

Provenance des roches à base d'hématite exploitées à Diepkloof Rock Shelter, Afrique du Sud : synthèse et implications socio-économiques

Laure DAYET

Abstract

Hematite is one of the most common red pigments used by hunter-gatherer societies. In Africa, the earliest and unambiguous evidence for the use of red ferruginous pigments dates to the early Middle Stone Age (MSA), more than 200 ky ago. Usually referred to as "ochre", they were intensively exploited in Southern Africa from about 160 ky. Hundreds of ochre fragments have been found in MSA layers from dozens of South African sites. The powder extracted from these red rocks is assumed to have been involved in a variety of activities, for body painting, for medicinal or ritual purposes, in hide treatment or as a loading agent in adhesives. Direct evidence of its use by MSA populations is scarce and mostly inferred from powder residues staining archaeological artifacts, such as backed tools or shell beads. Although red pigment use by early modern humans has often been interpreted as reflecting symbolically mediated and complex behaviors, the way they were collected and selected before being used remains poorly documented. Provenance studies are among the most powerful approaches to reconstruct procurement strategies and to discuss selection criteria. In this paper we investigate the provenance of ochre pieces from the MSA units of Diepkloof Rock Shelter, South Africa, in order to discuss the complexity of ochre procurement. Samples were examined with a binocular microscope and a part of them was submitted to chemical analyses by SEM-EDS (micro-structure), XRD (mineralogical composition), ICP-OES and ICP-MS (composition in major and trace elements). They were compared with a geological database constituted of samples from 12 sources located around the site.

Ochre pieces from Diepkloof were shown to belong to three main categories of rocks: clayish sedimentary rocks (shale); intensively ferruginized nodules (nodular ferricretes); partially ferruginized sedimentary rocks (shale/ferricrete). Petrological observations and mineralogical analyses suggest a local provenance for a majority of the shale pieces, probably from a shale bed located directly in the back of the shelter. A significant number is exogenous however, and several were shown to be non-local. Geochemical data interrogated by statistical methods confirm the presence of both local and exogenous shale pieces. In comparison to shale pieces, no ferricrete sources are encountered in the vicinity of the site. Ferricrete pieces are exogenous and some of them are probably non local according to their micro-structure. However the ferricrete sources do not show clear mineralogical or geochemical fingerprints as the shale sources do. Regarding the provenance of shale/ferricrete pieces, similar conclusions were reached. According to these results, raw materials containing high iron oxide amounts were preferentially collected although they required long distance movements. Most of the non-local ochre pieces (shale and ferricrete), come from formations located to the south-west, upstream of the valley where the site is located. They are all located in Howiesons Poort units. At least one shale piece could come from a more distant area located to the north-east, where deeper valleys are encountered (Cederberg area). Such connections between different valleys suggest long distance group mobility or group exchange. In conclusion, ochre procurement at Diepkloof followed complex patterns during the Howiesons Poort, involving local supply, day trips, and possibly long distance mobility or group exchange.

Keywords: hematite, ochre, provenance, mineralogy, geochemistry, Middle Stone Age, South Africa, procurement strategies.

Mots-clés : hématite, ocre, provenance, minéralogie, géochimie, Middle Stone Age, Afrique du Sud, stratégies d'approvisionnement.

1. INTRODUCTION

L'hématite est l'un des pigments rouges les plus emblématiques des sociétés traditionnelles. Souvent associée à la terre ou au sang, de nombreux ouvrages ethnographiques relatent l'utili-

sation de cet oxyde de fer, pur ou naturellement mélangé à d'autres minéraux, au cours de rituels à valeur hautement symbolique (voir par exemple Bleek & Llyod, 1911 ; Peabody, 1927 ; Rudner, 1982 ; Taçon, 2004). Le terme « hématite » est issu du grec ancien et signifie « sang ». Si les grecs

faisaient la différence entre l'hématite pure et les « ocres », terres argileuses rouges colorées par la présence de cet oxyde de fer, tel n'est pas le cas de nombreux explorateurs et ethnographes ayant décrit son usage au sein des sociétés de chasseurs-cueilleurs d'Amérique du Sud, d'Afrique ou encore d'Australie. Aujourd'hui encore, le terme « ocre » reste toujours largement utilisé en archéologie pour désigner tout type de matière colorante rouge colorée par l'hématite.

La question de l'usage de ces ocres a fait l'objet d'un intérêt croissant ces dernières années dans le cadre des recherches menées en Afrique, au Proche Orient ou en Europe pour comprendre comment se sont développées les sociétés de chasseurs-cueilleurs au Paléolithique moyen (PM) et au Middle Stone Age (MSA) (Watts, 2002 ; Hovers *et al.*, 2003 ; Marean *et al.*, 2007 ; d'Errico *et al.*, 2010 ; Wadley *et al.*, 2009 ; Zilhao *et al.*, 2010 ; Dayet *et al.*, 2013). En l'absence de peintures sur paroi ou sur mobilier pour ces périodes, plusieurs auteurs ont proposé une utilisation pour la peinture corporelle (Bordes, 1952 ; Soressi & d'Errico, 2007 ; Bouzzougar *et al.*, 2007). Les résidus d'hématite observés sur des coquillages perforés découverts dans les couches atériennes de la grotte des Pigeons (Maroc), ou encore dans des couches Still Bay à Blombos Cave (Afrique du Sud), sont jusqu'à présent les indices les plus tangibles en faveur de cette hypothèse (d'Errico *et al.*, 2005 ; Bouzzougar *et al.*, 2007). En parallèle, des résidus rouges ont été observés sur la partie emmanchée de pièces à dos sur trois sites Howiesons Poort en Afrique du Sud, à Sibudu Cave, Rose Cottage Cave et Umhlatuzana (Wadley *et al.*, 2004 ; Wadley, 2005 ; Lombard, 2007). L'hypothèse d'une utilisation comme charge dans un adhésif a été avancée et testée expérimentalement (Wadley *et al.*, 2009). L'aspect ponctuel de ces découvertes ne permet cependant pas de comprendre l'ensemble des activités dans lesquelles l'ocre rouge était impliquée. Notamment, la question de l'existence de pratiques symboliques associées à cet usage, que ce soit à des fins de communication non verbale ou au travers de rituels, reste posée pour le MSA et le PM. L'intense exploitation d'ocre observée à cette période en Afrique australe (Watts, 2002), ainsi que la découverte de gravures géométriques, estimées à environ 75 ka, sur des fragments d'ocre à Blombos Cave (Henshilwood *et al.*, 2002, 2009) rend particulièrement propice cette réflexion.

Plusieurs pistes de recherche ont été proposées pour aborder ces questionnements, notamment par le biais de l'étude des fragments d'ocre découverts en contexte archéologique. Certains se sont focalisés sur les traces de modifications anthropiques et les procédés de transformation (Rifkin, 2012 ; Hodsgkiss, 2013), tandis que d'autres ont davantage mis l'accent sur les critères de sélection des matières premières (Watts, 2010 ; Dayet *et al.*, 2013). En comparaison, l'économie de ces ressources reste peu décrite. Connaître les sources d'approvisionnement en matières premières, les déplacements ou échanges entre groupes, l'aspect spécifique ou opportuniste de la collecte, peut aider à mieux comprendre les critères de sélection et l'importance de cette exploitation dans le système économique global des groupes de chasseurs-cueilleurs. Le registre ethnographique a permis de révéler chez certains groupes des stratégies d'approvisionnement complexes pour les matières colorantes rouges. Un observateur du début du 20^{ème} siècle rapporte par exemple qu'un pigment rouge brillant, particulièrement prisé et faisant l'objet de croyances particulières, était collecté par les San du Lesotho à des distances de plusieurs dizaines de kilomètres des sites d'habitat (How, 1962 : 34).

En Australie, les témoignages et sources ethnographiques ont permis d'identifier plusieurs mines exploitées par les aborigènes, comme Pukardu Hill près de Parachilna au Sud de l'Australie, Wilga Mia au Nord, ou une mine au centre près de Campbell Ranges (Paterson & Lambert, 1985). Dans les trois cas, l'ocre extraite était échangée par les groupes locaux avec d'autres groupes. L'échange de matières colorantes minérales rouges entre différents groupes est également mentionné chez les indiens Pima d'Arizona (Russell, 1908 : 92). Les recherches de provenance apparaissent ainsi comme un outil idéal pour aborder cette possible diversité de comportements économiques au sein des populations de chasseurs-cueilleurs du MSA d'Afrique australe. Ce type d'approche n'a encore jamais été réalisé dans ce contexte. Le site de Diepkloof Rock Shelter, situé à proximité de la côte Atlantique, a été choisi pour cette première étude de provenance de roches ferrugineuses en Afrique du Sud en raison de sa séquence clé intégrant l'un des techno-complexes les plus normalisés du MSA de cette région, l'Howiesons Poort.

Par le passé, plusieurs auteurs se sont consacrés à la question de la provenance des matières colorantes ou ocres rouges provenant de sites archéologiques. Barham (2002), a par exemple, émis l'hypothèse que les matières colorantes rouges du site de Twin Rivers, Zambie, trouvées dans des niveaux datés à plus de 200 ka, sont d'origine locale. Il s'est basé pour cela sur les caractéristiques minéralogiques et géochimiques des fragments de pigments retrouvés sur le site. Plus récemment, Salomon *et al.* (2012) ont montré que les quelques fragments d'ocres découverts à d'Es Skhul, Israël, dans les niveaux datés à environ 100 ka, provenaient certainement de sources situées à plus d'une centaine de kilomètres du site, étant donné leur composition minéralogique. Cependant, en l'absence de prospections géologiques, la fiabilité des sources documentaires sur lesquelles repose cette hypothèse n'est pas discutée.

En parallèle, un certain nombre d'auteurs ont privilégié les aspects méthodologiques des recherches de provenance, cherchant à déterminer si des différences de composition significatives entre sources d'ocre peuvent être déterminées par l'analyse physico-chimique. Parmi les travaux les plus aboutis en ce sens, il faut citer en premier lieu ceux de Popelka-Filcoff (2006), qui a développé une méthode basée sur l'analyse des éléments majeurs et traces et un traitement statistique des données. Le protocole qu'elle propose a permis de distinguer avec succès des sources d'ocre provenant de plusieurs régions des USA, à partir de leur composition en fer et en éléments traces (Popelka-Filcoff *et al.*, 2007, 2008). Parallèlement, plusieurs mines d'hématite du Botswana et du Nord de l'Afrique du Sud, ayant fait l'objet d'études similaires, ont pu être séparées par leur signature en éléments traces (Kiehn *et al.*, 2007). Cependant, la dernière étape dans les recherches de provenance, qui consiste à comparer des échantillons archéologiques au corpus géologique de référence, n'a été que très marginalement appliquée. Récemment, Eiselt *et al.* (2011), reprenant la méthodologie de Popelka-Filcoff (2006), ont comparé différentes sources du centre de l'Arizona, avec des échantillons « d'hématite » sous forme poudreuse ou compacte (« earthy hematite » et « rocky hematite » : 3022) de trois sites paléindiens de la région. La signature géochimique de quelques pièces archéologiques correspond à celle d'une des sources étudiées.

Le travail de recherches de provenance entrepris à Diepkloof a donc eu pour objectif de créer un référentiel géologique, prenant en compte aussi bien les caractéristiques minéralogiques que géochimiques des sources, de déterminer des critères de provenance, et de les appliquer aux échantillons archéologiques. Les résultats de cette dernière partie de l'étude de provenance, ainsi que les implications en termes de stratégies d'approvisionnement et de critères de sélection, sont abordés dans cette courte synthèse.

2. CONTEXTE ARCHÉOLOGIQUE ET GÉOLOGIQUE

2.1. Contexte archéologique : les niveaux MSA de Diepkloof Rock Shelter

Situé près de la côte Ouest de l'Afrique du Sud, à 180 km au Nord du Cap, le site de Diepkloof Rock Shelter domine une petite vallée au milieu d'un paysage semi-aride. L'abri est localisé au sommet d'un promontoire rocheux, au sein de formations de conglomérats et de grès quartziques (formation Table Mountain). Les premières fouilles y ont été menées par J. Parkington dans les années 1980, puis elles ont été reprises en 1999 par une équipe franco-sud-africaine, sous la direction de J.-P. Rigaud, P.-J. Texier et J. Parkington. Plusieurs aires ont été fouillées, dont une zone où la puissance stratigraphique atteint près de 3,10 m sur 3 m² de surface. La séquence ainsi mise au jour montre une occupation au Middle Stone Age quasi continue. Plusieurs complexes s'y succèdent (Porraz *et al.* 2008, 2013) :

- Une phase MSA dont la caractérisation reste en suspens.
- Une phase MSA ancien de type Mike (US Mike et Lauren), caractérisée par la production d'éclats triangulaires.
- Une phase pré-Still Bay (US Lynn), intermédiaire entre la phase précédente et la phase suivante.
- Une phase Still Bay (5 US, de Leo à Keeno), identifiable par la présence de pointes foliacées bifaciales.
- Une phase Early Howiesons Poort (6 US, de Keegan à Jess), caractérisée par la production d'outils sur lame de type pièces esquillées.
- Deux US distinctes de l'HP, Jude et Jack, entre l'Early HP et l'Intermediate HP, pour lesquels des pièces à dos retouchées de type racloir ont été observées.

- Un ensemble HP (14 US, de Jeff à Debbie), pouvant être séparé en deux phases, une intermédiaire et une plus tardive, caractérisées majoritairement par des pièces à dos géométriques et pièces encochées.
- Une phase post-Howiesons Poort (3 US, de Danny à Claude), à partir de laquelle les supports produits sont moins réguliers qu'à l'HP.

La datation par thermoluminescence et luminescence optiquement stimulée des unités stratigraphiques inférieures situe les premières occupations de l'abri à partir d'environ 110 000 ans, tandis que les unités MSA les plus récentes sont estimées à environ 50 000 ans (Tribolo *et al.*, 2009, 2013). Parmi les découvertes les plus remarquables, on peut citer des résidus d'adhésif identifiés sur quelques pièces Howiesons Poort, des graines et fleurs carbonisées, et surtout des fragments d'œufs d'autruche gravés de motifs géométriques, toujours dans les couches Howiesons Poort (Rigaud *et al.*, 2006 ; Texier *et al.*, 2010, 2013).

2.2. Contexte géologique : sources potentielles

D'après la carte géologique au 1/250 000 de la région, il existe deux types de roches dans les environs de Diepkloof susceptibles d'avoir été exploités comme ocre : les shales, décrits comme des lits colorés, parfois rouges et les ferricrètes, décrits comme des formations issues d'altérations secondaires (Roberts, 2003). Des prospections géologiques ciblées suivant les indications de la carte ont permis un relevé plus précis des sources.

Les shales se rencontrent dans les trois types de formations sédimentaires proto-Paléozoïques et Paléozoïques présentes autour du site de Diepkloof : les formations Malmesbury, Klipheuwel et Table Mountain, des plus anciennes aux plus récentes (Fig. 1). Les formations Malmesbury (système Nama) ont subi un léger métamorphisme, globalement plus important que les formations supérieures (Du Toit, 1954 ; Saggerson & Turner, 1995). Quelques affleurements de shale rouge et jaune ont été localisés dans ces formations. Les plus proches étant localisés à une vingtaine de kilomètres du site. Au-dessus, les formations Klipheuwel se présentent sous la forme de larges bancs de shale rouge, parfois

accompagnés de grès et de conglomérats. Enfin, au sein des formations Table Mountain (système du Cap), dans lesquelles s'est formé l'abri de Diepkloof, quelques fins lits de shale de faible épaisseur apparaissent. L'un de ces affleurements est visible dans le fond de l'abri. Il se situe au fond d'une anfractuosit , creusée peut-être naturellement avec possible intervention humaine (notamment au *Late stone Age*).

Les ferricrètes sont décrits dans la notice de la carte de façon vague, comme formations tertiaires à quaternaires, ce qui ne permet pas d'identifier un horizon où ils se seraient formés préférentiellement. Cependant, nos données de terrain montrent qu'ils sont souvent localisés à proximité des formations Malmesbury. Cette observation est en adéquation avec ce que l'on sait par ailleurs du mode de formation de ces roches. Les ferricrètes se forment par dissolution/reprécipitation d'éléments à partir d'un substrat rocheux en contexte d'altération, de la même façon que les silcrètes (Blatt & Tracy, 1996). Les formations Malmesbury sont celles qui ont subi les phénomènes d'altérations les plus intenses dans la région. Les silcrètes sont fréquents dans ce contexte, alors qu'ils sont plus rares au sein des formations Table Mountain (Roberts, 2003). Les ferricrètes ont donc davantage de chances d'être trouvés à proximité des formations Malmesbury.

Le contexte géologique autour de Diepkloof apparaît idéal pour définir les sphères locale, semi-locale et non locale. En effet, les formations Malmesbury n'affleurent pas à moins de 20 km du site. La limite de 20 km a donc été choisie pour distinguer la sphère semi-locale de la sphère non locale (Porraz *et al.*, 2008). En parallèle, la limite de la sphère locale a été établie à 5 km, distance à laquelle affleurent les formations Klipheuwel les plus proches. Ces distances entrent typiquement dans les ordres de grandeur des rayons proposés pour définir l'origine des matières premières au Paléolithique (voir Geneste, 1988). Il s'agit cependant du contexte géologique tel qu'il peut être perçu à l'heure actuelle. À certaines périodes, le niveau de la mer a été notablement plus bas, en particulier à l'Howiesons Poort (Compton, 2011). La ligne de rivage, actuellement située à 14 km de l'embouchure du Verlorenvlei, pourrait s'être déplacée de plus de 18 km vers l'ouest, lorsque le niveau de la mer était le plus bas (stade isoto-

pique 4, climat plus froid). On ne peut exclure la possibilité que des sources aient été exploitées au-delà de la limite actuelle du rivage. Toutefois, si tel a été le cas, ces sources seraient non locales, voire éventuellement semi-locales si immédiatement situées après cette limite.

3. MATÉRIEL ET MÉTHODES

3.1. Matériel archéologique

En raison de la documentation inégale selon les secteurs de fouille, cette étude a été restreinte

à la zone où la séquence est la plus longue, au niveau du secteur principal ; ceci concerne 2 m², pour une puissance stratigraphique de 3,1 m (carrés M6-N6). Les méthodes de fouille sur cette partie de la séquence sont toujours les mêmes, à savoir découpage de la surface et fouille par sous-carré (de 50 cm de côté) ; individualisation des objets de plus de 2 cm et des objets d'intérêt particulier, coordonnés dans l'espace ; tamisage à sec du sédiment par couche et sous-carré. De plus, au niveau de ce secteur, trois sections permettent de contrôler la stratigraphie. Le corpus ainsi retenu compte un total de 549 pièces. Un grand nombre provient des refus de tamis, seule-

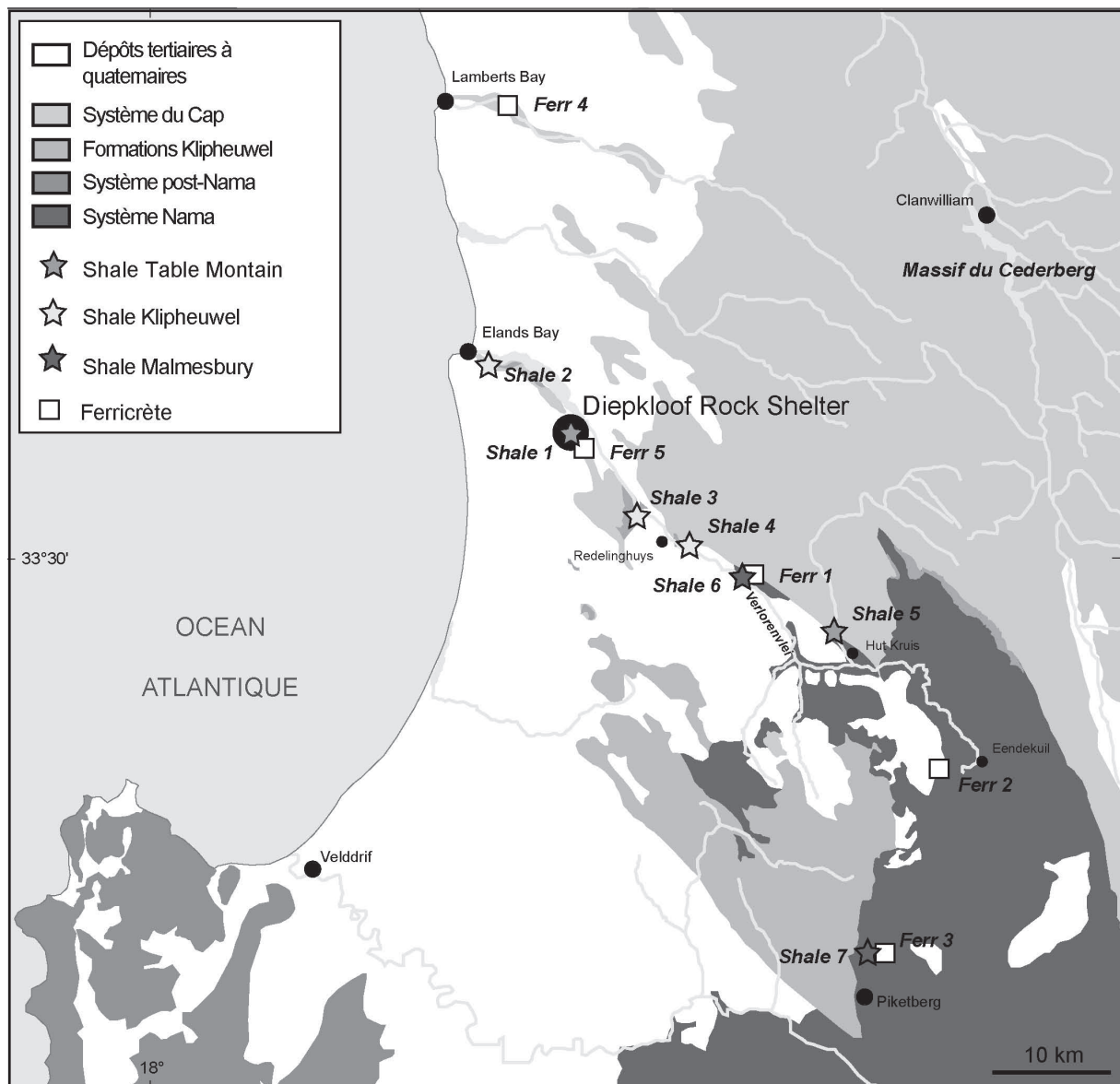


Fig. 1 – Localisation des sources principales répertoriées et prélevées au cours des prospections géologiques.

ment 56 ayant été identifiées à la fouille et coordonnées dans l'espace. Une description détaillée de ce corpus, état de fragmentation, matières premières et traces d'usure, ont fait l'objet d'un précédent travail (Dayet *et al.*, 2013).

3.3. Méthodes

3.3.1. Examen macroscopique

Les critères de caractérisation macroscopique des matières premières ont été choisis à partir des différences observées entre sources géologiques et par la comparaison avec les résultats de l'analyse par MEB-EDXS et par DRX. Les critères suivants ont été retenus lors de l'examen macroscopique des pièces, à l'œil nu et à la loupe binoculaire :

- La structure : échantillon massif, légèrement laminé, laminé, finement laminé éventuellement globulaire.
- La texture : roches à grains fins (dans certains cas des roches silteuses ont pu être distinctement identifiées) ; grès.
- La porosité : présence ou absence de pores.
- La présence de minéraux spécifiques : grains de quartz, micas blancs, micas noirs.
- La présence d'un cortex : le type de cortex, caractéristique d'un gîte subprimaire ou secondaire, impliquant un transport (stigmates de « chocs » sur la surface dus au transport, émoussés et arrondis des angles).
- Aspect du cortex : mat ou lustré.

3.3.2. MEB-EDXS

Des analyses non-destructives par MEB-EDXS ont été réalisées sur une sélection d'échantillons (98 au total). L'instrument utilisé est un MEB JEOL 6460 LV couplé à un spectromètre de rayons X en dispersion d'énergie EDXS Oxford XMax 20. Des analyses globales (surfaces analysées : 0,5 à 2 mm²) et ponctuelles sur les minéraux ont été réalisées, en surface, en mode *low vacuum*. La surface des échantillons a été nettoyée au préalable à l'eau distillée pour enlever les sels solubles de type chlorures ou nitrates très présents dans les sédiments.

3.3.3. Diffractométrie de rayons X (DRX)

Les échantillons analysés au MEB-EDS ont été analysés en parallèle par DRX appliquée en

surface. Puis 28 d'entre eux ont fait l'objet de prélèvements afin de réaliser des analyses sur poudres, nécessaires pour identifier tous les minéraux argileux présents. Toutes les variations macroscopiques de shales et ferricrètes ont été incluses dans cette sélection. Les échantillons ont été broyés dans un mortier en agate puis dans un broyeur avec un bol de tungstène.

L'appareil de DRX utilisé (Bruker D8 Advance) est équipé d'un tube avec une anode de cuivre (longueur d'onde : 1.54 Å) et d'un détecteur CCD multicanal PSD LynxEye. Les analyses de surface ont été réalisées avec un miroir de Göbel, une fente de 1 mm à l'avant, et des fentes solaires longues devant le détecteur. Pour les poudres, une géométrie Bragg-Brentano a été appliquée, une fente divergente de 0,3 mm a été placée à la sortie du tube et un couteau positionné au-dessus de l'échantillon. Ces conditions sont optimales pour l'analyse aux bas angles et l'identification des minéraux argileux. Les poudres ont été déposées sur lames de verre (à partir d'un mélange pâteux obtenu par ajout d'eau). Cette méthode, qui a pour effet d'orienter les feuillets des minéraux argileux, permet une meilleure détection de ces derniers.

L'identification a été réalisée via la base de données PDF-4 (Powder Diffraction Files). Les différentes familles de minéraux argileux ont été identifiées à partir de la position de leur pic principal (Moore & Reynolds, 1989 ; Meunier, 2002). Pour l'illite, la forme du pic principal dépend de son état de cristallinité. Sur la fraction argileuse (<4 µm), il est possible de distinguer deux types d'illite : l'une bien cristallisée (Well crystallised illite, WCI), qui présente une raie très fine aux alentours de 10 Å ; une autre moins bien cristallisée (Poorly crystallised illite, PCI), qui lorsqu'elle est présente apparaît sous la forme d'un épaulement de la raie principale, lui conférant un aspect asymétrique (Gharrabi *et al.*, 1998 ; Meunier & Velde, 2004). Sur la fraction globale, le pic principal autour de 10 Å peut être la somme d'autres contributions, notamment celle de micas comme la muscovite. Les déconvolutions que nous avons effectuées montrent qu'il existe toujours soit une, soit deux composantes principales dans le pic à 10 Å sur la fraction globale comme sur la fraction argileuse. La décomposition des raies de l'illite a été réalisée à partir du logiciel Fytik 2.1, en utilisant des fonctions de type Pearson 7.

3.3.4. Spectrométrie d'émission optique (CP-OES) et spectrométrie de masse (ICP-MS)

Afin d'étudier les caractéristiques géochimiques des échantillons archéologiques, 11 d'entre eux (6 shales et 5 ferricrètes) ont été analysés par ICP-OES et ICP-MS. Avant analyse, 200 mg de matière a été broyée finement dans un microbroyeur planétaire en agate, puis fondue en présence de LiBO_2 , et enfin dissous par HNO_3 . La solution a ensuite été injectée dans le système d'ionisation par induction plasma (ICP). La même préparation a été utilisée pour l'analyse des éléments majeurs et des éléments traces. L'analyse des éléments traces a été réalisée à partir d'un spectromètre ICP-MS X7 de Thermo. Pour l'analyse des éléments majeurs, un ICP-OES (Icap 6500) à torche radiale (Thermo Scientific) a été utilisé. La calibration des mesures a été effectuée à partir de 6

standards différents, tous distribués par le SARM (BR, DR-N, UB-N, AN-G, GH et IF-G). Le seuil de détection correspond à 6 fois la déviation standard du blanc. L'incertitude sur les mesures a été calculée pour 200 mg d'échantillon.

3.4. Définition du référentiel géologique

Au cours des prospections menées de 2009 à 2011, des prélèvements ont été réalisés sur les affleurements de shale et de ferricrète les plus proches du site. Au total, 12 sources ont fait l'objet de prélèvements, 7 sources de shale et 5 sources de ferricrète (soit un total de 87 échantillons ; Fig. 1). Leur étude par les mêmes méthodes que celles appliquées au matériel archéologique a permis la constitution d'un référentiel (Tab. 1 ; pour version détaillée, Dayet, 2012 ; Dayet *et al.*, 2015). L'échantillonnage a été réalisé selon les cri-

Source	Nb	Formation géol.	Structure	Analyses MEB-EDS	Analyses DRX	Analyses ICP
Shale 1	16	Table Mountain	Laminé	X	X	X
Shale 2	11	Klipheuwel	Laminé	X	X	X
Shale 3	10	Klipheuwel	Légèrement laminé	X	X	X
Shale 4	5	Klipheuwel	Laminé	X	X	
Shale 5	2	Table Mountain	Légèrement laminé	X	X	
Shale 6	10	Malmesbury	Finement laminé	X	X	X
Shale 7	2	Malmesbury	Finement laminé	X	X	
Ferr 1	11	Tertiary/quaternary, associé Malmesbury	Massif	X	X	X
Ferr 2a	6	Tertiary/quaternary, associé Malmesbury	Légèrement laminé, Massif	X	X	X
Ferr 2b	9	Tertiary/quaternary, associé Malmesbury	Massif	X	X	X
Ferr 3	2	Tertiary/quaternary	Massif, globulaire	X	X	
Ferr 4	1	Tertiary/quaternary	Massif	X	X	
Ferr 5	2	Surface, Table Mountain ?	Légèrement laminé	X	X	
Total	87			87	30	64

Tab. 1 – Description générale du référentiel géologique et types d'analyses réalisées, par source.

tères suivants : au moins deux sources par type de formation ont été étudiées ; les sources les plus proches du site ont été échantillonnées en priorité ; des prélèvements ont été réalisés en différentes localisations et à différentes hauteurs pour chaque affleurement.

En ce qui concerne les shales, la structure est le critère premier qui permet de déterminer leur origine géologique. Une structure laminaire peu marquée caractérise les shales Klipheuwel et les shales Table Mountain, tandis que les shales Malmesbury présentent le plus souvent une lamination très fine (résultat du métamorphisme). Cette lamination fine est accompagnée d'une microstructure en paillettes constituées de feuillet de micas juxtaposés, observable par MEB-EDS. Toutefois, c'est principalement la DRX sur poudre qui permet d'identifier la for-

mation géologique d'origine d'un échantillon, en fonction de la nature des minéraux argileux présents. La présence d'argiles interstratifiées présentant un pic aux alentours de 13 Å, ou encore la présence de chlorite, indique une affiliation aux formations Klipheuwel. Une illite bien cristallisée, présentant une raie symétrique fine est caractéristique des formations Malmesbury. Enfin, une comparaison directe entre la composition élémentaire des shales géologiques et des shales archéologiques peut être réalisée en utilisant les logarithmes des rapports de certains éléments traces (As, Ba, Cr, Sb, V) sur le fer (pour le choix de ces éléments et de la méthode de traitement, voir Dayet *et al.*, 2015). L'ensemble des résultats permet de dresser un schéma de synthèse des différentes caractéristiques de chaque source, depuis l'observation jusqu'à l'analyse par ICP-MS et ICP-OES (Fig. 2).

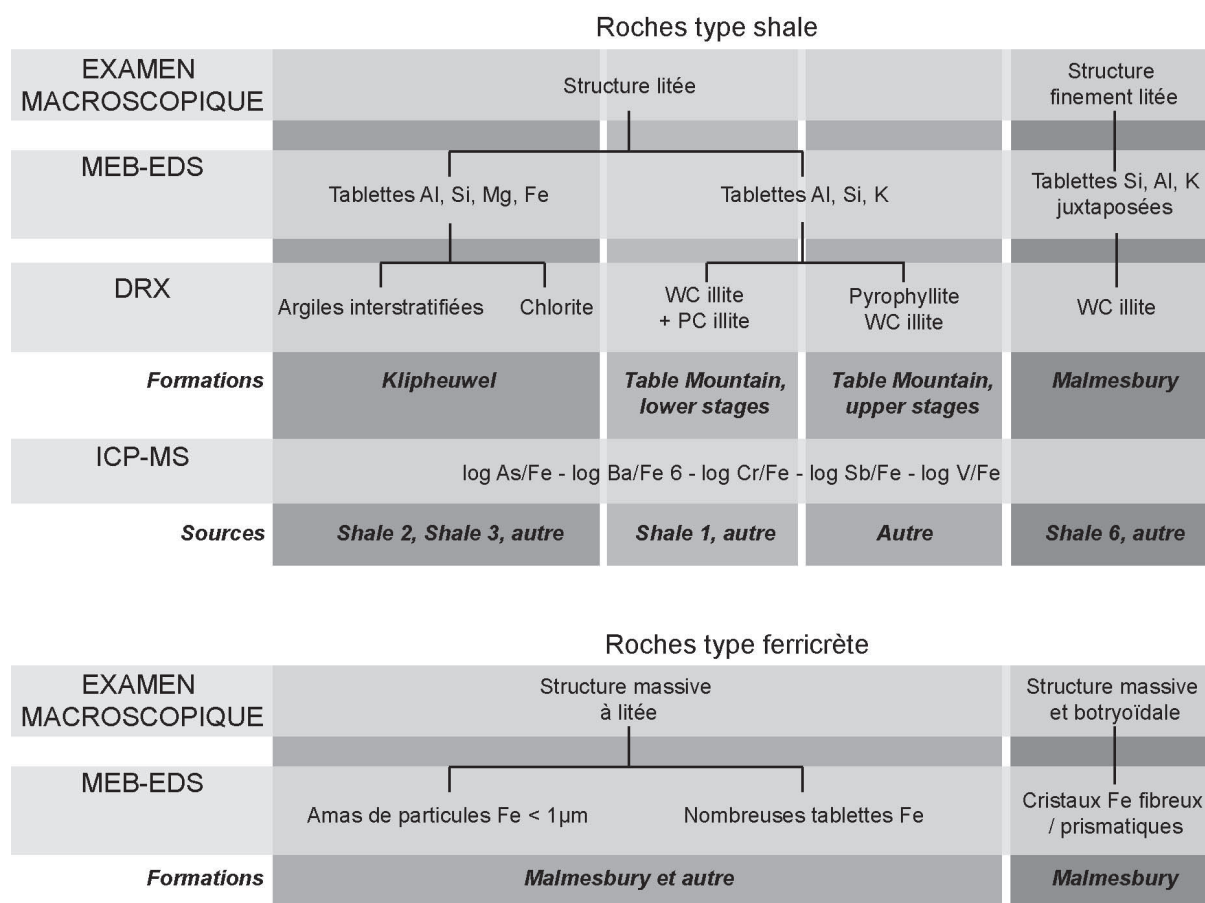


Fig. 2 – Schéma de synthèse établi à partir de différentes méthodes pour déterminer l'origine géologique et la provenance des shales et des ferricrètes dans le contexte proche de Diepkloof Rock Shelter, Afrique du Sud (réalisé à partir de Dayet, 2012 et Dayet *et al.*, 2015). WC : *well-crystallized*, bien cristallisé ; PC : *poorly crystallized*, faiblement cristallisé.

Pour les ferricrètes, la morphologie des cristaux d'oxydes de fer s'est avérée être le seul critère susceptible d'indiquer une origine géologique. Plusieurs ferricrètes des formations Malmesbury présentent en effet des cristaux prismatiques avec une disposition radiale. Ils sont parfois visibles à l'œil nu, sinon observables au MEB-EDS. Ils peuvent former des agglomérats

de petites sphères (structure botryoïdale). Du point de vue géochimique, peu d'éléments traces peuvent être utilisés pour discriminer les différentes sources. Le trop faible nombre de sources étudiées ne permet pas une comparaison fiable entre le référentiel géologique et les échantillons archéologiques analysés par ICP-OES et ICP-MS.

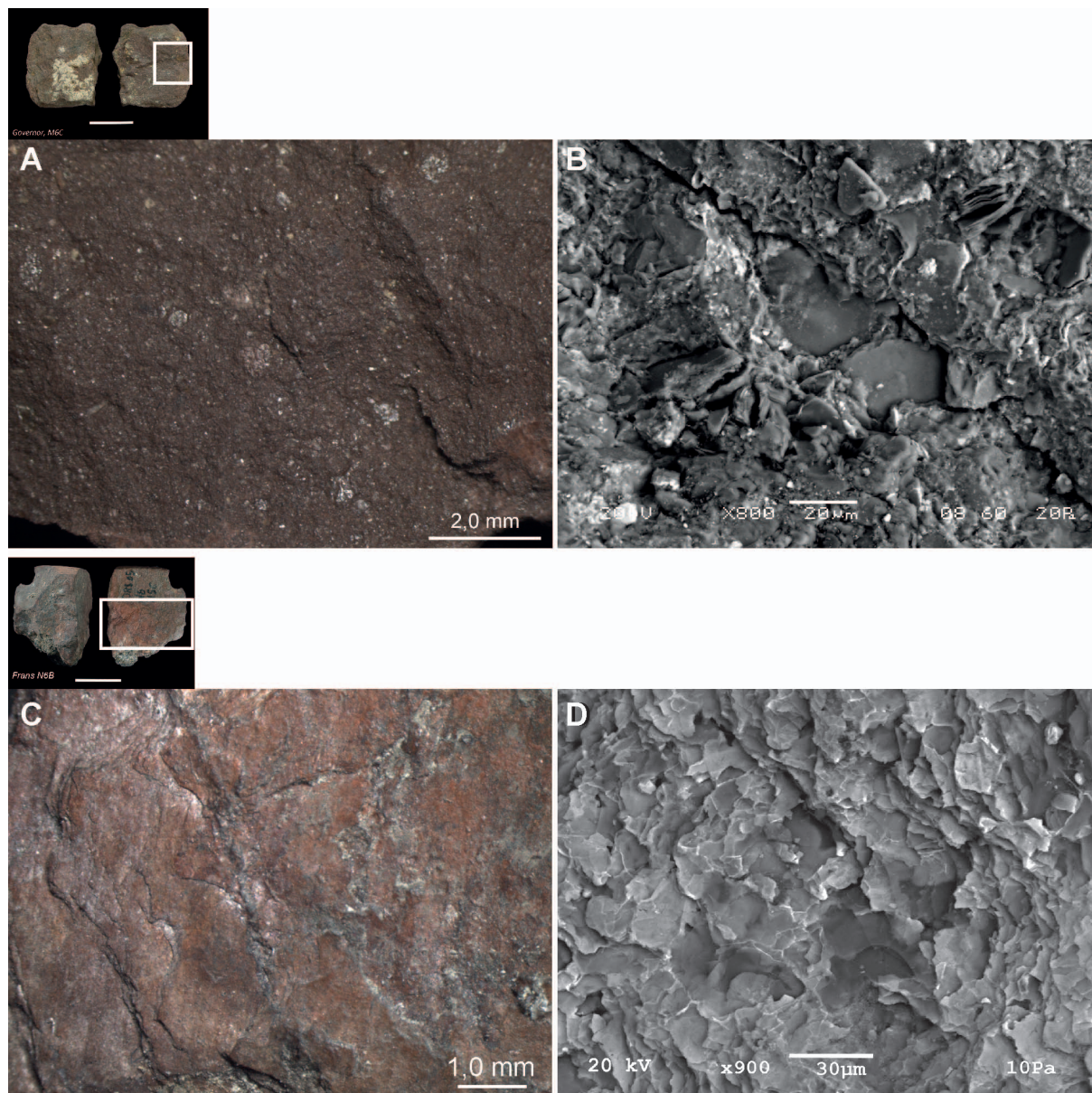


Fig. 3 – Observations à la loupe binoculaire et images MEB en électrons rétrodiffusés de différents faciès de shales et shale/ferricrètes.

A : quelques paillettes de micas sur un shale, non caractéristiques d'une provenance. B : les mêmes paillettes vues au MEB, incorporées dans une matrice argileuse. C : structure en fin feuillets d'un shale/ferricrète avec cortex d'altération en cours de formation, provenant probablement des formations Malmesbury. D : mêmes feuillets vus au MEB, formés de fines paillettes juxtaposées, en partie ferruginisées.

4. RÉSULTATS

4.1. Shales

Au total, environ 71 % des échantillons archéologiques étudiés, provenant des couches MSA sans distinction, s'apparentent à des shales. La présence d'une source située dans l'abri même (*Shale 1*) suggère une origine locale pour ce type de roche. L'observation plus détaillée par l'étude minéralogique et géochimique permet cependant de nuancer cette hypothèse.

4.1.1. Observations macroscopiques et MEB-EDXS

A l'observation, les shales présentent une certaine variabilité. Celle-ci n'est pas nécessairement caractéristique d'une différence de provenance. La présence ou l'absence de micas, par exemple, ne détermine pas une origine géologique étant donné la variabilité interne de certaines sources, présentant différents faciès de composition et texture (en particulier la source de l'abri *Shale 1* ; Fig. 3A-B). Au contraire, la présence d'un cortex d'altération indique une position sub-primaire ou secondaire, éliminant la possibilité d'une provenance d'une source primaire telle que la source de l'abri. Environ 5 % des pièces identifiées comme des shales présentent un tel cortex (Fig. 4A). Il s'agit de pièces exogènes clairement apportées sur le site depuis d'autres sources (Tab. 2).

La structure macroscopique, si elle n'est pas aussi déterminante que la microstructure, est un paramètre important pour distinguer les shales, puisqu'elle est liée aux conditions de sédimentation et au degré de métamorphisme de la roche, comme le montrent les résultats obtenus sur le référentiel géologique. Plusieurs échantillons de shale présentent une lamination fine, potentiellement caractéristique des formations Malmesbury (Fig. 4B ; Tab. 2).

4.1.2. Composition minéralogique

L'analyse minéralogique révèle une plus grande homogénéité de composition parmi les shales. Les phases en présence sont presque toujours les mêmes : minéraux argileux de type illite et/ou mica de type muscovite, quartz, hématite, et parfois une argile de type kaolinitique. Ces caractéristiques sont en tous points similaires à celles des shales issus de la source locale. De même que précédemment, il faut en déduire qu'une grande partie des fragments de shale trouvés dans les dépôts archéologiques proviennent de l'abri.

Quelques cas diffèrent de ces généralités, permettant d'identifier des apports extérieurs (synthèse, Tab. 2). La présence d'une argile interstratifiée dans un échantillon indique qu'elle provient certainement des formations Klipheuwel. Cette pièce est cependant isolée. Alors que les deux formes d'illite sont fréquemment rencontrées dans les échantillons de shale, quelques uns ne

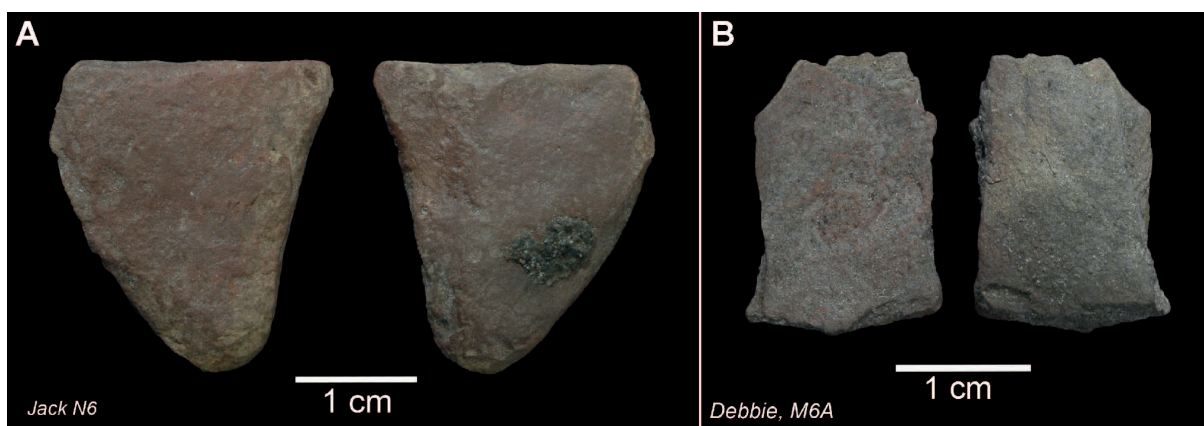


Fig. 4 – Exemples de pièces de shale exogènes et non locales. A : shale avec cortex d'altération, nécessairement apporté sur le site par l'homme ; B : shale constitué d'une fine lamination, provenant certainement des formations Malmesbury.

	Sélection Analysés, poudres	Tous les shales (observés+analysés)	
	N	N	%
Exogène	7	32	8.2
Dont non local	3	11	2.9
<i>Finement laminé</i>	1	9	2.4
<i>Avec illite WCI</i>	1	1	0.25
<i>Avec illite WCI + pyrophyllite</i>	1	1	0.25
Dont avec cortex	3	21	5.4
Dont avec argile interstratifiée	1	1	0.3
Sans signe distinctif	9	360	91.8
<i>Total</i>	<i>16</i>	<i>392</i>	<i>100.0</i>

Tab. 2 – Indices de provenance utilisés pour déterminer l'origine exogène ou allochtone de certains shales, ainsi que leurs nombres et proportions.

contiennent que la forme bien cristallisée, l'illite WCI (Fig. 5A-B). Cette caractéristique permet de les attribuer aux sources des shales schisteux issus des formations Malmesbury ou d'autres formations schisteuses non locales. Le faible nombre de pièces archéologiques (N = 2) pour lesquelles cette caractéristique a été observée ne permet pas de montrer de lien entre caractéristiques macroscopiques et minéralogiques. Enfin, l'une de ces pièces présente en parallèle un minéral argileux différent, la pyrophyllite, non rencontrée dans les sources que nous avons étudiées (Fig. 5C). Cette phase est typique d'un métamorphisme de très faible degré lié à la formation de montagnes (orogénèse). Elle semble fréquente dans certaines formations Table Mountain du massif du Cederberg, plus au Nord (Saggerson & Turner, 1995). Les premières formations du même type affleurent à plus de 25 km du site.

4.1.3. Éléments traces

L'analyse des éléments traces par ICP-MS a porté sur un petit nombre de pièces, pour une confirmation des observations précédentes. Quatre échantillons avec un faible degré de lamination, un avec une lamination fine, et un dernier

présentant une illite WCI ont été choisis pour ce test. D'ores et déjà, il apparaît que les deux derniers échantillons ont un taux de fer supérieur à celui rencontré au sein des shales de la source locale : il dépasse les 30 % en Fe_2O_3 dans ces échantillons supposés non locaux, tandis que la teneur maximale en fer observée dans notre échantillonnage de la source Shale 1 ne dépasse pas 17 % en Fe_2O_3 .

Selon le protocole défini à partir du référentiel géologique, les éléments traces les plus discriminants pour séparer les sources de shale sont As, Ba, Cr, Sb et V (voir Dayet, 2012). Afin de s'affranchir des variations en Fe_2O_3 parfois importantes au sein d'une même source, les logarithmes des rapports sur le fer ont été utilisés. Une analyse en composantes principales (ACP) réalisée à partir de Log éléments/Fe pour les 5 éléments traces sélectionnés permet de séparer les 4 sources principales de shale étudiés avec un intervalle de confiance de 90 % (PC1 et PC2, 87 % de la variance). Les coordonnées des 6 échantillons de shales archéologiques étudiés ont été calculées à partir de cette ACP (Fig. 6A). Trois d'entre eux, sans caractéristiques distinctes, entrent dans la distribution à 95 % de la source *Shale 1*, la source locale.

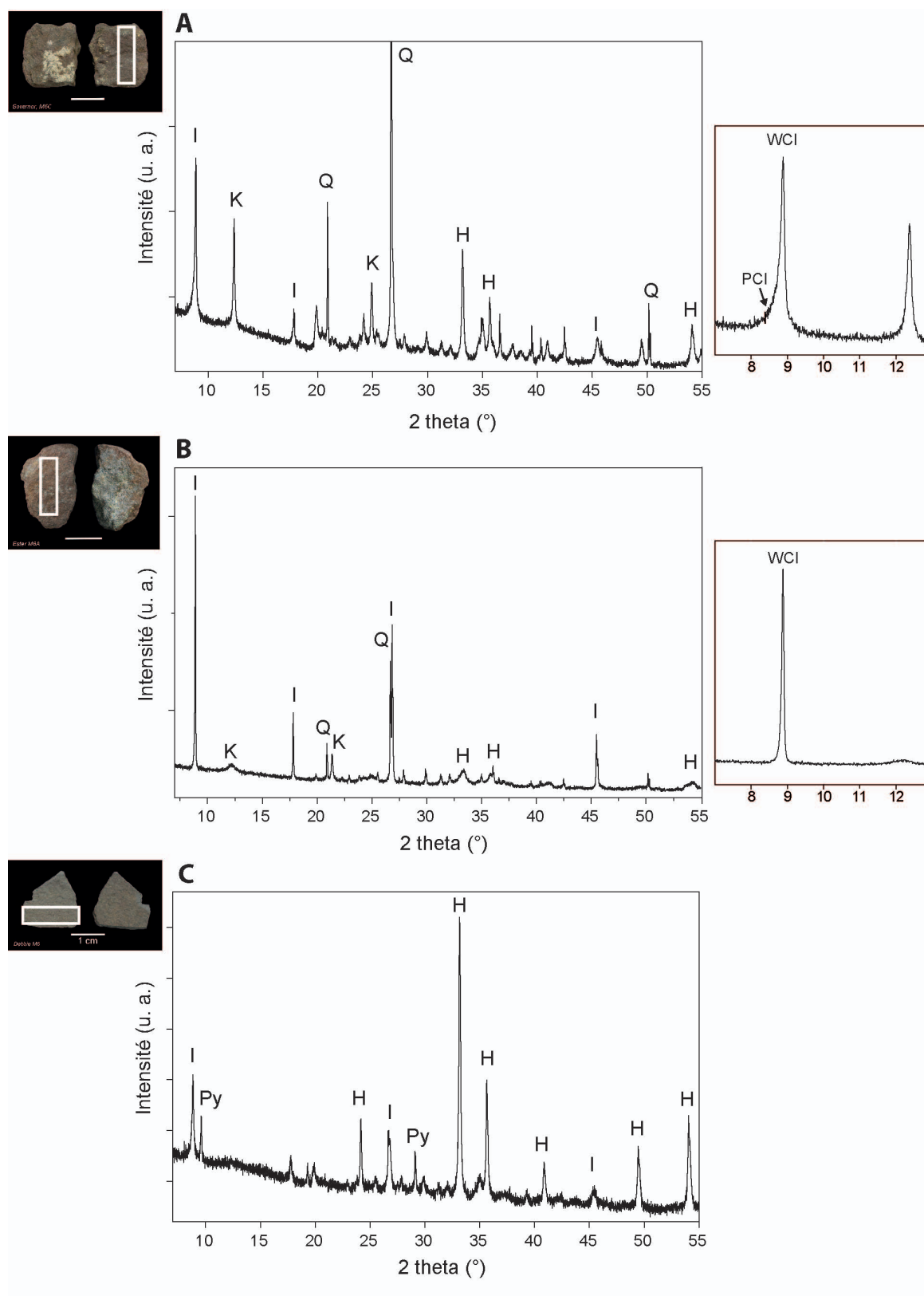


Fig. 5 – Résultats de l'analyse par DRX et phases minéralogiques présentes dans les shales permettant de leur attribuer une origine géologique. A : shale avec illite WCI et illite PCI toutes deux présentes. B : shale avec uniquement illite WCI. C : shale avec pyrophyllite et illite WCI. Abréviations : H : hématite ; I : illite/muscovite ; K : kaolinite ; Q : quartz ; Py : pyrophyllite.

L'échantillon finement laminé et l'échantillon avec illite WCI sont nettement en dehors de la distribution des sources étudiées. Enfin, le dernier est à la frontière entre les sources Shales 1 et 6. Afin de départager les deux provenances, seuls deux éléments, As et Ba, ont été conservés (Fig. 6B). Cette fois, les 4 shales sans signes distinctifs entrent dans la distribution de la source Shale 1. Cette dernière étape dans les recherches de provenance, bien que restreinte, permet de valider les hypothèses émises précédemment : les shales sans signes distinctifs sont d'origine locale ; les shales finement laminés et/ou contenant une illite WCI sont au moins exogènes, potentiellement non locaux.

4.2. Shale/ferricrètes

Les pièces classées comme intermédiaires entre les shales et les ferricrètes sont les plus difficiles à aborder du point de vue de l'origine géologique. En effet, il ne s'agit pas d'un type de roche à proprement parler, ils représentent différents niveaux d'altération, et donc différentes formes géologiques, aussi bien des nodules avec cortex d'altération sub-primaire que des fragments de roches sédimentaires indurées. Très peu de formes

d'altération de ce type ont été répertoriées au cours des prospections géologiques, et les rares échantillons trouvés étaient associés à des ferricrètes, eux-mêmes en relation indirecte avec des formations Malmesbury. Certains s'assimilent aux shales schisteux, de par leur structure finement laminée et leur microstructure en feuillets juxtaposés. Parmi les 42 shales/ferricrètes de l'assemblage, un seul présente de telles caractéristiques (Fig. 3C-D). De manière générale, les taux de fer des shales indurés sont globalement plus proches de ceux des ferricrètes que de ceux des shales. Ils sont donc très probablement exogènes.

4.3. Ferricrètes

Environ 19 % des pièces étudiées ont été identifiées comme des ferricrètes (N = 104). Elles peuvent d'ores et déjà être considérées comme apportées par l'homme, la source de l'abri (*Shale 1*) étant de nature géologique distincte. Le référentiel géologique des sources de ferricrètes est cependant pauvre par rapport à celui des sources de shales, ce qui ne permet pas de définir une provenance au sens strict. Toutefois, l'origine géologique des ferricrètes nodulaires peut être discutée

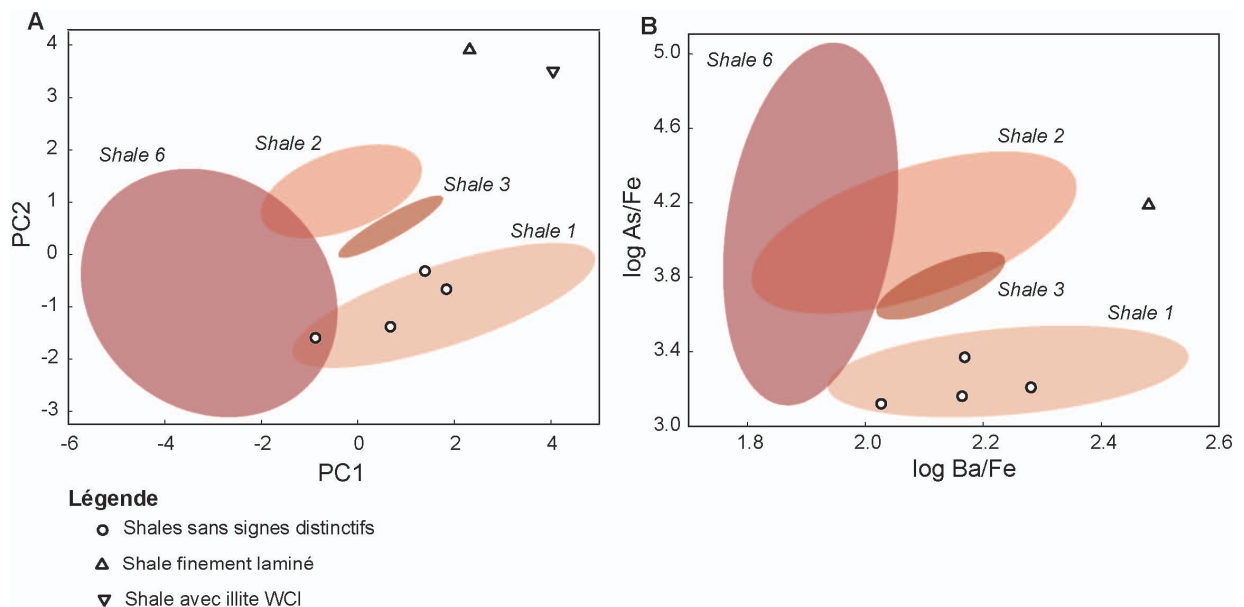


Fig. 6 – Résultats des analyses ICP-OES et ICP-MS, comparaison d'une sélection d'échantillons de shales archéologiques avec la distribution des sources principales de shale répertoriées autour de l'abri. Les logarithmes des rapports éléments traces/Fe ont été utilisés. Les ellipses représentent la distribution des points de chaque source avec un intervalle de confiance de 95 %. A : résultats de l'analyse en composantes principales à partir des éléments As, Ba, Cr, Sb et V. B : Diagramme binaire des éléments As et Ba seuls.

sur la base de quelques indices. Certaines caractéristiques des ferricrètes archéologiques, aussi bien macroscopiques que minéralogiques, tendent à montrer l'existence d'au moins deux types distincts, dont au moins un est lié à une origine géologique particulière.

Les ferricrètes présentent, comme les shales, des structures et des microstructures variables. Il

existe cependant deux formes différentes de cristaux d'oxydes de fer observables à l'échelle microscopique, des cristaux en tablettes et des cristaux prismatiques ou fibreux. Ces « types » n'ont pas tous la même pertinence en termes de provenance ou d'origine. Dans le premier type (« type 1 »), les cristaux en tablettes sont soit dispersés dans la fraction fine comme les paillettes de micas (Fig. 7A), soit regroupés en amas (Fig. 7B). Il

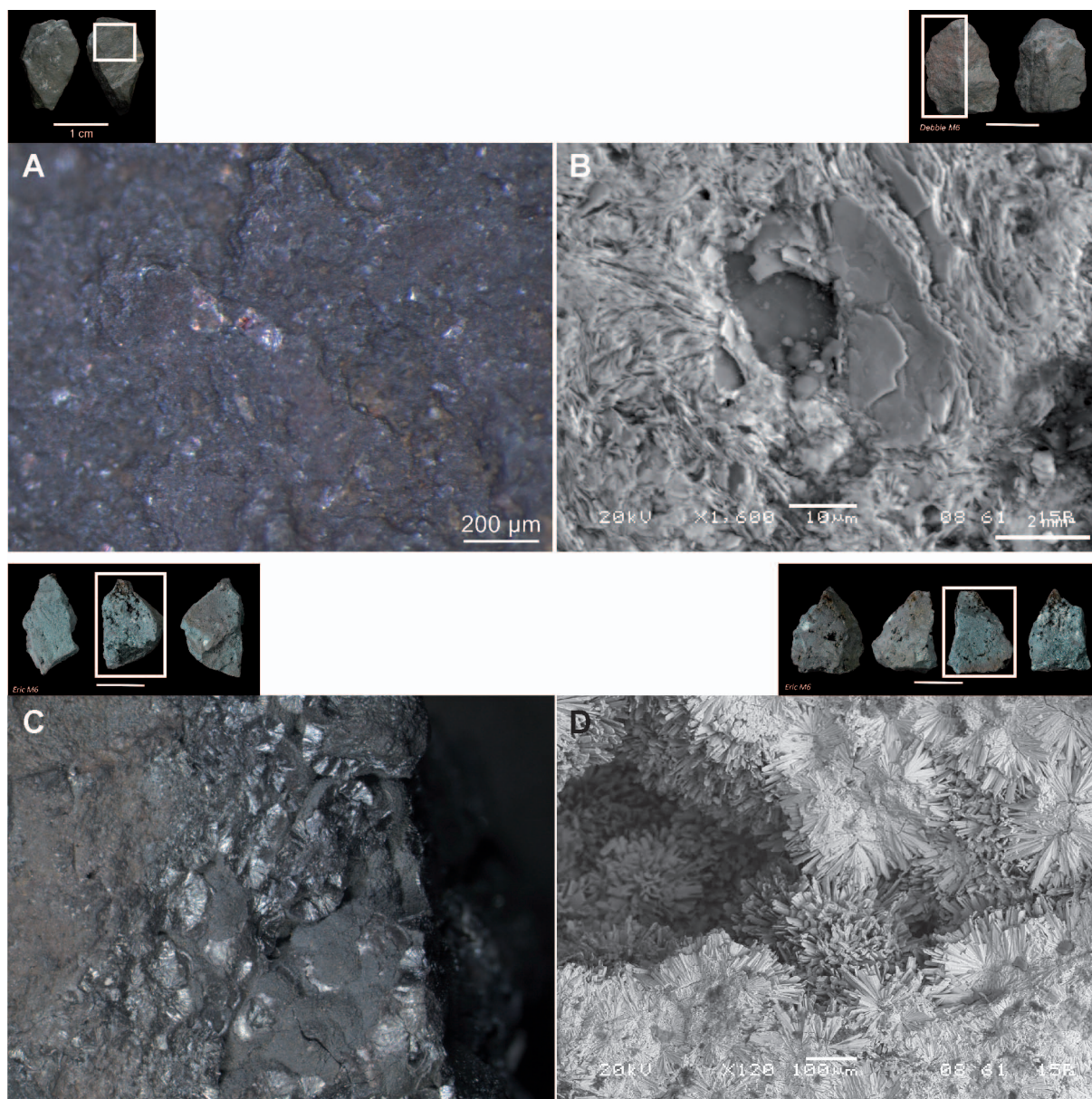


Fig. 7 – Observations à la loupe binoculaire et images MEB en électrons rétrodiffusés de différents faciès de ferricrètes. A : quelques paillettes micacées sur un ferricrète, en partie ferruginisées. B : fines tablettes d'oxydes de fer en amas, ferricrète « type 1 » (image MEB). C : globules fracturés constitués de cristaux fibreux d'oxydes de fer orientés radialement, ferricrète « type 2 » (structure botryoïdale ; photo loupe binoculaire). D : cristaux prismatiques d'oxydes de fer orientés radialement, ferricrète « type 2 » (image MEB).

s'agit probablement de formes d'altérations secondaires, ayant conservé en partie la microstructure de la roche d'origine, typiquement shales ou shales schisteux. Il est difficile de proposer une origine précise pour ces ferricrètes, en l'absence de critères similaires observés au sein du corpus géologique. Bien que les gîtes indiqués sur la carte géologique soient majoritairement associés aux formations Malmesbury, rien ne permet d'affirmer qu'ils proviennent de ce contexte. On ne peut exclure la présence de sources plus ponctuelles dans les formations plus récentes, comme l'indiquent les quelques nodules trouvés hors contexte à proximité du site (source *Ferr5*).

Un autre type s'assimile à des nodules ou fragments systématiquement massifs, avec présence de cristaux aciculaires ou prismatiques, comme

observé dans plusieurs nodules géologiques des sources *Ferr2* et *Ferr3*, situés près des formations Malmesbury (« type 2 ») (Fig. 7C-D). D'après les données de terrain recueillies par ailleurs, il semble peu probable que ce type de recristallisation ait été possible au niveau des formations Table Mountain ou Klipheuwel (voir § 3.4). Ces ferricrètes sont donc très probablement non locales. Ces caractéristiques concernent environ 16 % des ferricrètes (Tab. 3).

4.4. Autres matières premières

Il existe en parallèle des deux grandes classes de roches ferrugineuses exploitées à Diepkloof quelques pièces plus rares de grès et du quartzite ferrugineux (N = 11). Certains présentent des stries d'abrasion comme les ferricrètes et les shales. Ils

	Sélection, analysés, surface		Tous les ferricrètes (observés+analysés)	
	N	%	N	%
Cristaux en paillettes (type 1)	9		9	8.7
Cristaux prismatiques (type 2)	12		17	16.3
Pas de signes distinctifs	15		78	75.0
<i>Total</i>	36		104	100.0

Tab. 3 – Indices de provenance utilisés pour déterminer l'origine non locale de certains ferricrètes, ainsi que leur nombre et proportion.

	Shale		Ferricrètes		Shale/ferr.		Grès		Total	
	N	% total	N	% total	N	% total	N	% total	N	%
Exogène	32	5.8	104	18.9	42	7.7			178	32.4
<i>Dont non-local</i>	11	2.0	17	3.1	1				29	5.3
<i>Dont ind.</i>	21	3.8	87	15.8	41				149	27.1
Ind. ou local	360	65.6					11	2.0	371	67.6
<i>Total</i>	392	71.4	104	18.9	42	7.7	11	2.0	549	100

Tab. 4 – Provenance des pièces en fonction du type de matière première, synthèse globale.

		Shale		Shale/ferr.		Ferricrètes		Autre	Total
		N	Dont non local	N	Dont non local	N	Dont non local	N	
P o s t - H P	Claude	3	0	0	0	1	0	1	5
	Denzil	7	0	2	0	7	2	0	16
	Danny	9	0	0	0	1	0	0	10
L a t e	Debbie	11	4	1	0	8	1	3	23
	Dean	2	0	4	0	2	0	0	8
	Darryl	4	0	1	0	2	0	1	8
	Deon	0	0	0	0	0	0	0	0
	Eric	4	0	1	0	15	11	0	20
	Ester	3	2	0	0	1	0	0	4
	Edgar	15	1	3	0	6	0	0	24
	Eve	0	0	0	0	0	0	0	0
	Eben	0	0	2	0	2	0	0	4
	Frans	2	1	1	1	4	1	0	7
I n t e r m e d i a t e	Fred	4	2	1	0	2	0	1	8
	Frank	1	0	3	0	3	0	0	7
	Fox	1	0	1	0	1	0	0	3
	Fiona	1	0	1	0	0	0	0	2
	Governor	7	0	0	0	4	0	0	11
	John	15	0	0	0	5	1	0	20
	Jeff	5	0	2	0	6	0	0	13
	Joy	4	1	1	0	1	0	0	6
E a r l y	Jack	3	0	2	0	7	0	0	12
	Jude	4	0	1	0	1	0	0	6
	Jess	19	0	1	0	1	0	0	21
	Julia	44	0	1	0	1	0	0	46
	Kate	31	0	1	0	0	0	1	33
	Kerry	28	0	4	0	1	0	1	34
	Kenny	6	0	0	0	2	0	0	8
	Keegan	10	0	0	0	2	0	0	12
S t i l l b a y	Keeno	2	0	0	0	0	0	0	2
	Kim	20	0	1	0	1	0	0	22
	Larry	28	0	3	0	3	0	0	34
	Logan	25	0	1	0	4	0	0	30
	Leo	11	0	2	0	3	0	0	16
	Lynn	34	0	1	0	2	0	2	39
	Laureen	13	0	0	0	3	0	1	17
	Mike	15	0	0	0	2	0	0	17
	Total	391*	11	42	1	104	17	11	548*

Tab. 5 – Synthèse de la répartition stratigraphique des roches ferrugineuses exploitées à Diepkloof en fonction du type de matière première et de leur provenance (niveaux MSA).

*Total différent par rapport à l'assemblage non détaillé, du fait du contexte stratigraphique incertain pour une pièce de shale.

peuvent être considérés comme des matières colorantes potentielles. De telles formes de ferruginisations sont observées ponctuellement dans les environs immédiats du site, tout porte donc à penser qu'elles sont d'origine locale.

5. DISCUSSION ET CONCLUSION

Du point de vue des stratégies d'approvisionnement, les données obtenues sur les matières premières permettent d'établir des faits nouveaux en ce qui concerne le Middle Stone Age. A Diepkloof Rock Shelter, l'affleurement de shale présent dans l'abri constitue une source d'ocre facilement accessible. Or, on constate que la part de matières premières exogènes est non négligeable : elles représentent près de 32,5 % des pièces, soit un tiers de l'assemblage (N = 178), parmi lesquels 18 % de shale (N = 32 ; Tab. 4). Ceci est en accord avec les observations concernant le choix des matières premières préférentiellement exploitées par abrasion. En effet, nous avons pu constater que les traces de modifications anthropiques (abrasion) sur les shales sont rares, puisqu'observées sur seulement 5 % d'entre eux (Dayet *et al.*, 2013). Une partie pourrait donc être d'origine naturelle, provenant de l'érosion du banc de shale situé au fond de l'abri. Parmi les pièces exogènes, 5 % au moins sont issues de sources que nous avons pu établir comme non-locales. De façon notable, on constate qu'elles proviennent toutes des phases intermédiaire et tardive de l'Howiesons Poort (Tab. 5). Ceci nous indique qu'au cours de ces phases la collecte de l'ocre était corrélée à des déplacements qui pouvaient nécessiter de longues distances. Les ferricrètes sont cependant exploités dans presque tous les niveaux MSA, y compris avant le Still Bay. Leur rareté autour du site pourrait indiquer soit que les sources visitées à ces périodes se sont épuisées, soit qu'elles étaient semi-locales voire non locales.

Des propriétés spécifiques ont pu être recherchées, différentes de celles des shales locaux, soit selon des critères techniques (dureté par exemple), soit selon des critères liés à la fonction (poudre pas assez colorante, pas assez siccatif, etc.). L'étude des shales peut donner quelques indications sur ces propriétés. En effet, les pièces de shale exogène analysées ont la particularité d'être parmi les plus riches en fer, d'après les résultats de l'analyse élémentaire. La ou les

propriétés recherchées au cours des déplacements effectués pourraient donc être liées à la présence d'un taux de fer plus important. Ces résultats sont également en accord avec le fait que ce sont les pièces les plus riches en hématite qui sont préférentiellement abrasées (Dayet *et al.*, 2013). Ainsi, un schéma structuré de gestion des matières premières (ou modalité techno-économique) semble se dégager pour les roches ferrugineuses de ce site, orienté vers la recherche de poudre colorante rouge, très riche en hématite.

On note, de plus, que la structure micacée des shales finement laminés leur confère un éclat brillant. Cet aspect spécifique peut avoir contribué à leur sélection au moment de la collecte. En effet, s'il apparaît plus cohérent de considérer qu'il existait une relation entre les critères de sélection des matières premières et la fonction du produit recherché (pigment, siccatif, charge dans les adhésifs, etc.), on ne peut exclure une sélection indépendante de tout aspect technique, basée avant tout sur l'aspect extérieur des roches, comme la brillance. Les ferricrètes du type 2, à cristaux prismatiques aux reflets métalliques remarquables, pourraient avoir eu une importance particulière du fait de cet aspect brillant en plus du taux élevé d'oxydes de fer. La « brillance » apparaît ainsi comme un critère potentiel pour expliquer le choix de sources éloignées du site, en parallèle du taux en oxydes de fer.

Du point de vue des déplacements, la vallée du Verlorenvlei, riche en sources d'ocre, pouvait servir d'axe de circulation, notamment pour la collecte des matières premières issues des formations Malmesbury, situées en amont de la rivière, au sud-est du site. Les sources de shale Klipheuwel affleurant régulièrement le long de cette vallée, en contexte local à sub-local, apparaissent cependant peu exploitées en comparaison des sources non locales. L'approvisionnement auprès de ces dernières n'est cependant pas spécifique. En effet, plusieurs sources de silicrètes, également exploitées à l'Howiesons Poort pour la réalisation d'outils, sont présentes dans la même zone. La présence d'une pièce en provenance de formations Table Mountain du Cederberg indique, quant à elle, que d'autres vallées plus au Nord ont pu être visitées. Des ressources en roches ferrugineuses y sont également disponibles, mais à des distances encore plus grandes de plus de 25 km.

L'approvisionnement en ocre, shale ou ferriçrète, à Diepkloof Rock Shelter, apparaît donc obéir à des schémas variés, incluant à la fois un ramassage extrêmement local, ou des déplacements sur une journée de marche ou plus. Un approvisionnement dans d'autres vallées, telles que celles du Cederberg, où plusieurs sites MSA sont répertoriés, tels que Klein Kliphuis ou Klipfonteinrand (MacKay, 2009, 2011), ouvre la perspective de possibles échanges entre groupes. Une comparaison entre Diepkloof Rock Shelter et ces sites, par les mêmes méthodes que celles mises en œuvre dans ce travail, ainsi qu'une extension du référentiel géologique, pourront permettre d'explorer cette piste dans le futur.

Remerciements

Ce travail est le fruit de multiples collaborations. Je tiens à remercier en premier lieu mes encadrants de thèse, Floréal Daniel, Pierre-Jean Texier et Pierre Guibert, ainsi que mes collègues de l'IRAMAT-CRP2A (CNRS - Université Bordeaux Montaigne), dont plus spécifiquement François-Xavier Le Bourdonnec pour son aide sur la partie statistique et constitution du référentiel géologique, et Nadia Cantin pour ses précieux conseils sur l'identification des minéraux argileux. Je remercie chaleureusement Guillaume Porraz pour son soutien continu à ce travail et sa contribution aux prospections géologiques. Merci enfin aux relecteurs du manuscrit pour leurs commentaires constructifs. Ces recherches ont été financées par la région Aquitaine, l'Université Bordeaux Montaigne et le CNRS.

Bibliographie

- BARHAM L. S., 2002. Systematic Pigment Use in the Middle Pleistocene of South-Central Africa. *Current Anthropology*, **43** (1) : 181-190.
- BLATT H. & TRACY R. J., 1996. *Petrology: igneous, sedimentary, and metamorphic*. New York, W.H. Freeman, 3^{ème} édition.
- BLEEK W. H. I. & Lloyd L. C., 1911. *Specimens of Bushmanfolklore*. London, George Allen.
- BORDES F., 1952. Sur l'usage probable de la peinture corporelle dans certaines tribus moustériennes. *Bulletin de la Société préhistorique française*, **49** (3) : 169-171.
- BOUZOUGGAR A., BARTON N., VANHAEREN M., D'ERRICO F., COLLCUTT S., HIGHAM T., HODGE E., PARFITT S., RHODES E., SCHWENNINGER J.-L., STRINGER C., TURNER E., WARD S., MOUTMIR A. & STAMBOULI A., 2007. 82,000-year-old shell beads from North Africa and implications for the origins of modern human behavior. *PNAS*, **104** (24) : 9964-9969.
- COMPTON J. S., 2011. Pleistocene sea-level fluctuations and human evolution on the southern coastal plain of South Africa. *Quaternary Science Reviews*, **30** (5-6) : 506-527.
- D'ERRICO F., HENSHILWOOD C., VANHAEREN M. & VAN NIEKERK K., 2005. Nassarius kraussianus shell beads from Blombos Cave: evidence for symbolic behaviour in the Middle Stone Age. *Journal of Human Evolution*, **48** (1) : 3-24.
- D'ERRICO F., SALOMON H., VIGNAUD C. & STRINGER C., 2010. Pigments from the Middle Palaeolithic levels of Es-Skhul (Mount Carmel, Israel). *Journal of Archaeological Science*, **37** (12) : 3099-3110.
- DAYET L., 2012. *Matériaux, transformations et fonctions de l'ocre au Middle Stone Age : le cas de Diepkloof Rock Shelter dans le contexte de l'Afrique australe*. Thèse de doctorat non publiée, Université Bordeaux 3, Bordeaux.
- 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** (9) : 3492-3505.
- DAYET L., LE BOURDONNEC F.-X., PORRAZ G., DANIEL F. & TEXIER P.-J., 2015. Ochre provenance and procurement strategies during the Middle Stone Age at Diepkloof Rock Shelter, South Africa. *Archaeometry*.
- DU TOIT, 1954. *The geology of South Africa*. Edimburg: Oliver & Boyd, 3rd edition : 611 p.
- 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** (11) : 3019-3028.
- HENSHILWOOD C. S., D'ERRICO F. & WATTS I., 2009. Engraved ochres from the Middle Stone Age levels at Blombos Cave, South Africa. *Journal of Human Evolution*, **57** (1) : 27-47.

- HENSHILWOOD C. S., D'ERRICO F., YATES R., JACOBS Z., TRIBOLO C., DULLER G. A. T., MERCIER N., SEALY J. C., VALLADAS H., WATTS I., & WINTLE A. G., 2002. Emergence of Modern Human Behavior: Middle Stone Age Engravings from South Africa. *Science*, **295** (5558) : 1278-1280.
- HODSGKISS T., 2013. Ochre use in the Middle Stone Age at Sibudu, South Africa: grinding, rubbing, scoring and engraving. *Journal of African Archaeology*, **11** (1) : 75-95.
- HOVERS E., SHIMON I., BAR-YOSEF O. & VANDERMEERSCH B., 2003. An Early Case of Color Symbolism: Ochre Use by Modern Humans in Qafzeh Cave. *Current Anthropology*, **44** (4) : 491-522.
- HOW M. W., 1962. *The mountain Bushmen of Basutoland*. Pretoria, J. L. van Schaik.
- GHARRABI M., VELDE B. & SAGON J. P., 1998. The transformation of illite to muscovite in pelitic rocks; constraints from X-ray diffraction. *Clays and Clay Minerals*, **46** : 79-88.
- GENESTE J.-M., 1988. Systèmes d'approvisionnement en matières premières au Paléolithique moyen et au Paléolithique supérieur en Aquitaine. In : M. OTTE (éd.), *L'Homme de Néandertal, la Mutation*. Liège, ERAUL, **8** : 61-70.
- 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*. Washington, American Chemical Society : 460-479.
- LOMBARD, M., 2007. The gripping nature of ochre. The association of ochre with Howiesons Poort adhesives and Later Stone Age mastics from South Africa. *Journal of Human Evolution*, **53** (4) : 406-419.
- MACKAY A., 2009. *History and selection in the Late Pleistocene archaeology of the Western Cape, South Africa*. PhD Thesis, The Australian National University, Canberra, Australia.
- MACKAY A., 2011. The Late Pleistocene archaeology of Klein Kliphuis Rock Shelter, Western Cape, South Africa: 2006 excavation. *South African Archaeological Bulletin*, **65**, 134-147.
- MAREAN C. W., BAR-MATTHEWS M., BERNATCHEZ J., FISHER E., GOLDBERG P., HERRIES A. I. R., JACOBS Z., JERARDINO A., KARKANAS P., MINICHILLO T., NILSSEN P. J., THOMPSON E., WATTS I. & WILLIAMS H. M. (2007). Early human use of marine resources and pigment in South Africa during the Middle Pleistocene. *Nature*, **449** : 905-909.
- MEUNIER A., 2002. *Argiles*, Paris. GB Sciences Publisher.
- MEUNIER A. & VELDE B., 2004. *Illite*. Springer, Verlag Berlin Heidelberg.
- MOORE D. M. & REYNOLDS J. R. C., 1989. *X-ray diffraction and the identification and analysis of clay minerals*. New York, Oxford University Press.
- PATERSON N. & LAMPERT R. J., 1985. A central Australian ochre mine. *Records of the Australian Museum*, **37** (1) : 1-9.
- PEABODY C., 1927. Red paint. *Journal de la Société des Américanistes*, **19** : 207-244.
- POPELKA-FILCOFF R. S., 2006. *Applications of elemental analysis for archaeometric studies : analytical and statistical methods for understanding geochemical trends in ceramics, ochre and obsidian*. Thèse de doctorat non publiée, University of Missouri-Columbia, Colombia.
- POPELKA-FILCOFF R. S., ROBERTSON J., GLASCOCK M. & DESCANTES C., 2007. Trace element characterization of ochre from geological sources. *Journal of Radioanalytical and Nuclear Chemistry*, **272** (1) : 17-27.
- POPELKA-FILCOFF R. S., MIKSA E. J., ROBERTSON J. D., GLASCOCK M. D. & WALLACE H., 2008. Elemental analysis and characterization of ochre sources from Southern Arizona. *Journal of Archaeological Science*, **35** (3) : 752-762.
- PORRAZ G., TEXIER P. J., RIGAUD J. P., PARKINGTON J., POGGENPOEL C. & ROBERTS D. L., 2008. Preliminary characterization of a Middle Stone Age lithic assemblage preceding the «classic» Howieson's Poort complex at Diepkloof Rock Shelter, Western Cape province, South Africa). *South African Archaeological Society Goodwin, Series* **10** : 106-121.
- PORRAZ G., TEXIER P. J., ARCHER W., PIBOULE M., RIGAUD J.-P. & TRIBOLO C., 2013. Technological successions in the Middle Stone Age sequence

- of Diepkloof Rock Shelter, Western Cape, South Africa. *Journal of Archaeological Science*, **40** (9) : 3376-3400.
- RIFKIN R. F., 2012. Processing ochre in the Middle Stone Age: Testing the inference of prehistoric behaviours from actualistically derived experimental data. *Journal of Anthropological Archaeology*, **31** (2) : 174-195.
- RIGAUD J.-P., TEXIER P.-J., PARKINGTON J. & POGGENPOEL C., 2006. Le mobilier Stillbay et Howiesons Poort de l'abri Diepkloof : la chronologie du Middle Stone Age sud-africain et ses implications. *Comptes rendus Palevol*, **5** (6) : 839-849.
- ROBERTS D., 2003. *Age, genesis and significance of South African coastal belt silicrètes*. Pretoria, Council for Geoscience, Memoir **95**.
- RUDNER I., 1982. *Khoisan pigments and paints and their relationship to rock paintings*. Cape Town, South African Museum.
- RUSSELL F., 1908. *The Pimas Indians*. Tucson Arizona, The University of Arizona Press (Édition de 1975).
- 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** (4) : 698-722.
- SAGGERSON E. P. & TURNER L. M., 1995. *A review of metamorphism in the Republic of South Africa and the kingdoms of Lesotho and Swaziland*. Pretoria, Council for Geoscience, Geological Survey of South Africa.
- SORESSI M. & D'ERRICO F. 2007. Pigments, gravures, parures : les comportements symboliques controversés des Néandertaliens. In : B. VANDERMEERSCH & B. MAUREILLE (éd.), *Les Néandertaliens, biologie et cultures*. Paris, C.T.H.S., Documents préhistoriques : 297-309.
- TAÇON P., 2004. Ochre, clay, stone and art: the symbolic importance of minerals as life-force among Aboriginal peoples of northern and central Australia. In : N. BOIVIN & M. A. OWOC (éd.), *Soils, stones and symbols: cultural perceptions of the mineral world*. Londres, UCL Press : 31-42.
- TEXIER P.-J., PORRAZ G., PARKINGTON J., RIGAUD J.-P., POGGENPOEL C., MILLER C., TRIBOLO C., CARTWRIGHT C., COUDENNEAU A., KLEIN R., STEELE T. & VERNA C. 2010. A Howiesons Poort tradition of engraving ostrich eggshell containers dated to 60,000 years ago at Diepkloof Rock Shelter, South Africa. *PNAS*, **107** (14) : 6180-6185.
- TEXIER P.-J., PORRAZ G., PARKINGTON J., RIGAUD J.-P., POGGENPOEL C., & TRIBOLO C., 2013. The context, form and significance of the MSA engraved ostrich eggshell collection from Diepkloof Rock Shelter, Western Cape, South Africa. *Journal of Archaeological Science*, **40** (9) : 3412-3431.
- TRIBOLO C., MERCIER N., VALLADAS H., JORON J. L., GUIBERT P., LEFRAIS Y., SELO M., TEXIER P. J., RIGAUD J. P., PORRAZ G., POGGENPOEL C., PARKINGTON J., TEXIER J. P. & LENOBLE A., 2009. Thermoluminescence dating of a Stillbay-Howiesons Poort sequence at Diepkloof Rock Shelter (Western Cape, South Africa). *Journal of Archaeological Science*, **36** (3) : 730-739.
- TRIBOLO C., MERCIER N., DOUVILLE E., JORON J.-L., REYSS J.-L., RUFER D., CANTIN N., LEFRAIS Y., MILLER C. E., PARKINGTON J., PORRAZ G., RIGAUD J.-P. & TEXIER P.-J., 2013. OSL and TL Dating of the Middle Stone Age Sequence of Diepkloof Rock Shelter (Western Cape, South Africa): A Clarification. *Journal of Archaeological Science*, **40** (9) : 3401-3411.
- WADLEY L., 2005. Putting ochre to the test: replication studies of adhesives that may have been used for hafting tools in the Middle Stone Age. *Journal of Human Evolution*, **49** (5) : 587-601.
- WADLEY L., HODGSKISS T. & GRANT M., 2009. Implications for complex cognition from the hafting of tools with compound adhesives in the Middle Stone Age, South Africa. *PNAS*, **106** (24) : 9590-9594.
- WADLEY L., WILLIAMSON B. & LOMBARD M., 2004. Ochre in hafting in Middle Stone Age southern Africa: a practical role. *Antiquity*, **78** (301) : 661-675.
- WATTS, 2002. Ochre in the Middle Stone Age of Southern Africa: Ritualised Display or Hide Preservative? *The South African Archaeological Bulletin*, **57** (175) : 1-14.

WATTS I., 2010. The pigments from Pinnacle Point Cave 13B, Western Cape, South Africa. *Journal of Human Evolution*, **59** (3-4) : 392-411.

ZILHÃO J., ANGELUCCI D. E., BADAL-GARCÃA E., D'ERRICO F., DANIEL F., DAYET L., DOUKA K., HIGHAM T. F. G., MARTÍNEZ-SÁNCHEZ J., MONTES-BERNÁRDEZ R., MURCIA-MASCARÓS S., PÉREZ-SIRVENT C., ROLDÁN-GARCÍA C., VANHAEREN M., VILLAVARDE V., WOOD R. & ZAPATA J., 2010. Symbolic use of marine shells and mineral pigments by Iberian Neandertals. *PNAS*, **107** (3) :1023-1028.

Adresse de l'auteur :

Laure DAYET
CNRS, UMR5060-IRAMAT
Université Bordeaux Montaigne
33607 Pessac (France)
laure.dayet@gmail.com