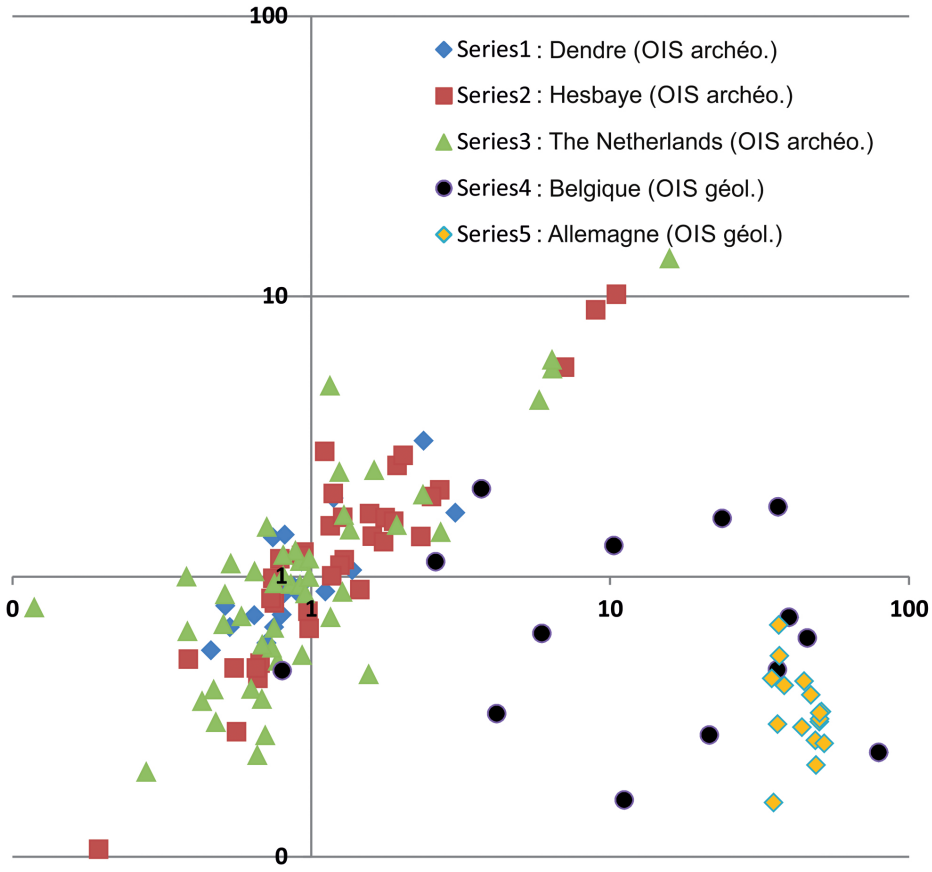


Fig. 4 – Diagramme de mise en relation des teneurs en calcium et en phosphore dans les OIS archéologiques belges des sources de la Dendre (losanges bleus), de Hesbaye (carrés rouges), néerlandaises (triangles verts) et les OIS géologiques belges (ronds noirs) et allemandes (losanges orange). Données provenant de l'analyse par XRF portable. Axe horizontal : % CaO, axe vertical : % P_2O_5.

Fig. 4 *– Plot of the calcium versus phosphorus content in OIS from archaeological sites of the Dendre springs area (blue losanges), the Hesbaye (red squares), the Netherlands (green triangles) as well as from the Belgian (black dots) and German (orange lozenges) geological OIS. Data from HH-XRF measurements. Horizontal axis: % CaO; vertical axis: % P_2O_5.*

térale et verticale, mais aussi de lit à lit dans la richesse en ooïdes. Il est donc logique que les analyses présentent une certaine dispersion.

Un autre type de représentation mettant en relation les teneurs en baryum (Fig. 5) et en aluminium normalisées par rapport à la teneur en fer permet de bien séparer les OIS allemandes (plus riches en baryum et pauvre en alumine) des OIS archéologiques belges. On notera que les OIS des sources de la Dendre forment un nuage de points plus circonscrit (teneurs en baryum moindre) que celui des OIS de Hesbaye et pourraient être interprétées comme l'utilisation d'un nombre plus limité de lits dans le gisement géologique.

3.6. Résultats par PIXE

La détermination de la composition élémentaire des OIS des sites LBK hesbignons a été complétée par l'analyse par faisceau d'ions (PIXE : *Particle Induced X-ray Emission*). L'objectif était de chercher une meilleure résolution de détection des éléments traces, possibles signatures géologiques, et de rechercher les similarités et différences dans les modalités d'approvisionnement en OIS entre les différentes installations rubanées en Hesbaye liégeoise et au cours du temps. Il n'y a pas eu d'analyses PIXE effectuées sur les échantillons des sites des sources de la Dendre. La mise en place des analyses suit un protocole identique à celui utilisé pour analyser les OIS de Basse-Normandie (cfr. article Goemaere *et al.*, 2016 : ce volume). Le traitement des mesures a été orienté vers la recherche de la contribution chimique des différentes phases minérales associées au sein des OIS (oolithes, contributions détritiques, apport des phases d'origine biogénique). Nous avons réalisé des tests de Pearson et des graphiques xy pour chercher les correspondances entre certains élé-

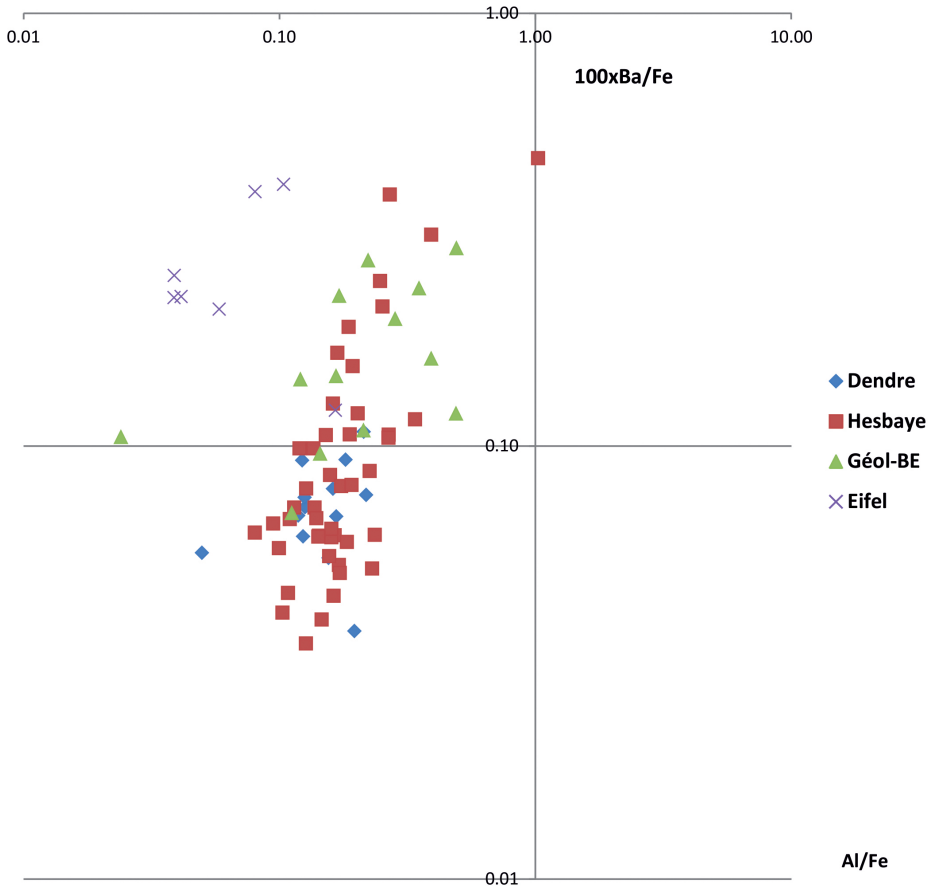


Fig. 5 – Diagramme bilogarithmique (axe des abscisses : Al/Fe; axe des ordonnées : 100xBa/Fe). Données géochimiques obtenues par XRF portable.
***Fig. 5** – Bilogarithmic diagram (x-axe: Al/Fe; y-axe: 100xBa/Fe). Chemical data after HH-XRF analyses.*

ments traces et certaines phases : phase ferrugineuse, phase phosphatée (apatite) et carbonatée (calcite), phases d'altération et terrigène réunissant les contributions détritiques de la roche (argiles, quartz en particulier). Compte tenu du fait que les OIS sont des roches hétérogènes et grossières à forte variabilité du rapport ciment/matrice et en concentration d'ooïdes au sein d'un même échantillon aussi bien qu'au sein de la formation géologique, plusieurs points (de 2 à 4) ont été mesurés pour chaque objet archéologique ou échantillon géologique de référence, de manière à dégager les tendances chimiques des OIS. De plus, la taille du faisceau à AGLAE (Accélérateur Grand Louvre d'analyse élémentaire) mesure 50 µm de diamètre. Pour homogénéiser la mesure et être à même de la comparer avec les mesures réalisées à l'IPNAS (Institut de Physique Nucléaire, Atomique et de Spectroscopie de l'Université de Liège), dont le faisceau de protons mesure 500 µm de diamètre, nous avons effectué un balayage de 500x500 µm² pour chaque point. La multiplication des points de mesure sur chaque échantillon permet de comparer les données obtenues pour plusieurs volumes de roche dont l'effet est de réduire l'impact de l'hétérogénéité de la roche sur les mesures et vise à mettre en évidence les tendances élémentaires qui s'expliquent en terme de formation et d'évolution de la roche. Un corpus de 25 objets archéologiques (dont 11 facettés) provenant des différents sites hesbignons a été analysé en PIXE (tableau dans Bosquet *et al.*, 2016 : ce volume), de même que trois échantillons géologiques conservés dans les collections de l'Institut royal des Sciences naturelles de Belgique ont été analysés (Tab. 9, voir en fin d'article).

Les analyses chimiques, exprimées en % massiques d'oxydes pour les éléments majeurs et en ppm pour les traces (Tab. 9) confirment les observations aux différentes échelles et les analyses réalisées en fluorescence X portable. Les concentrations ainsi obtenues ont été reportées dans un diagramme ternaire du même type que celui qui illustre les résultats XRF. Les trois grandes phases minérales figurent les sommets du triangle : composés terrigènes (SiO_2, Al_2O_3, K_2O, MgO, TiO_2, Rb_2O, Y_2O_3 ZrO_2), phase ferrugineuse (exprimée en Fe_2O_3 et V_3O_2) et phase associant carbonate et phosphate de calcium (CaO et P_2O_5). Le diagramme montre que l'essentiel des OIS mises au jour dans les sites rubanés de Hesbaye contiennent principalement des oxydes de fer (Fig. 6). Rares sont les objets dont la composition est dominée soit par les apports d'origine détritique et ceux liés à l'altération. En particulier, les OIS archéologiques présentent le plus souvent des teneurs moyennes en oxydes de fer comprises entre 45 et 82 %. Elles révèlent aussi des teneurs en carbonate et phosphate de calcium très variables sur un même objet, ce qui est expliqué par la granulométrie moyenne assez élevée du sédiment et son hétérogénéité à l'échelle d'observation. Des objets hétérogènes donnent des teneurs différentes d'un point analysé à l'autre. En effet, compte tenu de la taille du faisceau (environ 2500 µm²), l'analyse en PIXE se révèle ponctuelle et de ce fait, il est plus pertinent de chercher les tendances communes des éléments mesurés en plusieurs points afin d'identifier quels sont les éléments marqueurs de chaque phase minérale présente et l'importance de leur contribution au sein des objets analysés. C'est pourquoi, certaines mesures montrent, sur un même objet, de fortes variations de la teneur en oxydes de fer (par exemple OZ16 donne des teneurs en Fe_2O_3 comprises entre 22 et 65 %). Trois objets archéologiques contiennent peu d'oxyde de fer (Da20, HDB13 et WLG136). Pour le premier, Da20, la contribution des carbonates et phosphates de calcium, à hauteur de 46 à 53 %, en fait une roche à contenu biogénique élevé (bioclastes) localement concentré ; les mesures sont donc conditionnées par l'endroit où les mesures sont effectuées et par la non-homogénéité chimique du matériau. Quant à HDB13 et WLG136, ils se caractérisent par une forte composante détritique terrigène avec 47 à 67 % de quartz et minéraux argileux (Al, Si, K, Ti), faisant de ces objets archéologiques plutôt des siltites ou des argilites avec des oolithes. Les objets archéologiques les plus riches en oxydes de fer ont montré qu'ils étaient les plus riches en oolithes, d'une part, au sein d'une matrice elle-même très riche en oxydes de fer, d'autre part, à l'image des mesures ponctuelles obtenues sur l'objet WAR125 : 83 % d'oxydes de fer ont été détectés sur des oolithes et 71 % dans la matrice.

Les échantillons géologiques de référence sortent légèrement de la tendance donnée par la plus grande partie des objets archéologiques, et ce pour différentes raisons. L'échantillon de Ville-en-Waret (EG-03) présente de faibles teneurs en oxydes de fer et révèle une forte contribution terrigène. Quant aux échantillons de Spy (EG-02) et Huy (EG-04), bien que riches en oxydes de fer

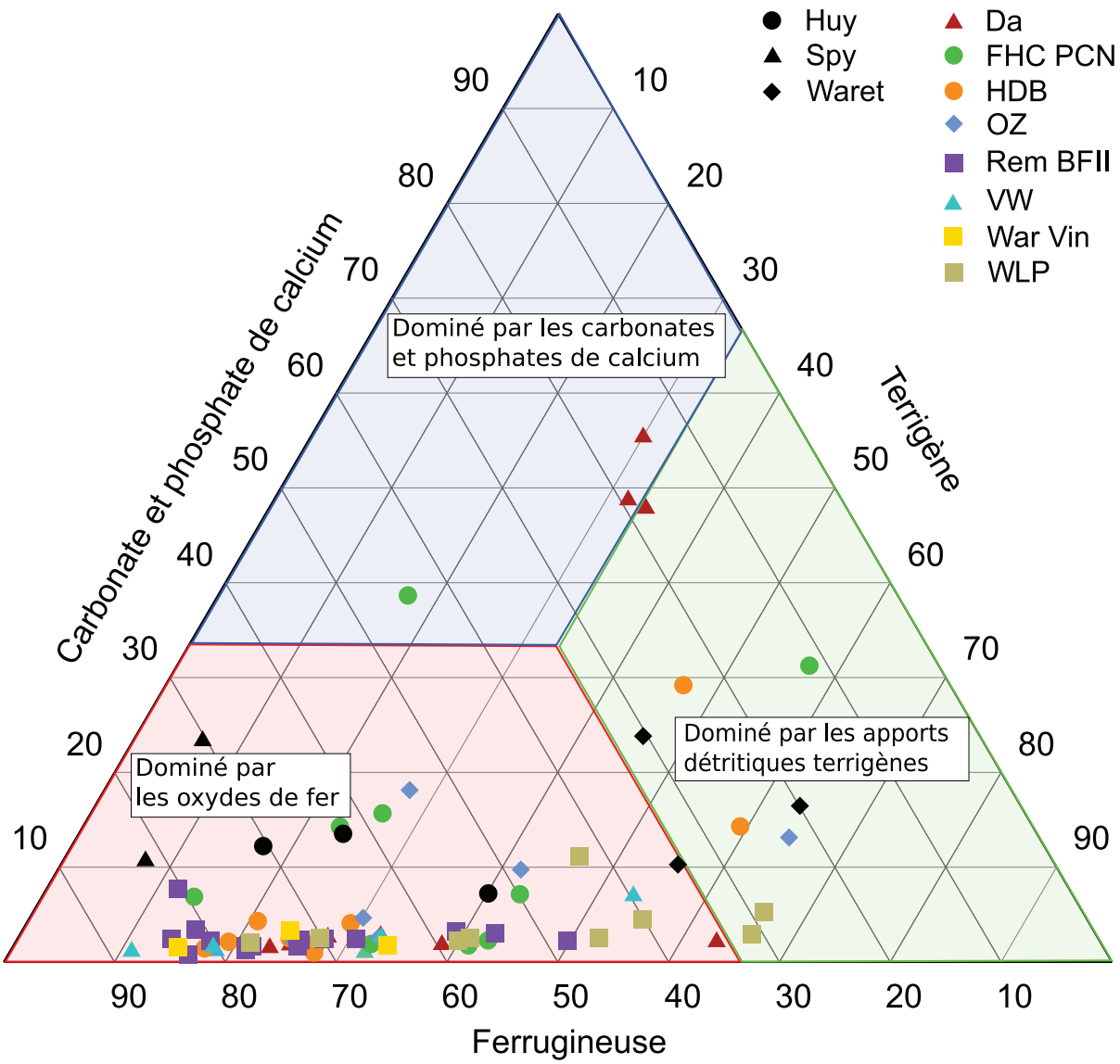


Fig. 6 – Diagramme ternaire de la composition chimique des OIS archéologiques et géologiques exprimée en % d'oxydes. Carbonate et phosphate de calcium (% CaO + % P_2O_5 + % SrO), terrigène (% MgO + % Al_2O_3 + % SiO_2 + % K_2O + % TiO_2 + % Rb_2O + % Y_2O_3 + % ZrO_2), ferrugineuse (% Fe_2O_3 + % V_2O_3 *). Les sites archéologiques représentés sont : Da, Darion « Colia » ; FHC PCN, Fexhe-le-Haut-Clocher « Podrî l'Cortri » ; HDB, Hollogne « Douze Bonniers » ; OZ, Oleye « Al Zèpe » ; Rem BFII, Remicourt «En Bia Flo » II ; VW, Vieux-Waleffe « Framaset » ; War Vin, Waremme « Vinâve » ; WLP, Waremme « Longchamps ». Les sites géologiques de comparaisons sont représentés par les symboles noirs et sont situés derrière la gare de Huy-Nord, à Spy et à Waret.
* Cfr Fig. 8 et discussion associée.

Fig. 6 – *Ternary diagram of archaeological and geological OIS of the Hesbaye area. Calcium carbonate and phosphate (% CaO + % P_2O_5 + % SrO), terrigène (% MgO + % Al_2O_3 + % SiO_2 + % K_2O + % TiO_2 + % Rb_2O + % Y_2O_3 + % ZrO_2), ferrugineuse (% Fe_2O_3 + % V_2O_3 *). Archeological sites illustrated are: Da, Darion "Colia"; FHC PCN, Fexhe-le-Haut-Clocher "Podrî l'Cortri"; HDB, Hollogne "Douze Bonniers"; OZ, Oleye "Al Zèpe"; Rem BFII, Remicourt "En Bia Flo" II; VW, Vieux-Waleffe "Framaset"; War Vin, Waremme "Vinâve"; WLP, Waremme "Longchamps". The geological sites of comparisons are represented by black symbols and are situated behind the station of Huy-North, at Spy and at Waret.*
** Cfr Fig. 8 and associated discussion.*

(avec des teneurs comprises entre 51 et 81 %), ils contiennent des phosphates et des carbonates de calcium sous forme de ciment calcitique et de fossiles.

La plupart des OIS présentent une intime dépendance du calcium et du phosphore indiquant la présence d'apatite (Fig. 7) comme déjà soulignée par les analyses par XRF portable. Les échantillons géologiques (Ville-en-Waret, Huy et un des deux points analysés sur l'échantillon de Spy) révèlent de plus fortes teneurs relatives en calcium traduisant la détection de ciment calcitique (ou dolomitique) en plus de l'apatite. Un objet de Darion (Da 20) présente aussi une forte contribution de l'apatite et de la calcite. Si on exclut les références géologiques, les analyses montrent une stricte corrélation ($R^2 = 0,99$, n = 67) des deux éléments. Par ailleurs, le rapport [Ca]/[P] est supérieur à 3/5 (rapport stœchiométrique du calcium et du phosphore dans l'apatite), ce qui traduirait la présence d'au moins une autre phase minérale non identifiée contenant du Ca (e.g. : plagioclase anorthitique).

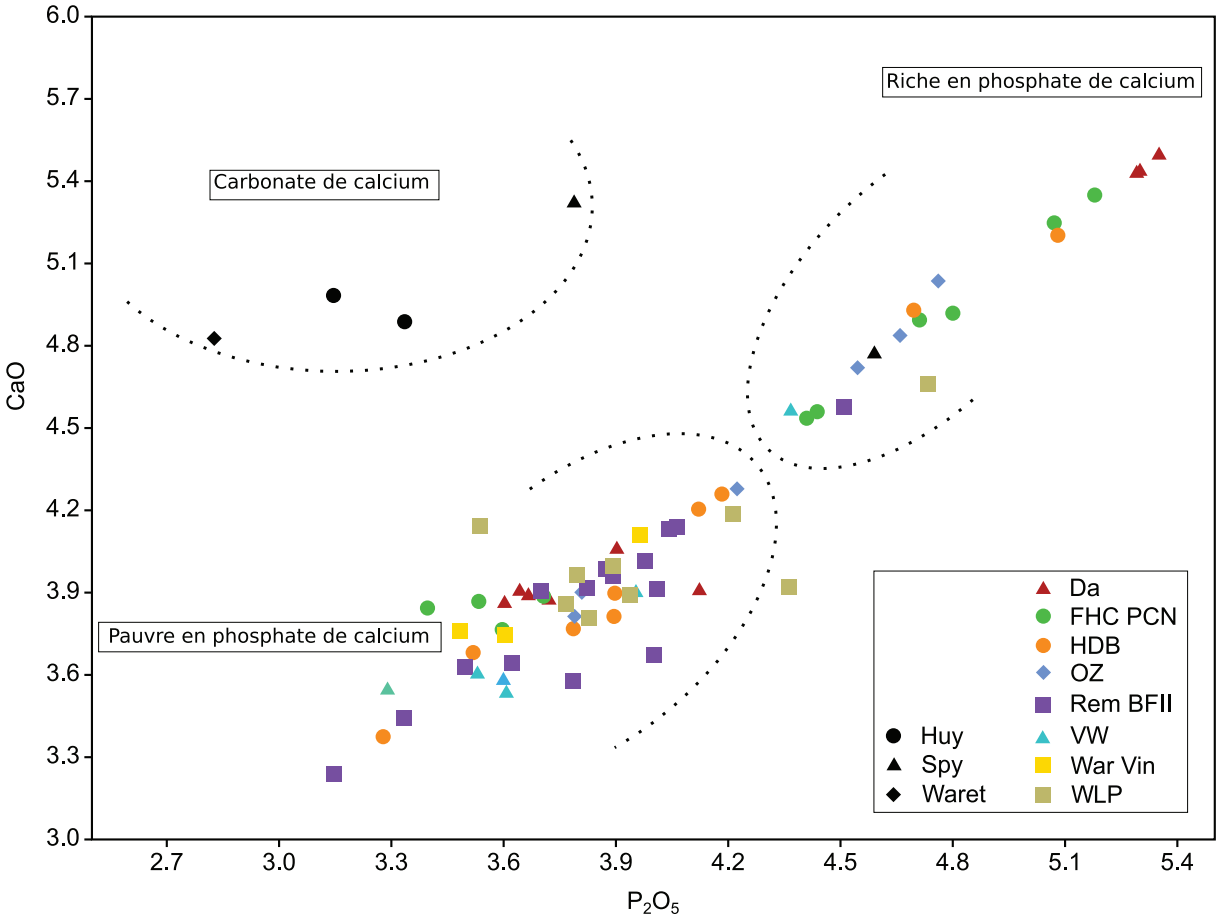


Fig. 7 – Graphe mettant en relation les teneurs en CaO (log_{10}%CaO) en fonction des teneurs en P_2O_5 (log_{10}% P_2O_5). Les sites archéologiques représentés sont : Da, Darion « Colia » ; FHC PCN, Fexhe-le-Haut-Clocher « Podrî l'Cortri » ; HDB, Hollogne « Douze Bonniers » ; OZ, Oleye « Al Zèpe » ; Rem BFII, Remicourt « En Bia Flo » II ; VW, Vieux-Waleffe « Framaset » ; War Vin, Waremme « Vinâve » ; WLP, Waremme « Longchamps ». Les références géologiques sont représentées par les symboles noirs : Huy, Spy, Waret.

***Fig. 7** – Graph of the Log_{10}%CaO content as a function of log_{10}%P_2O_5. Archeological sites illustrated are: Da, Darion "Colia"; FHC PCN, Fexhe-le-Haut-Clocher "Podrî l'Cortri"; HDB, Hollogne "Douze Bonniers"; OZ, Oleye "Al Zèpe"; Rem BFII, Remicourt "En Bia Flo" II; VW, Vieux-Waleffe "Framaset"; War Vin, Waremme "Vinâve"; WLP, Waremme "Longchamps". Geological samples are represented by black symbols: Huy, Spy, Waret.*

Le vanadium est le seul élément corrélé au fer (R^2 = 0,85) (Fig. 8). Tous les objets archéologiques et les échantillons géologiques suivent la même tendance, avec de légères différences. Certains objets montrent une grande dispersion (OZ16, FHC100, WLG2), mais tous les points d'analyse montrent la même tendance. Les OIS extraites et exploitées sur les différents établissements rubanés révèlent une riche palette de matières, selon un gradient qui correspond aux OIS disponibles au sein des nombreuses couches qui affleuraient durant le Néolithique ancien, des plus pauvres en oxydes de fer (riches en argiles et/ou carbonate et phosphate de calcium) au plus riches en oxydes de fer. L'observation méso- et microscopique d'un continuum lithologique au sein du corpus d'OIS hesbignonnes est confirmée ici par les analyses chimiques. Les OIS de Ville-en-Waret (EG-03) font partie des matières premières pauvres en oxydes de fer et se rapprochent, tant par la concentration en oxydes de fer que par la concentration en V_2O_3, des trois objets particuliers Da20 (Darion), WLG136 (Waremme « Longchamps ») et HDB13 (Hollogne « Douze

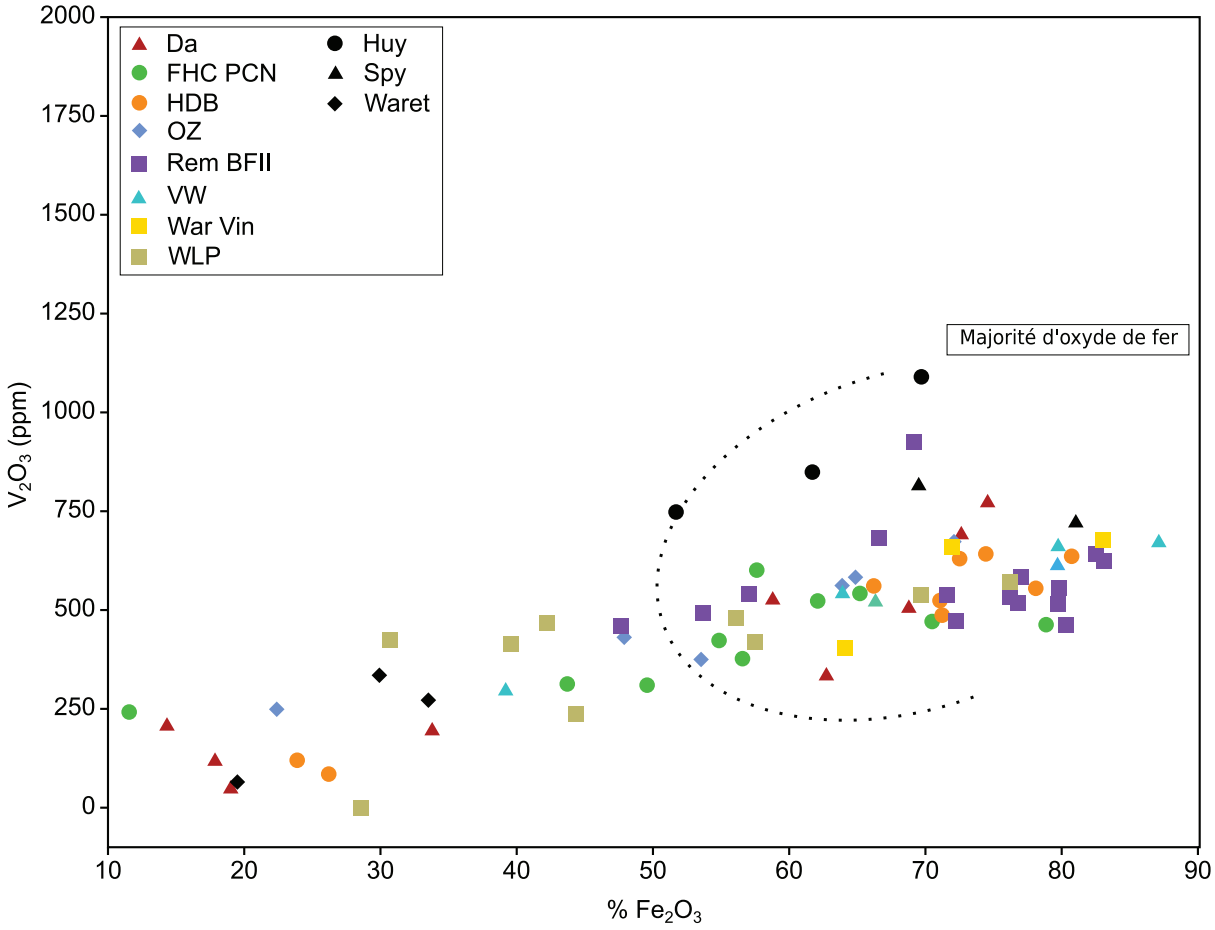


Fig. 8 – Graphe mettant en relation les teneurs en V_2O_3 (ppm) en fonction des teneurs en Fe_2O_3 (%).Les sites archéologiques représentés sont : Da, Darion « Colia » ; FHC PCN, Fexhe-le-Haut-Clocher « Podrî l'Cortri » ; HDB, Hollogne « Douze Bonniers » ; OZ, Oleye « Al Zèpe » ; Rem BFII, Remicourt « En Bia Flo » II ; VW, Vieux-Waleffe « Framaset » ; War Vin, Waremme « Vinâve » ; WLP, Waremme « Longchamps ». Les références géologiques sont représentées par les symboles noirs : Huy, Spy, Waret.

***Fig. 8** – Graph showing the V_2O_3 content as a function of Fe_2O_3. Archeological sites illustrated are: Da, Darion "Colia"; FHC PCN, Fexhe-le-Haut-Clocher "Podrî l'Cortri"; HDB, Hollogne "Douze Bonniers"; OZ, Oleye "Al Zèpe"; Rem BFII, Remicourt "En Bia Flo" II; VW, Vieux-Waleffe "Framaset"; War Vin, Waremme "Vinâve"; WLP, Waremme "Longchamps". Geological samples are represented by black symbols: Huy, Spy, Waret.*

Bonniers »). L'échantillon de Spy (EG-02), quant à lui, suit parfaitement la tendance des autres OIS avec une forte teneur en oxydes de fer et de vanadium.

L'étude de la phase détritique est riche d'informations car quatre éléments sont dépendants de l'aluminium : Si, Mg, K et Ti. Nous avons retenu les trois derniers (respectivement R^2_{MgO} = 0,75 ; R^2_{K2O} = 0,91 ; R^2_{TiO2} = 0,76) pour tracer des graphiques en deux dimensions.

Si le magnésium est mal dosé par HH-XRF, il l'est en revanche beaucoup plus précisément en PIXE et il s'avère que cet élément est tout particulièrement discriminant car le magnésium peut être associé aux phyllosillicates (chlorite, micas, smectite, vermiculite) traduisant la contribution détritique de la roche et/ou à la dolomite [$CaMg(CO_3)_2$], occasionnellement attestée dans les OIS du Synclinorium de Namur. Notons que les smectites et les vermiculites ne sont plus présentes dans les sédiments dévoniens, compte tenu de leur degré d'évolution diagénétique. Les smectites et vermiculites présentes dans l'assemblage minéralogique indiqueraient une altération des minéraux présents, en particulier de la chlorite.

L'assemblage archéologique est uniforme car le rapport [MgO]/[Al_2O_3] est constant indiquant que les artéfacts contiennent peu ou pas de dolomite. Les échantillons géologiques de référence présentent des teneurs relatives en magnésium supérieures aux OIS archéologiques. Cette tendance différente tendrait à indiquer que les références géologiques contiennent plus de dolomite que les objets archéologiques (Fig. 9).

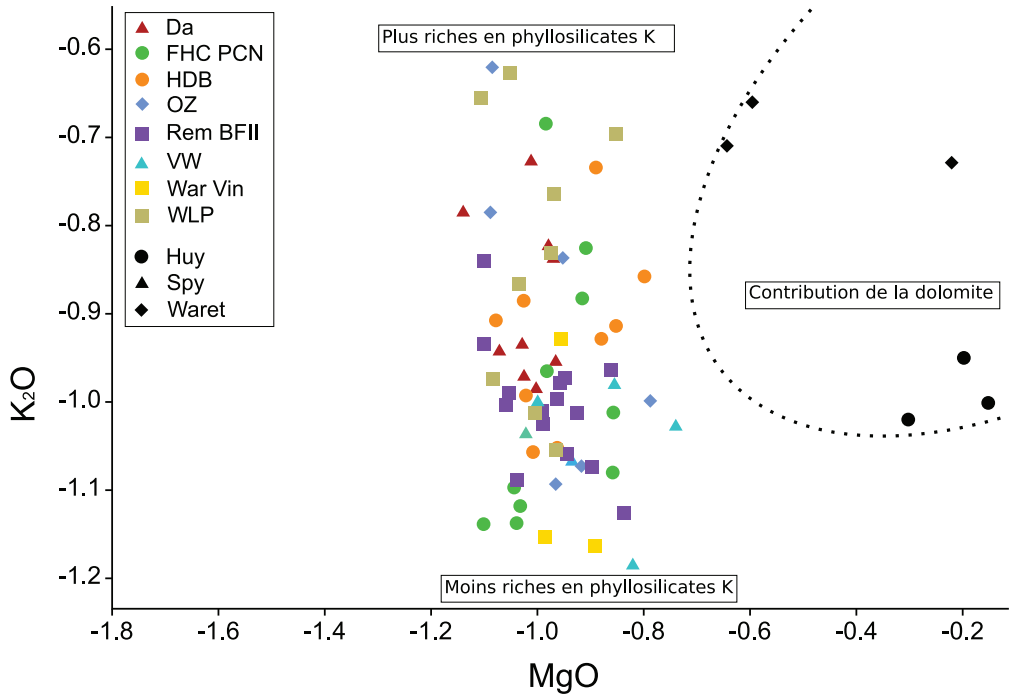


Fig. 9 – Graphe des éléments dépendants de l'aluminium (MgO, K_2O) représentés en log_{10} du rapport [élément]/[Al_2O_3]. Sites archéologiques : Da, Darion « Colia » ; FHC PCN, Fexhe-le-Haut-Clocher « Podrî l'Cortri » ; HDB, Hollogne « Douze Bonniers » ; OZ, Oleye « Al Zèpe » ; Rem BFII, Remicourt « En Bia Flo » II ; VW, Vieux-Waleffe « Framaset » ; War Vin, Waremme « Vinâve » ; WLP, Waremme « Longchamps ». Les références géologiques sont représentées par les symboles noirs : Huy, Spy, Waret.
***Fig. 9** – Graph of the trace elements correlated to aluminum represented in log_{10} of [element]/[Al_2O_3]. Archaeological sites: Da, Darion "Colia"; FHC PCN, Fexhe-le-Haut-Clocher "Podrî l'Cortri"; HDB, Hollogne "Douze Bonniers"; OZ, Oleye "Al Zèpe"; Rem BFII, Remicourt "En Bia Flo" II; VW, Vieux-Waleffe "Framaset"; War Vin, Waremme "Vinâve"; WLP, Waremme "Longchamps". Geological samples are represented by black symbols: Huy, Spy, Waret.*

La représentation des éléments dépendants de certaines argiles comme le magnésium, déjà présentée, mais aussi le potassium (K), présent dans l'illlite (identifiée au DRX) et les feldspaths potassiques par exemple, révèle un gradient depuis les OIS les plus pauvres en K aux plus riches en K (Fig. 9). L'assemblage de Remicourt semble particulièrement homogène. Notons ici que les sédiments famenniens sont caractérisés par un contenu argileux riche en illite et micas et en feldspaths (surtout des plagioclases) et se distingue ainsi des autres séries terrigènes dévoniennes ou silésiennes.

Les teneurs relatives en minéraux denses, comme le titane et le zircon présents principalement dans la phase détritique, montrent un corpus homogène, indiquant une même source, c'est-à-dire une même origine géologique pour tous les échantillons archéologiques et géologiques (Fig. 10 gauche et droite). Les sédiments dévoniens belges ont un assemblage de minéraux denses constitués de zircon, tourmaline, rutile, apatite, ainsi que des ferro-titanés (ilménite, hémo-ilménite, titano-magnétite, magnétite). Le titane peut aussi remplacer le Si dans les phyllosilicates, mais en très faible proportion. On peut considérer que la majorité du titane est associé aux ferro-titanés et au rutile, représentant la fraction détritique du sédiment (Goemaere & Hurford, 1997).

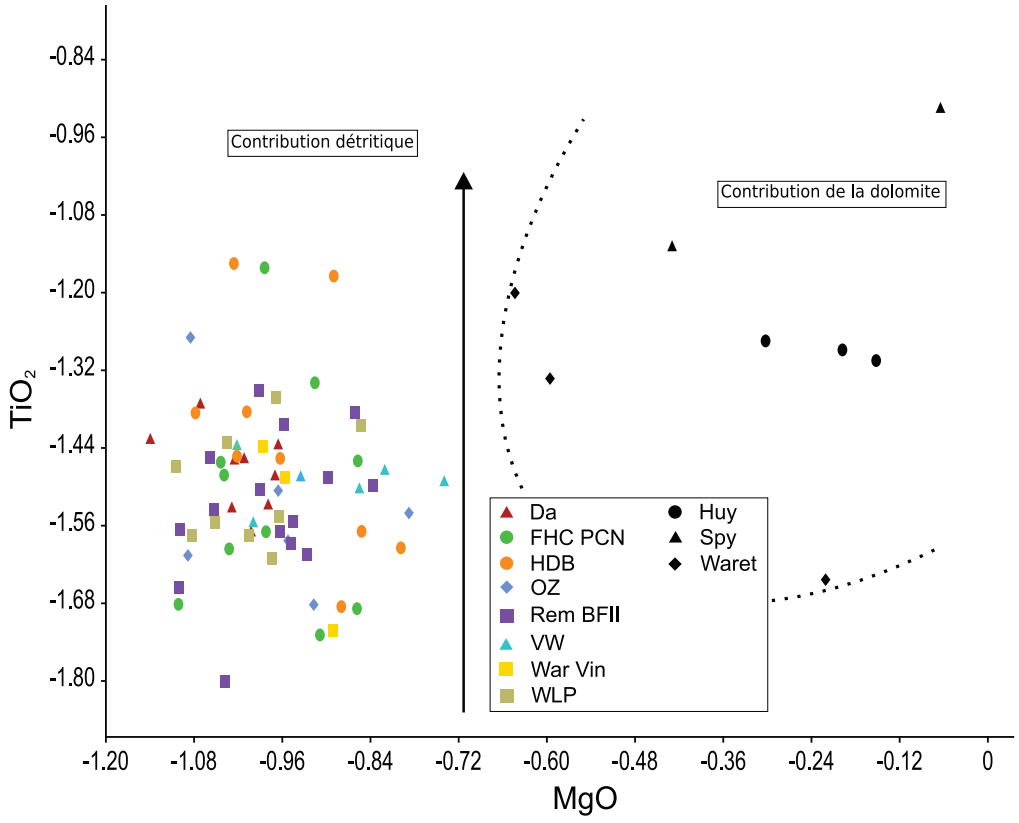


Fig. 10 – Graphe mettant en relation deux éléments dépendants de l'aluminium (MgO, TiO_2) représentés en log_{10} du rapport [élément]/[Al_2O_3]. Les références géologiques sont représentées par les symboles noirs. Sites archéologiques : Da, Darion « Colia » ; FHC PCN, Fexhe-le-Haut-Clocher « Podrî l'Cortri » ; HDB, Hollogne « Douze Bonniers » ; OZ, Oleye « Al Zèpe » ; Rem BFII, Remicourt « En Bia Flo » II ; VW, Vieux-Waleffe « Framaset » ; War Vin, Waremme « Vinâve » ; WLP, Waremme « Longchamps ». Sites géologiques : Huy, Spy, Waret.

***Fig. 10** – Graph of the trace elements correlated to aluminium represented in log_{10} of [element]/[Al_2O_3]. Geological samples are represented by black symbols. Archaeological sites: Da, Darion "Colia"; FHC PCN, Fexhe-le-Haut-Clocher "Podrî l'Cortri"; HDB, Hollogne "Douze Bonniers"; OZ, Oleye "Al Zèpe"; Rem BFII, Remicourt "En Bia Flo" II; VW, Vieux-Waleffe "Framaset"; War Vin, Waremme "Vinâve"; WLP, Waremme "Longchamps". Geological sites: Huy, Spy, Waret.*

La recherche des différences entre les hématites oolithiques mises au jour sur les sites du Néolithique ancien de Hesbaye (LBK) a été menée en tentant de les distinguer à partir des concentrations en éléments majeurs, mineurs et traces et en mettant en évidence les proportions relatives des différentes phases minérales, qui sont indicatrices de la position géographique des OIS au sein d'une coupe théorique allant, du nord au sud, d'une hématite oolithique marquée par une forte contribution détritique terrigène et de fragments de fossiles sur le flanc nord du Synclinorium de Namur, à une hématite oolithique riche en oxydes de fer à oolithes jointives avec une faible contribution détritique et des carbonates et phosphates de calcium sur le flanc sud de Synclinorium de Namur, jusqu'au flanc nord du Synclinorium de Dinant fournissant des hématites oolithiques à la fois plus riches en calcium (fossiles et ciment calcitique) et plus pauvres en éléments terrigènes.

Par ailleurs, en individualisant la contribution en éléments mineurs et traces de chaque phase au sein des OIS, il devient possible de tester la composition des assemblages archéologiques et leurs relations avec les sources géologiques d'OIS. Le vanadium, seul élément isolé dépendant du fer indique que les assemblages des sites LBK hesbignons sont issus de la même formation, ce qui est renforcé par la mesure du rapport [P]/[Ca]. L'essentiel des OIS employées durant le LBK révèle une large palette de matières premières aux teneurs en oxydes de fer variables. Cependant, deux objets archéologiques se distinguent de cet ensemble : Da20 (Darion) et HDB13 (Hollogne « Douze Bonniers »). Les analyses menées en PIXE sur les OIS de Hesbaye révèlent un corpus archéologique qui correspond à la grande variabilité compositionnelle des OIS hesbignonnes. Les comparaisons d'objet à objet ou même de site à site ne sont pas possibles en l'état, car il faudrait multiplier les mesures afin d'obtenir une représentativité satisfaisante de l'hétérogénéité de chaque objet archéologique et de chaque assemblage archéologique, qu'il faudrait alors comparer à un corpus fourni de références géologiques.

4. CONCLUSIONS

Les analyses pétrographiques, minéralogiques, diffractométriques et chimiques permettent de caractériser les OIS issus des sites LBK de Hesbaye et des sites néolithiques anciens des sources de la Dendre. Les sites d'habitat sont tous situés en-dehors des zones d'affleurement des OIS, ce qui implique un déplacement vers les affleurements. Les résultats montrent une grande homogénéité compositionnelle de ces OIS qui ne se différencient les unes des autres que par la proportion relative de la matrice détritique par rapport à la richesse en ooïdes ferrugineuses. Il n'y a pas de différence entre les OIS de Hesbaye et des sources de la Dendre. Pour la Hesbaye liégeoise, on n'observe pas non plus de différences significatives d'un site à l'autre, ni entre les phases pionnières et les phases ultérieures d'occupation, ce qui pourrait signifier qu'à leur arrivée, les pionniers connaissaient déjà les gisements exploitables. Pour ce dernier point, il faudra refaire le même examen pour les matériaux rouges non-oolithiques.

On notera le tri effectué par les préhistoriques, retenant majoritairement les matériaux les plus riches en ooïdes ferrugineuses, à ooïdes fines et très pauvres en fossiles. Les rubanés semblent avoir collecté leur matière première ferrugineuse dans un seul niveau stratigraphique et dans un nombre limité de couches. Les variations lithologiques et compositionnelles observées sont d'un même ordre de grandeur que celles rencontrées dans les couches à l'affleurement.

Les résultats analytiques excluent totalement que les OIS trouvées sur les sites rubanés hesbignons proviennent des couches d'OIS de Basse-Normandie (FR), du Massif Schisteux Rhénan (DE) ou des OIS belges (Dévonien inférieur à supérieur) des synclinoria de Dinant et de Verviers. La source géologique des artefacts correspond aux couches d'OIS d'âge Famennien inférieur affleurantes sur le flanc sud du Synclinorium de Namur. Géographiquement parlant, la zone est circonscrite entre Loyable et Amay, séparés par une distance d'environ 3 km, sur la rive droite de la Meuse. Les distances à parcourir pour s'approvisionner sont relativement faibles pour les groupes hesbignons (entre 10 et 20 km) et plus grandes pour les groupes maastrichtois (environ 30 km) et hennuyer (près de 120 km). La diversité des OIS trouvées sur les trois sites des sources de la Dendre est moins grande, indiquant une collecte de blocs dans une couche unique plutôt que dans un faisceau de couches, fragmen-

tés ensuite et distribués dans les différents villages. Il n'est pas possible de préciser si un seul site géographique a été exploité ou plusieurs, la variabilité latérale au sein des couches est aussi grande (relative) à l'échelle d'un affleurement que d'un affleurement à l'autre.

Si les couches sont plus nombreuses, plus épaisses et affleurent sur une plus grande largeur (compte tenu de la faible inclinaison des couches) sur le flanc nord que sur le flanc sud du Synclinorium de Namur, on aurait pu s'attendre à ce que les couches d'OIS affleurant sur le flanc nord du Synclinorium de Namur soient privilégiées. Cependant, les OIS de ce flanc renferment des couches souvent plus grossières avec des intraclastes de plus grande taille. A l'opposé, les couches d'OIS du flanc sud sont moins nombreuses, plus minces et plus inclinées mais, par contre, les OIS sont plus homogènes que sur le flanc nord. Les artefacts en OIS ne présentent pas la diversité telle qu'elle est représentée par le flanc nord, indication supplémentaire du choix des affleurements du flanc sud du Synclinorium de Namur. Ceux-ci affleurent bien dans quelques sites, sur la rive gauche de la vallée de la Meuse, surtout de Huy à Amay. Les affleurements sur le flanc nord étaient de hauteur moindre, rarement rafraîchis et, probablement, plus altérés ; ces différents facteurs les rendaient peut-être moins facilement repérables dans le paysage même si, dans ces sites, les terres au toit des couches apparaissaient colorées de rouges, ce qui aurait pu (dû) attirer l'attention des chercheurs préhistoriques en quête de matières utiles. La présence, à l'époque, d'un couvert forestier probablement très dense n'est probablement pas étrangère à cet état de fait.

Il semble donc qu'il y ait un nombre minimum de sites qui aient pu être exploités par les Rubanés, au sud de la zone d'habitat hesbignon. Il en est probablement de même pour les sites rubanés néerlandais, en l'absence de source géologique d'hématite où que ce soit en Hollande. Quant aux OIS trouvées sur les sites des sources de la Dendre, les affleurements d'OIS du Famennien inférieur les plus proches sont à plus de 60 km de distance à vol d'oiseau dans la vallée de l'Orneau. Les résultats analytiques nous permettent cependant de conclure que les préhistoriques de ces sites se sont approvisionnés sur les mêmes lieux que les hesbignons et les maastrichtois ouvrant ainsi la discussion sur les échanges entre les différents groupes LBK. Les OIS exploitées sur les sites hesbignons traduisent la variabilité des OIS présentes sur le flanc sud du Synclinorium de Namur. La forte proximité chimique des OIS exploitées par les habitants des sources de la Dendre, identifiée par fluorescence-X portable, nous conduit à conclure qu'une zone plus restreinte du flanc sud du Synclinorium de Namur a fourni ces matières premières, ce qui revient à affirmer que les OIS ont été extraites toujours en un même lieu. Se posent ainsi la question de savoir si l'extraction d'OIS n'était pas contrôlée soit par une restriction de l'accès aux ressources, soit par une diffusion sélective.

Les assemblages d'OIS archéologiques étudiées traduisent une forte permanence de l'exploitation de ces matières présentant les mêmes propriétés mécano-chimiques (mêmes caractéristiques compositionnelles et pétrographiques) au cours du temps dans une vaste région (environ 100 km des sources de la Dendre à la région de Maastricht). Ces stratégies d'exploitation des hématites oolithiques révèlent ainsi les mêmes choix opérés à la source durant le Néolithique ancien. Ces résultats suggèrent qu'il existait une tradition fortement ancrée qui traduirait des échanges importants dans une vaste aire géographique au sein de laquelle étaient partagés les mêmes codes et les mêmes matières premières.

Notons, de plus, que d'autres matériaux rouges non oolithiques ont été découverts sur les sites rubanés de Hesbaye liégeoise (en cours d'étude) et de la région de Maastricht. On trouve dans quelques sites hesbignons : a) des grès ferrugineux issus probablement de l'oxydation de sables tertiaires marins riches en glauconie et cimentés par de la goethite ou de l'hématite et b) des hématites noires ou noires et rouges, de densité apparente élevée et à aspect bréchique. Ces dernières sont d'ailleurs peu nombreuses, de plus grande taille que les artefacts en OIS et portent toutes des traces d'usure telles que des facettes et des stries. Si les premiers sont fréquents dans les provinces belges du Brabant, les secondes trouveraient leur source en Allemagne (*recherche en cours, résultats à publier*), pouvant indiquer un échange entre la Hesbaye et une région située plus à l'est (distance supérieure à 250 km). L'économie des matières premières colorantes nous apparaît donc élaborée et complexe.

Finalement, trois matériaux rouges différents ont été exploités sur les sites LBK de sources sub-locale, régionale et extra-régionale. Les raisons de ces stratégies d'approvisionnement mériteront d'être questionnées, à savoir si ces différentes matières premières sont dotées de propriétés physico-chimiques différentes (mécaniques, visuelles, texturales, asséchantes en particulier), si la teinte et la propension à être réduite en poudre de telle ou telle manière varient d'une matière à l'autre, si l'exploitation de ces différentes matières premières reflète des utilisations dans des champs d'activités différentes ou si certaines matières étaient dotées d'un statut particulier en fonction de leur origine proche ou lointaine. Rappelons à ce titre que les herminettes rubanées sont sans exception façonnées en roches exogènes autres que le silex, pourtant abondant sur place.

Remerciements

Les auteurs remercient les collègues Iradj Eschgi et Alfred Katsch, anciens collaborateurs du Prof. W. Kasig (RWTH à Aachen), qui nous ont guidés sur les coupes allemandes afin de prélever des échantillons représentatifs. Nous remercions aussi les reviewers Émilie Chalmin (Université de Savoie, FR) et Pierre-Yves Declercq (SGB-IRSNB) pour leur relecture attentive et l'amélioration du manuscrit qui en a découlé.

Bibliographie

BOSQUET D. & GOLITKO M., 2012. Highlighting and characterizing the pioneer phase of the Hesbayan LBK(Liege Province, Belgium). *In* : WOLFRAM S., STAUBLE H., CLADDERS M. TISCHENDORF Th. (dir.), *Siedlungsstruktur und Kulturwandel in der Bandkeramik, Beitrage der Internationale Tagung "Neue Fragen zur Bandkeramik oder Alles beim Alten ?!", Leipzig, 23-24. September 2010,* Dresden, Landesmat für Archäologie, Arbeits- und Forschungsberichte zur sächischen Bodendenkmalpflege, **25** : 91-106.

BOSQUET D., CONSTANTIN C., GOEMAERE E., HAMON C., JADIN I. & SALOMON H., 2016. Provenance, exploitation et utilisation de l'hématite oolithique au Néolithique ancien en Belgique. *In* : C. BILLARD *et al.* (éd.), *Autour de l'hématite / About haematite. Actes de / Acts of Jambes, 7-8/02/2013, Volume 1*, Liège, ERAUL, **143** – *Anthropologica et Præhistorica*, **125/2014** : 121-151.

CONSTANTIN C., ALLARD P. & DEMAREZ L., avec la collaboration de AUXIETTE G., BAKELS C., FIRMIN G., KRAUSZ S., LUNDSTROM-BAUDAIS K., MUNAUT A.-V., PERNAUD J.- M. et SALAVERT A., 2010a. Le site rubané d'Aubechies « Coron Maton » (Hainaut). Fouilles de 1984 à 2002. *Bulletin du Cercle Archéologique Hesbaye-Condroz*, **XXX** : 5-112.

CONSTANTIN C., DERAMAIX I. & DEMAREZ L., avec la collaboration de BAKELS C., KRAUSZ S. & SALAVERT A., 2010b. Le site rubané de Ormeignies-Blicquy « La Petite Rosière » (Hainaut). *Bulletin du Cercle Archéologique Hesbaye-Condroz*, **XXX** : 113-174.

CONSTANTIN C., LANCHON Y., FARRUGIA J.-P., DEMAREZ L. & DAUBECHIES M., avec la collaboration de BAKELS C., HACHEM L., LUNDSTROM-BAUDAIS K., OHNENSTETTER M., SALAVERT A. et SANTALIER D., 2010c. Le site blicquyen d'Irchonwelz « La Bonne Fortune » (Hainaut). Fouilles de 1983. *Bulletin du Cercle Archéologique Hesbaye-Condroz*, **XXX** : 245-281.

DENAYER J., 2016. Iron ores of Southern Belgium: much more than hematite. *In* : C. BILLARD *et al.* (éd.), *Autour de l'hématite / About haematite. Actes de / Acts of Jambes, 7-8/02/2013, Volume 2*, Liège, ERAUL, **143** – *Anthropologica et Præhistorica*, **125/2014** : 39-49.

DRAILY C., 2011. *La grotte Walou à Trooz (Belgique). Fouilles de 1996 à 2004. Volume 3, l'archéologie*. Études et Documents, Institut du Patrimoine Wallon.

DREESEN R., SAVARY X. & GOEMAERE É., 2016. Definition, classification and microfacies characteristics of oolitic ironstones, used in the manufacturing of red ochre - a comparative petrographical analysis of Palaeozoic samples from France, Belgium and Germany. *In* : C. BILLARD *et al.* (éd.), *Autour de l'hématite / About haematite. Actes de / Acts of Jambes, 7-8/02/2013, Volume 1*, Liège, ERAUL, **143** – *Anthropologica et Præhistorica*, **125/2014** : 203-223.

GOEMAERE É. & HURFORD A. J., 1997. Un paléoplacer dans la Formation d'Évieux (Famennien supérieur) à Durnal, vallée du Bocq, Belgique). *Annales de la Société géologique de Belgique*, **120** (2) : 133-143.

GOEMAERE É., JUNGELS C. & HAUZEUR A., 2013. Oolithic ironstones from Spy cave. *In* : ROUGIER

H. & SEMAL P. (éd.): *"Spy Cave, 125 years of multidisciplinary research at the Betche aux Rotches (Jemeppe-sur-Sambre, Province of Namur, Belgium)", Volume 1*, Anthropologica et Præhistorica, **123/2012** : 151-166.

GOEMAERE É., KATSCH A., ESCHGHI I. & DREESEN R., 2016. Geological record and depositional setting of Palaeozoic oolitic ironstones in Western Europa. *In* : C. BILLARD *et al.* (éd.), *Autour de l'hématite / About haematite. Actes de / Acts of Jambes, 7-8/02/2013, Volume 1*, Liège, ERAUL, **143** – *Anthropologica et Præhistorica*, **125/2014** : 23-43.

HAMON C., BILLARD C., BOSQUET D., CONSTANTIN C. et JADIN I., 2016. Usages et transformation de l'hématite dans le Néolithique ancien d'Europe du Nord-Ouest. *In* : C. BILLARD *et al.* (éd.), *Autour de l'hématite / About haematite. Actes de / Acts of Jambes, 7-8/02/2013, Volume 1*, Liège, ERAUL, **143** – *Anthropologica et Præhistorica*, **125/2014** : 45-61.

HAUZEUR A. & JADIN I., 2011. [Une question, des méthodes d'investigation.] Rubané, Omalien, Céramique linéaire... Que de noms pour les premières communautés paysannes de nos régions. *In* : HAUZEUR A., JADIN I. & JUNGELS C. (dir.), *5000 ans avant J.-C., La grande migration ? Le Néolithique ancien dans la Collection Louis Éloy*. Catalogue d'exposition du Musée de Préhistoire de Ramioul, Collection du Patrimoine culturel, n° **3**, [Bruxelles], Fédération Wallonie-Bruxelles : 15-17.

JADIN I., 2003. 5.1. - Le Blicquiens dans le paysage. Le Secteur blicquien de Darion. *In* : *Trois petits tours et puis s'en vont.. La fin de la présence danubienne en Moyenne Belgique*. 2e édition, Études et Recherches Archéologiques de l'Université de Liège (ERAUL), n° **109**, Liège : 393-492.

LIVINGSTONE SMITH A. (dir), 2012. *Habitat du Néolithique ancien en Hainaut occidental (Ath et Belœil, Belgique) : Ormeignies « Le Pilori » et Aubechies « Coron Maton »*. Namur, Études et Documents (Archéologie), **18** : 278 p.

WIJNEN J., 2013. *Characterization of red ochre in the Dutch Linearbandkeramik*. Thèse de Maîtrise, Leiden Universiteit, téléchargeable librement sur le Web (https://openaccess.leidenuniv.nl/handle/1887/21264).

WIJNEN J., 2014. Karakterisatie van rode oker (hematiet) in de Nederlandse Bandkeramiek. *In* : I. VAN WIJK, L. W. S. W. AMKREUTZ & P. VAN DE VELDE (éd.), *"'Vergeten' Bandkeramiek: een Odyssee naar de oudste neolithische bewoning in Nederland"*. Leiden: Sidestone Press : 457-475.

Adresse des auteurs :

Éric GOEMAERE
Roland DREESEN
Institut royal des Sciences
naturelles de Belgique
DO Terre et Histoire de la Vie
Service géologique de Belgique
13, rue Jenner
1000 Bruxelles (Belgique)
eric.goemaere@naturalsciences.be
roland.dreesen@telenet.be

Hélène SALOMON
Service de Préhistoire, F.R.S.-FNRS
Université de Liège
7, place du XX août
4000 Liège (Belgique)
helene.salomon@ulg.ac.be

Guirec QUERRÉ
Université de Rennes 1
Laboratoire Archéosciences Rennes
CReAAH - UMR6566 CNRS
263, avenue du Général Leclerc
Campus de Beaulieu - CS 74205
35042 Rennes Cedex (France)
guirec.querré@univ-rennes.fr

François MATHIS
Université de Liège
Centre Européen d'Archéométrie
10, Allée du 6 Août, Sart Tilman
4000 Liège (Belgique)
francois.mathis@ulg.ac.be

Caroline HAMON
Chargée de recherche CNRS
UMR 8215 Trajectoires
Maison de l'archéologie et de l'ethnologie
21, allée de l'Université
92023 Nanterre cedex (France)
caroline.hamon@mae.cnrs.fr

Claude CONSTANTIN
16, Clos de Verrières
91370 Verrieres-le-Buisson (France)

Dominique BOSQUET
SPW-DGO4 Service de l'archéologie
Direction extérieure du Brabant wallon
88, rue de Nivelles
1300 Wavre (Belgique)
dominique.bosquet@spw.wallonie.be

Joost WIJNEN
Afdeling Geologie
200e, Celestijnenlaan – bus 2410
3001 Leuven (België)
j.wijnen@kuleuven.be

Ivan JADIN
Institut royal des Sciences
naturelles de Belgique
DO Terre et Histoire de la vie
Anthropologie & Préhistoire
29, rue Vautier
1000 Bruxelles (Belgique)
ivan.jadin@naturalsciences.be

Gisements archéologiques		*ppm*	*ppm*	*ppm*	*ppm*	*ppm*	*ppm*	*ppm*	*ppm*	*ppm*	*ppm*	*ppm*	*ppm*
Éch.	*Sources de la Dendre*	*Mg*	*Al*	*Si*	*P*	*K*	*Ca*	*Ti*	*Mn*	*Fe*	*S*	*V*	*Cr*
85	Aub «CM»st140-6118		110915	173339	5498	8725	7532	1695	1492	507138	733	575	543
86	Aub «CM»st140-6120		68045	71086	5639	3768	7467	1227	1286	573145		682	585
87	Aub «CM»st162-6782		104489	154273	3028	11486	4144	2349	961	488776		626	492
88	Aub «CM»st162-6794		29838	27506	6041	2263	5265	866		597929		705	479
81	Blicq «PR» St27-3337		89942	113020	3971	5541	5675	1341	1572	556869		606	570
79	Blicq «PR» St27-3775		73040	75674	3717	4248	6538	1163	599	579060	90	699	506
91	Blicq «PR» St29-3121		90929	110493	10455	12653	10514		1902	543874	1288		
89	Blicq «PR» St29-4122		78834	161414	7594		7100	1687	522	485855	1319		
80	Blicq «PR» St29-4219		101139	94633	4596	5101	8060	1105	2672	556787	129	615	449
90	Blicq «PR» St29-4220		82072	146092	4316		4567	1729	1643	526487	1220		
92	Blicq «PR» St29-818		100220	194089	5276	12661	7936		1305	509064	857		
77	Blicq «PR» St6-1833	29047	69185	95602	4880		7505		1338	557914	1420		
78	Blicq «PR» St7-610		64701	66793	14632	4528	18356	1060	1790	526130	328	642	454
82	Irch «BF»-11738		71233	79653	5363	4249	11246	1344	949	567116	1296	658	535
11	ORM/93/PIL-95		84395	87165	3317	7937	6098	1091	753	535181		508	563
12	ORM/93/PIL-94		91455	118063	3695	4585	4819	1346	591	572987	158	676	585
75	ORM/93/PIL-102	21957	125234	225592	7804	48615	22649	2001	317	122109	775		11648
76	ORM/93/PIL-89	2389	65466	84844	5025		8039		953	605725	1146		
7	ORM/PIL/93-90		81195	155445	4666	8279	9486	1821	2467	466054		651	460
22	ORM/PIL/93-100		110832	221905	3380	12087	6671	2267	3480	415052	364	406	370
Éch.	*Hesbaye*	*Mg*	*Al*	*Si*	*P*	*K*	*Ca*	*Ti*	*Mn*	*Fe*	*S*	*V*	*Cr*
29	HDB-10-IJ		76676	70329	6817	12102	8399	1688	2111	473760		370	516
30	HDB-11-IJ		70684	124569	11063	10917	13888	1777	1712	379287		569	425
38	OZ-12		88094	96011	8105	10690	12215	1385	2257	467612		441	510
26	HBD89029-15		88035	99944	3386	6396	8226	1157	685	535254		630	463
28	Darion-81-19		79372	83714	2478	5034	5497	1157	252	555750		686	537
21	Darion-81024c-23		92287	133152	9223	6437	16182	1493	441	540466	1729	637	523
27	VW89047-3		55631	112488	5989	4081	16190	1482	1090	409150	143	456	405
44	HDB-6		73788	70557	5553	9950	6934	1907	4017	486269		504	538
16	FHC-104		122371	122572	5136	7342	13404	1347	740	531384	710	562	556
19	FHC-102		108195	159999	11800	8636	25116	1628	225	480527	635	512	512
22	FHC-100		123951	173368	9251	9291	17907	1840	350	463582		487	564
67	FHC-106		90552	106770	11116	5321	10764	1186		578338	121	649	634
69	FHC-105		72464	70015	7013	4813	13009	882	611	569472	213	638	600
71	FHC-101		116787	176312	9785	8148	12359	1597	1429	495229		638	573
17	HDB-13-IJ		71121	256716	54701	10678	91113	2483	803	181501	860	126	294
32	OZ87-16		57763	51193	3706	5326	5609	783	959	561438		668	536
33	Darion-22		71376	69323	6293	7229	13310	1208	334	520223		794	636
48	Darion-26		65085	157917	1850	5116	4575	4020	643	336580	521	315	355
14	Rem-112		63640	70689	2329	4617	4396	1109		579860		625	562
7	Rem-114		82160	92755	5272	5486	6418	1192	1425	578312		651	604
21	Rem-109		73678	90026	6221		7845		259	580749	1503		
26	Rem-110		68850	74325	44156	7978	71361	828	1591	431029	334	510	510
27	Rem-113		66570	63607	5541	5776	6069	806	1787	555131		613	603
50	Rem-124		54599	50747	3513	2969	7364	1210	334	577274		827	627
51	Rem-119		64050	60580	13655	5096	8736	906	3214	560145		553	611
61	Rem-123		86246	107882	1402	10699	4555	1634	880	500922		563	547
62	Rem-116		46400	45492	5267	2813	9569	845	368	578456	127	614	549
15	War-126		117835	186257	2555	4029	3161	3794	468	347670	130	506	578
24	War-125	30548	95283	110442	6469		11882		943	585123	1290		
74	WAR-96VIN-127	23708	82584	120109	4729		6709	1699	1477	564266	1806		
45	WAR-96-VIN-135		103292	126834	2699	6502	6062	1199	831	563201		643	606
18	WLP-138		54755	78370	4836	5694	9086	1205	234	549525		645	558
23	WLP-136		83673	148518	11838	15635	14352	1754	1484	309979		336	386
49	WLP-137		85219	98622	27868	9475	56718	1163	688	421165	277	542	498
60	WLP-139		71959	83227	9439	4843	19948	1050	1157	515810	217	601	510
64	WLP-140		81672	209969	578	6596	1702	719	441	426867		240	347

Gisements géologiques		*ppm*	*ppm*	*ppm*	*ppm*	*ppm*	*ppm*	*ppm*	*ppm*	*ppm*	*ppm*	*ppm*	*ppm*	*ppm*
Éch.	*Belgique*	*Zn*	*As*	*Rb*	*Sr*	*Zr*	*Nb*	*Ag*	*Sn*	*Ba*	*La*	*Ce*	*Pb*	*Th*
73	EG-02	25	23	8	63	19		140		288	341	669		
35	EG-03	53	61	64	53	101	9	174	50	621	420	789	44	
57	EG-04	77		30	86	81	17	166	63	387	390	811	97	25
59	EG-05	56		24	48	275	12	176		405	342	675	64	15
70	EG-07	33		54	39	77	7	145		540	347	711	47	
58	EG-08	25		13	96	18	4	129		305	274	589		
56	EG-09	24		12	92	24	4	135		301	337	616		
54	EG-10	61	51	125	67	131	14	130		484	382	650		13
47	EG-11	54	30	23	242	46	7	135	48	418	378	685		
53	EG-13			14	72	66	10	114		259	320	541		7
40	EG-14	55	35	108	57	149	14	128		558	374	680	29	10
37	EG-16				153	6		101		215	268	522		
52	EG-18			49	49	126	23	197		341	471	905	137	25
46	EG-19	59		7	222	103	10	151	45	378	279	619	19	10
3	EG-20	48	99	59	82	77	11	181	52	310	371	757	41	
24	EG-21	84	50	95	141	143	23	151		827	446	802	30	26
9	EG-22	28			52	51	5	115		258	343	566		
31	*1-ESJ - Tchéquie*	51		15	111	41	11	169		503	345	567	74	
23	*Grand-Duché LUXBG-1*	160	213		293	83	15	172		294	452	790	42	
Éch.	*Allemagne*	*Zn*	*As*	*Rb*	*Sr*	*Zr*	*Nb*	*Ag*	*Sn*	*Ba*	*La*	*Ce*	*Pb*	*Th*
68	EG-01 (Lissingen)	33	90	33	119	71	10	162		277	349	603		9
63	HAM-01 (Eifel)	21	149	17	161	204	9	141	42	309	305	554		12
20	HAM-02 (Eifel)	26		7	201	144	7	143		246	320	659		
34	HAM-03 (Eifel)		31		172	86	7			234	268	449		
18	OBA-01 (Eifel)	27	33	18	276	115	6	158		320	344	667		
42	OBA-02 (Eifel)	36	54	15	312	113	18	174		368	395	857		9
72	OBA-03 (Eifel)	18	30	10	375	138	11	131		262	346	684		
19	OBA-04 (Eifel)	25	39	5	338	154	5	141	41	295	316	587		
25	OBA-05 (Eifel)	17		8	294	129	7	151	40	290	351	676	13	10
41	OBA-07 (Eifel)	31	55	10	337	132	9	138	39	275	376	601		13
55	OBA-09 (Eifel)		27	12	292	123	8	127		225	321	587		
13	OBA-6A (Eifel)	19	45		386	96	6	121		291	374	657		
10	REE-01 (Eifel)		36	5	283	92	6	123		214	304	512		
43	ROH-01 (Eifel)	28	52	12	337	112	12			159	172	343		
39	SCH-01 (Eifel)	22		5	152	103	6				267	460		
65	STA-01 (Eifel)	56	77	9	147	109	6	132		261	353	623		

Tab. 6-1 – Résultats analytiques (éléments majeurs et mineurs) bruts obtenus par XRF portable sur échantillons géologiques et archéologiques. Case vide = valeurs sous la limite de détection.
***Tab. 6-1** – HH-XRF raw analytical results (major and minor elements) obtained on geological and archaeological samples. Empty box = values below the limit of detection (LD).*

Gisements archéologiques		*ppm*	*ppm*	*ppm*	*ppm*	*ppm*	*ppm*	*ppm*	*ppm*	*ppm*	*ppm*	*ppm*	*ppm*	*ppm*
Éch.	*Sources de la Dendre*	*Zn*	*As*	*Rb*	*Sr*	*Zr*	*Nb*	*Ag*	*Sn*	*Ba*	*La*	Ce	*Pb*	*Th*
85	Aub «CM»-6118	87		82	43	139	9	227		391	346	762	167	
86	Aub «CM»-6120	66		33	69	80	12	217		396	440	944	224	
87	Aub «CM»-6782	88	130	80	56	134	14	200		527	481	869	120	36
88	Aub «CM»-6794			54	37	70	10	190		339	458	833	205	37
81	Blicq «PR»-3337	71		52	30	98	10	199		355	363	702	235	
79	Blicq «PR»-3775	75		63	36	83	10	208		418	458	963	176	
91	Blicq «PR»-3121	97	88	27	295	77	14	241		374	386	703	254	82
89	Blicq «PR»-4122	63	51	19	322	109	14	266		387	377	630	109	
80	Blicq «PR»-4219	67		46	60	90	18	186		517	445	834	218	
90	Blicq «PR»-4220	54	79	23	268	127	13	235	67	290	371	545	79	125
92	Blicq «PR»-818	38	51	23	339	137	12	194		190	178	410	108	121
77	Blicq «PR»-1833	63		20	272	74	11	229	78	345	404	572	210	132
78	Blicq «PR»-610	91		45	98	79	12	170	67	487	365	769	136	
82	Irch «BF»-11738	86		38	74	83	10	190		431	387	756	219	29
11	ORM/93/PIL-95	110		62	39	88	9	230	99	459	476	814	203	
12	ORM/93/PIL-94	86	195	58	38	105	10	206	77	353	410	844	190	33
75	ORM/93/PIL-102	77	44	95	759	112	20			565	173	294		74
76	ORM/93/PIL-89	53		23	298	92	14	251		278	290	593	148	
7	ORM/PIL/93-90	65		63	71	148	11	177		377	351	683	147	24
22	ORM/PIL/93-100	119	165	80	62	309	15	189		434	364	752	89	
Éch.	*Hesbaye*	*Zn*	*As*	*Rb*	*Sr*	*Zr*	*Nb*	*Ag*	*Sn*	*Ba*	*La*	Ce	*Pb*	*Th*
29	HDB-10-IJ	111	120	72	78	71	10	174	65	594	432	821	132	
30	HDB-11-IJ	85		79	113	127	12	143		715	363	728	133	
38	OZ-12	118		71	60	84	13	168		497	393	730	93	19
26	HBD89029-15	99		56	48	86	7	185	72	333	422	750	214	37
28	Darion81-19	55		71	44	87	11	214		345	505	823	273	25
21	Darion-81024c-23	100		57	82	86	19	174	78	287	364	781	218	
27	VW89047-3	72		43	142	201	23	119	53	404	354	766	107	
44	HDB-6	105		79	66	74	12	162		516	288	669	166	
16	FHC-104	66		55	59	94	10	206		277	307	770	229	48
19	FHC-102	115		71	117	147	16	221		421	511	872	130	25
22	FHC-100	120		74	88	161	17	188	67	493	430	903	141	
67	FHC-106	82		76	60	68	11	220		322	380	754	273	35
69	FHC-105	73		57	85	79	12	229	76	455	402	859	230	
71	FHC-101	186	666	60	63	155	12	197		309	361	708	144	
17	HDB-13-IJ	116		64	235	192	33	137		559	431	903	37	13
32	OZ87-16	55		41	36	73	12	182		232	310	831	166	31
33	Darion-22	54		65	62	135	17	159		375	361	772	170	50
48	Darion-26			49	49	164	15	157		515	337	761	99	
14	Rem-112	58		56	35	74		224	80	393	475	841	193	36
17	Rem-114	70		33	37	78		216		357	342	736	181	
21	Rem-109	61		22	286	60	13	208		203	310	562	99	152
26	Rem-110	83		57	187	72	35	135		278	317	783	153	25
27	Rem-113	85		39	39	68		187		549	440	747	137	
50	Rem-124	46		54	42	82	16	255	72	382	477	912	189	
51	Rem-119	94		44	53	79	12	203		404	329	797	226	
61	Rem-123	81		83	33	96	14	164		255	320	740	156	22
62	Rem-116	60		39	61	70	13	206	65	365	400	954	176	44
15	War-126	37		43	36	118	14	157	64	401	411	637	74	
24	War-125	74		30	422	59	11	217		264	299	569	111	159
74	WAR-96VIN-127	82		21	316	56	11	231		224	271	529	169	258
45	WAR-96-VIN-135	86		59	43	118	9	213		338	375	782	224	
18	WLP-138	64		39	47	113	11	201		319	421	794	167	36
23	WLP-136	110		94	393	97	19	141	50	1181	398	845	78	
49	WLP-137	81		69	190	109	40	234	69	502	593	1571	101	39
60	WLP-139	72		36	87	114	19	207		351	478	1092	138	29
64	WLP-140	40		27	10	171	26	176		347	349	699	107	

Gisements géologiques		*ppm*	*ppm*	*ppm*	*ppm*	*ppm*	*ppm*	*ppm*	*ppm*	*ppm*	*ppm*	*ppm*	*ppm*	*ppm*
Éch.	*Belgique*	*Zn*	*As*	*Rb*	*Sr*	*Zr*	*Nb*	*Ag*	*Sn*	*Ba*	*La*	*Ce*	*Pb*	*Th*
73	EG-02	25	23	8	63	19		140		288	341	669		
35	EG-03	53	61	64	53	101	9	174	50	621	420	789	44	
57	EG-04	77		30	86	81	17	166	63	387	390	811	97	25
59	EG-05	56		24	48	275	12	176		405	342	675	64	15
70	EG-07	33		54	39	77	7	145		540	347	711	47	
58	EG-08	25		13	96	18	4	129		305	274	589		
56	EG-09	24		12	92	24	4	135		301	337	616		
54	EG-10	61	51	125	67	131	14	130		484	382	650		13
47	EG-11	54	30	23	242	46	7	135	48	418	378	685		
53	EG-13			14	72	66	10	114		259	320	541		7
40	EG-14	55	35	108	57	149	14	128		558	374	680	29	10
37	EG-16				153	6		101		215	268	522		
52	EG-18			49	49	126	23	197		341	471	905	137	25
46	EG-19	59		7	222	103	10	151	45	378	279	619	19	10
3	EG-20	48	99	59	82	77	11	181	52	310	371	757	41	
24	EG-21	84	50	95	141	143	23	151		827	446	802	30	26
9	EG-22	28			52	51	5	115		258	343	566		
31	*1-ESJ - Tchéquie*	51		15	111	41	11	169		503	345	567	74	
23	*Grand-Duché LUXBG-1*	160	213		293	83	15	172		294	452	790	42	
Éch.	*Allemagne*	*Zn*	*As*	*Rb*	*Sr*	*Zr*	*Nb*	*Ag*	*Sn*	*Ba*	*La*	*Ce*	*Pb*	*Th*
68	EG-01 (Lissingen)	33	90	33	119	71	10	162		277	349	603		9
63	HAM-01 (Eifel)	21	149	17	161	204	9	141	42	309	305	554		12
20	HAM-02 (Eifel)	26		7	201	144	7	143		246	320	659		
34	HAM-03 (Eifel)		31		172	86	7			234	268	449		
18	OBA-01 (Eifel)	27	33	18	276	115	6	158		320	344	667		
42	OBA-02 (Eifel)	36	54	15	312	113	18	174		368	395	857		9
72	OBA-03 (Eifel)	18	30	10	375	138	11	131		262	346	684		
19	OBA-04 (Eifel)	25	39	5	338	154	5	141	41	295	316	587		
25	OBA-05 (Eifel)	17		8	294	129	7	151	40	290	351	676	13	10
41	OBA-07 (Eifel)	31	55	10	337	132	9	138	39	275	376	601		13
55	OBA-09 (Eifel)		27	12	292	123	8	127		225	321	587		
13	OBA-6A (Eifel)	19	45		386	96	6	121		291	374	657		
10	REE-01 (Eifel)		36	5	283	92	6	123		214	304	512		
43	ROH-01 (Eifel)	28	52	12	337	112	12			159	172	343		
39	SCH-01 (Eifel)	22		5	152	103	6				267	460		
65	STA-01 (Eifel)	56	77	9	147	109	6	132		261	353	623		

Tab. 6-2 – Résultats analytiques (éléments mineurs) obtenus par XRF portable sur échantillons géologiques et archéologiques. Case vide = valeurs sous la limite de détection.

Tab. 6-2 *– HH-XRF analytical results (minor elements) acquired on geological and archaeological samples. Empty box = values below the detection limit.*

Éch.	ppm Mg	ppm Al	ppm SI	ppm P	ppm K	ppm Ca	ppm Ti	ppm Mn	ppm Fe	ppm S	ppm V	ppm Cr
Sources de la Dendre (échantillons archéologiques)												
85	26697	4600	1523	245	364	280	122	132	4631	56	85	74
86	26562	3640	993	208	273	274	122	133	5523	83	90	83
87	25296	4366	1440	219	393	233	128	120	4309	90	86	71
88	26149	2584	610	189	222	226	110	235	5976	82	84	77
81	27487	4286	1279	214	311	251	126	136	5267	93	90	82
79	27025	3760	1025	189	283	260	122	123	5626	44	90	83
91	21346	3216	2342	328	5218	1890	1433	141	6393	86	7603	8356
89	23286	3148	3386	313	11108	1959	730	118	5769	100	7673	8498
80	27476	4525	1167	214	302	285	124	152	5284	47	91	85
90	20614	3014	3072	233	10792	1910	712	135	6178	86	7500	8326
92	20789	3414	3971	271	5655	2042	1535	128	5910	81	8104	8900
77	11073	2825	2222	225	11068	1949	1469	135	6924	89	7763	8635
78	27294	3544	944	289	282	396	122	137	4855	50	89	80
82	28709	3822	1061	214	285	327	129	130	5537	62	93	83
11	26660	3984	1100	193	360	267	121	122	5040	87	87	80
12	26076	4191	1287	204	292	234	125	123	5528	45	91	82
75	6581	3161	2957	299	3728	1492	545	70	831	89	5621	2983
76	10546	2719	2001	217	10879	1932	1467	134	7830	78	7806	8632
7	24753	3851	1436	238	359	308	125	137	3937	93	87	78
22	24073	4365	1649	249	387	260	121	149	3395	53	79	68
Hesbaye (échantillons archéologiques)												
29	26753	3702	973	226	427	307	127	131	4011	90	85	80
30	22072	3247	1229	272	386	348	122	118	2949	90	84	72
38	26340	4025	1145	248	400	344	125	136	4026	94	86	77
26	26126	4062	1179	198	327	289	119	120	4982	91	87	79
28	26038	3830	1070	179	303	250	123	113	5175	82	90	82
21	30437	4512	1364	276	330	385	128	116	5009	71	91	81
27	21791	2887	1166	221	253	347	112	109	3216	45	77	69
44	25009	3661	995	216	393	282	127	159	4202	88	86	77
16	27677	5163	1338	241	342	350	121	118	4813	59	86	79
19	29764	4946	1485	317	360	461	124	107	4198	61	86	78
22	26889	5052	1512	293	364	388	127	105	3888	97	86	75
67	28962	4358	1218	273	311	325	129	230	5585	47	93	82
69	28188	3812	981	223	304	355	126	121	5439	47	93	84
71	27576	4880	1538	288	351	336	123	129	4421	94	86	73
17	26171	3829	1566	596	313	747	104	94	1333	77	62	53
32	28904	3406	852	183	310	251	120	125	5306	85	91	82
33	26729	3715	988	222	345	354	132	111	4683	92	97	83
48	18943	2949	1386	209	286	217	146	96	2482	53	87	72
14	27050	3590	1005	176	292	227	122	229	5543	89	89	82
17	28220	4178	1168	220	316	267	125	135	5580	89	91	84
21	25409	3237	2258	272	11769	2073	1568	119	7589	101	8298	9227
26	34385	4296	1050	523	330	741	115	123	3563	63	83	73
27	27973	3740	972	217	322	263	122	135	5146	87	91	84
50	27652	3370	855	182	266	283	127	120	5731	90	96	85
51	29271	3739	941	290	303	294	130	160	5354	92	94	83
61	27973	4218	1270	198	414	257	130	120	4544	99	90	82
62	25354	3080	797	195	252	305	122	122	5747	44	91	84
15	20012	4183	1516	231	252	183	134	92	2524	48	82	67
74	11842	3254	2828	241	11727	2054	774	142	7290	103	8159	9106
45	27054	4497	1323	200	330	260	122	122	5216	84	88	78
18	28326	3435	1068	212	313	299	119	114	5210	95	87	80
23	20487	3451	1324	293	426	342	115	104	2168	93	76	65
49	29895	4272	1136	408	355	660	117	109	3494	57	83	73
60	26447	3745	1069	255	294	417	121	126	4724	49	88	81
64	21148	3503	1606	211	318	174	97	101	3415	83	68	71

Éch.	ppm	ppm	ppm	ppm	ppm	ppm	ppm	ppm	ppm	ppm	ppm	ppm
	Mg	Al	SI	P	K	Ca	Ti	Mn	Fe	S	V	Cr
Belgique (échantillons géologiques)												
73	14789	2781	1063	482	171	1067	62	147	929	70	42	43
35	26978	3757	1238	215	374	719	111	131	2166	108	71	64
57	30808	3586	957	234	282	727	116	138	3227	56	84	77
59	22331	2050	1319	218	185	529	98	126	2988	59	74	69
70	24941	3295	1153	374	398	512	115	136	2933	102	77	70
58	14445	2796	991	244	176	1057	59	153	829	67	40	43
56	35757	3294	868	260	221	1436	80	132	1624	69	60	57
54	21467	4241	1410	220	502	280	113	103	2208	92	73	62
47	29388	3372	1117	304	210	1177	75	118	1262	69	51	49
53	23535	2766	1475	322	179	958	71	93	961	63	47	44
40	19063	3270	1366	215	415	420	98	105	1677	97	62	52
37	35438	5520	791	281	147	1862	90	104	576	83	34	39
52	28850	3398	1046	260	322	485	142	107	4252	51	104	82
46	37138	3783	990	272	192	1363	89	124	1746	72	62	59
3	31747	5892	1444	534	429	1104	114	112	2147	71	74	64
24	23440	5098	1599	289	460	415	122	155	2154	111	78	64
9	25185	3155	1151	225	192	922	90	111	1814	118	62	56
Tchéquie (échantillon géologique)												
31	34902	3198	773	359	198	941	121	135	4182	87	87	77
Grand-Duché de Luxembourg (échantillon géologique)												
23	27525	3120	1027	230	160	637	104	134	2843	138	79	67
Allemagne (échantillons géologiques)												
68	34870	3558	960	236	266	1225	90	173	1724	67	69	61
63	25210	2160	1371	276	155	1148	64	131	1051	72	47	47
20	25579	4152	1377	293	131	1436	42	166	418	77	31	78
34	26919	4500	1371	292	135	1465	48	137	688	77	36	42
18	27403	2266	1351	273	172	1219	67	190	1110	73	48	51
42	28214	4609	1397	298	176	1247	69	116	1134	78	51	52
72	28694	2410	1404	305	151	1517	51	163	608	82	39	44
19	20693	3613	1404	278	128	1152	48	117	734	74	36	43
25	25325	4105	1408	297	136	1446	42	172	386	80	32	78
41	24739	2124	1399	285	143	1253	57	108	889	76	43	46
55	26426	2256	1373	295	154	1481	48	169	519	78	37	42
13	27499	4561	1369	294	133	1498	47	117	567	79	34	80
10	26308	4265	1348	282	137	1482	47	118	657	76	36	41
43	24471	2155	1388	293	146	1365	52	148	651	78	39	45
39	25245	4073	1417	297	128	1371	40	126	495	78	31	78
65	23394	3966	1371	278	140	1279	54	162	593	75	39	42

Éch.	ppm	ppm	ppm	ppm	ppm	ppm	ppm	ppm	ppm	ppm	ppm	ppm	ppm
	Zn	As	Rb	Sr	Zr	Nb	Ag	Sn	Ba	La	Ce	Pb	Th
Sources de la Dendre (échantillons archéologiques)													
85	22	85	9	5	8	3	37	64	111	108	150	24	15
86	22	94	7	7	7	4	37	64	110	109	153	29	18
87	21	40	8	5	8	3	35	61	108	106	147	21	10
88	43	102	9	6	7	4	38	66	115	114	158	30	12
81	22	91	8	5	7	4	37	64	113	111	153	28	17
79	23	90	9	5	7	4	37	64	111	109	153	28	20
91	21	31	4	33	6	4	40	62	82	88	112	36	40
89	20	24	3	34	6	4	45	69	91	98	124	29	69
80	22	92	8	6	7	4	36	61	110	106	148	28	19
90	19	24	3	31	7	3	39	30	77	84	106	29	39

Éch.	ppm	ppm	ppm	ppm	ppm	ppm	ppm	ppm	ppm	ppm	ppm	ppm	ppm
	Zn	As	Rb	Sr	Zr	Nb	Ag	Sn	Ba	La	Ce	Pb	Th
Sources de la Dendre (échantillons archéologiques)													
92	17	24	3	33	7	3	39	60	79	85	107	28	38
77	20	59	3	33	6	4	40	31	80	87	109	36	44
78	22	81	7	7	7	4	35	31	110	106	148	23	18
82	24	94	8	7	7	4	37	63	113	110	152	29	11
11	24	90	8	5	7	4	36	32	109	107	148	27	16
12	24	54	9	5	8	4	36	32	108	107	149	28	11
75	10	8	3	25	3	2	63	34	49	49	61	14	17
76	22	61	4	38	7	4	39	60	79	85	108	38	82
7	19	75	7	6	8	3	34	59	104	102	141	21	8
22	20	34	7	5	10	3	33	56	99	97	135	17	14
Hesbaye (échantillons archéologiques)													
29	21	39	7	6	6	3	33	29	104	99	138	20	15
30	17	60	7	6	7	3	30	51	97	91	127	17	13
38	21	67	7	5	6	3	33	58	103	99	137	19	8
26	23	89	8	6	7	4	35	31	107	106	147	27	11
28	21	89	9	5	7	4	37	63	111	111	153	29	11
21	23	87	8	7	7	4	35	31	105	104	145	26	19
27	17	61	6	7	8	3	30	26	94	92	128	17	13
44	21	82	8	6	6	3	34	58	106	101	141	22	15
16	20	85	8	6	7	3	35	60	104	102	144	26	11
19	22	69	8	7	8	3	34	58	102	101	139	21	9
22	21	67	7	6	8	3	33	29	100	97	136	20	15
67	23	97	9	6	7	4	36	62	107	106	147	31	12
69	22	93	9	7	7	4	37	32	110	107	150	29	20
71	26	57	8	6	8	3	34	59	103	102	141	22	15
17	14	32	5	7	6	3	25	44	79	77	107	8	5
32	21	89	8	5	7	4	37	62	110	109	154	26	11
33	19	79	8	6	8	4	34	59	104	102	142	24	11
48	26	49	5	4	7	3	29	51	91	88	123	14	9
14	22	92	9	5	7	7	37	32	110	109	151	28	11
17	23	92	8	5	7	7	37	63	110	108	150	28	20
21	21	55	4	35	6	4	42	65	84	92	117	34	45
26	18	67	6	8	6	4	30	53	92	91	128	18	8
27	22	82	7	5	6	7	36	61	111	107	147	24	18
50	22	93	8	6	7	4	39	34	116	115	160	29	21
51	24	90	8	6	7	4	37	64	112	109	153	28	21
61	21	76	8	5	7	3	37	66	114	112	156	23	9
62	23	94	8	7	7	4	37	32	110	108	153	29	12
15	13	45	5	4	6	3	28	24	85	84	115	13	8
74	23	59	4	37	6	4	45	70	90	98	124	36	53
45	22	91	8	5	8	4	36	63	109	107	150	28	18
18	22	84	8	6	8	4	36	63	109	108	150	26	11
23	15	45	6	10	6	3	27	24	92	82	115	12	10
49	18	60	7	8	7	4	33	29	100	100	146	17	8
60	21	79	7	7	8	4	36	61	109	109	154	23	10
64	16	52	5	3	8	3	31	52	93	91	126	17	13
Belgique (échantillons géologiques)													
73	9	10	2	3	2	3	22	37	66	65	90	8	6
35	13	20	5	4	5	2	27	24	86	82	114	10	7
57	17	50	5	6	6	3	31	27	94	92	129	16	7
59	15	45	5	4	9	3	29	50	89	86	120	14	6
70	14	42	6	4	5	3	31	55	98	94	131	13	11
58	9	19	2	4	3	2	21	37	65	64	88	10	6
56	10	24	3	4	3	2	25	43	76	75	103	11	5
54	14	19	7	4	6	3	28	49	88	86	118	20	5
47	11	11	3	7	4	2	23	20	71	69	96	10	7

Éch.	ppm	ppm	ppm	ppm	ppm	ppm	ppm	ppm	ppm	ppm	ppm	ppm	ppm
	Zn	As	Rb	Sr	Zr	Nb	Ag	Sn	Ba	La	Ce	Pb	Th
Belgique (échantillons géologiques)													
53	17	19	3	3	3	2	22	38	67	66	91	9	3
40	12	17	6	4	6	2	26	45	82	79	109	9	5
37	15	18	3	5	2	3	22	37	66	65	89	9	4
52	34	64	7	5	7	4	34	58	101	101	141	21	9
46	12	29	3	7	5	2	25	22	77	75	104	8	4
3	14	22	5	5	5	2	29	25	86	85	118	10	10
24	15	20	7	6	6	3	29	50	92	86	120	10	6
9	11	26	5	4	4	2	27	48	84	84	115	15	8
Tchéquie (échantillon géologique)													
31	18	58	5	7	5	3	35	60	107	103	141	17	11
Grand-Duché de Luxembourg (échantillon géologique)													
23	21	29	8	10	6	3	33	56	98	98	136	13	8
Allemagne (échantillons géologiques)													
68	11	17	4	5	4	2	26	45	78	78	107	15	4
63	9	15	3	5	6	2	23	20	70	68	94	11	4
20	8	19	2	5	5	2	21	35	62	61	85	9	6
34	17	10	4	5	4	2	133	36	65	64	87	8	6
18	10	11	3	7	5	2	24	40	71	70	97	10	6
42	10	12	3	8	5	2	24	40	71	70	98	10	4
72	8	11	3	8	5	2	21	37	64	64	88	10	7
19	9	11	2	7	5	2	22	19	65	64	89	8	7
25	8	20	2	7	5	2	21	18	63	62	86	5	3
41	9	12	3	8	5	2	22	19	67	67	92	9	4
55	16	10	2	7	5	2	22	37	64	64	88	8	6
13	8	10	4	8	4	2	21	36	63	63	87	9	6
10	17	10	2	7	4	2	22	38	66	65	90	8	6
43	9	11	2	7	5	2	86	35	62	61	84	9	6
39	8	17	2	5	4	2	140	36	125	63	86	9	6
65	10	12	2	5	4	2	21	37	64	64	88	9	6

Tab. 7 – Valeurs des erreurs de mesures de l'équipement de fluorescence-X portable.
Tab. 7 – *Measurement error values for handheld X-ray fluorescence analysis.*

XRF-Num	Gisements	%Fe_2O_3	%SiO_2	%Al_2O_3	%TiO_2	%MnO_2	%CaO	%K_2O	%P_2O_5	%MgO
Sources de la Dendre (échantillons archéologiques)										
85	Aubechies « CM »-st140-6118	53,69	27,93	15,51	0,21	0,18	0,79	0,78	0,93	0,00
86	Aubechies « CM »-st140-6120	72,22	13,63	11,32	0,18	0,18	0,93	0,40	1,13	0,00
87	Aubechies « CM »-st162-6782	55,30	26,56	15,61	0,31	0,12	0,46	1,10	0,54	0,00
88	Aubechies « CM »-st162-6794	85,80	6,01	5,65	0,14	0,00	0,74	0,27	1,38	0,00
81	Blicquy « PR » St27-3337	64,19	19,82	13,69	0,18	0,20	0,64	0,54	0,73	0,00
79	Blicquy « PR » St27-3775	71,61	14,24	11,93	0,17	0,08	0,80	0,44	0,73	0,00
91	Blicquy « PR » St29-3121	62,38	19,28	13,77	0,00	0,24	1,19	1,22	1,91	0,00
89	Blicquy « PR » St29-4122	56,68	28,65	12,15	0,23	0,07	0,82	0,00	1,41	0,00
80	Blicquy « PR » St29-4219	64,88	16,78	15,57	0,15	0,35	0,93	0,50	0,85	0,00
90	Blicquy « PR » St29-4220	60,35	25,48	12,42	0,23	0,21	0,52	0,00	0,79	0,00
92	Blicquy « PR » St29-818	52,75	30,60	13,71	0,00	0,15	0,81	1,11	0,87	0,00
77	Blicquy « PR » St6-1833	66,00	17,21	10,81	0,00	0,18	0,88	0,00	0,92	4,01
78	Blicquy « PR » St7-610	69,08	13,34	11,22	0,16	0,26	2,38	0,50	3,06	0,00
82	Irchonwelz « BF »-11738	70,17	15,00	11,64	0,19	0,13	1,37	0,44	1,06	0,00
11	ORM/93/PIL-95	66,95	16,59	13,94	0,16	0,10	0,75	0,84	0,66	0,00
12	ORM/93/PIL-94	64,37	20,18	13,57	0,18	0,07	0,53	0,43	0,66	0,00
75	ORM/93/PIL-102	16,62	46,72	22,51	0,32	0,05	3,04	5,58	1,69	3,49
76	ORM/93/PIL-89	69,93	14,91	9,98	0,00	0,12	0,92	0,00	0,92	3,22
7	ORM/PIL/93-90	55,58	28,21	12,79	0,25	0,33	1,12	0,83	0,89	0,00
22	ORM/PIL/93-100	44,74	36,40	15,78	0,29	0,42	0,71	1,10	0,58	0,00
Hesbaye liégeoise (échantillons archéologiques)										
29	HDB-10-IJ	66,20	14,95	14,15	0,28	0,33	1,16	1,43	1,52	0,00
30	HDB-11-IJ	53,67	26,82	13,21	0,29	0,27	1,94	1,30	2,49	0,00
38	OZ-12	60,88	19,02	15,15	0,21	0,33	1,57	1,17	1,68	0,00
26	HDB-89029-15	64,91	18,44	14,10	0,16	0,09	0,98	0,65	0,65	0,00
28	Darion-81-19	69,19	15,86	13,05	0,17	0,03	0,67	0,53	0,49	0,00
21	Darion-81024c-23	59,83	22,43	13,49	0,19	0,05	1,77	0,60	1,62	0,00
27	VW-89047-3	59,67	24,96	10,72	0,25	0,18	2,33	0,50	1,39	0,00
44	HDB-6	67,36	14,87	13,50	0,31	0,62	0,95	1,16	1,22	0,00
16	FHC-104	58,43	20,51	17,77	0,17	0,09	1,45	0,68	0,90	0,00
19	FHC-102	52,24	26,47	15,53	0,21	0,03	2,69	0,79	2,04	0,00
22	FHC-100	49,64	28,25	17,53	0,23	0,04	1,89	0,84	1,58	0,00
67	FHC-106	64,65	18,16	13,37	0,15	0,00	1,19	0,50	1,98	0,00
69	FHC-105	71,05	13,29	11,94	0,13	0,08	1,60	0,51	1,39	0,00
71	FHC-101	51,81	28,07	16,14	0,19	0,17	1,27	0,72	1,63	0,00
17	HDB-13	21,21	45,65	10,98	0,34	0,10	10,50	1,05	10,17	0,00
32	OZ87-16	76,54	10,62	10,40	0,12	0,15	0,75	0,61	0,80	0,00
33	Darion-22	69,27	14,05	12,55	0,19	0,05	1,75	0,81	1,33	0,00
48	Darion-26	49,50	35,34	12,64	0,69	0,11	0,66	0,63	0,43	0,00
14	Remicourt-112	73,89	13,71	10,71	0,16	0,00	0,55	0,50	0,47	0,00
17	Remicourt-114	68,01	16,60	12,76	0,16	0,19	0,74	0,54	0,99	0,00
21	Remicourt-109	69,72	16,45	11,68	0,00	0,03	0,93	0,00	1,19	0,00
26	Remicourt-110	54,90	14,41	11,58	0,12	0,23	8,96	0,86	8,95	0,00
27	Remicourt-113	72,81	12,70	11,53	0,12	0,26	0,78	0,64	1,16	0,00
50	Remicourt-124	77,62	10,38	9,70	0,19	0,05	0,98	0,34	0,75	0,00
51	Remicourt-119	72,17	11,88	10,90	0,14	0,46	1,11	0,55	2,80	0,00
61	Remicourt-123	62,80	20,58	14,28	0,24	0,12	0,56	1,13	0,28	0,00
62	Remicourt-116	79,18	9,48	8,39	0,13	0,06	1,29	0,32	1,15	0,00
15	Waremme-126	43,34	35,33	19,40	0,55	0,06	0,39	0,42	0,51	0,00
24	Waremme-125	62,40	17,92	13,42	0,00	0,11	1,25	0,00	1,10	3,80
74	WAR-96VIN-127	62,59	20,27	12,10	0,22	0,18	0,73	0,00	0,83	3,07
45	WAR-96-VIN-135	61,84	21,19	14,98	0,15	0,10	0,66	0,60	0,47	0,00

XRF-Num	*Gisements*	*%Fe_2O_3*	*%SiO_2*	*%Al_2O_3*	*%TiO_2*	*%MnO_2*	*%CaO*	*%K_2O*	*%P_2O_5*	*%MgO*
Hesbaye liégeoise (échantillons archéologiques)										
18	WLP-138	71,91	15,61	9,46	0,18	0,03	1,17	0,63	1,01	0,00
23	WLP-136	44,51	32,46	15,87	0,29	0,24	2,03	1,89	2,70	0,00
49	WLP-137	53,03	18,90	14,17	0,17	0,10	7,04	1,01	5,58	0,00
60	WLP-139	66,23	16,26	12,20	0,16	0,17	2,53	0,52	1,93	0,00
64	WLP-140	49,42	36,99	12,49	0,10	0,06	0,19	0,64	0,11	0,00
Belgique (échantillons géologiques)										
47	EG-11	30,54	19,98	9,99	0,15	0,46	36,50	0,61	1,77	0,00
37	EG-16	13,26	6,69	0,00	0,00	0,34	79,34	0,12	0,24	0,00
46	EG-19	37,64	12,64	8,38	0,16	0,43	39,76	0,27	0,71	0,00
35	EG-03	44,29	27,18	14,78	0,36	0,50	11,17	1,56	0,16	0,00
73	EG-02	25,32	18,79	5,73	0,11	1,06	36,63	0,35	0,00	12,01
57	EG-04	60,98	14,49	11,63	0,19	0,48	10,31	0,62	1,29	0,00
59	EG-05	57,62	33,31	1,83	0,11	0,39	5,92	0,18	0,63	0,00
58	EG-08	22,14	16,66	6,51	0,11	1,14	36,33	0,47	0,46	16,18
56	EG-09	37,19	9,35	5,94	0,06	0,56	45,74	0,55	0,60	0,00
54	EG10	40,93	33,56	21,25	0,35	0,18	0,80	2,46	0,46	0,00
53	EG13	20,47	45,77	7,68	0,18	0,19	23,76	0,35	1,61	0,00
40	EG-14	36,56	38,94	17,01	0,39	0,27	4,18	2,32	0,32	0,00
52	EG18	66,84	16,45	9,89	0,30	0,04	3,72	0,71	2,06	0,00
3	EG20	31,20	28,51	20,25	0,26	0,13	17,73	1,91	0,00	0,00
24	EG-21	33,74	37,73	21,98	0,34	0,60	2,61	1,88	1,13	0,00
9	EG-22	41,28	24,48	11,65	0,24	0,28	21,51	0,29	0,27	0,00
70	EG-07	57,16	23,07	12,58	0,26	0,49	4,95	1,49	0,00	0,00
31	*Tchéquie-1-ESJ*	*70,37*	*7,98*	*5,09*	*0,19*	*0,31*	*15,89*	*0,17*	*0,00*	*0,00*
23	*Grand-Duché Luxembourg*	*60,05*	*18,64*	*10,49*	*0,14*	*0,45*	*9,41*	*0,06*	*0,76*	*0,00*
Allemagne (échantillons géologiques)										
68	Lissingen (EG-01)	40,21	13,30	8,81	0,13	1,17	35,31	0,92	0,16	0,00
63	HAM-01 (Eifel)	24,24	38,27	1,33	0,10	0,62	34,81	0,19	0,43	0,00
20	HAM-02 (Eifel)	7,81	39,52	0,00	0,07	1,15	50,99	0,13	0,33	0,00
34	HAM-03 (Eifel)	14,02	36,31	0,00	0,05	0,66	48,63	0,08	0,26	0,00
18	OBA-01 (Eifel)	24,66	35,56	1,27	0,09	1,46	36,39	0,28	0,30	0,00
42	OBA-02 (Eifel)	24,74	37,17	0,00	0,06	0,39	36,69	0,28	0,67	0,00
72	OBA-03 (Eifel)	11,70	35,36	1,24	0,05	0,99	50,14	0,22	0,30	0,00
19	OBA-04 (Eifel)	16,56	45,49	0,00	0,03	0,46	36,85	0,08	0,52	0,00
25	OBA-05 (Eifel)	6,79	41,21	0,00	0,03	1,20	50,26	0,19	0,31	0,00
41	OBA-07 (Eifel)	19,17	40,62	0,98	0,06	0,32	38,32	0,13	0,41	0,00
55	OBA-09(Eifel)	9,98	36,60	1,37	0,03	1,13	50,29	0,27	0,33	0,00
13	OBA-6A (Eifel)	11,34	35,74	0,00	0,05	0,45	52,10	0,08	0,25	0,00
10	REE-01 (Eifel)	13,08	37,27	0,00	0,02	0,42	48,90	0,09	0,21	0,00
43	ROH-01 (Eifel)	13,48	39,36	1,04	0,04	0,84	44,65	0,18	0,42	0,00
39	SCH-01 (Eifel)	9,77	42,11	0,00	0,03	0,57	47,03	0,11	0,38	0,00
65	STA-01 (Eifel)	12,95	41,50	0,00	0,11	1,11	43,86	0,18	0,29	0,00

Tab. 8 – Pourcentage d'oxydes pour les éléments majeurs (XRF portable).
Tab. 8 *– Oxide percentages for the major elements (HH-XRF).*

% massique															
N°	Phase	Na_2O		MgO		Al_2O_3		SiO_2		P_2O_5		SO_3		K_2O	
			Err %		Err %		Err %		Err %		Err %		Err %		Err %
Da19-1	*Mod II*		107,94	0,67	9,02	5,81	2,15	11,79	1,23	0,40	8,27		46,36	0,50	2,68
Da19-2	*Mod II*	0,27	26,55	0,70	9,2	7,40	2,04	23,38	0,98	0,19	15,74	0,06	31,05	0,68	2,43
Da20*	*Mod II*	0,28	12,08	0,80	3,52	8,24	0,74	19,42	0,48	22,45	0,44	0,39	5,66	1,55	0,85
Da20*	*Mod II*	0,27	12,47	0,87	3,24	8,27	0,73	23,82	0,42	19,56	0,47	0,28	7,34	1,25	0,96
Da20*	*Mod II*	0,22	15,49	0,85	3,42	7,94	0,76	22,19	0,45	19,96	0,47	0,30	6,69	1,16	1,02
Da22-1	*Mod II*	0,13	37,28	0,63	7,06	7,42	1,47	14,37	0,86	0,40	5,82	0,13	10,7	0,85	1,15
Da22-2	*Mod II*	0,21	34,27	0,90	7,43	8,35	1,82	18,01	1,03	0,80	5,33	0,13	16,62	0,93	1,93
Da23-1	*Mod II*	0,39	13,09	0,82	5,83	8,73	1,4	28,14	0,67	0,44	5,53	0,33	5,02	0,94	1,15
Da23-2	*Mod II*	0,14	37,24	0,79	5,95	7,98	1,45	15,62	0,85	0,46	5,28	0,20	7,68	0,83	1,36
Da24-1	*Mod II*		44,77	0,81	7,68	11,13	1,51	18,24	0,99	1,33	3,62	0,13	14,69	1,84	1,16
Da24-2	*Mod II*	0,53	11,02	1,07	5,00	11,38	1,29	48,87	0,57	0,53	5,33	0,32	5,6	1,33	1,05
FHC100-1	*pionnière*	0,17	28,72	0,98	5,52	9,45	1,5	31,58	0,75	0,51	5,57		40,09	1,02	1,4
FHC100-2	*pionnière*	0,13	30,52	1,10	4,21	9,02	1,3	32,13	0,65	2,57	1,82	0,06	21,39	1,18	1,22
FHC100-3	*pionnière*	0,34	20,46	1,44	5,16	13,92	1,37	38,71	0,77	11,78	1,24	0,20	12,9	2,88	1,25
FHC102-1	*pionnière*	0,19	35,02	1,17	5,83	8,46	1,72	13,71	1,2	5,14	1,74	0,10	19,84	0,70	2,49
FHC102-2	*pionnière*		42,18	0,97	6,18	6,96	1,85	18,30	1,04	6,31	1,59	0,14	15,38	0,68	2,6
FHC102-3	*pionnière*		38,83	0,72	9,93	5,87	2,3	10,04	1,57	15,11	1,13	0,25	11,56	0,88	2,69
FHC104-1	*Mod II*	0,25	25,5	0,64	8,55	7,08	1,84	19,12	0,96	0,39	7,84		34,75	0,57	2,44
FHC104-2	*Mod II*		622,69	0,47	16,98	5,10	3,07	8,01	2,01	2,74	3,35	0,16	20,81	0,37	5,18
FHC104-2	*Mod II*	0,28	16,54	0,79	5,41	9,96	1,3	20,96	0,76	0,34	6,18	0,46	3,98	0,72	1,54
FHC104-3	*Mod II*	0,42	12,08	0,78	5,6	8,38	1,44	31,39	0,68	0,25	8,24	0,38	4,75	0,64	1,83
HDB10-1	*Mod II*		48,46	0,54	13,06	5,69	2,57	12,64	1,43	0,79	6,61		0,00	0,58	3,12
HDB11-1	*Mod II*		56,41	1,13	5,47	8,06	1,6	19,81	0,87	1,32	3,18		36,83	0,98	1,54
HDB11-2	*Mod II*		203,12	1,28	5,15	8,05	1,61	15,04	0,97	0,61	5,19		54,01	1,12	1,35
HDB13-1	*Mod II*		45,4	0,71	7,03	8,45	1,54	49,01	0,63	4,96	1,79	0,20	9,86	1,05	1,86
HDB13-2	*Mod II*		38,93	0,95	6,36	7,35	1,78	37,12	0,76	12,04	1,25	0,26	9,74	1,35	1,88
HDB15-1	*Mod II*		56,73	0,94	6,55	7,10	1,74	12,54	1,09	1,52	3,00	0,06	28,54	0,84	1,81
HDB15-2	*Mod II*	0,15	34,18	0,62	7,7	5,70	1,77	10,91	1,04	0,33	7,09		82,35	0,51	1,78
HDB6-1	*Mod II*	0,21	22,97	0,65	6,75	6,64	1,53	18,33	0,77	0,78	3,62		35,52	0,58	1,63
HDB6-2	*Mod II*	0,18	27,79	0,55	7,45	5,88	1,62	20,30	0,74	0,19	10,17		160,42	0,77	1,39
Huy EG-04	*géologique*		139,6	4,16	1,94	5,90	1,38	10,33	0,85	0,22	12,84		90,11	0,59	1,87
Huy EG-04	*géologique*		33,78	2,14	1,94	4,29	1,18	34,48	0,32		0,00	0,47	4,37	0,41	1,92
Huy* EG-04	*géologique*		47,1	3,52	1,58	5,55	1,07	17,07	0,47	0,14	15,79	0,11	14,11	0,62	1,36
OZ16-1*	*Mod II*	0,28	16,99	1,58	3,64	19,23	0,97	38,91	0,6	4,56	1,39	0,12	11,57	4,61	0,54
OZ16-2*	*Mod II*		47,88	1,05	5,69	9,44	1,48	18,86	0,89	1,67	2,78		196,96	1,38	1,27
OZ8-1 oolithe	*Mod II*	0,33	16,36	1,22	4,54	7,50	1,44	18,69	0,81	5,77	1,25	0,18	8,11	0,75	1,7
OZ8-2 ciment	*Mod II*		0,00	1,11	4,49	9,17	1,3	21,90	0,69	0,64	3,86		32,00	0,78	1,3
OZ9-1	*Mod II*	0,19	31,03	0,87	6,52	10,61	1,42	28,65	0,76	3,51	1,93	0,20	8,82	1,74	1,19
OZ9-2	*Mod II*	0,23	30,97	0,83	7,86	7,66	1,88	16,37	1,07	0,62	6,1		44,27	0,62	2,42
REM109-1	*pionnière*		84,04	0,91	7,51	7,66	2,05	16,97	1,17	0,31	10,5		35,39	0,75	2,48
REM109-2	*pionnière*		84,9	0,61	9,58	4,45	2,14	6,70	1,57	3,24	2,07	0,14	13,99	0,48	2,84
REM109-3	*pionnière*	0,17	32,12	0,81	6,34	7,16	1,71	17,41	0,94	0,67	4,65		35,36	0,62	2,09
REM110-1	*Mod II*	0,47	11,79	0,87	5,52	9,96	1,39	38,08	0,66	0,50	5,35	0,05	25,96	0,99	1,52
REM110-2	*Mod II*	0,19	27,38	0,72	6,9	8,09	1,6	21,25	0,86	0,78	4,15		45,15	0,83	1,74
REM110-3	*Mod II*	0,32	19,87	0,76	7,51	9,56	1,67	27,94	0,88	1,10	4,21	0,07	27,23	1,11	1,84
REM112-1	*Mod II*		72,16	0,54	11,5	4,89	2,38	11,82	1,3	0,75	5,52		37,12	0,51	2,95
REM112-2	*Mod II*		99,96	0,47	13,02	4,57	2,49	10,91	1,34	0,14	19,34		34,71	0,45	3,08
REM112-3	*Mod II*		39,47	0,76	7,77	6,03	2,1	14,33	1,15	0,22	12,78		43,06	0,51	2,84
REM113-1	*pionnière*		33,37	0,99	7,24	12,51	1,66	27,92	0,97	0,95	5,45		49,47	1,81	1,59
REM113-2	*pionnière*	0,24	29,42	0,95	7,24	10,35	1,77	16,07	1,2	1,00	4,82		55,72	0,84	2,31
REM113-3	*pionnière*		44,37	0,81	9,51	7,20	2,14	13,28	1,33	0,42	8,93		58,97	0,77	2,52
REM114-1	*pionnière*		41,9	0,69	10,9	6,37	2,3	13,68	1,32	0,61	6,8		0,00	0,64	2,8
REM114-2	*pionnière*		72,39	0,83	9,65	5,73	2,6	9,18	1,64	1,15	4,86		43,86	0,43	3,89
REM114-3	*pionnière*		0,00	0,55	14,43	5,34	2,6	7,81	1,79	1,02	5,22		0,00	0,50	3,45

% massique															
N°	Phase	Na_2O	Err %	MgO	Err %	Al_2O_3	Err %	SiO_2	Err %	P_2O_5	Err %	SO_3	Err %	K_2O	Err %
Spy - EG-02	*géologique*		40,4	0,95	3,96	2,54	1,68	4,51	1,12	3,90	1,15	0,19	8,79		0,00
Spy - EG-02	*géologique*		54,13	1,46	2,74	1,69	2,2	4,19	1,00	0,61	3,74	0,14	9,87		0,00
VW3-1*	*Mod II*	0,42	11,96	1,13	4,4	11,33	1,21	39,91	0,59	2,33	1,99	0,06	18,52	1,14	1,21
VW3-2*	*Mod II*		145,7	0,63	7,69	4,17	2,03	6,18	1,33	0,40	6,12		52,33	0,27	3,04
VW7-1	*Mod II*		0,00	1,12	5,37	6,15	1,8	10,96	1,08	0,34	7,67	0,09	17,17	0,58	2,01
VW7-2	*Mod II*	0,19	25,21	1,16	4,62	8,30	1,4	22,92	0,71	0,90	3,33	0,04	26,61	0,87	1,34
WAR125-1	*pionnière*		84,00	0,61	11,64	5,48	2,44	8,56	1,53	0,40	8,57		0,00	0,65	2,26
WAR125-2	*pionnière*		45,91	1,10	5,99	8,53	1,81	14,74	1,17	0,92	4,64		30,02	0,59	2,72
WAR125-3	*pionnière*	0,23	25,06	0,83	6,53	8,06	1,69	24,65	0,85	0,30	9,25	0,07	24,57	0,57	2,44
WAR126-1	*pionnière*	0,19	30,38	0,00	0,00	14,23	1,47	42,08	0,78	0,45	8,53		40,89	0,62	2,92
WAR126-2	*pionnière*		45,59	0,26	17,4	12,06	1,53	34,73	0,83	0,51	7,17	0,09	22,25	0,59	2,73
WAR126-3	*pionnière*		63,49	0,24	15,57	12,65	1,32	38,67	0,69	0,56	5,53	0,07	25,03	0,55	2,38
Waret1 EG-03	*géologique*	0,23	12,43	6,85	0,78	11,39	0,56	31,31	0,26		0,00	0,06	19,82	2,13	0,48
Waret2 EG-03	*géologique*	0,62	4,74	3,34	1,09	17,71	0,46	36,36	0,24	0,07	24,98	0,05	22,76	2,87	0,39
Waret3*EG03	*géologique*	1,03	3,45	4,22	1,00	16,63	0,45	41,17	0,24		0,00	0,12	11,06	3,64	0,37
WLP136-1*	*Mod II*		33,86	2,06	4,34	14,64	1,49	47,28	0,8	1,63	4,01	0,23	12,47	2,95	1,3
WLP136-2*	*Mod II*		53,64	1,33	6,00	14,96	1,53	35,89	0,89	2,30	3,33	0,21	13,55	3,53	1,17
WLP136-3	*Mod II*		126,72	1,09	5,75	10,15	1,59	33,68	0,83	5,40	1,84	0,22	11,26	1,75	1,53
WLP138-1	*Mod II*	0,34	17,92	0,90	6,36	10,84	1,68	39,37	0,96	0,87	4,66		44,17	1,15	1,84
WLP138-2	*Mod II*	0,26	20,66	0,90	5,95	9,05	1,57	29,45	0,78	0,58	5,48		32,61	0,88	1,84
WLP138-3	*Mod II*		32,1	0,78	6,98	7,17	1,78	19,11	0,94	0,78	4,6		56,67	0,63	2,23
WLP2-1	*Mod II*	0,32	17,56	1,33	4,48	16,90	1,17	44,17	0,67	0,62	5,19	0,13	14,06	3,73	0,75
WLP2-2	*Mod II*	0,48	13,52	0,78	6,65	8,43	1,63	30,50	0,77	0,34	8,25	0,06	26,59	1,15	1,6
WLP2-3	*Mod II*		62,26	0,77	7,7	7,23	1,82	12,65	1,16	0,67	5,36		43,13	1,07	1,69

% massique								ppm									
N°	CaO	Err %	TiO_2	Err %	Fe_2O_3	Err %	total	V_2O_3	Err %	Cr_2O_3	Err %	MnO	Err %	ZnO	Err %	Ga_2O_3	Err %
Da19-1	0,39	3,1	0,19	6,47	79,70	0,19	99,4	618	12		**38**		**34**	76	**30,86**		**0**
Da19-2	0,36	3,74	0,27	5,53	66,33	0,26	99,4	526	15		**383**		**29**		**51,82**	44	**39**
Da20*	31,86	0,16	0,29	5,59	14,33	0,32	99,3	212	32		**46**		**127**	55	**14,29**	14	**35**
Da20*	27,30	0,17	0,25	5,78	17,86	0,28	99,5	123	42		**32**		**76**	41	**14,79**		**67**
Da20*	27,78	0,17	0,26	4,39	19,01	0,27	99,5	53	32		**134**		**68**	39	**15,48**		**116**
Da22-1	0,74	1,29	0,32	3,07	74,57	0,13	99,4	777	7	211	**22**		**42**	73	**21,56**		**668**
Da22-2	1,16	1,64	0,31	4,79	68,78	0,21	99,4	510	15	372	**20**		**55**	106	**21,82**		**245**
Da23-1	0,82	1,27	0,30	3,25	58,79	0,16	99,3	531	10		**47**	306	**23**	79	**20,66**		**0**
Da23-2	0,79	1,39	0,22	4,13	72,63	0,14	99,5	696	8		**39**		**30**	47	**31,57**		**0**
Da24-1	0,82	1,97	0,42	3,79	62,73	0,21	97,4	339	21		**0**	18557	**1**	92	**29,31**		**70**
Da24-2	0,76	1,52	0,34	3,43	33,80	0,24	98,4	200	25		**45**	8912	**2**	111	**14,88**		**105**
FHC100-1	0,77	1,69	0,25	4,55	54,85	0,25	99,4	423	14		**57**	429	**21**	92	**36,08**		**111**
FHC100-2	3,43	0,61	0,41	2,71	49,57	0,18	99,5	310	18		**49**	300	**23**	48	**30,08**		**0**
FHC100-3	17,70	0,41	0,96	3,11	11,56	0,66	99,1	242	29		**0**		**45**	65	**22,15**		**63**
FHC102-1	7,84	0,54	0,17	8,16	62,09	0,25	99,4	523	14		**40**		**428**		**41,63**		**48**
FHC102-2	8,29	0,53	0,24	5,94	57,62	0,26	99,5	601	13		**53**		**38**	144	**60,48**	24	**0**
FHC102-3	22,36	0,37	0,11	16,37	43,71	0,37	99,0	313	30		**223**		**47**	84	**23,85**		**151**
FHC104-1	0,58	2,25	0,24	5,08	70,49	0,2	99,1	471	14	226	**25**		**30**	47	**31,26**		**85**
FHC104-2	3,63	1,13	0,17	11,18	78,86	0,3	99,5	463	21		**130**		**51**	91	**213,8**		**0**
FHC104-2	0,74	1,43	0,21	4,13	65,19	0,16	99,4	542	9		**58**		**33**	59	**21,28**		**0**
FHC104-3	0,70	1,66	0,21	4,51	56,67	0,2	99,3	377	14		**39**		**37**	56	**27,87**		**0**
HDB10-1	0,79	2,49	0,20	7,93	78,10	0,24	99,3	555	15		**0**	1118	**14**		**302,34**		**0**
HDB11-1	1,60	1,09	0,22	4,98	66,21	0,17	99,3	561	11	229	**24**	1303	**8**	123	**19,44**		**72**
HDB11-2	0,59	2,04	0,20	4,99	72,51	0,16	99,4	630	10		**55**	695	**13**	92	**22,53**		**98**
HDB13-1	8,51	0,45	0,35	4,24	26,20	0,33	99,4	85	34	197	**29**	1980	**5**	121	**15,26**		**76**

	% massique							ppm									
N°	CaO		TiO_2		Fe_2O_3		total	V_2O_3		Cr_2O_3		MnO		ZnO		Ga_2O_3	
		Err %		Err %		Err %			Err %		Err %		Err %		Err %		Err %
HDB13-2	15,95	0,41	0,49	4,17	23,89	0,41	99,4	120	36		83	1061	10	124	13,46		0
HDB15-1	1,82	1,05	0,15	7,04	74,43	0,17	99,4	642	10		37	543	18	165	14,94		98
HDB15-2	0,48	1,99	0,20	4,65	80,73	0,14	99,5	636	8		44	691	13	76	20,11		63
HDB6-1	0,65	1,48	0,27	3,27	71,23	0,13	99,1	487	10		32	1929	5	85	18,9		450
HDB6-2	0,24	3,09	0,41	2,56	71,07	0,14	99,4	524	10		34	350	20	37	35,29		414
Huy EG-04	7,72	0,41	0,29	4,56	69,70	0,18	98,9	1090	7		28	3895	3	62	12,43		0
Huy EG-04	4,76	0,4	0,23	4,79	51,69	0,14	98,5	748	9		26	1845	4	60	9,62		49
Huy* EG-04	9,63	0,26	0,29	3,7	61,70	0,12	98,6	849	7	193	21	4285	2	56	9,87		71
OZ16-1*	6,88	0,42	1,03	1,55	22,39	0,25	99,3	249	26	225	20	875	7	117	16,99	22	55
OZ16-2*	1,90	1,02	0,25	4,49	64,87	0,18	99,4	583	10		55	881	11	94	22,39		84
OZ8-1 oolithe	10,87	0,3	0,22	4,64	53,33	0,17	98,7	375	15		37	4839	2	76	23,01		55
OZ8-2 ciment	0,80	1,23	0,19	4,17	63,89	0,13	98,5	562	8		31	10275	1	88	16,82		151
OZ9-1	5,25	0,54	0,26	4,64	47,89	0,22	99,0	431	16		146	4152	3	148	17,94		116
OZ9-2	0,65	2,26	0,24	4,72	72,10	0,2	99,1	673	11		36	2474	6	87	29,17		107
REM109-1	0,43	3,48	0,19	7,57	72,23	0,26	99,5	473	16		39		33	51	34,08		0
REM109-2	3,76	0,73	0,18	6,56	79,79	0,2	99,4	555	13		31	664	17		26,98		0
REM109-3	0,83	1,65	0,20	5,29	71,61	0,21	99,3	538	11		77	359	26		32,37		79
REM110-1	0,80	1,66	0,35	3,44	47,67	0,23	99,3	460	14		73	318	25		27,74		83
REM110-2	0,91	1,56	0,24	4,71	66,62	0,2	99,4	683	9		45	414	22	76	36,84		0
REM110-3	1,36	1,56	0,26	5,55	57,05	0,26	99,2	541	14		46	661	17	237	64,49		0
REM112-1	0,97	1,84	0,19	7,32	79,75	0,23	99,4	515	15		40		37	131	139,43		0
REM112-2	0,17	5,84	0,20	5,98	82,49	0,23	99,4	641	12		55		52	141	69,13		200
REM112-3	0,28	4,04	0,20	6,76	76,98	0,2	99,3	584	13		32		69		38,52		0
REM113-1	1,03	2,23	0,28	6,08	53,66	0,32	99,1	493	18		52	2092	8	74	15,66		57
REM113-2	0,47	3,26	0,16	8,53	69,17	0,26	99,0	926	10		61	1719	9		26,86		0
REM113-3	0,44	3,5	0,19	8,21	76,18	0,25	99,3	534	15		114	524	27		28,62		0
REM114-1	0,38	3,81	0,17	8,74	76,76	0,26	99,3	519	16		44	558	25		70,54		78
REM114-2	1,37	1,7	0,18	8,71	80,33	0,26	99,2	463	18		34	963	16	149	50,41		317
REM114-3	0,82	2,39	0,17	9,15	83,08	0,24	99,3	624	14		110	1731	10		181,05		0
Spy - EG-02	5,99	0,34	0,19	4,43	81,04	0,12	99,3	726	7		35	739	8	24	26,93		189
Spy - EG-02	21,29	0,17	0,21	4,9	69,51	0,13	99,1	820	7	185	22	747	8	14	36,33		89
VW3-1*	3,71	0,57	0,32	3,12	39,19	0,19	99,1	301	17		41	1947	4	104	14		148
VW3-2*	0,35	2,49	0,14	6,00	87,13	0,14	99,3	676	8		53	1890	5	103	18,29		60
VW7-1	0,41	2,51	0,20	4,38	79,74	0,15	99,6	666	9		49	1274	8	166	13,29		125
VW7-2	0,81	1,38	0,26	3,45	63,91	0,15	99,2	547	9		61	1947	4	90	16,6		53
WAR125-1	0,56	2,52	0,18	7,73	83,01	0,21	99,4	676	12		0		47	29	93,78		206
WAR125-2	1,29	1,53	0,16	7,63	71,97	0,24	99,3	660	11		191	712	17	61	46,63		0
WAR125-3	0,58	2,31	0,29	4,47	64,07	0,22	99,4	405	16	201	27		27	235	25,13		130
WAR126-1	0,38	3,82	0,94	2,67	40,55	0,32	99,2	453	23	321	22	816	15	193	51,33	48	53
WAR126-2	0,39	3,51	0,81	2,48	50,08	0,3	99,5	562	16	447	16		105	109	63,9		81
WAR126-3	0,42	2,73	0,75	2,36	45,72	0,25	99,6	341	22	22	24		743	116	26,82		56
Waret1 EG-03	16,61	0,15	0,26	3,55	29,92	0,14	98,5	335	18	349	14	6263	1	41	15,32		102
Waret2 EG-03	6,71	0,24	0,93	0,93	33,52	0,12	98,6	272	18	234	15	2713	2	64	9,31	14	27
Waret3*EG03	11,88	0,2	0,77	1,26	19,50	0,18	97,9	65	37	287	16	5228	1	59	10,46	18	22
WLP136-1*	1,54	1,9	0,58	3,67	28,55	0,48	99,4	0	0	242	33	925	14	112	19,59		69
WLP136-2*	0,83	2,98	0,42	5,16	39,61	0,36	99,1	413	24		49	3680	5	58	23,59	29	48
WLP136-3	4,58	0,81	0,44	4,2	42,19	0,32	99,5	466	18		83	784	15	74	34,26		0
WLP138-1	0,78	2,27	0,29	5,26	44,36	0,5	98,6	237	29		36	7628	3	58	29,19		48
WLP138-2	0,72	1,98	0,24	5,03	57,51	0,23	99,3	418	15		41	523	19	65	30,66		229
WLP138-3	0,99	1,59	0,20	5,67	69,67	0,21	99,3	537	13		38	786	14		52,94		279
WLP2-1	0,92	1,88	0,57	2,8	30,73	0,33	99,1	424	17		35	1876	5		21,24	152	321
WLP2-2	1,39	1,35	0,31	4,32	56,09	0,23	99,1	481	14		35	764	14		32,79	58	178
WLP2-3	0,64	2,29	0,18	6,63	76,20	0,2	99,4	570	12		37	964	12		36,63	65	93

	ppm															
N°	As_2O_5		Rb_2O		SrO		Y_2O_3		ZrO_2		BaO		La_2O_3		Ce_2O_3	
		Err %		Err %		Err %		Err %		Err %		Err %		Err %		Err %
Da19-1	106	22		79		0		0	71	43		77		146		0
Da19-2		93		114	61	35		49		55		66	545	90		413
Da20*	27	14	87	4	552	1	919	1	82	7	754	35	2157	23	2151	16
Da20*	23	13	60	4	407	1	529	1	59	7	271	37	1899	24	1708	20
Da20*	23	14	63	4	414	2	535	2	50	8		40	1688	28	1673	21
Da22-1	56	24		33		42	29	51	147	16	621	62		119		243
Da22-2	77	26		0		43	76	31	130	26		120	505	102		108
Da23-1	71	21		42	25	49		42	89	24		113		252		0
Da23-2		52	49	31	50	27		86	53	34		279		367		0
Da24-1	93	26	99	23	101	25	116	26		41	1727	41		0	696	71
Da24-2	66	25	60	25	80	20		52		40	537	79		198	385	72
FHC100-1	86	30		0		59	86	45	340	19		124		109		246
FHC100-2		44		30	203	25	231	27		18	1173	104	824	72		848
FHC100-3		0	70	33	84	17	111	15	207	40		139		172		48
FHC102-1	110	41		54		18		23		97		125		145		1501
FHC102-2		102	59	31	388	22		20	125	98	912	56		79		112
FHC102-3	61	38		66	46	13		13	99	73		197	674	95		62
FHC104-1	55	222		0	33	104		0	67	65		205		84		114
FHC104-2	78	36		96	62	63		44		86	777	50		245		0
FHC104-2	108	26		46		31		53	124	24		124		137		0
FHC104-3	69	23	53	33	50	39		61	115	31	813	99	1019	69		0
HDB10-1		38		43		90		110		44		207		260		0
HDB11-1		58		100	96	23	76	28	106	27		69		113		308
HDB11-2	90	21		40	97	24		102	73	42		116		215		0
HDB13-1	83	21	57	27	212	14	271	13		28		126		0		185
HDB13-2		58	56	25	218	11	234	12	256	13		92		0		110
HDB15-1	130	15	66	28	63	28		46		43		216		0		0
HDB15-2	74	21		63		117		54	116	17		166		435		0
HDB6-1	99	17		94	39	31		39	108	19		51		0		266
HDB6-2	59	27		144		73		61	67	27		93		186		0
Huy EG-04	55	9	20	12	71	5	45	7	146	4	96	37		0		251
Huy EG-04	42	8	12	14	2113	1	39	6	89	6	8181	2	3200	22	3114	18
Huy* EG-04	37	9	20	9	562	1	40	5	94	4	1778	4		260		54
OZ16-1*	47	32	186	15	204	14	306	14	175	22		98		99		77
OZ16-2*	61	31	55	34	49	31		54	261	16		78		0		415
OZ8-1 oolithe	97	16	55	29	239	10	274	11		59	538	95		0		172
OZ8-2 ciment	94	18	71	19		73		36	102	16	875	50		131		97
OZ9-1	123	20	91	25	114	22	242	17	256	18		167		205	575	71
OZ9-2	123	22		50		131		43	334	17		0		250		124
REM109-1		33		102		37		201	157	0		173	570	80		629
REM109-2	108	34		68		20	68	19	179	46		108		146		123
REM109-3	110	21		40	65	69		114		23	905	72	1135	54		0
REM110-1	149	24		33		34	81	135		27	719	55		129		109
REM110-2		47		0		39		42	124	20		134		91		135
REM110-3	120	25		133		60		47	143	26		196		138		372
REM112-1	245	29		0		38		42	354	45		137		190		169
REM112-2	58	24		0		61		39	116	124		110		112		0
REM112-3	168	48		232	64	178		0		33	922	60	684	78		505
REM113-1		26		50		61		57		32	897	78	942	57		535
REM113-2		17		60		39		36		18		146		161		0
REM113-3	122	50		0		0		78		43		159	929	50	675	96
REM114-1		23		80	92	43	99	0		67		60		168		176
REM114-2		133		192		63		103	218	44		65		127		121
REM114-3		71		0		92		44	166	57		115	1231	49		0
Spy - EG-02	51	9		1022	152	2	104	3	105	4		65		0		0
Spy - EG-02	42	9		0	147	3	39	5	98	4		53		3926		0

ppm																
N°	As_2O_5		Rb_2O		SrO		Y_2O_3		ZrO_2		BaO		La_2O_3		Ce_2O_3	
		Err %		Err %		Err %		Err %		Err %		Err %		Err %		Err %
VW3-1*	68	16	45	26	108	14	136	14	168	15		123		227		118
VW3-2*	127	15		59		0		170	83	23		99		2410		209
VW7-1	101	17		36		69		190	68	25		121		0		0
VW7-2	90	15	44	31		40		45		35		108		0		0
WAR125-1		29		0		60		53	193	45	1644	48	1698	57		70
WAR125-2	60	51		0	64	30		35	336	78		89		426		478
WAR125-3		79	149	0	175	39		63	430	26		263		116		362
WAR126-1		42	244	32	91	46		0		30		61		69		157
WAR126-2		36		49	153	58	132	139		23		131		52		122
WAR126-3		34	100	29	391	29		0		14		109		131		301
Waret1 EG-03	65	8	90	4	66	6	43	9	141	4	242	29		0		112
Waret2 EG-03	59	7	94	4	55	5	59	6	131	3	217	22		0		221
Waret3*EG03	26	13	130	3	99	4	69	6	135	4	346	20		0		95
WLP136-1*		84		33	481	28		75		24		119		714		451
WLP136-2*	65	98		20		50	60	0	363	54		97		887		0
WLP136-3	111	75		64		34		51	236	53		111		313		719
WLP138-1	62	31		60	64	39		40	115	16		211		0		0
WLP138-2	149	23		116		180		0	127	20		251		249		283
WLP138-3		39		74		39		45		52		286		258		0
WLP2-1		0		28		34	105	31	164	30		96		122		174
WLP2-2		34		144		30	64	46		31		122		118		99
WLP2-3		19		94		54		65		29		548		148		129

EG-02 : Suarlée ; Les Isnes - Famennien inférieur (Fa2sup.). Bord nord du S. Namur - référence SGB :143E314 (NB «S.» = Synclinorium de)
EG-03 : Ville-en-Waret (Andenne) – ancienne mine/chapelle Ste Barbe, Famennien inf., Bord sud du S. Namur
EG-04 : Gare de Huy Nord – Fa inf. – Bord sud du S. Namur- référence SGB 146W11-12

Tab. 9 – Résultats PIXE avec l'incertitude exprimée en % de la teneur. Les échantillons analysés à AGLAE sont accompagnés d'une étoile (*). MgO, Al_2O_3, SiO_2, P_2O_5, K_2O, CaO, TiO_2, MnO et Fe_2O_3 sont exprimés en % massique. Les autres éléments sont exprimés en ppm.

***Tab. 9** – PIXE results with the uncertainty expressed in % of the content. Samples analyzed at AGLAE are identified by an asterisk (*). MgO, Al_2O_3, SiO_2, P_2O_5, K_2O, CaO, TiO_2, MnO and Fe_2O_3 are expressed in % weight. Other elements are in ppm.*

Anthropologica et Præhistorica, 125/2014 (2016) : 193-202

Différenciation des hématites oolithiques à partir d'observations macroscopiques non destructives : essais de comparaison des matériaux ordoviciens normands et dévoniens belges

Cyrille BILLARD, Xavier SAVARY, Dominique BOSQUET,
Ivan JADIN, Caroline HAMON, Éric GOEMAERE,
Roland DREESEN, Lionel DUPRET & Guirec QUERRÉ

Abstract

The analysis of ochre archaeological artefacts could be realized without its destruction. The aim of this study is to identify macroscopic characteristics to distinguish on these artefacts oolitic ironstones (OIS) from different origins, in this case norman ordovician and belgian devonian ones.

Despite frequent difficulties in observations, it shows that the only relevant criterion in order to determine correctly the origin of OIS lies in the form of the ooids. Other criterions, as the size or the sorting of ooids, or the colour of the cement, alone are not discriminating. The comparison of observations on several objects, both on raw materials or on polished surfaces, should enable to propose a differential diagnosis.

Keywords: *France, Normandie, Belgium, oolitic ironstones, macroscopic observations.*

1 INTRODUCTION

En 2011, a été lancé un programme de recherches sur les hématites oolithiques exploitées durant la Préhistoire récente. En effet, outre les sites paléolithiques et mésolithiques, ces matériaux ont été largement reconnus sur les sites rubanés du Nord-Ouest européen : allemands jusqu'au Rhin, belges et néerlandais notamment, et plus récemment en Normandie. L'objectif majeur de ce programme de recherche est de caractériser les différentes provenances de ces matériaux en s'appuyant sur un protocole analytique large combinant observations macroscopiques, microscopiques (pétrographie) et (géo)chimiques.

Ces analyses ont porté sur près d'une centaine d'échantillons à la fois géologiques et archéologiques, provenant principalement de trois contextes géologiques/géographiques distincts :
- Ordovicien de Normandie (France),
- Lochkhovien, Givetien, Frasnien, Famennien (Dévonien) de Belgique,
- Emsien-Eifelien de l'Eifel (Allemagne).

Dans le présent ouvrage, les contextes géologiques des hématites oolithiques de l'Europe du Nord-Ouest ont pu être passés en revue (Goemaere *et al.*, 2016a : ce volume). De plus, l'observation de nombreuses lames-minces a permis d'établir une classification des hématites oolithiques et d'en caractériser les microfaciès (Dreesen *et al.*, 2016 : ce volume). On peut ainsi résumer sommairement les résultats obtenus à propos des critères de formes et de dimensions. Les faciès de l'Ordovicien (Normandie) sont plutôt homogènes et bien classés (très bon tri granulométrique), constitués d'ooïdes « vraies » aplaties (type *flaxseed*), de diamètre généralement inférieur à 500 µm. La matrice est composée des phases minérales principales que sont la sidérite, la chlorite et accessoirement le quartz. Les faciès du Dévonien inférieur et moyen de l'Eifel sont moins bien classés, avec des ooïdes grossières de 200 à 10.000 µm de diamètre (moyenne 1000 µm), une matrice carbonatée avec nombreux bioclastes, lithoclastes, intraclastes et oncoïdes ferruginisés. Le faciès du Dévonien supérieur (Famennien) des Ardennes belges est bien à mal classé (à composition mixte d'ooïdes de type

flaxseed et de type fragments de fossiles), dominé par des ooïdes et des micro-oncoïdes ferruginisés : la taille des grains varie de 200 à 5000 µm (moyenne à 500 µm). Des différences notables s'observent entre les faciès proximaux et distaux des gisements notamment en ce qui concerne la matrice à dominante détritique pour les faciès proximaux et carbonatée pour les faciès distaux.

Les critères de différenciation des trois groupes principaux d'hématites oolithiques apparaissent donc pertinents sur la base de l'analyse de lames minces. Largement contrastées, les hématites normandes et celles de l'Eifel sont facilement distinguables les unes des autres. Les différences sont nettement moins marquées entre hématites normandes et belges, mais elles existent.

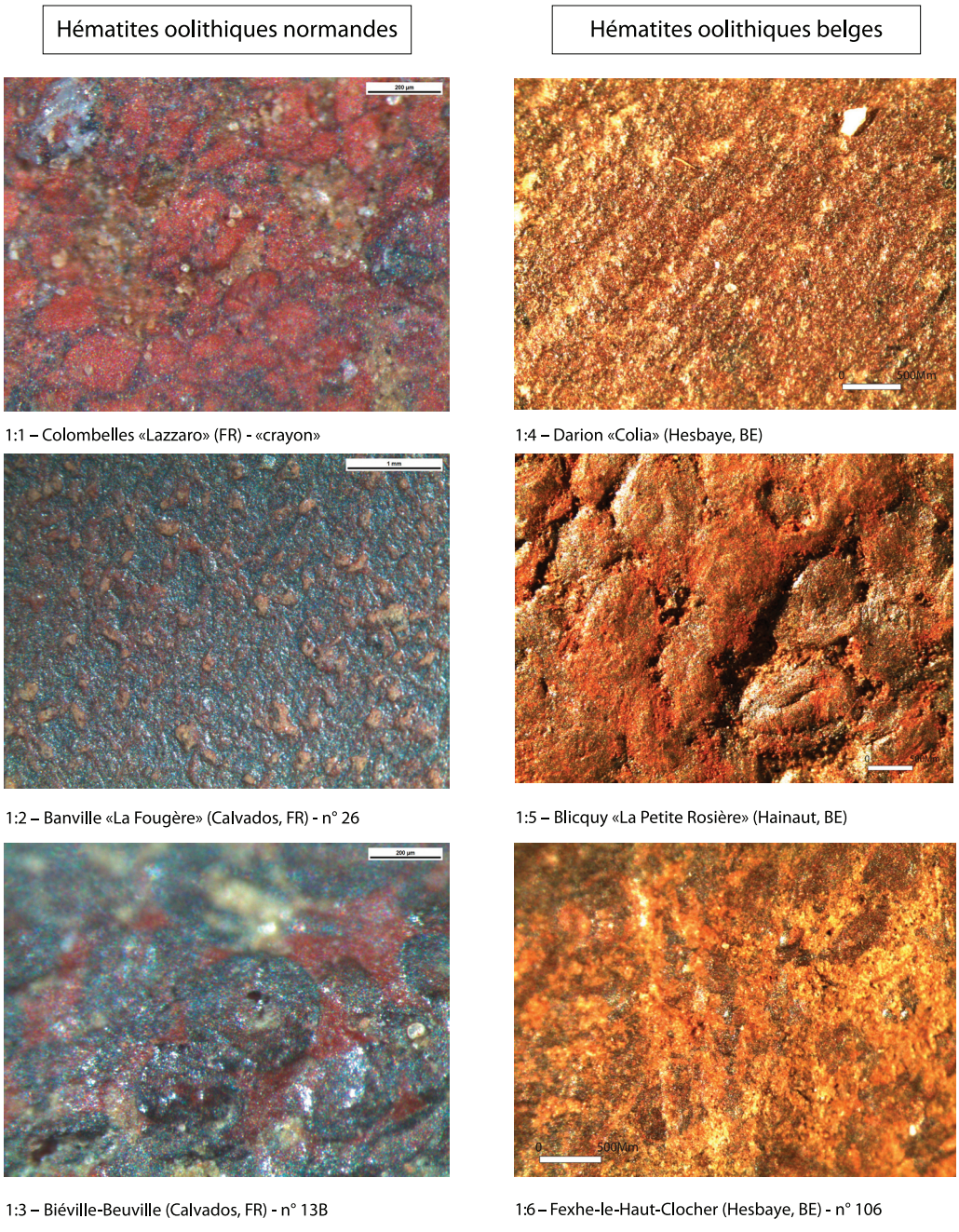


Fig. 1 – Difficultés d'observation sur les surfaces anciennement abrasées des hématites oolithiques normandes et belges.

Toutefois, l'objectif de ce projet de recherche est également de promouvoir des méthodes non destructives pour l'étude des hématites oolithiques, notamment lorsqu'elles proviennent de contextes archéologiques, où la rareté de ces objets et leurs petites dimensions interdisent de les sacrifier pour les analyses. C'est dans cet esprit que nous avons testé une approche géochimique par spectromètrie PXRF à l'aide d'un analyseur portable de fluorescence X (XRF ; Goemaere *et al.*, 2016b-c : ce volume).

De plus, et pour rebondir sur l'article de Roland Dreesen *et al.* dans ce volume, nous avons souhaité savoir s'il était possible de caractériser les matériaux de façon pertinente à partir d'observations directes à l'aide d'une simple loupe binoculaire (maximum de grossissement : 160 fois), sur la surface non transformée de chaque échantillon.

Dans ce but, le matériel optique du laboratoire d'archéo-sciences de l'UMR 6566 du CNRS à Rennes a été utilisé sur une soixantaine d'échantillons géologiques et archéologiques des secteurs normands et belges. Ils ont donné lieu à des observations et des prises de vues (à raison de 2 à 21 vues par échantillon).
Plusieurs types de surfaces ont été exploitées :
- sur les objets archéologiques : surfaces brutes et abrasées,
- sur les échantillons géologiques : surfaces brutes, surfaces sciées sans polissage et surfaces sciées / polies.

Les échelles d'observation ont varié de 1/10 à 1/50, l'échelle du 1/20 étant couramment utilisée dans la mesure où elle permet d'observer à la fois la forme des ooïdes et leur structure.

2 Les résultats

Difficultés d'observation

D'une manière générale, les surfaces des objets archéologiques sont difficilement lisibles, particulièrement les surfaces anciennement abrasées ou polies. Pour un grand nombre d'entre eux, il est donc nécessaire de trouver des surfaces brutes, mieux à même de faire ressortir les ooïdes de la matrice. Toutefois, la qualité d'observation varie en fonction du matériau. Les chances de faire des observations sur la surface abrasée d'un objet archéologique normand sont très faibles (Fig. 1:1-3) : la matrice est mal différenciée des ooïdes, mais on identifie néanmoins le caractère oolithique du matériau. Sur des objets belges, les surfaces abrasées sont parfois illisibles (Fig. 1:4-6), mais pas systématiquement, comme en témoignent les surfaces de plusieurs objets de Hesbaye qui offrent une matrice carbonatée bien dégagée des ooïdes et apparaissant en creux (Fig. 2:1, 3-5).

Un critère discriminant : la forme des ooïdes

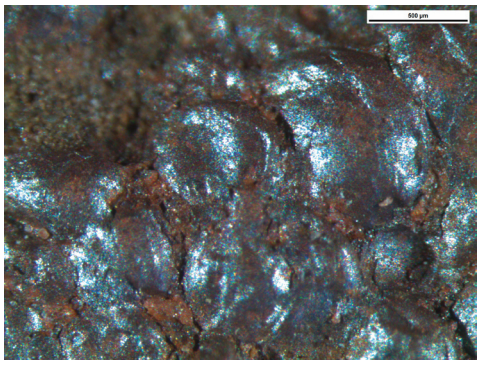
La forme des ooïdes constitue le seul critère fiable de différenciation des deux lots (Fig. 3). Dans le secteur normand, on rencontre exclusivement de vraies ooïdes avec de fins revêtements ferrugineux. Les ooïdes sphériques sont très peu fréquentes. La tendance dominante est à l'aplatissement des ooïdes, qui se manifeste au travers de différentes formes par ordre d'importance : ovales ou ellipsoïdes, de type *flaxseed* (c'est-à-dire en forme de graine de lin, soit en forme de disque aplati dans le plan de dépôt, comme sur l'échantillon d'Amblie ; Fig. 4:5-6), *burger-like*. Les spastolithes (Fig. 4:3-4) représentent l'état le plus avancé de déformation par compaction de la forme originelle.

Dans le secteur belge, les ooïdes apparaissent à sections rondes à ovales. Les OIS à oolithes sphériques sont rarissimes et jamais rencontrées dans les échantillons archéologiques. D'autres formes irrégulières, parfois de taille supérieure à 1 mm, apparaissent fréquemment et correspondent à des pisolithes, à des lithoclastes, voire à de petits oncoïdes ferruginisés. Les formes de type *flaxseed* sont toutefois loin d'être absentes.

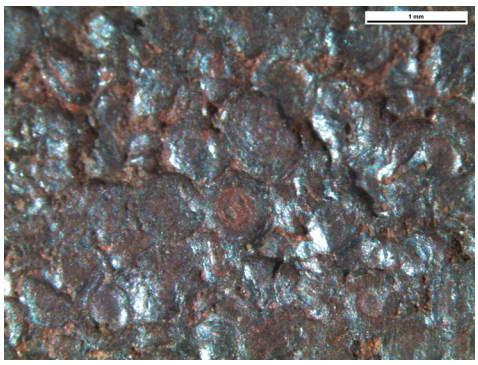
Les critères complémentaires non discriminants

Le classement des oolithes

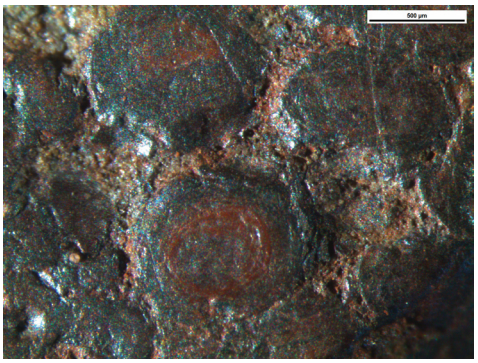
Le classement des oolithes apparaît relativement pertinent. Il est toujours bon dans les matériaux ordoviciens normands : on n'observe pas non plus de variation granulométrique perpendiculaire à la stratification. Dans les matériaux belges, il est généralement moyen, par exemple sur l'échantillon de Waremme (Fig. 5:2), mais il peut être localement assez bon. Ce critère pourra être utilisé en complément de celui de la forme, sans qu'il soit déterminant à lui seul.



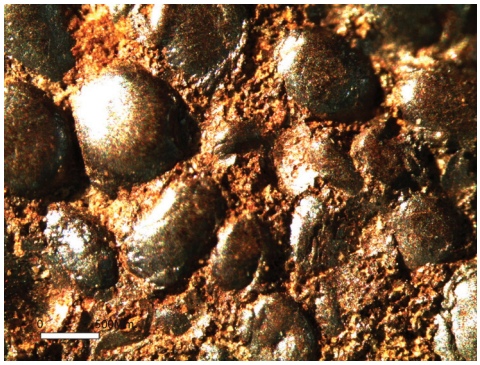
2:1 – Fexhe-le-Haut-Clocher (Hesbaye, BE) - n° 104



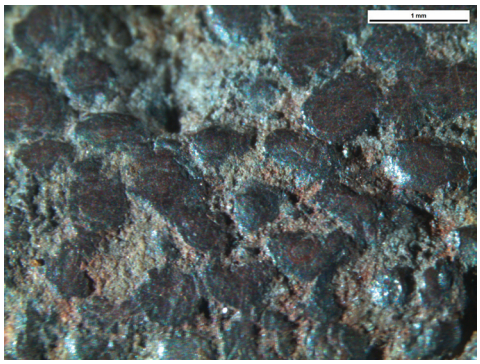
2:2 – Remicourt (Hesbaye, BE) - n° 112



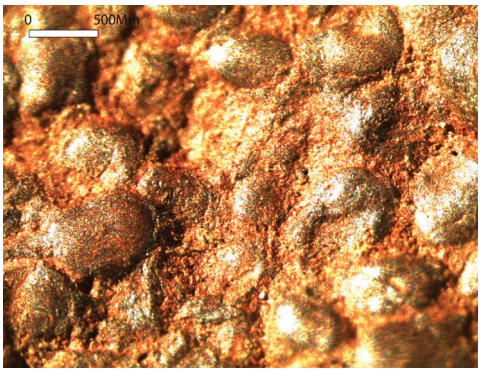
2:3 – Remicourt (Hesbaye, BE) - n° 114



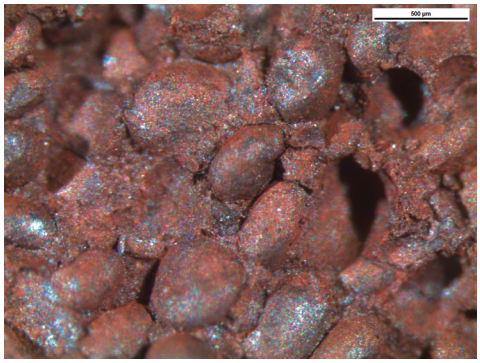
2:4 – Ormeignies «Le Pilori» (Hainaut, BE)



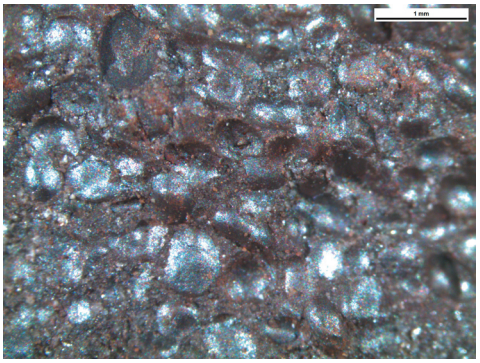
2:5 – Fexhe-le-Haut-Clocher (Hesbaye, BE) - n° 100



2:6 – Irchonwelz «Bonne Fortune» (Hainaut, BE)



2:7 – Huy (BE)
échantillon géologique du Famennien inférieur



2:8 – Ville-Enwaret (Andenne, BE)
échantillon géologique du Famennien inférieur

Fig. 2 – Forme des ooïdes belges à partir de l'observation macroscopique.

La taille des ooïdes

À priori, la taille des ooïdes semblait pouvoir constituer l'un des piliers de la détermination des hématites oolithiques. Cependant, les observations multiples montrent que ce critère n'est pas totalement suffisant à lui seul. Les ooïdes normands ne dépassent quasiment jamais 600 µm et les ooïdes qui atteignent 500 µm apparaissent isolés, comme sur l'échantillon de Colombelles (Fig. 4:7). Les diamètres courants se situent plus généralement entre 300 et 400 µm.

Si l'on ne tient pas compte des pisoïdes pouvant atteindre plusieurs millimètres de diamè-

	Hématites ool. normandes (Ordovicien)	**Hématites oolithiques belges (Dévonien)**
critères discriminants		
formes des ooïdes	ovales, aplaties (flax-seed dominantes-a, burger-like-b, spastolithes-c), formes sphériques peu fréquentes ; que de vraies ooïdes	rondes-d, ovales-e, pisoïdes-f, flax-seed peu fréquentes
critères complémentaires non discriminants		
classement	toujours bon	plutôt mauvais, parfois bon
tailles des ooïdes	300-600 Microns (plutôt <500 M)	300-1100 Microns (plutôt >500 M)
matrice des oolithes	matrice souvent mal différenciée des ooïdes, pas de lithoclastes et de bioclastes	matrice souvent bien différenciée des ooïdes, présence parfois visible de lithoclastes (g) et de bioclastes (h)
litage et orientation des oolithes	bien visibles en macro	peu visibles en macro

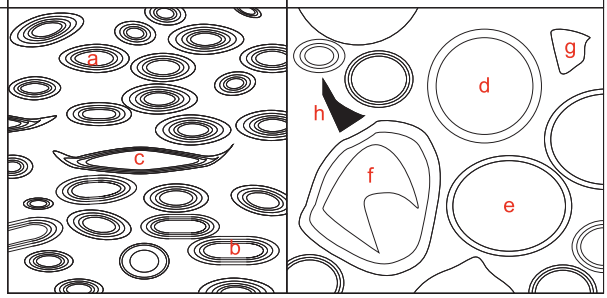


Fig. 3 – Tableau récapitulatif des critères de différenciation macroscopique des hématites oolithiques normandes (Ordovicien) et belges (Dévonien).

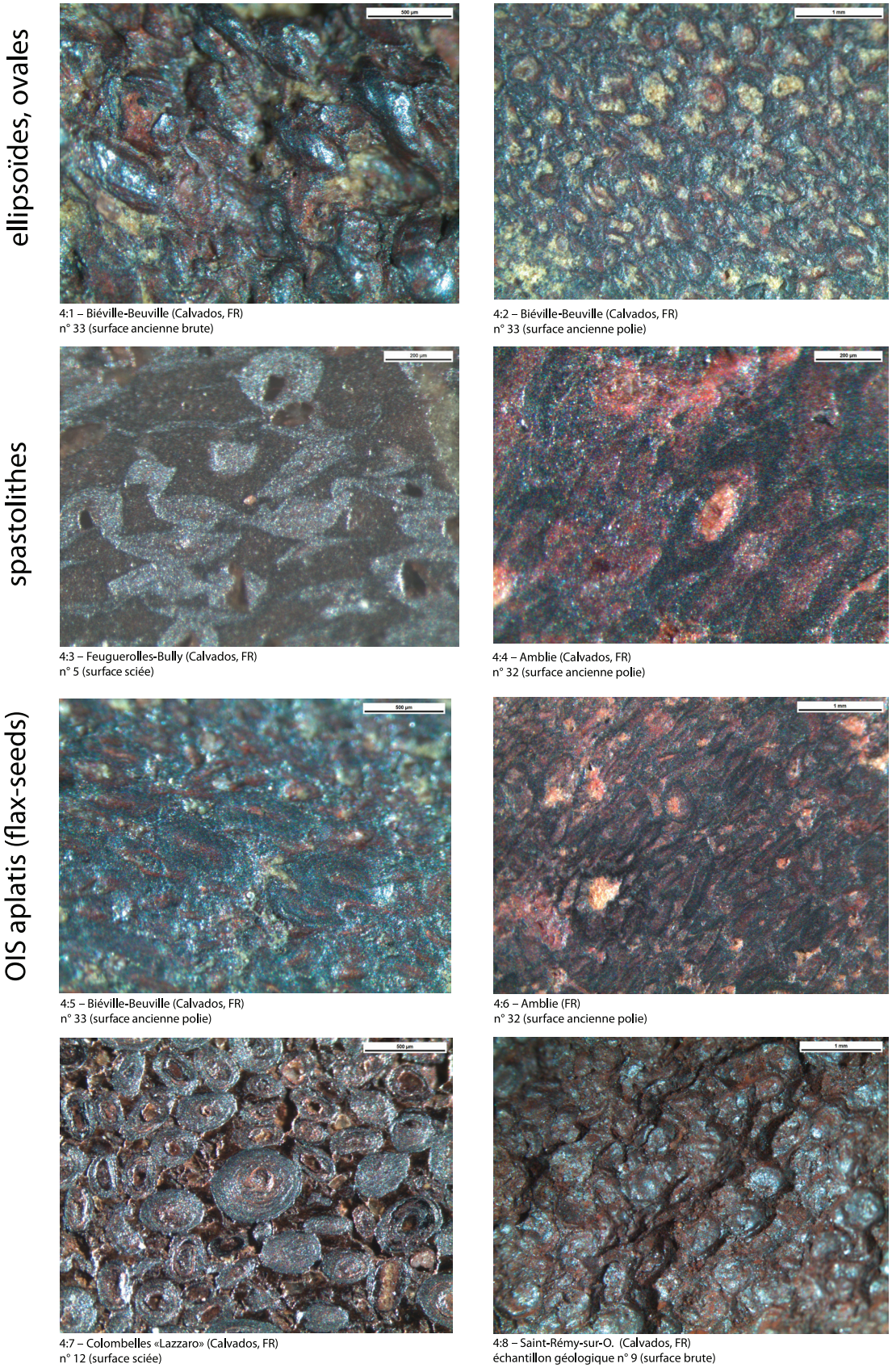


Fig. 4 – Forme des ooïdes normandes à partir de l'observation macroscopique.

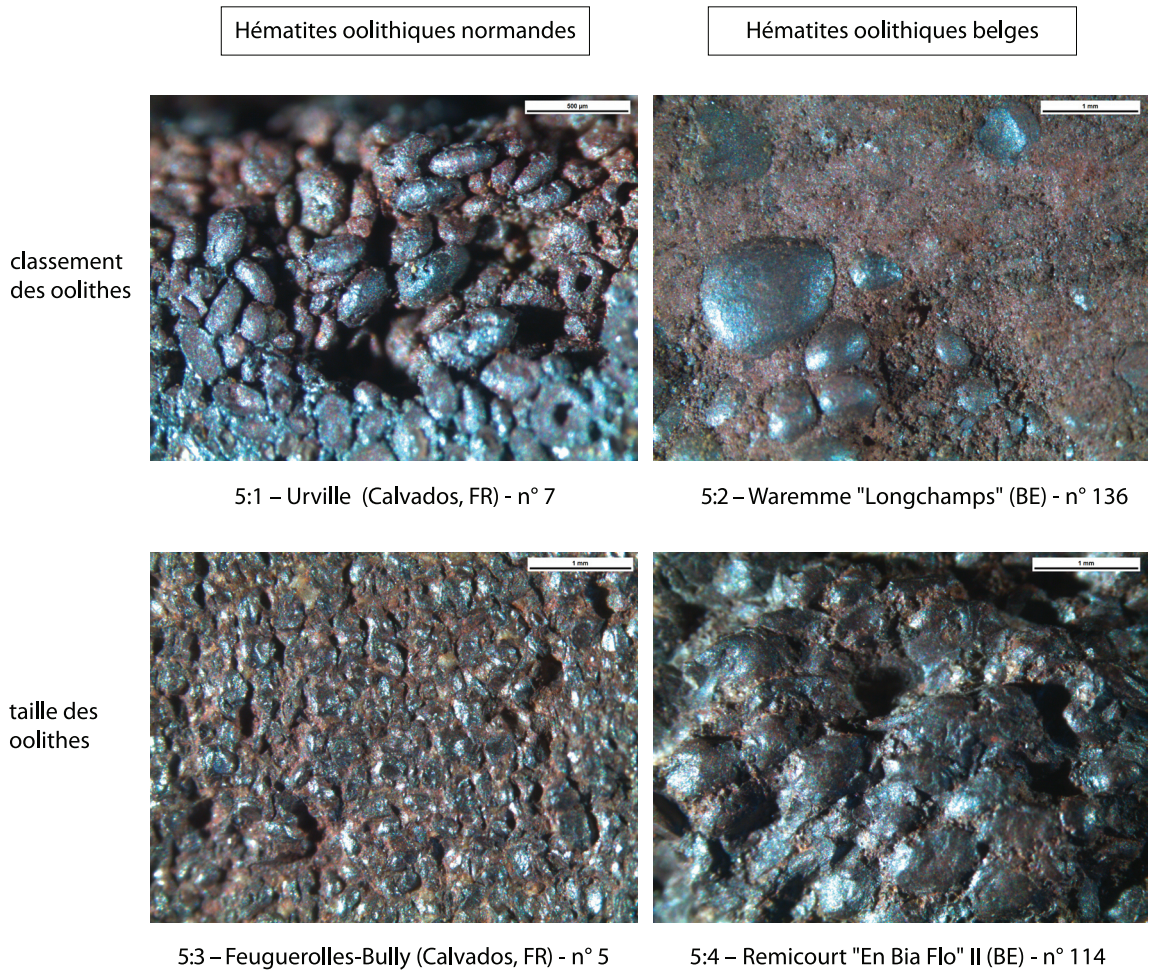


Fig. 5 – Différenciation des hématites oolithiques normandes et belges à partir de l'observation macroscopique : classement et taille des ooïdes.

tre, les ooïdes belges varient de 300 à 1100 µm de diamètre, la moyenne étant largement supérieure à 500 µm. Si les exemplaires inférieurs à 500 µm sont rares, certains échantillons en offrent des densités importantes, ainsi les échantillons de Huy (Famennien ; Fig. 2:7) et de Rémicourt (Fig. 6).

Dans ce cas également, ce critère ne peut suffire pris individuellement.

La composition de la matrice

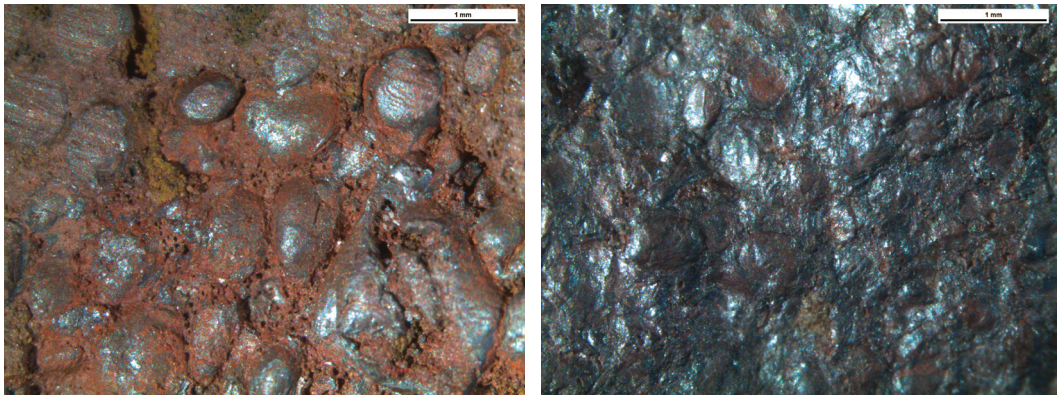
Dans le secteur des hématites ordoviciennes, la matrice ferrugineuse est sombre et souvent mal différenciée des ooïdes, ce qui explique probablement les difficultés d'observation des surfaces intensément polies. Par contre, dans le secteur des hématites dévoniennes, la matrice est mieux différenciée, plus claire et beaucoup plus tendre que les ooïdes.

Toutefois, des contre-exemples existent. Sur 3 échantillons provenant de Fexhe-le-Haut-Clocher et de Remicourt (Fig. 2:1-2 ; Fig. 6:2), les matrices sont très sombres et indifférenciées des ooïdes. Inversement, trois échantillons normands de Colombelles présentent une matrice plutôt claire et assez bien différenciée.

Par ailleurs, on peut signaler que les éléments grossiers qui sont souvent visibles dans la matrice des oolithes belges (lithoclastes, bioclastes) n'apparaissent pas sur les échantillons considérés. Il est probable que, dans bien des cas, ils ont été les premiers extraits lors de l'abrasion de la surface.

La composition du noyau

Celle-ci est difficile à observer vu la petitesse des grains. En Basse-Normandie, on peut



6:1 – Remicourt (Hesbaye, BE) - n° 110 6:2 – Fexhe-le-Haut-Clocher (Hesbaye, BE) - n° 102

Fig. 6 – Oolithes belges mal différenciables des oolithes normandes à partir de critères macroscopiques : à gauche, ooïdes de petites dimensions ; à droite, ooïdes mal différenciées de la matrice.

noter la présence d'échantillons archéologiques plus quartzeux que sur les échantillons géologiques. Le profil le plus fréquemment rencontré dans les échantillons archéologiques est une hématite avec ooïdes à noyau de quartz. À titre d'hypothèse, cette particularité pourrait provenir d'une sélection d'hématite comportant un minéral facilitant l'abrasion (production de colorant plus facile ou utilisation dans le travail des peaux ?). La dureté (6 dans l'échelle de Mohs) plus élevée du quartz que celle des autres constituants des OIS, la finesse des grains de quartz et sa relativement faible proportion facilitent la production rapide d'une poudre rouge.

Le litage et l'orientation des ooïdes

À la loupe binoculaire, le litage est plus aisément observable sur les minerais normands, ce qui doit s'expliquer avant tout par les fortes déformations subies par les ooïdes. Ils ne sont pas absents des oolithes belges, mais ne s'observent que rarement à cette échelle. La taille de l'échantillon est bien évidemment un paramètre essentiel ; plus l'échantillon est grand, plus le litage est visible.

À l'œil nu, dans les échantillons archéologiques normands d'Amblie (n^{os} 22, 23, 32) et Banville (n° 6), qui sont très polis, des litages non plans sont visibles, bien que peu marqués. Sur plusieurs échantillons archéologiques bas-normands, des filons quartzeux remplissent des microfractures (rarement visibles sur les échantillons géologiques).

La fréquence ou la densité des oolithes

Ce critère n'apparaît pas discriminant, les variations verticales et latérales pouvant être parfois importantes. Joseph (1982) a principalement observé le caractère jointif/non jointif des ooïdes, qui offre une forte variabilité verticale. Certains sites archéologiques livrent des minerais sans ooïdes, minerais que l'on peut soupçonner provenir des mêmes contextes géologiques. Les variations de concentration en oolithes des minerais belges et allemands sont parfaitement observables, non seulement d'une couche à l'autre, mais aussi verticalement et horizontalement au sein d'une même couche. Des structures internes érosives et la mise en place complexe de ces dépôts en sont responsables.

Les couleurs

À l'oeil nu, les blocs d'hématites normands offrent une couleur brun rouge à brun violacé plutôt sombre, qui se retrouve aussi bien sur la matrice ferrugineuse que sur les ooïdes. Les blocs d'hématite oolithique belges sont globalement de teinte plus claire, surtout ceux porteurs d'une matrice carbonatée et/ou renfermant des bioclastes calcitiques blancs ou partiellement hématitisés.

À la loupe binoculaire, on l'a déjà évoqué, la matrice de ces derniers offre souvent une teinte ocre rouge, rose ou blanchâtre caractéristique (Fig. 2:3-5 ; Fig. 5:2), tandis que les ooïdes présentent dans bon nombre de cas un aspect lisse et un éclat métallique (Fig. 2:4, Fig. 2:8 ; Fig. 5:2 ;

Fig. 6:1). Des tests de broyage confirment des différences importantes. La couleur du matériau dépend de la composition minéralogique initiale du matériau frais, mais est considérablement modifiée en fonction du degré d'altération atmosphérique, tant pour les échantillons géologiques qu'archéologiques. Une comparaison a pu être faite entre les échantillons frais provenant du carreau de mines et des échantillons récoltés à l'affleurement. Si les échantillons de teinte rouge sont riches en hématite, les échantillons de teinte orange à ocre-jaune sont dominés par la goethite. La couleur de la poudre obtenue par abrasion dépendra avant tout de l'état de fraîcheur du matériau. L'observation des échantillons archéologiques normands montre que ceux-ci présentent un degré d'altération compatible avec une récolte de surface. Il n'y a pas d'échantillons frais susceptibles d'avoir été extraits de mines profondes. Tous les échantillons ont été prélevés au-dessus de la zone de battement de nappe. On ne peut exclure les ramassages de pied de paroi. Le degré de cohésion de ces minerais altérés est peu compatible avec une récolte d'OIS dans des terrasses ou lits de rivière.

CONCLUSION

Ce travail montre que la forme des ooïdes reste le critère principal d'identification des oolithes. Le classement ou la taille des ooïdes ne peut que servir d'argument complémentaire.

Cette expérimentation montre donc certaines limites à la seule observation macroscopique. Un échantillon pris isolément risque d'être difficile à identifier, surtout s'il n'offre pas de surface brute non abrasée. Toutefois, les sites archéologiques offrent souvent des séries d'objets dont le nombre pallie ce problème. L'observation macroscopique est alors indispensable pour une première approche et un outil nécessaire à la définition d'une stratégie d'analyses destructives.

Bibliographie

DREESEN R., GOEMAERE É. & SAVARY X., 2016. Definition, classification and microfacies characteristics of oolitic ironstones, used in the manufacturing of red ochre - a comparative petrographical analysis of Palaeozoic samples from France, Belgium and Germany. *In* : C. BILLARD *et al.* (éd.), *Autour de l'hématite / About haematite. Actes de / Acts of Jambes, 7-8/02/2013, Volume 1*, Liège, ERAUL, **143** – A*nthropologica et Præhistorica*, **125/2014** : 203-223.

GOEMAERE E., KATSCH A., ESCHGHI I. & DREESEN R., 2016a. Geological record and depositional setting of Palaeozoic oolitic ironstones in Western Europa. *In* : C. BILLARD *et al.* (éd.), *Autour de l'hématite / About haematite. Actes de / Acts of Jambes, 7-8/02/2013, Volume 1*, Liège, ERAUL, **143** – *Anthropologica et Præhistorica*, **125/2014** : 23-43.

GOEMAERE É., SALOMON H., BILLARD C., QUERRÉ G., MATHIS F., GOLITKO M., DUBRULLE-BRUNAUD C., SAVARY X. & DREESEN R., 2016b. Les hématites oolithiques du Néolithique ancien et du Mésolithique de Basse-Normandie (France). Caractérisation physico-chimique et recherche des provenances. *In* : C. BILLARD *et al.* (éd.), *Autour de l'hématite / About haematite. Actes de / Acts of Jambes, 7-8/02/2013, Volume 1*, Liège, ERAUL, **143** - *Anthropologica et Præhistorica,* **125/2014** : 89-119.

GOEMAERE É., SALOMON H., QUERRÉ G., MATHIS F., DREESEN D., HAMON C., CONSTANTIN C., BOSQUET D., WIJNEN J. & JADIN I., 2016c. Caractérisation physico-chimique et recherche des provenances des hématites oolithiques des sites du Néolithique ancien de Hesbaye (Province de Liège, Belgique) et des sites néolithiques des sources de la Dendre (province du Hainaut, Belgique). *In* : C. BILLARD *et al.* (éd.), *Autour de l'hématite / About haematite. Actes de / Acts of Jambes, 7-8/02/2013, Volume 1*, Liège, ERAUL, **143** - *Anthropologica et Præhistorica,* **125/2014** : 153-191.

JOSEPH P., 1982. *Le minerai de fer oolithique ordovicien du Massif armoricain : sédimentologie et paléogéographie*. Thèse présentée à l'École Nationale Supérieure des Mines de Paris : 352 p.

Adresse des auteurs :

Cyrille BILLARD
DRAC Normandie
Service régional de l'archéologie
13bis, rue Saint-Ouen
14052 Caen cedex 04 (France)
cyrille.billard@culture.gouv.fr

Dominique BOSQUET
Service de l'Archéologie
en province de Brabant wallon
88, rue de Nivelles
1300 Wavre (Belgique)
dominique.bosquet@spw.wallonie.be

Éric GOEMAERE
Roland DREESEN
Institut royal des Sciences
naturelles de Belgique
DO Terre et Histoire de la Vie
Service géologique de Belgique
13, rue Jenner
1000 Bruxelles (Belgique)
eric.goemaere@naturalsciences.be
roland.dreesen@telenet.be

Lionel DUPRET
Département de géologie
de l'université de Caen
Esplanade de la Paix
14000 Caen (France)
lionel.dupret@unicaen.fr

Caroline HAMON
Chargée de recherche CNRS
UMR 8215 Trajectoires
Maison de l'archéologie et de l'ethnologie
21, allée de l'Université
92023 Nanterre cedex (France)
caroline.hamon@mae.cnrs.fr

Ivan JADIN
Institut royal des Sciences
naturelles de Belgique
DO Terre et Histoire de la vie
Anthropologie & Préhistoire
29, rue Vautier
1000 Bruxelles (Belgique)
ivan.jadin@naturalsciences.be

Guirec QUERRÉ
Archéosciences Rennes
UMR 6566 CNRS CreAAH
Campus de Beaulieu
35042 Rennes Cédex (France)
guirec.querre@univ-rennes1.fr

Xavier SAVARY
Service d'archéologie
du département du Calvados
36, rue Fred Scamaroni
14000 Caen (France)
xavier.savary@calvados.fr

Anthropologica et Præhistorica, 125/2014 (2016) : 203-223

Definition, classification and microfacies characteristics of oolitic ironstones used in the manufacturing of red ochre
A comparative petrographical analysis of Palaeozoic samples from France, Belgium and Germany

Roland DREESEN, Xavier SAVARY & Éric GOEMAERE

Abstract

A brief overview is given of the classification schemes and current terminology of Phanerozoic sedimentary iron deposits, particularly that of ironstones. Representative geological samples of oolitic ironstones (OIS) possibly used as raw materials for prehistoric red ochres have been petrographically investigated. Microfacies differences have been observed between Llanvirn OIS from Normandy (France), Famennian OIS from Belgium and Emsian-Eifelian OIS from the Eifel area (Germany). Petrographical differentiation is based upon contrasting grain size, mineralogy and typology of the ferruginous ooids, as well as differences in mineralogy, diagenetic history and lithologic nature of the host sediments or of the cement. Most conspicuous are the differences in ferruginous ooid typology, including "true" concentric ooids, superficial ooids, algal oncoids and pseudo-ooids (such as ferruginized cortoids and rounded bioclasts). "Flaxseed ore" facies and "fossil ore" facies can be identified, as well as transitional or mixed types. A selection of representative archeological objects (OIS) has been petrographically investigated as well: the first results point to a rather local provenance for the samples of Normandy and Hesbaye (Belgium).

Keywords: Oolitic ironstone, petrography, ooids, Prehistory, fossil ore, flaxseed ore, Belgium, France, Germany.

Résumé

Un bref résumé de la classification et de la terminologie moderne des dépôts de fer phanérozoïque est présenté et plus spécialement celle des minerais de fer. Des échantillons géologiques représentatifs des minerais de fer oolithiques (OIS), susceptibles d'avoir été utilisés comme matière première pour la fabrication d'ocre rouge durant la préhistoire, ont fait l'objet d'une étude pétrographique. Des différences de microfaciès ont été mises en évidence entre les OIS d'âge Llanvirnien de Normandie (France), les OIS du Famennien de Belgique et les OIS d'âge Emsien-Eifelien de l'Eifel (Allemagne). La différenciation pétrographique se base sur les contrastes de tailles de grains, l'assemblage minéralogique et la typologie des ooïdes ferrifères ainsi que des différences de minéralogie, d'histoire diagénétique et de nature lithologique du sédiment hôte ou du ciment. Les différences les plus visibles se trouvent dans la typologie des ooïdes ferrugineux tels que les ooïdes « vraies » à structure concentrique, les ooïdes superficielles, les oncoïdes d'origine algaire et les pseudo-ooïdes (cortoïdes et les bioclastes roulés ferruginisés). Deux faciès peuvent être identifiés : "Flaxseed ore" (minerai dont les ooïdes sont en forme de graines de lin) et "fossil ore" (minerai riche en fragments de fossiles), ainsi que des faciès mixtes ou intermédiaires. Une sélection d'artéfacts représentatifs (OIS) a été investiguée pétrographiquement dont les premiers résultats démontrent une provenance locale pour le matériel archéologique de Normandie et de Hesbaye.

***Mots-clés** : Minerai de fer oolithique, pétrographie, ooides, Préhistoire, minerai fossilifère, minerai de type « graine de lin », Belgique, France, Allemagne.*

1 INTRODUCTION – IRON FORMATIONS AND IRONSTONES

Iron occurs worldwide in most sedimentary rocks at a concentration of a few percent, but less commonly it is concentrated and forms so-called *ironstones* or *iron-formations*, with an iron content exceeding 15 %. In general, the behavior of iron and the precipitation of iron-rich minerals (oxides, carbonates, silicates and sulfides) are strongly controlled by the ambient chemistry and by diagenetic environments. Iron formation is the sedimentary product of a complex interplay

among mantle, tectonic, oceanic and biospheric processes. Although many aspects of their origin still remain unresolved, it is widely accepted that secular changes in the style of their deposition are linked to the environmental and geochemical evolution of the earth (Bekker *et al.*, 2010). The majority of these sedimentary iron deposits were formed under shallow marine conditions and many of the Phanerozic examples contain marine fossils. However, there are important differences between sedimentary iron deposits that formed in the Precambrian and those of the Phanerozoic. The first group, well known as *iron-formations* or *banded iron formations (BIF's)* consists of thick units of thinly bedded or finely laminated chemical/biochemical sediments. They are composed of various iron-bearing minerals (mostly hematite or magnetite) interbedded with chert (jasper), deposited in large intra-cratonic Proterozoic (Precambrian) sedimentary basins. Geochronological studies emphasize the episodic nature of the deposition of the latter giant iron formations, as they are coeval with, and genetically linked to, time periods when large igneous provinces were emplaced (Bekker *et al.*, 2010). The second group, the post-Precambrian granular iron formations (GIF's) or Phanerozic ironstones are rather thin units, often lenticular and commonly displaying an oolitic aspect. They were deposited in localized areas of shallow-marine shelf settings: these are the *oolitic ironstones (OIS)*. The latter were already mined as an iron ore in Roman times and were a key resource in the industrial revolution of Western Europe (Tucker, 2001; Young, 1993; Evans, 1980).

A puzzling factor for the interpretation of many OIS is that there are no good modern analogues for comparison. Important aspects that are still matters of speculation are the exact sources of iron, the means of transport and the exact formation mechanisms of the OIS (Young & Taylor, 1989).

Finely ground OIS were used as a source of deep red pigments (called red ochre) in prehistoric times. Red ochre has been widely used for ceremonial, mortuary and other purposes, at least since Middle Paleolithic times and particularly during the Linear Pottery Culture (Linearbandkeramik - LBK) (Hamon, 2011; Jadin, 2003).

In this paper we will focus on the microfacies (microscopical) characteristics of the Paleozoic OIS that have been used for the manufacturing of red ochre (Billard *et al.*, 2012). Furthermore, a petrographical comparative analysis has been carried out on representative samples of OIS from the Llanvirn (Middle Ordovician) of the Basse Normandie (France), the Famennian (latest Upper Devonian) of the Ardennes (Belgium) and the latest Emsian of the Eifel area (Germany). More details regarding these particular stratigraphic levels and their geological setting are given in Goemaere *et al.* (2016: this volume).

2 PHANEROZOIC SEDIMENTARY IRON ORES – CLASSIFICATION AND TERMINOLOGY

Phanerozic sedimentary iron ores are widespread and all classes of deposits have been exploited from the Iron Age to the present. In order of increasing economic importance, the main classes are bog iron ores, clay ironstones and oolitic ironstones (OIS), including minette-type ores and Clinton-type ores. Only the last two have been industrially mined. Oolitic ironstones were exploited from approximately 500 deposits worldwide, with declining world importance because of the competition from the huge reserves of Precambrian banded-iron formations (BIF's).

Bog iron ore (*limonite des marais*; *Sumpferze* or *Wiesenerze*; *moerasijzererts*) consists of hydrated iron oxide minerals such as limonite and goethite, all formed by precipitation of iron-rich groundwater flowing into wetlands. The iron content varies from 50 to 30 % or less. Bacterial activity especially contributes to formation of the ore. Bog iron ore is often associated with peat deposits. Economically useful deposits can regrow within 20 years after harvesting. Bog iron was widely used as a source of iron in the past. This iron ore was discovered during the pre-Roman Iron Age and most Viking-era iron was melted from this ore. Bog iron ore has a brown to black color, often a sponge-like texture and a metallic luster (Denayer *et al.*, 2011). Bog iron ore has also commonly been used as a building stone, e.g. in the Low Countries (Belgium and The Netherlands) and the UK.

Clay-ironstone (*carbonate de fer du Houiller*; *Toneisenstein - Kohleneisenstein*; *sideriet-knollen*) is a mixture of clay and siderite (iron carbonate) or sphaerosiderite (globular micro-

concretions of siderite) that sometimes occur as sheets or layers of dark-grey to brown, fine-grained nodules, both overlying or underlying coal seams. It is an impure carbonate of iron, containing generally from 30 to 35 % of metallic iron mixed with varying proportions of clay, oxide of manganese and lime. When coal is present the variety thus formed has a black colour and is therefore called "blackband". The enclosing sediments clearly show that they were deposited in environments intermediate between delta top alluvial floodplains and coastal plain swamps. The blackbands are therefore considered as fossil bog iron ores, formed in a similar way as recent bog iron ores (Boardman, 1989). They were discovered in the earliest 19th century in Scotland and used as an iron ore since 1930 in the UK and in Germany.

"Oolitic ironstones" *(OIS)* (*oolithes ferrugineuses*; *Eisen Rogensteine - Roteisenoolithe*; *oolietisch ijzererts*) occur as thin, often lenticular beds interlayered within shallow-marine and transitional (intertidal) carbonates, mudrocks or shales, and sandstones. The ore units generally show thicknesses a few tens of decimeters to a few tens of meters at the most, but display lateral extensions up to 150 km. Furthermore, OIS are frequently associated with rich fossiliferous and condensed deposits. OIS generally display an oolitic texture: they are composed of small ferruginous spherical or concretionary grains formed by thin concentric layers, called ooids (or ooliths, see further). Sedimentary structures such as cross-bedding, ripple marks and small scour and fill channels are abundant, testifying to the deposition in high-energy environments. The ooids themselves are formed during sea level lowstands or in condensed sections (Teyssen, 1989). Maynard and Van Houten (1992) suggested that OIS were deposited during still-stand following the peak of regression and prior to the peak of transgression. Some sedimentological features indicate storm-generated characteristics pointing to storm beds or tempestites (Dreesen, 1982; 1989; Cotter & Link, 1993). The exact origin of the ferruginous ooids and the provenance of the iron, however, remain still debatable (Young & Taylor, 1989). Different models or mechanisms have been proposed: primary abiogenic precipitation of iron minerals versus replacement of calcareous ooids or even microbially triggered deposits; land-derived origin of the iron (e.g. diagenetic alteration of lateritic soils) versus weathering of volcanic ashfalls or hydrothermal enrichment of sea water (Kearsley, 1989; Kimberley, 1979; Dahanayake & Krumbein, 1986; Préat *et al.*, 2000; Siehl & Thein, 1989; Van Houten & Bhattacharyya, 1982; Dreesen, 1989; Sturesson, 1992; Sturesson *et al.*, 2000; Laenen *et al.*, 2002).

Based on their general mineralogy, two classes of oolitic ironstones are distinguished: "Minette-type OIS"and "Clinton-type OIS" (Evans, 1993).

"Minette-type" *OIS* are the most common and most widespread OIS worldwide. They have an iron content of about 30-35 % by weight. These ironstones are found in shallow marine to intertidal carbonaceous shale, mudstone, marl, and limestone sequences. The dominant iron-bearing minerals are iron (3+) oxide-hydroxides (limonite), siderite and chamosite, with lesser amounts of other minerals (magnetite, hematite, greenalite and pyrite). Typically, the iron ores comprise ooids of alternating chamosite and limonite that have nucleated around detrital grains or fossil fragments. Minette-type OIS of Jurassic age have been mined as an iron ore in Europe during the nineteenth and twentieth centuries. Good examples include the East Midlands (Cleveland) ironstones (UK), the Minette-ores of Lorraine and Luxemburg and the Salzgitter ores of Saxony (Germany). Most Minette-type OIS appear to have originated through erosion and re-deposition of soil-derived ooids (lateritic soils) within shallow-marine to deltaic settings (Siehl & Thein, 1989). However, geochemical evidence (rare earth elements) rather suggests that synsedimentary volcanism was the probable source of the iron in minette-type Aalenian-Bajocian OIS from the Iberian Basin in Spain (Garcia-Frank *et al.*, 2012). Also, the absence of contemporaneous soil deposits and the lack of evidence of subaerial exposure in an arid paleoclimatic setting, rule out weathering processes as the main source of iron.

"Clinton-type OIS": this class of OIS is named after the Silurian Clinton Formation of the eastern United States of America (Cotter & Link, 1993): here, oolitic ironstones occur together with argillaceous and carbonaceous shales, limestones and dolostones, within shallow marine environments. They form deep-red to purple, massive

to lenticular beds of hematitic-chamosite-siderite rock. The iron content is about 40-50 %. *Hematite*, chamosite and siderite are the main iron-bearing minerals and they are associated with calcite and silica. Hematitic OIS are also known as "oligiste oolithique" (FR) or "Roteisenerz" and "Rötel" (DE). They are common in rocks of Cambrian to Devonian age in eastern North America, Western Europe and Northern Africa. Classical Clinton-type OIS deposits include the Ordovician Wabana Formation of Newfoundland (Canada) and the Silurian Clinton Group of the central and southern Appalachians (USA). West-European examples are known from the Ordovician of Normandy and Bretagne (France), the Upper Devonian of the Ardennes (Belgium) and the Lower Devonian of the Eifel area (Germany). An extensive North African Paleozoic oolitic ironstone belt (over 3000 km long) can be followed from Mauritania, through Morocco, Algeria and Lybia: the belt encloses several OIS deposits within Silurian to Devonian formations containing over 10000 million tons of ironstone reserves (Guerrak, 1989).

According to the shape and the nature of the ferruginous components, Clinton-type OIS can be further subdivided into so-called "flaxseed ores" and "fossil ores". The former are OIS composed of concentrations of disk-shaped ooids that have been partially flattened parallel to the bedding plane. The shape of the flattened ooids resembles that of a flaxseed (*graine de lin*; *Leinsamen*; *lijnzaad*). Fossil ores are predominantly composed of skeletal fragments (bioclasts or fossil debris) that are either replaced by, or impregnated and coated with, iron-bearing minerals.

3 MICROFACIES CHARACTERISTICS OF CLINTON-TYPE OIS

The type deposits for Clinton-type OIS, the mid-Silurian Clinton-ores, consist largely of skeletal grainstone storm beds whose components (mainly skeletal fragments) are extensively impregnated and replaced by ferric oxides (Alling, 1947; Moorehouse, 1959; Cotter & Link, 1993). Other forms of iron mineralisation consist of ferruginized ooids and superficial ooids. Alling (1947) favoured the idea of a "diagenetic replacement": in his opinion, the "fossil" ores were the result of the partial replacement of the carbonate of the fossils and of the subsequent carbonate oolitic coatings. Because of the strong analogy of Clinton-type OIS with limestones, the classification of carbonates (e.g. Dunham, 1962) and the principles of carbonate microfacies analysis (e.g. Flügel, 1982) can be applied to the microfacies description of OIS, as previously suggested by T. Young (1993).

Microfacies is regarded as the total of all sedimentological and paleontological characteristics that can be described and classified from thin sections and other sample preparation types (e.g. acetate peels, polished slabs) or rock samples. During the past decades, microfacies analysis has become an established part of the study of carbonate rocks. Moreover, applied microfacies has become increasingly important in economic geology, including the study of oil and gas reservoirs, and that of raw materials, such as natural stones and sedimentary iron ores. Petrographical analysis by means of thin sections (*lames minces*, *Dünnschliffe*, *slijpplaatje*s [NL]) has become an important tool for tracing the provenance of historical building stones and archeological materials. In this paper we have applied microfacies analysis in order to differentiate between the microscopical textures of macroscopically analogous OIS deposits and to support evidence from more sophisticated geochemical investigation tools (such as XRF, HH-XRF and LA-ICPMS, see other papers in this book).

In OIS several components (grain types) can be identified, next to a fine-crystalline groundmass (the matrix), coarse-crystalline binding agents (the cement) and empty pore spaces (the porosity). Matrix (a detrital matrix of clay, mud or lime mud with a grain size generally <63 microns) will be present depending on the energy of the depositional environment. In high-energy environments the mud fraction will be winnowed away and a "clean" or lean sand-sized sediment will remain. Cements (e.g. calcite, dolomite, silica, iron-oxides, iron-silicates) are chemically precipitated in crystalline form from intergranular solutions and will fill up the original pore spaces.

3.1 Grain types in OIS

The following grain types can be easily identified in thin section (see Fig. 1) or with the hand lens (see also pictures in the paper by Billard *et al.*, 2016: this volume): non-skeletal grains

and skeletal grains. Skeletal grains obviously are fragments of fossils (bioclasts) that were originally composed of calcite, magnesian calcite, aragonite or opaline silica. Non-skeletal components are defined as grains that do not appear to have been deposited as skeletal material: they include detrital grains (e.g. sand grains), coated grains, lithoclasts and intraclasts.

Detrital grains

Detrital grains in OIS are mostly composed of silt- (<63 microns) and sand-sized grains (<2 mm) that survived weathering and were transported to the depositional site as clasts. Their mineralogy generally corresponds to that of the enclosing or enveloping sediments (mudstones, siltstones, sandstones or limestones). They generally consist of angular to rounded grains of quartz and other common silicate minerals (e.g. feldspars, micas) or small rock (lithic) fragments.

"Lithoclasts" (or "extraclasts") (*lithoclasts*; *Lithoklasten*; *lithoklasten*)

These are irregular and somewhat larger fragments of rock that have been eroded and transported outside of the primary sedimentary basin to be deposited in another paleo-environment. The clast boundary cuts across cement and particles, reflecting its well-indurated nature. Lithoclasts are indicative of high-energy processes that rip-up, abrade and transport pieces of previously indurated rocks, such as fragments of limestone, mudstone, siltstone and sandstone. In our material, lithoclasts of ferruginized sandstone have been frequently observed, e.g. in the Lower-Middle Devonian OIS from the Eifel area.

Intraclasts (*intraclastes*; *Intraklaste*; *intraklasten*)

These grains consist of slightly indurated irregular fragments of the same rock type that were eroded and transported within the same sedimentary basin. Examples include carbonate mud lumps that are torn up from the bottom of lagoons during storms, hardened desiccated carbonate mud flakes produced in intertidal and supratidal environments and fragments broken from cemented crusts. Intraclasts also include aggregates of coated grains, including so-called grapestones or botryoidal grains. In our studied material, ferruginized intraclasts are quite common: they often comprise aggregates of ferruginized coated grains, e.g. in the Famennian OIS of the Ardennes (Belgium).

Coated grains (*grains revêtus*; *Rindenkörner*; *gelaagde korrels*)

Coated grains have a more or less well-defined nucleus, surrounded by a coating or by multiple coatings of carbonates, usually fairly fine-grained calcite, called the cortex. In many coated grains, this cortex is at least partially laminated. Since coated grains of similar appearance can form in different environments, a simple descriptive classification will be used here, following the usage of Tucker & Wright (1990). Coated grains include ooids, pisoids and oncoids. In OIS the coatings of the ferruginous coated grains, consist of iron minerals (replacement or primary precipitations) including berthierine (serptentine group member, formula: $[(Fe^{2+},Fe^{3+},Al,Mg)_{2-3}(Si,Al)_2O_5(OH)_4]$, chamosite [member of the chlorite group of general formula: $(Fe^{2+},Mg,Fe^{3+})_5Al(Si_3Al)O_{10}(OH,O)_8$], goethite [FeO(OH)] or hematite (γ-Fe_2O_3).

Ooids (*oolithes*; *Oolithe*; *oolieten* or *ooïden*) and pisoids (*pisolithes*; *Pisolithe*; *pisolieten* or *pisoïden*) are spherical to ellipsoidal, coated grains with a nucleus surrounded by a cortex of which at least the outer part is smoothly and concentrically laminated. Both terms are commonly used in the literature, although "ooid" is used for the particle and "oolith" for the rock composed of ooids. A rock composed of ooids has also an oolitic texture. Ooids are <2 mm in diameter, pisoids are >2 mm. They originate in shallow agitated waters with high saturation in calcite. The Great Bahama bank platform (Florida, USA) is a good modern analogue for Palaeozic or Mesozoic depositional settings of calcareous ooids. Oncoids (*oncolithes*; *Oncolithe*; *"oncoïden"* or *oncolieten*) are coated grains in which the calcareous cortex is less smoothly laminated, with irregular laminae that are overlapping and that are often not entirely concentric. Oncoids are mostly very irregular in shape. They may have a poorly defined nucleus and may contain biogenic structures. Oncoids are larger than ooids (>2 mm). Micro-oncoids are defined as oncoids with a grain size < 2mm that can easily be mistaken for ooids. The latter however lack biogenic microstructures (e.g. encrusting algae or foraminifera).

Ooids display a variety of cortical structures and mineralogies, depending on their geological age, mode of formation and diagenetic history. Radial ooids and tangential ooids are distin-

guished on the base of their fabric or microstructure. However, the latter microstructure is often altered into fine-grained micritic calcite, most probably due to microbial activity (micritisation). Ooids with only one or two concentric layers are known as "superficial ooids". The nuclei generally consist of detrital grains (e.g. quartz grains in the sand fraction), limestone clasts or bioclasts. The nucleus of "multiple ooids" or "composite ooids" consists of several ooids. Furthermore, larger aggregates combining several ooids and/or multiple ooids, form complex coated grains, called "grapestones", "lumps" or "botryoidal grains". The term "Bahamite" has also been employed for designating the latter grain aggregates referring to their current area of formation, the Great Bahama Bank platform (Florida, USA).

Ferruginous ooids or ferruginized ooids are the real hallmark of OIS and different ooid types do occur: normal, superficial and composite ooids. Ooid typology helps to differentiate the different OIS (see further). Furthermore, due to burial and/or compression, some ooids tend to be somewhat squeezed parallel to the bedding plane, resulting in flattened ooids. In the case of OIS such flattened ferruginous or ferruginized ooids are commonly called "flaxseed iron ore".

"Pisoids" are smoothly laminated grains that are larger than 2 mm in diameter. They are much less common than ooids and form in specialized environments, such as lagoons, lakes, rivers and caves (the latter are also called "cave pearls"). In contrast with micro-oncoids they do not show good evidence for a biogenic origin (see further).

For the correct interpretation of any coated grain, it is essential to note the associated features in the host sediment, for ooids and pisoids themselves are not diagnostic or even characteristic of any particular environment.

Another particular class of ooids is that of the so-called *pseudo-ooids*: these are grains that strongly resemble ooids but lack the characteristic laminae. They include well-rounded skeletal grains (rounded bioclasts) and so-called cortoids. "Cortoids" belong to a specific category of bioclasts, ooids or lithoclasts, whose periphery shows a circumgranular, non-laminated micritic rim or a "micrite envelope" (mostly appearing as a dark rim in thin section). The latter envelope originates through micritisation (due to the effects of boring organisms and bacteria), a process whereby the margins of the carbonate grain (often a fossil fragment) or the total volume of the grain, are replaced by crypto- to microcrystalline carbonate (micrite). Ferruginized cortoids frequently occur in our studied material, *e.g.* in the Devonian OIS of Belgium and Germany.

"Oncoids" ("oncoliths") are mm- to cm-sized, rounded or irregularly formed grains consisting of a layered cortex and a bioclastic or lithoclastic nucleus. The layers originate from encrusting sessile organisms (predominantly cal-

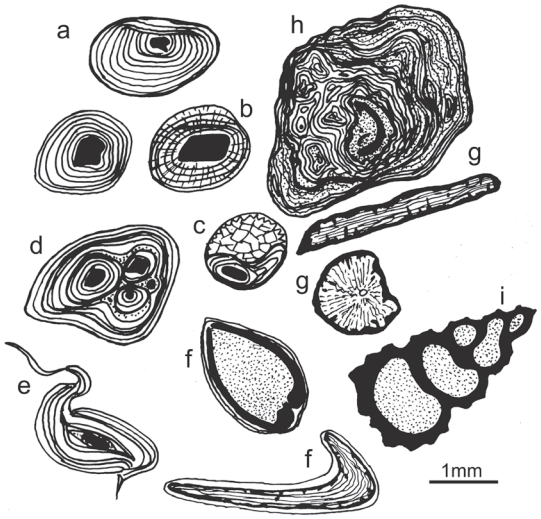


Fig. 1 – Typology of common skeletal and coated grains encountered in the OIS. All these grains can either be replaced by or impregnated and coated with iron minerals, producing ferruginous allochems. Ink drawings based on thin section micrographs (R. Dreesen). Legend: a : tangential ooid, b : radial ooid, c : collapsed ooid, d : composite (multiple) ooid, e : spastolith (deformed ooid), f : superficial ooid, g: cortoid (with micritic envelope), h: oncoid; i: bioclast (skeletal grain).

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

cimicrobes and algae, but also other encrusting organisms such as foraminifera). Oncoids are common both in marine and non-marine environments. The organisms already mentioned above enhance and initiate the precipitation of calcite (in the case of limestones), act as encrusters and binders, trap fine-grained sediment or trigger synsedimentary lithification. Large ferruginized oncoids have been encountered in the Devonian OIS of both Belgium and the Eifel area.

"Skeletal grains" or *bioclasts* are fragments derived from microfossil shells or invertebrate skeletons (bioclasts or fossil debris). Calcitic-aragonitic bioclasts include skeletal fragments of calcareous algae, red algae, foraminifera, corals, stromatoporoids, calcareous sponges, echinoderms, brachiopods, bryozoans, trilobites, ostracodes... Skeletal grains of biogenic opaline silica (nominally $SiO_2.nH_2O$) mostly include sponge spicules and radiolarians. These bioclasts often tend to be abraded and rounded before being impregnated or coated with ferrous or ferric iron minerals. The high frequency of ferruginized bioclasts in several of our studied Famennian and Emsian OIS, allows us to identify "fossil ore" facies (see further).

"Particle deformation": coated grains, especially ooids, can be modified due to post-depositional collapse or deformation. Collapsed ooids underwent partial dissolution and internal collapse of the remaining undissolved material to the bottom of the mold. Furthermore, due to strong mechanical compaction, tectonic compression or shearing, ooids can be deformed showing distorted shapes and elephantine features, producing so-called "spastoliths", commonly with some separation of cortical layers from their nuclei. This kind of deformation clearly points to the softness of the original particles or the original composing minerals (e.g. chamosite). The latter deformed ooid-type has been encountered in our studied material, e.g. in the Ordovician OIS of Normandy and the Famennian OIS of Belgium.

3.2 Iron minerals in the OIS

"Hematite" is the most common iron mineral in Paleozoic OIS. In the latter it is mostly present as coated grains and as impregnations or replacement of fossils. Later diagenetic migration and replacement of the calcareous host sediment and of calcite cements by hematite is quite common. Although the hematite itself may be of primary origin (i.e. precipitated via a precursor such as an amorphous hydrated ferric oxide), there is often evidence that the oxide has formed by replacement of berthierine (Tucker, 2001). However, berthierine grains are often reworked into a more oxidizing environment where hematite is stable. In thin section hematite is opaque (deep brown to black) and cryptocrystalline. In reflected light, hematite can be recognized by its red color.

"Goethite" is a major constituent of OIS, especially of Mesozoic OIS such as the minette-type iron ores. Sometimes goethite appears to be a recent weathering product that resulted from the oxidation and hydration of other iron minerals. However, goethite appears also to be of primary or at least syn-sedimentary origin (Tucker, 2001). Goethite often forms perfectly spherical ooids, commonly consisting of alternating goethite and berthierine layers or cortices. The goethite could have formed through sea-floor oxidation of berthierine. In thin section, goethite is yellow to reddish brown in color and generally appears isotropic.

The most important green iron-rich silicate minerals in Phanerozoic OIS are *berthierine* and *chamosite*. In thin section it is quite difficult or even impossible to differentiate between them. A distinction is possible with the help of XRD-analysis. In thin section, berthierine and chamosite are both green in color and show a low birefringence. Berthierine is an iron-rich, layered silicate of the serpentine group, whereas chamosite is an iron-rich chlorite. Berthierine is the early diagenetic mineral, which will be soon transformed (by increasing temperature due to increasing overburden pressure) into chamosite. Most Jurassic minette-type OIS therefore contain berthierine, whereas the Paleozoic Clinton-type OIS contain chamosite. Berthierine and/or chamosite typically occur as ooids in Phanerozoic ironstones, within a cement of siderite or calcite. In many cases there are no nuclei to the ooids or they have formed around berthierine flakes or broken ooids. There is overwhelming evidence that they were soft at the time of compaction, because they are often flattened or distorted, displaying strange elephantine, trunk-to-tail textures (so-called spastoliths; Tucker, 2001).

"Magnetite" (Fe_3O_4) is only a minor component of Phanerozoic OIS. It generally occurs as small replacement crystals or granules within the OIS. It is distinguished from hematite by its steel-grey color in reflected light. Its very high magnetic susceptibility value is used to identify its presence, even at low concentrations.

"Siderite" ($FeCO_3$) is the cement of many Phanerozic berthierine/chamosite-rich OIS but it can also replace coated grains (ooids) and skeletal grains. In thin section siderite occurs as coarse crystals similar to other carbonates, in terms of high birefringence and rhomboedral cleavage. Siderite can be recognized by a yellowish brown oxidation zone along the crystal boundaries and by its rhombic cleavage planes. Ankerite and ferroan dolomite may be associated, but they are quite difficult to distinguish from siderite in thin section.

Iron sulphides, particularly *pyrite* (FeS_2), are common constituents of many iron-rich deposits including OIS. Pyrite is distinguished from other opaque iron minerals by its bright yellowish color in reflected light. It is present as disseminated grains and crystals and it often replaces skeletal fragments. Small grapelike aggregates of spherical micro-concretions of pyrite are known as framboids: these have been precipitated by sulphate-reducing bacteria, and are often associated with decaying organic matter.

OIS contain weathering-sensitive minerals like berthierine, chamosite, pyrite, and to a lesser extent, calcite, iron-rich dolomite and siderite (the latter being sensitive to dissolution). Fe^{2+} is oxidized into Fe^{3+} and will be precipitated with neo-formation of goethite or other iron mixtures (oxi-hydroxides) in outcrop. After heating, oxi-hydroxides can be transformed into a red hematite. This transformation can mask the primary sedimentary features.

3.3 Sedimentary structures

Sometimes the original depositional texture or stratification of OIS is disturbed by traces of burrowing organisms, called *bioturbations*. Common bioturbators are annelids and other infaunal or epifaunal organisms. These disturbances or bioturbations can be recognized in thin section by displaced sediment grains, abnormal alignments or completely disordered particles.

"Erosional unconformities" are interruptions or breaks in the sedimentation. They represent surfaces that separate older, eroded rocks from younger, overlying sediments. These unconformities may be related to transgression, carbonate dissolution, storm activity and clastic influx on carbonate shelves.

"Hardgrounds" are a particular type of bedding plane. They represent horizons of synsedimentary cementation that took place at or just below the sediment surface. A hardground is often encrusted by sessile organisms, pierced by boring organisms and often cuts across fossils and sedimentary structures. Hardground surfaces may become mineralized and impregnated with iron (hydr)oxides and other minerals (e.g. phosphates). Erosional unconformities and ferruginized hardgrounds have been frequently observed in Famennian OIS of Belgium (e.g. microstromatolitic hardgrounds. Hardgrounds mostly point to non-deposition events and condensed deposits, as proven by paleontological condensation within the Famennian OIS (Dreesen, 1989).

3.4 Petrographical nomenclature applied to OIS

A consistent classification and a correct concise naming of rocks are essential for effective communication. For the petrographical description of OIS we are applying the terminology used in the carbonate rocks classification, as previously proposed by T. Young (1989). Amongst the many classifications that have been introduced for carbonate rocks and sediments, only two - the Folk (1959/1962) and Dunham (1962) "textural classifications of limestone" - have successfully met the test of time. Embry & Klovan (1971) introduced some additional classes for describing reef, mud mound and other biogenic carbonates, whereas the Wright (1992) classification provided a balance in terminology between primary (sedimentologic-biologic) and secondary (diagenetic) features (Scholle & Ulmer-Scholle, 2003).

Sediment or sedimentary rock *texture* refers to the shape, size and three-dimensional arrangement of the particles that make up sediment or a sedimentary rock. Textures are primary, where the grains possess their arrangement that existed after they have been deposited (or after precipitation in the case of crystals). How-

ever, textures in sedimentary rocks are commonly secondary, because they have been altered by diagenesis or lithification in some way from their original condition. The most common diagenetic effect is that of compaction, where the weight of overlying sediments causes the components or grains to rearrange themselves, or even become deformed, fractured or dissolved. A fundamental approach in sedimentary petrography is the recognition of grain-supported versus matrix-supported textures. Grain-supported (*texture jointive*) is a term used to describe the texture in which large particles, such as clasts or coated grains within a matrix, are largely touching. Where grains are contained (or floating) in finer-grained matrix and are largely not in contact, the texture is described as matrix-supported (*texture empâtée*).

The following petrographical rock classes can be recognized on cut or polished surfaces (with a handlens) or in thin section. For OIS the suffix "ironstone" has been added to describe the appropriate rock types. It is essentially based on Dunham's limestone textural classification (see Tab. 1). In the petrographical terminology of OIS, the component (or allochem) mineralogy can be given before the component type and the groundmass mineralogy before the textural term (Young, 1989). Example: a matrix-supported ironstone with 15 % goethitic ooids in a berthierine-rich matrix should be named a "goethite ooidal berthierine wacke-ironstone".

4 MACROSCOPICAL AND MICROSCOPICAL CHARACTERISTICS OF PALEOZOIC OIS

Representative samples of Paleozoic OIS from the Llanvirn of Normandy (France), the Famennian of the Ardennes (Belgium) and the Emsian-Eifelian transitional beds of the Eifel area (Germany), that are suspected of having being used as raw material for archeological artefacts and red ochre manufacturing, have been petrographically studied in thin section. The preliminary results of this first comparative analysis of geological samples are listed in Table 2. Differences in typology of the ferruginous or ferruginized coated grains and varying mineralogy allow a first differentiation between the studied OIS.

Macroscopically, the deep red color and the oolitic texture of the OIS are most conspicuous in most studied geological samples. However, in the Ordovician OIS of Normandy, a dark greenish-grey oolitic facies occurs (the chlorite-carbonate facies) in addition to the regular red hematitic or oxide facies. At first glance, the Ordovician OIS tend to be more fine-grained, more homogenous and better sorted than the Famennian and Emsian-Eifelian OIS. The heterogeneity of the latter two OIS results from mixing of different types of ferruginous or ferruginized coated grains and other components. Fossiliferous limestone often represents the host sediment, such as in the Famennian OIS of Belgium and the Emsian-Eifelian OIS of the Eifel area. However, the host sediments of the Ordovician OIS are almost exclusively siliciclastic. The so-called flaxseed facies (containing compressed and flattened ooids) is prominent in both the Ordovician and the Famennian OIS, whereas the so-called fossil ore facies (composed of ferruginized or iron-coated bioclasts) are more characteristic of the Emsian-Eifelian and the Famennian OIS. On the other hand, the occurrence of micro-oncoids is quite characteristic for the Famennian OIS, whereas ferruginized oncoids, intraclasts and lithoclasts have been macroscopically identified in both the Famennian and Emsian-Eifelian OIS. Locally and occasionally, fer-

Matrix- supported		*Grain-supported*	
Grain size < 2 mm			
<10% grains Mud-ironstone	>10% grains Wacke-ironstone	With matrix Pack-ironstone	Without matrix Grain-ironstone
Grain size > 2 mm			
	Float-ironstone	Rud-ironstone	

Tab. 1 – Simplified textural classification scheme for OIS.
Tab. 1 – Classification texturale simplifiée des OIS.

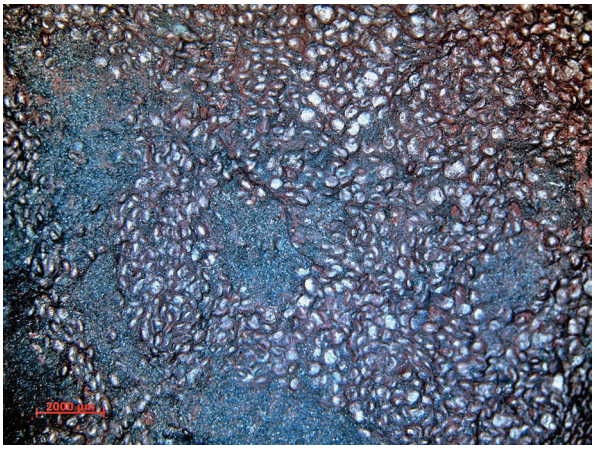


Fig. 2 – Ordovician OIS, Urville Shales Formation, May (Normandy, France). "Flax seed" ore facies: well-sorted, flattened hematitic ooids (oxide facies) in a chloritic-siliciclastic matrix. Macroscopical view of fresh rough surface. Scale bar is 2 mm.
Fig. 2 – OIS ordoviciennes, Formation des Schistes d'Urville, May (Normandie, France). Faciès du minerai en « graines de lin » : ooïdes (faciès oxydé) hématitiques plates et bien classées dans une matrice mixte chlorite-grains détritiques. Vue macroscopique d'une surface brute et fraiche. Barre d'échelle : 2 mm.

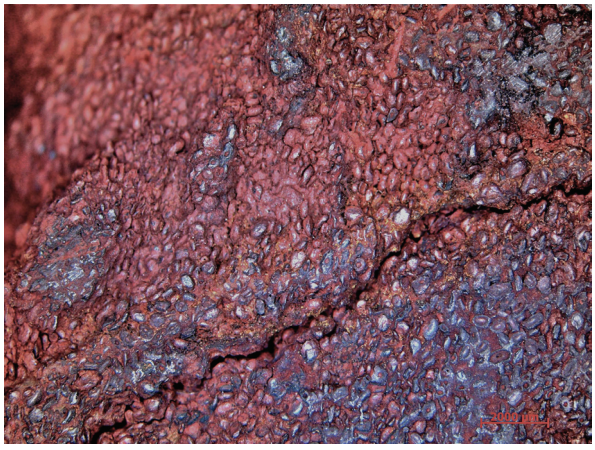


Fig. 4 – Ordovician OIS, Urville Shales Formation, Urville (Normandy, France). "Flax seed" ore facies. Weathered hematitic ooids. Macroscopical view of weathered surface. Scale bar is 2 mm.
Fig. 4 – OIS ordoviciennes, Formation des Schistes d'Urville, May (Normandie, France). Faciès du minerai en « graines de lin ». Ooïdes hématitiques altérées. Vue macroscopique d'une surface brute altérée. Barre d'échelle : 2 mm.

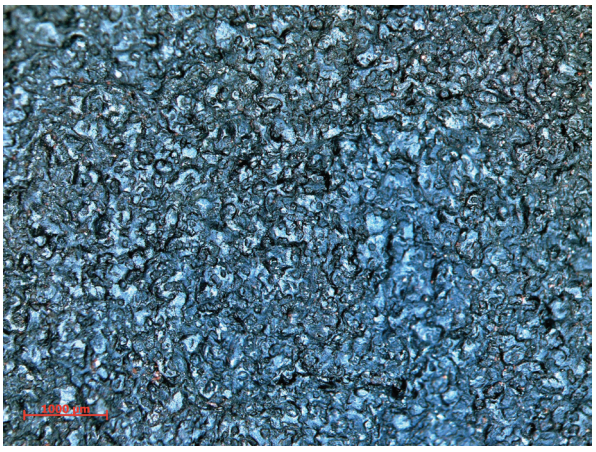


Fig. 3 – Ordovician OIS, Urville Shales Formation, May (Normandy, France). Dark greenish-grey chloritic facies with densely packed, slightly deformed and flattened small chloritic ooids. Macroscopical view of fresh rough surface. Scale bar is 2 mm.
Fig. 3 – OIS ordoviciennes, Formation des Schistes d'Urville, May (Normandie, France). Faciès chloritique gris vert sombre avec petites ooïdes chloriteuses plates et légèrement déformées en agrégat compact. Vue macroscopique d'une surface brute et fraiche. Barre d'échelle : 2 mm.

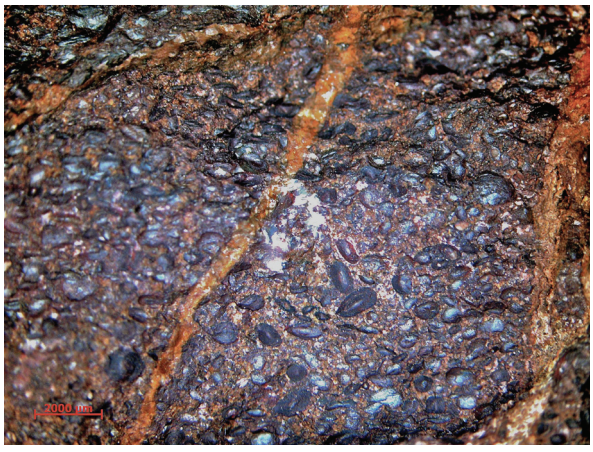


Fig. 5 – Lower Famennian OIS, Hodimont Formation, Lambermont (Belgium). Large hematitic ooids and flattened micro-oncoids in a red-stained carbonate matrix. Macroscopical view of rough surface. Scale bar is 2 mm.
Fig. 5 – OIS d'âge Famennien inférieur, Formation d'Hodimont, Lambermont (Belgique). Grandes ooïdes hématitiques et micro-oncoïdes plates dans une matrice carbonatée rougeâtre. Vue macroscopique d'une surface brute. Barre d'échelle : 2 mm.

dovician OIS of Normandy (very rare however), possibly indicating condensed deposits.

Microscopically, the Ordovician (Llanvirn) OIS of Normandy (basal part of the Urville Shales Formation) are characterized by rather homogenous and well-sorted, often flattened and fine-grained ferruginous "true" ooids (flaxseed type ore). Quite typical is the presence of alternating hematite and chlorite cortices of the ooids, and that of a sideritic-chloritic or fine-grained siliciclastic matrix (less frequent). The ooid size varies from 300 to 1000 microns (generally <500 micrometer). Hematitic ooids tend to be larger and either not deformed, or less deformed than the chloritic ooids. A detailed mineralogical analysis and an excellent microscopical description of the different ore facies can be found in Joseph (1982). Two main mineralogical facies can be recognized: a red hematitic oxide-facies (Fig. 2; Fig. 12-13) and a dark greenish-grey chlorite-carbonate facies (Fig. 3). Both resulted from superimposed sedimentary and diagenetic processes. Very conspicuous are the alternating mineralogies (so-called micro-sequences of chloritic and hematitic cortices) within the ferruginous ooids (Fig. 14). Chloritic ooids often show an external sideritic cortex. When visible, the nuclei are composed of single detrital quartz grains (Fig. 15), microcrystalline chlorite or large siderite crystals. The microfacies texture changes from a grain-supported to a matrix-supported fabric (oolitic grain-ironstones to oolitic pack- and wacke- ironstones). The cement consists either of chlorite, chlorite-hematite (with dispersed siderite rhombs) or siderite. Ferruginized sandstones with dispersed ferruginous ooid occur, as well as weathered OIS enclosing superficial limonitic (goethitic) crusts (Fig. 4-5).

Medium-sorted, fine- to (very) coarse-grained ferruginous hematitic pseudo-ooids (ferruginized rounded bioclasts) within a bioclastic limestone matrix ("fossil ore", Fig. 8-11) characterize the Lower-Middle Devonian boundary OIS beds (Heisdorf and Lauch Formations, Eifel Synclines). The grain size of the ferruginous allochems varies between 200 and 10000 microns, with an average size of < 1000 microns, the largest components being the ferruginized bioclasts and lithoclasts. True, concentrically built or superficial ferruginous ooids are rare or even lacking. Locally, large ferruginized sandstone clasts (lithoclasts) occur, as well as large ferruginized



Fig. 6 – Lower Famennian OIS, Hodimont Formation, Huy (Belgium). Mixed, "flax seed" ore and fossil ore facies. Medium-sorted hematitic coated grains and rounded bioclasts on a bedding surface. Macroscopical view of rough surface. Coin diameter is about 2,4 cm.
Fig. 6 – OIS d'âge Famennien inférieur, Formation d'Hodimont, Huy (Belgique). Minerai fossilifère mixte riche en ooïdes de type « graines de lin ». Vue macroscopique d'une surface brute. Barre d'échelle : 2,4 cm.

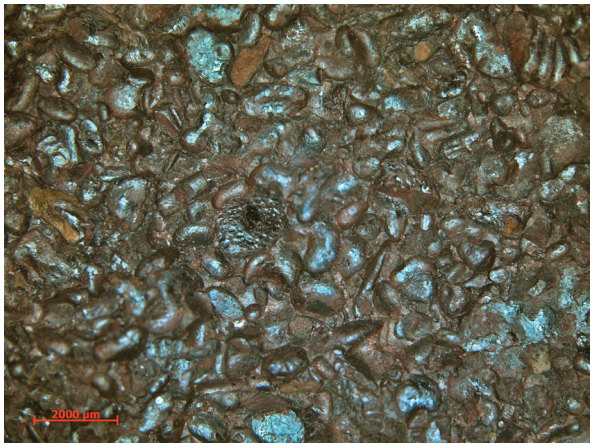


Fig. 7 – Lower Famennian OIS, Hodimont Formation, Vezin (Belgium). Heterogenous facies with numerous hematitic micro-oncoids, oncoids and small intraclasts. Macroscopical view of rough surface. Diameter of irregular intraclasts (left) is 8 mm.
Fig. 7 – OIS d'âge Famennien inférieur, Formation d'Hodimont, Vezin (Belgique). Faciès hétérogène à nombreuses micro-oncoïdes hématitiques, oncoïdes et petits intraclastes. Vue macroscopique d'une surface brute. Le diamètre des intraclastes irréguliers (gauche) est de 8 mm.

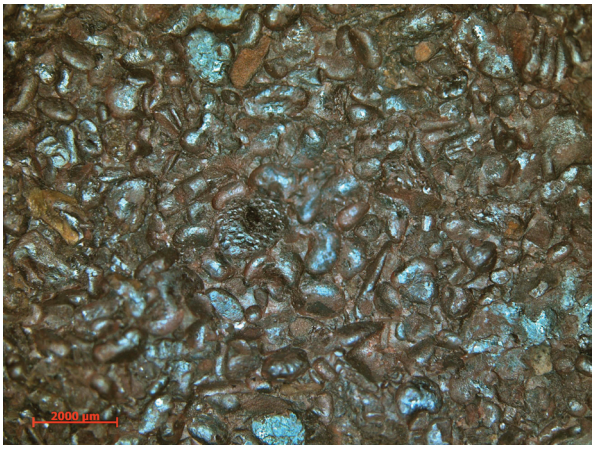


Fig. 8 – Emsian-Eifelian OIS, Heisdorf Formation, Hammermühle, Hillesheim (Germany). Coarse-grained, badly heterogenous hematitic OIS with ferruginized flattened bioclasts ("fossil ore"). Macroscopical view of rough surface. Scale bar is 2 mm.

Fig. 8 – OIS de l'Eifelien-Emsien, Formation d'Heisdorf, Hammermühle, Hillesheim (Allemagne). OIS hétérogène à grains grossiers et à bioclastes plats ferruginisés (« minerai fossilifère »). Vue macroscopique d'une surface brute. Barre d'échelle : 2 mm.



Fig. 10 – Emsian-Eifelian OIS, Heisdorf Formation, Oberahreck (near Blankenheim, Germany). Rounded lithoclast (exoclast) of ferruginized sandstone in coarse-grained, fossil ore-type OIS. Macroscopical view of rough surface. Scale bar is 1 cm.

Fig. 10 – OIS de l'Eifelien-Emsien, Formation d'Heisdorf, Oberahreck (près de Blankenheim Allemagne). Lithoclaste arrondi (exoclaste) de grès ferruginisé à l'intérieur d'un « minerai de fer fossilifère » grossier. Vue macroscopique d'une surface brute. Barre d'échelle : 1 cm.

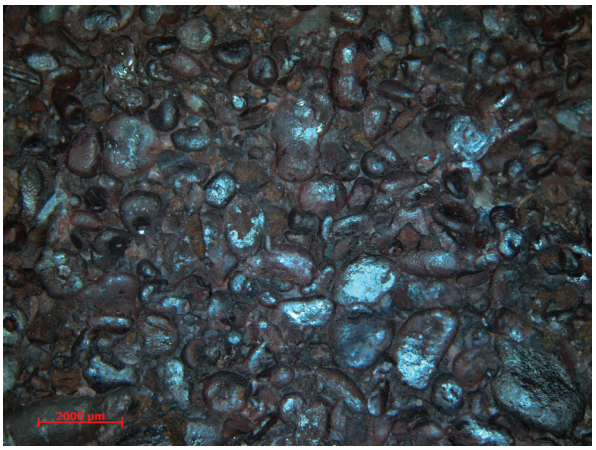


Fig. 9 – Emsian-Eifelian OIS, Heisdorf Formation, Hammermühle, Hillesheim (Germany). Detail of previous photograph: flattened and rounded ferruginized (hematitic) bioclasts. Scale bar is 2000 µm.

Fig. 9 – OIS de l'Eifelien-Emsien, Formation d'Heisdorf, Hammermühle, Hillesheim (Allemagne). Détail de la figure 8 : bioclastes ferruginisés hématite) roulés et plats. Barre d'échelle : 2000 µm.



Fig. 11 – Emsian-Eifelian OIS, Heisdorf Formation, Hammermühle, Hillesheim (Germany). Large, ferruginized (hematitic) oncoid, showing laminated texture. Fossil ore facies. Macroscopical view of rough surface. Scale bar is 1 cm.

Fig. 11 – OIS de l'Eifelien-Emsien, Formation d'Heisdorf, Hammermühle, Hillesheim (Allemagne). Grand oncoïde ferruginisé (hématite). « minerai de fer fossilifère ». Vue macroscopique d'une surface brute. Barre d'échelle : 1 cm.

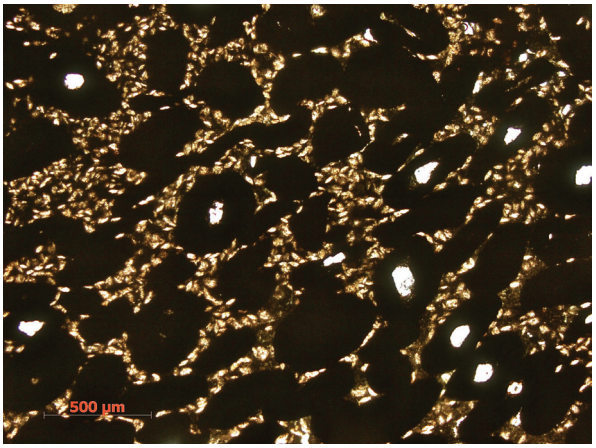


Fig. 12 – Sample May X. Urville Shales Formation. Oxide-facies. Pack- to grain-ironstone with hematitic ooids (detrital quartz grains as nuclei) and sideritic matrix. Micrograph of thin section in transmitted polarized light without crossed polarizers. Scale bar is 500 microns.
Fig. 12 – Échantillon May X. Formation des Schistes d'Urville. Faciès oxydé. Texture « packstone » à « grainstone » avec ooïdes hématitiques (nucléus constitué de grains de quartz détritique) et matrice de sidérite. Microphotographie de lame-mince prise en lumière transmise 1x polarisée (= lumière naturelle). Barre d'échelle : 500 µm.

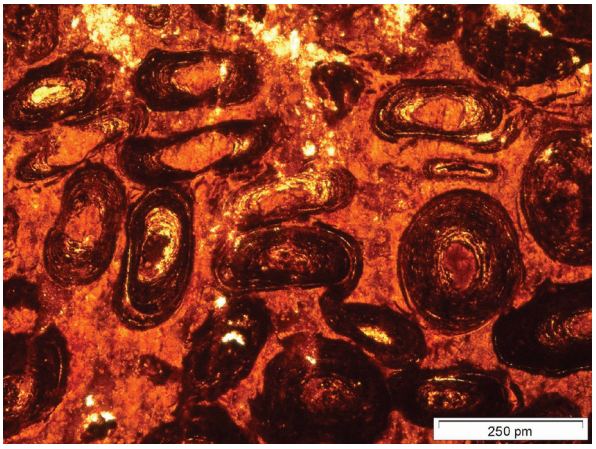


Fig. 13 – Sample Urville X. Detail of oxide facies. Urville Shales Formation, Flattened and locally deformed hematitic ooids. Grain-ironstone with hematitic cement. Micrograph of thin section in transmitted polarized light, without crossed polarizers. Scale bar is 250 microns.
Fig. 13 – Échantillon Urville X. Détail du faciès oxydé. Formation des Schistes d'Urville. Ooïdes hématitiques plates et localement déformées. Texture « grainstone » avec ciment. Microphotographie de lame-mince prise en lumière transmise 1x polarisée. Barre d'échelle : 250 µm.

oncoids and intraclasts (Fig. 16). The microfacies texture is essentially grain-supported, producing bioclastic (pseudo-oolitic) pack-ironstones and grain-ironstones (Fig. 17), locally grading into bioclastic/pseudo-oolitic rud-ironstones (Fig. 18). A petrographical differentiation between OIS from the succeeding Heisdorf and Lauch Formations is more difficult. However, the OIS from the Lauch Formation contain less ferruginized and less densely packed pseudo-ooids (mainly hematite-impregnated crinoid ossicles). The Lauch OIS correspond to loosely packed, pseudo-oolitic iron-grainstones of which the cement is locally sideritized. However, a better distinction between the Heisdorf and Lauch OIS is possible based on geochemical criteria (e.g. the Sr/Ca ratio, according to A. Katsch in Goemaere *et al.*, this book) reflecting differences in depositional setting (paleobathymetry).

Finally, the late Upper Devonian (Famennian) ironstone deposits (Hodimont Formation, Famenne Shales Group) of the Ardennes in Belgium,

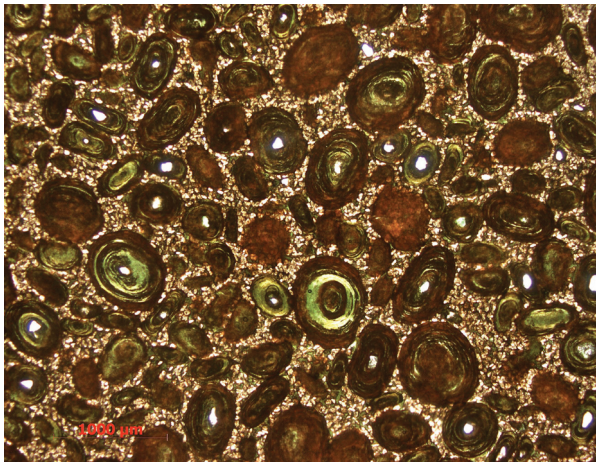


Fig. 14 – Sample SGLV. Urville Shales Formation. Chloritic-carbonate facies with chloritic ooids and sideritic matrix/cement. Oolitic pack- to grain-ironstone. Notice alternating mineralogies of cortices. Micrograph of thin section in transmitted polarized light, without crossed polarizers.
Scale bar is 1000 µm.
Fig. 14 – Échantillon SGLV. Formation des Schistes d'Urville. Faciès carbonaté et chloritique avec ooïdes chloriteuses et ciment/matrice sidéritique. À noter les alternances minéralogiques dans le cortex. Microphotographie de lame-mince prise en lumière transmise 1x polarisée.
Barre d'échelle : 1000 µm.

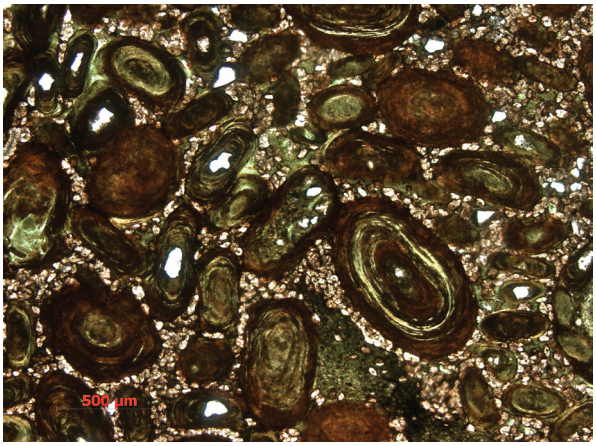


Fig. 15 – Detail of previous micrograph (Fig. 14). Note quartz nuclei in the ooidsand patche of chloritic matrix. Scale bar is 2000 µm.
Fig. 15 – Détail de la microphotographie précédente (Fig. 14). On notera le nucléus de quartz dans les ooïdes et les taches chloriteuses de la matrice. Barre d'échelle : 500 µm.



Fig. 16 – Oberahreck, sample OBA-01: Heisdorf Formation (Germany), bioclastic iron-grainstone with intraclasts and lithoclasts. Ferruginized bioclasts consists of crinoid ossicles , bryozoans, brachiopod shells, etc. Micrograph of thin section in transmitted polarized light, without crossed polarizers. Scale bar is 1 mm.
Fig. 16 – Oberahreck, échantillon OBA-01: Formation d'Heisdorf (Allemagne), grainstone ferrifère bioclastique à intraclastes et lithoclastes. Les bioclastes ferruginisés sont constitués d'articles de crinoïdes, de bryozoaires, coquilles de brachiopodes, etc. Microphotographie de lame-mince prise en lumière transmise 1x polarisée. Barre d'échelle : 1 mm.

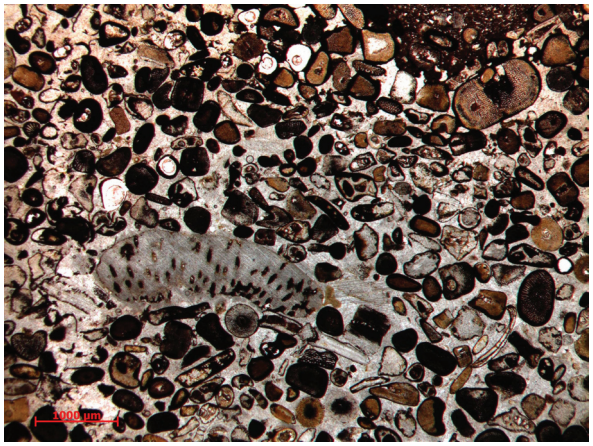


Fig. 17 – Oberahreck, sample OBA-09: Lauch Formation (Germany). Pseudo-oolitic iron-grainstone mainly composed of hematite-impregnated skeletal grains (dominant crinoid ossicles). Micrograph of thin section in transmitted polarized light, without crossed polarizers. Scale bar is 1 mm.
Fig. 17 – Oberahreck, échantillon OBA-09: Formation de Lauch (Allemagne). Grainstone ferrifère pseudo-oolithique principalement constitué de grains squelettiques (articles de crinoïdes dominants) imprégnés d'hématite. Microphotographie de lame-mince prise en umière transmise 1x polarisée. Barre d'échelle : 1 mm.

consist of well- to medium-sorted heterogeneous, fine- to medium-grained, pure or mixed flaxseed- and fossil ore-type hematitic oolitic ironstones in siliciclastic and/or carbonate matrices (Fig 6-7, 20-21). Several distinct stratigraphic levels do exist within the Famennian of the Namur, Dinant and Vesdre Synclinoria. However, only the lowermost Famennian one has been mined as an iron ore. Within some of the stratigraphically younger Famennian oolitic ironstone levels, proximal and distal facies can be distinguished on the basis of microfacies differences and mineralogy of the ferruginous pseudo-ooids (Dreesen, 1989). Only the proximal hematitic facies of the lowest stratigraphical oolitic ironstone level (level I of Dreesen, 1989) is supposed to have been used in prehistoric times for the manufacturing of ochre. Their grain size varies here between 200 and 5000 microns, with an average < 500 microns, the largest components being micro-oncoids, intraclasts and rip-up clasts of ferruginized microstromatolitic hardgrounds. The latter are exceptional and their

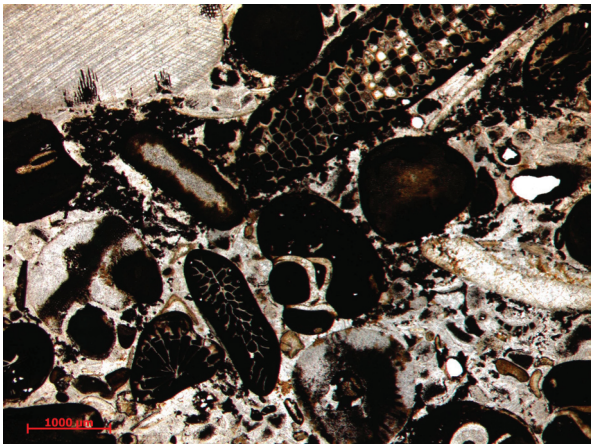


Fig. 18 – Sample HAM-01. Hammermühle. Heisdorf Formation. Badly sorted, coarse-grained fossil ore facies. Pseudo-oolitic iron-grainstone / iron-rudstone with large ferruginized skeletal grains (crinoid ossicles, bryozoans). Micrograph of thin section in transmitted polarized light, without crossed polarizers. Scale bar is 1 mm.
Fig. 18 – Échantillon HAM-01. Hammermühle. Formation d'Heisdorf. Faciès fossilifère à grains grossiers, mal classé. Grainstone ferrifère pseudo-oolithique / rudstone ferrifère à grands grains ferrugineux du squelette (articles de crinoïdes, bryozoaires). Microphotographie de lame-mince prise en lumière transmise 1x polarisée. Barre d'échelle : 1 mm.

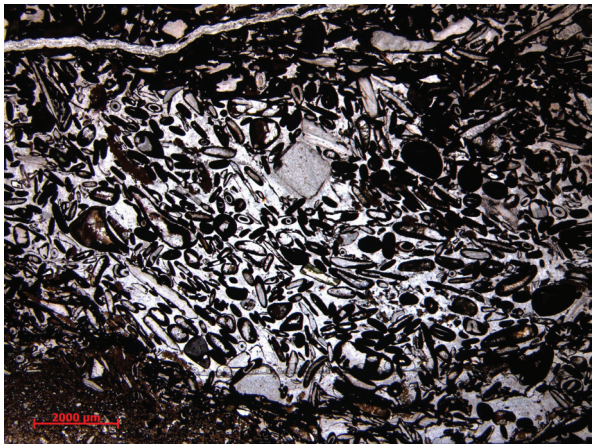


Fig. 20 – Sample 155-E1. Hodimont Formation. Proximal facies. Densely packed ferruginized skeletal grains and rare ooids. Pseudo-oolitic grain-ironstone. Micrograph of thin section in transmitted polarized light, without crossed polarizers. Scale bar is 2 mm.
Fig. 20 – Échantillon 155-E1. Formation d'Hodimont. Faciès proximal. Grains ferruginisés squelettiques et densément compactés avec rares ooïdes. Grainstone ferrifère pseudo-oolithique. Microphotographie de lame-mince prise en lumière transmise 1x polarisée. Barre d'échelle : 2 mm.

size may exceed a few cm. Diagenetic sideritisation and dolomitisation, particle deformation as well as sulphide mineralisations, affect most of the studied Famennian OIS. However, the intensity of these mineralisations varies strongly (even within the same deposit) and depends on local tectonics. Microfacies texture is strongly varying from condensed ("lean") oolitic grain-ironstones, to bioclastic (pseudo-oolitic) grain- and pack-ironstones and mixed facies in proximal settings. In more distal settings, dispersed pseudo-oolitic/bioclastic grain-ironstones occur displaying a higher chamosite/hematite ratio. All microfacies types can be "clean" or contaminated by siliciclastics (silt- or sand-sized grains of detrital quartz and other silicates).

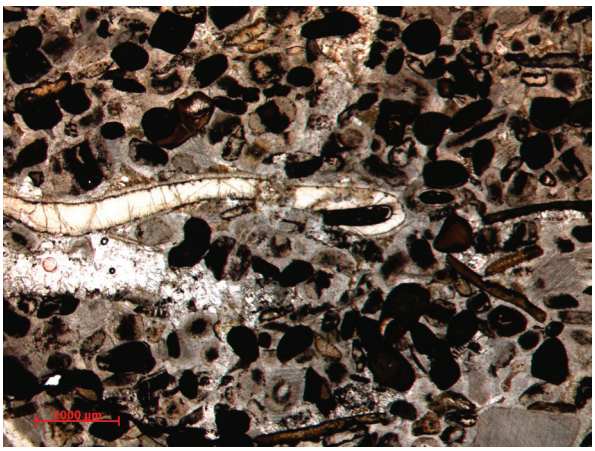


Fig. 19 – Sample BEL-1., Heisdorf Formation. Fossil ore facies (hematite-impregnated skeletal grains – mainly crinoid ossicles) with large trilobite fragments. Pseudo-oolitic grain-ironstone. Micrograph of thin section in transmitted polarized light, without crossed polarizers. Scale bar is 1 mm.
Fig. 19 – Échantillon BEL-1, Formation d'Heisdorf. Faciès fossilifère (grains squelettiques imprégnés d'hématite – principalement des articles de crinoïdes) avec grands fragments de trilobite. Grainstone ferrifère pseudo-oolithique. Microphotographie de lame-mince prise en lumière transmise 1x polarisée. Barre d'échelle : 1 mm.

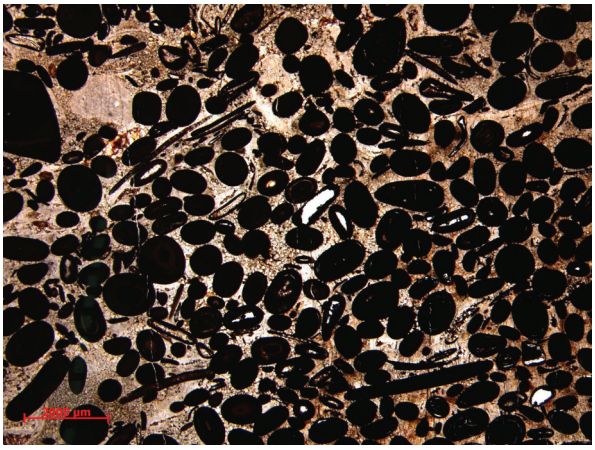


Fig. 21 – Sample Sclaigneaux-1. Sclaigneaux (Andenne). Hodimont Formation. Proximal facies. Oolitic grain-ironstone. Mixed oolitic-pseudo-oolitic facies: hematitic ooids (dominant) with hematite-impregnated/coated elongated skeletal grains. Micrograph of thin section in transmitted polarized light, without crossed polarizers. Scale bar is 2 mm.
Fig. 21 – Échantillon Sclaigneaux-1. Sclaigneaux (Andenne). Formation d'Hodimont. Faciès proximal. Grainstone ferrifère oolithique. Faciès mixte oolithique-pseudo-oolithique : ooïdes hématitiques (dominant) avec des grains squelettiques allongés et revêtus/imprégnés d'hématite. Microphotographie de lame mince prise en lumière transmise 1x polarisée. Barre d'échelle : 2 mm.

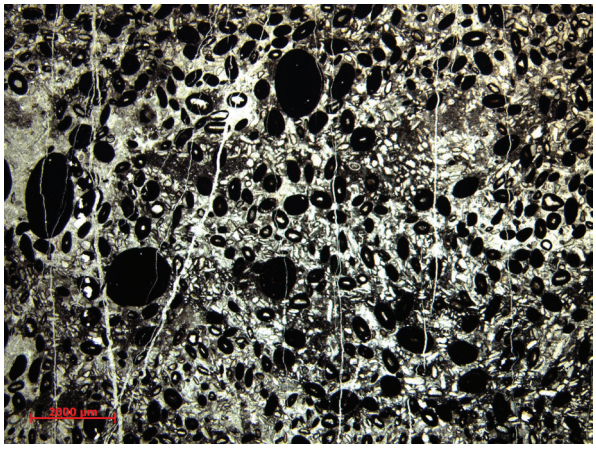


Fig. 22 – Sample Verviers VRD-27-2. Hodimont Formation. Distal facies. Hematitic ooids and micro-oncoids. Oolitic pack- to grain-ironstone. Micrograph of thin section in transmitted polarized light, without crossed polarizers. Scale bar is 2 mm.
Fig. 22 – Échantillon Verviers VRD-27-2. Formation d'Hodimont. Faciès distal. Ooïdes hématitiques et micro-oncoïdes. Packstone à grainstone oolithique ferrugineux. Microphotographie de lame-mince prise en lumière transmise 1x polarisée. Barre d'échelle : 2 mm.

Furthermore, a clear distinction can be made between the Eifelian and Belgian fossil iron ores, based on the nature of the ferruginized bioclasts and other components. Eifelian OIS contain ferruginized bioclasts (crinoids, bryozoans, trilobites, brachiopods, goniatites, see Fig 19)) and ferruginized siliciclastic lithoclasts, whereas the Famennian OIS are dominated by ferruginous ooids and algal micro-oncoids (Fig. 22), locally mixed with ferruginized bioclasts (including crinoids, bryozoans, brachiopods, ostracods, algae and microfossils of uncertain origin) and locally intraclasts (e.g. ferruginized stromatolitic crusts; Fig. 23). Distal facies of the Famennian OIS contain slightly Fe-impregnated skeletal grains only, such as crinoid ossicles and ostracods (Fig. 24), and display a higher chlorite/hematite ratio, probably related to density separation during storm-induced transport (Dreesen, 1989).

5 ARCHEOLOGICAL MATERIALS

A series of thin sections has been made from archeological objects (red ochre) found in Normandy and in the Hesbaye area of Belgium. These allow a preliminary comparative petrographical analysis aimed at tracing their probable geological and geographical provenance. All archeological objects (hematite pencils or crayons) found in Normandy were derived from regional geological sources (Ordovician OIS from the Urville Shales Formation). The same statement can be made for the Belgian archeological objects found in the Hesbaye area, where a regional source (the proximal facies of the Lower Famennian OIS from the Hodimont Formation) has been identified.

Archeological findings of red ochre (OIS) from LBK-settlements (Graetheide and Caberg) in the Dutch province of Limburg (The Netherlands) have recently been macroscopically and geochemically analyzed: although different geological types of source material were identified (OIS and ferruginized siliciclastics), there is no evidence provided for their exact geological or

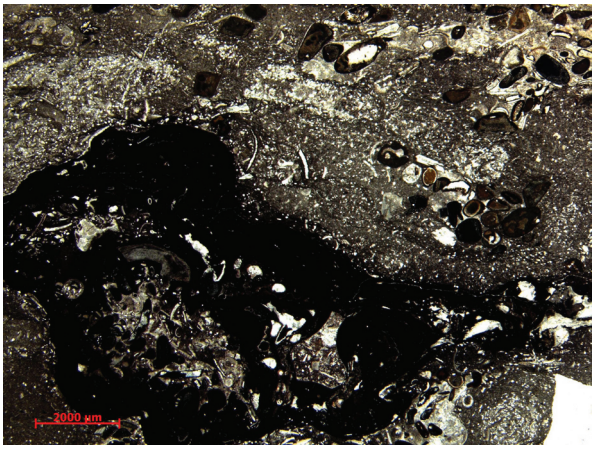


Fig. 23 – Sample Limbourg-2. Hodimont Formation. Distal facies. Hematite-impregnated algal oncoid, hematitic/chloritic rounded skeletal grains and superficial ooids in a bioclastic packstone-grainstone. Bioclastic pack-ironstone. Micrograph of thin section in transmitted polarized light, without crossed polarizers. Scale bar is 1 mm.
Fig. 23 – Échantillon Limbourg-2. Formation d'Hodimont. Faciès distal. Oncoïde alguaire imprégnée d'hématite, grains squelettiques arrondis et constitués d'hématite/chlorite et ooïdes superficielles dans un packstone-grainstone bioclastique. Microphotographie de lame-mince prise en lumière transmise 1x polarisée.
Barre d'échelle : 1 mm.

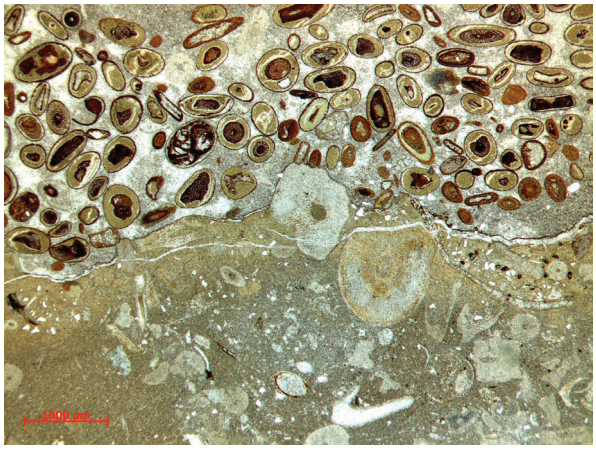


Fig. 24 – Sample Hamoir-Tohogne-5-2. Distal facies. Bioclastic grain-ironstone with ferruginized ooids and pseudo-ooids: ferruginzied ooids with chloritic cortices around hematitic rounded skeletal grains (mainly crinoids) and superficial ooids. Note presence of basal erosional unconformity. Micrograph of thin section in transmitted polarized light, without crossed polarizers. Scale bar is 1 mm.
Fig. 24 – Échantillon Hamoir-Tohogne-5-2. Faciès distal. Grain-ironstone bioclastique avec des ooïdes ferrugineuses et des pseudo-ooïdes: ooïdes ferrugineuses avec cortex chloritique autour des grains arrondis hématitisés (principalement des crinoïdes) et des ooïdes superficielles. Notez la présence d'une surface érosive (non-conformité). Micrographie d'une lame-mince observée en lumière 1x polarisée.
Barre d'échelle : 1 mm.

geographical provenance (Wijnen, 2013).

Robroeks *et al.* (2012) reported the use of red ochre (hematite) by early Neanderthals in the Maastricht-Belvédère excavations (The Netherlands). The authors tentatively indicated both the Liège-Dinant-Namur area in Belgium and the Eifel area in Germany as potential source areas for the materials used. Based on the existence of a known transfer of flint artifacts from the Maastricht Cretaceous chalk area to the East Eifel sites of Wannen and Schweinkopf, the Eifel area is suggested as hypothetical provenance area as the hematite material (OIS?) might well have travelled in the opposite direction.

Although archeological evidence for an iron-industry in the Eifel area is present at least since the Iron Age (Halstatt) near Hillesheim and during Roman times near Ahrweiler, there is no real evidence for the use of particular levels of Eifel OIS (Kronz, 2003).

6. CONCLUSIONS

Oolitic ironstones (OIS) represent a major iron source worldwide and an important historical raw material. Moreover, OIS have been used for the manufacture of red ochre, at least since Paleolithic times. The first results of a comparative petrographical analysis of geological samples of OIS from the Paleozoic of Normandy (France), Belgium and the Eifel (W-Germany) are discussed. Different oolitic ironstone types can be roughly identified on the basis of their main components (grains) and the mineralogy of the iron-bearing minerals. Furthermore, microfacies analysis can be applied to differentiate between macroscopically analogous OIS. Our results generally confirm the outcome of geochemical studies that have been conducted simultaneously

	Ordovician OIS	*Famennian OIS Proximal facies*	*Famennian OIS Distal facies*	*L-M Devonian OIS - Eifel*
Real ooids	XXX	XXX	X	X
Pseudo-ooids	0	XX	XX	XX
Rounded bioclasts	0	XX	XX	XXX
Pisoids	0	XX	0	0
Oncoids	0	X	0	X
Intraclasts	X	X	X	X
Lithoclasts	0	X	0	XX
Microstromatolithes	X	X	0	0
Cortex mineralogy	alternating H-C-S	H>C (S)	C>H	H (S)
Nucleus	Q, C	Q, fossil	fossil	fossil
Grain size	small (<500)	variable	variable	variable
Grain sorting	excellent	bad to good	medium-good	medium-good
Matrix	siliciclastic	Siliciclastic/carbonate	carbonate	carbonate
Cement	HEM-CHL-SID	HEM-CHL-SID-DOL, Fe-CAL	Fe-CAL, SID	Fe-CAL, SID
Grain supported	0	X	X	X
Matrix supported	X	X	0	0
Bioturbation	X	X	X	0

Tab. 2 – Overview of the results of a comparative microfacies analysis of the studied OIS based on thin sections microscopy. Relative frequencies (estimations) of the components are indicated by symbols: 0 (totally absent), X (present), XX (common) and XXX (very frequent or abundant). Mineralogy includes: H or HEM (hematite), C or CHL (chlorite), DOL (dolomite), S or SID (siderite), CAL (calcite), Fe-CAL (ferruginous calcite), Q (detrital quartz grain).

Tab. 2 – Synthèse des résultats comparatifs des analyses pétrographiques (sur lames-minces) des microfaciès des niveaux d'OIS étudiés. Les fréquences relatives (estimations) des constituants sont indiquées par des symboles : 0 (totalement absent), X (présent), XX (commun), XXX (très fréquent ou abondant). Les minéraux comprennent : H ou HEM (hématite), C or CHL (chlorite), DOL (dolomite), S ou SID (sidérite), CAL (calcite), Fe-CAL (calcite ferrifère), Q (grains de quartz détritique).

on the same materials (see other chapters in this book): regional sources of OIS have been identified both for the archeological findings in the LBK-settlements of Normandy and in Belgium.

Acknowledgements

Many thanks to our German colleagues Alfred Katsch and Iradj Eschghi (Aachen University) for guiding us in the field, helping with the location and sampling of important outcrops of OIS in the Eifel area. Most of the micrographs were taken using the digital microscopy facilities at the VITO (Flemish Institute for Technological Research) in Mol (Belgium).

Bibliography

ALLING H. L., 1947. Diagenesis of the Clinton hematite ores of New York. *Geological Society of America Bulletin*, **58** (11): 991-1018.

BEKKER A., SLACK J. F., PLAQNAVSKY N., KRAPEZ B., HOFMANN A., KONHAUSER K. O. & ROUXEL O., 2010. Iron formation: the sedimentary product of a complex interplay amongst tectonic, oceanic and biospheric processes. *Economic Geology*, **105**: 467-508.

BILLARD C., BOSQUET D., BRUNAUD C., DREESEN R., DUPRET L., GOEMAERE É., GOLITKO M., HAMON

C., SALOMON H., SAVARY X. & WOZNICA K., 2012. Projet collectif de Recherche « Hématite » 2011-2012 – *Essai de caractérisation de l'origine des hématites (oolithiques) exploitées à la fin du Mésolithique et au début du Néolithique*. Preliminary INRAP report: 329 p.

BILLARD C., SAVARY X., BOSQUET D., JADIN I., HAMON C., GOEMAERE É., DREESEN R., DUPRET L. & QUERRÉ G., 2016. Différenciation des hématites oolithiques à partir d'observations macroscopiques non destructives : essais de comparaison des matériaux ordoviciens normands et dévoniens belges. *In*: C. BILLARD *et al.* (ed.), *Autour de l'hématite / About haematite. Actes de / Acts of Jambes, 7-8/02/2013, Volume 1*, Liège, ERAUL, **143** – *Anthropologica et Præhistorica*, **125/2014**: 193-202.

BOARDMAN E. L., 1989. Coal measures (Namurian and Westphalian) Blakband Iron Formations: fossil bog iron ores. *Sedimentology*, **36** (4): 621-633.

COTTER E. & LINK J. E., 1993. Deposition and diagenesis of Clinton ironstones (Silurian) in the Appalachian Foreland Basin of Pennsylvania. *Geological Society of America Bulletin*, **105** (7): 911-922.

DAHANAYAKE K. & Krumbein W. E., 1986. Microbial structures in oolitic iron formations. *Mineralium Deposita,* **21**: 85-94.

DENAYER J., PACYNA D. & BOULVAIN F., 2011. *Le minerai de fer en Wallonie. Cartographie, histoire et géologie.* Service Public de Wallonie: 312 p.

DREESEN R., 1982. Storm-generated oolitic ironstones of the Famennian (Fa1b-Fa2a) in the Vesdre and Dinant Synclinoria (Upper Devonian, Belgium). *Annales de la Société Géologique de Belgique*, **105**: 105-129.

DREESEN R., 1989. Oolitic ironstones as event-stratigraphical marker beds within the Upper Devonian of the Ardenno-Rhenish Massif. *In*: YOUNG T. P. & TAYLOR W. E. G. (ed.), *Phanerozoic Ironstones.* Special Publication **46**, Geological Society of London: 65-78.

DUNHAM R., 1962. Classification of carbonates according to depositional texture. *In*: HAM W. E. (ed.), *Classification of Carbonate Rocks, American Association of Petroleum Geologists* Memoir, **1**: 108-121.

EMBRY A. J. & KLOVAN R. E., 1971. A Late Devonian reef tractof Northeastern Banks Island, N.W.T. *Bulletin of Canadian Petroleum Geology*, **19** (4): 730-781.

EVANS A. M., 1980. *An introduction to ore geology.* Elsevier, New York: 231 p.

EVANS A. M., 1993. *Ore geology and industrial minerals an introduction.* U.K., Blackwell Scientific Publications, 3d edition: 400 p.

FLÜGEL E., 1982. Microfacies analysis of limestones. Springer, Verlag, Berlin: 633 p.

FOLK R. L., 1959. Practical petrographical classification of limestones. *American Association of Petroleum Geologists Bulletin*, **43**: 1-38.

FOLK R. L., 1962. Spectral subdivision of limestone types. *In*: HAM W. E. (ed.), *Classification of carbonate rocks –a symposium*, AAPG: 62-83.

GARCIA-FRANK A., URETA S. & MAS R., 2012. Iron-coated particles from condensed Aalenan-Bajocian deposits: evolutionary model (Iberian basin, Spain). *Journal of Sedimentary Geology*, **82** (2,): 953-968.

GOEMAERE É., KATSCH A., ESCHGHI I. & DREESEN R., 2016. Geological record and depositional setting of Palaeozoic oolithic ironstones in Western Europa. *In*: C. BILLARD *et al.* (ed.), *Autour de l'hématite / About haematite. Actes de / Acts of Jambes, 7-8/02/2013, Volume 1*, Liège, ERAUL, **143** – *Anthropologica et Præhistorica*, **125/2014**: 23-43.

GUERRAK S., 1989. Time and space distribution of Paleozoic oolitic ironstones in the Tindouf Basin, Algerian Sahara. *In*: YOUNG T. P. & TAYLOR W. E. G. (ed.), *Phanerozoic Ironstones.* Special Publication **46**, Geological Society of London: 197-212.

HAMON C., 2011. L'utilisation des hématites. In: HAUZEUR A., JADIN I. & JUNGELS C. (ed.), *5000 ans avant J.-C., La grande migration ? Le Néolithique ancien dans la collection Louis Éloy.* Collection du Patrimoine Culturel, **3**: 145-147.

JADIN I., 2003. *Trois petits tours et puis s'en vont... La fin de la présence danubienne en Moyenne Belgique.* Avec la participation, par ordre alphabétique, de Daniel CAHEN, Isabelle DERAMAIX, Anne HAUZEUR, Jean HEIM, Alexandre LIVINGSTONE

SMITH et Jacques VERNIERS. 2e édition, Études et Recherches Archéologiques de l'Université de Liège (ERAUL). Liège, **109**: 726 p.

JOSEPH P., 1982. *Le minerai de fer oolithique Ordovicien du Massif Armoricain: sédimentologie et paléogéographie*. Thèse présentée à l'École Nationale Supérieure des Mines de Paris: 325 p.

KEARSLY A. T., 1989. Iron-rich ooids, their mineralogy and microfabric: clues to their origin and evolution. *In*: YOUNG, T. P. & TAYLOR W. E. G. (ed.), *Phanerozoic Ironstones*. Special Publication **46**, Geological Society of London: 141-163.

KIMBERLEY M. M., 1979. Origin of oolitic iron formations. *Journal of Sedimentary Petrology*, **49** (1): 111-132.

KRONZ A., 2003. Keltische und römische Eisengewinnung in der Eifel. *In*: REGER K. (ed.), *6. Internationaler Bergbau-Workshop in Rescheid/ Eifel 1. bis 5.* Oktober 2003, Heimatverein Rescheid, Hellental/Eifel: 60-65

LAENEN B., DREESEN R. & ROELANDTS I., 2002. Sequence-stratigraphic significance and comparative REE fractionation patterns of Rupelian glaucony concentrates and Famennian oolitic ironstones (Belgium). *Proceedings of the first Geologica Belgica International Meeting, Leuven, 11-15 September 2002*, Aardkundige Mededeingen, Leuven, **12**: 51-54.

MAYNARD J. B. & VAN HOUTEN, F. B., 1992. Descriptive model of oolitic ironstones: U.S. *Geological Survey Bulletin* 2004: 39-40.

MOORHOUSE W. W., 1959. Iron-rich sediments. In: *The study of rocks in thin section*. Harper & Row, Publishers, New York and Evanston: 386-390.

PRÉAT A., MAMET B., DE RIDDER C., BOULVAIN F. & GILLAN D., 2000. Iron bacterial and fungal mats, Bajocian stratotype (Mid-Jurassic, northern Normandy, France). *Sedimentary Geology*, **137**: 107-126.

ROBROEKS W., SIER M. J., KELLBERG NIELSEN T., DE LOECKER D., PARÈS J. M., ARPS C. & MÜCHER H. J., 2012. Use of red ochre by early Neandertals. *Proceedings of the National Academy of Sciences of the United States of America*, **109** (6): 1889-1894.

SCHOLLE P. A. & ULMER-SCHOLLE D. S., 2003. A color guide to the petrography of carbonate rocks. Grains, textures, porosity and diagenesis. *American Association of Palaeontologists and Mineralogists Memoir 77*: 474 p.

SIEHL A. & THEIN J., 1989. Minette-type ironstones. *In*: YOUNG T. P. & TAYLOR W. E. G. (ed.), *Phanerozoic Ironstones.* Special Publication **46**, Geological Society of London: 175-193.

STURESSON U., 1992. Volcanic ash: the source material for Ordovician chamositic ooids in Sweden. *Journal of Sedimentary Petrology*, **62** (6): 1084-1094.

STURESSON U., HEIKOOP J. M . & RISK M. J., 2000. Modern and Palaeozoic iron ooids - a similar volcanic origin. *Sedimentary Geology,* **136**: 137-146.

TEYSSEN T., 1989. A depositional model for the Liassic Minette ironstones (Luxemburg and France) in comparison with other Phanerozic oolitic ironstones. *In*: YOUNG T. P. & TAYLOR W. E.G. (ed.), *Phanerozoic Ironstones.* Special Publication **46**, Geological Society of London: 79-92.

TUCKER M., 2001. *Sedimentary petrology*. Third edition. Chapter 6. Sedimentary iron deposits. Blackwell Science: 182-193.

TUCKER M. & WRIGHT P., 1990. *Carbonate sedimentology*. Blackwell Scientific Publications, Oxford: 482 p.

VAN HOUTEN F. B. & BHATTACHARYYA D. P., 1982. Phanerozic oolitic ironstones – geological record and facies model. *Annual Review of earth and Planetary Sciences*, **10**: 441-457.

WIJNEN J., 2013. *Characterization of red ocher in the Dutch Linearbandkeramik. Chemical analysis of hematite –rich ironstones by XRF and HH-XRF.* Master Thesis, University of Leiden, Leiden, 1 vol.

WRIGHT V. P., 1992. A revised classification of limestones. *Sedimentary Geology*, **76**: 177-185.

YOUNG T. P., 1989. Phanerozoic ironstones: an introduction and review. *In*: YOUNG T. P. & TAYLOR W. E. G. (ed.), *Phanerozoic Ironstones.* Special Publication **46**, Geological Society of London: 10-25.

YOUNG T. P., 1993. Sedimentary Ironstones. *In*:

PATTRICK R. A. D. (ed.), *Mineralization in Britain*, Chapman & Hall: 446-489.

YOUNG T. P. & TAYLOR W. E. G. (ed.), 1989. *Phanerozoic Ironstones*. Special Publication **46**, Geological Society of London: 251 p.

Authors address:

Roland DREESEN
Éric GOEMAERE
Royal Belgian Institute of Natural Sciences
OD Earth and History of life
Geological Survey of Belgium
13, Jennerstraat
1000 Brussels (Belgium)
roland.dreesen@telenet.be
eric.goemaere@naturalsciences.be

Xavier SAVARY
Service d'Archéologie
du département du Calvados,
36, rue Fred Scamaroni,
14000 Caen (France)
xavier.savary@calvados.fr
&
Musée de Vieux-la-Romaine
13, Chemin Haussé,
14930 Vieux (France)

Anthropologica et Præhistorica, 125/2014 (2016) : 225-246

Analyse critique du protocole de caractérisation des hématites oolithiques mis en place dans le cadre du projet collectif de recherche sur *L'origine des hématites oolithiques exploitées durant la Préhistoire récente entre l'Eifel (DE) et la Normandie (FR)*

Hélène SALOMON, Éric GOEMAERE, Cyrille BILLARD, Roland DREESEN, Dominique BOSQUET, Caroline HAMON & Ivan JADIN

Abstract

***Critical analysis of the methodological approach, set up for the characterization of oolitic ironstones within the framework of the joint research project dealing with* The origin of oolitic ironstones used during early Prehistory from the Eifel area (DE) through Normandy (FR)**

The provenance of ferruginous coloring materials has long remained a poorly exploited research subject. However, as a result of various studies carried out at the end of the 19th century and in the past decade, different analytic approaches have enabled the reconstruction of the supply of these ferruginous rocks, in terms of management of the mineral resources, their mobility and the technological and cultural orientations underlying their implementation and further use. Different analytical protocols have been established, taking into account fundamental conservation constraints, e.g., whether it was possible or not to collect samples, to transport and alter archaeological remains or whether analyses should be exclusively non-invasive. Petrographical, mineralogical and chemical analyses, combined or separate, allowed the accurate identification of the raw materials and of their particularities within various chrono-cultural and geological contexts, subsequently leading to their differentiation. Only the links between the proved geological resources and the archaeological ferruginous artifacts still needed to be determined. Furthermore it had to be determined whether the supply, or even the extraction of the ferruginous materials reflected particular choices and whether the archaeological assemblages are representative of the outcrops or the result of an intentional selection. Moreover, if it is possible to demonstrate that such choices were made, research should focus on the reasons behind these choices: have these been triggered by the geological context or have they rather been driven by cultural (traditions, value of coloring materials), social (group organization) and economic (site function, trade networks and access to sources of raw materials) considerations?

The combined approach used in the framework of the collective research project 'The origin of hematitic oolitic ironstones exploited during the late prehistory (Belgium, Normandy, Eifel)' has allowed a high-resolution analysis, over a vast geographic area, of the exclusive sources of hematitic oolitic ironstones (OIS) available along the northern, northwestern and northeastern borders of the Paris Basin that were exploited by latest Mesolithic and Early Neolithic populations. This study has also allowed to locate the economic mineral areas and the regions of influence, as well as to identify OIS supply strategies and to suggest reasons for changes or continuity in the supply patterns of the raw materials. In particular, the research presented here supports the conclusion that Early Neolithic groups in Normandy were more selective than their latest Mesolithic predecessors, probably favouring the less weathered OIS layers. The OIS fragments recovered from the Early Neolithic sites in the Hesbaye-Dendre-Netherlands area, reflect a vast trade network between these 3 different regions, centered around outcrops near the Meuse river in the province of Liège. Inferred transport distances exceed 100 km, showing a possible control of the access to the raw material sources. Finally, our study has shown that there was no trade of hematitic oolitic ironstones between Normandy and the Belgium-Netherlands group.

***Keywords**: OIS, Macroscopic description, review analysis, X-ray Diffraction, PIXE, X-Ray fluorescence, Linear Pottery Culture, Early Neolithic, Hesbaye, Normandy.*

Mots-clés : OIS, description macroscopique, analyse critique, diffraction des rayons X, PIXE, fluorescence des rayons X, Rubané, Néolithique ancien, Hesbaye, Normandie.

1. INTRODUCTION

La recherche des provenances de matières colorantes ferrugineuses est demeurée longtemps un sujet de recherche peu exploré. Sous l'impulsion de travaux dispersés, menés ponctuellement - de manière devenue plus systématique cependant - depuis une dizaine d'années, différentes démarches analytiques ont permis de restituer les modalités d'acquisition de ces roches riches en oxydes de fer, en matière de gestion des ressources minérales, de mobilité et d'orientations techniques et culturelles à l'origine de leur mise en oeuvre et utilisation. Les différents protocoles ont intégré les analyses pétrographiques, minéralogiques et chimiques, combinées ou non, afin de dégager les « fiches d'identité » de ces matières et donc leurs particularismes dans des contextes chrono-culturels et géologiques divers, ouvrant ainsi la possibilité de les distinguer les unes des autres. Il reste à trouver des relations entre les ressources géologiques documentées et les vestiges archéologiques et donc de mettre en place une analyse des sources potentielles des matières premières, chapitre aujourd'hui indispensable de toute publication moderne. Et, pour aller plus loin, il convient de déterminer si la récolte, voire l'extraction, de matières ferrugineuses relevaient de choix, et de savoir si les assemblages archéologiques sont représentatifs des affleurements ou s'ils sont le résultat de tris sélectifs. Par ailleurs, s'il est possible de démontrer que de tels choix ont été opérés, l'interrogation porte ensuite sur les raisons de ces choix, à savoir s'ils ont été conditionnés par le contexte géologique ou s'ils ont été orientés par des considérations culturelles (traditions, valeur des matières colorantes), sociales (organisation des groupes) et économiques (fonction des sites, réseaux d'échange et accès aux gîtes de matières premières).

L'approche croisée adoptée dans le cadre du projet collectif de recherche « L'origine des hématites oolithiques exploitées durant la Préhistoire récente (Hesbaye, région des Sources de la Dendre, Normandie, Eifel) » a permis d'étudier, après évaluation des apports et limites des différentes méthodes d'observation et d'analyse, sur une vaste aire géographique et avec une grande résolution spatiale les seules sources d'approvisionnement en hématite oolithique (OIS) disponibles à la périphérie nord, nord-ouest et nord-est du Bassin parisien qui avaient été exploitées par les populations de la fin du Mésolithique et du Néolithique ancien.

2. DES MÉTHODES EN CONSTRUCTION POUR L'ANALYSE DES ROCHES RICHES EN HÉMATITE

2.1. Des pistes de recherche à peine envisagées durant plus d'un siècle

L'idée sous-jacente de l'identification des sources de matières premières utilisées dans le passé a pris corps dès le milieu du 19ème siècle car des chimistes et des géologues ont mis en évidence des propriétés pétrographiques et physico-chimiques des matières issues de contextes archéologiques qui pouvaient se révéler caractéristiques de sources de matières premières géologiques dont elles ont été extraites. C'est de cette manière qu'a été définie la notion d'empreinte ou signature des matières premières, correspondant à une série de caractéristiques propres à certaines matières acquises du fait de leur genèse et de leur évolution. Depuis moins d'une dizaine d'années, l'identification des sources de matières premières riches en oxydes de fer et de manganèse, qui servent à la fois de pigment depuis le Paléolithique jusqu'à nos jours mais aussi de minerais métalliques pour la sidérurgie à partir de la Protohistoire, est un champ d'investigation dynamique qui prend véritablement corps.

Les premières recherches sur les matières colorantes préhistoriques visaient à en déterminer la nature dans les représentations qui ornent les parois des grottes investies durant le Paléolithique supérieur. Ces travaux, dont certains amorcés avant même que l'art figuratif paléolithique sur parois n'ait été admis et reconnu par tous les spécialistes de la Préhistoire ancienne, ont posé les questions de leur nature et de leur provenance (Moissan, 1902, 1903 *;* Courty, 1902 puis Breuil & Carthaillac, 1906). La question de la provenance de ces pigments a quasiment disparu des travaux jusqu'à ce que soient menées en parallèle les premières grandes campagnes d'analyse et de caractérisation des mélanges pigmentaires des grottes ornées d'Altamira (Cabrera-Garrido, 1978) et de Lascaux (Ballet *et al.,* 1979). Mais les recherches géologiques de matières premières pour les comparer aux matières colorantes employées durant la Préhistoire n'ont été que peu entreprises.

Notons cependant l'intérêt régulier porté à ces matières en Belgique , tout comme aux Pays-Bas ou en Allemagne, qui remonte aux premières découvertes de sites préhistoriques. On peut relever qu'Édouard Dupont, géologue, s'était penché dans sa synthèse, intitulée « Les temps anténistoriques en Belgique. L'homme pendant les âges de la pierre dans les environs de Dinant-sur-Meuse », sur l'oligiste (terme alors employé pour parler d'hématite ou de roche riche en hématite). Celle-ci proviendrait, selon lui « des localités où on en fait une si grande exploitation dans les environs de Namur » et qui se retrouve dans bien des grottes de la Meuse moyenne (Dupont, 1871, 1872-73 : en autre 156-161). L'oligiste était un minerai de fer local et connu... dans les régions sidérurgiques ! Pour le Néolithique ancien de Belgique et même pour celui de l'Europe nord-occidentale, Marcel De Puydt décrivit les premières structures fouillées en Hesbaye dès 1888 de ce que l'on qualifia par la suite de Rubané (De Puydt, 1892, 1896). Il avait une claire conscience dès le début de ce qu'était l'oligiste et du fait que cette matière avait été exploitée durant la Préhistoire récente et ancienne (spécialement De Puydt, 1889 : 305, 1890 : 65, 1891 : 24, 1909). Entre les deux guerres, Joseph Hamal-Nandrin, premier Professeur de Préhistoire en Belgique, aidé de ses disciples et de ses confrères, reprit le flambeau mais, pendant des décennies, le même discours a ronronné. Ces auteurs signalaient en effet de l'oligiste travaillé sans plus de détail (Hamal-Nandrin *et al.*, 1936 : 36-37). La page était alors tournée en Belgique pendant plusieurs décennies... Et pourtant, en 1957, deux amateurs ont donné des résultats pointus - des analyses chimiques et microscopiques, à l'œil nu ou de sections polies – portant sur des roches riches en oxydes de fer mises au jour sur dix stations, permettant de distinguer l'hématite oolithique qui présentait les mêmes caractéristiques que les OIS locales et l'hématite non-oolithique induisant l'importation (Thisse-Derouette & Tomballe, 1957 : 173-179). En décrivant le bloc facetté et poli d'hématite oolithique trouvé dans le cimetière à crémation d'Hollogne-aux-Pierre, pesant « presque 2 kg », ces deux chercheurs amateurs ont même proposé que les OIS avaient été échangées sur de longues distances...

La question de la provenance des roches riches en (hydr)oxydes de fer de la Préhistoire (souvent appelées « ocres »[1]) n'a été pas la suite posée qu'à la toute fin des années 1970' par Frédérique Audouin-Rouzeau et Hugues Plisson qui effectuèrent un premier recensement des matières colorantes mises au jour sur les sites paléolithiques de France. Les chercheurs observèrent une correspondance entre les découvertes de matières colorantes ferrugineuses sur les sites archéologiques et les faciès d'altération des formations remontant au Crétacé moyen, marqués par des cuirasses ferrugineuses et manganeuses (le plus souvent démantelées, lenticulaires et résiduelles) et des argiles ferrugineuses (Audouin-Rouzeau & Plisson, 1982).

Dans la même perspective, Claude Couraud a remarqué qu'il pouvait y avoir une relation entre la proximité des sources d'oxydes de fer et de manganèse et la couleur des pigments utilisés dans les grottes ornées (Couraud, 1978 *;* Couraud & Laming-Emperaire, 1979). Ces premières observations fondées sur les descriptions des notices des cartes géologiques dressées par le Bureau de Recherches Géologiques et Minières (BRGM, FR), mais pas encore sur des observations de terrain ni sur la mise en place de référentiels géologiques, incitaient à déduire que les matières colorantes n'avaient pas été déplacées sur de grandes distances.

Malgré l'établissement de plusieurs inventaires de roches archéologiques riches en oxy(hydroxy)des de fer ou de manganèse sous forme solide (Audouin-Rouzeau & Plisson, 1982 *;* San Juan, 1990 *;* Demars, 1992), les efforts d'analyse des matières colorantes ont été dans un premier temps concentrés sur la caractérisation des mélanges picturaux dans l'art pariétal. Ces travaux

1 Le terme « ocre » est communément employé dans la littérature archéologique pour désigner toute matière colorante, qu'elle soit jaune, orangée ou rouge. Les géologues francophones, quant à eux, font référence à un grès glauconieux d'origine marine altéré en contexte continental sous un climat chaud et humide (Triat, 2011) et riche en kaolinite mais aussi en proportions variées de différents oxydes et hydroxydes de fer. Dans la littérature géologique anglophone, ce terme désigne plus généralement des faciès altérés de roche en contexte continental sous climat chaud et humide, c'est-à-dire des ferricrètes des altérites ferrugineuses plus ou moins indurées (Pain & Ollier, 1992). Ce terme ne permet donc pas d'englober toutes les roches riches en oxydes de fer susceptibles d'avoir été employées durant la Préhistoire, comme, par exemple les OIS.

étaient confrontés à un grand nombre de difficultés inhérentes à ce type particulier de vestiges. En premier lieu, la cohésion et la macrostructure de la roche pigmentaire d'origine sont perdues suite à sa réduction en poudre. Deuxièmement, les transformations de la matière première par d'éventuels mélanges volontaires avec d'autres ingrédients, tels que des charges minérales volontairement ajoutées ou des pollutions lors de la préparation, mais aussi par des processus taphonomiques (dues aux nombreuses interactions avec la paroi, aux fréquentations des hommes et des animaux) peuvent significativement modifier le signal de la matière première d'origine tant en terme de signature chimique que minéralogique. Et troisièmement, les très faibles quantités de matière déposée à la surface des parois ne donnent accès qu'à un très faible signal de la matière première. Les analyses ont été menées :

- soit sur des microprélèvements, pour lesquels les altérations sont difficiles à appréhender, moyennant l'accès à des appareillages très sophistiqués, (Menu & Walter, 1992 ; Chalmin *et al.,* 2004 ; Vignaud *et al.,* 2006 ; Feruglio *et al.,* sous presse). À partir de ces prélèvements, il a été possible de distinguer des « pots de peinture » (Menu & Walter, 1992) ou des gammes de matières premières différentes en fondant ces distinctions sur les associations de phases minérales ou d'éléments, la morphologie des cristaux et des amas de cristaux d'oxy(hydroxy)des de fer et la composition chimique élémentaire (Chalmin *et al.,* 2004 ; Vignaud *et al.,* 2006 ; Menu & Walter, 1992 ; Clot *et al.,* 1995) ;
- soit *in situ* sur les représentations elles-mêmes. Les analyses *in situ* présentent de très nombreuses contraintes dues aux conditions de travail (humidité, positionnement des appareillages), qui rendent difficile l'obtention d'un signal. Par ailleurs, les appareils portables, sont compacts et n'ont pas les performances d'équipements de laboratoire en ce qui concerne la résolution, les limites de détection et les gammes de phases ou d'éléments mesurés (Colomban, 2012). Quand les analyses *in situ* non invasives ont fonctionné, elles permettent d'identifier l'agent chromogène rouge ou jaune (le fer pour les analyses élémentaires par fluorescence des rayons X portable ou l'hématite ou la goethite pour les analyses par diffraction des rayons X ou les analyses par spectroscopie Raman et UV-Vis-IR), résultats tout à fait attendus pour ce qui est des pigments employés durant le Paléolithique. Les altérations post-dépositionnelles de la couche picturale ne sont pas encore bien mises en évidence ni comprises de même que leur influence sur le signal recueilli (Roldán *et al.,* 2010 ; Tournié *et al.,* 2011 ; Nuevo *et al.,* 2012 ; Bonneau *et al.,* 2012 ; Olivares *et al.,* 2013).

Pour ces nombreuses raisons limitatives, les différentes analyses des pigments employés dans l'art pariétal préhistorique n'ont pas permis de discuter les questions de modalité d'acquisition des matières premières colorantes employées dans ces contextes particuliers.

2.2. Avancées méthodologiques rapides ces dernières années

À partir de l'étude de larges collections archéologiques prenant comme point de départ la description des roches colorantes par leurs caractéristiques lithologiques, les matières colorantes solides ont pris une place centrale pour répondre aux questions de provenance (Weinstein-Evron & Ilani, 1994 ; Hovers *et al.,* 2003 ; Salomon, 2009 ; Dayet *et al.*, 2013 ; Pradeau *et al.,* 2014, 2016 : volume 2 ; Salomon *et al.,* 2014, 2015). Ces premières descriptions ont été suivies par une chaîne d'analyses et d'observations qui permettaient d'affiner la description des caractéristiques des différentes gammes de matières premières mises au jour sur les sites archéologiques.

En effet, les travaux développés montrent que la signature d'un affleurement est définie par ses caractéristiques lithologiques/pétrographiques (échelles macro- et microscopiques), minéralogiques (association de minéraux au sein de la roche) et géochimiques (proportion des éléments majeurs, mineurs et en traces). Les caractéristiques des matières premières sont donc dans un premier temps définies en identifiant le type de roche dont il s'agit. Lorsque les vestiges archéologiques de matières riches en oxydes de fer sont sous forme solide, même de petite taille, il est possible de les classer par grandes catégories de roche.

2.2.1. Apport des observations macro- et microscopiques

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 tra-

vailler sur tous les types d'assemblages archéologiques. Ces trois outils d'observation doivent être utilisés de manière complémentaire par le chercheur 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 vestiges archéologiques colorants sont enregistrés 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 par Duhnam (1962) et Folk (1962). Une grande partie des caractéristiques intrinsèques des roches colorantes sont ainsi restituées (Weinstein-Evron & Ilani, 1994 ; Young, 2000 ; Dayet *et al.,* 2013 ; Salomon *et al.,* 2014 ; Pradeau *et al.,* 2014, 2016 : volume 2). Les roches colorantes sont ainsi définies par leur nature, leur variabilité, leur genèse et leur évolution.

2.2.2. L'empreinte minéralogique

Le plus souvent complémentaire de l'analyse élémentaire, l'identification semi-quantitative des phases minérales 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 cristallines qui peut se révéler être un très bon indicateur de l'origine géologique de la roche analysée (Dayet *et al.,* 2013 ; Cavallo *et al.,* 2015a et b).

L'analyse minéralogique repose le plus souvent sur des mesures en diffraction des rayons X (DRX) qui est la méthode la plus utilisée, puisqu'elle permet de mener une analyse globale d'une poudre ou de blocs. Il n'est donc pas nécessaire de prélever ni de réaliser quelque modification de l'échantillon pour l'adapter à l'analyse. L'identification de ces phases se fait par référence à des bases de données très riches, alimentées depuis plus d'un siècle.

2.2.3. L'empreinte géochimique

Dans le domaine des analyses élémentaires, une recherche dynamique s'est développée ces dernières années, explorant les potentialités de différentes méthodes de géochimie tant invasives ou requérant la préparation irréversible d'échantillons telles que par activation neutronique - INAA (Popelka-Filcoff *et al.,* 2007, 2008 ; Kiehn *et al.,* 2007 ; Eiselt *et al.,* 2011 ; MacDonald *et al,* 2011 ; MacDonald *et al.,* 2012), spectrométrie à fluorescence de rayons X dispersive à longueur d'onde - WDXRF (Jercher *et al.*, 1998 ; Gil *et al.*, 2007) et torche plasma - ICP-AES, ICP-OES, ICP-MS (Attard Montalto *et al.*, 2012 ; Iriarte *et al.,* 2009 ; Jezequel *et al.,* 2011 ; Moyo *et al.,* 2016 ; Román *et al.,* 2015) voire micro-destructives par LA-ICP-MS (Green *et al.*, 2007 ; Scadding *et al.,* 2015) que non invasives et en surface des échantillons par fluorescence des rayons X - XRF, fluorescence des rayons X portable - p-XRF ou HH-XRF (Young, 2000 ; Dayet *et al.,* 2014) et faisceau de particules - PIXE (Erlandson *et al.*, 1999 ; Creagh *et al.*, 2007 ; Green *et al.*, 2007 ; Bernatchez, 2008 ; Salomon *et al.*, 2012 ; Nel *et al.*, 2010 ; Beck *et al.*, 2011, 2012 ; MacDonald *et al.*, 2011 ; Mathis *et al.,* 2014). Ces différentes mesures visent à doser les teneurs en éléments ciblés sur les matières que l'on étudie avec plus ou moins de précision selon les équipements et selon les éléments dosés.

En théorie, certains éléments, piégés dans les roches, peuvent se révéler être des indicateurs discriminants. La méthode mise en place par R. Popelka-Filcoff (Popelka-Filcoff *et al.*, 2007, 2008) est fondée sur la recherche des interdépendances de certains éléments avec le fer. De telle sorte qu'en rapportant les teneurs de ces éléments au fer (sous la forme de logarithmes centrés sur le fer), les données ne sont plus tributaires de la grande variabilité de la teneur en fer d'un bloc à l'autre au sein d'une même formation géologique ou d'une zone à l'autre d'un bloc. Ce principe tient au fait que les roches ferrugineuses contiennent des métaux de transition et certaines terres rares, car le «comportement» chimique de ces éléments sont proches, c'est-à-dire qu'ils sont solubilisés et précipitent dans les mêmes conditions physico-chimiques (T, red-ox) (par ex. Beauvais, 1989 ; Blot, 2002, 2004).

Les oxydes de fer présentent ainsi une forte affinité chimique avec les métaux de transition, en particulier avec le vanadium, le chrome, le manganèse, le cobalt, le nickel, le cuivre, le zinc, l'arsenic, le molybdène et l'antimoine, ce qui explique que, fréquemment, la teneur de ces éléments est corrélée à la teneur en fer. De plus, dans le cas des altérites ferrugineuses, les rapports de teneurs élémentaires dans la roche-mère sont le

plus souvent conservées dans les faciès altérés, mais dépendant aussi des conditions d'altération auxquelles la roche a été exposée (Smith & Pell, 1997 ; Smith & Fankhauser, 2009 ; Popelka-Filcoff *et al.,* 2012).

Bien que la constitution de référentiels géologiques soit encore insuffisante, l'accroissement des sources potentielles documentées permet d'appliquer cette démarche à de nombreuses roches ferrugineuses prises dans des contextes divers aux États-Unis, au Canada, au Pérou, en Australie, au Malawi, en France et en Belgique (Creagh *et al.*, 2007 ; Popelka-Filcoff *et al.*, 2008 ; Nel *et al.*, 2010 ; Eiselt *et al.,* 2011 ; MacDonald *et al.,* 2012 ; Popelka-Filcoff *et al.,* 2012 ; Zipkin *et al.,* 2015 ; Beck *et al.,* 2012 ; Mathis *et al.,* 2014 ; Dayet *et al.,* 2015 ; Goemaere *et al.,* 2016 a et b : ce volume). Documentant des formations géologiques à grande extension géographique, ces travaux ont permis de restituer une carte chimique des roches riches en oxydes de fer à grande échelle. Cependant, dans des contextes géologiques contrastés renfermant de nombreuses unités stratigraphiques à roches riches en (oxydes de) fer (formations, membres, bancs remarquables), le nombre d'échantillons est alors très élevé et ils deviennent difficiles à caractériser par les méthodes géochimiques compte-tenu du grand nombre d'échantillons à traiter. De plus, à l'image de l'environnement minéral, les corpus archéologiques révèlent, dans de nombreuses situations, des effectifs élevés de matières premières et d'objets à caractériser. De telle sorte que chaque site et environnement doivent faire l'objet d'un échantillonnage et d'une démarche propre, ajustée et adaptée aux différentes contraintes des matières exploitées durant le passé, des matières disponibles actuellement au niveau des formations géologiques et de leur propension à être discriminées par des analyses géochimiques.

Par conséquent, pour identifier les sources de matières premières riches en oxydes de fer, il convient de référencer de nombreuses sources potentielles au sein des formations qui livrent de telles matières en prenant en considération leurs variations verticales et horizontales.

Si l'essentiel des travaux présentés ci-dessus comparent entre elles les sources de matières riches en oxydes de fer en étudiant les teneurs des éléments traces rapportés au fer, pour affiner notre perception des groupes, les mêmes analyses peuvent aussi être réalisées sur les éléments qui « tracent » les autres phases minérales (telles que les carbonates de calcium, les phyllosilicates, etc.).

L'origine d'ocres (ici une roche riche en oxydes de fer mêlés à du quartz et des minéraux argileux) a été aussi recherchée par l'étude du rapport isotopique $^{18}O/^{16}O$ ($\delta^{18}O$) dans les grains de quartz contenus dans ces ocres. Comme les sédiments résultent de l'érosion des roches-mères, les grains de quartz, qui en sont issus et qui sont associés aux sédiments, confèrent à ces derniers un rapport caractéristique. Il a été montré qu'un grand nombre de mesures sur des ocres de gîtes actuellement connus permettent de définir une valeur caractéristique d'une zone d'exploitation. Ces analyses fonctionnent à grande échelle, en Australie (Smith & Pell, 1997).

Les différentes analyses présentées précédemment posent comme postulats (Wilson & Pollard, 2008) que :
- certaines caractéristiques élémentaires (et/ou isotopiques) de la matière première géologique sont conservées au sein des matières exploitées par les hommes du passé ;
- ces caractéristiques varient d'une source géologique à l'autre (sources qui étaient accessibles dans le passé) et que ces différences peuvent être mises en relation avec des lieux géographiques. Par conséquent, les variations inter-sources doivent être plus importantes que les variations intra-sources ;
- ces caractéristiques peuvent être mesurées dans les vestiges archéologiques avec suffisamment de précision pour discriminer les sources géologiques potentielles ;
- il n'y a pas eu de transformation de la matière première (telle que des mélanges de différentes matières ou un traitement thermique qui permet de transformer par déshydratation de la goethite [hydroxyde de fer jaune brun] en hématite [oxyde de fer rouge]) durant la chaîne opératoire ou bien ces modifications peuvent être prises en compte ;
- les processus post-dépositionnels en contexte archéologique ont soit une influence négligeable, soit leur influence peut être détectée et contournée.

Le développement récent et rapide de méthodes d'identification des matières premières

riches en oxy(hydroxy)des de fer exploitées durant la Préhistoire a été rendu possible par des approches à plusieurs échelles combinant différents moyens d'investigation. Les résultats les plus prometteurs sont donnés par les travaux qui associent l'analyse de la roche elle-même par pétrographie – lorsqu'elle est présente sur les sites archéologiques – et la caractérisation géochimique en parallèle d'une documentation précise des différentes formations géologiques susceptibles d'avoir été exploitées à l'échelle régionale. Le choix des analyses menées est gouverné par une combinaison de facteurs, dont les plus importants sont la gamme d'éléments mesurés et la précision des mesures, d'une part, l'accessibilité et le coût des analyses, d'autre part, et enfin, la possibilité de modifier, voire de détruire partiellement l'échantillon. Pour définir une démarche idoine, ces différentes méthodes, présentant chacune des avantages et des limites analytiques, sont confrontées en fonction de la nature des matières premières à caractériser et de la nature des échantillons (roches solides, poudres, poudres appliquées), en fonction des questions posées et de la diversité des matières premières dans les corpus archéologiques et dans l'environnement géologique.

Un bémol doit cependant être mis car les méthodes de mesure varient beaucoup d'un appareillage à un autre de telle sorte que les comparaisons d'une étude à l'autre ne sont pas encore possibles, en particulier si l'on n'utilise pas les mêmes protocoles de mesures de préparation et d'échantillonnage et les mêmes échantillons de référence.

En effet, les concentrations élémentaires ne sont pas toutes dosées avec la même précision, certaines n'étant pas mesurées avec certains dispositifs analytiques. De ce fait, le croisement des différentes méthodes est rendu nécessaire et justifie que soient décrites et documentées les caractéristiques pétrographiques, cristallographiques et élémentaires des matières premières.

3. Le PCR sur les OIS : bilan du protocole analytique

Dans le cadre du projet « hématite », les résultats issus des différentes méthodes employées ont été croisés afin de décrire les variations horizontales et verticales des formations à OIS sur un axe est-ouest dans le nord-ouest de l'Europe, entre l'Eifel (DE) et la plaine de Caen (FR), et de restituer une image de leurs affleurements durant la Préhistoire récente.

3.1. Les gisements géologiques

Dans la partie nord-ouest de l'Europe, les sources d'hématite oolithique sont des gisements géologiques d'âges différents affleurant en Belgique (Lochkovien, Givetien, Frasnien et Famennien, Aalénien-Bajocien), en Normandie (Ordovician), au Grand Duché du Luxembourg (Aalénien-Bajocien) et dans l'Eifel (Emsien-Eifelien). Leurs contextes géologiques, lithostratigraphiques, structuraux et paléoenvironnementaux des OIS, ainsi que leurs caractéristiques chimiques générales et leur attribution à un des trois types d'hématites oolithiques (OIS) définis par les géologues ont été largement décrits dans cet ouvrage. La large majorité d'entre eux a été utilisée à des époques diverses comme minerais de fer pour la production de fer et d'alliages fer-carbone jusqu'au 20ème siècle.

Si les cartes géologiques donnent des extensions latérales (relativement) importantes, la réalité est plus complexe, car ces cartes ne tiennent pas compte des dépôts quaternaires (hormis les alluvions modernes et récentes), souvent épais (les lœss peuvent atteindre plus de 10 m d'épaisseur en Hesbaye liégeoise). Les couches d'OIS des séries siluriennes, dévoniennes ou jurassiques sont recouvertes en de nombreux endroits par des dépôts quaternaires (sols, lœss, limons, dépôts de pente, colluvions et alluvions) qui les cachent généralement à l'observation. Pour l'ensemble de ces gisements, les affleurements d'OIS sont rares, spatialement de faible emprise et généralement limités aux vallées qui entaillent suffisamment profondément les formations géologiques meubles récentes pour atteindre les séries les plus anciennes. Les affleurements des séries paléozoïques (OIS dévoniennes et siluriennes) sont accessibles sur les flancs des plis et les couches se répètent donc en fonction du type de déformation régionale. La largeur d'une couche à l'affleurement dépend non seulement de son épaisseur (une couche verticale de un mètre d'épaisseur affleure sur un mètre de largeur seulement) mais aussi de son inclinaison (les couches horizontales ont de grandes zones d'affleurement à condition qu'elles soient suffisamment résistantes à l'érosion pour être mises

en relief ce qui n'est valable que pour les séries horizontales du Jurassique). Dans les versants de vallées, l'érosion peut dégager des affleurements de faible amplitude mais les colluvions peuvent aussi les masquer. Les surfaces disponibles sont par conséquent remarquablement limitées, n'apparaissant que sur quelques dizaines de mètres carré dans certains cas de figure. La fréquentation des berges des cours d'eau a sans aucun doute facilité la découverte de ces gisements. La couleur rouge des OIS paléozoïque pigmente de rouge le sol qui se développe au droit des couches et contraste avec les couleurs des roches encaissantes, généralement verdâtres et des sols brunâtres qui se développent sur eux. La recherche des couches d'OIS, faiblement enfouies dans le sol, peut donc se faire en repérant les sols de couleur rouge. Une fois repérées, une tranchée peut être ouverte et les couches suivies en profondeur ou selon leur extension latérale. Enfin, le dernier facteur réside dans l'état de fraîcheur (cohésion du matériau) ou d'altération du matériau (désagrégation, désolidarisation des constituants, altération du liant argilo-siliceux, dissolution du ciment carbonaté ou des fossiles).

Ces conditions d'affleurement (faible surface disponible, bonne accessibilité dans les vallons les plus profonds, couleurs spécifiques des altérites) sont communes aux gisements bas-normands, de l'Eifel et à ceux de la Hesbaye. Ces sources d'hématite belges et normandes, sollicitées au Néolithique, ont également été très recherchées à d'autres périodes et nombre d'entre elles furent en partie détruites par les exploitations ultérieures, liées aux activités métallurgiques particulièrement intenses depuis le Moyen Âge.

3.2. Les sites de consommation

Les sites de consommation d'hématite oolithique les plus proches de ces sources sont particulièrement nombreux au Néolithique ancien. Une trentaine de sites d'habitat rubanés et blicquiens a été étudiée en Hesbaye liégeoise, aux sources de la Dendre (dans la région d'Ath) et sur quelques occupations situées sur la Petite Gette en Brabant flamand.

Les neuf sites néolithiques en Hesbaye et les quatre en Hainaut comptent 328 pièces en OIS, soit entre 1 et 34 objets par maison (voir Bosquet *et al.*, 2016 : ce volume, fig. 3). L'utilisation d'OIS est documentée par la présence de blocs utilisés et par des résidus de poudre colorante, notamment sur les outils de broyage et concassage retrouvés principalement dans les fosses détritiques des habitats mais également dans la seule tombe bien documentée en Belgique à ce jour. Le macro-outillage montre que l'hématite a été transformée par concassage (concasseurs) et/ou broyage (meules) selon la granulométrie recherchée. L'hématite a également été utilisée sous forme de poudre lors d'actions de polissage de probables outils en matières dures animales (polissoirs), ou a été appliquée sur des matières souples comme par exemple des peaux (molettes de friction). D'autres roches rouges non oolithiques sont présentes à titre subsidiaire mais leur présence pose la question de leurs usages. Y a-t-il une palette de couleurs plus large ? Dans l'état actuel des recherches, on peut juste observer des nuances colorimétriques mais aussi des contenus minéraux et des propriétés mécaniques différents (dureté, cohésion, couleur, régularité) et très probablement des propriétés physico-chimiques différentes entre les OIS et les non-OIS ouvrant la possibilité d'usages correspondant aux différents types de poudre rouge. Par ailleurs, les hydroxydes de fer jaunes ou bruns peuvent être convertis par chauffage en oxydes de fer rouge.

En Basse-Normandie, le corpus est plus réduit et la mise en évidence d'une exploitation d'hématite oolithique est plus récente, avec notamment la fouille du site de Colombelles « Le Lazzaro ». Sur ce site, qui totalise 148 objets en hématite oolithique dont 20 abrasés, l'utilisation de cette matière première colorante est attestée par des plages nivelées ou abrasées sur les faces et arêtes des blocs. Au sein de l'outillage macrolithique, des outils de percussion de type « marteaux-enclumes », ont été utilisés pour le broyage d'hématite. D'autres objets similaires découverts sur des sites de l'extrême fin du Mésolithique ou du Néolithique ancien/moyen sont venus compléter le corpus d'étude.

3.3. Résultats du protocole analytique

Les contributions réunies dans le présent volume illustrent les résultats des observations et analyses aux différentes échelles de la macrostructure à la signature géochimique d'un large échantillonnage archéologique et géologique.

Les premiers travaux ont été consacrés à la mise en place d'une grille de lecture qui permettait de faire correspondre les observations macro- et mésoscopiques en surface des échantillons archéologiques et géologiques avec les caractéristiques des OIS observées au microscope pétrographique. Ces premières descriptions, réalisées sur l'ensemble du corpus archéologique et géologique, ont ensuite été confrontées aux résultats des analyses structurales par diffraction des rayons X (diffractométrie de poudres sur roche totale et diffractométrie sur la fraction argileuse) et des analyses élémentaires par fluorescence des rayons X portable, LA-ICP-MS et par faisceau d'ions (PIXE). Les différentes caractéristiques minéralogiques et élémentaires mesurées ont ainsi pu être expliquées par la connaissance de la nature des OIS et de leurs évolutions dans les différentes séquences géologiques.

3.3.1. Observations mésoscopiques : morphologie et taille des ooïdes

La simple observation macro- et mésoscopique est évidemment non destructive par nature. Nos recherches ont montré que les différentes entités porteuses d'OIS géologiques de Basse-Normandie, de Belgique (hors Gaume), du Grand-Duché de Luxembourg (Gutland ou Lorraine luxembourgeoise), de Lorraine française et de l'Eifel sont aisément distinguables les unes des autres, permettant d'attribuer sans doute aucun les artefacts à ces différentes entités géographico-géologiques. C'est vrai tant pour des artefacts bruts que pour des objets archéologiques dont les surfaces ont été abrasées ou polies durant la Préhistoire. Par contre, au sein d'une même entité, il est beaucoup plus difficile (voire impossible) de séparer macroscopiquement et/ou mésoscopiquement, les différents sites d'affleurement connus dans chaque entité car les petites différences, si elles existent, ne sont pas ou peu perceptibles, y compris pour un oeil exercé. Les critères sont liés à la couleur des matériaux, à la forme et à la taille des ooïdes, à la nature de la matrice et/ou du ciment, à la présence (ou non) et au type de fossiles, à la présence de lithoclastes. Sur le plan macro- ou mésoscopique, peut aussi être déduit le degré d'altération atmosphérique de l'artefact et donc d'approcher si le matériel a été prélevé à l'affleurement ou extrait de creusements en tranchée ou galerie. Les couches d'OIS dévoniennes belges sont nombreuses (différents niveaux stratigraphiques et large extension géographique, d'ouest en est, sur un axe Sambre-Meuse-Vesdre - et affluents - et se répètent dans l'espace à la faveur de la tectonique régionale. Les différences entre les dépôts témoignent de paléo-bathymétries et de distances différentes par rapport au rivage du paléo-continent. Ces différences paléogéographiques permettent alors au géologue d'attribuer un échantillon d'OIS archéologique à une partie du bassin !

Enfin, nos observations macroscopiques permettent d'exclure les OIS dévoniennes de l'Eifel comme source potentielle de matériau pour les établissements danubiens du Limbourg néerlandais, de la Moyenne Belgique, de la Lorraine française et luxembourgeoise et de la Basse-Normandie. L'examen des OIS sous la loupe binoculaire permet déjà de dégager un grand nombre de caractéristiques fondamentales des matières premières et de les rapprocher de sources. Cette détermination est précisée par des examens à plus forts grossissement afin d'affiner la résolution spatiale des affleurements de matières premières compatibles avec celles qui ont été exploitées durant le Néolithique et le LBK.

3.3.2. Microscopie sur lame mince : description des micro-faciès

L'observation des lames minces en lumière transmise polarisée permet de décrire les micro-faciès et de mettre en évidence les variations de roches au sein de chaque séquence géologique. Ces observations confirment les observations et descriptions macro- et mésoscopiques, mais aussi enrichissent ces dernières par la mise en place d'une classification des hématites oolithiques en caractérisant les microfaciès. À partir des critères de formes et de dimensions, nous avons pu établir que les faciès de l'Ordovicien (Basse-Normandie) sont plutôt homogènes et bien classés, constitués d'ooïdes « vraies » aplaties (type *flaxseed*), de diamètre généralement inférieur à 500 µm. La matrice est composée des phases minérales principales que sont la sidérite, la chlorite et accessoirement le quartz. Les faciès du Dévonien inférieur et moyen de l'Eifel sont, quant à eux, moins bien classés, avec des ooïdes grossières de 200 à 10 000 µm de diamètre (moyenne 1000 µm), une matrice carbonatée avec de nombreux bioclastes, lithoclastes, intraclastes et oncoïdes ferruginisés. Enfin, le faciès du Dévonien su-

périeur (Famennien) des Ardennes belges est bien à mal classé, à composition mixte d'ooïdes de type flaxseed et de fragments de fossiles, et dominé par des ooïdes et des micro-oncoïdes ferruginisés : la taille des grains varie de 200 à 5 000 µm (moyenne à 500 µm). Des différences notables s'observent entre les faciès proximaux et distaux des gisements notamment en ce qui concerne la matrice à dominante détritique pour les faciès proximaux et carbonatée pour les faciès distaux.

Les critères de différenciation des trois groupes principaux d'hématite oolithique apparaissent donc pertinents pour une grande partie du corpus à l'échelle mésoscopique et ils ont été précisés par l'analyse de lames minces. Largement contrastées, les hématites normandes, belges et de l'Eifel se différencient facilement. L'observation au microscope polarisant, si elle nécessite une préparation très invasive des échantillons, apparaît néanmoins être une méthode de premier choix pour la reconnaissance des hématites oolithiques, après un échantillonnage raisonné fondé sur des observations sous la loupe oculaire ou la loupe binoculaire. Ces investigations ont été complétées par des analyses structurales invasives par diffraction des rayons X afin d'affiner les critères de distinction entre les OIS issues des différentes formations géologiques. Et enfin, de manière à généraliser ces observations à un grand nombre d'objets du corpus, des analyses élémentaires micro-invasives voire non invasives ont été menées.

3.3.3. Analyses minéralogiques par DRX : ubiquité des phases minérales

L'identification des phases minérales associées aux oxy(hydroxy)des de fer a permis d'enregistrer dans certains cas d'étude une véritable empreinte de la matière première (Dayet *et al.*, 2013, Cavallo *et al.,* 2015a et b). Pour les OIS de notre étude, la diffraction des rayons X (DRX) semble apporter peu d'informations supplémentaires par rapport aux autres méthodes, qu'elle ait été orientée vers l'identification et la quantification des phases cristallines majoritaires (sur poudres de roches totales) ou de la fraction argileuse (inférieure à 2 µm). En effet, sur cette dernière, certaines phases sont ici délicates à discriminer telles que la chamosite confondue avec la kaolinite, la berthiérine et la septochlorite. La DRX sur roches totales permet toutefois de qualifier les phases porteuses du fer (sidérite, calcite ferrifère, chlorites, chamosite-berthiérine, hématite, goethite) et de différencier les OIS paléozoïques des OIS mésozoïques, mais aussi d'aborder le degré de fraîcheur des matériaux, car plusieurs phases porteuses du fer sont en effet sensibles aux processus d'altération atmosphérique (mais aussi thermique).

Par ailleurs, si les micas (qui caractérisent les OIS famenniennes du Synclinorium de Namur) sont visibles à faible grossissement, leur rareté comparée aux autres phases minérales en présence en masque le signal, ce qui fait qu'ils ne sont pas ou rarement détectés par DRX.

Ce type d'analyse, bien qu'informatif tant sur le plan de l'origine géologique que de l'évolution des dépôts géologiques d'OIS, reste très invasif et ne peut être généralisé à l'ensemble des pièces dont la détermination fait l'objet d'incertitudes après examen mésoscopique. Elle n'apporte pas non plus d'information supplémentaire après observation des lames minces en microscopie optique. Si un doute persiste sur la présence de certaines phases minérales après observation au microscope optique polarisant, le contrôle pourrait se faire en privilégiant les analyses qualitatives et semi-quantitatives par EDS au microscope électronique à balayage ou qualitatives en employant la µ-Spectrométrie Raman. Ces deux dernières méthodes ont l'avantage d'être rapides et peu ou pas invasives.

3.3.4. Quelle empreinte géochimique ? Variations latérales et verticales

3.3.4.1. Larges corpus analysés en fluorescence des rayons X portable

La fluorescence des rayons X portable permet une analyse quantitative et qualitative des éléments majeurs et mineurs. Quelques éléments traces sont par ailleurs mesurés, mais trop souvent au voisinage ou sous les limites de détection, ce qui rend ces résultats inutilisables pour des comparaisons. Les dispositifs compacts portables sont couramment utilisés aujourd'hui car ils ne requièrent aucun prélèvement ou déplacement des vestiges archéologiques. Le grand nombre d'analyses réalisées en un temps court permet de caractériser non seulement une grande quantité de références géologiques mais aussi un large corpus d'objets archéologiques. Si le temps d'acquisition est court (2-3 min par point

d'analyse environ), d'une part, et d'autre part, l'accès à de tels appareils et leur utilisation sont peu contraignants, la faible précision des quantifications peut limiter considérablement l'interprétation des résultats. En particulier, la fluorescence des rayons X est reconnue pertinente dans les quantifications des éléments du titane (Ti) au niobium (Nb). Cet outil est en effet plus adéquat pour la détection des éléments lourds que des éléments légers (Shackley, 2011). De ce fait, il y a une surévaluation des éléments métalliques au détriment des éléments alcalins et des alcalino-terreux. Les éléments comme le sodium, le magnésium, l'aluminium, le silicium, le potassium et le calcium (Na, Mg, Al, Si, K et Ca) sont relativement mal dosés. Or les OIS sont des roches sédimentaires, certes riches en fer, mais aussi porteuses de différents phyllosilicates, de quartz, feldspaths et/ou de carbonates riches en alcalins et alcalino-terreux dont la présence, la composition chimique variable et les proportions relatives reconnues par les autres méthodes décrites précédemment sont justement fondamentales pour discriminer les sources. Des phases présentes en faible proportion peuvent échapper à l'analyse.

Pour l'analyse des OIS, dont la composition et les macro- et microstructure sont très hétérogènes (contrastes élevés), cette méthode d'analyse offre l'avantage de moyenner la mesure de la teneur des éléments sur une surface d'environ 1 cm^2 mais pour une profondeur variable en fonction de la géométrie de la surface analysée et des éléments mesurés. Afin d'apprécier la variabilité compositionnelle en éléments majeurs et mineurs contenus dans les OIS, cette méthode s'avère alors très efficace compte tenu du grand nombre d'analyses réalisées, car elle donne accès à des résultats statistiquement représentatifs. En complément des caractérisations par pétrographie et DRX, les associations d'éléments prennent leur sens sur le plan de la genèse et de l'évolution de la roche au sein des séquences théoriques d'OIS précédemment documentées. En particulier, les rapports de phases – oxy(hydroxy)des de fer, détritiques, phosphates et carbonates de calcium – sont des indicateurs de la position stratigraphique ou horizontale des affleurements exploités, ce qui permet de définir des aires géographiques d'approvisionnement.

L'outil a permis de distinguer les grands domaines, confirmant les observations par les autres méthodes. En revanche, il est quasi impossible de comparer les résultats issus d'équipements différents, de telle sorte que les résultats des analyses présentés dans ce volume n'ont pu être confrontés aux résultats analytiques obtenus sur les OIS mis au jour aux Pays-Bas (Wijnen, 2013) sur des établissements rubanés. En effet, les traitements statistiques des données créent des groupes liés autant aux appareillages qu'aux sources différentes[2] (Fig. 1) ! Si la publication des résultats reste importante, il est quasi impossible d'intégrer ces résultats à une autre recherche menée dans un autre laboratoire avec un autre équipement.

Par ailleurs, toute XRF doit impérativement être calibrée en fonction de la matière première analysée en utilisant des standards internationaux, caractérisés par d'autres moyens (PIXE, ICP-MS, INAA) (Shackley, 2012).

3.3.4.2. Grande précision des quantifications par LA-ICP-MS

La méthode d'analyse par LA-ICP-MS a pour avantage de ne détruire que quelques microgrammes de matière en ne laissant qu'un orifice d'environ 100 microns à la surface de l'objet analysé. Cette méthode peut être qualifiée de non destructive et permet d'établir une carte d'identité chimique des échantillons en quantifiant plus de 50 éléments dont une vaste gamme d'éléments-traces, dont, notamment, les terres rares, qui sont particulièrement inféodées à la formation des phosphates et carbonates de calcium présents dans les OIS. Bien que micro-destructive, cette méthode n'a pas pu être généralisée au vaste corpus géologique et archéologique de la présente étude, du fait du coût élevé des analyses. Il n'en reste pas moins que la signature en terres rares dans les phosphates et carbonates est bien marquée et permet de faire des rapprochements entre certaines sources et certains objets archéologiques. Pour une définition de la signature des différents faciès géologiques et des pièces archéologiques et établir des abaques de dé-

2 Plus délicat encore, nous avons pu observer que des séances d'analyses décalées dans le temps et séparées par un entretien ont ainsi fourni des résultats proches pour de nombreux éléments et très différents pour d'autres (par exemple pour le vanadium). L'utilisation de diagrammes binaires ou tertiaires utilisant le vanadium discerné par l'analyse multivariée mettant en évidence les deux séances d'analyses et non des groupes de matériaux différents.

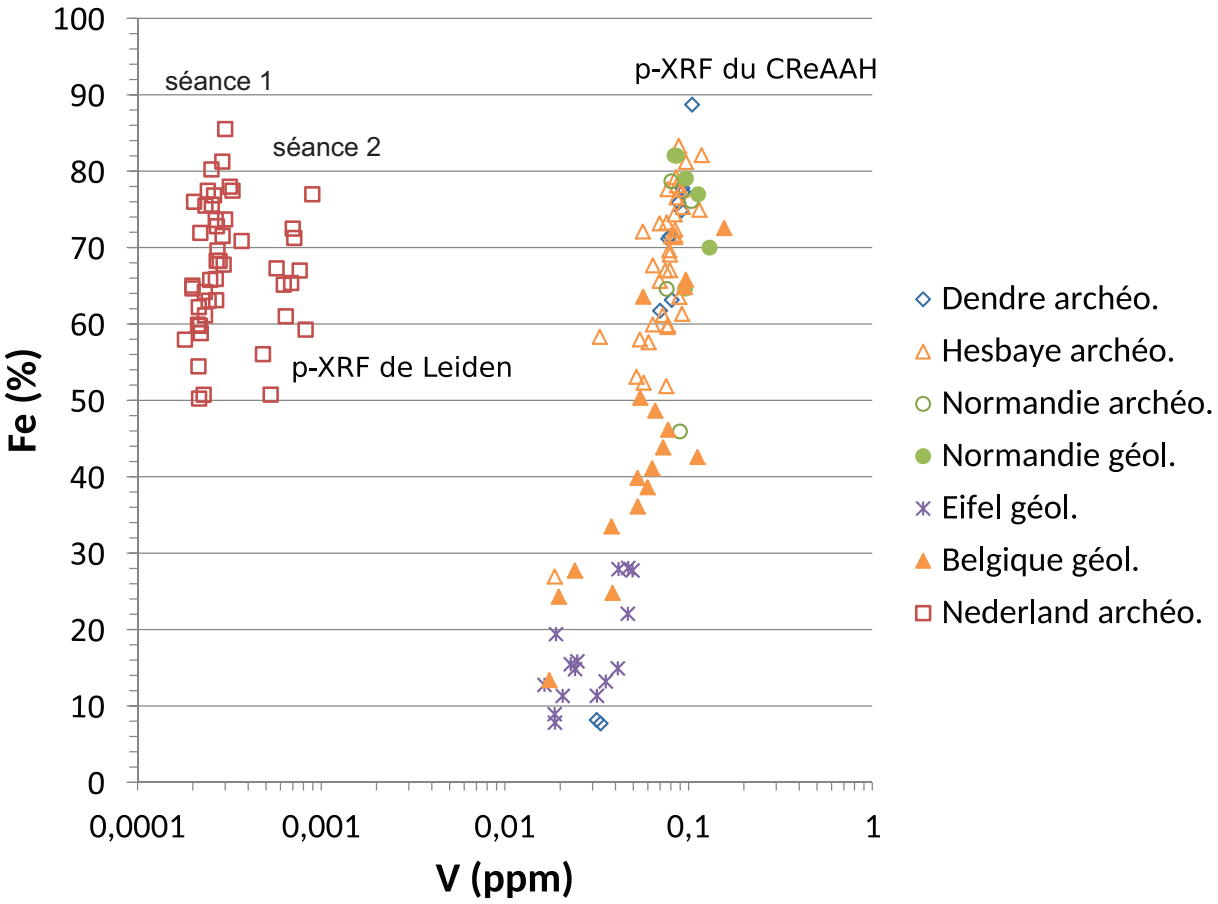


Fig. 1 – Teneurs du fer et du vanadium (ce dernier sur une échelle en log10) pour comparer les divergences entre les XRF portables employées à Leiden (Wijnen, 2013) et au CReAAH. Par ailleurs, les teneurs en vanadium mesurées avec l'appareil de Leiden montrent un saut qui traduit le changement du tube à rayons X en cours de campagne d'analyse. De ce fait, les analyses ne sont pas comparables d'une étude à l'autre.

Fig. 1 *– Iron and vanadium contents (the latter on a scale in log10) in order to compare the different results obtained with the HH-XRF used in Leiden (Wijnen, 2013) and that in CReAAH. Besides, the vanadium contents measured with the Leiden device, show a shift that is related to the change of the X-ray tube during the analysis campaign. Therefore, the analysis results are not comparable.*

termination des matières premières, ces analyses mériteraient d'être généralisées à un plus grand nombre d'échantillons. Cette méthode est particulièrement bien adaptée aux roches homogènes et à grains fins dont on veut étudier la matrice ou le ciment. Elle a été appliquée avec succès aux OIS archéologiques et géologiques de Basse-Normandie. Elle n'a pas été appliquée aux OIS de Hesbaye faute de temps et de moyens. Vu la plus forte hétérogénéité et la granularité plus élevée des OIS belges, il eut été nécessaire de multiplier les analyses pour chacune des phases et chercher la ou les phases porteuses du signal le plus discriminant pour distinguer les sources.

3.3.4.3. Quantification élémentaire par PIXE pour rapprocher des microfaciès

La seule analyse quantitative élémentaire qui mesure la teneur en éléments majeurs, mineurs et traces présents dans les OIS et menée en série sur la collection a été réalisée en PIXE afin de chercher à mettre en évidence d'éventuelles relations de corrélation entre la teneur en fer et la teneur en certains éléments traces ou minoritaires au sein de différents échantillons, selon la même logique suivie au cours des travaux de R.S. Popelka-Filcoff (2008), ou entre des éléments mineurs ou traces et des éléments marqueurs d'autres

phases minérales, telles que les carbonates et les phosphates de calcium et magnésium et les phyllosilicates. En mesurant les teneurs en éléments majeurs, mineurs et certains éléments traces, au moins en trois points sur chaque échantillon, de telles relations peuvent être mises en évidence. Si la largeur du faisceau d'ions est petite (de l'ordre de 500 µm), la multiplication des points analysés permet de s'affranchir de la contrainte imposée par l'analyse ponctuelle de roches hétérogènes à texture grossière.

Plusieurs campagnes d'analyses ont été menées sur un échantillonnage progressif, ajusté en fonction des résultats préliminaires, de la faisabilité des analyses, de leur charge informative et en fonction des contraintes des roches à analyser.

Les hématites oolithiques sont caractérisées par trois pôles minéralogiques : les oxydes de fer, les minéraux détritiques (quartz et minéraux des argiles : SiO_2, Al_2O_3, K_2O) et les carbonates et phosphates (CaO, P_2O_5) liés à un ciment riche en (fragments de) fossiles. En fondant l'analyse des résultats sur les rapports de phases, il est possible de restituer les variations de faciès au sein des formations géologiques documentées et de restituer une image de microfaciès d'OIS qui ont été exploités selon les périodes et sur les différents sites mésolithiques et néolithiques. En effet, les OIS présentent des degrés d'altération différents et d'importantes variations latérales et verticales. Ces altérations et variations se révèlent être à la fois un biais analytique (car, pour obtenir un échantillon statistiquement représentatif, il faut multiplier les analyses) et un paramètre important de détermination de la localisation des OIS dans des séquences théoriques, car les faciès altérés se caractérisent par des paramètres pétrographiques, minéralogiques et géochimiques différents selon les formations. En effet, en Normandie, la baisse de la teneur en Si s'accompagne de l'augmentation de la teneur en fer, en carbonate (carbonate de fer, c.à.d. la sidérite) et en titane substitués au silicium dans les phyllosilicates. Le silicium est lié au quartz (caractérisant les bases de certaines séquences) mais aussi aux phyllosilicates, il faut donc suivre l'évolution de l'aluminium et du silicium afin de distinguer les variations minéralogiques si on veut identifier quelles parties des séquences sédimentaires ont été collectées par les Néolithiques.

Enfin, l'analyse par PIXE permet de distinguer les OIS ordoviciennes des OIS fameniennes. En particulier, on retient que les sédiments famenniens sont caractérisés par un contenu argileux riche en illite et micas c'est-à-dire en phyllosilicates potassiques, et en feldspaths (plagioclases et feldspaths potassiques), contrairement aux OIS de l'Ordovicien bas-normand. Par conséquent, la mesure de la teneur relative en potassium ([K]/[Al]) permet de distinguer les deux ensembles (Fig. 2). L'analyse par PIXE permet en effet de mesurer avec précision la teneur en potassium, élément trop léger pour être mesuré avec fiabilité par XRF portable.

L'empreinte géochimique des deux ensembles comparés en PIXE (Ordovicien de la plaine de Caen et Famennien de Hesbaye) pourra être aussi recherchée par des analyses géochimiques qui seront employées préférentiellement pour l'identification des caractéristiques des poudres et des résidus. Ces restes, sous forme de poudre, présents sur nombre d'outils et dans les sépultures (cf. contributions de Hamon *et al.*, 2016 : ce volume et Thevenet, 2016 : volume 2) pourront être mis en relation avec les roches exploitées et les ressources en OIS.

CONCLUSIONS

Différentes méthodes d'observation et d'analyses ont été testées au sein du groupe de travail dont les caractéristiques techniques et pratiques d'une part, et d'autre part, les apports et limites, sont synthétisés dans le tableau 1. L'étude des sources de matière première d'OIS repose en premier lieu sur une très bonne observation et description des artefacts avec une comparaison avec du matériel géologique frais et altéré prélevé sur des sites proches mais aussi issu des collections de référence. Ce type d'examen procure les meilleurs résultats à travers une collaboration entre archéologues et géologues, partageant un vocabulaire commun dénué de toute ambiguïté de sens et maîtrisant ensemble un grand nombre de paramètres (stratigraphies, traces, effets de site, patine, sédimentologie des dépôts quaternaires, lecture de cartes géologiques et pédologiques, accès aux données et aux collections, limites analytiques...). Cette collaboration doit se faire le plus tôt possible et se poursuivre dans le choix des outils analytiques

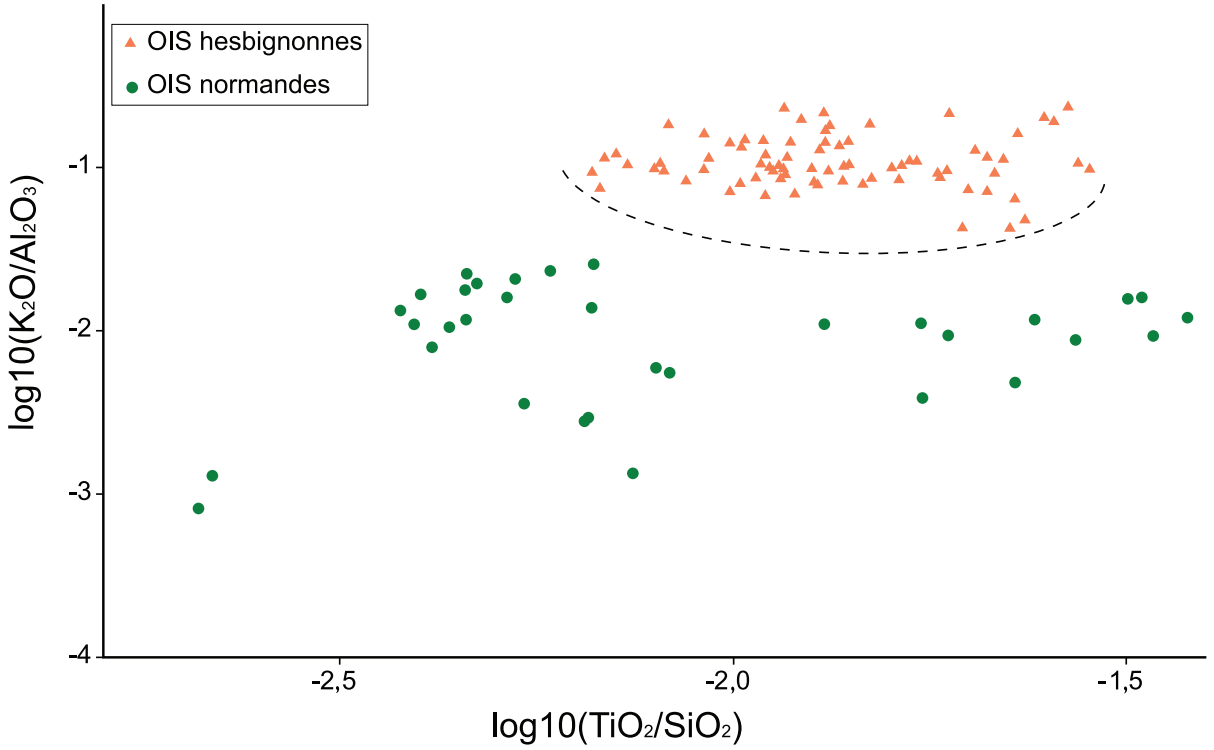


Fig. 2 – Comparaison des OIS ordoviciennes et fameniennes par le rapport [K]/[Al] qui montre une nette distinction entre l'ensemble ordovicien (faibles teneurs en potassium) et l'ensemble famennien (fortes teneurs en potassium). Le rapport [Ti]/[Si] met en évidence une plus grande hétérogénéité compositionnelle des OIS ordoviciennes que celle des OIS fameniennes, expliquée par des degrés d'altération et des rapports ooïdes/phase détritique différents. Les OIS fameniennes prises en compte ici proviennent principalement des sites néolithiques anciens hesbignons et montrent un continuum compositionnel resserré révélateur d'une forte parenté génétique entre les différents objets.
Fig. 2 *– Comparison of ordovician and famennian OIS based on the [K]/[Al] ratio, showing a clear distinction between the ordovician formation (low potassium content) and the famennian one (high potassium content). The [Ti]/[Si] ratio shows a much larger elemental composition heterogeneity for the ordovician OIS compared to that of the famennian ones, which can be explained by different degrees of weathering and ooids/detrital phase ratios. The famennian OIS that have been taken into account are mainly from LBK sites in the Hesbaye area: they show a narrow compositional continuum revealing a strong genetic relationship between the different OIS objects.*

à appliquer (méthodes destructives ou non, connaissance des champs d'application et des limites, analyses qualitatives *versus* analyses semi-quantitatives) et lors de l'échantillonnage de la collection soumise aux analyses et aux préparations d'échantillons. Ces collaborations directes évitent aussi le recours aux analyses en « prestations de service » (c'est-à-dire à l'aveugle en employant des méthodes qui ne sont adaptées ni aux matières analysées ni aux problématiques, sans regard croisé entre spécialistes des différentes disciplines donnant lieu à la présentation de caractérisations dont le sens doit être donné par les demandeurs). Tous les outils, de l'oeil à l'analyse élémentaire doivent être intégrés, pour relier toutes les échelles d'observation.

Tab. 1 – (ci-contre) Apports et limites de différentes méthodes d'observation et de caractérisation physico-chimique des OIS mises en place dans le cadre du projet et spécification des contraintes d'échantillonnages et des contraintes analytiques.
Tab. 1 *– (opposite page) Contributions and limitations of the different observation and physico-chemical methods of characterization implemented to the OIS in the project. Specification of the sampling and analytical constraints.*

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

En complément de ces investigations visant à affiner la détermination des faciès exploités, l'XRF portable permet d'analyser de larges corpus archéologiques et géologiques, car cette méthode ne requiert ni la préparation des échantillons ni même leur déplacement, ce qui rend cette technique particulièrement prisée compte tenu des nombreux avantages pratiques qu'elle apporte en ce qui concerne la représentativité des corpus analysés et la préservation des collections. 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, présence de certains éléments diagnostiques, etc), les résultats de ces différentes campagnes d'analyses ne peuvent pas être comparés les uns aux autres. Il pourrait être intéressant et particulièrement porteur d'employer des standards internationaux en plus des standards de chaque machine et des matières premières ferrugineuses déjà analysées par différents appareillages, afin de tester la possibilité de comparer les mesures obtenues dans différentes configurations analytiques. Cependant, les limites de détection sont assez élevées et peu d'éléments traceurs sont mis en évidence avec suffisamment de précision. Ces analyses devraient donc être menées en batterie après des premiers tests afin d'apprécier la possibilité d'identifier et de mesurer les éléments traces qui définiront la signature chimique de la roche.

Lorsque l'XRF portable n'est pas suffisamment précise (c'est-à-dire qu'elle n'apporte pas d'information supplémentaire après les observations macroscopiques), alors des mesures en µPIXE (sur des appareillages qui permettent une très bonne quantification des métaux de transition avec des limites de détection de l'ordre de quelques ppm) ou en LA-ICP-MS devront suivre la chaîne analytique afin de retenir une carte d'identité chimique des matières premières qu'il sera alors possible de confronter à la variabilité des formations géologiques voire aux dépôts poudreux, aux imprégnations et, de manière générale, aux vestiges non cohérents de matières riches en (hydr)oxydes de fer afin de les mettre en relation avec les matières colorantes solides. Si ces différentes caractérisations nous paraissent fondamentales pour déterminer la nature des matières colorantes riches en (hydr)oxydes de fer, elles ne sont pas pour autant suffisantes. Selon les contextes géologiques et chronoculturels étudiés, selon la nature des sites fréquentés et leur statut économique, selon les problématiques et les contraintes patrimoniales, d'autres analyses apportent des informations complémentaires. La DRX permet d'identifier les phases associées et les phases porteuses de fer, mais aussi le degré de cristallinité voire donne des indices de chauffage de goethite, alors transformée en hématite. La métallographie (microscopie en lumière réfléchie sur coupe polie) permet de décrire les différents (hydr)oxydes de fer (opaques en lumière transmise) par leur structure et leurs habitus. La microscopie électronique en transmission donne accès à une image figée du chauffage subi par des monocristaux, caractérisé par l'apparition de pores de déshydratation en particulier. De plus, la morphologie des monocristaux correspond à des environnements particuliers de cristallisation (température, pression) qui peuvent être indicateurs de sources particulières.

Les combinaisons analytiques sont par conséquent nombreuses et reposent avant tout sur des descriptions précises aux échelles macro- et mésoscopique des roches qui composent la collection. Ces premières descriptions permettent non seulement d'orienter les stratégies de prélèvement des références géologiques, mais encore d'orienter le protocole analytique. Quoi qu'il en soit, l'interaction et le dialogue entre archéologues et géologues est au cœur des travaux d'identification des sources d'approvisionnement en matières premières colorantes.

Les travaux menés sur les OIS affleurant sur un axe est-ouest des massifs de l'Eifel (Rheinland-Pfalz et Nordrhein-Westfalen en Allemagne) à la plaine de Caen en Normandie (France) en passant par le bassin mosan (Belgique) ont permis de définir les espaces économiques minéraux et des aires d'influences, de même que les stratégies d'approvisionnement en OIS et de proposer des interprétations concernant d'éventuelles ruptures et continuités dans les modalités d'acquisition des matières premières en OIS. En particulier, les travaux présentés dans ce volume permettent de conclure que les groupes du Néolithique ancien en Normandie ont opéré une sélection plus exigeante que leurs prédécesseurs de la fin du Mésolithique, probablement auprès de couches d'OIS moins altérées. Les vestiges en OIS mis au

jour sur les établissements du Néolithique ancien en Hesbaye/Dendre/Pays-Bas traduisent, quant à eux, un vaste réseau d'échanges entre ces trois aires, centré sur les affleurements mosans de la région liégeoise, sur plus d'une centaine de kilomètres avec possible contrôle de l'accès aux sources. Enfin, les recherches ont montré qu'il n'y avait pas d'échange d'hématite oolithique entre la Normandie et l'ensemble Belgique - Pays-Bas.

Remerciements

Le résumé a été traduit du français par Rebecca Miller, ULg, et par Roland Dreesen, IRSNB / Abstract was translated in french by Rebecca Miller, ULg and by Roland Dreesen, RBINS.

Bibliographie

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.

AUDOUIN-ROUZEAU F. & PLISSON H.,1982. Les ocres et leurs témoins au Paléolithique en France : enquête et expériences sur leur validité archéologique. *Cahiers du Centre de Recherches Préhistoriques*, **8** : 33-80.

BALLET O., BOCQUET A., BOUCHEZ R., COEY J. M. D. & CORNU A., 1979. Étude technique des poudres colorées de Lascaux. *In* : A. LEROI-GOURHAN & J. ALLAIN (éd.), *Lascaux Inconnu, XII*ème *Supplément à Gallia Préhistoire*. Paris, Éditions du CNRS : 171-174.

BEAUVAIS A., 1989. Étude pétrographique et géochimique de profils d'altération latéritique cuirassés dans le sud-est de la République centrafricaine. *Géodynamique*, **4** (2) : 71-91.

BECK L., LEBON M., PICHON L., MENU M., CHIOTTI L., NESPOULET R. & PAILLET P., 2011. PIXE characterisation of prehistoric pigments from Abri Pataud (Dordogne, France). *X-Ray Spectrometry*, **40** : 219-223.

BECK L., SALOMON H., LAHLIL S., LEBON M., ODIN G. P., COQUINOT Y. & PICHON L., 2012. Non-destructive provenance differentiation of prehistoric pigments by external PIXE. *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research B*, **273** : 173-177.

BERNATCHEZ J. A., 2008. Geochemical Characterization of Archaeological Ochre at Nelson Bay Cave (Western Cape Province), South Africa. *South African Archaeological Bulletin*, **63** : 3-11.

BLOT A., 2002. *Méthodologie de la prospection minière en milieu latéritique et diversification des ressources – Programme 1998-202.* OSTROM (IRD), Université de Ouagadougou, BUMIGEB.

BLOT A., 2004. Caractérisation des chapeaux de fer en milieu latéritique et cuirassé. *Comptes Rendus Geoscience,* **336** (16) : 1473-1480.

BONNEAU A., PEARCE D. G. & POLLARD A. M., 2012. A multi-technique characterization and provenance study of the pigments used in San rock art, South Africa. *Journal of Archaeological Science*, **39** (2) : 287-294.

BOSQUET D., CONSTANTIN C., GOEMAERE É., HAMON C., JADIN I. & SALOMON H., 2016. Provenance, exploitation et utilisation de l'hématite oolithique au Néolithique ancien en Belgique. *In* : C. BILLARD *et al.* (éd.), *Autour de l'hématite / About haematite. Actes de / Acts of Jambes, 7-8/02/2013, Volume 1*, Liège, ERAUL, **143** – *Anthropologica et Præhistorica*, **125/2014** : 121-151.

BREUIL H. & CARTAIHLAC E., 1906. *La caverne d'Altamira à Santiago près Santander (Espagne).* Monaco, Impr. de Monaco, VIII : 287 p.

CABRERA-GARRIDO J. M., 1978. Les matériaux des peintures de la grotte d'Altamira. *In* : *Actes de la 5*ème *réunion internationale de l'ICOM*. Zagreb : 1-9.

CAVALLO G., FONTANA F., GONZATO F., GUERRESCHI A., RICCARDI M. P., SARDELLI G. & ZORZIN R., 2015a. Sourcing and processing of ochre during the late upper Palaeolithic at Tagliente roch-shelter (NE Italy) based on conventional X-ray powder diffraction analysis. *Archaeological and Anthropological Sciences*, published online : 26 November 2015.

CAVALLO G., RICCARDI M. P. & ZORZIN R., 2015b. Powder diffraction of yellow and red natural earths from Lessini Mountains in NE Italy. *Powder Diffraction*, **30** (2) : 122-129.

CHALMIN E., MENU M., POMIÈS M.-P., VIGNAUD C., AUJOULAT N. & GENESTE J.-M., 2004. Les blasons de Lascaux. *L'Anthropologie*, **108** : 571-592.

CLOT A., MENU M., & WALTER P., 1995. Manières de peindre les mains à Gargas et Tibiran (Hautes-Pyrénées). *L'Anthropologie*, **99** (2/3) : 221–235.

COLOMBAN P., 2012. The on-site/remote Raman analysis with mobile instruments: a review of drawbacks and success in cultural heritage studies and other associated fields. *Journal of Raman spectroscopy*, **43** : 1529-1535.

COURAUD C., 1978. Observations sur la proximité des gîtes minéraux colorants et des gisements à peintures préhistoriques de l'Ariège. *Bulletin de la Société préhistorique française*, **75** : 201–202.

COURAUD C. & LAMING-EMPERAIRE A., 1979. Les colorants. *In* : A. LEROI-GOURHAN & J. ALLAIN (éd.), *Lascaux inconnu, XII*ème *supplément à Gallia Préhistoire,* Paris, Éditions du CNRS : 153-169.

COURTY F., 1902. Examen chimique de deux matières colorantes trouvées dans des stations préhistoriques du Périgord. *Bulletin de la Société d'anthropologie de Paris*, V° série, **3** : 115-151.

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. *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research A*, **580** : 721-724.

DAYET L., GARCIA MORENO R. & D'ERRICO F., 2014. Searching for consistencies in Chatelperronian pigment use. *Journal of Archaeological Science*, **44** : 180-193.

DAYET L., LE BOURDONNEC F.-X., DANIEL F., PORRAZ G. & TEXIER P.-J., 2015. Ochre provenance and procurement strategies during the Middle Stone Age at Diepkloof Rock Shelter, South Africa. *Archaeometry*, doi: 10.1111/arcm.12202

DAYET L., TEXIER P.-J., DANIEL F. & PORRAZ G., 2013. Ochre resources from the Middle Stone Age sequence of Diepkloof Rock Shelter, Western Cape, South Africa. *Journal of Archaeological Science*, **40** : 3492-3505.

DEMARS P.-Y., 1992. Les colorants dans le Moustérien du Périgord. L'apport des fouilles de F. Bordes. *Bulletin de la Société préhistorique ariégeoise*, **47** : 185–195.

DE PUYDT M., 1889. Fouilles exécutées dans une des stations préhistoriques de Tourinne, canton d'Avennes, province de Liège. *Bulletin de la Société d'Anthropologie de Bruxelles*, **VII/1888-1889** : 302-308.

DE PUYDT M., 1890. Fouilles dans la station préhistorique de Latinne, dite « Cité Davin ». *Bulletin de la Société d'Anthropologie de Bruxelles*, **8/1889-1890** : 60-74.

DE PUYDT M., 1891. Un nouveau village préhistorique en Hesbaye. *Bulletin de la Société d'Anthropologie de Bruxelles*, **IX/1890-1891** : 18-35.

DE PUYDT M., 1892. Quelques observations sur les fonds de cabanes néolithiques de la Hesbaye. *Bulletin de la Société d'Anthropologie de Bruxelles*, **X/1891-1892** : 144-158.

DE PUYDT M., 1896. Compte rendu des fouilles exécutées par MM. Davin-Rigot et M. De Puydt dans les fonds de cabanes néolithiques en 1894 et 1895. *Bulletin de la Société d'Anthropologie de Bruxelles*, **XIV/1895-1896** : 300-322.

DE PUYDT M., 1909. Considérations générales sur les fonds de cabanes néolithiques de la Hesbaye et observations sur les dernières découvertes de poteries au village préhistorique de Jeneffe. *In* : J. BRASSINE & L. RENARD-GRENSON (éd.), *Fédération Archéologique et Historique de Belgique. Annales et comptes rendus des travaux du Congrès, 21*e *session*, Liège, Imprimerie liégeoise, Tome **II** : 287-336.

DUPONT É., 1871. *Les temps antéhistoriques en Belgique. L'homme pendant les âges de la pierre dans les environs de Dinant-sur-Meuse*. 1ère éd., Bruxelles - Paris, C. Muquardt et Cie & J.-B. Baillière et fils, éditeurs : 1 vol.

DUPONT É., 1872-1873. *Les temps préhistoriques en Belgique. L'Homme pendant les âges de la Pierre dans les environs de Dinant-sur-Meuse*. 2ème éd., Bruxelles, C. Muquardt, successeur, éditeur *:* 250 p. + planches et tableau h.t.

DUNHAM R. J., 1962. Classification of carbonate rocks according to depositional texture. *In* : W. E. HAM (éd.), Classification of Carbonate Rocks. *American Association of Petroleum Geologists Memoir*, **1** Special vol. : 108-121.

EISELT B. S., POPELKA-FILCOFF R. S., DARLING J. A. & GLASCOCK M. D., 2011. Hematite sources and archaeological ochres from Hohokam and O'odham sites in central Arizona: an experiment

in type identification and characterization. *Journal of Archaeological Science*, **38** : 3019-3028.

ERLANDSON J. M., ROBERTSON J. D. & DESCANTES C., 1999. Geochemical analysis of eight red ochres from Western North America. *American Antiquity*, **64** : 517-526.

FERUGLIO V., AUJOULAT N., BAFFIER D., BOURDIER C., CLOTTES J., DEBARD E., FERRIER C., FRITZ C., KONIK S., LAFON-PHAM D., LAVAL E., MENU M., POMIÈS M.-P., SALOMON H., TOSELLO G. & VIGNAUD C., sous presse. *Carte des analyses de pigments et traces colorées, Atlas de la grotte Chauvet-Pont d'Arc*. Vol. 1, Documents d'archéologie française.

FOLK R. L., 1962. Spectral subdivision of limestone types. *In* : W. E. HAM (éd.), Classification of Carbonate Rocks, vol. *American Association of Petroleum Geologists Memoir*, **1** : 62-84.

GIL M., CARVALHO M.L., SERUYA A., CANDEIAS A.E., MIRÃO J. & QUERALT I., 2007. Yellow and red ochre pigments from southern Portugal: Elemental composition and characterization by WDXRF and XRD. *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research A*, **580** : 728-731.

GOEMAERE É., SALOMON H., BILLARD C., QUERRÉ G., MATHIS F., GOLITKO M., DUBRULLE-BRUNAUD C., SAVARY X. & DREESEN R., 2016a. Les hématites oolithiques du Néolithique ancien et du Mésolithique de Basse-Normandie (France) : caractérisation physico-chimique et recherche des provenances. *In* : C. BILLARD *et al.* (éd.), *Autour de l'hématite / About haematite. Actes de / Acts of Jambes, 7-8/02/2013, Volume 1*, Liège, ERAUL, **143** - *Anthropologica et Præhistorica,* **125/2014** : 89-119.

GOEMAERE É., SALOMON H., QUERRÉ G., MATHIS F., DREESEN D., HAMON C., CONSTANTIN C., BOSQUET D., WIJNEN J. & JADIN I., 2016b. Caractérisation physico-chimique et recherche des provenances des hématites oolithiques des sites du Néolithique ancien de Hesbaye (Province de Liège, Belgique) et des sites néolithiques des sources de la Dendre (province du Hainaut, Belgique). *In* : C. BILLARD *et al.* (éd.), *Autour de l'hématite / About haematite. Actes de / Acts of Jambes, 7-8/02/2013, Volume 1*, Liège, ERAUL, **143** - *Anthropologica et Præhistorica,* **125/2014** : 153-191.

GREEN R. L., WALTING B. S. & WALTING R. J., 2007. Trace element fingerprinting of australian ocher using Laser Ablation Inductively Coupled Plasma-Mass Spectrometry (LA-ICP-MS) for the provenance establishment and authentication of indigenous art. *Journal of Forensic Sciences*, **52** : 851-860.

HAMAL-NANDRIN J., SERVAIS J. & LOUIS M., 1936. Découvertes et aire de dispersion des villages omaliens en Belgique. *Bulletin de la Société Royale Belge d'Anthropologie et de Préhistoire*, **LI** *:* 25-125.

HAMON C., BILLARD C., BOSQUET D., CONSTANTIN C. & JADIN I., 2016. Usages et transformation de l'hématite dans le Néolithique ancien d'Europe du Nord-Ouest. *In* : C. BILLARD *et al.* (éd.), *Autour de l'hématite / About haematite. Actes de / Acts of Jambes, 7-8/02/2013, Volume 1*, Liège, ERAUL, **143** - *Anthropologica et Præhistorica*, **125/2014** : 45-61.

HOVERS E., ILANI S., BAR-YOSEF O. & VANDERMEERSCH B., 2003. An early case of color symbolism. *Current Anthropology*, **44** : 491-522.

IRIARTE E., FOYO A., SANCHEZ M. A., TOMILLO C. & SETIEN J., 2009. The origin and geochemical characterization of red ochres from the Tito Bustillo and Monte Castillo caves (northern Spain). *Archaeometry*, **51** : 231-251.

JERCHER M., PRING A., JONES P. G. & RAVEN M. D., 1998. Rietveld X-Ray Diffraction and X-Ray fluorescence of australian aboriginal ochres. *Archaeometry*, **40** : 383-401.

JEZEQUEL P., WILLE G., BENY C., DELORME F., JEAN-PROST V., COTTIER R., BRETON J., DURE F. & DESPRIEE 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** (6) : 1165-1172.

KIEHN A. V., BROOK G. A., GLASCOCK M. D., DAKE J. Z., ROBBINS L. H., CAMPBELL A. C. & MURPHY M. L., 2007. Fingerprinting Specular Hematite from Mines in Botswana, Southern Africa. *In* : M. D. GLASCOCK, R. J. SPEAKMAN & R. S. POPELKA-FILCOFF (éd.), *Archaeological Chemistry*, American Chemical Society, Washington : 460-479.

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.

MACDONALD B. L., HANCOCK R. G. V., CANNON A., MCNEILL F., REIMER R. & PIDRUCZNY A., 2012. Elemental Analysis of Ochre Outcrops in Southern British Columbia, Canada. *Archaeometry*, **55** : 1020-1033.

MATHIS F., BODU P., DUBREUIL O. & SALOMON H., 2014. PIXE identification of the provenance of ferruginous rocks used by Neanderthals. *Nuclear Instrument and Methods in Physics Research B*, **331** : 275-279.

MENU M. & WALTER P., 1992. Prehistoric cave painting PIXE analysis for the identification of paint "pots". *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research B*, **64** : 547-552.

MOISSAN H., 1902. Sur les matières colorantes des figures de la grotte de Font-de-Gaume – Chimie analytique. *Comptes Rendus de l'Académie des Sciences*, **134** : 15-36.

MOISSAN H., 1903. Sur les matières colorantes des figures de la grotte de la Mouthe - Chimie analytique. *Comptes Rendus de l'Académie des Sciences*, **136** : 1-44.

MOYO S., MPHUTHI D., CUKROWSKA E., HENSHILWOOD C. H., 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.

NEL P., LYNCH P. A., LAIRDS J. S., CASEY H. M., GOODALL L. J., RYAN C. G. & SLOGGETT R. J., 2010. Elemental and mineralogical study of earth-based pigments using particle induced X-ray emission and X-ray diffraction. *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research A*, **61** : 306-310.

NUEVO M. J., MARTÍN-SÁNCHEZ A., OLIVEIRA C. & DE OLIVEIRA J., 2012. *In situ* energy dispersive X-ray fluorescence analysis of rock art pigments from the 'Abrigo dos Gaivões' and 'Igreja dos Mouros' caves (Portugal). *X-Ray Spectrometry*, **41** (1) : 1-5.

OLIVARES M., CASTRO K., CORCHÓN M. S., GÁRATE D., MURELAGA X., SARMIENTO A. & ETXEBARRIA N., 2013. Non-invasive portable instrumentation to study Palaeolithic rock paintings: the case of La Peña Cave Roman de Candamo (Astrurias, Spain). *Journal of Archaeological Science*, **40** (2) : 1354-1360.

PAIN C. F. & OLLIER C. D., 1992. Ferricrete in Cape York Peninsula, North Queensland. *Journal of Australian Geology and Geophysics*, **13** : 207-212.

POPELKA-FILCOFF R. S., ROBERTSON J. D., GLASCOCK M. D. & DESCANTES C., 2007. Trace element characterization of ochre from geological sources. *Journal of Radioanalytical and Nuclear Chemistry*, **272** : 17-27.

POPELKA-FILCOFF R. S., MIKSA E. J., ROBERTSON J. D., LASCOCK M. D. & WALLACE H., 2008. Elemental analysis and characterization of ochre sources from Southern Arizona. *Journal of Archaeological Science*, **35** : 752-762.

POPELKA-FILCOFF R. S., LENEHAN C., GLASCOCK M., BENNETT J., STOPIC A., QUITON J., PRING A. & WALSCHE K., 2012. Evaluation of relative comparator and k0-NAA for characterization of Aboriginal Australian ochre. *Journal of Radioanalytical and Nuclear Chemistry*, **291** : 19-24.

PRADEAU J. V., SALOMON H., BON F., MENSAN R., LEJAY M. & REGERT M., 2014. Les matières colorantes sur le site de plein air aurignacien de Régismont-le-Haut (Poilhes, Hérault). Acquisition, transformation et utilisations. *Bulletin de la Société préhistorique française*, **111** (4) : 631-658.

PRADEAU J. V., BINDER D., VÉRATI C., LARDEAUX J.-M., DUBERNET S., LEFRAIS Y., BELLOT-GURLET L., PICCARDO P. & REGERT M., 2016. Stratégies d'acquisition des matières colorantes dans l'Arc liguro-provençal au cours des VI^{e} et V^{e} millénaires cal. BCE. *In* : C. BILLARD *et al.* (éd.), *Autour de l'hématite / About haematite. Actes de / Acts of Jambes, 7-8/02/2013, Volume 2*, Liège, ERAUL, **143** - *Anthropologica et Præhistorica,* **126/2015** : 105-119.

ROLDÁN C., MURCIA-MASCARÓS S., FERRERO J., VILLAVARDE V., LÓPEZ E., DOMINGO I., MARTÍNEZ R. & GUILLEM P. M., 2010. Application of field portable EDXRF spectrometry to analysis of pigments of Levantine rock art. *X-Ray Spectrometry*, **39** : 243-250.

ROMÁN R. S., BAÑON C. B. & RUIZ D. L., 2015. Analysis of the red ochre of the El Mirón burial

(Ramales de la Victoria, Cantabria, Spain), *Journal of Archaeological Science*, **60** : 84-98.

SALOMON H., 2009. *Les matières colorantes au début du Paléolithique supérieur : sources, transformations et fonctions.* THèse de doctorat, Université de Bordeaux 1 : 413 p.

SALOMON H., VIGNAUD C., COQUINOT Y., BECK L., STRINGER C., STRIVAY D. & D'ERRICO F., 2012. Selection and heating of colouring materials in the mousterian level of Es-Skhul (c. 100 000 years BP, Mount Carmel, Israel). *Archaeometry*. **54** (2) : 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* : P. PAILLET (dir.), *Actes du colloque « Micro-analyses et datations de l'art préhistorique dans son contexte archéologique » MADAPCA*, Paris, 16-18 novembre 2011. *Paléo*, n° spécial : 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.

SAN JUAN C., 1990. Les matières colorantes dans les collections du Musée national de la Préhistoire des Eyzies. *Paléo*, **2** : 229–242.

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.

SHACKLEY M. S., 2011. An Introduction to X-Ray Fluorescence (XRF) Analysis in Archaeology. *In* : M. S SHACKLEY (éd.), *X-Ray Fluorescence Spectrometry (XRF) in Geoarchaeology,* Springer, New York : 7–44.

SHACKLEY M. S., 2012. Portable X-ray Fluorescence Spectrometry (pXRF): The Good, the Bad, and the Ugly. *Archaeology Southwest Magazine*, **26** (2) : www.archaeologysouthwest.org

SMITH M. A. & PELL S., 1997. Oxygen-isotope ratios quartz as indicators of the provenance of archaeological ochres. *Journal of Archaeological Science*, **24** : 773-778.

SMITH M. A. & FANKHAUSER B., 2009. Geochemistry and Identification of Australian Red Ochre Deposits. *Palaeoworks Technical Papers*, **9**, National Museum of Australia and Centre for Archaeological Research, Canberra.

THEVENET C., 2016. Quelques hypothèses quant à l'usage des matières colorantes rouges dans les sépultures du Néolithique ancien du Bassin parisien. *In* : C. BILLARD *et al.* (éd.), *Autour de l'hématite / About haematite. Actes de / Acts of Jambes, 7-8/02/2013, Volume 2*, Liège, ERAUL, **143** - *Anthropologica et Præhistorica,* **126/2015** : 187-199.

THISSE-DEROUETTE J. & TOMBALLE L., 1957. Fouilles partielles d'une agglomération omalienne à Noville-en-Hesbaye. *Bulletin de l'Institut Archéologique Liégeois*, **LXXI** : 149-208.

TOURNIÉ A., PRINSLOO L., 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** (3) : 399-406.

TRIAT J. M., 2011. *Les ocres.* Éditions du CNRS, Paris : 198 p.

VIGNAUD C., CHALMIN É., SALOMON H., GENESTE J.-M. & MENU M., 2006. Le groupe des « Bisons adossés » de Lascaux. Étude de la technique de l'artiste par analyse des pigments. *L'Anthropologie*, **110** : 482-499.

WEINSTEIN-EVRON M. & ILANI S., 1994. Provenance of ochre in the natufian layers of el-Wad Cave, Mount Carmel, Israel. *Journal of Archaeological Science*, **21** : 461-467.

WIJNEN J., 2013. *Characterization of red ochre in the Dutch Linearbandkeramik*. Leiden, Université de Leiden. Mémoire téléchargeable librement sur le toile (https://openaccess.leidenuniv.nl/handle/1887/21264).

WILSON L. & POLLARD A. M., 2008. The Provenance Hypothesis. *In :* D. R. BROTHWELL & A. M. POLLARD (éd.), *Handbook of Archaeological Sciences*, London, Wiley : 507-517.

YOUNG T., 2000. The Paviland ochres: Characteri-

sation and sourcing. *In :* S. ALDHOUSE-GREEN (éd.), *Paviland Cave and the "Red Lady"*, Bristol (UK), Western Academic and Specialist Press Ltd : 205-225.

ZIPKIN A. M., HANCHAR J. M., BROOKS A. S. & GRABOWKI M. W., THOMPSON J. C. & GOMANI-CHINDEBVU E., 2015. Ochre fingerprints: Distinguishing among Malawian mineral pigment sources with Homogenized Ochre Chip LA–ICPMS. *Archaeometry*, **57** (2) : 297–317.

Adresse des auteurs :

Hélène SALOMON
Service de Préhistoire, F.R.S.-FNRS
Université de Liège
7, place du XX août
4000 Liège (Belgique)
helene.salomon@ulg.ac.be

Éric GOEMAERE
Roland DREESEN
Institut royal des Sciences
naturelles de Belgique
DO Terre et Histoire de la Vie
Service géologique de Belgique
13, rue Jenner
1000 Bruxelles (Belgique)
eric.goemaere@naturalsciences.be
roland.dreesen@telenet.be

Cyrille BILLARD
DRAC-Normandie,
Service régional de l'archéologie
13bis, rue Saint-Ouen
14052 Caen cedex 04 (France)
cyrille.billard@culture.gouv.fr

Dominique BOSQUET
SPW-DGO4
Service de l'archéologie
Direction extérieure du Brabant wallon
88, rue de Nivelles
1300 Wavre (Belgique)
dominique.bosquet@spw.wallonie.be

Caroline HAMON
Chargée de recherche CNRS
UMR 8215 Trajectoires
Maison de l'archéologie et de l'ethnologie
21, allée de l'Université
92023 Nanterre cedex (France)
caroline.hamon@mae.cnrs.fr

Ivan JADIN
Institut royal des Sciences
naturelles de Belgique
DO Terre et Histoire de la vie
Anthropologie & Préhistoire
29, rue Vautier
1000 Bruxelles (Belgique)
ivan.jadin@naturalsciences.be

Instructions aux auteurs

---

1. Seuls seront publiés des articles originaux, soumis à la critique de minimum deux *referees*. Les articles peuvent être rédigés en français, en néerlandais, en anglais, en allemand, en espagnol ou en italien. Deux résumés (langue de l'article et une autre) doivent figurer en début d'article.
Logiciels du monde PC, texte **sans aucune** mise en page, au format .rtf de préférence.

2. L'original sur CD-rom doit être envoyé, avec sa série d'illustrations, au Secrétariat général de la Société : 29, rue Vautier, BE - 1000 Bruxelles (Belgique) ; une version électronique peut être envoyée au rédacteur en chef (ahauzeur@yahoo.fr [10 Mb] srbap@naturalsciences.be [5 Mb]).

3. Illustrations

- Les fichiers de figures ne seront jamais inclus dans le fichier texte. Renvois aux illustrations : (Fig. n), (Fig. n,m), (Tab. n) ou (pl. n,m). Elles seront fournies au format .tif ou *PostScript* encapsulé (.eps), éventuellement aux formats .ai ou .dsf pour les dessins vectorisés, au format .xls pour les calculs.

- Dans les autres cas, elles seront scannées (résolution de 600 dpi) et fournies au format TIFF non compressé (.tif). Évitez le format JPEG (.jpg).

- Format. En portrait : 16 cm x 23/24,5 cm en hauteur, selon l'importance de la légende ; en paysage : 26 cm x 14/15 cm en hauteur ; sur une colonne de texte, 7,75 cm de largeur maximale.

4. Les légendes se trouveront à la fin du fichier texte après un saut de page : **Fig. + numéro** - texte.

5. Tableaux de préférence en fichier(s) indépendant(s) en .rtf ou .xls.

6. Références bibliographiques

1) Dans le texte, système de référence Harvard, soit le nom de l'auteur (ou des auteurs), l'année et éventuellement la (les) page(s). Exemples : (Tillier, 1983) *ou* (Tillier, 1983 : 52) *ou* (Boné *et al.,* 1983).

2) Les références bibliographiques complètes seront reprises en fin de texte avec les noms d'auteurs **en bas de casse**. Elles comprennent :

- pour un article dans un périodique
Nom de l'auteur suivi des initiales du (ou des) prénom(s), année de publication + a, b, c... en cas de plusieurs articles la même année. Titre complet de l'article. Titre du périodique *in extenso* ou abrégé selon la *World List of Scientific Periodicals* ou les *Abkurzungen Zeitschrift* du DAI, numéro du volume en chiffres arabes (numéro du fascicule) : première-dernière page de l'article
Exemple : Canet H. & Roudil J.-L., 1978. Le village chalcolithique de Cambous à Viols-en-Laval (Hérault). I : Étude préliminaire. *Gallia Préhistoire. Fouilles et Monuments archéologiques en France métropolitaine,* **21** (1) : 143-181.

- pour un article paru dans un ouvrage collectif, dans les *Actes* d'un colloque ou dans un livre
comme pour un article de revue, faire suivre de *In :* éditeur(s), référence du livre.
Exemple : Bostyn F., Andrem F., Lanchon Y., Martial E. & Praud L., 1997. Un nouveau site d'habitat du Groupe de Villeneuve-Saint-Germain à Poses « Sur la Mare » (Eure). *In* : C. Jeunesse (éd.), *Le Néolithique danubien et ses marges entre Rhin et Seine. Actes du 22e colloque interrégional sur le Néolithique, Strasbourg, 1995*. Cahiers de l'Association pour la Promotion de la Recherche Archéologique en Alsace, supplément, 3. Strasbourg : 447-466.
Exemple : Knörzer K.-H., 1977. Pflanzliche Grossreste des bandkeramischen Siedlungsplatzes Langweiler 9. *In :* R. Kuper, H. Löhr, J. Lüning, P. Stehli & A. Zimmermann (éd.), *Der bandkeramische Siedlungsplatz Langweiler 9, Gemeinde Aldenhoven, Kreis Düren*. Beiträge zur neolithischen Besiedlung der Aldenhovener Flatte, II, Rheinische Ausgrabungen, 18. Bonn : 279-303 et 418-432.

- pour un livre
  Nom de l'auteur initiales de ses prénoms, date de publication. Titre. Collection, numéro. Lieu de publication, éditeur (éventuellement l'édition), nombre de volumes, nombre de pages.
  Exemple : Siegel S., 1956. *Nonparametric Statistics for Behavioral Sciences.* London, McGraw-Hill, 312 p.

7. Adresse de l'auteur

Adresse postale (éventuellement électronique) au bas de l'article, après la bibliographie.

8. Correction des épreuves

Les épreuves (fournies à l'auteur sous forme d'un fichier .pdf) seront corrigées à l'encre rouge sur une version papier ou sous forme de « notes » dans le fichier .pdf. En cas de non respect des délais indiqués, celles-ci seront assurées par le Comité de Rédaction seul.

9. Tirés à part

Le premier auteur reçoit un volume du Bulletin et une version .pdf de son article.

Note : Nous suivons en général le *Lexique des règles typographiques en usage à l'Imprimerie nationale*, Paris, Imprimerie nationale, 1990.

Richtlijnen voor auteurs

1. Enkel originele artikels worden aanvaard. Deze zullen aan ten minste twee referenten worden voorgelegd. De artikels mogen in het Frans, Nederlands, Engels, Duits, Spaans en Italiaans worden geschreven. Het artikel dient te worden voorafgegaan door een samenvatting in twee talen, waaronder die waarin het artikel zelf is geschreven. Teksten (PC) zonder enige opmaak en bij voorkeur in .rtf formaat.

2. Manuscripten, met inbegrip van de illustraties, dienen te worden aangeleverd **op CD-rom**. Deze kan worden gestuurd naar het algemeen secretariaat van de vereniging: 29, Vautierstraat, BE - 1000 Brussel (België); daarnaast kan ook een digitale versie via e-mail worden doorgestuurd (ahauzeur@yahoo.fr [10 Mb] srbap@naturalsciences.be [5 Mb]).

3. Illustraties

- Figuren mogen niet in de tekst gevoegd worden. Verwijzingen naar figuren in de tekst onder de vorm (Fig. n), (Fig. n,m), (Tab. n), (pl. n,m). De figuren dienen te worden aangeleverd in .tif of in PostScript formaat (bij voorkeur .eps), eventueel in .ai of .dsf formaten voor gevectoriseerde tekeningen, in .xls formaat voor berekeningen.
- In alle andere gevallen worden ze ingescand (resolutie 600 dpi) en aangeleverd als niet gecomprimeerde TIFF (.tif). Vermijd JPEG (.jpg) formaat.
- Afmetingen: 'Portret-layout': 16 cm x 23/24,5 cm hoogte, afhankelijk van de omvang van het bijschrift; 'landschap-layout': 26 cm x 14/15 cm hoogte; op de breedte van één tekstkolom: maximaal 7,75 cm breed.

4. Bijschriften bevinden zich op een aparte bladzijde, op het einde van het tekstdocument: **Fig. + nummer – bijschrift.**

5. Tabellen bij voorkeur in aparte documenten in .rtf of .xls formaat.

6. Bibliografische referenties

1) In de tekst volgens het referentie systeem Harvard: naam auteur(s), jaar en eventueel pagina('s). Voorbeeld: (Tillier, 1983) of (Tillier, 1983: 52) of (Boné *et al.*, 1983).
2) De volledige bibliografische referenties worden opgenomen in een lijst achteraan de tekst met de auteursnamen in **gewoon schrift (niet volledig in kapitalen)**.

- voor een artikel in een tijdschrift:
  Auteursnaam gevolgd door de initialen van de voorna(a)m(en), publicatiejaar + a, b, c... in het geval van meerdere publicaties in hetzelfde jaar. Volledige titel van de publicatie. Titel van het tijdschrift *in extenso* of afgekort volgens de *World List of Scientific Periodicals* of de *Abkurzungen Zeitschrift* van het DAI, nummer volume in arabische cijfers (nummer van de bundel): eerste - laatste pagina van het artikel.
  Voorbeeld: Canet H. & Roudil J.-L., *1978.* Le village chalcolithique de Cambous à Viols-en-Laval (Hérault). I : Étude préliminaire. *Gallia Préhistoire. Fouilles et Monuments archéologiques en France métropolitaine,* **21** (1): 143-181.
- voor een artikel verschenen in een collectief werk, in de acten van een congres of in een boek:
  Zoals voor een tijdschrift artikel, gevolgd door *In :* redacteur(s), referentie naar het boek.
  Voorbeeld: Bostyn F., Andrem F., Lanchon Y., Martial E. & Praud L., 1997. Un nouveau site d'habitat du Groupe de Villeneuve-Saint-Germain à Poses « Sur la Mare » (Eure). *In:* C. Jeunesse (ed.), *Le Néolithique danubien et ses marges entre Rhin et Seine. Actes du 22e colloque interrégional sur le Néolithique, Strasbourg, 1995.* Cahiers de l'Association pour la Promotion de la Recherche Archéologique en Alsace, supplément, 3. Strasbourg: 447-466.

Knörzer K.-H., 1977. Pflanzliche Grossreste des bandkeramischen Siedlungsplatzes Langweiler 9. *In: R.* Kuper, H. Löhr, J. Lüning, P. Stehli & A. Zimmermann (red.), *Der bandkeramische Siedlungsplatz Langweiler 9, Gemeinde Aldenhoven, Kreis Düren.* Beiträge zur neolithischen Besiedlung der Aldenhovener Flatte, II, Rheinische Ausgrabungen, 18. Bonn: 279-303 en 418-432.

- voor een boek

Auteursnaam gevolgd door de initialen van de voorna(a)m(en), publicatiejaar. Titel. collectie, nummer. Plaats publicatie, uitgever (eventueel editie), aantal volumes, aantal pagina's.
Voorbeeld: Siegel S., 1956. *Nonparametric Statistics for Behavioral Sciences.* London, McGraw-Hill, 312 p.

7. **Adresgegevens van de auteur(s)**

Postadres (eventueel ook elektronisch adres) onderaan het artikel, na de bibliografie.

8. Correctie proefdrukken

De proefdrukken (aan de auteur aangeleverd in .pdf formaat) dienen te worden gecorrigeerd met rode inkt op een papieren versie of met de 'notes' in het .pdf document. Indien de gevraagde deadlines niet worden gerespecteerd, zullen de proefdrukken enkel door de redactieraad worden nagekeken.

9. Overdrukken

De eerste auteur ontvangt een volume van het tijdschrift en een .pdf versie van zijn eigen artikel.

Opmerking: Gewoonlijk volgen we de algemene tips van *http://vrttaal.net/taaldatabanken_master/spellen_ schrijven/schrijftips.shtml*.

Guide for authors

1. Original papers only are accepted. These will be reviewed by at least two **referees**. The articles can be written in French, Dutch, English, German, Spanish and Italian. The article should be preceded by a summary in two languages, among which that in which the article itself was written. Texts (PC) should be submitted without lay-out and preferably in .rtf format.

2. Manuscripts, including the illustrations, should be submitted **on CD-rom**. This can be sent to the general secretary of the **association:** 29, Vautierstreet, BE - 1000 Brussels (Belgium); a digital version can be sent by e-mail (ahauzeur@yahoo.fr [10 Mb] srbap@naturalsciences.be [5 Mb]).

3. Illustrations

- Figures should not be placed in the submitted text. References to figures in the text are displayed as (Fig. n), (Fig. n,m), (Tab. n), (pl. n,m). The figures should be submitted in PostScript format (preferably .eps), in .ai or .dsf formats for vectorised drawings, in .xls format for tables and calculations.
- In al other cases, the drawings need to be scanned (resolution of 600 dpi) and submitted as non-compressed TIFF files (.tif). Avoid JPEG (.jpg) format.
- Dimensions: Portrait: 16 cm x 23/24,5 cm, height depending upon the size of the caption; Landscape: 26 cm x 14/15 cm; on the width of a single text column: not wider than 7,75 cm.

4. Captions on a seperate page, at the end of the text file: **Fig. + nummer** – caption

5. Tables preferably in seperate files in .rtf or .xls format

6. Literature references

1) In the text following the Harvard reference system: name author(s), year and if needed page(s). Example: (Tillier, 1983) or (Tillier, 1983: 52) or (Boné *et al.*, 1983).

2) The full literature list is placed at the end of the text with author names in normal script.

- Journal articles:
  Author surname followed by initials of first name(s), publication year + a, b, c... in the case of more than one referred publication from the same year. Full title of the publication. Title of the journal *in extenso* or abbreviated according to the *World List of Scientific Periodicals* or *Abkurzungen Zeitschrift* of the DAI, volume number in arabic numbers (number of fascicle): first - last page of the article.
  Example: Canet H. & Roudil J.-L., 1978. Le village chalcolithique de Cambous à Viols-en-Laval (Hérault). I : Étude préliminaire. *Gallia Préhistoire. Fouilles et Monuments archéologiques en France métropolitaine,* **21** (1) :143-181.
- Articles in collective works, in conference proceedings or in books:
  As for journal articles, followed by *In:* editor(s), book reference.
  Example: Bostyn F., Andrem F., Lanchon Y., Martial E. & Praud L., 1997. Un nouveau site d'habitat du Groupe de Villeneuve-Saint-Germain à Poses « Sur la Mare » (Eure). *In:* C. Jeunesse (ed.), *Le Néolithique danubien et ses marges entre Rhin et Seine. Actes du 22e colloque interrégional sur le Néolithique, Strasbourg, 1995.* Cahiers de l'Association pour la Promotion de la Recherche Archéologique en Alsace, supplément, 3. Strasbourg: 447-466.
  Knörzer K.-H., 1977. Pflanzliche Grossreste des bandkeramischen Siedlungsplatzes Langweiler 9. *In*: *R.* Kuper, H. Löhr, J. Lüning, P. Stehli & A. Zimmermann (ed.), *Der bandkeramische Siedlungsplatz Langweiler 9, Gemeinde Aldenhoven, Kreis Düren.* Beiträge zur neolithischen Besiedlung der Aldenhovener Flatte, II, Rheinische Ausgrabungen, 18. Bonn: 279-303 and 418-432.

- Books:
  Author name followed by initials of name(s), publication year. Title. collection, number. Publication location, editor (edition), number of volumes, number of pages.
  Example: Siegel S., 1956. *Nonparametric Statistics for Behavioral Sciences*. London, McGraw-Hill, 312 p.

7. **Author address**

Postal address (electronic address) at the end of the article, preceded by the literature list.

8. Correction of proofs

Proofs (sent to the author in .pdf format) need to be corrected with red ink on a paper version or using the 'notes' in the .pdf document. If the requested deadlines are not respected, they will only be corrected by the editorial board.

9. Reprints

The first author will receive one volume of the journal and a .pdf version of his/her article.

Note: We generally use the F. H. Collins, *Authors' and Printers' Dictionary. A guide for authors, editors, printers correctors of the press compositors and typists*, London, Oxford University Press, 1962.

Composition :
Micheline DE WIT

Association pour la Diffusion de
l'Information archéologique



Imprimé pour le compte de la
Société royale belge
d'Anthropologie et de Préhistoire

par abGroup.be

db Group.be
PRINT & GRAPHIC MANAGEMENT