

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) discovered 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 pa-

léozoïques 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

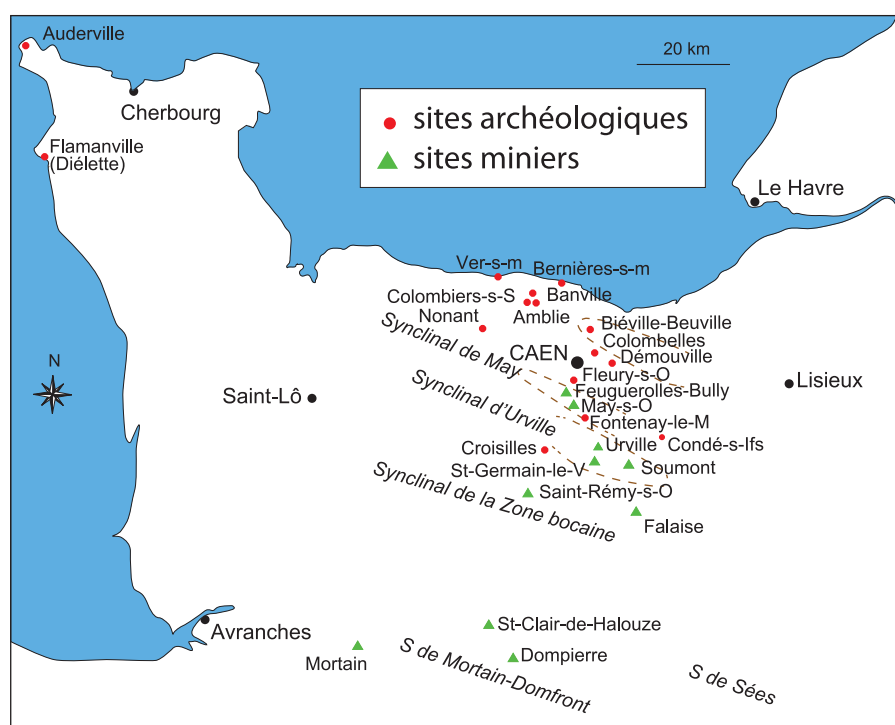


Fig. 1 – Carte géographique et géologique très schématique de Basse-Normandie (France) localisant les sites archéologiques (Néolithique ancien et Mésolithique) étudiés et les sites miniers exploitant les hématites oolithiques.

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 Sto-

kes) 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 mm^2 sur l'échantillon. Dans les deux cas, les faisceaux

étaient extraits à travers une fenêtre de Si_3N_4 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 mm^2 (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 occidentale), 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 ^{57}Fe 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 fraîcheur. Les minéraux identifiés avec certitude par diffraction des rayons X sur poudres désorientées de roche totale (Tab. 5) sont l'hématite ($\gamma\text{Fe}_2\text{O}_3$), le quartz (SiO_2) et la goethite [$\alpha\text{FeO}(\text{OH})$]. La sidérite (FeCO_3) n'apparaît que dans un seul échantillon frais tandis que la chamosite [$(\text{Fe}^{2+}, \text{Mg}, \text{Fe}^{3+}, \text{Al})_6(\text{Si}, \text{Al})_4\text{O}_{10}(\text{OH}, \text{O})_8$] est plus délicate à reconnaître sur les spectres et n'est pas reconnue par les logiciels automatiques, de même que la kaolinite [$\text{Al}_2\text{Si}_2\text{O}_5(\text{OH})_4$] ... 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 [$(\text{Fe}^{2+}, \text{Fe}^{3+}, \text{Al}, \text{Mg})_{2,3}(\text{Si}, \text{Al})_2\text{O}_5(\text{OH})_4$], 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 $<2 \mu\text{m}$ 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 ($7,1\text{\AA}$) 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 $3,53\text{\AA}$ et $3,57\text{\AA}$. La présence conjointe des deux phases se marque sur le diffractogramme par un doublet $3,53\text{\AA}$ - $3,57\text{\AA}$ 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 goéthite 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-goéthite 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.

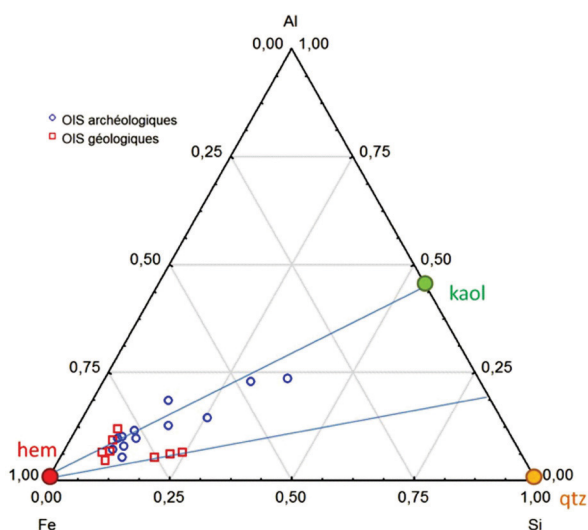


Fig. 2 – Graphe représentant les échantillons normands analysés par fluorescence-X portable en fonction des principaux éléments majeurs. hem : hématite ; qtz : quartz.

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, goéthite, 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-

riques 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 pour-



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).

raient 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

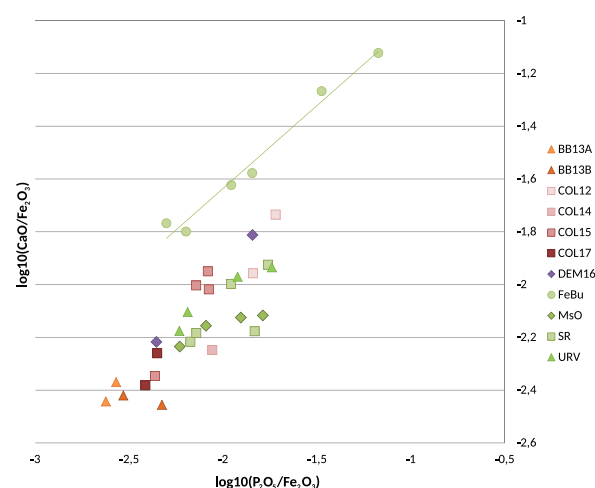


Fig. 4 – Contribution des phosphates de calcium pour la distinction des ensembles géologiques. Les échantillons de Feuguerolles-Bully présentent une stricte corrélation des phosphates et du calcium avec une tendance différente de celle des autres échantillons, due à une teneur plus élevée en phosphate 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 (rutil, anatase) et d'oxydes mixtes de fer et de titane (ilménites, hémio-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 (rutil 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, goéthite, 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

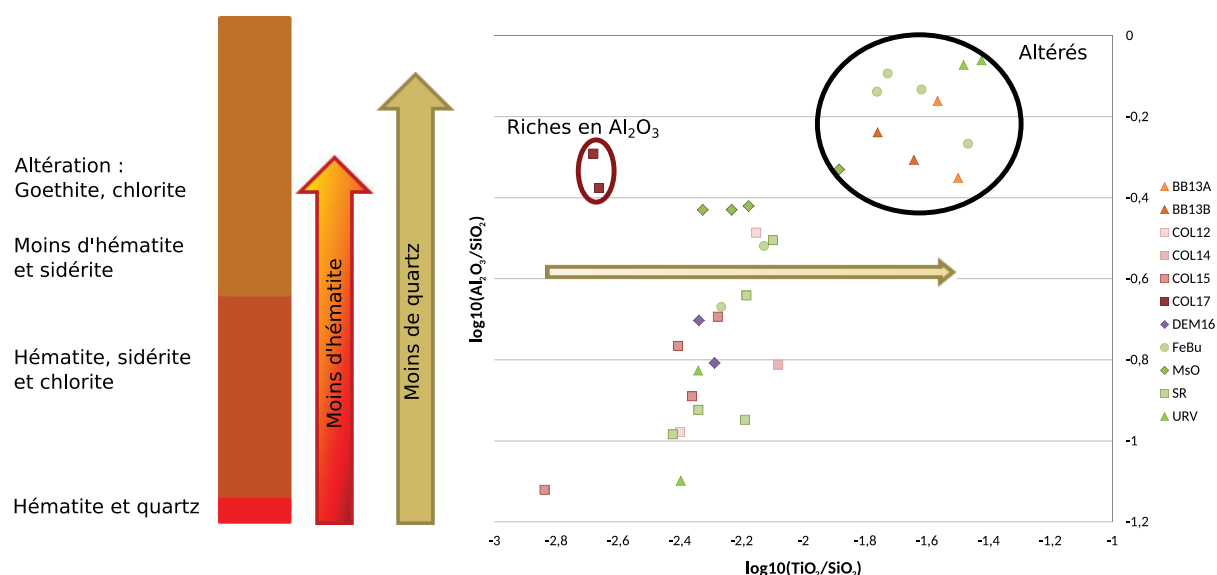


Fig. 5 – Graphique présentant les teneurs d'aluminium en fonction des teneurs en titane sous forme de log centrés sur le silicium. Abréviations identiques à celles des figures 2 et 3.

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

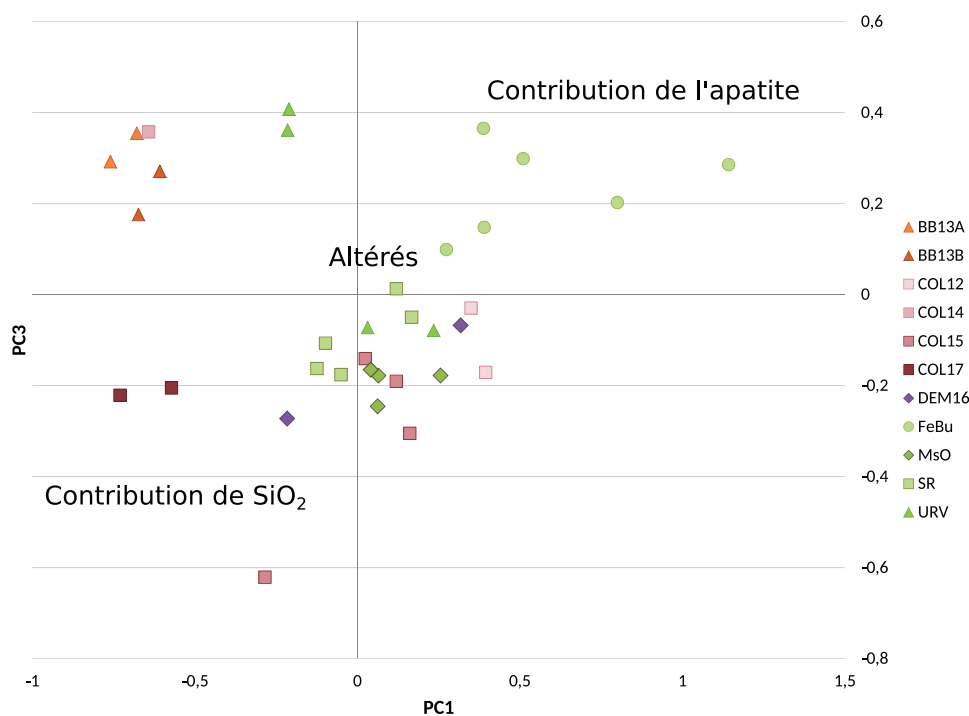


Fig. 6 – Graphique ACP sur les log 10 centrés par rapport à Fe_2O_3 en utilisant le CaO , P_2O_5 , SiO_2 et TiO_2 met en évidence les OIS provenant des profils altérés (Feuguerolles-Bully, COL 14, Biéville-Beuville et un échantillon d'Urville) et les échantillons provenant des couches peu altérées (COL 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.

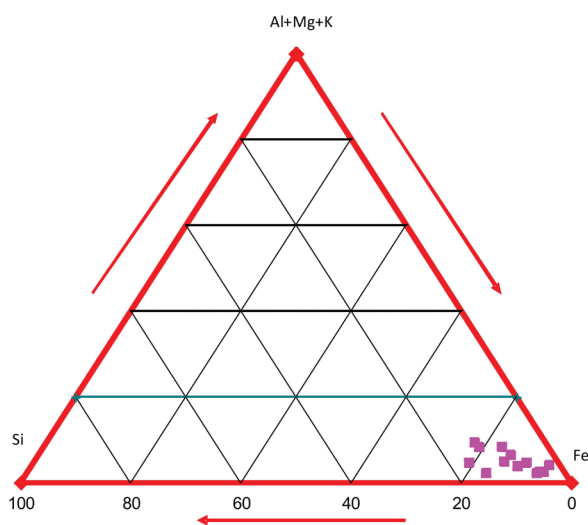


Fig. 7 – Graphe représentant les échantillons normands en fonction des principaux éléments majeurs.
Fig. 7 – Ternary graph representing samples from Normandy as a function of their main major chemical elemental concentrations.

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 ppm 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

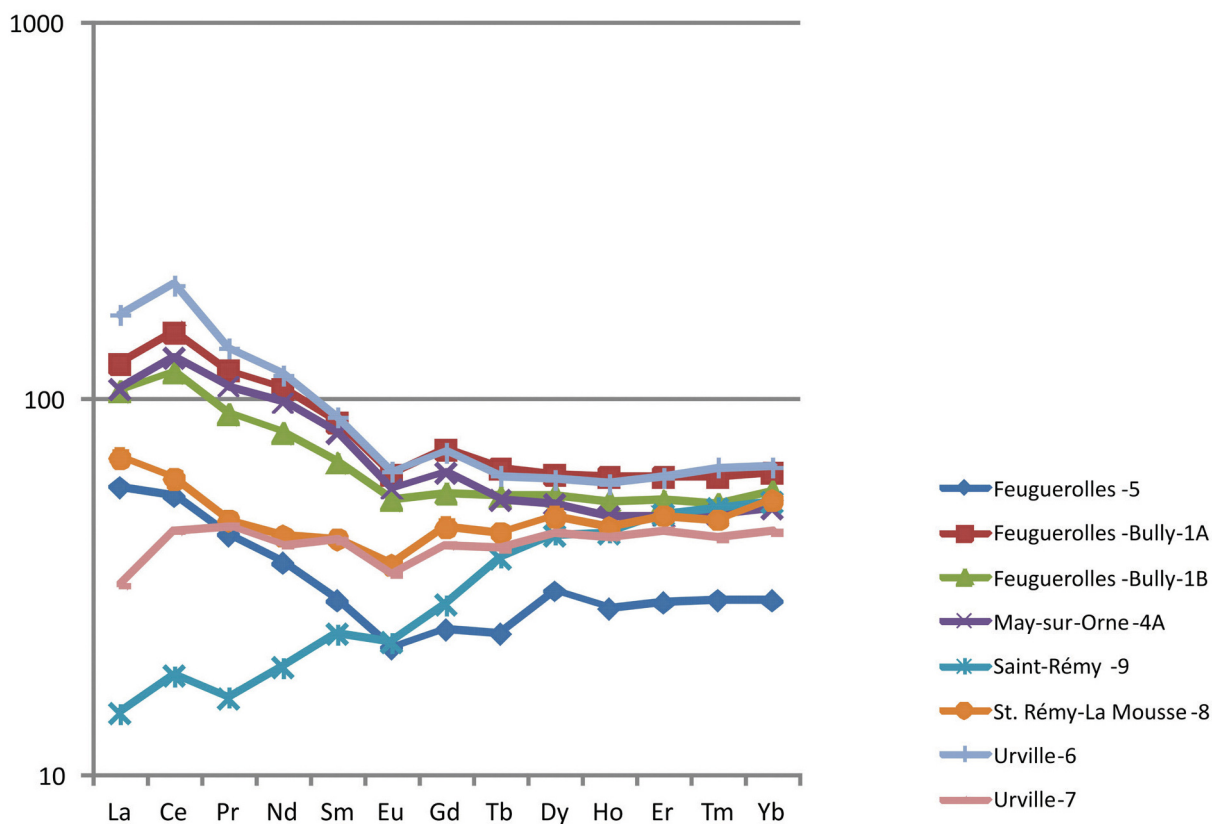


Fig. 8 – Profils des Terres Rares des échantillons d'OIS géologiques de Normandie normalisés par rapport aux chondrites. Échelle de l'axe Y exprimée en ppm.
Fig. 8 – Chondrite-normalized Rare Earth Elements profiles for geological OIS samples from the Basse-Normandie. Scale in ppm on the axis Y.

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 frais¹ (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 cou-

vrant 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.

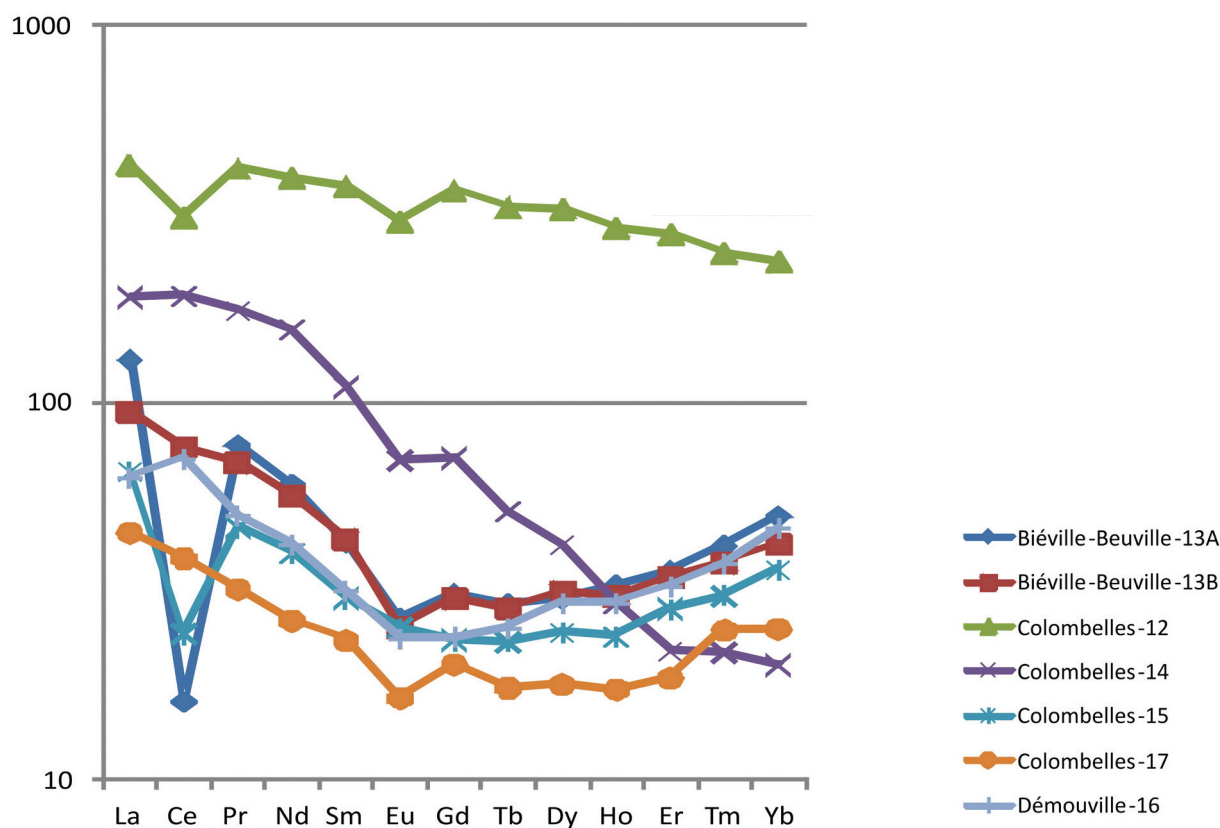


Fig. 9 – Profils des Terres Rares des échantillons d'OIS archéologiques de Basse-Normandie normalisés par rapport aux chondrites.

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 :

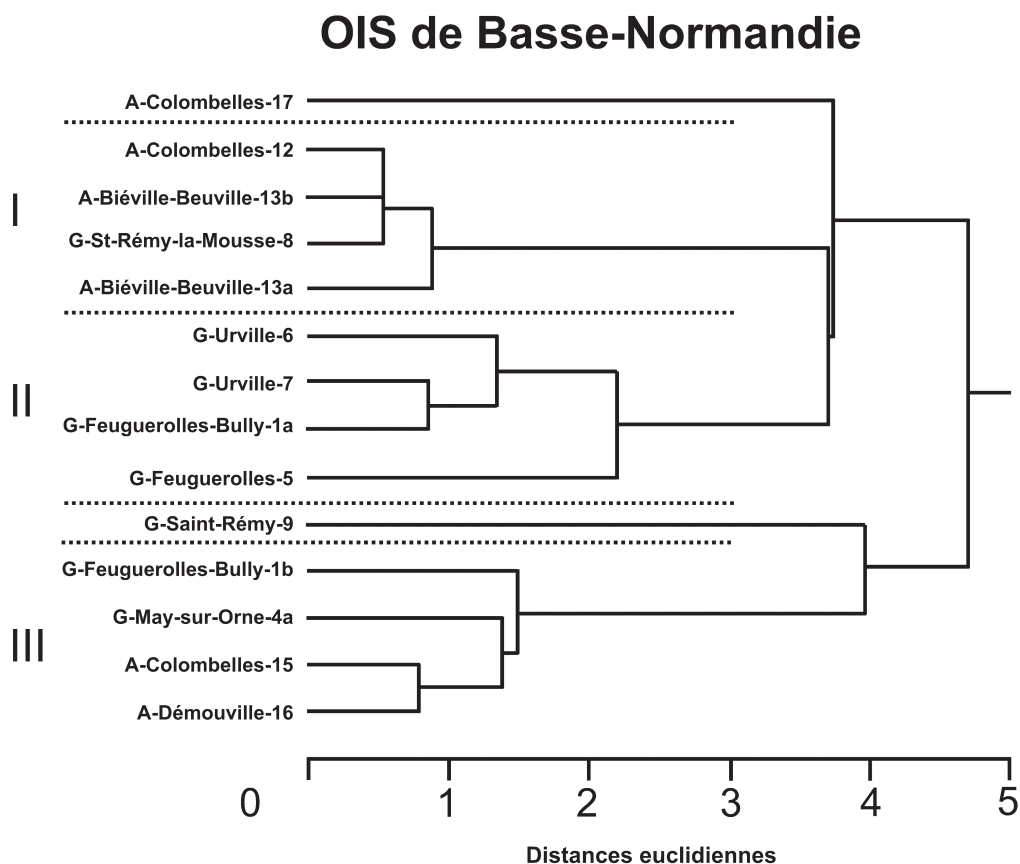


Fig. 10 – Dendrogramme construit sur base des éléments mineurs et en traces mesurés par LA-ICP-MS.
Fig. 10 – Hierarchical clustering dendrogram, based on minor and trace elements measured by LA-ICP-MS.

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'émergence 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, Frasniens...), 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 Europe. 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. & WALSH 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)
mgolitco@nd.edu
&
Field Museum of Natural History
Chicago, Illinois 60605 (USA)
mgolitco@fielmmuseum.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

<i>Échantillons d'hématites oolithiques (OIS) et de grès ferrugineux de Basse-Normandie</i>						
<i>Id</i>	<i>N° labo, collection ou réf. Archéo</i>	<i>Origine</i>	<i>Commune</i>	<i>Nom du gisement ou du site</i>	<i>Contexte de prélèvement</i>	<i>OIS/grès</i>
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)

<i>Échantillons d'hématites oolithiques (OIS) et de grès ferrugineux de Basse-Normandie</i>						
<i>Id</i>	<i>N° labo, collection ou réf. Archéo</i>	<i>Origine</i>	<i>Commune</i>	<i>Nom du gisement ou du site</i>	<i>Contexte de prélèvement</i>	<i>OIS/grès</i>
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
<i>Id</i>	<i>DRX (PDRT)</i>	<i>DRX (AO)</i>	<i>LM</i>	<i>LA-ICP-MS</i>	<i>PIXE (AGLAE-C2RMF)</i>	<i>PIXE (ULg)</i>	<i>HH-XRF</i>	
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 mm ²	Si(Li)	Ultra thin window +He	Si(Li)	Be window	5 nA	10-15 min	3-4 µC
				10 mm ²		50 mm ²	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 mm ²		50 mm ²	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	Filtres	Spectre
	(µA)		
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	Ba	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	Flags
	Gisement	Zn	As	Rb	Sr	Zr	Nb	Ag	Sn	Ba	La	Ce	Pb	Th	
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	Amblié	< 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	Amblié	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-Nor- mandie Gisement	Mesures des erreurs (ppm)													
		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 ₂ O ₃ - K		SiO ₂ - K		P ₂ O ₅ - K		K ₂ O - K		CaO - K		TiO ₂ - K		V ₂ O 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, Al₂O₃, SiO₂, P₂O₅, K₂O, CaO, TiO₂, V₂O₃, MnO et Fe₂O₃ sont exprimés en % en poids. Les autres éléments sont exprimés en ppm.

N°	Sites	Geo/ARCH	MnO - K		Fe ₂ O ₃ - K		ZnO - K		As ₂ O ₅ - K		SrO - K		Y ₂ O 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, Al₂O₃, SiO₂, P₂O₅, K₂O, CaO, TiO₂, V₂O₅, MnO and Fe₂O₃ 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").