

**LES TRAVAUX DE LABORATOIRE :  
APPORT DES SCIENCES NATURELLES  
AUX SCIENCES HUMAINES**

## 2. TRAVAUX DE LABORATOIRE.

Ce sont essentiellement les pédologues qui utilisent les analyses sédimentologiques et géochimiques pour caractériser les formations anciennes (Rutten et al., 1963 ; Barrière et al., 1966 ; Arnal, 1970). Le recours à ces méthodes en archéologie est encore embryonnaire et s'applique principalement aux grottes, abris et dépôts de pente (Miskovsky, 1970 ; Ducloux, 1970 ; Le Tensorer, 1970, 1972, 1977 ; Courty, 1983). Ces techniques ne sont pas utilisées pour étudier les gisements de plein air en contexte acide. C'est cependant ce que nous allons tenter d'appliquer au gisement de Saint-Germain-des-Vaux/Port-Racine.

Les éléments constitutifs de chaque couche résultent de trois facteurs :

- la géomorphologie (cf. supra) ;
- le climat, dont l'impact est différent selon les conditions enregistrées. Les périodes froides sont principalement marquées par la cryoclastie, la solifluxion, le ravinement, la dissolution, les apports éoliens... (Miskovsky, 1970 ; Van Vliet-Lanoë, 1987) alors qu'en période tempérée, c'est essentiellement l'altération chimique qui prévaut.
- enfin, l'homme qui influe sur le mode de sédimentation (anthropoturbation) : apports allochtones, modification du matériel autochtone.

### 2.1. Les analyses physiques.

L'utilisation des analyses granulométriques est de plus en plus répandue sur les chantiers d'archéologie préhistorique. C'est à cette méthode, qui décompose les éléments contenus dans un sédiment, que nous devons bien souvent la reconstitution paléoclimatique du milieu naturel (cf. supra).

#### 2.1.1. La fraction grossière.

Il s'agit des éléments de taille supérieure à 2 mm. Cette fraction grossière se décompose en : graviers de 2 mm à 2 cm, cailloux de 2 cm à 10 cm, blocs supérieurs à 10 cm. Elle permet de préciser l'origine et la dynamique de mise en place.

Nous avons vu précédemment qu'en milieu périglaciaire, la taille des éléments de la fraction grossière était fonction du processus de mise en place, en liaison avec les conditions climatiques particulières dans un espace topographique donné.

Aussi, rappelons que l'étude de la fraction grossière renseigne sur les sources d'approvisionnement qui participent à la formation des heads (cf. supra).

Parmi les principales formations affectées par l'homme, nous retrouvons :

- la plage ancienne, structurée, composée principalement de "graviers" et cailloux". Celle-ci a pu être modifiée par les moustériens : creusement de cuvettes de foyers ou de fosses, dans la partie sommitale (secteurs 1 et 4). Les galets de silex qui composent la plage présentent de rares traces de gélivation.
- les cailloux de densité variable rencontrés dans les niveaux d'occupation sont souvent issus de la roche mère sur laquelle s'est développée la pédogénèse. Il s'agit d'une mise en place soit par dynamique de glissement, soit par gravité - éboulement. A cet ensemble s'adjoignent les éléments apportés par l'homme ou réorganisés sur place : aménagement

de l'espace intérieur habité, des cuvettes de foyers..., "anthropoturbation" due au piétinement..., (secteur 1 et ensemble 12, 5bis et 5).

### 2.1.2. La fraction sableuse.

Obtenue par tamisage mécanique, la fraction sableuse - 0,05 mm à 2 mm - participe à la définition de la courbe granulométrique du sédiment, dont l'allure générale est significative. Elle nous renseigne sur les conditions de sédimentation et nous permet d'évaluer le degré de classement des différentes fractions - argiles, limons, sables (Cailleux, 1954). L'observation morphoscopique des éléments de quartz inclus dans la fraction sableuse effectuée à la loupe binoculaire permet la détermination des modes de transport. Ce schéma théorique est fondé sur l'apport physique et l'état de surface des quartz.

### 2.1.3. La fraction fine.

Cette fraction comporte les limons, 2 à 50  $\mu\text{m}$  et les argiles inférieurs à 2  $\mu\text{m}$  granulométriques. Il s'agit essentiellement de fragments issus de la roche mère (quartz, feldspaths, micas...) ainsi que de la fraction colloïdale. Ce sont ces colloïdes qui composent le complexe argilo-humique, ensemble de "molécules affectées de charges électriques qui conditionnent leur état dans les solutions du sol" (Duchaufour, 1965).

## 2.2. Les analyses chimiques.

La composition chimique d'un sédiment est variable. Celle-ci est intimement liée à la nature même de la roche mère.

L'équilibre physico-chimique du sol évolue en fonction des conditions atmosphériques (bilans hydrique et thermique). Ainsi, des échanges chimiques constants affectent le sol : enrichissement en éléments, dissolution, illuviation, accumulation... qui se traduisent en termes paléoclimatiques.

### 2.2.1. Le complexe absorbant.

Parmi les composants du sol, certains éléments présentent des propriétés colloïdales. Il s'agit des argiles et des humus dont les "molécules sont affectées de charges électriques qui conditionnent leur état dans les solutions du sol" (Duchaufour, 1965). Elles se présentent donc, soit à l'état dispersé, soit à l'état floculé ou agrégé...

Parmi ces colloïdes, certains sont chargés électronégativement - les argiles et les composés humiques qui retiennent des cations ions chargés positivement. Ce sont soit des ions  $\text{H}^+$ , soit des - cations métalliques, principalement :  $\text{Ca}^{++}$ ,  $\text{Mg}^{++}$ ,  $\text{K}^+$  et  $\text{Na}^+$ .

Ces cations échangeables essentiels permettent de déterminer l'état du complexe absorbant du sol en évaluant :

\* la capacité totale d'échange : quantité maximale de cations métalliques qu'un sol peut fixer (T),

\* la somme de cations métalliques échangeables (S) : il s'agit de  $\text{Ca}^{++}$ ,  $\text{Mg}^{++}$ ,  $\text{K}^+$ ,  $\text{Na}^+$ ,

\* le taux de saturation en cation métal du complexe absorbant ( $V = \frac{S \times 100}{T}$ ).

Les protocoles d'extraction et les méthodes d'analyses sont traitées en annexe.

Cette étude pédosédimentaire est complétée par des dosages de fer libre ( $\text{Fe}_{203}$ ), d'aluminium ( $\text{Al}_{203}$ ) et de matière organique.

### *2.2.2. Le rôle joué par le fer libre et l'aluminium libre dans les sols.*

Parmi les principaux éléments du sol, le fer libre et l'aluminium libre ont un comportement étroitement lié aux conditions du pH du milieu. Aussi, le fer et l'aluminium absorbés apparaissent abondants dans les sols acides (floculation) ; ils sont intégrés à la structure du complexe argilo-humique (Alexandrova, 1960).

La comparaison de teneur en fer des différents horizons d'un profil renseigne sur le taux de lessivage du fer. Ces teneurs sont à mettre en parallèle avec celles de l'aluminium libre dont les possibilités de migration sont moindres que celles du fer et de la matière organique qui favorise la complexation du fer et de l'aluminium.

### *2.2.3. Dosage des éléments majeurs.*

Si une étude exhaustive des éléments chimiques nécessite souvent un matériel très sophistiqué : absorption atomique, spectro-photométrie d'émission ou d'absorption moléculaire, le dosage des éléments majeurs s'effectue sans méthode particulière (jusqu'à 100 ppm).

Les concentrations plus faibles nécessitent des enrichissements. Il s'avère donc très difficile de doser les éléments traces et les oligo-éléments avec les méthodes classiques.

Cette étude d'un gisement de plein air étant expérimentale, nous nous sommes limités au dosage des éléments majeurs et éléments traces jusqu'à la limite de 100 ppm - limite inférieure de dosage sans méthode particulière -.

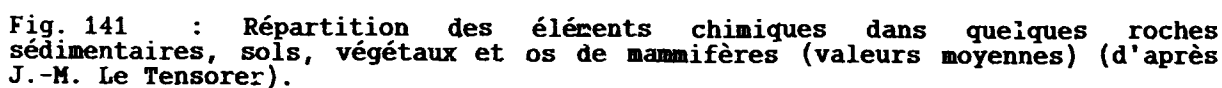
Nombre d'éléments chimiques ont été dosés :

- la silice (Si),
- l'aluminium (Al),
- le fer (Fe),
- le magnésium (Mg),
- le calcium (Ca),
- le potassium (K),
- le sodium (Na),
- le titane (Ti),
- le manganèse (Mn),
- le phosphore (P).

Ce dernier est un des marqueurs essentiels de l'occupation humaine et/ou animale (Le Tensorer, 1970 ; Moinereau, 1971 ; Griffith, 1980 ; Brochier, 1981).

La proportion de chacun de ces éléments est fonction de la composition globale du sédiment pédogénésé ainsi que des matières organiques décomposées dans les sols archéologiques. La part imputable à l'activité anthropique ne peut être qu'appréciée, en raison des conditions de gisement : plein air sujet aux lessivages.

Nous allons cependant essayer de "dresser des courbes d'isoteneur de chaque élément afin d'essayer "de mettre en évidence un véritable plan de l'habitat" (Le Tensorer, 1977). Les analyses, complétées par les caractérisations d'acides organiques, doivent "déboucher sur l'expression de la répartition de traceurs chimiques de milieux différents: végétaux, os de mammifères..." (Le Tensorer, 1977) (Fig. 141).



Les caractéristiques chimiques des végétaux et des animaux sont connues, et certains éléments apparaissent prépondérants.

Par ailleurs, il est établi que la crémation des végétaux terrestres produit du carbonate de potassium, tandis que les végétaux marins brûlés donnent du carbonate de sodium (Reinberg, 1969). Néanmoins, les cendres d'algues contiennent plus de potassium que de sodium.

Tous les tissus animaux fournissent à l'incinération un résidu de cendres plus ou moins abondant contenant toujours une certaine proportion d'acide phosphorique (Demolon et Marquis, 1967), notamment les os.

Il en découle que les matières animales provoquent un enrichissement en phosphore (P), tandis que l'accumulation de végétaux semble apporter du potassium (K). Cependant, le potassium (K), très soluble, est éliminé par les lessivages !

#### *2.2.4. La matière organique.*

L'étude de la matière organique est complexe en raison des nombreux facteurs qui ont prévalu à son évolution d'une part, et aux techniques de laboratoire souvent inappropriées dont nous disposons d'autre part.

A l'état initial, la matière organique d'un sol est principalement due à la décomposition de débris végétaux par activité biologique (litière). Les processus de bio-dégradation incorporent au sol des éléments minéraux solubles ou gazeux et concourent à l'élaboration du complexe colloïdal du sol (Duchaufour, 1965, 1977).

Les effets de l'activité biologique sont fonction du milieu, et dépendent notamment du pH et des conditions relatives d'aérobiose ou d'anaérobiose, en relation avec les facteurs hydriques et thermiques du sol (pédoclimat).

La décomposition des litières se fait avec une vitesse très variable suivant les types d'humus écologiques (Duchaufour, 1977). La végétation façonne l'humus du sol, agent essentiel de la pédogenèse par la nature des débris qu'elle incorpore, par la microflore et la microfaune qu'elle favorise (Duchaufour, 1965 ; Dommergues, 1968 ; Van Vliet-Lanoë, 1987).

Ainsi, en milieu peu actif (*moder* ou *mor*), la minéralisation, caractérisée par la décomposition et l'amplification des constituants de la matière organique fraîche (Dommergues, 1968) est lente. Elle produit peu d'azote minéral. En milieu non drainé, l'anaérobiose permanente ralentit l'ensemble des processus de minéralisation (tourbe).

Par contre, en milieu actif et très actif (*mull*), la minéralisation de la matière organique fraîche est rapide.

Les alternances saisonnières microclimatiques : aérobioses et anaérobioses relatives, dessiccation et humectation, accélèrent le processus de minéralisation (Bernier, 1960 ; Birch, 1958), et le processus d'humification (Duchaufour 1965, 1977 ; Dommergues, 1968 ; Van Vliet-Lanoë, 1987).

L'humification est caractérisée par l'ensemble des processus de synthèse qui aboutissent à la formation de composés humiques colloïdaux de néoformation. Il s'agit, en outre, de molécules organiques complexes souvent insolubles.

Nous reconsidérerons ultérieurement les molécules organiques, lors de l'étude relative au classement de poids moléculaires des sols et des déterminations d'acides gras.

L'humification biologique est donc régie par les facteurs écologiques : le paléoclimat, le milieu minéral et la composition des litières en fonction du couvert végétal.

Les sols affectés par l'homme présentent un enrichissement en matière organique (Moinereau, 1971 ; Griffith, 1981 ; Brochier, 1981 ; Courty, 1982). Les dosages effectués ont uniquement un caractère quantitatif. Il convient de dissocier la matière organique active de la matière organique minéralisée, notamment les charbons de bois.

Il est souvent délicat de vouloir distinguer les composés humiques de néoformation, donc naturels, des composés hérités d'origine anthropique, les processus de biodégradation étant identiques. Aussi aurons-nous recours à l'étude de marqueurs spécifiques, notamment les acides organiques et les acides gras.

Afin de caractériser plus précisément la nature des apports anthropiques, nous interrogerons la microstructure du sol archéologique par le biais de la micromorphologie

#### *2.2.5. Le rapport carbone/azote (C/N).*

Ce rapport permet d'apprécier le degré de minéralisation de la matière organique et nous renseigne sur la richesse en azote (N) du niveau humifère. Il est fonction de la nature des matières organiques incorporées au sol.

Aussi est-il permis d'établir un parallèle entre le type d'humus, donc de couvert végétal et la teneur en matière organique (C/N) qui est fonction de la vitesse de décomposition et de l'incorporation des éléments au sol.

La décomposition est rapide (Duchaufour, 1965) pour les humus à légumineuses, riches en azote, et les humus de pelouses à graminées, en milieu peu acide.

La décomposition des humus de forêt à feuillus de milieu moyennement acide s'avère assez rapide (C/N moyen).

Enfin, les humus de forêt de résineux et les humus de lande (bruyères éricacées), très acides, sont à décomposition lente. Le rapport C/N est élevé.

### 2.3. Apport des analyses physico-chimiques et de la micromorphologie à l'étude des sols et des sédiments archéologiques.

Nous nous sommes principalement attaché à l'étude des sols du dernier interglaciaire s.l. et des paléosols développés durant les répités climatiques du dernier glaciaire.

Les analyses sédimentologiques ont été effectuées par le Centre de Géomorphologie du C.N.R.S., Caen : granulométrie (M. Levant et L. Manté), analyses chimiques (J.L. Dupont et J. Quillard), micromorphologie (B. Van Vliet-Lanoë).

Les dosages de cations métalliques échangeables indiquent une saturation du milieu en calcium (Ca) en raison de la décarbonatation des loess sus-jacents et du transport, après dissolution par les eaux de percolation. Le milieu, initialement acide, se trouve de ce fait enrichi en calcium (Ca) et, dans une moindre mesure, en magnésium (Mg).

Aussi eut-il été aberrant de considérer la somme des cations échangeables (S). Il nous a semblé plus intéressant de prendre en considération la capacité totale d'échange - quantité maximale de cations métalliques qu'un sol peut fixer - (T).

Au secteur 1, nous avons des sols en place et des colluvions de sol révélées par la micromorphologie (B. Van Vliet-Lanoë).

Le sol D5 s'est développé dans un head. Cet horizon affecté par l'occupation anthropique apparaît très mal classé. L'arène est dominante, les sables et graviers représentent 65 % eu égard à la proximité de la falaise. Parmi les fines, l'argile est importante.

L'ensemble de base (D1c à D2c) présente un très bon classement de sédiment, défini par la méthode de déviation des quartiers (cf. supra). La matrice est loessique. Il pourrait s'agir d'un remaniement secondaire d'un loess ancien mis en place par éboulement (?) soit naturel, soit anthropique (?) (Lautridou, 1984). Le pourcentage des sables est globalement constant - de 20 à 30 % - alors que les graviers présentent de grandes variations - 25 à 40 % selon les niveaux, ainsi que la représentation en fine.

Le sol sus-jacent à la plage ancienne (cf. supra) est assez bien classé, avec une bonne représentation en fines (48 %) malgré la faiblesse des argiles minéralogiques. L'apport loessique ne ressort pas en granulométrie, mais est perceptible en micromorphologie (B. Van Vliet-Lanoë).

Les observations micromorphologiques (B. Van Vliet-Lanoë) révèlent un sol humifère (D2a+b) composé d'un limon ancien pourvu en sable marin (environ 5 %). Le sol comporte beaucoup de cendres et de petits fragments cuits (argile hématitisée) ainsi que des charbons de bois, dont certains affectés par des bioturbations (Fig. 40).

Cet ensemble, qui couvre une longue période d'occupation, apparaît très affecté par l'impact anthropique : aménagement de l'espace, apport allochtone, modification du matériel parental par pyrolyse, enrichissement en matières organiques... et en vase comme l'atteste la présence de nombreux vers de terre, alors que les rankers abritent plus particulièrement collembolles (Fig. 40) et acariens.

La partie inférieure du niveau humifère (D1c) est plus indurée et plus riche en arène. Des précipitations de fer bactérien attestent une hydromorphie accompagnée d'un tassement. Le matériel comporte aussi des charbons de bois. Des perturbations liées au gel - fauchage, migration de particules - affectent le sol.



## APPORTS DE LA MICROMORPHOLOGIE A L'ETUDE DES PALEOSOLS ET DES STRUCTURES ANTHROPIQUES.

Il s'agit de l'observation et de l'interprétation de lames minces non consolidées. Cette étude a été menée en relation étroite avec B. Van Viet-Lanoë, parallèlement au relevé détaillé des paléosols et des formations marines.

### Principe.

L'échantillon est prélevé en boîte rigide et orienté (indication du haut, du Nord, du ou des pendages de la couche). Il est ensuite imprégné d'une résine synthétique. De ce bloc, sont extraites des lames minces qui sont observées au microscope polarisant. Les grossissements utilisés sont de 30 à 50 fois.

Les apports de la micromorphologie couvrent plusieurs secteurs :

En pédologie. Les observations micromorphologiques permettent l'identification de l'ensemble des processus pédologiques qui ont affecté le sol au cours de son évolution :

- modifications mécaniques dues au gel,
- transformation des matières organiques,
- accumulation des carbonates et oxydes,
- altération des minéraux primaires,
- modifications dues à l'activité biologique, et à l'identification de l'origine du matériau parental.

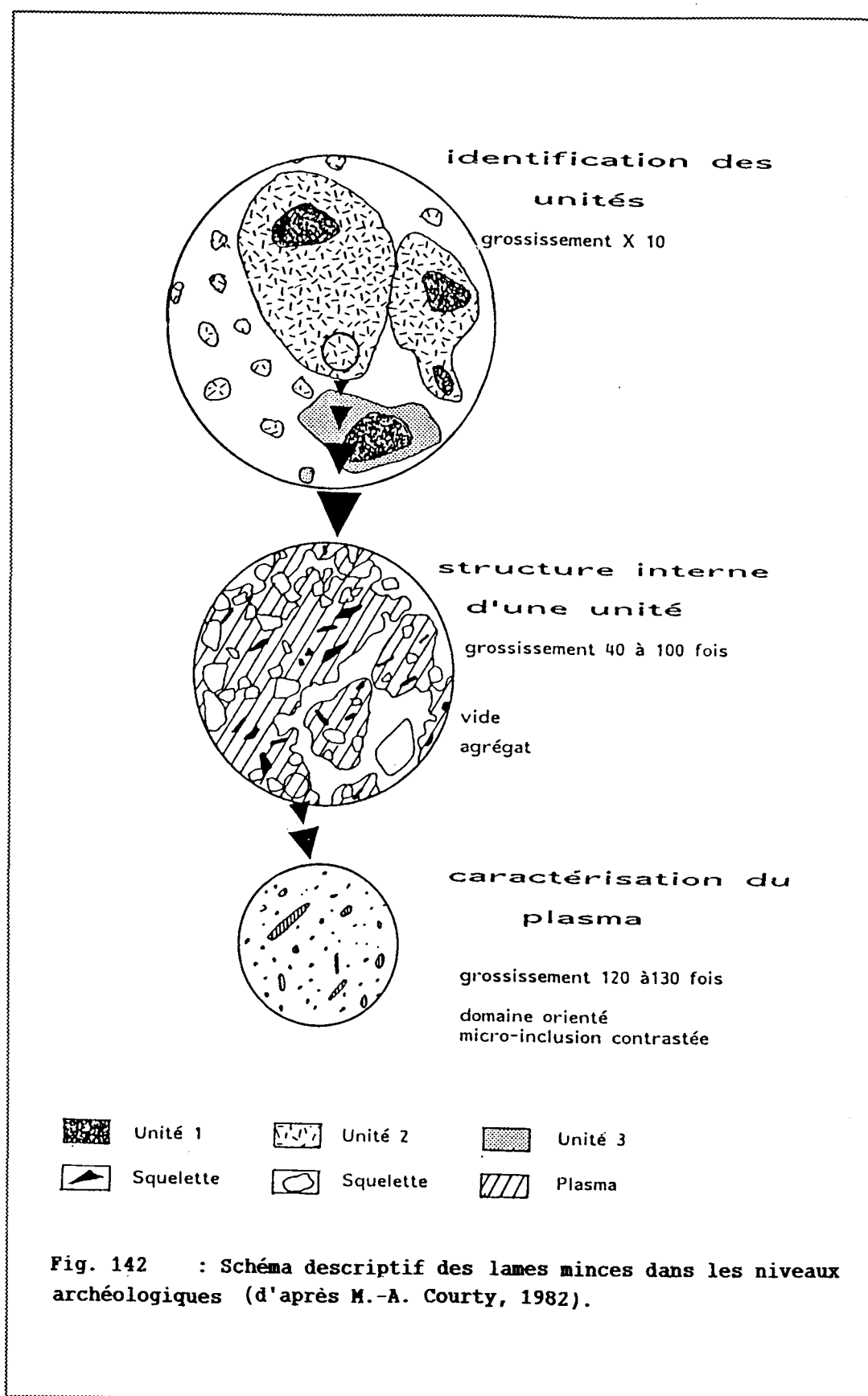
En archéologie où l'action anthropique sur le sédiment peut être reconnue. La description des sols en micromorphologie s'effectue en tenant compte du schéma descriptif proposé par Brewer (1964). Cette méthode ne sera pas décrite dans le cadre de ce travail, cependant, quelques principes fondamentaux seront évoqués dans l'étude pédologique du gisement (cf. infra).

Nous nous limiterons donc à préciser la nature des résultats obtenus en archéologie avec cette méthode. Il s'agit de la détermination :

des apports anthropiques allochtones, sous forme minérale non organique.

- de la réorganisation par l'homme du matériel sédimentaire autochtone (tassements, creusements, mélanges).
- des transformations de matériaux minéraux et organiques (argiles chauffées, charbons de bois, résidus semi-calcinés...) dues à l'action anthropique ainsi que des traits purement archéologiques - fragments osseux notamment - qui permettent d'appréhender la nature des remaniements.

Les deux aspects - pédologie et archéologie - ne sont pas dissociables pour l'étude des "sols anthropiques" contemporains du développement du paléosol associé.



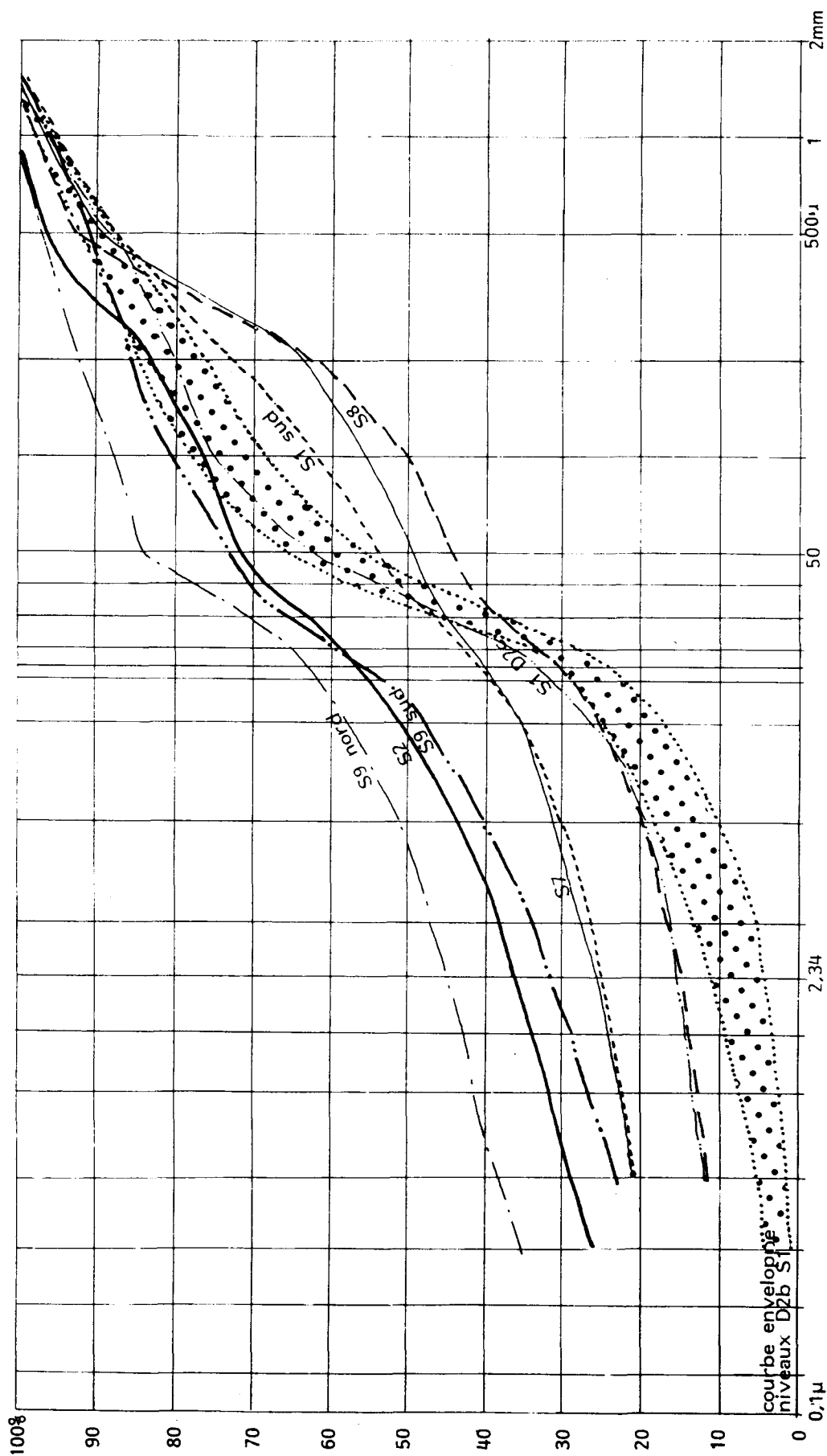


Fig. 143 : Courbes granulométriques cumulatives des niveaux susjacents à la plage ancienne (analyses M. Levant).

Ce sont essentiellement les niveaux susjacents à la plage ancienne qui ont retenu notre attention (Fig. 143).

- Au secteur 2, le limon noir, déformé par cryoreptation, ne présente pas de classement, la proportion en fines est très importante (70 %) et les graviers peu représentés.
- Au secteur 4, l'horizon A2 du podzol qui fait suite au sol brun lessivé est très mal classé avec une surreprésentation des fines (environ 55 %) et peu d'argiles (A2 du podzol).
- Dans la crique de l'Erguillère, les secteurs 8, 7 et 9 Sud présentent des sédiments mal classés à très mal classés. Il s'agit de colluvions attribuables à l'Eémien s.l. stade 5c à 5a (?) des carottes océaniques.

Ces coupes, réunies pour ne plus en former qu'une seule, révèlent l'hétérogénéité des colluvions. Aussi, au secteur 8, il y a peu de graviers, les sables apparaissent dominants (supérieurs à 50 %) avec notamment du sable éolien. Les fines comptent pour environ 30 % avec une bonne représentation de la fraction argileuse (environ 15 %).

Au secteur 7, les sables et les graviers, en proportion équivalente, avoisinent 60 %, la représentation en fines est moindre.

Au secteur 9 Sud, les fines apparaissent surreprésentées (environ 70 %), avec une certaine gradation dans le calibrage des graviers granulométriques. Ce "classement" peut être lié à la proximité de la falaise (?).

"L'anmor" du secteur 9 Nord (D1c), tronqué par les colluvions, se compose d'un sédiment non classé. Les fines sont surreprésentées (80 %) avec une forte proportion des argiles.

- Au secteur 10, un limon gleyifié (D2c) mal classé, riche en sable, comporte une bonne représentation en fines avec toutefois peu d'argiles minéralogiques.
- Le limon gleyifié du secteur 11 (D2c) possède sensiblement les mêmes caractéristiques, avec cependant un meilleur classement.
- Le complexe S12, 5 et 5 bis, comporte un gley (D2c) mal classé en raison de la situation en pied de falaise. Les fines sont bien représentées, malgré la faiblesse des argiles minéralogiques.
- Enfin, le podzol du secteur 14 (D2c), mal classé, compte une bonne représentation des sables et des fines, avec un appauvrissement en argile (podzol).

Niveaux	Secteurs										
	1	2	4	7	8	9 Sud	9 Nord	10	11	12	14
D5	6,39	/	/	/	/	/	/	/	/	/	/
D2	20,4 à 24,5	18,85	6,33	13,27	4,68	8,82	>10	5,13	4,35	4,64	5,19
D1c	3,56	/	/	/	/	/	/	/	/	/	/

Tableau 8 : Classement des sédiments des "sols" et des "sédiments archéologiques" par la méthode de déviation des quartiers.

Une étude comparative des composants physico-chimiques a été entreprise sur les sols d'occupation et dans un profil stratigraphique au sein de l'habitat, afin d'essayer d'appréhender les phénomènes naturels auxquels se superpose l'impact anthropique.

Dans le profil analysé, à l'extrémité nord de l'habitat (Fig. 144), nous ne pouvons pas définir de relation entre les pourcentages de matière organique et la fraction fine du sol. Les analyses granulométriques s'avèrent peu significatives. Il n'y a pas corrélation entre l'argile vraie et l'argile granulométrique, notamment les argiles minéralogiques sont sous-estimées en ce qui concerne la fraction supérieure à 2 microns - classe des limons granulométriques -.

Les déterminations d'argiles (Centre de Géomorphologie du C.N.R.S., Caen : M.N. Lecoustumer) montrent outre la faible représentativité de l'argile vraie, que les interstratifiées apparaissent peu représentées; cependant, l'illite à capacité d'échange moyenne représente de 30 à 45 % des argiles.

Les cations métalliques sont floculés par l'argile et la matière organique et sont, de ce fait, fonction de la nature du sol.

La base du profil apparaît plus riche en graviers et en sables, d'où une diminution en fines, ce qui s'accompagne par une diminution du taux de la matière organique définie par le rapport C/N. Cette régression se rencontre immédiatement sous le cailloutis (D2a). Le pourcentage de fer libre apparaît plus important dans le haut du profil et décroît assez régulièrement jusqu'à la base. La courbe définie par les pourcentages d'aluminium libre est plus chaotique.

Dans les deux tiers supérieurs du profil, l'aluminium libre semble à mettre en parallèle avec le carbone, la corrélation est moins bonne dans le dernier tiers.

Nous voyons donc que le haut du profil (D2b) est moins pauvre en fer libre et aluminium libre que la base, alors qu'inversement, le carbone croît vers le bas du profil à la différence de la matière organique (C/N) qui décroît assez régulièrement depuis le haut.

Rappelons que les rankers sont plus riches en fer en surface qu'en profondeur et que l'aluminium est moins mobile que le fer en milieu acide.

En plan (Fig. 145 et 146), les variations de pourcentage en fer libre et aluminium libre sont assez importantes, notamment dans le premier niveau de prélèvement sur le sol d'occupation supérieur (a) où des pics de fer avec peu d'aluminium révèlent une hydromorphie. Ce fait est corroboré dans la partie méridionale de l'habitat par la présence d'une "source" actuellement active. Dans cet horizon, le fer libre est mieux représenté que l'aluminium libre. Ce dernier est généralement mieux représenté que le fer, notamment en milieu acide où il apparaît dans le sol et les solutions du sol par acidolyse des minéraux argileux (Duchaufour, 1977).

Une bonne corrélation existe entre le carbone et l'aluminium libre (ce dernier est très floculent). Par contre, il n'y a pas de corrélation décelable entre le taux de matière organique, le fer et l'aluminium libres.

Les variations de la représentation en azote (N) - de 0,03 à 0,1 % - sur un même sol supposent un impact anthropique certain, notamment un enrichissement des litières des sols en éléments allochtones, - déchets organiques - qui s'intègrent au sédiment "archéologique".

Dans le niveau sous jacent (b), le fer libre et l'aluminium libre se chevauchent. Ce dernier apparaît mieux représenté dans la partie sud du gisement et se présente toujours en

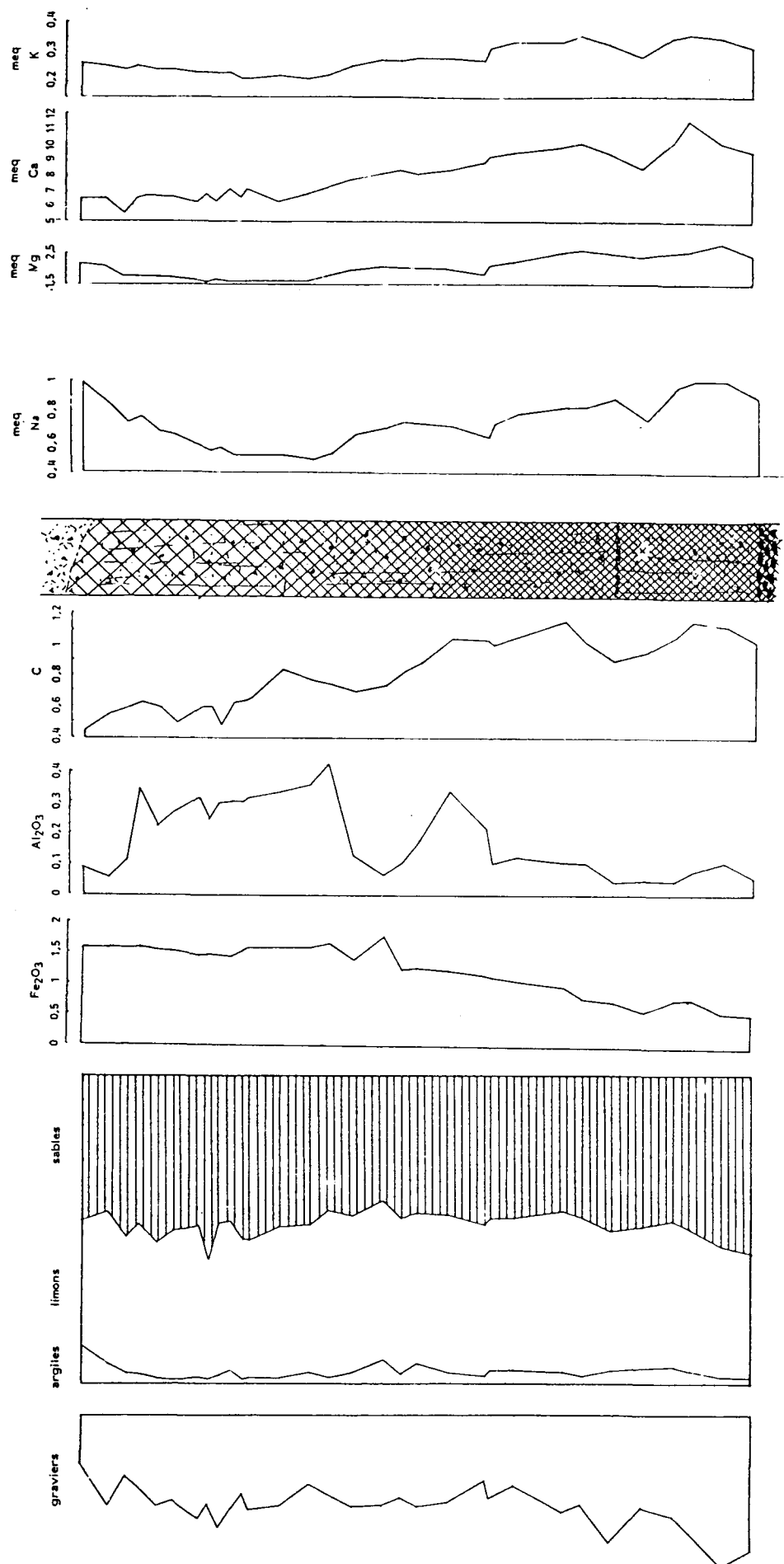


Fig. 144 : Secteur 1 : variations de la granulométrie et de certains éléments chimiques au sein du profil.

bonne corrélation avec le carbone. Aussi, les pics d'aluminium correspondent-ils aux pics de carbone (floculation).

L'hydromorphie, révélée par les pics de fer est toujours attestée aux deux extrémités du gisement, vraisemblablement en raison des écoulements latéraux liés aux pendages du sol.

A ce niveau de prélèvement du sol d'occupation supérieur, le taux de matière organique ne présente pas de corrélation avec l'aluminium et le fer libres (Fig. 145).

Enfin, dans le niveau immédiatement sus-jacent au cailloutis (D2a), le fer et l'aluminium présentent toujours des chevauchements avec cependant une meilleure représentation de l'aluminium libre. Celui-ci est toujours corrélable avec le carbone. Les pics de fer se présentent systématiquement dans les extrémités de l'habitat révélant, comme précédemment, une hydromorphie liée aux écoulements latéraux. Le taux de matière organique n'est pas à mettre en relation avec les représentations en fer et aluminium libres.

Ces dosages de fer et aluminium libres révèlent l'ampleur des lessivages qui ont affecté les sols archéologiques, principalement aux extrémités sud et nord où les pendages accentuent les phénomènes de drainage.

Certaines observations ont pu être faites, notamment certaines corrélations entre les représentations en aluminium libre, carbone, azote, phosphore et calcium. Cette corrélation apparaît mauvaise entre l'aluminium libre, le fer libre et le sodium. La courbe de potassium est, quant à elle, inverse à celle de l'aluminium libre, très floculent !

Rappelons cependant que le potassium est très lessivable.

Seul un échantillon, en E/F-3/4, se dissocie de l'ensemble avec une bonne teneur en potassium, associé au magnésium et au phosphore. Nous sommes en présence d'une anomalie.

Les analyses géochimiques effectuées sur des sols acides dans des gisements de plein air permettent de mettre en évidence des concentrations en éléments majeurs qu'il n'est pas possible d'interpréter raisonnablement.

C'est dans le but d'essayer de caractériser l'origine de ce phénomène que nous avons eu recours à l'analyse des acides organiques.

La géochimie s'avère cependant éclairante quant à l'évolution pédologique du profil - illuviation, lessivages, horizons d'accumulation-.. et la nature des sols rencontrés (Fig 146).

La capacité totale d'échange (T), le fer libre ( $\text{Fe}_2\text{O}_3$ ), l'aluminium libre ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ ), le carbone et le rapport carbone/azote (C/N), permettent de dissocier la nature du sol :

- anmor au secteur 9 Nord,
- limon noir engorgé au secteur 2,
- limon gris hydromorphe aux secteurs 8, 7 et 9 Sud,
- ranker aux secteurs 1, 10, 11 et 5,
- gley au secteur 12,
- podzol aux secteurs 4 et 14.

Ces sols sont un précieux indice pour la connaissance du milieu dans lequel l'homme préhistorique évoluait.

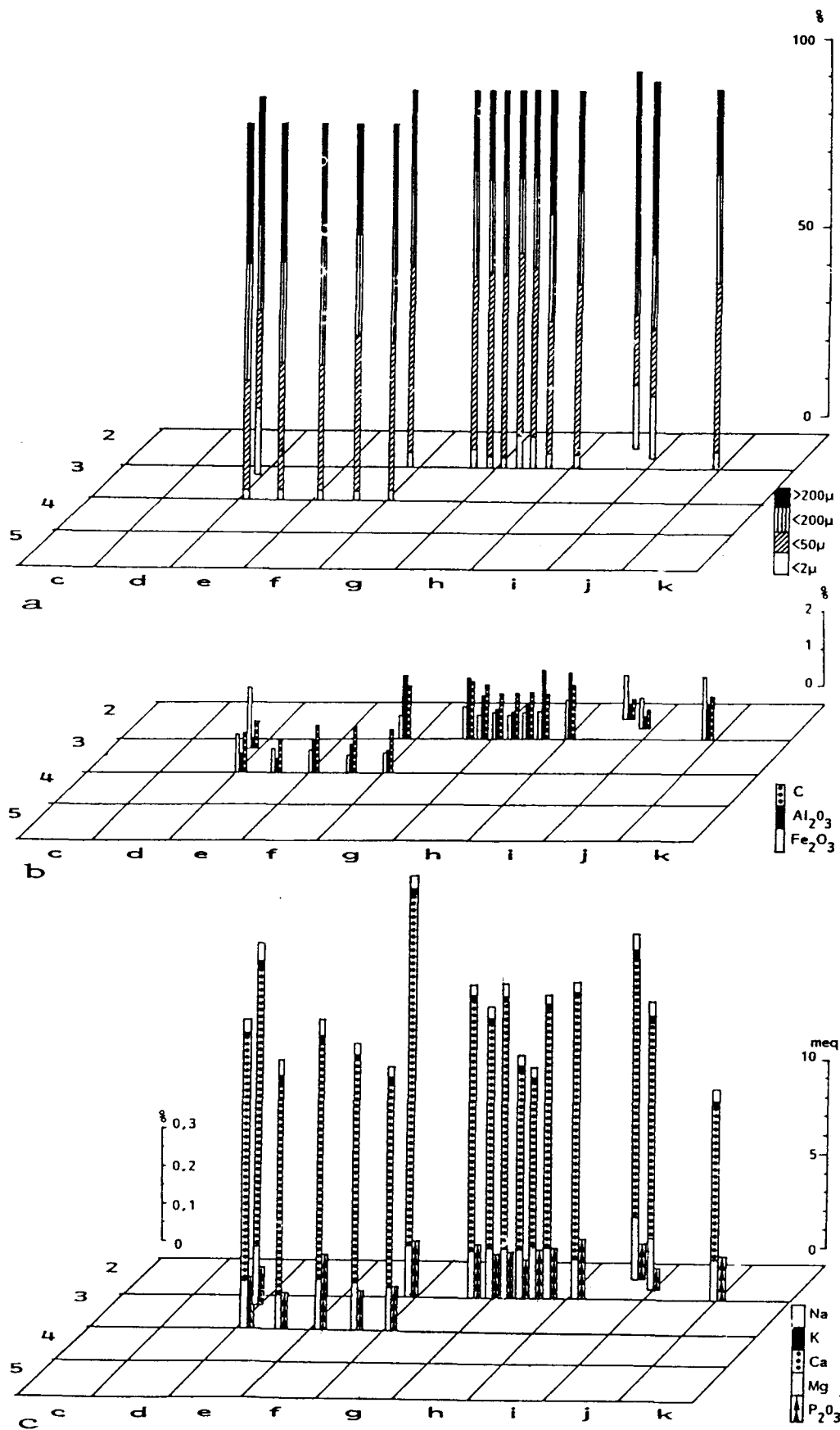


Fig. 145 : Secteur 1 : niveau susjacent au cailloutis : essai de corrélations entre les analyses granulométriques (a), le fer et l'aluminium libres, le carbone (b) et les éléments majeurs (c) contenus dans le sédiment.



## 2.4. Etude des acides organiques.

Cette étude porte sur les matières organiques contenues dans les sols anthropiques, ainsi que dans les structures de combustion tant préhistoriques qu'expérimentales.

Certains faits sont acquis, la méthode avec ses limites bien définie. Nous reprenons donc en partie l'article relatif à l'"Approche d'une étude comparative des matières organiques de foyers préhistoriques et de foyers expérimentaux", rédigé en collaboration avec J.P. Dupont (Cliquet et al., 1989).

L'étude des matières organiques, dans le cadre des investigations archéologiques expérimentales et appliquées aux structures observées, pose une problématique double :

- Caractérisation des composants organiques avec définition d'un cortège global et de marqueurs spécifiques d'une activité humaine.
  - Evolution des molécules organiques en fonction du temps et des conditions de conservation au sein des niveaux étudiés.
- Cette dualité nous conduit à structurer nos investigations en deux temps :

1. Recherche de paramètres généraux pour caractériser le "statut organique" des formations considérées.
2. Recherche de traceurs spécifiques (acides gras et stérols) sur les échantillons ciblés par la précédente étude.

Dans le cadre de ce travail, nous développerons la démarche méthodologique globale ainsi que les principaux résultats obtenus à ce jour et qui s'appliquent essentiellement aux paramètres généraux.

## **3. METHODOLOGIE.**

- Caractérisation de la distribution en poids moléculaires des acides organiques sens large.

Compte-tenu de la relation des sols d'occupation et des foyers avec des niveaux pédologiques, nous avons envisagé d'appliquer à l'étude des foyers préhistoriques et expérimentaux la méthodologie mise au point pour la caractérisation des acides humiques sens large dans les sols (Dupont et al., à paraître).

L'extraction préalable des acides organiques est réalisée selon le processus suivant qui s'inspire des travaux antérieurs, mais s'adapte aux besoins de la chromatographie liquide en HPLC.

- Extraction en milieu aqueux basique par un mélange soude-pyrophosphate de sodium à pH 11 (les pH supérieurs impliquant un risque accru de fractionnement des molécules).
- Les molécules organiques solubilisées sous forme de sels de sodium sont remplacées ensuite en milieu acide (pH 2 à 2,5) par adjonction d'HCL.
- L'ensemble de l'extrait organique acide (floculat et surnageant) est ramené à sec par évaporation.

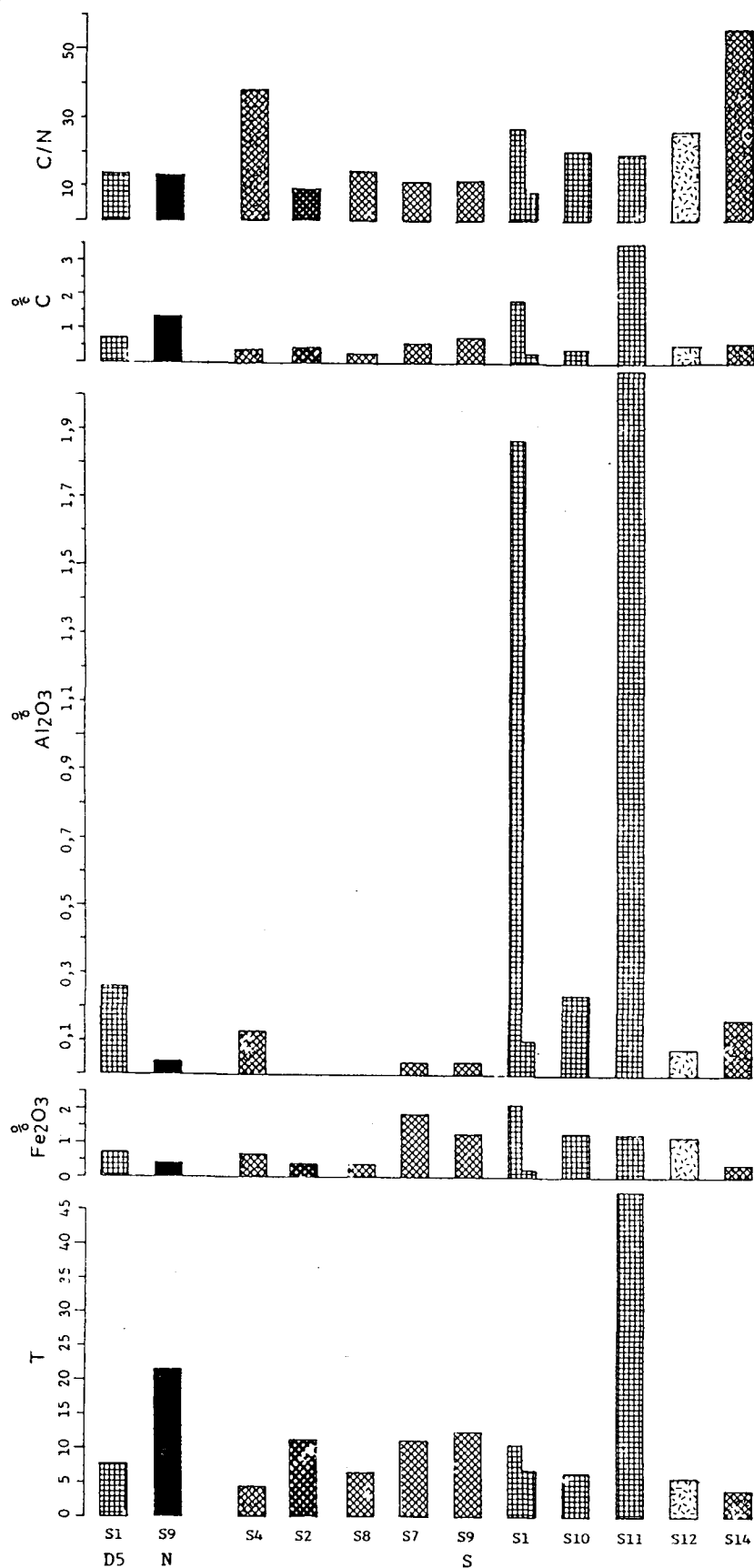


Fig. 146 : Capacité d'échange, fer et aluminium libres, carbone et taux de matière organique (C/N) des différents sols de l'anse de "l'Erquillière".

- L'extrait sec est repris par le THF (solvant organique très performant notamment en ce qui concerne les composés phénoliques : structure fondamentale supposée des acides humiques et fulviques selon Schnitzer, 1978).

- La séparation en poids moléculaires décroissants est obtenue par chromatographie HPLC avec une série de colonnes GPC.

- Le spectre est obtenu par réfractométrie couplée à un ordinateur qui permet d'intégrer la surface des pics.

Les poids moléculaires correspondant aux pics sont évalués à partir d'une courbe d'étalonnage qui a été établie avec des substances étalons de structures différentes.

Remarque : la relation entre les poids moléculaires et les temps de rétention est parfaitement vérifiée, quelle que soit la forme des molécules (structures ramifiées ou constituées de longues chaînes hydrocarbonées).

Le caractère quantitatif des pics de réfractométrie a également été vérifié sur les étalons.

Les données quantifiées des spectres sont ensuite traitées en classe de poids moléculaires en ramenant la somme des pics mesurés à 100 % (Fig. 147).

La fraction organique ainsi étudiée n'englobe pas l'ensemble des matières organiques des échantillons puisque les modalités d'extraction s'appliquent préférentiellement aux acides organiques sens large et aux molécules polaires. Les sucres multiples ne sont donc pas concernés par ce travail.

- Caractéristiques complémentaires par spectrophotométrie infrarouge .

L'examen des spectres infra-rouge permet de révéler des différences qualitatives de structure des populations organiques ainsi isolées.

Nous nous attacherons en particulier à l'examen :

- des groupements C-H des chaînes d'alcane qui sortent autour de 2950 cm<sup>-1</sup> en se superposant au massif du spectre des groupements hydroxyles ;
- des groupements C=C, des liaisons de cycles aromatiques, et, des groupements carbonyles et carboxyles qui s'expriment entre 1450 et 1800 cm<sup>-1</sup>.

Le rapport des pics à 2950 cm<sup>-1</sup> et 1750 cm<sup>-1</sup> permet d'apprécier le degré de polymérisation des molécules organiques étudiées (Jambu et al., 1971).

Ces premières investigations laissent supposer la conservation de marqueurs spécifiques - acides gras et stérols - qui font actuellement l'objet d'une étude (R. Lafite et J.P. Dupont). Les travaux récents relatifs à la détermination de stérols notamment dans les sols (Pepe, 1988 et Pepe et al., 1989) et les foyers préhistoriques (March et al, 1989) mettent en évidence des stérols spécifiques pour les espèces terrestres ( Fig. 148) et marines, tant animales que végétales.

Dans le cadre de notre étude, aucun résultat n'est, jusqu'alors, significatif. Il semblerait que l'appareil de mesure dont nous disposons ne soit pas assez sensible. Par ailleurs, la recherche effectuée sur matériel frais - foyers expérimentaux - révèle la destruction des stérols par pyrolyse.

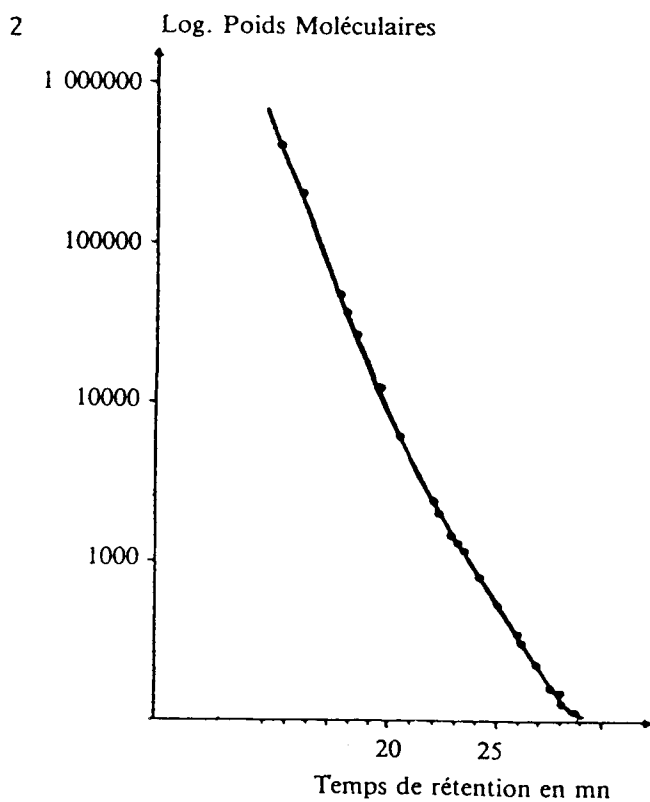
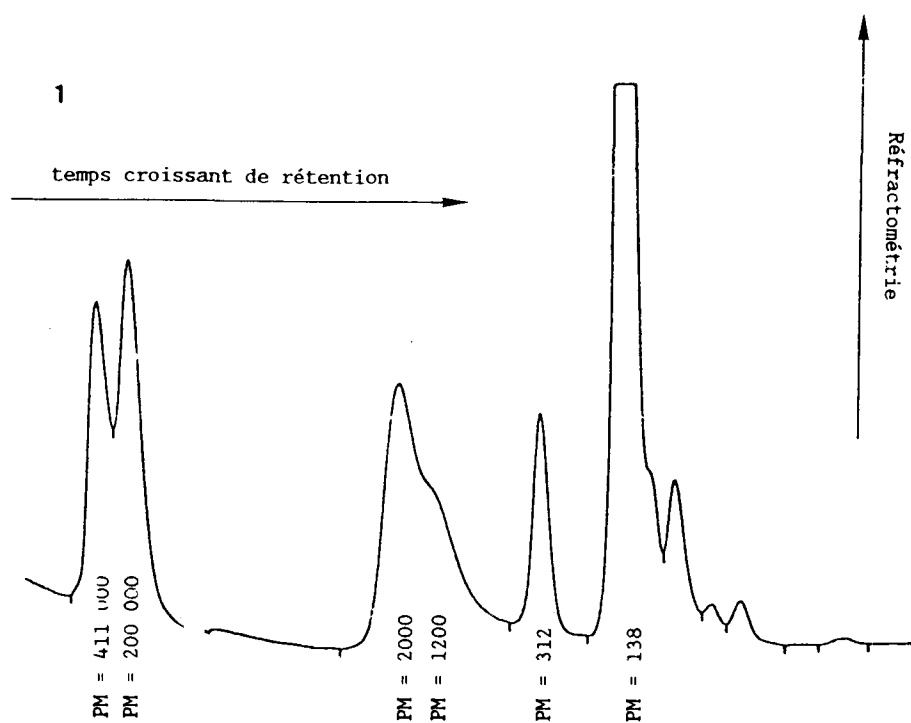


Fig. 147 : Caractérisation de la distribution en poids moléculaires des acides organiques sens large.  
 1 : Exemple de spectre HPLC d'une solution polyétalon,  
 2 : Courbe d'étalonnage montrant la relation entre le temps de rétention et le poids moléculaire des complexes séparés par HPLC sur colonne GPC.

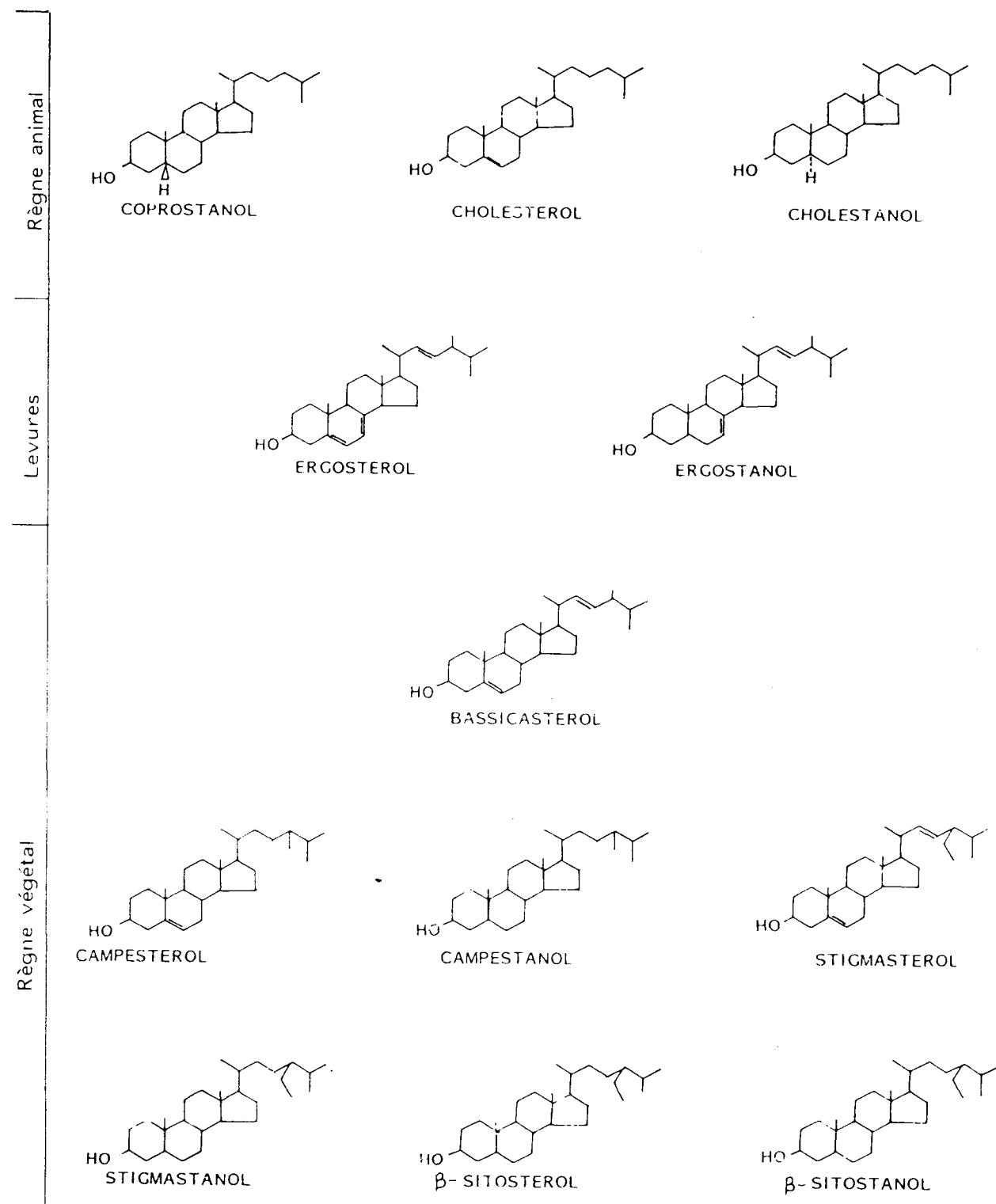


Fig. 148 : Stérols les plus représentés dans les levures le règne animal et le règne végétal.

Nous allons cependant poursuivre nos investigations afin d'essayer de définir la nature des molécules organiques attestées lors de la caractérisation de la distribution en poids moléculaires des acides organiques sens large.

## 2.5. Les isotopes du carbone.

Les mesures de teneurs en  $^{13}\text{C}$ , effectuées sur les sédiments autorisent la dissociation d'un matériel d'origine continentale, de celui d'origine marine, comme cela a pu être mis en évidence, en Baie de Seine (R. Létolle; rapport 1983).

Le dosage en  $^{13}\text{C}$  contenu dans les cendres des foyers préhistoriques est actuellement en cours (Faculté de Rouen) afin d'essayer de déterminer l'éventuelle crémation d'éléments marins ou littoraux.