

Différenciation des hématites oolithiques à partir d'observations macroscopiques non destructives : essais de comparaison des matériaux ordoviciens normands et dévoniens belges

Cyrille BILLARD, Xavier SAVARY, Dominique BOSQUET,
Ivan JADIN, Caroline HAMON, Éric GOEMAERE,
Roland DREESEN, Lionel DUPRET & Guirec QUERRÉ

Abstract

The analysis of ochre archaeological artefacts could be realized without its destruction. The aim of this study is to identify macroscopic characteristics to distinguish on these artefacts oolitic ironstones (OIS) from different origins, in this case norman ordovician and belgian devonian ones.

Despite frequent difficulties in observations, it shows that the only relevant criterion in order to determine correctly the origin of OIS lies in the form of the ooids. Other criterions, as the size or the sorting of ooids, or the colour of the cement, alone are not discriminating. The comparison of observations on several objects, both on raw materials or on polished surfaces, should enable to propose a differential diagnosis.

Keywords: France, Normandie, Belgium, oolitic ironstones, macroscopic observations.

1 INTRODUCTION

En 2011, a été lancé un programme de recherches sur les hématites oolithiques exploitées durant la Préhistoire récente. En effet, outre les sites paléolithiques et mésolithiques, ces matériaux ont été largement reconnus sur les sites rubanés du Nord-Ouest européen : allemands jusqu'au Rhin, belges et néerlandais notamment, et plus récemment en Normandie. L'objectif majeur de ce programme de recherche est de caractériser les différentes provenances de ces matériaux en s'appuyant sur un protocole analytique large combinant observations macroscopiques, microscopiques (pétrographie) et (géo)chimiques.

Ces analyses ont porté sur près d'une centaine d'échantillons à la fois géologiques et archéologiques, provenant principalement de trois contextes géologiques/géographiques distincts :

- Ordovicien de Normandie (France),
- Lochkhovien, Givetien, Frasnien, Famennien (Dévonien) de Belgique,
- Emsien-Eifelien de l'Eifel (Allemagne).

Dans le présent ouvrage, les contextes géologiques des hématites oolithiques de l'Europe du Nord-Ouest ont pu être passés en revue (Goemaere *et al.*, 2016a : ce volume). De plus, l'observation de nombreuses lames-minces a permis d'établir une classification des hématites oolithiques et d'en caractériser les microfaciès (Dreesen *et al.*, 2016 : ce volume). On peut ainsi résumer sommairement les résultats obtenus à propos des critères de formes et de dimensions. Les faciès de l'Ordovicien (Normandie) sont plutôt homogènes et bien classés (très bon tri granulométrique), constitués d'ooïdes « vraies » aplaties (type *flaxseed*), de diamètre généralement inférieur à 500 µm. La matrice est composée des phases minérales principales que sont la sidérite, la chlorite et accessoirement le quartz. Les faciès du Dévonien inférieur et moyen de l'Eifel sont moins bien classés, avec des ooïdes grossières de 200 à 10.000 µm de diamètre (moyenne 1000 µm), une matrice carbonatée avec nombreux bioclastes, lithoclastes, intraclastes et oncoïdes ferruginisés. Le faciès du Dévonien supérieur (Famennien) des Ardennes belges est bien à mal classé (à composition mixte d'ooïdes de type

flaxseed et de type fragments de fossiles), dominé par des oôides et des micro-oncoïdes ferruginisés : la taille des grains varie de 200 à 5000 μm (moyenne à 500 μm). Des différences notables s'observent entre les faciès proximaux et distaux des gisements notamment en ce qui concerne la matrice à dominante détritique pour les faciès proximaux et carbonatée pour les faciès distaux.

Les critères de différenciation des trois groupes principaux d'hématites oolithiques apparaissent donc pertinents sur la base de l'analyse de lames minces. Largement contrastées, les hématites normandes et celles de l'Eifel sont facilement distinguables les unes des autres. Les différences sont nettement moins marquées entre hématites normandes et belges, mais elles existent.

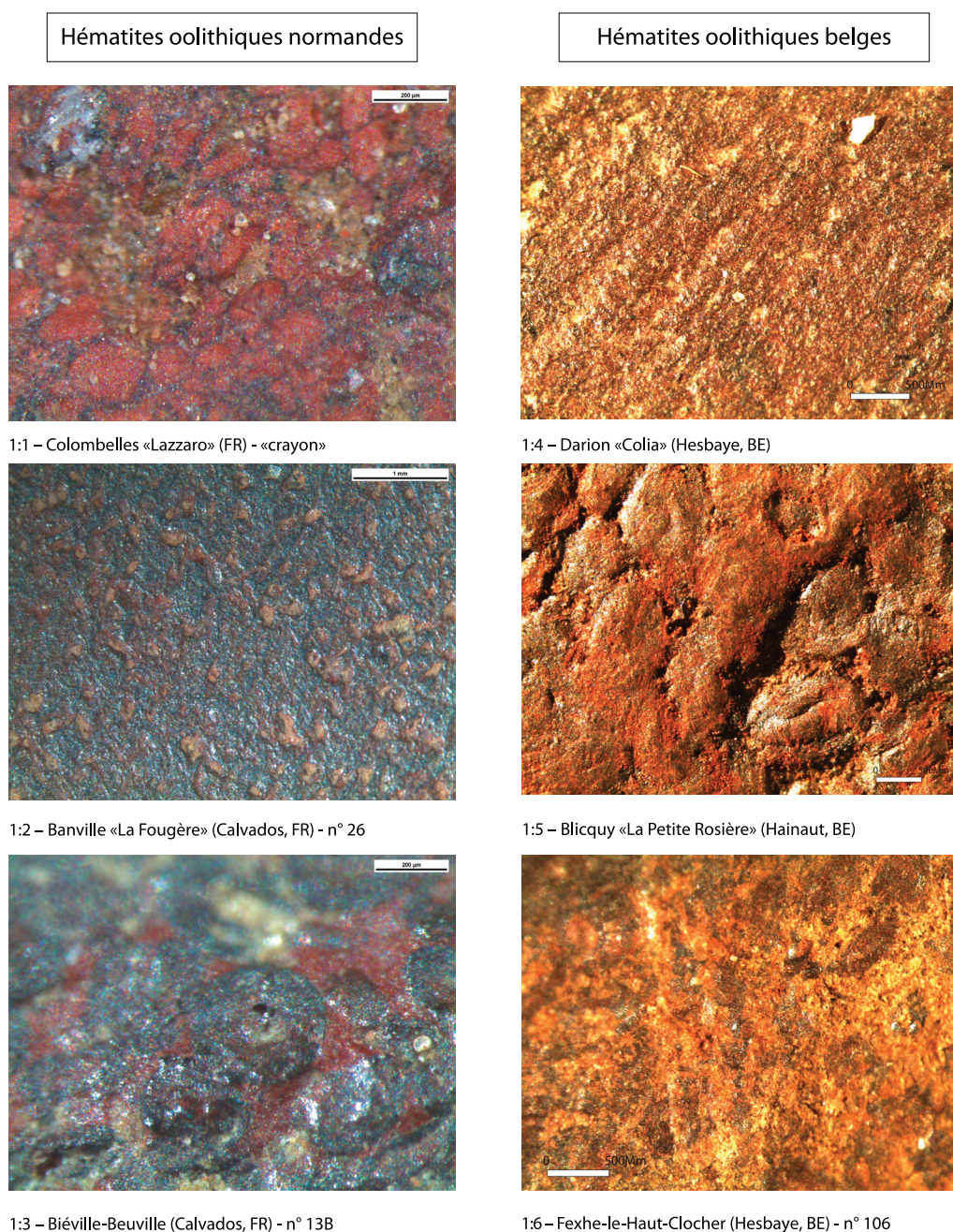


Fig. 1 – Difficultés d'observation sur les surfaces anciennement abrasées des hématites oolithiques normandes et belges.

Toutefois, l'objectif de ce projet de recherche est également de promouvoir des méthodes non destructives pour l'étude des hématites oolithiques, notamment lorsqu'elles proviennent de contextes archéologiques, où la rareté de ces objets et leurs petites dimensions interdisent de les sacrifier pour les analyses. C'est dans cet esprit que nous avons testé une approche géochimique par spectrométrie PXRF à l'aide d'un analyseur portable de fluorescence X (XRF ; Goemaere *et al.*, 2016b-c : ce volume).

De plus, et pour rebondir sur l'article de Roland Dreesen *et al.* dans ce volume, nous avons souhaité savoir s'il était possible de caractériser les matériaux de façon pertinente à partir d'observations directes à l'aide d'une simple loupe binoculaire (maximum de grossissement : 160 fois), sur la surface non transformée de chaque échantillon.

Dans ce but, le matériel optique du laboratoire d'archéo-sciences de l'UMR 6566 du CNRS à Rennes a été utilisé sur une soixantaine d'échantillons géologiques et archéologiques des secteurs normands et belges. Ils ont donné lieu à des observations et des prises de vues (à raison de 2 à 21 vues par échantillon).

Plusieurs types de surfaces ont été exploitées :

- sur les objets archéologiques : surfaces brutes et abrasées,
- sur les échantillons géologiques : surfaces brutes, surfaces sciées sans polissage et surfaces sciées / polies.

Les échelles d'observation ont varié de 1/10 à 1/50, l'échelle du 1/20 étant couramment utilisée dans la mesure où elle permet d'observer à la fois la forme des ooïdes et leur structure.

2 Les résultats

Difficultés d'observation

D'une manière générale, les surfaces des objets archéologiques sont difficilement lisibles, particulièrement les surfaces anciennement abrasées ou polies. Pour un grand nombre d'entre eux, il est donc nécessaire de trouver des surfaces brutes, mieux à même de faire ressortir les ooïdes de la matrice. Toutefois, la qualité d'observation varie en fonction du matériau. Les

chances de faire des observations sur la surface abrasée d'un objet archéologique normand sont très faibles (Fig. 1:1-3) : la matrice est mal différenciée des ooïdes, mais on identifie néanmoins le caractère oolithique du matériau. Sur des objets belges, les surfaces abrasées sont parfois illisibles (Fig. 1:4-6), mais pas systématiquement, comme en témoignent les surfaces de plusieurs objets de Hesbaye qui offrent une matrice carbonatée bien dégagée des ooïdes et apparaissant en creux (Fig. 2:1, 3-5).

Un critère discriminant : la forme des ooïdes

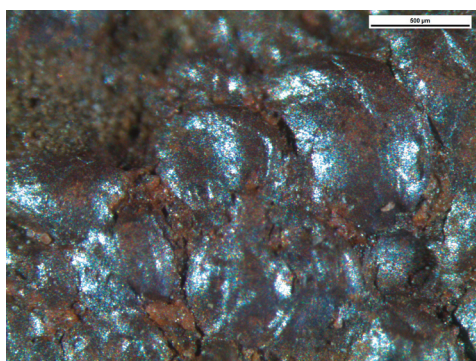
La forme des ooïdes constitue le seul critère fiable de différenciation des deux lots (Fig. 3). Dans le secteur normand, on rencontre exclusivement de vraies ooïdes avec de fins revêtements ferrugineux. Les ooïdes sphériques sont très peu fréquentes. La tendance dominante est à l'aplatissement des ooïdes, qui se manifeste au travers de différentes formes par ordre d'importance : ovales ou ellipsoïdes, de type *flaxseed* (c'est-à-dire en forme de graine de lin, soit en forme de disque aplati dans le plan de dépôt, comme sur l'échantillon d'Amblie ; Fig. 4:5-6), *burger-like*. Les spastolithes (Fig. 4:3-4) représentent l'état le plus avancé de déformation par compaction de la forme originelle.

Dans le secteur belge, les ooïdes apparaissent à sections rondes à ovales. Les OIS à oolithes sphériques sont rarissimes et jamais rencontrées dans les échantillons archéologiques. D'autres formes irrégulières, parfois de taille supérieure à 1 mm, apparaissent fréquemment et correspondent à des pisolithes, à des lithoclastes, voire à de petits oncoïdes ferruginisés. Les formes de type *flaxseed* sont toutefois loin d'être absentes.

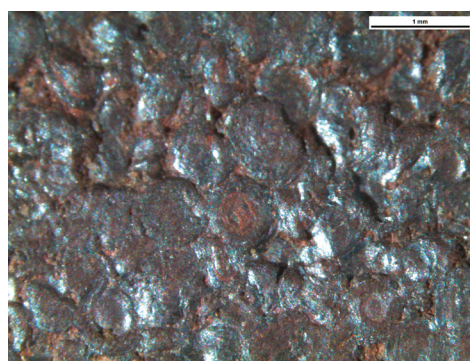
Les critères complémentaires non discriminants

Le classement des oolithes

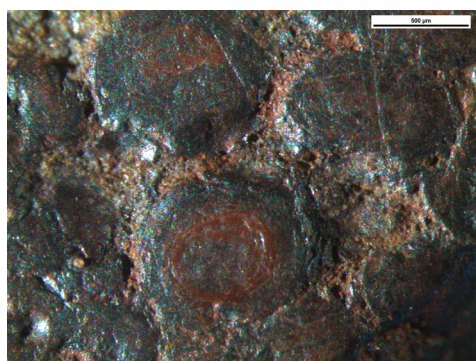
Le classement des oolithes apparaît relativement pertinent. Il est toujours bon dans les matériaux ordoviens normands : on n'observe pas non plus de variation granulométrique perpendiculaire à la stratification. Dans les matériaux belges, il est généralement moyen, par exemple sur l'échantillon de Waremme (Fig. 5:2), mais il peut être localement assez bon. Ce critère pourra être utilisé en complément de celui de la forme, sans qu'il soit déterminant à lui seul.



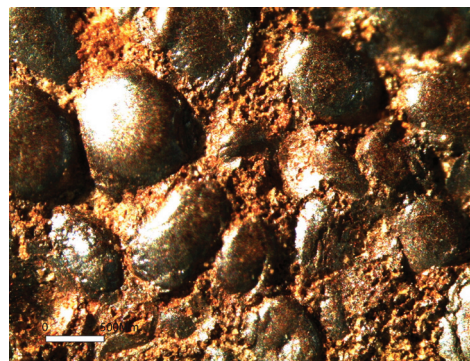
2:1 – Fexhe-le-Haut-Clocher (Hesbaye, BE) - n° 104



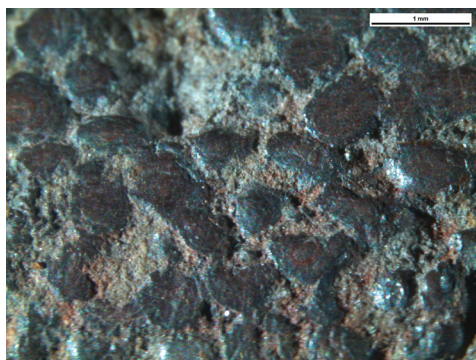
2:2 – Remicourt (Hesbaye, BE) - n° 112



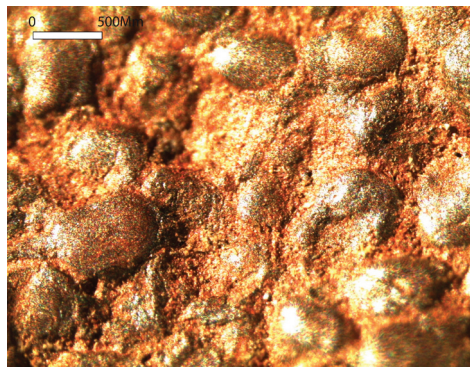
2:3 – Remicourt (Hesbaye, BE) - n° 114



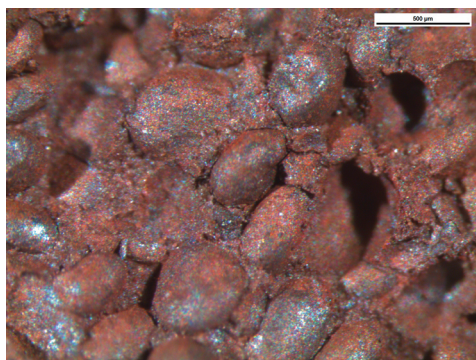
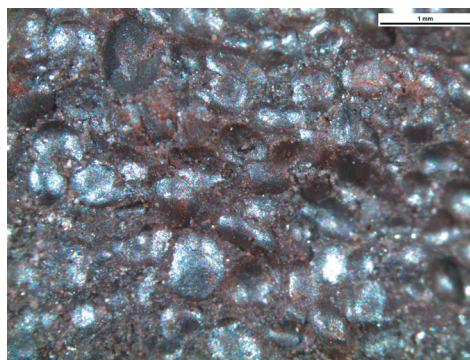
2:4 – Ormeignies «Le Pilon» (Hainaut, BE)



2:5 – Fexhe-le-Haut-Clocher (Hesbaye, BE) - n° 100



2:6 – Irchonwelz «Bonne Fortune» (Hainaut, BE)

2:7 – Huy (BE)
échantillon géologique du Famennien inférieur2:8 – Ville-Enwaret (Andenne, BE)
échantillon géologique du Famennien inférieur**Fig. 2** – Forme des oïdes belges à partir de l'observation macroscopique.

La taille des oïdes

À priori, la taille des oïdes semblait pouvoir constituer l'un des piliers de la détermination des hématites oolithiques. Cependant, les observations multiples montrent que ce critère n'est pas totalement suffisant à lui seul. Les oïdes normands ne dépassent quasiment jamais 600 µm

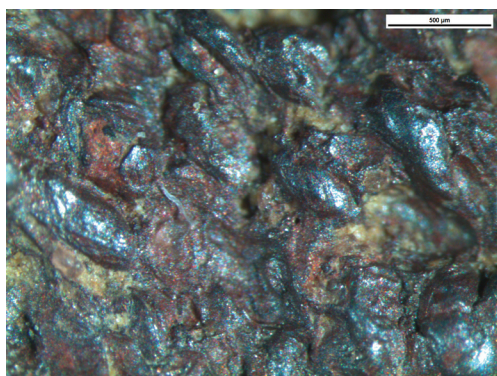
et les oïdes qui atteignent 500 µm apparaissent isolés, comme sur l'échantillon de Colombelles (Fig. 4:7). Les diamètres courants se situent plus généralement entre 300 et 400 µm.

Si l'on ne tient pas compte des pisolites pouvant atteindre plusieurs millimètres de diamè-

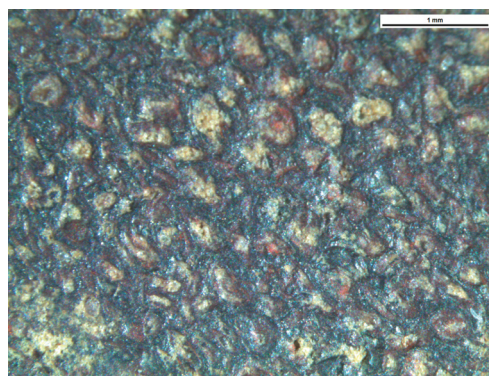
	Hématites ool. normandes (Ordovicien)	Hématites oolithiques belges (Dévonien)
critères discriminants		
formes des oïdes	ovales, aplaties (flax-seed dominantes- a , burger-like- b , spastolithes- c), formes sphériques peu fréquentes ; que de vraies oïdes	rondes- d , ovales- e , pisolites- f , flax-seed peu fréquentes
critères complémentaires non discriminants		
classement	toujours bon	plutôt mauvais, parfois bon
tailles des oïdes	300-600 Microns (plutôt <500 M)	300-1100 Microns (plutôt >500 M)
matrice des oolithes	matrice souvent mal différenciée des oïdes, pas de lithoclastes et de bioclastes	matrice souvent bien différenciée des oïdes, présence parfois visible de lithoclastes (g) et de bioclastes (h)
litage et orientation des oolithes	bien visibles en macro	peu visibles en macro
		

Fig. 3 – Tableau récapitulatif des critères de différenciation macroscopique des hématites oolithiques normandes (Ordovicien) et belges (Dévonien).

ellipsoïdes, ovales

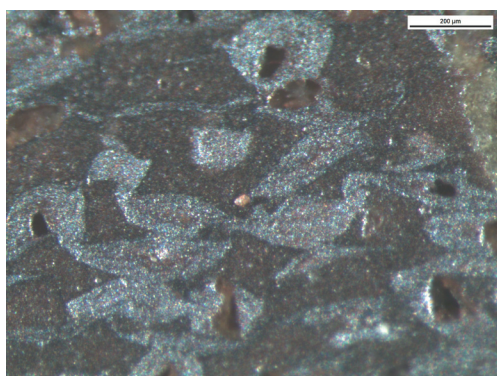


4:1 – Biéville-Beuville (Calvados, FR)
n° 33 (surface ancienne brute)

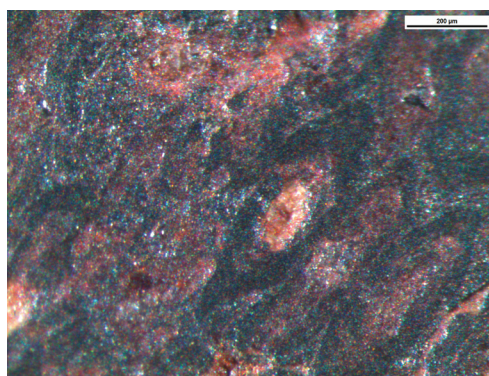


4:2 – Biéville-Beuville (Calvados, FR)
n° 33 (surface ancienne polie)

spastolithes

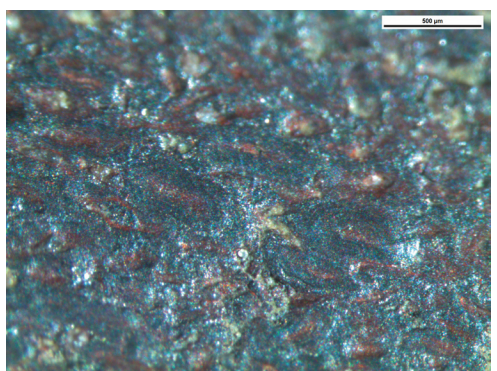


4:3 – Feugueroles-Bully (Calvados, FR)
n° 5 (surface sciée)

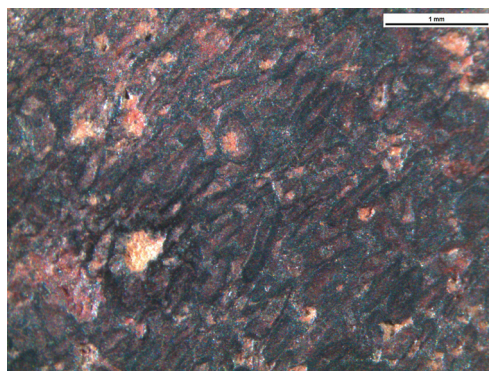


4:4 – Amblie (Calvados, FR)
n° 32 (surface ancienne polie)

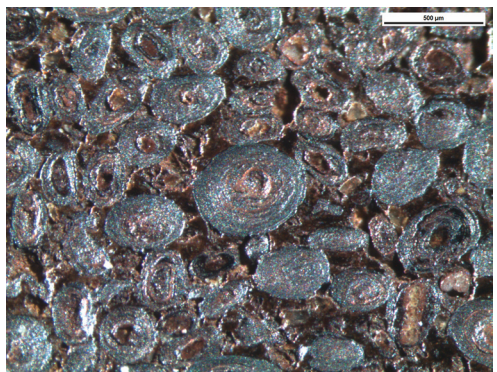
OIS aplatis (flax-seeds)



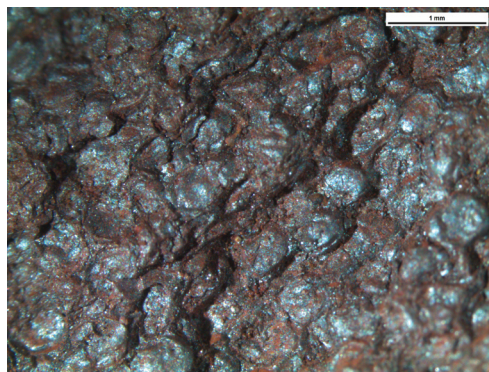
4:5 – Biéville-Beuville (Calvados, FR)
n° 33 (surface ancienne polie)



4:6 – Amblie (FR)
n° 32 (surface ancienne polie)



4:7 – Colombelles «Lazzaro» (Calvados, FR)
n° 12 (surface sciée)



4:8 – Saint-Rémy-sur-O. (Calvados, FR)
échantillon géologique n° 9 (surface brute)

Fig. 4 – Forme des oïdes normandes à partir de l'observation macroscopique.

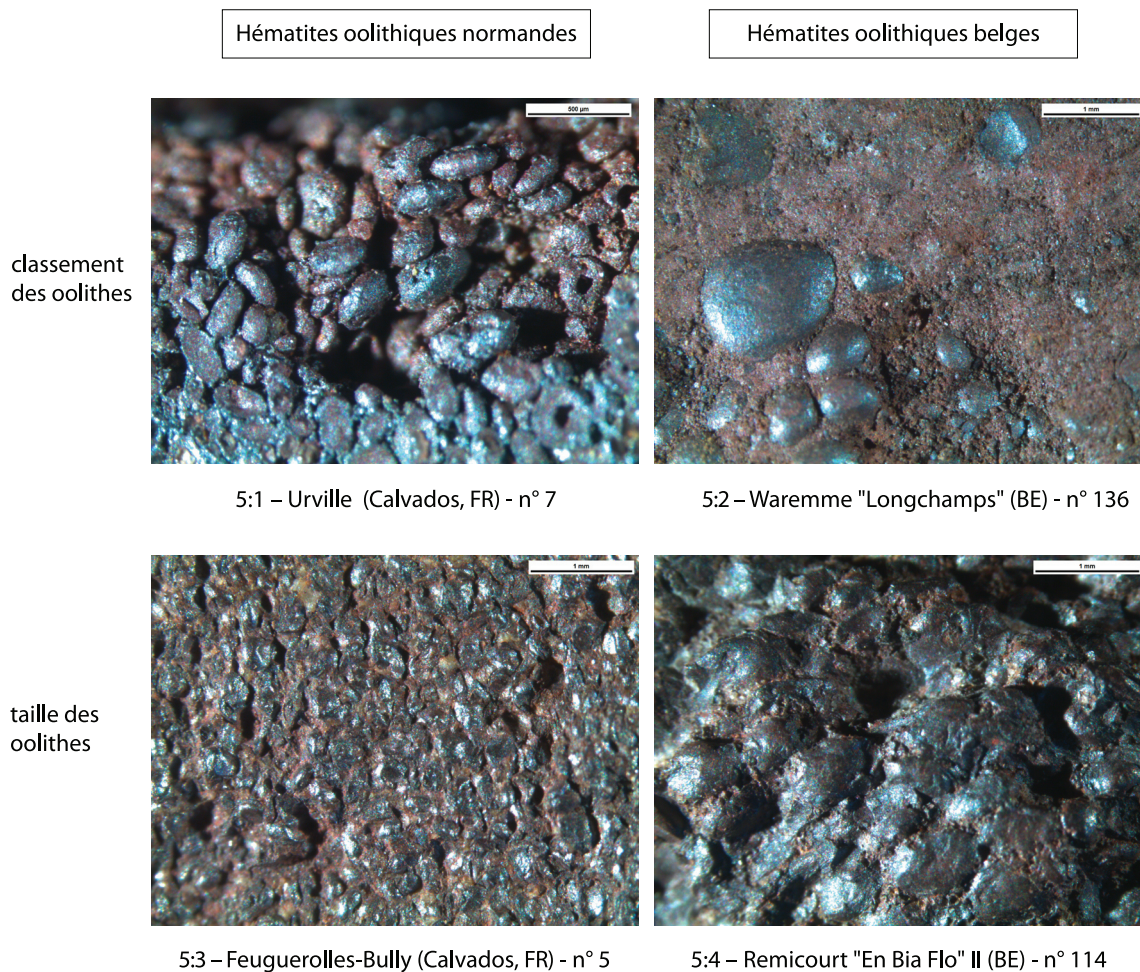


Fig. 5 – Différenciation des hématites oolithiques normandes et belges à partir de l'observation macroscopique : classement et taille des ooïdes.

tre, les ooïdes belges varient de 300 à 1100 µm de diamètre, la moyenne étant largement supérieure à 500 µm. Si les exemplaires inférieurs à 500 µm sont rares, certains échantillons en offrent des densités importantes, ainsi les échantillons de Huy (Famennien ; Fig. 2:7) et de Rémicourt (Fig. 6).

Dans ce cas également, ce critère ne peut suffire pris individuellement.

La composition de la matrice

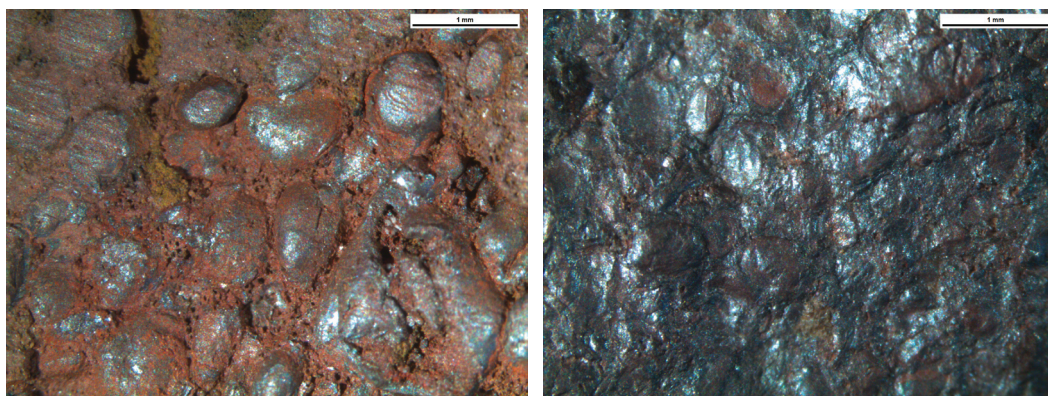
Dans le secteur des hématites ordoviciennes, la matrice ferrugineuse est sombre et souvent mal différenciée des ooïdes, ce qui explique probablement les difficultés d'observation des surfaces intensément polies. Par contre, dans le secteur des hématites dévoniennes, la matrice est mieux différenciée, plus claire et beaucoup plus tendre que les ooïdes.

Toutefois, des contre-exemples existent. Sur 3 échantillons provenant de Fexhe-le-Haut-Clocher et de Remicourt (Fig. 2:1-2 ; Fig. 6:2), les matrices sont très sombres et indifférenciées des ooïdes. Inversement, trois échantillons normands de Colombelles présentent une matrice plutôt claire et assez bien différenciée.

Par ailleurs, on peut signaler que les éléments grossiers qui sont souvent visibles dans la matrice des oolithes belges (lithoclastes, bioclastes) n'apparaissent pas sur les échantillons considérés. Il est probable que, dans bien des cas, ils ont été les premiers extraits lors de l'abrasion de la surface.

La composition du noyau

Celle-ci est difficile à observer vu la petitesse des grains. En Basse-Normandie, on peut



6:1 – Remicourt (Hesbaye, BE) - n° 110

6:2 – Fexhe-le-Haut-Clocher (Hesbaye, BE) - n° 102

Fig. 6 – Oolites belges mal différenciables des oolites normandes à partir de critères macroscopiques : à gauche, ooïdes de petites dimensions ; à droite, ooïdes mal différenciées de la matrice.

noter la présence d'échantillons archéologiques plus quartzeux que sur les échantillons géologiques. Le profil le plus fréquemment rencontré dans les échantillons archéologiques est une hématite avec ooïdes à noyau de quartz. À titre d'hypothèse, cette particularité pourrait provenir d'une sélection d'hématite comportant un minéral facilitant l'abrasion (production de colorant plus facile ou utilisation dans le travail des peaux ?). La dureté (6 dans l'échelle de Mohs) plus élevée du quartz que celle des autres constituants des OIS, la finesse des grains de quartz et sa relativement faible proportion facilitent la production rapide d'une poudre rouge.

Le litage et l'orientation des ooïdes

À la loupe binoculaire, le litage est plus aisément observable sur les minerais normands, ce qui doit s'expliquer avant tout par les fortes déformations subies par les ooïdes. Ils ne sont pas absents des oolites belges, mais ne s'observent que rarement à cette échelle. La taille de l'échantillon est bien évidemment un paramètre essentiel ; plus l'échantillon est grand, plus le litage est visible.

À l'œil nu, dans les échantillons archéologiques normands d'Amblie (n°s 22, 23, 32) et Banville (n° 6), qui sont très polis, des litages non plans sont visibles, bien que peu marqués. Sur plusieurs échantillons archéologiques bas-normands, des filons quartzeux remplissent des microfissures (rarement visibles sur les échantillons géologiques).

La fréquence ou la densité des oolites

Ce critère n'apparaît pas discriminant, les variations verticales et latérales pouvant être parfois importantes. Joseph (1982) a principalement observé le caractère jointif/non jointif des ooïdes, qui offre une forte variabilité verticale. Certains sites archéologiques livrent des minerais sans ooïdes, minerais que l'on peut soupçonner provenir des mêmes contextes géologiques. Les variations de concentration en oolites des minerais belges et allemands sont parfaitement observables, non seulement d'une couche à l'autre, mais aussi verticalement et horizontalement au sein d'une même couche. Des structures internes érosives et la mise en place complexe de ces dépôts en sont responsables.

Les couleurs

À l'œil nu, les blocs d'hématites normands offrent une couleur brun rouge à brun violacé plutôt sombre, qui se retrouve aussi bien sur la matrice ferrugineuse que sur les ooïdes. Les blocs d'hématite oolithique belges sont globalement de teinte plus claire, surtout ceux porteurs d'une matrice carbonatée et/ou renfermant des bioclastes calcitiques blancs ou partiellement hématitisés.

À la loupe binoculaire, on l'a déjà évoqué, la matrice de ces derniers offre souvent une teinte ocre rouge, rose ou blanchâtre caractéristique (Fig. 2:3-5 ; Fig. 5:2), tandis que les ooïdes présentent dans bon nombre de cas un aspect lisse et un éclat métallique (Fig. 2:4, Fig. 2:8 ; Fig. 5:2 ;

Fig. 6:1). Des tests de broyage confirment des différences importantes. La couleur du matériau dépend de la composition minéralogique initiale du matériau frais, mais est considérablement modifiée en fonction du degré d'altération atmosphérique, tant pour les échantillons géologiques qu'archéologiques. Une comparaison a pu être faite entre les échantillons frais provenant du carreau de mines et des échantillons récoltés à l'affleurement. Si les échantillons de teinte rouge sont riches en hématite, les échantillons de teinte orange à ocre-jaune sont dominés par la goethite. La couleur de la poudre obtenue par abrasion dépendra avant tout de l'état de fraîcheur du matériau. L'observation des échantillons archéologiques normands montre que ceux-ci présentent un degré d'altération compatible avec une récolte de surface. Il n'y a pas d'échantillons frais susceptibles d'avoir été extraits de mines profondes. Tous les échantillons ont été prélevés au-dessus de la zone de battement de nappe. On ne peut exclure les ramassages de pied de paroi. Le degré de cohésion de ces minerais altérés est peu compatible avec une récolte d'OIS dans des terrasses ou lits de rivière.

CONCLUSION

Ce travail montre que la forme des oïdes reste le critère principal d'identification des oolithes. Le classement ou la taille des oïdes ne peut que servir d'argument complémentaire.

Cette expérimentation montre donc certaines limites à la seule observation macroscopique. Un échantillon pris isolément risque d'être difficile à identifier, surtout s'il n'offre pas de surface brute non abrasée. Toutefois, les sites archéologiques offrent souvent des séries d'objets dont le nombre pallie ce problème. L'observation macroscopique est alors indispensable pour une première approche et un outil nécessaire à la définition d'une stratégie d'analyses destructives.

Bibliographie

DREESEN R., GOEMAERE É. & SAVARY X., 2016. Definition, classification and microfacies characteristics of oolitic ironstones, used in the manufacturing of red ochre - a comparative petrographical analysis of Palaeozoic samples from France, Bel-

gium and Germany. In : C. BILLARD et al. (éd.), *Autour de l'hématite / About haematite. Actes de / Acts of Jambes, 7-8/02/2013, Volume 1*, Liège, ERAUL, **143** - *Anthropologica et Præhistorica*, **125/2014** : 203-223.

GOEMAERE E., KATSCH A., ESCHGHI I. & DREESEN R., 2016a. Geological record and depositional setting of Palaeozoic oolitic ironstones in Western Europa. In : C. BILLARD et al. (éd.), *Autour de l'hématite / About haematite. Actes de / Acts of Jambes, 7-8/02/2013, Volume 1*, Liège, ERAUL, **143** - *Anthropologica et Præhistorica*, **125/2014** : 23-43.

GOEMAERE É., SALOMON H., BILLARD C., QUERRÉ G., MATHIS F., GOLITKO M., DUBRULLE-BRUNAUD C., SAVARY X. & DREESEN R., 2016b. Les hématites oolithiques du Néolithique ancien et du Mésolithique de Basse-Normandie (France). Caractérisation physico-chimique et recherche des provenances. In : C. BILLARD et al. (éd.), *Autour de l'hématite / About haematite. Actes de / Acts of Jambes, 7-8/02/2013, Volume 1*, Liège, ERAUL, **143** - *Anthropologica et Præhistorica*, **125/2014** : 89-119.

GOEMAERE É., SALOMON H., QUERRÉ G., MATHIS F., DREESEN D., HAMON C., CONSTANTIN C., BOSQUET D., WIJNEN J. & JADIN I., 2016c. Caractérisation physico-chimique et recherche des provenances des hématites oolithiques des sites du Néolithique ancien de Hesbaye (Province de Liège, Belgique) et des sites néolithiques des sources de la Dendre (province du Hainaut, Belgique). In : C. BILLARD et al. (éd.), *Autour de l'hématite / About haematite. Actes de / Acts of Jambes, 7-8/02/2013, Volume 1*, Liège, ERAUL, **143** - *Anthropologica et Præhistorica*, **125/2014** : 153-191.

JOSEPH P., 1982. *Le minerai de fer oolithique ordovicien du Massif armoricain : sédimentologie et paléogéographie*. Thèse présentée à l'École Nationale Supérieure des Mines de Paris : 352 p.

Adresse des auteurs :

Cyrille BILLARD
DRAC Normandie
Service régional de l'archéologie
13bis, rue Saint-Ouen
14052 Caen cedex 04 (France)
cyrille.billard@culture.gouv.fr

Dominique BOSQUET
Service de l'Archéologie
en province de Brabant wallon
88, rue de Nivelles
1300 Wavre (Belgique)
dominique.bosquet@spw.wallonie.be

Éric GOEMAERE
Roland DREESEN
Institut royal des Sciences
naturelles de Belgique
DO Terre et Histoire de la Vie
Service géologique de Belgique
13, rue Jenner
1000 Bruxelles (Belgique)
eric.goemaere@naturalsciences.be
roland.dreesen@telenet.be

Lionel DUPRET
Département de géologie
de l'université de Caen
Esplanade de la Paix
14000 Caen (France)
lionel.dupret@unicaen.fr

Caroline HAMON
Chargée de recherche CNRS
UMR 8215 Trajectoires
Maison de l'archéologie et de l'ethnologie
21, allée de l'Université
92023 Nanterre cedex (France)
caroline.hamon@mae.cnrs.fr

Ivan JADIN
Institut royal des Sciences
naturelles de Belgique
DO Terre et Histoire de la vie
Anthropologie & Préhistoire
29, rue Vautier
1000 Bruxelles (Belgique)
ivan.jadin@naturalsciences.be

Guirec QUERRÉ
Archéosciences Rennes
UMR 6566 CNRS CreAAH
Campus de Beaulieu
35042 Rennes Cédex (France)
guirec.querre@univ-rennes1.fr

Xavier SAVARY
Service d'archéologie
du département du Calvados
36, rue Fred Scamaroni
14000 Caen (France)
xavier.savary@calvados.fr