



## Etude d'inclusions vegetales dans des tessons de poterie ou des materiaux de construction

Claude Sestier, Rémi Martineau, Aurélien Percheron, Sylvie Spohr, Delphine  
Fréhel, Jean-Pierre Couvercelle

### ► To cite this version:

Claude Sestier, Rémi Martineau, Aurélien Percheron, Sylvie Spohr, Delphine Fréhel, et al..  
Etude d'inclusions vegetales dans des tessons de poterie ou des materiaux de construction :  
Apport d'une nouvelle methode d'etude. Wiethold Julian. Etude d'inclusions vegetales dans  
des tessons de poterie ou des materiaux de construction : Apport d'une nouvelle methode  
d'etude, Jun 2005, Glux-en-Glenne, France. Bibracte, p. 207-220, 2011, Bibracte ; 20. <halshs-  
00596218>

**HAL Id: halshs-00596218**

**<https://halshs.archives-ouvertes.fr/halshs-00596218>**

Submitted on 26 May 2011

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

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



---

# Étude d'inclusions végétales dans des tessons de poterie ou des matériaux de construction

## Apport d'une nouvelle méthode d'étude

---

CLAUDE SESTIER (†), RÉMI MARTINEAU, AURÉLIEN PERCHERON, SYLVIE SPOHR,  
DELPHINE FREHEL, JEAN-PIERRE COUVERCELLE

### INTRODUCTION

La restitution des pratiques agraires passées et des techniques de transformation des récoltes fait appel à l'étude de restes botaniques et relève très souvent de la carpologie archéologique (Bouby 2000) et plus généralement de la paléobotanique. Il est possible, sous réserve de croiser de façon critique les nombreuses données issues de disciplines parfois éloignées (comme l'ethnologie), de révéler certaines pratiques agricoles et pastorales des populations passées.

Il apparaît nécessaire de disposer de techniques spécialisées pour l'étude de ces restes botaniques, et pouvoir les replacer dans un contexte permettant leur interprétation correcte. Il s'agit par exemple de pouvoir distinguer une paléobiocénose d'une thanatocénose : la première est composée de restes d'une communauté végétale conservés en ensemble "clos" (par exemple une récolte de céréales avec ses plantes adventices), la seconde est formée dans un milieu ouvert et soumise à des remaniements taphonomiques.

La connaissance des associations végétales décrites par la phytosociologie (Guinochet, Vilmorin 1973) est donc fondamentale pour le paléobotaniste et permet d'obtenir des informations sur l'environnement passé et sur les

conditions d'évolution des végétaux. L'histoire de leur domestication a pu être ainsi reconstituée (Damania *et al.* 1998; Zohary, Hopf 1994). En particulier, une communauté végétale est plus typique d'un habitat qu'une espèce isolée, car elle forme un système complexe qui réagit à divers facteurs limitants comme la lumière (voir le système des types végétaux de Raunkier) et les facteurs nutritifs du sol (Ellenberg 1988). Ceci plaide donc pour la réalisation d'échantillonnages les plus complets possibles de restes végétaux, des plus grands aux plus petits (Gasse, Soulié-Märsche 2002; Girard *et al.* 2002) : restes d'enveloppes de grains ou de structures équivalentes (carpologie), restes de structures carbonisées (anthracologie). Les ultimes traces positives de végétaux peuvent être des pollens et des spores (palynologie), des phytolithes (Pearsall 1982; Hastorf, Deniro 1985) ou des grains d'amidon (Balme, Wendy 2002).

L'assemblage de restes botaniques peut parfois témoigner de procédés techniques liés par exemple aux méthodes de récolte et de transformation des végétaux (Anderson *et al.* 2003), et peut donc éclairer certains aspects de la culture matérielle. Ces restes végétaux macroscopiques sont de nature très diverse et doivent être isolés et traités selon des méthodes spécifiques qui sont rappelées brièvement dans ce qui suit.

## INDICATIONS MÉTHODOLOGIQUES ET TECHNIQUES

### Les sources de restes “végétaux” et organiques structurés (tissus, organes)

#### *Restes carbonisés*

Ils constituent une source importante – sinon exclusive – de matériel dans certains sites archéologiques. Leur faible densité permet de les trier par flottation dans l'eau. La conservation des structures végétales et des formes est obtenue par une pyrolyse ménagée (180-280 °C pour le bois), entraînant pour les tissus lignifiés une réticulation et une meilleure résistance à la dégradation. Les restes botaniques non ligneux (céréales et herbacées) sont donc généralement mal conservés, sauf dans des environnements très particuliers. Ceci est confirmé par des expérimentations (Wright 2003) qui montrent qu'une carbonisation peut être suivie d'une dégradation différentielle selon les parties anatomiques concernées. La matière organique est fortement modifiée dès 250 °C (Johnson *et al.* 1998), la cuisson vers 750°-800 °C entraîne leur carbonisation complète. Il se peut cependant qu'une cuisson de courte durée permette une conservation d'éléments végétaux au coeur du tesson sous forme d'un pyrolysate, mais cette opportunité de conservation est rarement rencontrée et encore plus rarement exploitée. Le cas le plus fréquent pour les poteries est donc une dégradation totale des éléments organiques qui laissent alors une empreinte en “négatif”. Enfin, des encroûtements carbonisés d'aliments adhérant aux parois des récipients peuvent parfois conserver des structures mais ce sont généralement des molécules organiques qui subsistent et peuvent être analysées (Regert *et al.* 1999).

#### *Conservation sans carbonisation*

La conservation en milieu anaérobie aquatique est facilitée pour les parties lignifiées et pour les celluloses, particulièrement en présence d'acides humiques et fulviques, et surtout en l'absence de certaines communautés de micro-organismes assurant leur dégradation (Powell *et al.* 2001; Canfield 1994). La conservation en milieu sec ou très froid est de même assurée par l'absence de développement des micro-organismes. Parfois, les restes organiques peuvent être imprégnés de sels minéraux (Mc Cobb *et al.* 2003) ou plus rarement par des oxydes métalliques (textiles au contact d'objets métalliques). Cette

minéralisation peut aussi être d'origine bactérienne (Boquet *et al.* 1973) ce qui nécessite un environnement humide au sein duquel les sels minéraux peuvent être mobilisés; il s'agit généralement de carbonates. Ces différents mécanismes de conservation peuvent interférer, comme cela a été observé pour des fibres tissées (D'Orazio *et al.* 2000).

#### *Disparition totale des structures*

L'absence de conservation de restes en positif ne signifie pas pour autant que toute information est perdue. La présence de végétaux peut se manifester sous forme de vides et empreintes, exceptionnellement remplis par des minéraux qui les fossilisent. Nous proposons ici une “fossilisation” artificielle en utilisant des polymères comme matière de remplissage. Ce procédé est appliqué à l'étude de matériaux archéologiques habituellement sous-exploités, comme des tessons dégraissés au végétal ou des matériaux de construction.

### Les sources archéobotaniques actuellement sous-exploitées

#### *Présence accidentelle ou anthropique ?*

La présence d'éléments végétaux dans des sédiments argileux peut donc se produire soit naturellement, soit de façon accidentelle mais non fortuite (sol avec restes de végétaux, indices de présence d'animaux domestiques). On peut ainsi observer la présence d'éléments végétaux dans les déjections animales, conservées en “coprolithes” (Rhode 2003), ou recyclées en mélange avec des matériaux argileux (utilisation des déjections de ruminants). Lors d'un apport volontaire de végétal dans des matériaux argileux, on a un véritable “dégraissant” (Constantin, Kuijper 2002; Van Zeist *et al.* 2003) dont l'étude intéresse autant l'archéobotaniste que l'ethnologue des techniques (Sillar, Tite 2000; Cumberpatch *et al.* 2001).

Pour des matériaux destinés à la construction ou à la poterie, la présence d'empreintes a déjà été mentionnée, par exemple pour des Graminées (Helbaeck 1948; Willcox, Fornite 1999) ou des Bryophytes (Constantin, Kuijper 2002). Dans certains cas, c'est toute une flore à vocation alimentaire qui a pu être reconstituée (Klee *et al.* 2004). Le moulage d'empreintes a permis d'obtenir des positifs facilitant une détermination botanique (Mäder 1996; Richter 2002). Cependant, les échantillons utilisés ne sont exploités qu'en surface, alors



que le volume occupé par le végétal dans le tesson est parfois important (20% en volume), comme cela a été observé pour des tessons néolithiques (Vanmontfort 2005), par ailleurs étudiés dans cet article. Par conséquent, une grande partie des informations correspondant aux empreintes situées au cœur des échantillons céramiques n'est pas exploitée.

Ces matériaux composites posent donc un problème spécifique d'étude, puisque les éléments végétaux ont très souvent disparu, soit par une dégradation naturelle, soit après cuisson à haute température. Ils représentent cependant une source très particulière d'éléments végétaux qui souvent ont été sélectionnés pour leurs propriétés spécifiques (ils permettent un chaînage de la matrice minérale plastique). Ils peuvent indirectement témoigner de ressources végétales locales et de certaines stratégies techniques pouvant nous éclairer sur des traditions culturelles. Leur étude est donc intéressante à plusieurs titres.

### **État de la question concernant le chaînage des matériaux plastiques par des végétaux**

L'incorporation d'éléments fibreux et en particulier végétaux dans des matériaux plastiques à l'état humide (chaînage) est connue sur tous les continents, tant pour les matériaux de construction que pour la poterie (Tsetlin 2003; Sestier 2005). Il peut s'agir de poterie domestique ou technique (creusets métallurgiques). Enfin, les liants minéraux comme les mortiers ou le plâtre peuvent aussi être chaînés avec des éléments végétaux (Büttner 2003). Les plus anciennes origines de cette technique sont à trouver dans des récipients en plâtre fibré du Néolithique du Moyen-Orient (Maréchal 1982) et plus classiquement dans les techniques de construction au Néolithique (Daune-Le Brun, Le Brun 1996; 2003).

Ces matériaux de construction en terre chaînée au végétal (Dethier 1986; Houben 1989) qui procèdent de techniques très variées sont une très importante source de restes botaniques en négatif, comme probablement les structures de sol en terre "battue". Ces restes ne sont cependant pas si exceptionnels dans certaines régions assez sèches mais ne sont pas assez exploités.

### **Objectifs et moyens de l'étude de restes végétaux sous forme de "vides"**

Plusieurs objectifs peuvent donc être distingués: une détermination botanique et une détermination "technologique" (quantité de végétal dans les matériaux composites, mode de préparation). Dans les deux cas, il est possible que les éléments végétaux laissent une empreinte en négatif, d'autant plus détaillée et fine que le sédiment encaissant sera fin. La dimension des particules d'argile étant très petite (< 2 microns), la préservation fine de structures en surface d'une empreinte est possible. Par ailleurs, la préservation de structures fines de tissus, conservées par substitution des composés organiques par des minéraux (Boyce *et al.* 2002) n'est pas attendue pour les matériaux étudiés ici; le végétal laisse généralement un vide après disparition.

La détermination des restes botaniques et leur préparation avant inclusion dans la matrice minérale sont nécessaires pour distinguer une présence accidentelle ou intentionnelle. Une telle démonstration n'est pas toujours facile et nécessite tout d'abord une détermination correcte des restes en question. La quantification des végétaux dans ces matériaux intéresse le technologue mais ne peut se faire qu'après détermination de la nature de ces restes: leur volume apparent dépend des transformations subies au cours du mélange plastique. Quel que soit le mode d'imagerie disponible (même le plus simple comme une comparaison visuelle avec une charte; *cf.* Matthew *et al.* 1991), il faut disposer d'une technique qui permette de révéler l'intégralité des porosités dues à la présence d'éléments végétaux. La comparaison à des échantillons de référence doit tenir compte de la nature du végétal et de sa fragmentation, ce qui nécessite une connaissance des procédés utilisés pour réaliser le mélange.

Il faut aussi savoir reconnaître les fissures et les défauts d'assemblage des éléments argileux entre eux (structures), ainsi que des vides de dissolution (par exemple d'inclusions carbonatées). Le premier objectif de l'imprégnation par des polymères est donc de remplir l'intégralité de la macroporosité et permettre une observation facile de ces vides.

**UN TRANSFERT DE TECHNOLOGIE VERS  
 L'ÉTUDE DE MATÉRIAUX ARCHÉOLOGIQUES:  
 L'IMPRÉGNATION PAR DES POLYMÈRES**

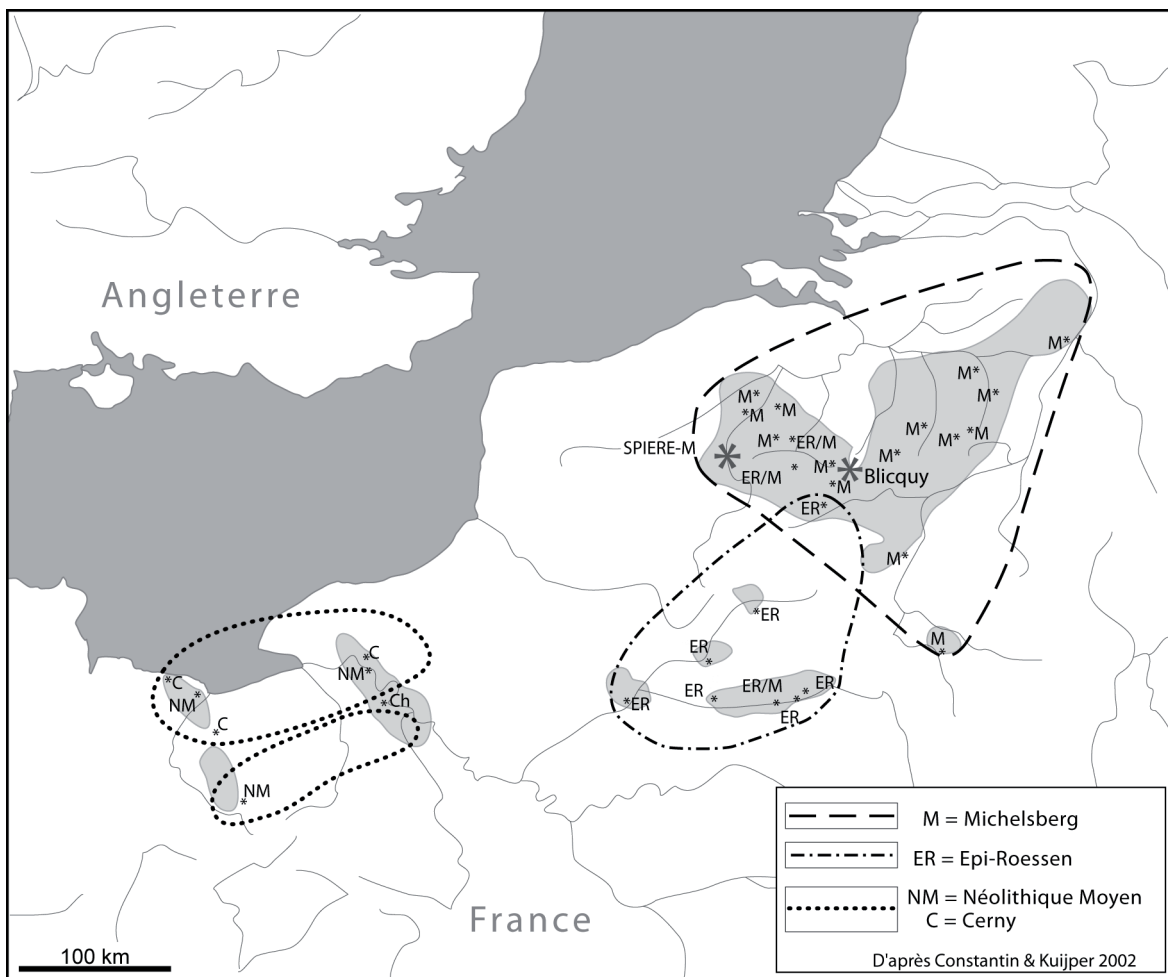
**Imprégnation par des polymères  
 et exploitation de l'échantillon**

**Principes généraux de l'imprégnation  
 par des polymères**

L'étude des macroporosités à l'aide de polymères fluorescents est connue en science des matériaux (Étienne, Lefournier 1967; Baraka-Lokmane 2002; Soroushian *et al.* 2003). Elle apparaît comme une méthode de choix par sa relative simplicité de mise en œuvre et sa compatibilité avec la production de lames minces pour les études pétrographiques (Rice 1987; Echallier 1984), ce qui devrait faciliter son adoption par les

archéologues désirant étudier la technologie de ces matériaux composites et plus généralement la technologie céramique.

Une grande variété de produits sont disponibles pour imprégner des matériaux poreux (Ehrenstein, Montagne 2000; Salins, Ringrose-Voase 1994). L'effet attendu est généralement un renforcement par un polymère résistant. Les premières applications en biologie (Glauert, Glauert 1958) se sont étendues en science des matériaux et des sols (*cf.* par exemple Étienne, Lefournier 1967; Salins, Ringrose-Voase 1994; Soroushian *et al.* 2003). Plusieurs familles "chimiques" (communément appelés résines Epoxy, résines Acryliques et résines Polyester) sont utilisables (Wang, Schiewind 1985), l'imprégnation suivant les mêmes étapes: déshydratation (Salins, Ringrose-Voase 1994), imprégnation par le pré-polymère, polymérisation. L'imprégnation sous vide est très



1. Répartition des sites néolithiques avec dégraissant végétal.  
 Répartition des sites ayant fourni des tessons avec dégraissant végétal fin et en particulier de *Neckera* sp. (modifié, d'après Constantin, Kuijper 2002, p. 781, fig. 6, complété). Les différents groupes culturels sont indiqués: M = Michelsberg, C = Cerny, ER = épi-Roessen, NM = Néolithique moyen.

utilisée (De Granger 1967). Pour des produits trop visqueux, d'autres méthodes existent (Vonhagens 1979). La contraction du polymère et l'apparition de sous-produits aux effets indésirables sont évitées en choisissant une polymérisation par addition plutôt que par condensation. L'échantillon une fois induré est prêt pour le sciage et le polissage.

### **Quantification de la fraction végétale et identification botanique**

À cette fin, il faut disposer d'une méthode permettant d'évaluer la nature et l'importance de la macroporosité due au végétal, et ne pas y inclure la porosité de structure du matériau. La méthode la plus simple est de travailler sur des sections polies en utilisant des techniques d'analyse d'image (Decheng 2001), en utilisant des "étalons" correctement préparés (c'est-à-dire contenant les éléments végétaux supposés présents dans le matériel à étudier, et sous une forme identique). Ceci nécessite donc plusieurs étapes de validation pour progressivement mettre au point l'étalonnage permettant cette quantification. Initialement, la méthode d'imprégnation par des polymères fluorescents a été appliquée à du matériel "expérimental" puis archéologique pour démontrer la faisabilité et l'intérêt de cette technique. On l'a en particulier appliquée à des poteries néolithiques dégraissées avec de la mousse (Bryophytes). D'autres exemples sont cependant exposés afin d'illustrer la généralité de cette technique.

### **Matériel et méthode**

#### **Problématique archéologique et technique : un exemple**

On prendra pour exemple une production de poteries de la période néolithique dégraissées avec des éléments végétaux fins, pour une période comprise entre le cinquième et le quatrième millénaire avant notre ère.

D'après C. Constantin, le dégraissant végétal apparaît le plus anciennement en Normandie, dans un contexte Cerny. Ultérieurement, en France et en Belgique, une série de sites néolithiques de l'Épi-Roëssen et du Michelsberg ont fourni de la poterie à dégraissant végétal et des torchis (Constantin, Kuijper 2002). Dans les régions de Normandie et du nord du Bassin parisien, l'emploi du dégraissant végétal cesse au Chasséen et persiste dans deux sites du Michelsberg (Cuiry-les-Chaudardes « les-Fontinettes » et Mairy). Pour la Belgique, les sites

de Michelsberg sont nombreux à utiliser le dégraissant végétal. Une carte (ill. 1) montre la répartition des sites où le dégraissant végétal fin a été identifié (Constantin, Kuijper 2002). Cet auteur, considère que la persistance de l'utilisation d'un dégraissant végétal particulier « manifeste de la façon la plus éclatante le caractère culturel du "dégraissant" » (Constantin, Kuijper 2002, p. 780), tout en suggérant l'intérêt technique de la mousse pour le chaînage de l'argile, ce qui a été illustré pour l'utilisation de matériaux argileux peu plastiques comme des limons de plateau additionnés de silex pilé (Sestier 2005), une "recette" connue pour bon nombre de sites où la poterie est dégraissée au végétal fin (Constantin, Kuijper 2002). Une quantification de ce végétal dans le matériel archéologique se justifie donc pour répondre à des questions d'ordre technique et discuter des implications culturelles de cette pratique.

Les tessons archéologiques étudiés ici proviennent de Spiere « De Hel », site néolithique proche de Spiere-Helkijn (Belgique) et qui a donné son nom au groupe culturel auquel cette poterie est rattachée. Ce site est daté de 4540-4360, 4335-4235 et 3780-3630 cal. B.-C. (Vanmontfort *et al.* 1997). Il est rattaché au groupe de Spiere, lui-même apparenté à la culture du Michelsberg récent (Vanmontfort 2001; Vanmontfort 2005; Vanmontfort *et al.* 1997). Du silex brûlé et pilé ainsi que des empreintes de végétaux "fins" ont été identifiés comme étant de la mousse dans une quarantaine de sites (ill. 1), dont le site de Spiere et le site de Blicquy (Belgique).

Pour ce dernier, l'échantillon provient d'un niveau néolithique Michelsberg du site de Blicquy, « la Couture du Couvent » (échantillon BCC84, 7-5094) (Constantin *et al.* 1984; Demarez, Constantin 1984).

Des éléments de torchis provenant de matériaux de construction néolithiques de Khirokitia (Chypre) ont également été examinés (Daune-Lebrun, Le Brun 1996). Ces échantillons ont été utilisés afin de diversifier la nature des échantillons archéologiques susceptibles d'être étudiés par cette technique. Pour les matériaux de construction, il est en effet très intéressant de connaître leur composition ainsi que les modes de préparation (Daune-Lebrun 2004; Hourani 2004). Des éléments de torchis sont connus pour le Néolithique français tout en étant beaucoup moins fréquents que pour les sites du Moyen-Orient. Ils sont souvent négligés dans les études de paléobotanique, faute de technique adaptée pour leur étude.

### **Répliques de matériaux composites argileux**

Pour évaluer la quantité de mousse des tessons archéologiques de Spiere « De Hel », des échantillons de limons de plateau avec une quantité connue de mousse (*Neckera* sp.) ont été préparés en utilisant des matériaux au plus proche de ceux utilisés par les néolithiques. Le pourcentage de végétal est exprimé par rapport à la matière sèche argileuse. Dans d'autres échantillons de référence, divers éléments végétaux ont aussi été inclus dans des matériaux argileux loessiques (chaumes, tiges, grains et enveloppes : *Sorghum bicolor*, *Triticum* sp., *Linum* sp.). Ces échantillons de référence peuvent correspondre à des éléments de torchis. Après séchage, ces échantillons ont été cuits dans un foyer ouvert à haute température (>800 °C).

### **Imprégnations des tessons**

Deux types de polymères ont été utilisés : des prépolymères epoxy ou bien métacrylates. Un dérivé de fluorescéine est utilisé comme colorant, il est mélangé au prépolymère. Pour les métacrylates, on a utilisé du poly-métacrylate de méthyle PMMA (5 %) en solution dans du Métacrylate de méthyle (95 %). Le peroxyde de benzoyle et le N,N-Diméthyl-p-toluidine sont les catalyseurs. Plusieurs cycles de vide (150 mbar) facilitent la pénétration du prépolymère fluide. La polymérisation se déroule à 50 °C au bain-marie. Le protocole a été optimisé de façon à minimiser les effets secondaires de la polymérisation (essentiellement un échauffement important). La résine obtenue est appelée PMMA (Poly-Méthacrylate de Méthyle).

### **Acquisition des images**

Les échantillons sont coupés à la scie diamantée et sont examinés sous lumière UV (245 nm) pour révéler les zones fluorescentes, ainsi que sous lumière naturelle (N). Les images numériques sont acquises avec un temps d'exposition fixe (typiquement trois secondes). Après transformation des images couleur en niveau de gris puis seuillage et binarisation, la surface correspondant à la zone fluorescente est mesurée par une technique d'analyse d'image (gratuitiel ImageJ, <http://rsb.info.nih.gov/ij/>). Un échantillon sans végétal traité à l'identique sert de contrôle pour la mesure du bruit de fond de fluorescence, qui correspond à la microporosité de l'échantillon. Une courbe de calibration

est obtenue, reliant la proportion réelle de végétal (pourcentage de poids sec par rapport à l'argile) à la surface fluorescente observée. Chaque point mesuré correspond à l'acquisition de plusieurs champs (résultat moyen encadré par  $\pm$  écart-type). L'utilisation d'un "standard" de calibration nécessite de reproduire les caractéristiques des échantillons archéologiques (nature des végétaux, degré de fragmentation et de compaction), cette question peut être problématique et nécessiter des essais préliminaires.

### **Extraction de micromoulages**

Pour les résines de type PMMA, on obtient une fracturation de l'échantillon par choc mécanique ou par un choc thermique (immersion dans l'azote liquide puis dans l'eau bouillante). Les micromoulages sont triés manuellement. Ils peuvent être ultérieurement traités par ultrasons (50 kHz) afin de nettoyer les surfaces, un traitement acide (HCl 0.1 N) peut aider ce nettoyage. Les résines Epoxy ne peuvent subir ce traitement, supportant mal la chaleur et pas du tout les acides.

## **RÉSULTATS : OBSERVATION DU MATÉRIEL ARCHÉOLOGIQUE ET DE RÉFÉRENCE**

### **Observation**

La fluorescence donne une image très contrastée qui facilite ultérieurement l'analyse d'image. L'incorporation de carbone (2-4 % en poids) dans certains échantillons améliore la conductivité électrique du polymère et évite une métallisation pour l'observation au Microscope Électronique à Balayage (MEB). Ce procédé diminue les reflets de lumière et facilite la prise de vue.

### **Identification de végétaux en coupe et micromoulages**

#### **Graminées (cahier couleur, n° 1-6)**

##### 1. Matériel de référence (n° 1-4)

Des feuilles de graminées (non déterminées) ont été mélangées à l'argile permettant d'obtenir un tesson après cuisson. Elles sont détectables par la présence de vides allongés et de section très mince et aplatie (n° 1a\*). L'argile peut conserver des empreintes très détaillées, comme le montre



une vue au MEB d'une empreinte de section transversale de feuille où les nervures sont visibles (n° 1a, MEB). Après imprégnation de ce tesson et désagrégation (n° 1c), on peut observer des éléments fluorescents qui sont en fait les moulages de ces feuilles, dont on peut voir un exemplaire isolé (n° 1d). Des résultats similaires sont obtenus pour des enveloppes de graines.

Des grains de blé (*Triticum* sp.) et leurs enveloppes ont été mélangés à l'argile puis cuits pour obtenir un tesson (n° 2). Après imprégnation et notamment grâce à la lumière UV, la section montre la présence de nombreuses formes curvilignes (n° 2a, 2b). Quelques formes arrondies pleines correspondent aux grains de blé (indiqués par des \*) coupés en section sagittale, tandis que les éléments filiformes sont les moulages de glumes ou d'enveloppes parfois déformés par le malaxage de la pâte. Un agrandissement sur une partie de cet échantillon permet de mettre en évidence des formes ovales régulières d'une épaisseur d'environ 300 microns correspondant à des enveloppes complètes.

Après désagrégation de la matrice minérale par choc thermique, on peut obtenir des moulages en positif présentant la morphologie en trois dimensions de grains de céréales, ou encore de tiges, de rachis ou d'épillet (n° 3a, 3b, 3c). Les traces marron correspondent à des restes de matrice argileuse cuite encore adhérente au polymère (n° 3b).

On peut ainsi reconnaître des grains d'avoine (n° 3d), de blé (n° 2b, 3c), d'orge (n° 3a, 3b) ou de sorgho (n° 3e). Les grains peuvent parfois être moulés avec les enveloppes sous forme d'un épillet (n° 3d). Lorsque le polymère est transparent, on peut voir que certaines parties carbonisées sont incorporées au moulage (n° 3b et 3d). L'incorporation de noir de carbone au polymère permet d'obtenir des moulages faciles à observer car ils reflètent moins la lumière (n° 4a, 4c, 4d). Par leur couleur noire, ils ressemblent à des graines carbonisées. L'incorporation de microparticules de carbone (conducteur de charges électriques) a été réalisée pour éviter une métallisation de l'échantillon, nécessaire pour l'observation au MEB, et les images obtenues sont d'une excellente résolution (n° 4b, 4e). Les moulages sont suffisamment précis pour permettre de décrire la morphologie des éléments végétaux et montrer en détail des structures de surface (la figure 4e permet de distinguer dans certaines zones le pavage des cellules épithéliales de l'enveloppe du grain).

Les résultats obtenus à partir de ces premiers tests suggèrent que tout type d'inclusion végétale dans un tesson devrait être identifiable après imprégnation des vides avec un polymère, puis désagrégation de la matrice argileuse, crue ou cuite. De plus, il devrait être possible de réaliser des études morphométriques qui sont utilisées pour évaluer le degré de domestication des céréales (Willcox 2004). Remarquons cependant que si la graine a été soumise à l'humidité elle change de forme en se réhydratant, et peut avoir commencé à germer. Cette modification de morphologie ne sera probablement pas détectable pour les enveloppes et les tiges qui ne contiennent pas d'amidon. Par contre, pour des matériaux de construction qui ne sèchent pas très rapidement, les graines en cours de germination pourraient poser des problèmes de détermination botanique.

## 2. Matériel archéologique (n° 5-6)

### *a – Tessons néolithiques « Michelsberg » et dégraissant végétal (Bryophytes)*

Pour la mousse (Bryophyta, genre *Neckera*), l'échantillon archéologique et l'échantillon expérimental montrent en coupe des éléments allongés (n° 5), évoquant des tiges dont l'orientation est variable. Une section (n° 5b) montre un certain parallélisme des tiges par rapport au plan de coupe. À plus fort grossissement, on peut parfois observer des feuilles regroupées à la base d'une tige (n° 5a\*, 5c\*). Le végétal des tessons provenant de Blicquy « La Couture du Couvent » (n° 5c, 5d) semble tout à fait similaire à celui des tessons de Spiere.

La comparaison entre échantillons archéologiques et répliques (utilisation de *Neckera crispa* dans les échantillons expérimentaux) est probante sur les échantillons imprégnés, montrant qu'un mode de préparation similaire a été utilisé. Ceci conforte l'identification botanique déjà réalisée sur quelques échantillons archéologiques, à savoir *Neckera crispa* (Constantin, Kuijper 2002). En particulier pour un échantillon (n° 5b), on peut voir que les tiges de "mousse" sont fragmentées et que les feuilles semblent avoir été séparées : ceci pourrait correspondre à une utilisation de mousse sèche, broyée dans la main, comme cela a été rapporté par C. Constantin (Constantin, Kuijper 2002). Il reste que l'identification botanique d'espèces écologiquement voisines comme *Neckera crispa*, *Neckera complanata*, *Leucodon sciuroides*, *Amonodon viticulosus* nécessitera probablement d'observer des moulages en relief afin de disposer d'éléments anatomiques plus complets.

*b – La méthode d'imprégnation* a également été testée sur des matériaux de construction archéologiques (Khirokitia, Chypre). Ce matériel provient de maisons circulaires dont les différents éléments architecturaux ont été retrouvés. On y observe l'utilisation spécifique de différents sédiments (terre blanche « hawara », terre verte, rouge, grise) selon qu'il s'agit de briques, de mortiers, d'enduits intérieurs et extérieurs, de badigeons ou de toitures en terrasse. Les végétaux sont de même utilisés de façon différenciée, tant en quantité (évaluée en % de surface sur lame mince) qu'en qualité (la dimension des restes végétaux peut être évaluée par observation directe d'empreintes ou par évaluation du diamètre des porosités). L'échantillon utilisé ici correspond à un élément fabriqué en terre blanche (n° 6a) ou *hawara* (Hourani 2004). Cet échantillon apparaît particulièrement poreux, de nombreux vides de forme allongée, à section cylindrique, font penser à des tiges de végétaux herbacés. Après section de l'échantillon imprégné de polymère, on observe une très grande quantité de vides (n° 6b ou c\*). On observe aussi une répartition hétérogène des macroporosités dues au végétal (les vues b et c correspondent à des sections différentes du même échantillon).

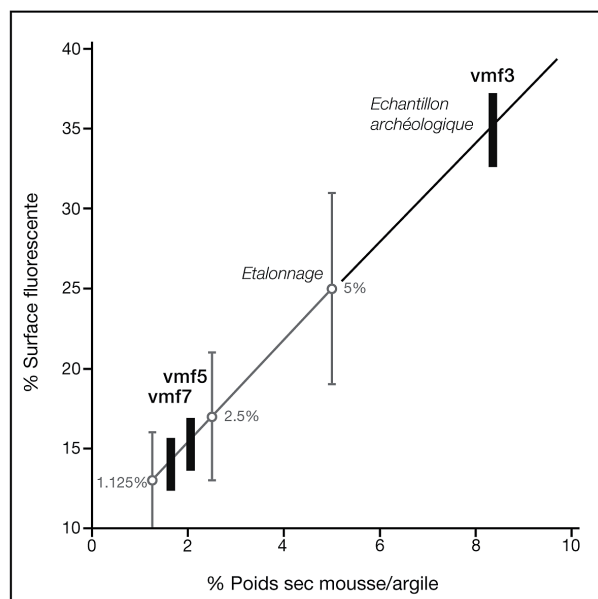
Une vue à fort grossissement montre des formes ovales ou allongées qui semblent correspondre à des tiges creuses (n° 6c\*) comme des chaumes de graminées. Ces éléments correspondent probablement aux empreintes allongées visibles sur l'échantillon non traité (n° 6a\*). Dans une autre zone, un détail à très fort grossissement montre la section d'une probable tige épaisse et charnue avec la présence de faisceaux vasculaires, signant certainement un végétal aquatique (n° 6d). Cet exemple montre le degré de précision et de qualité des moulages. Dans ce cas précis, il est probable qu'un phénomène de minéralisation ait contribué à préserver certaines ultrastructures comme ces faisceaux vasculaires.

Il faut noter la perte d'information due à une image en 2D par rapport à la 3D, puisque les coupes ne passent généralement pas par l'axe de symétrie de l'objet: seules quelques formes restent utilisables pour une détermination botanique car elles passent par un axe caractéristique (perpendiculairement à l'axe de symétrie des tiges ou des feuilles). La détermination sur des formes en 2D bénéficie donc directement de l'expertise des archéobotanistes et de l'apprentissage sur un référentiel très complet.

## Quantification sur sections

### Courbe de calibration

Il faut préalablement réaliser des échantillons calibrés les plus similaires aux échantillons archéologiques (non montré). Par exemple, concernant l'étude des tessons contenant de la mousse, il est possible d'obtenir une courbe de calibration permettant une détermination du poids sec de mousse/poids sec d'argile, à  $\pm 20\%$  d'erreur relative (ill. 2). Cette imprécision est certes importante, mais probablement pas supérieure à celle qu'on obtiendrait avec une charte pour comparaison visuelle.



### 2. Dosage de la quantité de mousse dans un tesson.

Des échantillons tests (1.125-2.5-5% en poids sec de Necker/limon de plateau) sont cuits, imprégnés de résine fluorescente, sectionnés et photographiés sous lumière UV. La surface fluorescente, une fois qu'on s'est assuré qu'elle ne correspond pas à un défaut de la poterie (fissure par exemple) est mesurée par analyse d'image (représenté en gris sur le graphique). Les valeurs moyennes de surface sont encadrées par  $\pm 1$  écart-type. En abscisse figure la quantité de mousse incorporée (% de poids sec), en ordonnée figure la surface relative occupée par la résine fluorescente. On a ainsi dosé trois échantillons archéologiques (vmf, barre verticale large).

Application au matériel de Spiere  
« De Hel »

Le matériel archéologique et le référentiel de calibration ont été traités de la même façon. Les quantités de mousse estimées par cette méthode vont de 2 à 8% environ en poids sec pour les échantillons archéologiques. Il est difficile pour l'instant de savoir si ces valeurs sont compatibles avec les observations réalisées par B. Vanmontfort, qui a utilisé une charte visuelle pour la quantification du végétal et exprimé les résultats en % de volume. L'intercalibration des deux méthodes reste à réaliser.

## DISCUSSION

La méthode d'imprégnation de tessons par des polymères permet d'obtenir des informations sur les macroporosités, et parfois de compléter les parties manquantes d'un élément végétal dont il reste une partie carbonisée au sein de la poterie. Lors d'une imprégnation par des sels minéraux de certaines structures très fragiles (ce qui constitue un début de fossilisation), le remplissage par le polymère permet de conserver ces ultrastructures et de les observer au sein de la forme complète de l'objet. Les empreintes ou les parties conservées dans l'argile présentent souvent des détails morphologiques et des structures fines bien conservées, même si le sédiment contient par ailleurs des éléments minéraux grossiers ou une charge argileuse relativement faible. L'enrobage des fragments organiques par un sédiment argileux assez humidifié permet en effet aux particules d'argile de s'absorber à la surface de l'inclusion et donc d'en reproduire la surface. La technique d'imprégnation par polymères de ces porosités devrait permettre d'observer très finement les négatifs d'objets inclus dans des matrices minérales argileuses, même grossières.

### Identification de structures végétales

#### *Limites de l'observation sur sections*

L'étude des échantillons en deux dimensions présente quelques limites et inconvénients. Notamment, l'observation en 2D est relativement aléatoire. On peut cependant voir s'il y a une orientation préférentielle dans l'échantillon – orientation qui peut traduire un malaxage – et ses caractéristiques : une coupe sur trois plans orthogonaux peut donner des indications complémentaires. Pour des

études de texturation du mélange végétal/minéral (proportion et répartition dans la matrice), il reste possible de faire une reconstitution 3D en analyse d'image à partir de sections sériées. Cette technique destructrice pourrait être appliquée aux matériaux de construction dont on dispose de nombreux échantillons, souvent volumineux.

#### **Quelle serait la résolution utile ?**

Le détail des moulages semble suffisant pour permettre à un botaniste de réaliser des identifications d'espèce : par exemple les stries visibles sur les moulages de feuilles de graminées (Cahier couleur n° 1d) correspondent à des détails de quelques microns, comme on peut le voir sur une empreinte du même matériel végétal vue au MEB (n° 1b). Il est encourageant de constater que cette technique de moulage permet d'observer les éléments anatomiques qui constituent des clefs de détermination pour les archéobotanistes, pour une détermination de genre et d'espèce pour les graminées et autres plantes cultivées (Jacomet *et al.* 1989, p. 319-329). Par exemple, la structure d'épillets de graminée est visible ainsi que des détails significatifs comme des éléments de rachis (n° 2a et 2b) dont les dimensions pourraient d'ailleurs être mesurées.

#### **Techniques alternatives**

Il existe également des techniques "alternatives" et directes pour l'observation non destructive des échantillons ; elles sont rarement disponibles mais devraient cependant être utilisées en complément. L'utilisation d'une tomographie X serait très utile, mais sa résolution spatiale est faible (500 à 200 microns pour les tomographes industriels), même pour les micro-tomographes industriels (50 microns). De plus, le nombre de points sur un capteur étant fixe, cette résolution spatiale diminue d'autant que la dimension de l'échantillon augmente. La microtomographie à haute résolution utilisant une source Synchrotron de rayons X reste actuellement d'accès restreint et ne peut donc être envisagée en routine. Les mêmes remarques valent pour la technique d'imagerie par Résonance Magnétique Nucléaire, la RMN médicale n'ayant pas une précision suffisante pour cette application. Avant d'envisager une possible utilisation de tels moyens d'analyse, il serait utile de tester en première intention des méthodes plus robustes et/ou complémentaires (mesure directe de porosité et de densité, radiographie, radiodensitométrie) de façon

à faciliter la sélection de tessons contenant potentiellement du dégraissant végétal.

### **Quantification**

#### Quantification sur coupes

Cette quantification doit se faire au cas par cas, pour chaque type de végétal. Le rapport Volume/Surface du végétal dépend de son état de fragmentation; on doit dans un premier temps produire des échantillons tests d'une facture similaire aux échantillons archéologiques. Dans une première étape, il est nécessaire d'exprimer les résultats en pourcentage de surface apparente (surface relative occupée par le végétal/surface totale, sur une coupe 2D). Cette valeur a probablement autant de signification technique que la valeur % poids sec/g échantillon. En effet, ce sont les interactions de surface entre le végétal et l'argile qui assurent le chaînage et divers effets sur la plasticité apparente et le séchage (Sestier 2005).

Même si cela paraît trivial, il est important d'adapter la dimension de l'échantillon analysé à la taille des inclusions végétales et à leur densité, afin d'avoir un échantillonnage correct. La surface minimum à observer doit aussi tenir compte de l'hétérogénéité de l'échantillon. Par exemple, pour les trois échantillons archéologiques contenant de la mousse, on observe une plus grande variabilité de la concentration en dégraissant végétal que pour les tessons de référence, probablement parce que ces derniers ont été soigneusement malaxés pour obtenir un mélange homogène. Sur ces échantillons "idéaux", l'erreur de mesure sur la concentration est de l'ordre de 2 à 3%, ce qui est faible. On pourrait discuter de l'intérêt de disposer d'une méthode précise et juste de dosage, alors que l'examen des tessons néolithiques donne l'impression d'une très grande variabilité dans la préparation du mélange. Cette question ne pourra être résolue et discutée qu'après examen d'une quantité suffisante d'échantillons archéologiques et après avoir estimé l'imprécision des procédés utilisés pour réaliser ce type de mélange. Enfin, l'utilisation de chartes visuelles mises au point pour le dégraissant minéral (Matthew *et al.* 1991) doit être

testée pour le dégraissant végétal, une intercalibration de plusieurs méthodes de mesure devant être faite. La comparaison visuelle d'une densité d'objets de forme complexe est probablement plus difficile que pour des objets aux contours assez réguliers ou sans parties rentrantes (inclusions minérales). On peut donc s'attendre à obtenir des mesures plus fiables en utilisant l'analyse d'image, en augmentant le nombre de mesures et donc la représentativité de l'échantillon.

#### Quantification à partir de micro-moulages

Il nous faut actuellement améliorer la récupération des moulages et leur tri pour aboutir à une méthode quantitative. Il devrait être possible de diminuer l'adhérence du polymère à la matrice minérale de façon à faciliter le démoulage. Le tri des micro-moulages, actuellement manuel, pourrait être facilité par un tri en fonction de la densité (flotation par exemple) ou un tri magnétique après incorporation de nanoparticules magnétiques (Sestier *et al.* 1998).

Ceci facilitera la reconstitution d'associations végétales et la découverte de restes dont l'occurrence est faible.

#### Transformation des végétaux

Les micro-moulages devraient également fournir des informations qualitatives concernant un traitement mécanique, comme la coupe, le pilage, le vannage (Anderson *et al.* 2003) et, peut-être, permettre la découverte de traitements spécifiques à une espèce végétale exploitée.

#### Utilisation du noir de carbone

L'incorporation de carbone conducteur au prépolymère permet de faire l'économie d'une métallisation en rendant le polymère assez conducteur pour éviter les accumulations de charge; cet artifice facilite considérablement le travail d'observation, aussi bien sous la loupe binoculaire qu'au MEB. Ceci devrait faciliter la reconnaissance de traces d'outils sur les éléments végétaux ou du moins leur moulage.



## CONCLUSION

De très nombreuses applications au matériel archéologique sont donc envisageables avec cette nouvelle méthode d'analyse. Les problématiques archéologiques pourront et devront être développées à partir de chaque site en tenant compte du contexte archéologique. Le champ d'étude et les résultats qui pourraient être obtenus par cette méthode s'enrichiront également au fur et à mesure des applications qui seront développées, et pourront susciter de nouvelles questions.

## REMERCIEMENTS

Les auteurs tiennent à remercier leurs collègues Claude Constantin, Bart Vanmonfort (laboratoire de préhistoire, Université catholique de Louvain, Belgique), Odile Daune-Le Brun (CNRS-UMR 7041, Nanterre) qui ont très aimablement mis à leur disposition des échantillons archéologiques. Nos remerciements s'adressent également à Thierry Rigaud (CNRS-UMR 5561, Biogéosciences, université de Bourgogne) pour l'accès à la microscopie en fluorescence, et à Marie-Chantal Frère-Sautot (APAB-SAPRR, Dijon) pour son soutien lors des recherches expérimentales. Nous remercions particulièrement l'équipe éditoriale, en tout premier lieu Julian Wiethold, pour leurs critiques et suggestions constructives, sans oublier Elizabeth Monti pour sa relecture attentive.

## BIBLIOGRAPHIE

**Anderson et al. 2003:** ANDERSON (P.-C.), CUMMINGS (L.-S.), SCHIPPERS (T.-K.), SIMONEL (B). dir. — *Le traitement des récoltes : un regard sur la diversité du néolithique au présent*. Actes des XXIII<sup>e</sup> Rencontres internationales d'archéologie et d'histoire d'Antibes, 17-19 octobre 2002. Antibes : Éditions APDCA, 2003, 524 p.

**Balme, Wendy 2002:** BALME (J.), WENDY (E.-B.). — Starch and Charcoal: Useful Measures of Activity Areas in Archaeological Rockshelters. *Journal of Archaeological Science*, 29 (2), 2002, p. 157-166.

**Baraka-Lokmane 2002:** BARAKA-LOKMANE (S.). — A new resin impregnation technique for characterising fracture geometry in sandstone cores. *International Journal of Rock Mechanics & Mining Sciences*, 39, 2002, p. 815-823.

**Boquet et al. 1973:** BOQUET (E.), BORONAT (A.), RAMOS-CORMENZANA (A.). — Production of calcite (calcium carbonate) crystals by soil bacteria is a general phenomenon. *Nature*, 246 (21/28), 1973, p. 527-529.

**Bouby 2000:** BOUBY (L.). — Restituer les pratiques agraires par la carpologie archéologique. *Études rurales, la très longue durée*, 153/154, 2000, p. 177-194. <http://etudesrurales.revues.org/document10.html>.

**Boyce et al. 2002:** BOYCE (C.-K.), CODY (G.-D.), FESER (M.), JACOBSEN (C.), KNOLL (A.-H.), WIRIEK (S.). — Organic chemical differentiation within fossil plant cell walls detected with X-ray spectromicroscopy. *Geology*, 30 (1), 2002, p. 1039-1042.

**Büttner 2003:** BÜTTNER (St.). — *Géoarchéologie des liants de maçonnerie en Bourgogne du Nord (V<sup>e</sup>-XIX<sup>e</sup> siècles). Évolution historique et technique. Contribution aux études archéologiques de l'abbaye Saint-Germain d'Auxerre et du chevet de la Madeleine de Vézelay*. Paris : université Pierre et Marie Curie, 2003 (thèse de doctorat, Paris VI).

**Canfield 1994:** CANFIELD (D.-E.). — Factors influencing organic carbon preservation in marine Sediments. *Chemical Geology*, 114 (3-4), 1994, p. 315-329.

**Constantin, Kuijper 2002:** CONSTANTIN (C.), KUIJPER (W.-J.). — Utilisation de mousse comme dégraissant dans des céramiques néolithiques de France et de Belgique. *Bulletin de la Société préhistorique française*, 99 (4), 2002, p. 775-783.

**Constantin et al. 1984:** CONSTANTIN (C.), LE BOLLOCH (M.), DEMAREZ (L.). — Une enceinte Michelsberg à Blicquy (La Couture du Couvent), Hainaut. *Notae Praehistoricae*, 4, 1984, p. 109-123.

**Cumberpatch et al. 2001:** CUMBERPATCH (C.-G.), GRIFFITHS (D.-R.), KOLB (C.-C.), NEFF (H.), ROUX (V.), STILBORG (O.), LIVINGSTONE SMITH (A.), POOL (C.-A.). — Comments on « Technological choices in ceramic production ». *Archaeometry*, 42 (1), 2000, p. 1-76 et 43 (2), 2001, p. 269-299.

**Damania et al. 1998:** DAMANIA (A.B.), VALKOUN (J.), WILLCOX (G.), QUALSET (C.O.) eds. — *The origins of agriculture and crop domestication*. Proceedings of the Harlan Symposium, 10-14 May 1997, Aleppo,

Syria (English) / International Center for Agricultural Research in the Dry Areas, Aleppo (Syria); International Plant Genetic Resources Inst., Rome (Italy); FAO, Rome (Italy). Barcelone : Genetic Resources Action International, 1998, 352 p.

**Daune-Le-Brun 2004:** DAUNE-LE BRUN (O.). — La terre à bâtir, son emploi dans les constructions du Néolithique précéramique récent de Chypre. In: CHAZELLES (C.-A. de), KLEIN (A.) dir. — *Echanges transdisciplinaires sur les constructions en terre crue*. Actes de la table-ronde de Montpellier, 17-18 novembre 2001. Montpellier : Édition de l'Espérou, p. 165-175. 2004.

**Daune-Le Brun, Le Brun 1996:** DAUNE-LE BRUN (O.), LE BRUN (A.). — Les maisons néolithiques de Khirokitia (Chypre), leur hauteur et leur couverture. Essai de reconstitution. *Les Dossiers d'Archéologie*, 216, 1996, p. 18-25.

**Daune-Le-Brun, Le Brun 2003:** DAUNE-LE BRUN (O.), LE BRUN (A.). — Khirokitia et Cap Andreas Kastros: deux établissements du Néolithique pré-céramique récent de Chypre. In: GUILAINE (J.), LE BRUN (A.) dir. — *Le néolithique de Chypre*. Actes du colloque international organisé par le Département des Antiquités de Chypre et l'École française d'Athènes, Nicosie, 17-19 mai 2001. Athènes ; Paris : École française d'Athènes ; De Boccard, 2003, 431 p. (Supplément au Bulletin de correspondance hellénique).

**Decheng 2001:** DECHENG (L.). — *Étude par analyse d'image en 2D des processus d'aggrégation et d'évolution des porosités dans les sols sous l'influence des cycles d'humectation et de séchage*. Paris : université Pierre et Marie Curie, 2001 (thèse de 3<sup>e</sup> cycle sous la direction de B. Velde).

**De Granger 1967:** DE GRANGER (R.). — Vacuum impregnation of porous specimens prior to microscope examination. *Journal of Scientific Instruments*, 4 (2), 1967, p. 160-161.

**Demarez, Constantin 1984:** DEMAREZ (L.), CONSTANTIN (C.). — L'enceinte Michelsberg de Blicquy (La Couture du Couvent) (Hainaut) - Fouilles 1985. *Notae Praehistoricae*, 6, 1985, p. 43-50.

**Dethier 1986:** DETHIER (J.). — *Architectures de terre : atouts et enjeux d'un matériau de construction méconnu. Europe, Tiers-Monde, États-Unis*. Paris : Centre Georges Pompidou, 1986.

**D'Orazio et al. 2000:** D'ORAZIO (L.), MARTUSCELLI (E.), ORSELLO (G.), RIVA (F.), SCALA (G.), TAGLIALATELA (A.). — Nature, Origin and Technology of Natural Fibres of Textile Artefacts Recovered in the Ancient Cities around Vesuvius. *Journal of Archaeological Science*, 27 (9), 2000, p. 745-754.

**Echallier 1984:** ECHALLIER (J.-C.). — Éléments de technologie céramique et d'analyse des terres cuites archéologiques. *Documents d'archéologie méridionale, numéro spécial "Méthodes et techniques"*, 3, 1984, p. 4-40.

**Ehrenstein, Montagne 2000:** EHRENSTEIN (G.), MONTAGNE (F.). — *Matériaux polymères, structures, propriétés et applications*. Editions Hermes, 2000, p. 302-319.

**Ellenberg 1988:** ELLENBERG (H.). — *Vegetation ecology of central europe*. Cambridge. Cambridge : University Press, 1988.

**Etienne, Lefournier 1967:** ETIENNE (J.), LE FOURNIER (J.). — Applications des résines synthétiques colorées pour l'étude des propriétés de réservoir des roches en lames minces. *Revue de l'Institut Français du Pétrole*, 22, 1967, p. 595-629.

**Gasse, Soulié-Märsche 2002:** GASSE (F.), SOULIÉ-MÄRSCHÉ (I.). — Végétaux aquatiques. In: MISKOVSKY (J.-C.) dir. — *Géologie de la Préhistoire : méthodes techniques, applications*. Paris : Association pour l'étude de l'environnement géologique de la préhistoire, 2002, p. 651-683.

**Girard et al. 2002:** GIRARD (M.), THIEBAULT (S.), VERNET (J.-L.). — Méthodes et technique d'étude du contenu des sédiments, contenu végétal. In: MISKOVSKY (J.-C.) dir. — *Géologie de la Préhistoire : méthodes techniques, applications*. Paris : Association pour l'étude de l'environnement géologique de la préhistoire, 2002 p. 586-634.

**Glauert, Glauert 1958:** GLAUERT (A.M.), GLAUERT (R.H.). — Araldite as an embedding medium for electron microscopy. *Journal of Biophysical and Biochemical Cytology*, 25 (4), 1958, p. 191-194.

**Guinochet, Vilmorin 1973:** GUINOCHET (M.), VILMORIN (R. de). — *Flore de France*. Fascicule 1. Paris : CNRS, 1973.

**Hastorf, Deniro 1985:** HASTORF (C.-A.), DENIRO (M.-J.). — Reconstruction of Prehistoric Plant Production and Cooking Practices by a new Isotopic Method. *Nature* (London), 315, 1985, p. 489-491.

**Helbaek 1948:** HELBAEK (H.). — Les empreintes des céréales. In: RIIS (P.J.) dir. — *Fouilles et recherches 1931-1938, II, 3: Les cimetières à crémation*. Copenhagen : National Museum, 1948, p. 205-207.

**Houben 1989:** HOUBEN (H.). — *Traité de construction en terre*. Marseille : Éd. Parenthèses, 1989, 355 p. (L'Encyclopédie de la construction en terre ; 1).

**Hourani 2004:** HOURANI (F.). — Les matériaux de construction en terre à Khirokitia (Chypre) : origines, techniques de préparation et emplois. In: CHAZELLES (C.-A. de), KLEIN (A.) dir. — *Echanges transdisciplinaires sur les constructions en terre crue*. Actes de la table ronde de Montpellier 17-18 novembre 2001. Montpellier : Éditions de l'Espérou, 2004, p. 161-168.

**Jacomet et al. 1989:** JACOMET (S.), BROMBACHER (C.), DICK (M.). — *Archäobotanik am Zürichsee. Ackerbau, Sammelwirtschaft und Umwelt von neolithischen*

und bronzezeitlichen Seeufersiedlungen im Raum Zürich. Ergebnisse von Untersuchungen pflanzlicher Makroreste der Jahre 1979-1988. Berichte der Zürcher Denkmalpflege. Zurich: Orell-Füssli, 1989, 348 p. (Monographien der Kantonsarchäologie Zürich; 7).

**Johnson et al. 1988:** JOHNSON (J.-S.), CLARK (J.), MILLER-ANTONIO (S.), ROBINS (D.), SCHIFFER (M.-B.), SKIBO (J.-M.). — Effects of firing temperature on the fate of naturally occurring organic matter in clays. *Journal of Archaeological Science*, 15, 1988, p. 403-414.

**Klee et al. 2004:** KLEE (M.), ZACH (B.), STIKA (H.-P.). — Four thousand years of plant exploitation in lake Chad Bassin (Nigeria), part III: Plant impressions in potsherds from the final stone age Gajinna culture. *Vegetation History and Archaeobotany*, 13, 2004, p. 131-142.

**Livingstone-Smith et al. 2005:** LIVINGSTONE-SMITH (A.), BOSQUET (D.), MARTINEAU (R.) dir. — *Pottery manufacturing process: reconstruction and interpretation*. XIV<sup>th</sup> Congress of the UISPP, Liège, Belgium, 2-8 sept. 2001. Oxford: Archaeopress, 2005 (British Archaeological Reports, International Series; 1349).

**Mc Cobb et al. 2003:** Mc COBB (L.-M.-E.), BRIGGS (D.-E.-G.), CARRUTHERS (W.-J.), EVERSLED (R.-P.). — Phosphatisation of seeds and roots in a Late Bronze Age deposit at Potterne, Wiltshire, UK. *Journal of Archaeological Science*, 30 (10), 2003, p. 1269-1281.

**Matthew et al. 1991:** MATTHEW (A.-J.), WOODS (A.-J.), OLIVER (C.). — Spots before the eyes: new comparison charts for visual percentage estimation in archaeological material. In: MIDDLETON (A.), FREESTONE (I.) dir. — *Recent Developments in Ceramic Petrology*. Londres 1991, p. 211-263 (British Museum Occasional Papers; 81).

**Mäder 1996:** MÄDER (A.). — Pflanzliche Applikationen an spätbronzezeitlicher Keramik. *Archäologie der Schweiz/Archéologie suisse*, 19 (1), 1996, p. 9-17.

**Marechal 1982:** MARECHAL (C.). — Lime plaster technology with fiber reinforcement. *Cahiers de l'Euphrate*, 3, 1982, p. 217-251.

**Pearsall 1982:** PEARSALL (D.-M.). — Phytolith analysis: The application of a new paleoethno-botanical technique in archaeology. *American Anthropologist*, 84, 1982, p. 862-871.

**Powel et al. 2001:** POWELL (K.-L.), PEDLEY (S.), DANIE (G.), CORFIELD (M.). — Ultrastructural observations of microbial succession and decay of wood buried at a Bronze Age archaeological site. *International Biodeterioration & Biodegradation*, 47 (3), 2001, p. 165-173.

**Regert et al. 1999:** REGERT (M.), DUDD (S.), PÉTREQUIN (P.), EVERSLED (P.). — Fonction des céramiques et alimentation au Néolithique final sur les sites de Chalain. De nouvelles voies d'étude fondées sur l'analyse chimique des résidus organiques conservés dans les poteries. *Revue d'Archéométrie*, 23, 1999, p. 91-99.

**Rhode 2003:** RHODE (D.). — Coprolites from Hidden Cave, revisited: evidence for site occupation history, diet and sex of occupants. *Journal of Archaeological Science*, 30 (7), 2003, p. 909-922.

**Rice 1987:** RICE (P.M.). — *Pottery Analysis: A Sourcebook*. Chicago: University of Chicago Press, 1987, 59 p.

**Richter 2002:** RICHTER (P.-B.). — *Das neolithische Erdwerk von Walmstorf, Ldkr. Uelzen*. Studien zur Besiedlungsgeschichte der Trichterbecherkultur im südlichen Ilmenautal. Oldenburg: Isensee Verlag, 2002 (Veröffentlichungen der Urgeschichtlichen Sammlungen des Landesmuseums zu Hannover; 49).

**Salins, Ringrose-Voase 1994:** SALINS (I.), RINGROSE-VOASE (A.-J.). — Impregnation techniques for soils and clay materials. The problems and overcoming them. CSIRO division of soils. In: RINGROSE-VOASE (A.-J.), HUMPHREY (G.-S.) dir. — *Soil micromorphology: studies in management and genesis*. Amsterdam; New York: Elsevier, 1994, 886 p.

**Sestier 2005:** SESTIER (C.). — Utilisation du dégraissant végétal dans des poteries en contexte néolithique. In: **Livingstone-Smith et al. 2005**, p.81-94.

**Sestier et al. 1998:** SESTIER (C.), DA SILVA (M.-F.), SABOLOVIC (D.), ROJER (J.), PONS (J.-N.). — Surface modification of superparamagnetic nanoparticles (Ferrofluid) studied with particle electrophoresis: application to the specific targeting of cells. *Electrophoresis*, 19, 1998, p. 1220-1226.

**Sestier et al. 2003:** SESTIER (C.), MARTINEAU (R.), CHENU (E.), ELIAS (A.), GOYDADIN (R.), LADMIRAL (E.). — Imaging vegetal inclusions in porous clayey materials and ceramics by impregnation with fluorescent polymers. In: PRUDENCIO (I.), DIAS (I.), WAERENBORGH (J.-C.) dir. — Understanding Man through their pottery. Proceedings of the 7<sup>th</sup> European Meeting on Archaeological Ceramic (EMAC'03). Lisbonne, October 27-31, 2003. *Trabalhos de Arqueologia*, 42, 2005, p. 251-261.

**Sillar, Tite 2000:** SILLAR (B.), TITE (M.-S.). — The challenge of « technological choices » for materials science approaches in archaeology. *Archaeometry*, 42 (1), 2000, p. 2-20.

**Soroushian et al. 2003:** SOROUSHIAN (P.), ELZAFRANEY (M.), NOSSONI (A.). — Specimen preparation and image processing and analysis techniques for automated quantification of concrete microcracks and voids. *Cement and Concrete Research*, 33, 2003, p. 1949-1962.

**Tsetlin 2003:** TSETLIN (Y.-B.). — Organic temper in ancient ceramics. In: DI PIERRO (S.), MAGGETTI (M.), SERNEELS (V.) eds. — *Ceramic in the Society*. Proceedings of the 6<sup>th</sup> European Meeting on Ancient Ceramics, Fribourg, Switzerland, oct. 2001. Italie, 2003, p. 289-306.

**Vanmontfort 2001:** VANMONTFORT (B.). — The group of Spiere as a new stylistic entity in the Middle Neolithic Scheldt Basin. *Notae Praehistoricae*, 21, 2001, p. 139-143.

**Vanmontfort 2005:** VANMONTFORT (B.). — Techno-Functional aspects of a middle Neolithic pottery assemblage (Spiere « De Hel », Belgium). In: **Livingstone-Smith et al. 2005**, p. 115-125.

**Vanmontfort et al. 1997:** VANMONTFORT (B.), CASSEYAS (C.), VERMEERSCH (P.-M.). — Neolithic ceramics from Spiere « De Hel » and their contribution to the understanding of the earliest Michelsberg culture. *Notae Praehistoricae*, 17, 1997, p. 123-134.

**Van Zeist et al. 2003:** VAN ZEIST (W.), WATERBOLK-VAN ROOIJEN (W.), PALFENIER-VEGTER (R.-M.), DE ROLLER (G. J.). — Plant Cultivation at Tell Hammam et-Turkman. In: VAN ZEIST (W.) dir. — *Reports on Archaeobotanical Studies in the Old World*. Groningen, 2003, p. 61-114.

**Vonhagens 1979:** VONHAGENS (G.). — Impregnation of soft biological specimens with thermosetting resins and elastomers. *Anatomical Record*, 194, 1979, p. 247-255.

**Wang, Schiewind 1985:** WANG (Y.), SCHIEWIND (A.-P.). — Consolidation of deteriorated wood with soluble resins. *Journal of the American Institute for Conservation*, 24 (2), 1985, p. 77-91.

**Willcox 2004:** WILLCOX (G.). — Measuring grain size and identifying Near Eastern cereal domestication: evidence from the euphrate valley. *Journal of Archaeological Science*, 31, 2004, p. 145-150.

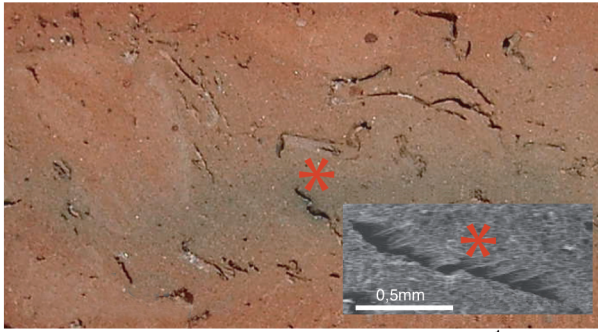
**Willcox, Fornite 1999:** WILLCOX (G.), FORNITE (S.). — Impressions of wild cereal chaff in pisé from the 10<sup>th</sup> millennium uncal B.P. at Jerf el Ahmar and Mureybet: Northern Syria. In: BEHRE (K.-E.), WILLCOX (G.) eds. — Proceedings of the 11<sup>th</sup> IWGP symposium, Toulouse 1998. *Vegetation History and Archaeobotany*, 8 (1-2), 1999, p. 21-24.

**Wright 2003:** WRIGHT (P.). — Preservation or destruction of plant remains by carbonization? *Journal of Archaeological Science*, 30, (5), 2003, p. 577-583.

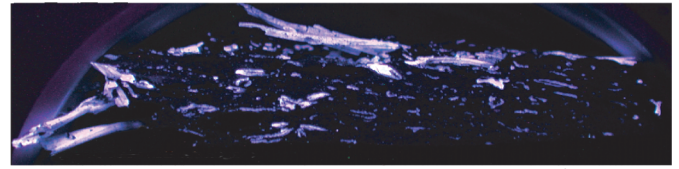
**Zohary, Hopf 1994:** ZOHARY (D.), HOPF (M.). — *Domestication of plants in the Old World*. New York; Oxford: Clarendon Press, 1994 (2<sup>e</sup> édition).



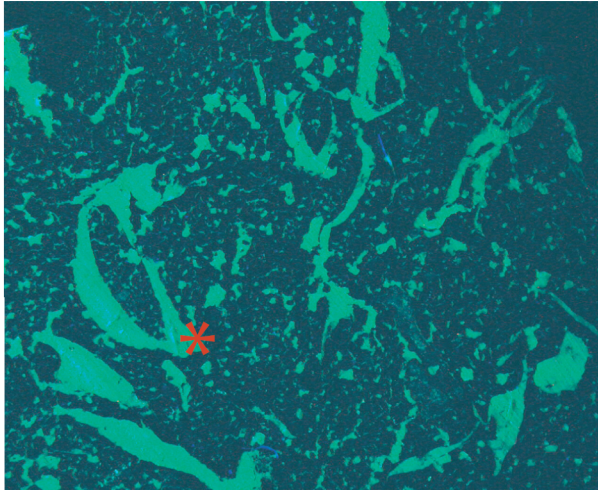




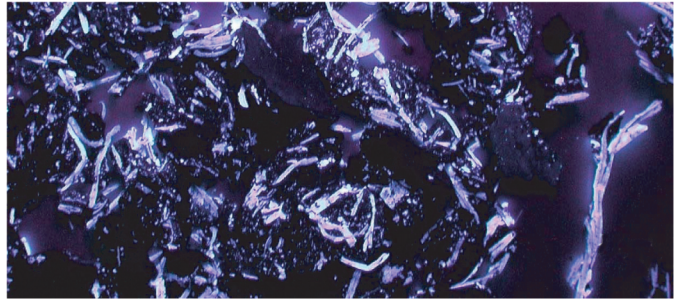
a (n et MEB)



b (n et uv)



e (uv)



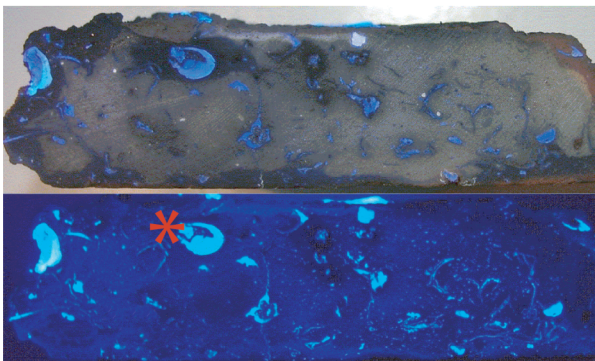
c (uv)



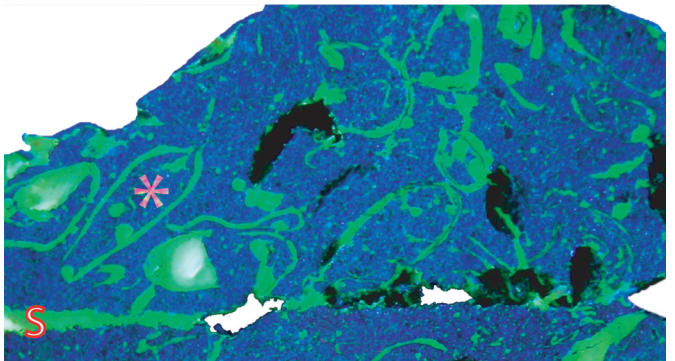
d (n)

**1. Identification de végétaux en coupe et micromoulages. Matériel de référence. Feuilles de graminées en section** (cf. article Sestier et al. dans ce volume, p. 212, 213).

Des feuilles de graminées (indéterminées) ont été incluses dans une matrice argileuse loessique. Après cuisson, le tessou sectionné montre des cavités (indiquées par un \*) correspondant aux inclusions végétales. Une vue au microscope électronique à balayage (MEB) de ce même tessou 1a (encart en noir et blanc), montre le détail d'une empreinte de feuille en section transversale. Après imprégnation par un polymère fluorescent et désagrégation (1b, 1c), des moulages fluorescents sont visibles. Un élément a été isolé (1d) : c'est un moulage de feuille de graminée, une plicature longitudinale (spécifique) étant bien visible à fort grossissement. La même expérience menée avec des graines de *Linum* s.p. (1e) montre des sections de graines et des segments de capsules (\*), très souvent déformées par le malaxage de l'argile.



a (n et uv)

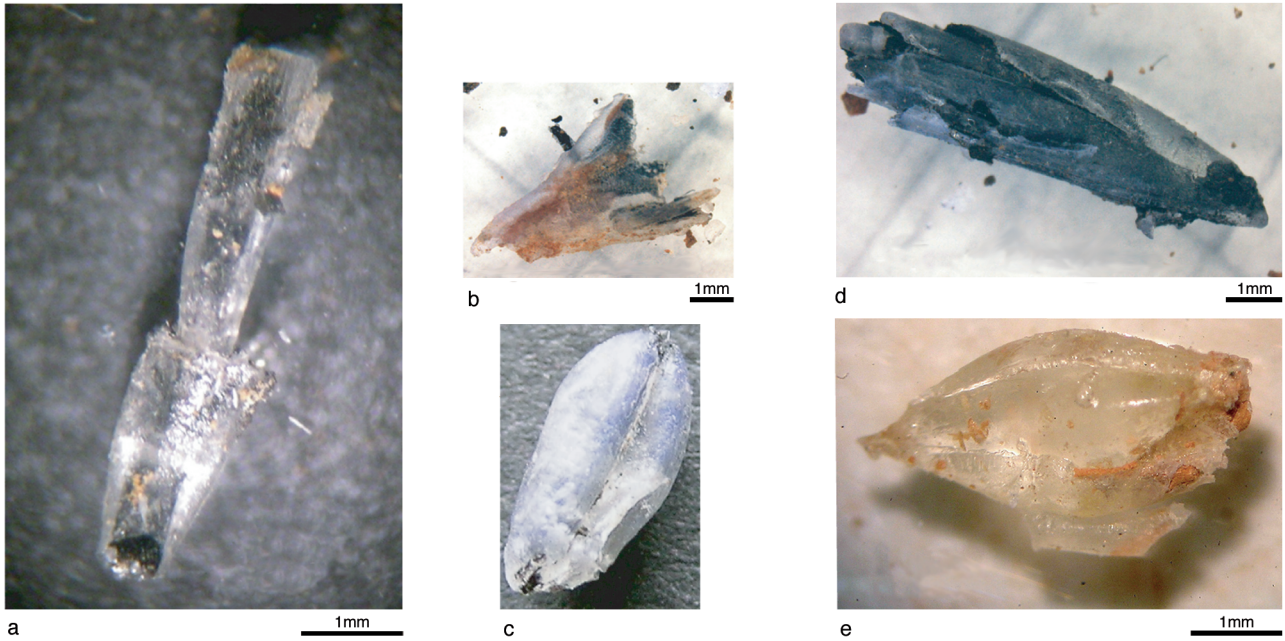


b (uv)

**2. Identification de végétaux en coupe et micromoulages. Matériel de référence. Grains et enveloppes. Grains et éléments de la balle de céréales (échantillon BC4) en section** (cf. article Sestier et al. dans ce volume, p. 213).

Des grains de blé et leurs enveloppes inclus dans une matrice argileuse ont été cuits pour donner un tessou ensuite imprégné par le polymère fluorescent. On peut voir que la fluorescence fait très bien apparaître le remplissage des macroporosités (2a : vue en lumière naturelle [n] et UV [uv]). Une cavité de section ovale (\*) correspond certainement à la section transversale d'un grain de blé, les éléments courbes, allongés et très minces se rapportant aux enveloppes. On peut le voir sur la vue détaillée d'un autre plan de section de l'échantillon 2b : on distingue des enveloppes en coupe longitudinale (\*), des enveloppes déformées, enfin une fissure (s) remplie par le polymère. Graines de lin et enveloppes.





**3. Identification de végétaux en coupe et micromoulages. Matériel de référence. Extraction de moulages de graines par un polymère fluorescent transparent (cf. article Sestier et al. dans ce volume, p. 213).**

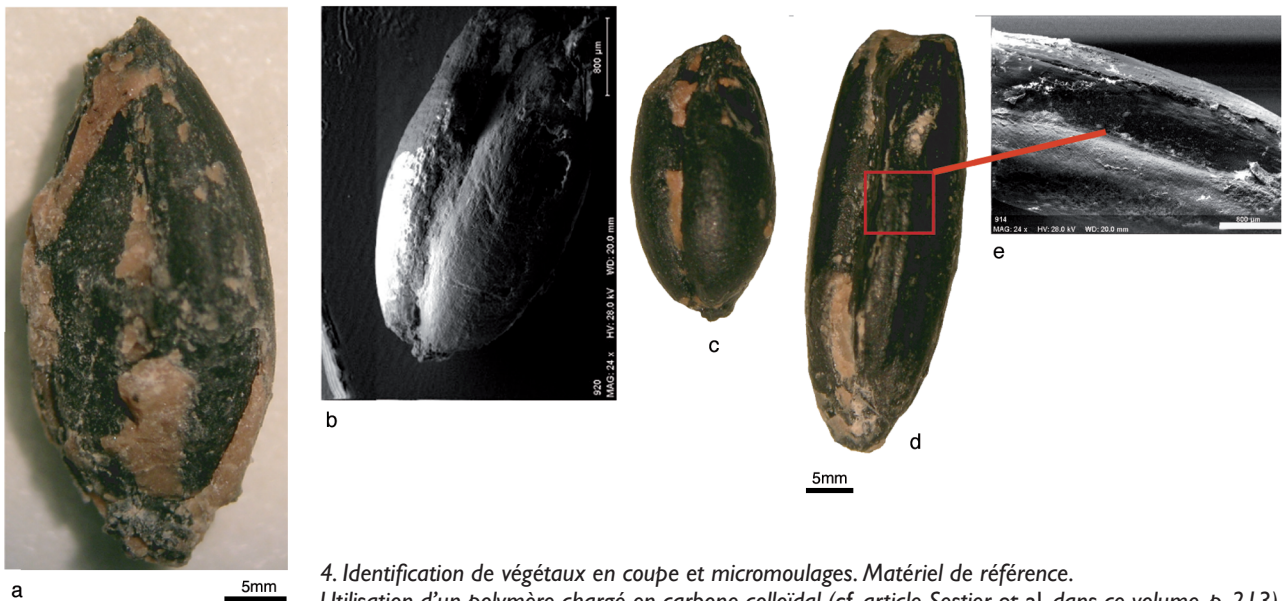
Après désagrégation du tessin imprégné de polymère, les moulages sont triés manuellement.

3a et 3b: deux moulages de fragments de rachis, du genre *Hordeum*.

3c: moulage d'un grain de blé (*Triticum* sp.).

3d: moulage d'un fragment d'épillet d'avoine (*Avena* sp.); les parties noires sont des restes de carbonisation (de même pour les parties noires visibles en 3b).

3e: moulage d'un grain de sorgho (*Sorghum bicolor*).



**4. Identification de végétaux en coupe et micromoulages. Matériel de référence.**

Utilisation d'un polymère chargé en carbone colloïdal (cf. article Sestier et al. dans ce volume, p. 213).

4a: moulage d'un grain d'orge (*Hordeum* sp.).

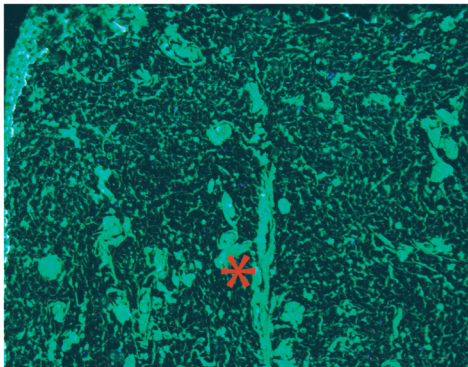
4b: vue au MEB (x 24, 28 kV) d'un autre moulage (en lumière naturelle à droite de l'image au MEB).

4c: moulage d'un grain de blé nu (*Triticum aestivum* l.s./*durum/turgidum*)

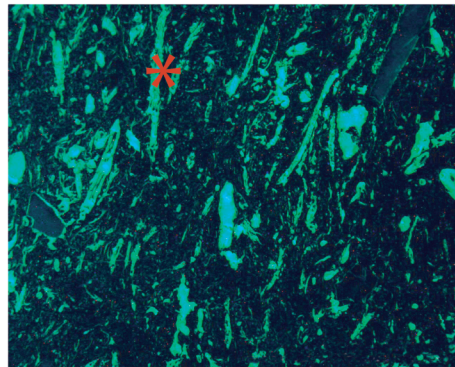
4d: moulage d'un grain d'avoine (*Avena* sp.).

4e: vue au MEB (x 24, 28 kV). On distingue dans l'encadré le pavage des cellules épithéliales de l'enveloppe externe du grain.

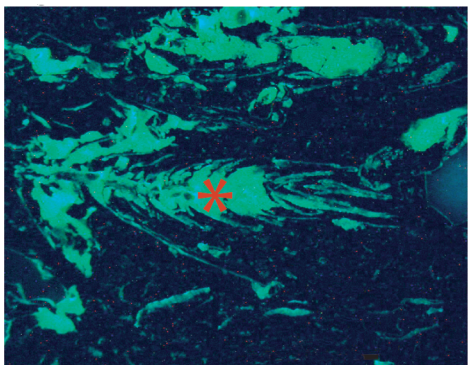




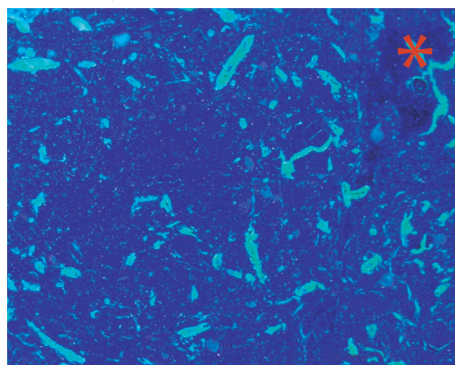
a (uv)



b (uv)



c (uv)



d (uv)

## 5. Identification de végétaux en coupe et micromoulages.

### Matériel archéologique.

**Mousse (*Neckera* sp.) utilisée comme dégraissant végétal (cf. article Sestier et al. dans ce volume, p. 213).**

5a: échantillon de référence contenant de la mousse (*Neckera* sp.), à la concentration de 2,5 % en poids sec par rapport à l'argile sèche. On peut y voir un fragment de tige avec ses feuilles en connection (\*).

5b: échantillon archéologique (vmf 3), groupe de Spiere (échelle: 5 mm). Les éléments allongés (\*)

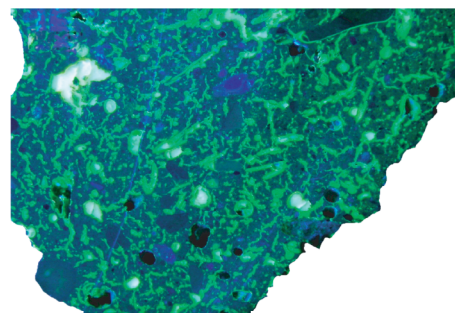
correspondent à des fragments de tiges sensiblement de même orientation et de même longueur.

5c: détail de l'échantillon archéologique vmf 3, montrant une tige de **Neckera** (\*) avec ses feuilles terminales, en coupe longitudinale.

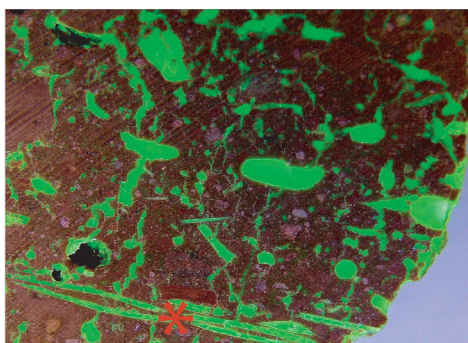
5d: échantillon archéologique, provenant de Blicquy, « La Couture du Couvent » (BCC84, 7-5094), montrant des éléments végétaux similaires à ceux visibles en 5a. Un élément branchu correspond probablement à des racines. Toutes les sections sont examinées sous lumière UV.



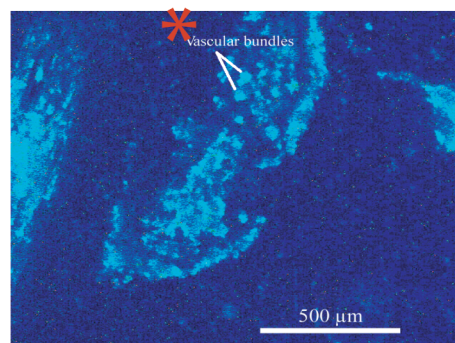
a (N)



b (uv)



c (uv)



d (uv)

## 6. Identification de végétaux en coupe et micromoulages.

**Matériel archéologique. Élément de torchis archéologique néolithique de Khirokitia (Chypre)**

(cf. article Sestier et al. dans ce volume, p. 214).

6a: vue macroscopique du torchis qui a été recuit avant imprégnation.

On peut voir des empreintes allongées (\*) pouvant correspondre à des chaumes de graminées.

6b: Après imprégnation et examen en lumière UV, vue d'une section. La quantité de vides imprégnés est très élevée, leurs formes et dimensions sont très variables.

6c: autre plan de section montrant des formes pouvant évoquer des grains et des chaumes de céréales (\*).

6d: détail à fort grossissement montrant les faisceaux vasculaires d'une feuille en coupe transversale.