

MUNIBE (Antropologia-Arkeologia)	n° 54	35-51	SAN SEBASTIAN	2002	ISSN 1132-2217
----------------------------------	-------	-------	---------------	------	----------------

Aceptado: 2001-11-15

Les matières picturales de la grotte d'Ekain (Pays Basque)

The pictorial materials of the Ekain cave (Basque Country)

MOTS CLÉS: Magdalénien, analyse de la matière picturale, Ekain, oxyde de manganèse, charbon de bois.

PALABRAS CLAVE: Magdaleniense, análisis de la materia pintada, Ekain, óxido de manganeso, carbón de leña.

E. CHALMIN*

M. MENU*

J. ALTUNA**

RÉSUMÉ

L'analyse de la matière picturale des représentations de la grotte d'Ekain, dans le pays basque espagnol, apporte des précisions sur la réalisation technique des peintures et permet de mieux comprendre l'organisation de l'ensemble des figures de la "Grotte du cheval". A partir de l'observation au microscope électronique à balayage de 20 prélèvements de peinture, il a été déterminé que les Préhistoriques utilisaient différentes matières colorées préparées selon diverses techniques. Pour les noirs, la majorité est effectuée avec du charbon de bois, et seulement deux figures ont été réalisées avec de l'oxyde de manganèse. Les couleurs rouges et brunes sont obtenues globalement grâce à l'utilisation d'ocre rouge ou brune (argile riche en fer). La présence de trace d'exploitation dans un dépôt d'oxyde de manganèse à l'intérieur de la grotte pose la question d'un approvisionnement en matière première dans un environnement proche.

SUMMARY

The analysis of the pictorial materials of the Ekain cave representations in the Basque Country in Spain offers us more details regarding the techniques used for their making. It also makes it easier for us to understand the layout of all the pictures in the "Horse Cave". An electronic microscope was used for scanning 20 samples of paintings, which showed that prehistoric men used different coloured materials that were prepared according to different techniques.

Most black dyes were charcoal-based, and only two painting were executed with manganese oxide. Red and brown colours were generally obtained by using red and brown ochres (clay rich in iron). There are some traces of a manganese oxide deposit inside the cave which make us wonder if there was a supply of raw material in the surrounding area.

LABURPENA

Hego Euskal Herrian dagoen Ekaingo haitzuloko labarretako irudien margoen analisisiek, irudien errealizazio teknikoak hobeki ezagutzeko aukera eta Zaldeiko multzoaren antolaketa hobeki ulertzeko aukera eman digute. Ekortze-mikroskopio elektronikoaren bidez egindako 20 laginetan, prehistoriako gizakiek modu anitzetan prestatutako kolorezko zenbait materiale ezberdin erabili ohi zituztela jakin dugu.

Kolore beltzen kasuan, gehienak egur ikatzarekin eginak daude eta soilik bi irudi azaltzen dira manganesoaren oxidoarekin eginak. Kolore gorri eta marroak okre (burdin asko duen buztina)gorri edo marroaz eginak daude gehienbat. Haitzuloaren barnean manganesoaren oxidoa azaltzen den zonalde baten ustiaketa ikusiaz, material hori bertatik bertara lortzen ote zuten pentsa dezakegu.

INTRODUCTION

L'interprétation de l'art pariétal préhistorique a été largement abordée par les spécialistes mais en négligeant souvent l'aspect matériel et technique des œuvres. Bien que des caractérisations physico-chimiques aient été tentées dès le début

du siècle, elles ne furent pas réellement prises en compte lors d'études globales visant la signification des peintures pariétales. Les questions, posées d'un point de vue purement interprétatif, tentaient de comprendre la façon dont l'artiste préhistorique avait représenté la réalité qui l'entourait, en n'abordant que les aspects symboliques ou mythologiques.

L'analyse des constituants des peintures permet de rechercher les procédés et les techniques utilisés par les artistes ainsi que les provenances des matières premières. Comment mettaient-ils à profit les pigments naturellement présents dans

* Centre de Recherche et de Restauration des Musées de France, UMR 171 CNRS, 6, rue des Pyramides, 75041 Paris Cedex 01, France.

** Société des sciences Aranzadi, Alto de Zorroaga, 20014 Donostia, Espagne.

leur environnement, que les préhistoriques savaient retrouver et sélectionner pour les adapter à leurs fins ?

Dans le cas de la grotte d'Ekain, une caractérisation physico-chimique de la matière picturale a été menée conjointement à une observation minutieuse des parois peintes afin de mettre en évidence les diverses techniques utilisées sur un même panneau ou sur l'ensemble des figures pour mieux comprendre l'organisation de la grotte.

SITUATION DE LA GROTTTE

Ekain est une caverne issue d'un creusement par les eaux dans un milieu calcaire. Elle est située dans le pays basque espagnol, près du village de Cestona sur le versant abrupt de la colline d'Ekain. Cette colline est encerclée par deux ruisseaux (Goltzibar et Beliosorerreka) qui se rejoignent pour former le Sastarrain en dessous de l'entrée de la grotte. Le Sastarrain se jette à son tour dans l'Urola à 1,5 km plus bas.

Ekain fut découverte le 8 juin 1969 par ANDONI ALBIZURI et RAFAEL REZABAL appartenant au groupe Antxieta du village d'Azpeitia. Les premières investigations débutées en 1969 révélèrent plusieurs couches d'habitat préhistorique qui furent étudiées en six campagnes de 1969 à 1975.

La pression de la Société des sciences Aranzadi permit de protéger et de préserver ce site exceptionnel contre les méfaits du tourisme. Après la fin des fouilles et la proclamation de l'autonomie basque, la Société s'opposa à un aménagement facilitant l'accès aux touristes. La grotte est ainsi restée dans l'état dans lequel elle a été découverte (ALTUNA, 1997).

DESCRIPTION DE LA GROTTTE

Les représentations pariétales magdaléniennes de cette grotte sont essentiellement des chevaux ce qui lui vaut l'appellation de Grotte du cheval. De plus, dans la plus grande salle se situe un rocher ou bloc, dont la silhouette rappelle nettement la tête d'un cheval (ALTUNA 1978, 32-34). Il est possible que ce bloc ait été fondamental pour que cette grotte soit consacrée symboliquement au cheval. On trouve également des figurations de bisons, bouquetins, cervidés, ours, poissons et quelques signes (traits et lignes courbes).

La grotte est constituée de différentes galeries et cavités (voir plan de la figure 1)(ALTUNA, 1978 et 1997; APPELANIZ, 1982) :

Erdibide (Eb) "la galerie principale",
Auntzei (A) "le lieu des bouquetins",
Erdialde (Ed) "la salle principale",
Zaldei (Z) "le lieu des chevaux",
Artzei (AR) "le lieu des ours",
Azkenzaldei (AZ) "le dernier lieu des chevaux".

Du point de vue des représentations picturales, la couleur la plus utilisée est le noir, mais on trouve également du rouge, en complément du noir pour les figures bichromes. Le pigment rouge seul est rarement employé.

La matière picturale a été déposée selon différents procédés en fonction du rendu souhaité :

- en aplat comme dans le cas de la tête du cheval près de l'entrée,
- en contour net et précis, c'est le cas de la majorité des tracés noirs,
- en contour plus épais ou plus chargé pour rendre la fourrure des bisons par exemple,
- ou en remplissage surtout avec du rouge, comme pour les figures bichromes.

La gravure est aussi utilisée, soit seule pour quelques figures, traits et signes, soit en complément de la peinture pour rehausser certaines parties du corps comme la ligne de dos (cas du *cheval 20* et du *bison 18* bichromes du Grand panneau des chevaux).

ANALYSE DES MATIÈRES PICTURALES

Le nombre de type de pigments utilisés dans les peintures pariétales paléolithiques est assez réduite. Il a été montré (dès 1902 par HENRI MOISSAN, prix Nobel de chimie qui étudia à la demande de M. CAPITAN et M. BREUIL, la grotte de Font-de-Gaume et à la demande de M. RIVIERE la grotte de La Mouthe, en Dordogne) que la couleur rouge était obtenue soit par utilisation d'ocre rouge (argile riche en fer), soit par l'utilisation d'oxyde de fer (hématite Fe_2O_3) pur ou mélangé naturellement ou non à de l'argile. Si ce mélange est naturel, il s'agit d'ocre rouge. L'hématite, en outre, peut être naturelle ou obtenue en chauffant la goethite $FeOOH$ initialement jaune (POMIES et al, 1999).

La couleur noire peut avoir des origines différentes: organique ou minérale. Le charbon de bois, l'os brûlé et le noir de lampe sont les plus utilisés des pigments organiques. Le noir minéral, à base d'oxyde de manganèse (MnO_2 et ses polytypes) est disponible assez aisément dans des gisements voisins des grottes ou bien sous forme de dépôts à l'intérieur de celles-ci.

Une minorité des peintures présente une couleur brune ou jaune.

La matière brune peut être obtenue à partir d'un minéral naturel ou par un mélange intentionnel. Les Préhistoriques avaient à leur disposition de l'ocre, de l'hématite ou un mélange naturel d'oxyde de fer et d'oxyde de manganèse, qu'ils pouvaient récolter pour leur couleur plus soutenue. Les artistes pouvaient également mélanger oxyde de fer et oxyde de manganèse récoltés séparément pour obtenir les nuances désirées allant du rouge au brun presque noir.

Le jaune est une ocre ou une goethite pure.

Au pigment, peuvent être ajoutés une charge et un liant, l'ensemble constituant la matière picturale. La charge, le plus fréquemment une argile, permet d'assurer des propriétés couvrantes et d'adhésion à l'ensemble de la matière. Grâce au pouvoir colorant du pigment, l'association à une charge permet de l'économiser. Les Préhistoriques savaient également utiliser d'autres minéraux disponibles dans la nature: le gypse (CaSO_4), le talc

($\text{Mg}_6(\text{Si}_8\text{O}_{20})(\text{OH})_4$), les feldspaths potassiques ($\text{K}(\text{Si}_3\text{AlO}_8)$), la biotite ($\text{K}_2(\text{Mg}, \text{Fe}, \text{Al})_6\text{Si}_{6-5}\text{Al}_{2-3}$), la calcite (CaCO_3) ou encore l'os pilé (apatite, $\text{Ca}_5(\text{Cl}, \text{F})(\text{PO}_4)_3$). (MENU *et al*, 1996; CLOTTES *et al*, 1996; CLOT *et al*, 1995)

Le liant, pouvant être d'origine organique, permet d'unir les différents composés et assure l'adhésion de la couleur à la paroi. La matière picturale ainsi fabriquée peut être rendue plus ou moins fluide en ajoutant de l'eau.

L'argile, présente dans un prélèvement de matière picturale, peut avoir différentes origines. Elle peut simplement provenir de la paroi de la grotte; l'argile peut aussi être une pollution dans le cas où elle proviendrait de l'accumulation de poussière au fil des siècles; elle peut être due à un mélange naturel avec le pigment (cas des ocres et des argiles contenant quelques petits grains d'oxyde de fer); enfin, elle peut avoir été mélangée intentionnellement au pigment par l'artiste et utilisée comme charge. La quantité et la répartition de l'argile dans la matière picturale peuvent donner des indica-

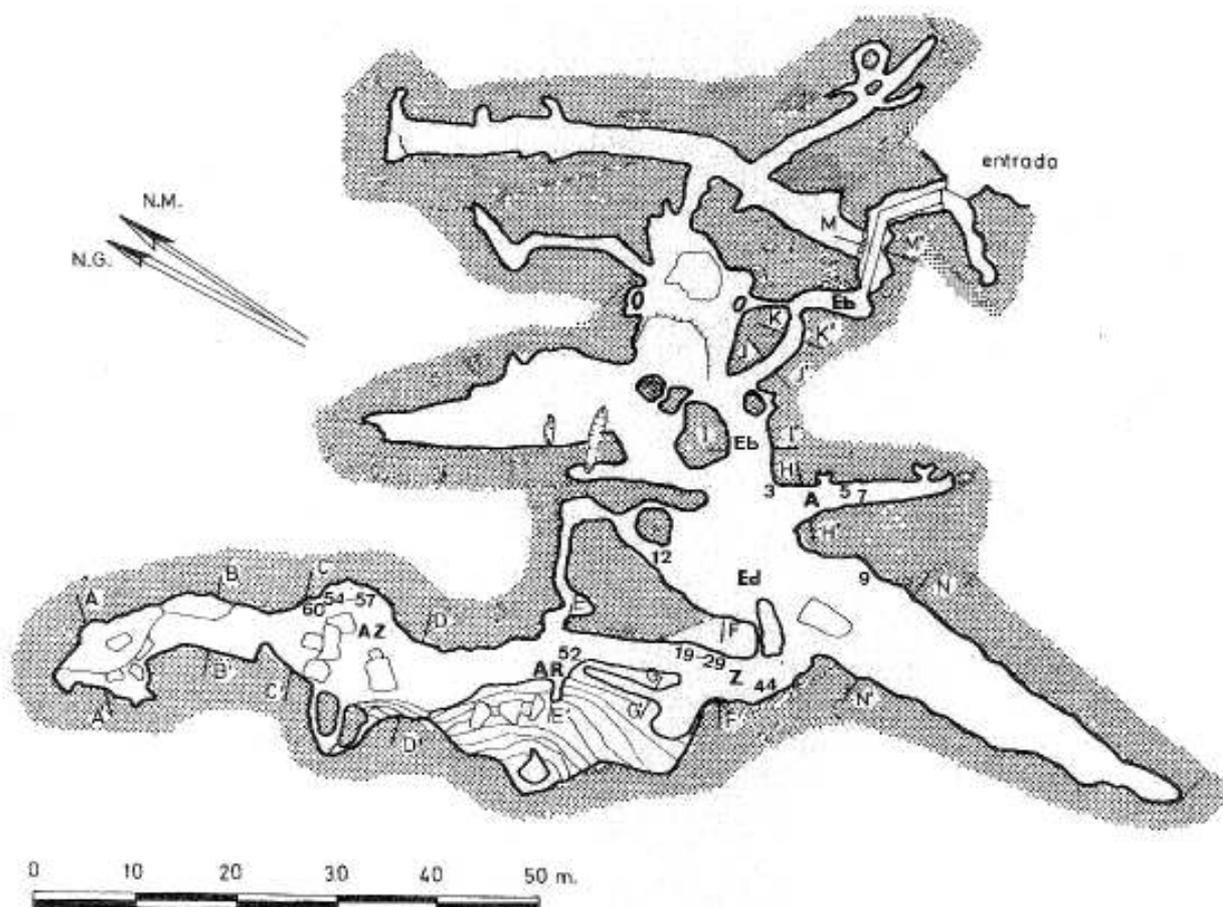


Fig. 1. Plan d'ensemble de la grotte d'Ekain avec l'emplacement des prélèvements. A, auntzei. AR, Artzei. AZ, Azkenzaldei. Eb, erdibide. Ed, Erdialde. Z, Zaldei. 3-60, prélèvements.

tions sur son origine. Ce rappel indique les précautions à respecter pour interpréter les résultats de l'analyse.

De même, la présence de calcite peut avoir différentes origines:

- paroi calcaire
- addition volontaire comme charge,
- présence intrinsèque avec l'argile utilisée,
- ruissellement d'eau calcaire le long des parois de la grotte induisant un dépôt,
- dilution de la matière picturale avec de "l'eau de grotte" chargée en carbonates, comme le suggère C. COURAUD (LASCAUX inconnu, 1979).

En ce qui concerne l'os (dont la partie minérale est un triphosphate de calcium ou apatite), il peut être pilé et utilisé comme charge, chauffé ou non à plus ou moins haute température, dans ce cas il est présent en grande quantité. Mais l'utilisation d'outils en os lors de la préparation ou lors du dépôt sur le support peut être à l'origine de la présence de petites esquilles d'os dans la matière picturale. Il existe également l'apatite minérale pouvant se trouver naturellement en mélange avec l'argile ou toute autre matière première utilisée par les Préhistoriques sous forme de prismes courts. L'os, en revanche, est faiblement cristallisé.

Description des prélèvements

Pour permettre l'analyse des constituants d'une peinture pariétale, des prélèvements micro-métriques sont effectués. Vingt échantillons ont été prélevés par MICHEL MENU et PHILIPPE WALTER (C2RMF), en présence de JESUS ALTUNA, le 20 juin 1991. Dix-huit de ces prélèvements proviennent de figures pariétales. De l'argile de paroi et de l'oxyde de manganèse provenant d'un dépôt naturel dans la grotte s'ajoutent à la liste. L'ensemble de ces prélèvements provenant de la cavité est précisé dans le tableau 1 et leur emplacement est donné par la figure 1.

À **Erdibide** (Eb), près de l'entrée on trouve la première et la plus grande tête de *cheval 3* (figure 2) noire peinte en aplat (BARANDIAN & ALTUNA, 1969). Celle-ci a fait l'objet d'un prélèvement, car son isolement, sa technique d'application et son style rendent cette figure tout à fait particulière. L'analyse de la matière picturale peut rendre compte de son originalité.

Dans la petite galerie "décorée", **Auntzei** (A), les peintures se distinguent des autres peintures

de la grotte par leur sujet (pas de chevaux) et par leur technique. En effet, un cerf et une biche sont les seules représentations, en dehors d'un bison trouvé récemment sur le Grand panneau (GONZALEZ SAINZ, CACHO TOCA & ALTUNA 1999), à n'être que gravées. La présence d'un saumon pour lequel le relief naturel a été utilisé et les représentations schématiques de bouquetins ne se retrouvent pas dans le reste de la grotte. Deux prélèvements ont été réalisés (*Saumon 5* et *Bouquetin 7*, figures 3 et 4). A travers ces analyses, des caractères particuliers de la matière picturale pourront être recherchés pour confirmer le côté inhomogène de cette galerie.

Dans la salle **Erdialde** (Ed), se situent un bloc de pierre en forme de tête de cheval et quelques figurations de bisons et chevaux. Un prélèvement du *cheval noir 9* (figure 5) et un prélèvement du *bison noir 12* (figure 6) visent à préciser la nature de

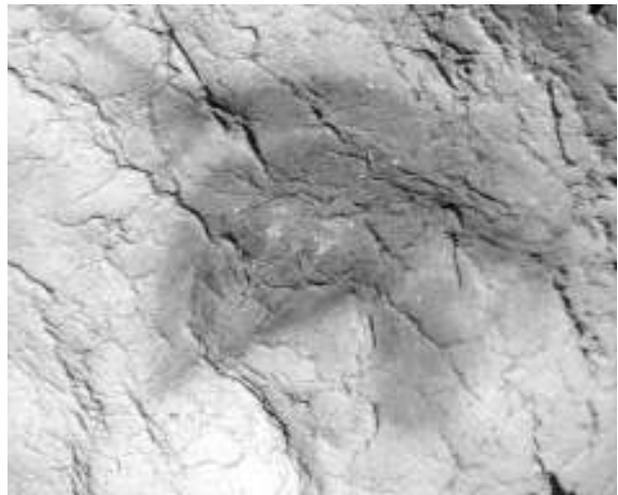


Fig. 2. Cheval 3



Fig. 3. Saumon 5

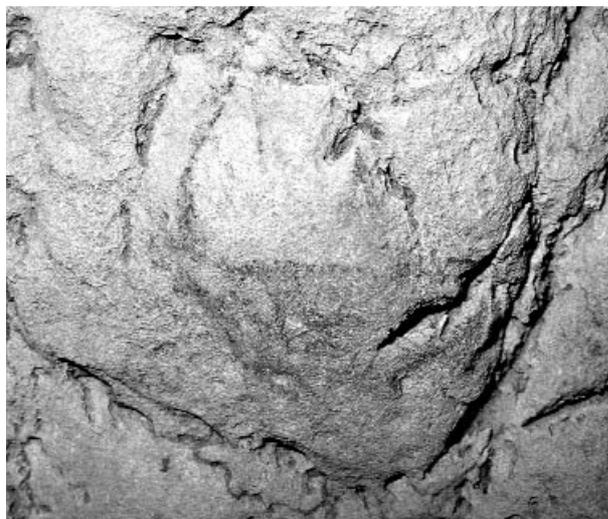


Fig. 4. Bouquetin 7



Fig. 5. Cheval noir 9



Fig. 6. Bison noir 12

la matière picturale noire de chacune des représentations. Un lien entre ces deux figures peut-il être mis en évidence?

La galerie **Zaldei** (Z), dont l'entrée est encadrée par deux bisons, compte au total 24 animaux sur la paroi droite parmi lesquels 14 chevaux du Grand panneau des chevaux (figure 7). Sur ce côté de paroi, sept prélèvements proviennent du Grand panneau des chevaux et un prélèvement a été réalisé sur le bison de l'entrée dont la ligne de dos est naturelle. Le panneau est orné en donnant à chacune des figures son importance, sans recouvrement, sauf dans le cas du bison récemment découvert. Cette construction donne une cohésion au panneau et une impression d'élaboration d'ensemble. Sur le Grand panneau (19 animaux au total), on cherchera une possible homogénéité concernant la nature et la préparation de la matière picturale. Peut-on parler de "pots de peintures"?

D'autres questions se posent à une échelle plus locale pour chaque figure ou chaque ensemble de figures:

Pour le *cheval bichrome 20* (fig. 7a), un prélèvement noir et un prélèvement rouge furent réalisés afin de comparer le type de préparation de chacun des pigments.

Les deux *chevaux 25 et 29* (figs. 7b et 7c) sont soulignés d'un contour noir et sont remplis de couleur noire. Le prélèvement sur chacun des chevaux a pour but d'évaluer une possible cohérence picturale entre les deux représentations. Ont-ils été effectués par le même artiste avec le même pot de peinture?

Le *cheval 21* (fig. 7d) est le seul de la grotte qui présente un contour rouge. Une partie de la ligne des pattes postérieures est constituée par une fissure du rocher. La comparaison de sa matière picturale avec le rouge du *cheval 20* mettra-t-elle en évidence une similitude de préparation?

Les *chevaux 20 et 29* présentent une caractéristique anatomique commune: un "M" figure la limite entre la coloration dorsale et ventrale. L'un possède un remplissage noir, l'autre rouge. La charge de la matière picturale est-elle un point commun ou diffère-t-elle entre les deux chevaux?

1) matière utilisée par les Préhistoriques après préparation à un temps donné, caractérisée par la nature des pigments, leur texture, leur morphologie, leur granulométrie et les impuretés associées.



Fig. 7. Grand panneau des chevaux.



Fig. 7a. Cheval bichrome 20



Fig. 7b. Cheval 25

Les représentations de la paroi gauche de la galerie **Zaldei** sont moins nombreuses. La plupart de ces figures ne sont pas complètes, on trouve par exemple un *bison 14* (figure 8) et plusieurs chevaux inachevés. Le *cheval 44* (figure 9) au con-

tour noir, bien que complet, est partiellement estompé au niveau de la tête et de la crinière. L'analyse du prélèvement réalisé sur ce cheval a pour but de mettre en évidence un lien éventuel entre ce panneau et celui qui lui fait face.

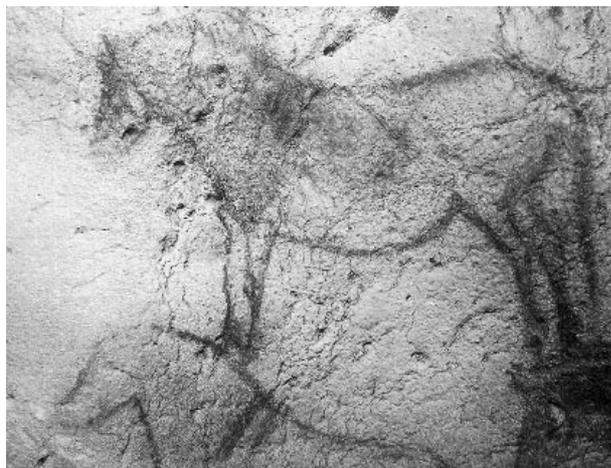


Fig. 7c. Cheval 29



Fig. 9. Cheval 44



Fig. 7d. Cheval 21



Fig. 8. Bison 14

Dans le prolongement de la galerie Zaldei, un renforcement s'ouvre sur la gauche: **Artzei** (AR), la niche aux ours. Sous une épaisse couche de calcite grenue, on découvre la représentation de deux *ours noirs* 51 et 52 (figure 10). Leur contour semble plus diffus que celui des autres figures noires. Un prélèvement est effectué sur le plus grand dont la tête n'a pas été représentée. Les deux ours présentent un caractère particulier par l'originalité du thème, par l'isolement dans une niche et par la différence de style. L'analyse de la matière picturale confirme-t-elle cette singularité?

Sur la paroi de droite juste avant la niche, se situe un dépôt d'oxyde de manganèse (figure 11) qui a fait l'objet d'un prélèvement. Ce dépôt présente des traces évidentes d'exploitation par les Préhistoriques. La question est donc de savoir si cette lentille d'oxyde de manganèse a été utilisée comme source de pigment par les peintres de la grotte.

Enfin, dans la dernière salle, **Azkenzaldei** (AZ), sont figurés sept chevaux tous tournés vers l'extérieur et quelques traits. Un échantillon de "blanc" de paroi servira de référence pour la composition de l'argile. Les *chevaux* 54 à 58 (figure 12) sont alignés en frise, les *chevaux* 54 et 57 (figs.12a et 12b) ont été prélevés. Le *trait noir* 60 (figure 13) fait également l'objet d'une analyse.

Le *cheval rouge* 54 possède une partie du contour en noir et l'autre en rouge. A certains endroits, le contour est souligné par la gravure. Une grande partie du corps est remplie de rouge, la limite inférieure évoque le "M" déjà observé pour les *chevaux* 29 et 20. Peut-on envisager un lien pictural entre les chevaux des deux salles?

Le *cheval 57* a juste son contour noir représenté et souligné par quelques traits gravés, technique commune aux trois chevaux prélevés. Les traits gravés se retrouvent également sur le Grand panneau des chevaux mais uniquement pour les figures bichromes. L'analyse de la matière picturale vise à évaluer si le panneau est homogène en ce qui concerne tant la composition chimique que la composition stylistique.



Fig. 10. Ours

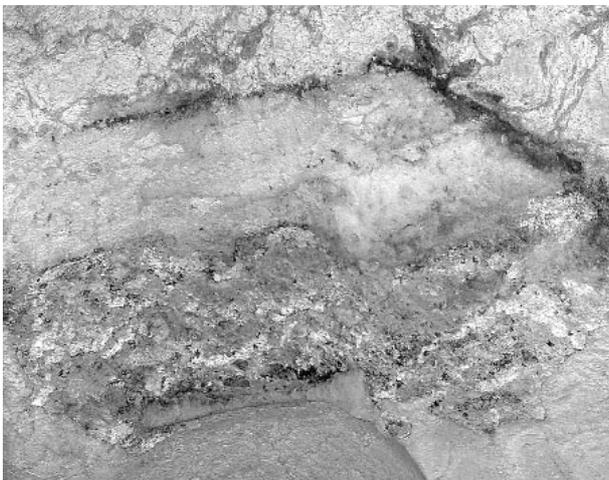


Fig. 11. Dépôt d'oxyde de manganèse.



Fig. 12. Chevaux 54 à 58



Fig. 12a. Cheval 54



Fig. 12b. Cheval 57



Fig. 13. Trait noir 60

Les méthodes d'analyses

Les analyses s'effectuent par observation à différentes échelles. Grâce à une loupe binoculaire, il est possible de donner une description macroscopique des prélèvements en précisant la couleur des grains qui les composent. On a alors un premier aperçu de l'homogénéité et des hypothétiques composants. Le microscope électronique à balayage (MEB) permet un examen de la morphologie et son système de détection des rayons X dispersif en énergie donne l'accès à la composition chimique élémentaire de chaque constituant. L'appareil utilisé est un Jéol 840 et le détecteur de rayons X une diode Si(Li) associé à un système électronique ISIS.

LES RÉSULTATS

Parmi les 18 prélèvements de figures pariétales, 14 sont de couleur noire, 3 rouges et 1 brun. Cette proportion de couleur est représentative de celle observée sur l'ensemble des figures de la grotte.

L'ensemble des résultats est présenté dans un tableau récapitulatif (tableau 1, en grisé, nous avons représenté les figures noires). Sur la plupart des échantillons, la fréquente présence d'argile et de calcite est liée à l'état de conservation de la paroi.

On peut effectuer un premier bilan sur les pigments utilisés dans chaque couleur.

L'argile de la grotte

L'argile de la grotte a été prélevée dans la dernière salle Azkenzaldei. Il est important de pouvoir comparer l'argile trouvée lors des différentes analyses de matières picturales avec l'argile locale afin de constater ou non une utilisation des matières premières locales, dans la grotte même.

L'analyse élémentaire de cette argile (figure 14 (a)) nous montre la présence d'aluminium, de silicium, d'oxygène pour les éléments majoritaires et de magnésium, de potassium, de calcium et de fer en quantité similaire (autour de quelques %) ainsi que des traces de sodium et de titane. Il s'agit d'un aluminosilicate (Al, Si, O) chargé en potassium et en magnésium (peut-être une biotite). La présence de calcium en quantité assez importante peut provenir de grains de calcite. La couleur ocre jaune de cette argile est essentiellement due à la présence d'oxyde de fer (associé au titane). L'observation au MEB n'identifie pas de structure particulière.

Le noir

La couleur noire à Ekain est obtenue par l'utilisation de deux pigments : de la matière organique (12/14) ou de l'oxyde de manganèse (2/14). On remarque que le charbon de bois est majoritaire. On distingue différents modes de préparation de la matière organique:

- Sans préparation: la taille des particules de charbon de bois est supérieure à 50µm, ces particules présentent les caractéristiques de fibres végétales vues en coupe transversale sur la micrographie 15 (a) et en coupe longitudinale sur la micrographie 15 (b). La présence d'argile associée provient d'une pollution superficielle, sa composition est typique de celle de l'argile de la paroi. Dans ce cas, le charbon de bois n'est pas considéré comme une matière picturale mais comme un fusain. On a affaire ainsi à un dessin. La calcite est aussi fréquemment présente.
- Sous forme de fragments de structure fibreuse (figure 15 (c)), le charbon de bois peut se trouver en mélange avec du quartz et un peu d'argile. Dans ce cas, le quartz provient d'un apport extérieur (volontaire ou non) car il ne se trouve pas en mélange naturel avec l'argile de la grotte. L'argile a une composition similaire à celle présente sur les parois de la grotte. La présence de plaquettes de charbon de bois d'environ 5µm ainsi que celle de silice suggèrent une opération intentionnelle de broyage. Le charbon de bois a pu être broyé par un outil siliceux pour une utilisation comme pigment et non comme fusain. Ici, il s'agit d'une peinture noire.

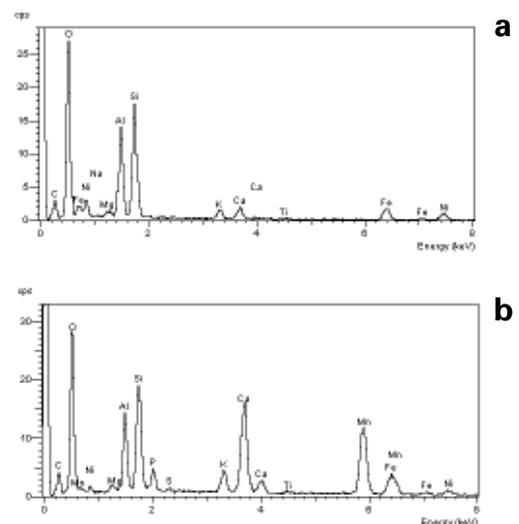
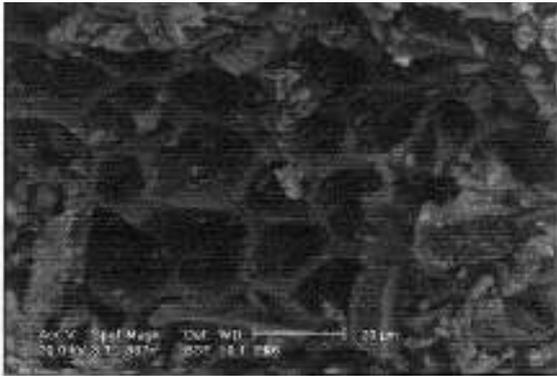
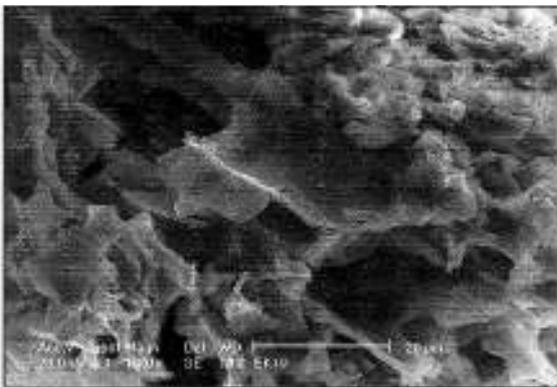


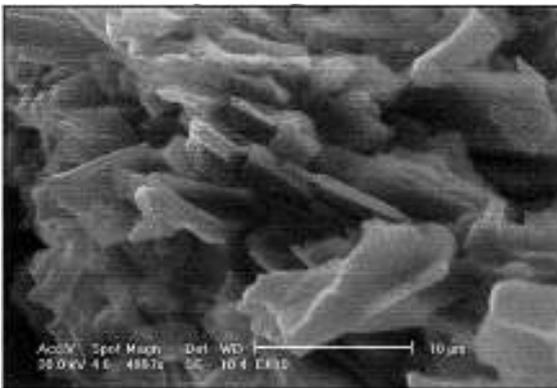
Figure 14: Spectres d'analyse X (a) de l'argile de la paroi EK7 et (b) du prélèvement de la tête du cheval noir 3, EK21 contenant de l'argile, de la calcite et de l'oxyde de manganèse



a) Particule de grosse taille en nid d'abeille, coupe transversale de fibres végétales.



b) Particule de grosse taille, coupe longitudinale de fibres végétales.



c) Petites plaquettes.

Fig. 15. Différents aspects du charbon de bois, (a) trait noir 60, (b) saumon 5, (c) cheval bichrome 20.

- Un des échantillons (EK22, *bison 12*) présente une composition particulière; il s'agit d'un mélange d'un gros morceau de gypse (sulfate de calcium) d'environ 800 μ m avec une matière organique non identifiée (peut-être de la suie ?) en grains très fins avec de l'argile et du quartz. Il semble que cette matière provienne d'une pré-

paration intentionnelle (présence du gypse due au mode de broyage, à un ajout ou à une application?).

L'oxyde de manganèse est plus ou moins cristallisé selon l'échantillon. Comme le montre la micrographie 16 (b) (EK14, dépôt et EK8, *ours*), l'oxyde de manganèse apparaît sous forme d'amas sphériques au faciès émoussé caractéristique avec des aiguilles mal résolues. Sur la micrographie 16 (a) (EK21, *tête de cheval 3*) obtenue par électrons rétrodiffusés, les cristaux géométriques d'oxyde de manganèse ressortent en clair (numéro atomique plus élevé que celui de l'environnement), ils sont d'assez grande taille et très bien cristallisés.

L'oxyde de manganèse se trouve, de manière générale, associé à du quartz, à de l'argile et à de la calcite dans des proportions variables. Le mélange peut contenir également de l'oxyde de fer et des traces de phosphore et de soufre.

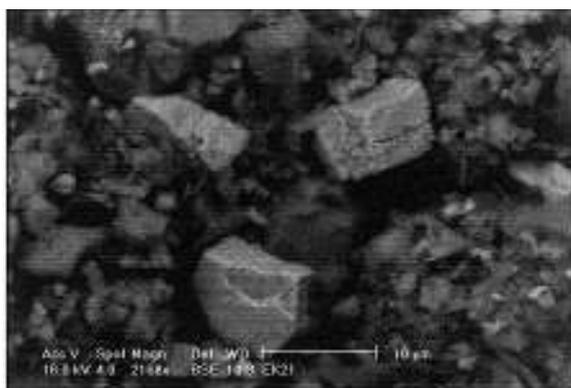
Les rouges et les bruns

La couleur des 3 prélèvements rouges est due à la présence de cristaux d'oxyde de fer en mélange intentionnel ou non soit avec de l'ocre (déjà riche en fer), soit avec de l'argile simple. La couleur brune est obtenue par une ocre brune dite terre sombre. La calcite est également présente dans tous les échantillons.

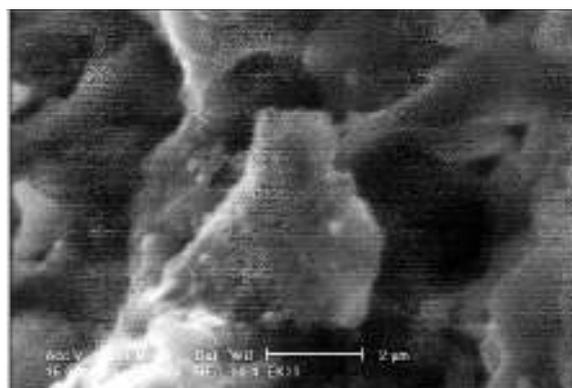
Chaque prélèvement possède une caractéristique particulière qui ne permet pas de conclure à un mode de préparation unique des couleurs rouges ou brunes. Les grains d'oxyde de fer sont plus ou moins bien cristallisés et de taille différente selon les prélèvements. De manière générale, les grains sont assez petits (figure 17 (a) et (b)). La taille et la quantité de ces cristaux peuvent nous renseigner sur la nature du mélange (naturel ou non).

La matière picturale du *cheval 21* est un mélange artificiel d'argile et d'oxyde de fer, type hématite, présents sous forme de cristaux bien cristallisés, de taille moyenne et en assez grande quantité. Dans le cas de petits grains faiblement cristallisés, la présence de quartz (EK13, *cheval noir 25*) ou d'apatite (EK11, *cheval 20*) caractérise une intention de préparation.

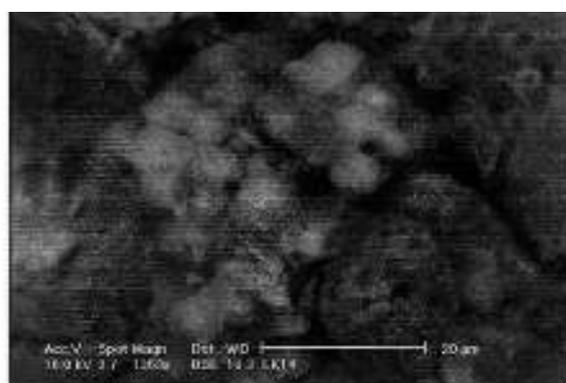
Seul le *cheval 54* semble avoir été réalisé à l'aide d'un mélange naturel d'argile et de cristaux d'oxyde de fer provenant d'une source extérieure



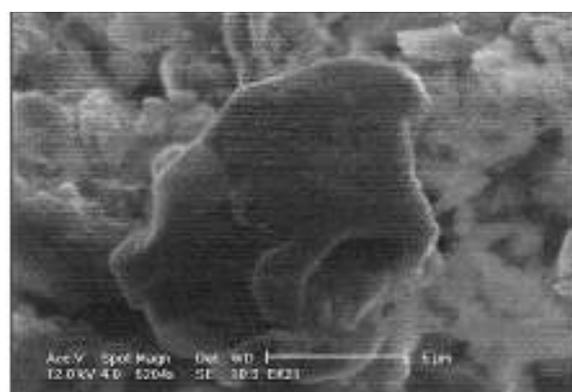
a) Cristaux géométriques.



a) Cristal faiblement cristallisé.



b) Cristaux sous forme d'amas sphériques agglomérés.



b) Cristal plat.

Fig. 16. Différents faciès des oxydes de manganèse, (a) tête de cheval 3, (b) dépôt naturel d'oxyde de manganèse.

Fig. 17. Différents faciès des oxydes de fer, (a) cheval bichrome 20, (b) tête du cheval 3.

à la grotte. En effet, l'argile se différencie de celle de la grotte par sa composition chimique (pas de présence de magnésium).

Ces observations montrent que, à partir d'un même pigment, l'oxyde de fer, il est possible d'obtenir une gamme de couleur allant du rouge ou brun presque noir (*cheval 25*), que ce soit naturel ou intentionnel (voir explication plus haut dans le paragraphe "analyse de la matière picturale").

Remarques sur l'origine des traces

Plusieurs analyses révèlent la présence de phosphore (P) en tant que trace. En association

avec du calcium, il peut s'agir d'apatite provenant de l'utilisation d'un outil en os ou d'une apatite minérale.

Des traces de soufre (S) sont également fréquentes. Elles peuvent provenir d'une pollution extérieure ou de sulfate de calcium (gypse) sous forme de cristaux.

En ce qui concerne le magnésium (Mg), on peut conclure à la présence de talc dans le cas d'une association magnésium / silicium.

Des traces de sodium (Na) sont présentes naturellement dans l'argile. L'association sodium / chlorure ne peut s'expliquer que par une pollution externe.

N° de prélèvement	Figure prélevée	Pigment	Taille des particules*	Argile de la paroi	Calcite	Autres
Erdibide						
EK21	<i>Tête de cheval 3</i> En plein milieu	Oxyde de manganèse	Gros cristaux (≈10µm)	Peut-être	Oui beaucoup	Trace de P, S, oxyde de fer (≈10µm) et Cl
Auntzei						
EK19	<i>Saumon 5</i> Au milieu de l'arête central	Charbon de bois	Grossière	Oui (peu)	Oui	
EK20	<i>Bouquetin 7</i> Dans la croupe	Charbon de bois	Fine	Oui	Oui	Quartz Oxyde de fer
Erdialde						
EK18	<i>Cheval seul 9</i> Au bout de la queue	Charbon de bois	Grossière	Oui (peu)	Oui	
EK22	<i>Bison 12</i> Museau	Matière organique	Fine mais peu caractéristique	Oui	Oui	Gypse (sulfate de calcium)
Zaldei						
EK14	Dépôt de manganèse avant la niche aux ours	Oxyde de manganèse	Petites billes (≈5µm)	Oui	Oui	Quartz Apatite Trace de S, un peu d'oxyde de fer (≈10µm)
EK16	<i>Cheval 44</i> regardant à droite Tâche au-dessus des pattes avant	Charbon de bois	Grossière	Peut-être (peu)	Non	Trace de P, S et Ca
EK17	<i>Bison 14</i> Sur le poitrail	Charbon de bois	Grossière	Oui	Oui	P et Ca (apatite ?) Trace de S et Na
Grand panneau des chevaux						
EK1	<i>Cheval noir</i> regardant à gauche 29 ? Au milieu de la patte avant	Charbon de bois	Fine	?	Non	NaCl (10µm) Quartz
EK9	<i>Bison noir 19</i> Au sommet de la bosse	Charbon de bois	Fine	Oui	Non	Beaucoup de Mg
EK10	<i>Cheval bichrome 20</i> regardant à gauche sur la patte avant	Charbon de bois	Fine	Oui	Oui	Trace de P, Na et Cl Quartz ?
EK11	<i>Cheval bichrome 20</i> regardant à gauche au milieu de l'arrière train	Ocre rouge parsemée de grains d'oxyde de fer	Petits grains mal cristallisés (≈2µm)	Oui	Oui	Apatite Trace de Mn, Na et P
EK12	<i>Cheval rouge 21</i> regardant à gauche sur le tracé de la fesse	Ocre mélangé à des cristaux d'oxyde de fer	Grains de taille moyenne (≈10µm)	Oui	Oui	Trace de P
EK13	<i>Cheval noir 25</i> regardant à gauche, au milieu du cou	Ocre brune (terre sombre)		Peut-être	Oui beaucoup	Quartz Trace de P
EK15	<i>Cheval noir (tête) 22</i> Extrémité du cou	Charbon de bois	Grossière	Oui	Oui	Quartz Trace de P et S
Artzei Niche aux ours						
EK8	<i>Ours 52</i> le grand très calcité, au sommet de la ligne de dos	Oxyde de manganèse	Petites billes (≈2µm)	Trop peu pour savoir	Oui beaucoup	Quartz Trace de P
Azkenzaldei						
EK3	<i>Cheval 57</i> regardant à droite, dans le cou	Charbon de bois	Grossière	Oui en surface	Oui	Trace de Na, P et S
EK5	<i>Cheval rouge 54</i> au contour noir, au milieu du ventre	Argile avec grains d'oxyde de fer	Petits grains (<5µm)	Non (Al, Si, O, K)	Oui	Trace de Na
EK6	<i>Trait noir 60</i> (?) avant le panneau Présence d'un film d'argile au-dessus	Charbon de bois	Grossière	Oui (peu)		
EK7	Argile de paroi	Argile		(Al, Si, K, Mg)	Oui	Trace de Fe et Ti

* dans le cas du charbon de bois: - grossière : particules de taille supérieure à 50µm (figure 15 (a) et (b))
- fine : particules de taille inférieure à 20µm (figure 15 (c))

Tableau 1 : Les prélèvements et leurs analyses (en blanc est représentée la couleur rouge, en grisé, la couleur noire)

DISCUSSION

Récapitulatif sur la répartition des figures réalisées avec de l'oxyde de manganèse

D'après les résultats d'analyse, nous remarquons que seules 2 figures ont été réalisées avec un pigment à base d'oxyde de manganèse : la *tête du cheval 3* (Erdibide) et *l'ours 52* (Artzei). Nous allons tenter de voir ce qui les caractérise.

La tête noire de *cheval 3* (Erdibide)

Cette tête noire présente plusieurs caractéristiques particulières qui la distinguent des autres figures. Tout d'abord, c'est la première représentation de cheval de la grotte située dans la salle Erdibide, près de l'entrée de la galerie Auntzei. Cette tête de cheval, la plus grande d'Ekain, est à la fois isolée du reste des figures et fait face de biais au bloc en forme de tête de cheval. Il s'agit certainement d'un point stratégique. D'un point de vue technique, l'application en aplat est très peu utilisée dans l'ensemble de la grotte. Cette technique se distingue du simple remplissage noir que l'on rencontre chez certains chevaux (25, 26 et 29 du panneau des chevaux). La tête 3 ne présente pas de contour précis contrairement aux autres chevaux. Par contre, au niveau du style, la même crinière séparée par une zone plus claire se retrouve sur le *cheval 26* du Grand panneau des chevaux et sur cette tête.

Enfin l'analyse de la matière picturale (figure 14 (b)) confirme le caractère particulier de cette figure. Cette matière est constituée d'un mélange d'oxyde de manganèse dont la taille des cristaux géométriques est environ de 10µm (figure 16 (a)), avec beaucoup de calcite, avec un peu d'oxyde de fer (cristaux de 10µm) et avec de l'argile. D'après l'analyse élémentaire, on trouve des traces de phosphore et de soufre. Les cristaux d'oxyde de manganèse ont une composition simple (Mn et O), peut-être de la pyrolusite MnO₂ ou de la manganite MnOOH et semblent plutôt bien cristallisés. D'après nos observations, on peut envisager une préparation de la matière avant application.

Les oxydes de manganèse déjà retrouvés lors d'analyses de matières picturales sont soit des oxydes type pyrolusite, soit des oxydes contenant du baryum (romanéchite ou hollandite) comme sur le panneau noir de Pech Merle, Lot (GUINEAU *et al.*, 2001) ou encore un mélange des deux comme dans le cas des "crayons" de Lascaux, Dordogne (Vouvé *et al.*, 1992).

La question de la provenance de cet oxyde de manganèse sera étudiée plus loin.

Les 2 ours

Etant donnée la similitude stylistique de ces deux ours, nous considérons qu'ils ont été effectués par le même artiste et / ou avec le même pot de peinture. On constate que ces ours ont plusieurs particularités. Il s'agit ici d'un thème tout à fait original. Ces deux ours sont situés à l'écart, dans une niche, sorte de sanctuaire. Comme nous l'avons vu précédemment, la technique d'application est caractéristique, le contour diffus semble reproduire la texture de la fourrure. La singularité des 2 ours se confirme également par l'utilisation d'une matière colorée originale par rapport au charbon de bois beaucoup plus employé pour les représentations de la grotte. Le pigment est constitué d'oxyde de manganèse (Mn et O) sous forme de pelotes émoussées d'environ 2µm de diamètre. Ce pigment est associé à beaucoup de calcite provenant des ruissellements abondants, à un peu de quartz qui peut se trouver naturellement mélangée à l'oxyde de manganèse et enfin à une très faible quantité d'argile. Des traces de phosphore sont également décelées par l'analyse X. Il semble que la matière picturale employée n'a pas fait l'objet d'une préparation particulière, et que la matière première a été utilisée telle quelle.

On peut remarquer que pour ces deux représentations, cheval et ours, des lignes de "couleur" (bavure ?) apparaissent sur les bords de la peinture. Ceci suggère l'application d'une matière liquide préparée par ajout de liant. Il semble que ces traces ne soient pas observées autour d'autres figures. Par contre il s'agit d'oxyde de manganèse de provenance différente.

L'utilisation de l'oxyde de manganèse plutôt que du charbon de bois pour certaines figures incite à se poser des questions sur le choix de la matière picturale. Celui-ci s'est-il effectué par rapport au thème ou plutôt pour l'aspect technique recherché ? Cet oxyde de manganèse provient-il du dépôt naturel présent à l'intérieur de la grotte ? Cette question sera traitée ultérieurement après l'étude du dépôt naturel.

Le dépôt naturel d'oxyde de manganèse

Ce dépôt naturel se situe sur la paroi droite de la grotte avant l'entrée de la niche aux ours. Il présente très nettement des traces d'exploitation at-

Auntzei

L'examen du prélèvement du saumon de la salle Auntzei a pu mettre en évidence l'utilisation du charbon de bois sans aucune préparation préalable. Le dessin a été tracé à l'aide d'un "fusain". Du charbon de bois a également été utilisé pour représenter le bouquetin, mais la présence d'oxyde de fer et de quartz atteste d'une préparation. Ces analyses confirment le manque d'homogénéité de cette salle et son caractère particulier déjà mis en évidence par le côté technique et par les sujets traités.

Erdialde

Malgré leur proximité, le *bison 12* et le *cheval 9* n'ont pas été effectués avec la même matière picturale. En effet, une préparation à base de matière organique et de gypse a permis la réalisation du bison, tandis qu'un simple morceau de charbon de bois a servi pour le tracé du cheval.

Zaldei

Avant d'estimer l'homogénéité de l'ensemble du Grand panneau des chevaux, puis celle de la salle, intéressons-nous tout d'abord aux questions concernant les figurations et aux liens qui les rapprochent.

Le *cheval bichrome 20* a fait l'objet de deux prélèvements, un sur le contour noir, l'autre sur la robe rouge. Il s'avère que le noir est constitué de charbon de bois finement broyé additionné d'argile, la calcite pouvant provenir des pollutions extérieures. Le rouge, quant à lui, est une ocre rouge, parsemée de petits grains d'oxyde de fer, présentant des traces naturelles de manganèse, de titane et de l'apatite au faciès non géométrique pouvant correspondre à de l'os broyé. Sur l'ensemble des deux prélèvements, apparaît une préparation propre à chaque pigment utilisé. Les deux matières picturales résultent d'un mélange intentionnel plus ou moins complexe.

Les *chevaux 25 et 29* présentent une analogie de style, de couleur et de technique d'application. Cependant, une différence chimique de la matière picturale est mise en évidence. En effet, le *cheval 25* est en réalité brun et constitué d'une ocre brune, de quartz et de calcite. Bien que la présence de quartz puisse être naturelle dans l'ocre, une préparation est envisageable. Dans le cas du *cheval noir 29*, le charbon de bois est broyé finement et mélangé à du quartz. Malgré leur différence de couleur, ces deux chevaux présentent une homo-

généité vis à vis de la préparation de leur matière picturale par adjonction de silice.

Une analogie de préparation entre le rouge du *cheval 20* (rouge de sa robe, EK11) et celui du *cheval 21* (son contour, EK12) était envisagée, mais il ne s'agit pas du même "pot de peinture". En effet, le rouge de la robe est une ocre parsemée naturellement de grains d'oxyde de fer, alors que celui du contour est une ocre "rehaussée" de quelques cristaux d'oxyde de fer pur de type hématite. Une distinction est évidente entre le rouge de "tracage" et celui de "remplissage".

Les *chevaux 29 (noir) et 20 (bichrome)* présentent la même caractéristique anatomique, le "M" ventral. En ce qui concerne la préparation de la matière noire, il s'agit dans les deux cas de charbon de bois finement broyé. Les deux chevaux présentent deux points communs, il est alors possible de conclure à une réalisation par un même artiste ou par une même "école" (BAFFIER *et al.*, 2001).

Grand panneau des chevaux

Suite aux comparaisons des matières picturales des figures composant le Grand panneau des chevaux, on constate une homogénéité relative. Cet examen est en accord avec le côté esthétique et construit de cet ensemble. En effet, il ressort des analyses que chaque matière picturale prélevée a fait l'objet d'une préparation avant son application. Cependant les techniques de préparation ne sont pas identiques pour l'ensemble des pigments utilisés.

En dehors du Grand panneau, les figures de la salle Zaldei ne présentent pas de point commun dans la préparation de la matière picturale. En effet le *bison 14* est réalisé avec du charbon de bois grossier mélangé à de l'argile, de la calcite, du phosphore (provenant peut-être d'apatite mais non isolée) et de trace de soufre et sodium, il s'agit peut-être d'une préparation, mais sans aucune certitude. Le *cheval 44* du panneau gauche est aussi réalisé avec du charbon de bois grossier mais la faible quantité d'argile et les faibles traces de phosphore, soufre et calcium ne permettent pas d'imaginer une quelconque préparation.

Nous pouvons faire un lien entre le *bison 14* et le Grand panneau se situant sur la même paroi droite, en ce qui concerne la préparation des matières picturales. Les deux parois de la salle Zaldei se distinguent par leur matière colorée, on ne peut donc pas parler d'homogénéité pour cette salle.

Azkenzaldei

Le panneau sur lequel sont figurés les sept chevaux tournés vers l'extérieur présente une grande homogénéité esthétique et technique. Cette technique consiste en l'association de peinture monochrome avec des traits de gravure soulignant le contour de ces chevaux. Si l'on compare les résultats concernant les *chevaux 54 et 57* et le *trait noir 60*, on constate que les figures ont été réalisées à l'aide de pigment brut. Le noir est un charbon de bois grossier avec peu d'argile (pollution) supposant une utilisation directe comme un fusain. Le rouge est un mélange naturel d'argile, ne correspondant pas à celle de la paroi, avec des petits grains d'oxyde de fer. Ceci suppose un approvisionnement extérieur et une utilisation directe.

Comparaison Zaldei-Azkenzaldei

Ces deux salles sont à rapprocher pour l'homogénéité des thèmes et du style. Les deux panneaux dont le thème principal est le cheval sont construits et cohérents. L'association peinture-gravure est un autre point commun entre le Grand panneau des chevaux et la frise d'Azkenzaldei, les traits de gravures soulignent les figures bichromes ou monochromes. Pourtant la technique picturale est différente dans les deux salles. Sur la frise d'Azkenzaldei, les pigments sont non préparés, alors qu'ils le sont sur le Grand panneau. Les *chevaux 54* d'une part et *20 et 29* d'autre part possèdent une similarité stylistique, le "M" ventral, mais, ils se différencient par leur technique picturale. Ces observations nous conduisent à conclure qu'il n'y a pas eu simultanément des réalisations ou volonté d'utiliser une même recette de matière picturale pour représenter le même type de figuration.

CONCLUSION

Le choix restreint des prélèvements ne permet pas de faire une étude exhaustive mais donne un aperçu suffisant pour tirer des conclusions quant à l'organisation de la grotte. Un prélèvement systématique sur chaque figure n'est évidemment pas envisageable. A partir de la synthèse

des résultats d'analyse de la matière picturale, nous pouvons élargir nos conclusions à l'ensemble de la grotte. Nous constatons que chaque panneau construit d'Ekain (Grand panneau des chevaux et Azkenzaldei) est individuellement très homogène d'un point de vue pictural autant que stylistique, alors que les figures plus isolées ne présentent pas de caractéristiques picturales communes. Le Grand panneau est réalisé avec des matières préparées. La frise d'Azkenzaldei a été obtenue par l'utilisation de pigment brut. Les figures ne faisant pas partie d'un ensemble, possèdent une diversité de préparation qui n'est propre ni à la salle, ni à un type de figuration, elles ne font pas partie d'une "logique picturale". Nous ne pouvons parler d'homogénéité picturale par type de figuration. Nous pouvons cependant faire une exception en ce qui concerne la tête du *cheval 3* et les deux *ours* qui présentent les mêmes particularités : l'isolement, l'originalité de l'application et une matière picturale à base d'oxyde de manganèse.

Ces analyses de matière picturale nous ont apporté une meilleure compréhension de l'organisation de la grotte. Il ressort, entre autre, de cette étude que les Préhistoriques à Ekain ne peignaient pas de la même façon avec du charbon de bois et avec de l'oxyde de manganèse étant donné l'originalité des peintures effectuées avec ce dernier pigment. Concernant le synchronisme de ces réalisations, pouvons-nous considérer les deux peintures à base d'oxyde de manganèse comme une phase de production différente par rapport à l'ensemble des autres figures? Ces peintures sont-elles l'œuvre d'artistes différents?

De manière générale, il ressort que les artistes préhistoriques n'utilisaient pas de préparation liée spécifiquement à une technique d'exécution comme un aplat ou un contour.

REMERCIEMENT

Nous remercions vivement Colette Vignaud du C2RMF et du laboratoire de Physique des Liquides et Electrochimie pour sa lecture attentive, les critiques et les corrections apportées à cet article, en plus de son apport en microscopie électronique à transmission.

BIBLIOGRAPHIE

ALTUNA, J.

- 1978 Ekain. Las figuras rupestres de la cueva de Ekain (Deva, Guipúzcoa). In: ALTUNA, J. & APELLANIZ, J.M., *Munibe* 30, 14-109. San Sebastián
- 1997 L'art des cavernes en Pays basque. Les grottes d'Ekain et d'Altzerri. Edit. *Seuil*. Paris

APELLANIZ, J.M.; DE BROUWER, D.

- 1982 El arte prehistorico del pais vasco y sus vecinos. *Bilbao*
- BAFFIER, D.; GIRARD, M.; BRUNET, J.; GUILLAMET, E.; MENU, M. & VIGNAUD, C.
- 2001 Etude et conservation de l'art pariétal. Exemple de la Grande Grotte d'Arcy-sur-Cure (Yonne). In: *Techné*, 13-14

BARANDIANA, J.M. & ALTUNA, J.

- 1969 La cueva de Ekain y sus figuras rupestres. In: *Munibe* 21, 331-383. San Sebastián.

CLOT, J.; MENU, M. & WALTER, P.

- 1995 Manière de peindre des mains à Gargas et Tibiran (Hautes Pyrénées). In: *L'Anthropologie* 99, n° 2-3, 221-235.

CLOTTESS, J.; MENU, M. & WALTER, P.

- 1996 Niaux à la lumière des analyses de peintures. In: *La vie préhistorique*, Société préhistorique française. Edit. Faton.

COURAUD, C. & LAMING-EMPÉRAIRE, A.

- 1979 Les colorants. In: *Lascaux inconnu*, XIIème supplément à Gallia préhistoire.

DUD'A, R. & REJL, L.

- 1988 La grande encyclopédie des minéraux, *Gründ*.

GONZALEZ SAINZ, C.; CACHO TOCA, R. & ALTUNA, J.

- 1999 Una nueva representación de bisonte en la cueva de Ekain (País Vasco). In: *Munibe (Antropologia-Arkeologia)* 51, 153-159. San Sebastián.

GUINEAU, B.; LORBLANCHET, M.; GRATUZE, B.; DULIN, L.; ROGER, P.; AKRICH, R. & MULLER, F.

- 2001 Manganese black pigments in prehistoric paintings: the case of the black frieze of Pech Merle (France). In: *Archaeometry* 43, 2, 211-225.

MENU, M. & WALTER, P.

- 1996 Les rythmes de l'art préhistorique. In: *Techné, Arts préhistoriques*, n° 3, 11-23.

POMIES, M.P.; MENU, M. & VIGNAUD, C.

- 1999 Red paleolithic pigments: natural hematite or heated goethite? In: *Archaeometry*, vol 41, n° 2, 275-285.

VOUVÉ, J.; BRUNET, J. & VOUVÉ, F.

- 1992 De l'usage des minéraux de manganèse par les artistes de la grotte préhistorique de Lascaux. Sud ouest de la France. In: *Studies in Conservation* 37, 185-192.