ArcheoSciences

Revue d'archéométrie

38 | 2014

Varia

Caractérisation de la céramique médiévale d'Autelbas (Arlon, Belgique) et identification de la source de la matière première

*Characterisation of the medieval ceramics from Autelbas (Arlon, Belgium) and
identification of their raw material source*

**Eric Goemaere, Denis Henrotay, Olivier Collette, Mark Golitko, Thomas
Delbey et Thierry Leduc**

Édition électronique

URL : <https://journals.openedition.org/archeosciences/4127>

DOI : 10.4000/archeosciences.4127

ISBN : 978-2-7535-3691-3

ISSN : 2104-3728

Éditeur

Presses universitaires de Rennes

Édition imprimée

Date de publication : 30 novembre 2014

Pagination : 31-47

ISBN : 978-2-7535-3689-0

ISSN : 1960-1360

Référence électronique

Eric Goemaere, Denis Henrotay, Olivier Collette, Mark Golitko, Thomas Delbey et Thierry Leduc,
« Caractérisation de la céramique médiévale d'Autelbas (Arlon, Belgique) et identification de la source
de la matière première », *ArcheoSciences* [En ligne], 38 | 2014, mis en ligne le 30 novembre 2016,
consulté le 01 février 2022. URL : <http://journals.openedition.org/archeosciences/4127> ; DOI : <https://doi.org/10.4000/archeosciences.4127>

Caractérisation de la céramique médiévale d'Autelbas (Arlon, Belgique) et identification de la source de la matière première

Characterisation of the Medieval Ceramics from Autelbas (Arlon, Belgium) and Identification of their Raw Material Source

Éric GOEMAERE^a, Denis HENROTAY^b, Olivier COLLETTE^c, Mark GOLITKO^d,
Thomas DELBEY^e et Thierry LEDUC^f

Résumé : La carte d'identité de la céramique tournée médiévale d'Autelbas a été établie par des analyses pétrographiques, granulométriques, géochimiques et diffractométriques. La céramique est constituée par une argile fine, non calcaire, kaolinique et des grains de quartz (dans la gamme granulométrique des silts ou des sables très fins), et sans ajout de dégraissant. La pétrographie conjuguée à la géochimie démontre que les tessons analysés forment un lot homogène indicatif d'une source d'argile unique sans mélange. La matière première est une argile plastique grise extraite d'une couche spécifique peu épaisse déposée dans la plaine alluviale du ruisseau d'Autelbas et disponible à proximité immédiate des fours de potiers et à faible profondeur. La fiche d'identité établie pour la céramique d'Autelbas prélevée sur le site de production éponyme permettra, sur base de critères complémentaires à la typologie, d'attribuer à cet atelier des pots déposés dans les collections des musées, des tessons récoltés sur des sites de consommation et d'en établir la carte de distribution. Les analyses géochimiques par LA-ICP-MS et l'analyse pétrologique – dont l'analyse d'images – sont les méthodes les plus pertinentes dans la recherche des sources des matières premières.

Abstract: The compositional signature of the medieval ceramics produced at Autelbas was established using petrological, granulometric, geochemical and analyses by diffractometry. The ceramics are made of kaolinitic non-calcareous fine clays, quartz grains (in the size range of silt or fine sand) with no added temper. Petrography and geochemistry show that the analyzed sherds were produced from a single source or batch without mixing or addition of temper. The raw material is a grey plastic clay extracted from a specific thin geological layer deposited in the alluvial plain of the Autelbas creek, readily available near the surface in the immediate vicinity of known pottery kilns. The compositional signature established for the Autelbas ceramics collected at the eponymous site will allow assignment of sherds in museum holdings collected at consumer sites to be linked to this workshop on non-typological grounds, and the mapping of the distribution of Autelbas produced ceramics. LA-ICP-MS and petrology with image analysis were the most useful techniques for identifying the source of raw materials in this case.

Mots clés : argile kaolinique, céramique, géochimie, Moyen-Âge, pétrologie, provenance, production

Keywords: ceramic, geochemistry, kaolinite pottery-clay, Middle-Ages, petrology, provenancing, production

^a Service Géologique de Belgique, Institut Royal des Sciences Naturelles de Belgique, 13, Rue Jenner, 1000, Bruxelles (BE). (eric.goemaere@naturalsciences.be)

^b Service de l'archéologie en province du Luxembourg, SPW-DGO4, 22, Rue des Martyrs, 6700, Arlon (BE). (denis.henrotay@spw.wallonie.be)

^c Direction de l'archéologie, SPW-DGO4, Rue des Brigades d'Irlande, 5100, Namur (BE). (olivier.collette@spw.wallonie.be)

^d Regenstien Postdoctoral Fellow, Field Museum of Natural History, 1400 S. Lake Shore Drive, Chicago, Illinois 60605, (USA). E-mail : mgolitzko@fieldmuseum.org

^e UMR 7041 ArScAn - Équipe GAMA, Université Paris-Ouest Nanterre – La défense. Maison Archéologie et Ethnologie René Ginouvès, 21, Allée de l'Université, F-92023 Nanterre Cedex, Paris (FR). E-mail : thomas.delbey@wanadoo.fr

^f Service Géologique de Belgique, Institut Royal des Sciences Naturelles de Belgique, 13, rue Jenner, 1000, Bruxelles (BE). E-mail : thierry.leduc@naturalsciences.be

1. INTRODUCTION

Une production potière très prolifique s'est développée dans le village d'Autelbas (commune d'Arlon, province de Luxembourg, Belgique) durant le x^e siècle. Depuis les années 1980, ce sont plus de sept fours de potiers (fig. 1A) remplis

de résidus de cuisson (fig. 1B) qui ont été découverts. Trois de ces fours ont été mis au jour en 2001 par le service d'Archéologie du Service Public de Wallonie. Ce type de céramique à pâte fine a également été retrouvé dans une série de bâtiments seigneuriaux précoces de la Lorraine belge (p. ex. Mellier [commune de Léglise] [Matthys et Gratia, 1983],

Figure 1 : (Voir planche couleur) A) Vestiges d'un des fours de potiers construit en moellons de grès micacés d'âge sinémurien; B) Comblement d'un four au moyen de rebuts de poterie; C) Fragments de céramiques, décorés et non décorés; D) Cruche à bec verseur issue de l'atelier d'Autelbas; E) Surface d'un tesson avec éclats; F) Moulages de graminées sur paroi de four.

Figure 1: (See colour plate) A) Remnants of a pottery-kiln made with Sinemurian micaceous sandstone; B) Old kiln cavity filled with potsherds; C) Painted and undecorated fragments of pottery; D) jag with spout from the workshop of Autelbas; E) Surface of a sherd with chips; F) Grass prints (kiln wall).

du site de Montauban [Buzenol, commune d'Etalle] [De Meulemeester, 2000B] ou encore de l'enceinte d'Heinstert [De Meulemeester et Fairon, 2000A] et dans d'autres sites ruraux comme à Neufchâteau/Hamipré [Cahen *et al.*, 1978] ou urbains situés soit en Belgique comme à Arlon soit au Grand-Duché de Luxembourg dans les phases primitives des châteaux de Larochette, Vianden, Beaufort, Bourscheid [Zimmer, 1996]) (fig. 2).

Cette céramique médiévale d'importance régionale a paradoxalement été très peu étudiée jusqu'ici. La présente

contribution vise à établir la première fiche d'identité de la céramique d'Autelbas au moyen d'un panel de techniques archéométriques. Les résultats serviront de référence pour analyser la carte de diffusion de cette céramique. Le second apport de cette étude réside dans l'identification de la source de la matière première pour laquelle la géochimie par LA-ICP-MS et les observations macroscopiques s'avèrent pertinentes.

Figure 2 : Carte localisant les sites archéologiques contenant de la céramique d'Autelbas.

1 : Arlon; 2 : Autelbas; 3 : Hamipré; 4 : Heinstert; 5 : Montauban; 6 : Meillier; 7 : Pingsdorf (DE); 8 : Vianden (GDL); 9 : Larochette (GDL); 10 : Beaufort (GDL); 11 : Bourscheid (GDL).

Figure 2: Geographical location of archaeological sites having pottery from Autelbas. 1 : Arlon; 2 : Autelbas; 3 : Hamipré; 4 : Heinstert; 5 : Montauban; 6 : Meillier; 7 : Pingsdorf (DE); 8 : Vianden (GDL); 9 : Larochette (GDL); 10 : Beaufort (GDL); 11 : Bourscheid (GDL).

2. LA CÉRAMIQUE D'AUTELBAS

La publication de l'analyse typologique des céramiques tournées d'Autelbas, de leur distribution ainsi que de la structure des fours est en préparation. De manière synthétique, les formes produites (fig. 1C, D) sont des écuelles utilisées pour la présentation des mets, des bols pour l'usage individuel, des pots à cuire à fond légèrement lenticulaire et des cruches à eau avec bec verseur tubulaire. La pâte utilisée pour ces différentes formes est homogène, elle est bien cuite et sonnante. Certaines parois trop épaisses étaient amincies au moyen d'un ébauchoir dans le but d'éviter des retraits lors du séchage. Parfois ces objets sont ornés d'une peinture rouge (fig. 1C) formant des résilles ou de petites lignes verticales. L'examen visuel de ces céramiques a mis en évidence la présence d'inclusions minérales noires dans la pâte responsables des éclats sur les surfaces internes ou externes des poteries (fig. 1E). De plus, les empreintes de tiges végétales sont présentes dans les pâtes de certains tessons (fig. 1F). Jusqu'à la découverte de cet atelier de potiers à Autelbas en 1985 (Jungen *et al.*, 1985), cette production céramique commune était attribuée à l'époque gallo-romaine (Loës, 1908). Les observations réalisées en 1873 et publiées bien plus tard sont le reflet de l'état des connaissances de la céramique gallo-romaine à l'époque. Ce type de céramique commune n'avait encore fait l'objet d'aucune recherche poussée. L'archéologie médiévale du XIX^e siècle ne s'étendait pas au-delà de l'époque mérovingienne. Malgré l'ancienneté des premiers travaux, la localisation spatiale des premières découvertes est précise. Il s'agit d'une fosse profonde de près d'1 mètre dont les contours étaient entièrement rougis par le feu. La structure contenait une multitude de fragments de céramiques blanches, cendrées et rouge clair que l'on peut reconnaître comme faisant partie de la production mise au jour à la fin des années 1980. L'hypothèse de la présence d'un atelier de potier est d'ailleurs évoquée par l'auteur. Toutefois les fouilles menées dans un atelier de potier en 1991 a livré dans le comblement d'une fosse une monnaie d'Henri I^{er} dit l'Oiseleur et qui peut être datée des années 919-936 (Fairon, 1994, p. 51). La fouille a également livré de la céramique peinte qui rappelle celle de Pingsdorf dont la datation est à situer durant les X^e et XII^e siècles. Des échantillons ont été prélevés dans les parois d'un four de potier découvert en 1983 afin de réaliser une étude archéomagnétique. Cette étude réalisée par le Centre de Physique du Globe a eu pour résultat de placer la cuisson de la terre vers le milieu du XII^e siècle (Hus et Geeraerts, 1998).

3. CADRE GÉOGRAPHIQUE ET GÉOLOGIQUE

Le site archéologique se trouve au pied d'un versant exposé au sud, en bordure de la plaine alluviale du Ruisseau d'Autelbas (fig. 3), affluent de l'Eisch puis de l'Alzette (rivières du Grand-Duché de Luxembourg), appartenant au grand bassin de la Moselle. Le Ruisseau d'Autelbas prend naissance sur le versant oriental des collines marneuses d'Arlon. La partie amont du ruisseau est relativement encaissée. À hauteur d'Autelbas, la plaine alluviale est large d'une centaine de mètres, son fond est plat et couvert de prairies humides. Ce fond est comblé d'alluvions et de colluvions argileuses mal drainées. Par comparaison, les sommets qui l'entourent contiennent des sols limono-sableux légers. Plus à l'ouest, à partir de la localité d'Autelbas, le paysage s'ouvre au contact avec un substrat calcaire. Le vallon est moins marqué et la plaine s'élargit en rejoignant l'Eisch. Les argiles qui la colmatent sont en général mieux drainées.

Les forages géologiques dans la plaine alluviale du Ruisseau d'Autelbas renseignent une épaisseur de dépôts limoneux, puis argileux et enfin graveleux ou sableux de l'ordre de trois mètres environ, reposant sur des marnes jurassiques imperméables (cf. descriptif du forage 6950126 des archives du Service Géologique de Belgique). Le bassin-versant du ruisseau d'Autelbas, jusqu'au village éponyme, ne recoupe que des terrains tabulaires du Jurassique inférieur (Secondaire du bord est du Bassin de Paris) constitués de grès coquilliers à ciment calcitique, de marnes et d'argiles calcaires.

Les versants proches du site de production des céramiques sont constitués de dépôts horizontaux du Sinémurien et de la base du Pliensbachien composés de sables et de grès carbonatés de la Formation de Luxembourg, interdigités dans les marnes grises de la Formation d'Arlon (fig. 3). Ces grès micacés sinémuriens locaux ont été utilisés dans la construction des fours de potiers d'Autelbas (analyse détaillée en cours). Les sommets sont coiffés par les argiles et marnes du Membre de Hondelange. Le détail des unités stratigraphiques peut être trouvé dans Boulvain *et al.* (2001).

4. MATÉRIEL

Issus de la campagne de fouilles de 2001, vingt-cinq échantillons appartenant à des objets différents (céramiques culinaire et de table) ont été sélectionnés pour les analyses. Ils se distinguent par l'épaisseur de leurs parois et les formes de bords. Les couleurs variables varient sur les surfaces externes et internes ou sur les fractures. Ils constituent un tessonnier qui servira ensuite de référence.

Figure 3 : (Voir planche couleur) Situation géographique du site d'Autelbas. Extraits de deux cartes géologiques (modifiées d'après Belanger *et al.*, sous presse © SPW) localisant les fours de potiers (triangle rouge) et les sites de prélèvement d'argiles à la tarière (carré jaune) ou en tranchée (cercle jaune), point photo (cercle bleu). Abréviations : AMO : alluvions modernes des vallées; ETH : Formation d'Ethe; ARL : Formation d'Arlon; HON : Membre de Hondelange; LUX : Formation de Luxembourg; ++ : Frontière belgo-luxembourgeoise.

Figure 3: (See colour plate) Geographical location of Autelbas. Excerpts from two in press geological maps (modified after Belanger *et al.*, under press © SPW) showing the location of pottery kilns (red triangle), clay sampling locations (yellow square and yellow circle - trench) and photo station (bleu circle). Abbreviations : AMO: Modern alluvium; ETH: Ethe formation; ARL: Arlon formation; HON: Hondelange member; LUX: Luxembourg formation; ++: Belgian-Grand-Duchy of Luxembourg border.

Dans le cadre de la recherche de la source de la matière première, une campagne de forages à la tarière a conduit au prélèvement de dix échantillons d'argiles plastiques, à proximité immédiate des fours de potiers fouillés par le service archéologique du SPW (fig. 3) : dans la plaine alluviale humide (argiles calcaires plastiques grises), dans un vallon adjacent et sur le sommet du plateau (sables et silts argileux ocres du Membre de Hondelange). Les profils des carottages et les échantillons sélectionnés sont décrits au tableau 1. Les forages n'ont pas atteint le substrat rocheux.

Les échantillons argileux récoltés se déclinent en deux groupes :

Les argiles grises de la plaine alluviale sont très plastiques et renferment des microfragments végétaux et des paillettes de micas blancs (muscovite) de quelques dizaines de microns de diamètre. Sous la loupe binoculaire, les paillettes sont très minces (inframicrométriques), transparentes avec des bords légèrement arrondis. Les grains de quartz observés sont dans la gamme des silts. Au séchage naturel, le retrait est très faible et le toucher reste onctueux. Des taches ocres sont parfois présentes, indices de glyfification. Plusieurs de ces argiles sont calcitiques.

Les argiles sableuses plus grossières prélevées sur les versants de la vallée ou à son sommet sont jaune ocre (présence d'oxy-hydroxydes de fer), ont une plasticité faible et contiennent de rares micas. La taille et l'abondance des grains de

quartz y sont plus élevées ce qui les différencie des céramiques d'Autelbas et des argiles alluviales grises.

5. LES MÉTHODES D'ANALYSES

Les techniques de laboratoire visant à caractériser les céramiques et les technologies de fabrication et de cuisson, à déterminer la provenance des matières premières et à établir des circuits commerciaux, se sont considérablement développées au cours de ces deux dernières décennies (p. ex. Froh, 2004; Bianchini *et al.*, 2006; Basso *et al.*, 2008; Stravakeva, 2008; Tite, 2008; Brulet *et al.*, 2010; Palanivel et Meyvel, 2010; Rasmussen *et al.*, 2012). Le panel de techniques appliquées à la céramique d'Autelbas concerne la pétrographie, l'étude granulométrique par analyse d'images, la géochimie et la diffraction des Rayons X. L'intérêt de chacune de ces méthodes sera décrit plus loin dans le texte.

L'analyse pétrographique – La confection des lames-minces, destructive par nature, n'est pas problématique compte tenu de la quantité de tessons récoltés sur le site des fours. Cinq tessons issus de poteries différentes ont fait l'objet d'une analyse pétrographique au microscope polarisant. Elle permet d'identifier la nature de certains constituants, la présence éventuelle de dégraissants, la porosité, la texture...

L'analyse granulométrique – Trois lames-minces pétrographiques ont fait l'objet d'une analyse granulométrique grâce à une caméra Nikon DS-Fi2 reliée à un microscope optique polarisant Nikon Éclipse LV100N POL. Si l'analyse d'images est « classique », par exemple dans l'étude des minerais, son application aux céramiques est originale et développée par T. Delbey sur des céramiques gallo-romaines. Ce type d'étude permet de comparer « objectivement » les tessons entre eux pour déterminer, par exemple l'homogénéité d'une production céramique d'un site, comparer des sites de productions proches, les recettes de pâtes entre céramiques d'usages différents... Pour chaque lame, plusieurs champs d'image sont capturés en « lumière polarisée analysée », et chaque champ est capturé trois fois à la suite d'une rotation de la platine de 45°. Les captures acquises sont ensuite traitées grâce au logiciel d'analyse d'images JMicroVision® dont la méthodologie de traitement est adaptée des travaux de thèse de N. Roduit (2007), concepteur du logiciel, et de S. Outal (2006). Le traitement des images passe par l'application de filtres qui permettent d'homogénéiser les images et de réduire les bruits qui peuvent parasiter le processus de reconnaissance de grains. Les derniers filtres appliqués améliorent le contraste entre la matrice argileuse et les éléments figurés. Le processus de traitement aboutit à la transformation de l'image source en couleurs en une image à niveaux de gris avec un contraste très fort. La binarisation facilite l'étape de segmentation qui consiste à isoler les objets à analyser du reste de l'image. L'algorithme de segmentation choisi est celui du seuillage par niveaux de gris qui permet d'isoler chaque classe d'objet définie par les modalités de l'histogramme d'intensité lumineuse de l'image. Pour les céramiques médiévales d'Autelbas, les différentes classes d'objets sélectionnés représentent uniquement le quartz, largement dominant dans le cortège minéralogique. Si les grains à isoler sont très nombreux et ont tendance à se chevaucher, l'algorithme de séparation des objets par concavités (SRC) permet de les individualiser efficacement. Une fois les objets segmentés, ils sont caractérisés grâce à des paramètres « descripteurs » choisis par l'opérateur et mesurés automatiquement par le logiciel. Pour cette analyse granulométrique, les paramètres sont le diamètre maximum de Feret (distance maximale entre deux tangentes parallèles situées sur deux côtés opposés du grain mesuré) et la surface des objets (en μm^2). Les mesures permettent l'analyse de la distribution de la taille des grains avec le logiciel Gradistat®. L'utilisation du logiciel Gradistat, développé par Blott et Pye (2001), permet d'automatiser les calculs des indices granulométriques. Les tailles des grains sont divisées en classes selon une échelle utilisée pour les analyses de granulométrie laser. Ensuite, la surface cumulée des grains de chaque classe de taille est

calculée et traduite en pourcentages par rapport à la surface cumulée de l'ensemble des grains analysés. Ces résultats permettent ensuite de construire les courbes granulométriques, les histogrammes de fréquences et le calcul d'indices granulométriques :

- le diamètre moyen des grains (moyenne des valeurs de la variable indépendante ; une grande partie de la courbe entre en ligne de compte dans ce calcul, à l'exception des queues de distribution) ;
- le classement indique la dispersion des tailles des grains par rapport à la taille moyenne des grains de l'échantillon ;
- l'asymétrie rend compte de la prédominance des éléments fins (coefficient +) ou grossiers (coefficient -) par rapport à la taille moyenne des grains de l'échantillon.

La fraction sableuse ($>63 \mu\text{m}$) a été extraite d'une argile crue (WP470-2) qui sera identifiée dans la suite de l'article comme matière première de la céramique d'Autelbas afin de déterminer son pourcentage en poids mais aussi d'examiner la morphologie des grains et leur nature minéralogique. L'argile a été séchée à l'air et pilée modérément au mortier en porcelaine. Environ 10 grammes de matière ont été mis en suspension et tamisée sous eau pour en récupérer la fraction sableuse. Le résidu sableux a été séché, pesé puis examiné à la loupe binoculaire.

La diffraction des Rayons X – Le contenu minéral en diffractométrie de poudres désorientées (PDRX) a été étudié sur 16 fragments de tessons et sur neuf argiles crues (tab. 1). Les argiles ont été simplement séchées à l'air ($T^\circ : +/ - 20^\circ \text{C}$, HR : 50-60 %). Tous les échantillons ont été modérément broyés à la main dans un mortier en agate et préparés de manière identique. Les données ont été recueillies par un diffractomètre PANanalytical Empyrean (tube au cuivre $\lambda : 1,5418 \text{ \AA}$, filtre au nickel, 45 kV et 40 mA, détecteur X'celerator). Les échantillons étaient placés dans un support en acier sans étain effectuant 2 tours par seconde pour minimiser les orientations préférentielles. La plage étudiée est comprise entre 5 et 75 degrés 2-theta et les données obtenues en réflexion dans une géométrie Bragg-Brantano.

La géochimie – Les analyses géochimiques par LA-ICP-MS ont été réalisées au Laboratoire d'analyse élémentaire (EAF) du Field Museum of Natural History à Chicago (Illinois, USA) utilisant un Varian Quadrupole ICP-MS (Elliott *et al.*, 2004). Le micro-échantillonnage direct est effectué par ablation laser ($\lambda : 213 \text{ nm}$ - New Wave UP213 à 0,2 MJ et une fréquence de 15 Hz) sur la matrice obtenue sur une fracture fraîche des échantillons sélectionnés. La matière prélevée est alors balayée par un gaz porteur (He) et ionisée dans un plasma d'argon avant l'introduction dans le spectromètre de masse. Les fragments de céramiques (cassure fraîche) ont été introduits dans la

chambre laser, et sur chacun d'eux dix spots de 100 µm ont été ciblés. Pour chaque spot, neuf répétitions composées de trois balayages de la plage de masse mesurée ont été faites, avec les trois premiers de ces répétitions retirés des calculs finaux pour tenir compte de toute contamination de surface potentielle et pour permettre au signal résultant de se stabiliser. Les valeurs mesurées de ces dix points ont ensuite été moyennées pour produire une valeur de composition finale. Les isotopes de 58 éléments allant de Li à U ont été mesurés (cf. tableau 3). Sept éléments (Cl, As, Se, Ag, Cd, Au et Bi), mesurés à des concentrations inférieures aux limites instrumentales de détection, ont été retirés avant le traitement des résultats. Le ^{29}Si est utilisé comme standard interne (Gratuze *et al.*, 2001, Speakman et Neff, 2005). Trois standards certifiés (NIST 610 and 612 glasses [Pearce *et al.*, 1997] et l'argile standard NIST679) sont analysés après chaque lot de cinq échantillons. Une briquette, faite à partir de l'argile New Ohio Red Clay (NORC) et souvent utilisée dans les études archéométriques sur céramiques (Glascok, 1992; Kuleff et Djingova, 1998), a aussi été analysée après chaque lot d'échantillons. Ce matériau a servi de standard interne de qualité pour contrôler la performance instrumentale et estimer la précision et l'exactitude analytique. La calibration a été opérée selon la méthode proposée par Gratuze *et al.* (2001). Les valeurs mesurées sur la NORC à l'EAF, ainsi que la précision pour des mesures répétitives ont été publiées en détail (Golitzko, 2011; Golitzko et Terrell, 2012; Sharratt *et al.*, 2009). En général, la variation pour des mesures répétées sur la NORC est de l'ordre de 1-5 % pour les éléments majeurs et mineurs, de 2-10 % pour des concentrations en éléments en traces >10 ppm et de 10-20 % pour les éléments présents à des teneurs inférieures.

6. RÉSULTATS ANALYTIQUES

Observations macroscopiques

Les tessons sont de couleur gris orange pâle (Rock-color chart – 10YR 7/4, 5YR 7/4) en surface, généralement gris à cœur (N7, N8). De nombreux tessons montrent en surface des éclats ou des soulèvements de forme conique à la base de laquelle se trouve de l'hématite pulvérulente brun foncé ou noire présentant des formes allongées à bords rectilignes (débris de graminées pyritisés probables). Certains tessons montrent des paillettes inframillimétriques de micas blanc (muscovite). Très rarement, des tiges de végétaux sont prises dans la pâte. Il ne s'agit pas nécessairement d'un dégraissant ajouté car de tels végétaux partiellement décomposés sont présents dans l'argile alluviale (tab. 1), sondage WP470.

Aucune différence macro- et mésoscopique sur les pâtes n'a pu être faite quelle que soit la fonction de la céramique.

L'examen macroscopique d'un échantillon de paroi montre une pâte argilo-silteuse rosâtre moins homogène que pour les pâtes des céramiques, avec des empreintes de longs débris de tiges tubulaires cylindriques et de limbes infracentimétriques de graminées (identification à vue du Dr Sidonie Preis) à nervures parallèles, ainsi que des plages sableuses (sables fins) et des inclusions de calcaire sableux (décarbonatés puis recarbonatés). Ces débris sont interprétés comme des végétaux issus des argiles alluviales et non de paille ajoutée comme dégraissant ou comme paillage pour la préparation des pâtes. Une nouvelle campagne d'échantillonnage et de récolte de fragments de parois de four sera entreprise afin de préciser cette hypothèse.

Péetrographie et analyses granulométriques

L'analyse péetrographique (5 tessons, fig. 4) montre une pâte aluminosiliceuse avec un dégraissant naturel de quartz monocristallin dont les grains arrondis à subarrondis sont dans la gamme granulométrique des silts grossiers. On observe la présence de paillettes de micas inframillimétriques peu abondantes et d'inclusions noires, plurimillimétriques d'hématite déterminée par spectrométrie Raman (Senterra Raman microspectrometer of Brucker, laser rouge : $\lambda = 789$ nm) et par analyses EDS (MEB Quanta 200; Apollo 10 Silicon Drift EDS detector, EDAX, 23 kV). La figure 5A illustre les paillettes de micas observées sur tesson. Les spectres EDS obtenus sur ces micas sont identiques à ceux des micas prélevés dans l'argile grise WP470-2 (fig. 5B) indiquant une possible parenté chimique. Aucun fossile n'a été observé en lames-minces. La distribution des grains de quartz et des paillettes de micas dans la pâte céramique est homogène, impliquant soit une matière première naturellement homogène ou parfaitement homogénéisée par le potier. La pâte montre une forte soudure des grains et des pores généralement allongés et de taille variable. Des structures végétales sont identifiées par des cavités de forme circulaire et la préservation d'une ornementation spécifique. On n'observe pas dans les tessons d'indices indiquant un mélange de pâtes, ni d'ajouts de dégraissants. Des spots inframillimétriques de calcite ont été identifiés en péetrographie et confirmée par spectrométrie Raman. Des grains micrométriques d'un phosphate de terres rares, d'un oxyde (ou d'un carbonate) de baryum, d'oxydes de fer et d'un oxyde de titane ont été déterminés par les analyses EDS. Les parois de four montrent occasionnellement des fragments plurimillimétriques calcitiques blancs ou de calcite parsemée de grains de quartz interprétés comme des ajouts

WP467 (X : 25747; Y : 38674)	
En bordure du plateau, à la limite de deux parcelles de champ	
0-30 cm	Terre limono-sableuse, un peu argileuse gris brun (10YR-5/4) à débris végétaux
30-40 cm	Sable limoneux jaune orange (10YR-5/6) assez léger, sans structure, peu cohérent, friable
40-50 cm	Idem, devient plus argileux vers le bas
50-60 cm	Contact net avec une argile sableuse plus claire (10YR-6/6), compacte, assez lourde, peu plastique (éch. : WP467-1)
60-67 cm	Idem, quelques passées plus grisâtres (10YR-6/3)
67-80 cm	Succession de niveaux argileux jaune vert un peu grisâtre (2.5Y-6/3), plastiques avec des couches de sable roux (10YR-6/8), légèrement argileux
80-87 cm	Devient plus sableux
87-100 cm	Séquence sableuse légèrement argileuse avec intercalations argileuses plus pâles
100-125 cm	Idem (éch. : WP467-2)

WP469 (X : 257557; Y : 38502)	
En bas de versant, au niveau de la rupture de pente (partie concave)	
0-25 cm	Sable limono-argileux gris brun (10YR-5/2). Sable moyen à grossier, un peu argileux jaune vif (10YR-6/6)
25-54 cm	Sable argileux jaune brun, peu compact, assez homogène
54-74 cm	Sable jaune brun argileux, peu compact. Présence d'un caillou gréseux oxydé. Vers 65 cm apparition de petits amas sableux jaune pâle au sein du sédiment
74-88 cm	Idem, les amas se disposent plutôt horizontalement
88-99 cm	Sable plus argileux et plus plastique. Présence d'un fin charbon de bois (éch. : WP469-1)
99-125 cm	Idem

WP472 (X : 256869; Y : 38769)	
En bordure de plateau, dans une zone constituée de « terrassettes »	
0-42 cm	Limon jaune sale
Vers 35 cm	Sable argileux jaune brun vif (10YR-6/6 à 7/6)
42-59 cm	Sable argileux non plastique, fragmenté, toucher poisseux (éch. : WP472-1)
59-80 cm	Idem, le sédiment devient de plus en plus compact
80-82 cm	Sable très compact, difficile à creuser, sans cailloux (grès tendre?) (éch. : WP472-2)
Arrêt sur obstacle	

Tableau 1 : Descriptif des sondages effectués à la tarière. La localisation des points est reportée à la figure 3. En gras, les échantillons étudiés.

Table 1 : Description of boreholes. Fig. 3 shows the location of the boreholes. Studied samples in bold.

(volontaires ou non) de veines de calcite et de fragments de calcaire sableux sinémuriens.

L'analyse granulométrique des grains de quartz par analyse d'images permet d'affiner et de quantifier les observations faites au microscope optique polarisant. L'histogramme de fréquence (fig. 6A) permet de déduire que les fractions argi-

WP468 (X : 257273; X : 38886)	
Sur le plateau, près d'un vallon sec ou dépression	
0-35 cm	Sable gris brun (10YR-5/2) peu argileux, faible charge organique
35-43 cm	Sable jaune brun assez clair (10YR-5/4), légèrement argileux
43-56 cm	Sable plus argileux, assez humide
56-76 cm	Sable argileux jaune brun (10YR-6/4) non plastique, humide. Présence de fins cailloux gréseux imprégnés de manganèse
76-90 cm	Changement. Sable argileux jaune vif (10YR-6/6 à 6/8)
90-103 cm	Idem, sable argileux à passées plus argileuse évoluant vers une argile sableuse
103-125 cm	Argile sableuse assez compacte, à fines ponctuations gris vert (éch. : WP468-1)

WP470 (X Lambert belge 72 : 257559; Y Lambert belge 72 : 38300)	
En fond de vallée, au sein de la plaine alluviale	
0-10 cm	Sable argileux brun noir (7.5YR-3/2) peu compact, très organique
10-20 cm	Sable argileux brun clair (7.5YR-4/3)
20-27 cm	Sable peu argileux gris clair (7.5YR-5/1) à nombreuses traces de racinelles, peu compact
27-43 cm	Sable beige gris (10YR-6/3) à plages grises (10YR-6/1) et traces de rouille
Vers 45 cm	Horizon sablo-argileux brun gris (10YR-4/1) contenant des cailloux roulés
Vers 62 cm	Argile plastique gris bleuté (GLEY2-5/10B), peu compacte (éch. : WP470-1)
62-86 cm	Idem, argile très plastique, peu compacte contenant des amas plus clairs
86-97 cm	Argile compacte, plastique
97-109 cm	Idem, présence de débris végétaux pourris
Vers 105 cm	argile bleu clair à traces de végétaux
109-120 cm	Argile de plus en plus claire, collante et peu compacte (éch. : WP470-2) - clay-C12.
Vers 115 cm	(GLEY2-7/5PB)
120-135 cm	Idem
135-144 cm	Contact net avec un sable bleu noirâtre (GLEY2-4/10B) plastique, à traces végétales (éch. : WP470-3)
144-170 cm	Le sable devient caillouteux (galets < 1 cm). Niveau difficile à creuser
170-180 cm	Sable hétérogène, caillouteux, non plastique, cohérent. Devient moins caillouteux vers le bas
180-200 cm	Argile limono-caillouteuse compacte, à amas verdâtres (éch. : WP470-4)

leuse et silteuse fine constituant la matrice sont largement dominantes et comprises entre 93 et 97 %. La fraction silto-sableuse est inférieure dans le tesson Aut-3 mais les proportions des différentes sous-classes granulométriques restent sensiblement les mêmes. Les mêmes classes de tailles sont présentes dans les trois tessons, avec une dominance des silts grossiers (16-31 µm) et des silts très grossiers (31-63 µm) ainsi qu'une absence notable de grains supérieurs à la catégorie des sables très fins (63-125 µm). La finesse des grains

Figure 4 : Pétrographie (LPA) d'un tessou montrant les fins grains de quartz détritiques et les paillettes de micas dans une matrice fine (nuances de gris).

Figure 4: Petrographic micrograph (XPL) showing the small detrital quartz grains and heated mica flakes in a fine clay matrix (greyscale).

de quartz permet d'accréditer leur origine naturelle. Le tessou Aut-3 impliquerait l'utilisation d'une matière première légèrement différente des deux autres sur le plan granulométrique ou le résultat d'une décantation.

La forme des courbes granulométriques cumulatives (fig. 6B) montre que les distributions granulométriques des tessous Aut-1 et Aut-5 sont régulières et très similaires, avec néanmoins la quasi-absence de grains de quartz entre 50 et 100 µm pour Aut-5. Le tessou Aut-3 se distingue légèrement par l'allure de sa courbe, avec plus de grains de quartz légèrement plus grossiers. Conjuguée à la proportion plus faible de quartz, l'analyse indique une argile légèrement différente et déposée dans un contexte énergétique un peu plus élevé que celui de l'argile utilisée pour la fabrication des tessous Aut-1 et Aut-5. L'analyse des indices granulométriques, calculés selon les formules de R.L. Folk (1974) montre un classement « moyen » et une asymétrie nulle ou quasi-nulle (tab. 2). Le diamètre du grain moyen est très proche pour ces deux distributions, avec une valeur de 60,06 µm pour Aut-1 et 56,73 µm pour Aut-5. Cette analyse sur les tessous accrédite l'usage d'argiles naturelles sans mélange. Les légères différences granulométriques observées sont à relier à une variabilité au sein de la couche d'argile exploitée. La fraction sableuse extraite de l'argile crue WP470-2 représente 1,1 % en poids de l'argile, compatible avec l'analyse granulométrique effectuée sur les tessous. La nature des grains terrigènes est identique à celles observées sur les céramiques.

Figure 5 : A) Image au microscope électronique à balayage d'une paillette de mica muscovite sur la surface externe d'un tessou; B) Spectres EDS parfaitement superposés obtenus sur une paillette de mica du tessou et une paillette issue de l'argile WP470-2.

Figure 5: A) Muscovite flake on the surface of a sherd imaged with a scanning electron microscope; B) Perfectly superposed EDX profiles acquired respectively on a mica flake from a sherd and a mica from the grey clay WP470-2.

Les analyses géochimiques

Les analyses géochimiques par LA-ICP-MS ont été effectuées sur treize tessous et cinq argiles crues (tab. 3) et croisées avec les résultats de la diffraction des rayons X. La teneur en alumine des pâtes céramiques est comprise entre 18 et 24 % (terres demi-maigres). Les teneurs en CaO sont faibles et plus variables (0,5 et 1,40 % poids) indiquant de légères variations dans le contenu en calcite. Les teneurs en K et Mg

Figure 6 : Analyses granulométriques par analyse d'images. A) Histogramme de fréquence (valeurs non-cumulatives); B) Courbes cumulatives.

Figure 6: Granulometric analysis obtained by image analysis. A) Frequency histograms (non-cumulative values); B) Cumulative curves.

Indices granulométriques			
	Moyenne	Classement	Asymétrie
Aut-1	60,06 µm	1,85	0
Aut-3	58,06 µm	1,89	0
Aut-5	56,73 µm	1,81	0,02

Tableau 2 : Indices granulométriques déterminés par analyse d'images sur lames minces de céramiques.

Table 2: Granulometric indices determined on thin-section of ceramics by image analysis.

sont attribuées à la présence d'illites et de micas dans la fraction argilo-silteuse de la pâte. Ces résultats sont compatibles avec le contenu minéral de l'argile grise WP470-2 identifié

par DRX et constitué majoritairement de kaolinite, d'illite et de quartz et pauvre en calcite. Les résultats montrent une très faible dispersion des valeurs obtenues sur les tessons quel que soit l'élément chimique considéré (tab. 3). Ces résultats accréditent une source unique pour l'argile.

Les argiles crues échantillonnées montrent une plus grande dispersion pour différents éléments majeurs et mineurs, en particulier en ce qui concerne la teneur en CaO. Seul l'échantillon d'argile plastique grise (WP470-2) se superpose bien à la composition des tessons.

L'analyse en grappes des pâtes céramiques et des argiles crues montre que les céramiques forment un groupe unique de composition (fig. 7A) comme le montre la très faible distance d'agrégation. Cette proximité chimique est égale-

Autelbas	Éléments majeurs (% d'oxydes)									Éléments mineurs (ppm)							
Tessons	SiO2	Al2O3	K2O	Fe2O3	MgO	CaO	TiO2	Na2O	P2O5	Ba	Rb	Sr	Li	B	Mn	V	Cr
T-1	70,27	20,57	3,03	2,59	1,13	0,77	0,92	0,17	0,14	417	155	109	241	131	152	193	138
T-2	65,95	24,02	3,18	3,16	1,18	0,67	1,10	0,19	0,11	394	177	122	257	151	111	201	160
T-4	67,27	22,78	3,15	3,10	1,27	0,62	1,12	0,18	0,09	392	173	105	246	146	134	205	157
T-C1 (Aut-1)	69,17	20,05	2,87	3,50	0,93	1,39	0,84	0,09	0,80	493	141	110	184	123	124	173	144
T-C2	70,79	18,86	2,66	3,59	0,93	1,02	0,82	0,10	0,86	447	141	125	157	100	345	180	146
T-C3 (Aut-3)	67,46	21,40	3,21	3,98	1,09	1,15	1,00	0,14	0,16	374	175	120	274	138	109	213	151
T-C4	70,58	19,67	2,95	3,66	1,04	0,54	0,96	0,12	0,12	333	160	95	188	136	109	193	137
T-C5 (Aut-5)	67,74	21,24	2,98	4,35	1,09	0,92	0,94	0,14	0,21	395	167	128	243	122	127	193	156
T-C6	70,94	18,97	2,79	4,16	1,01	0,61	0,98	0,12	0,06	331	154	98	231	136	150	191	138
T-C7	71,07	18,58	3,38	3,64	1,11	0,63	0,83	0,17	0,16	408	185	102	154	135	166	192	137
T-C8	70,93	18,35	2,80	4,88	0,93	0,55	0,90	0,18	0,07	449	160	83	154	108	122	180	135
T-C9	69,03	20,12	2,98	3,58	1,00	1,00	0,89	0,11	0,90	514	153	129	208	116	209	181	157
T-C10	68,84	19,90	2,76	4,05	0,88	1,34	0,91	0,11	0,80	451	134	99	156	89	154	157	136
Moyenne	69,23	20,35	2,98	3,71	1,05	0,86	0,94	0,14	0,35	415	160	110	207	125	155	189	146
Écart-type	1,70	1,67	0,21	0,59	0,11	0,30	0,09	0,03	0,35	55	15	14	44	18	64	14	9
Argiles crues	SiO2	Al2O3	K2O	Fe2O3	MgO	CaO	TiO2	Na2O	P2O5	Ba	Rb	Sr	Li	B	Mn	V	Cr
WP470-1	70,63	13,42	2,13	3,83	1,00	7,77	0,72	0,13	0,06	240	112	181	120	86	248	162	105
WP470-2	73,01	17,09	3,12	2,76	1,10	1,59	0,69	0,17	0,04	378	180	103	176	154	90	186	126
WP470-3	63,02	9,06	1,67	3,70	1,07	20,39	0,43	0,12	0,05	231	92	285	72	91	628	139	85
WP470-4	29,61	4,05	0,87	3,06	0,99	60,44	0,17	0,07	0,13	109	47	663	34	64	1078	65	50
WP469-1	87,24	5,64	1,10	3,93	0,52	0,41	0,51	0,08	0,17	181	73	38	29	48	882	91	60
L.D. (ppm)	< 100	~5	< 10	~1	<100	<150	0,023	<10	<100	0,005	0,0033	0,0006	0,1	0,033	0,176	0,004	0,32

Autelbas	Terres rares (ppm)															
Tessons	La	Ce	Pr	Nd	Sm	Eu	Gd	Tb	Dy	Ho	Er	Tm	Yb	Lu	Y	
T-1	44.69	88.84	9.26	33.35	6.11	1.35	4.18	0.66	4.38	0.77	2.38	0.36	2.67	0.33	19.39	
T-2	48.52	92.19	9.78	36.90	6.72	1.44	5.22	0.87	5.51	1.16	3.26	0.49	3.60	0.52	29.39	
T-4	49.21	94.57	10.17	37.71	6.95	1.44	4.66	0.70	4.07	0.82	2.54	0.40	2.82	0.40	20.74	
T-C1 (Aut-1)	32.45	70.67	7.64	25.93	5.03	1.11	3.85	0.53	3.34	0.69	2.13	0.32	2.20	0.30	22.38	
T-C2	37.97	74.22	8.05	27.72	5.40	1.15	3.68	0.53	3.22	0.61	1.86	0.29	1.91	0.28	19.81	
T-C3 (Aut-3)	38.68	87.63	9.02	30.89	5.62	1.12	3.87	0.73	3.68	0.90	2.23	0.42	2.63	0.46	21.39	
T-C4	40.89	91.34	9.53	31.07	5.59	1.30	4.84	0.84	4.35	1.03	2.63	0.47	3.01	0.49	25.96	
T-C5 (Aut-5)	35.97	80.01	8.31	28.88	5.13	1.09	3.52	0.68	3.63	0.86	2.20	0.40	2.65	0.44	20.86	
T-C6	34.58	76.74	7.60	26.54	4.72	0.99	3.42	0.62	3.29	0.78	1.94	0.36	2.23	0.36	20.34	
T-C7	42.38	86.02	9.05	31.76	5.29	1.03	3.44	0.55	3.34	0.69	1.93	0.28	2.12	0.30	16.51	
T-C8	45.00	85.73	10.24	39.22	6.93	1.48	4.97	0.77	4.27	0.90	2.57	0.36	2.68	0.38	22.23	
T-C9	35.74	81.38	8.48	29.15	5.29	1.10	3.49	0.48	3.06	0.60	1.79	0.28	1.90	0.28	19.16	
T-C10	35.15	69.26	7.08	26.15	4.17	0.92	2.81	0.48	3.11	0.71	1.98	0.31	2.21	0.30	62.18	
Moyenne	40,09	82,97	8,79	31,17	5,61	1,20	3,99	0,65	3,79	0,81	2,26	0,36	2,51	0,37	24,64	
Écart-type	5,48	8,31	1,02	4,48	0,85	0,19	0,72	0,13	0,70	0,16	0,41	0,07	0,48	0,08	11,73	
Argiles crues	La	Ce	Pr	Nd	Sm	Eu	Gd	Tb	Dy	Ho	Er	Tm	Yb	Lu	Y	
WP470-1	29.85	58.54	7.44	27.05	5.26	1.22	3.86	0.63	3.66	0.74	1.95	0.28	1.98	0.30	19.96	
WP470-2	43.11	82.62	8.14	28.40	4.84	1.02	4.02	0.60	3.80	0.80	2.28	0.34	2.58	0.36	20.05	
WP470-3	47.36	88.81	12.04	46.75	7.93	1.82	5.00	0.78	4.25	0.84	2.07	0.26	1.98	0.24	20.59	
WP470-4	64.25	99.11	13.89	51.28	8.74	1.99	6.42	1.02	5.76	1.17	3.11	0.45	2.52	0.46	32.61	
WP469-1	29.96	60.26	7.71	30.79	5.32	1.21	4.14	0.66	3.69	0.73	1.98	0.31	2.16	0.34	19.77	
L.D. (ppm)	0,0005	0,0003	0,0004	0,0010	0,0012	0,0004	0,0010	0,0002	0,0015	0,0005	0,0005	0,0004	0,0017	0,0003	0,0009	

Autelbas	Éléments mineurs et en traces (ppm)																		
Tessons	Be	Sc	Co	Ni	Cu	Zn	Zr	Nb	Mo	In	Sn	Sb	Cs	Hf	Ta	W	Pb	Th	U
T-1	2.64	18.93	13.57	38.60	15.56	49.72	133.96	23.71	0.63	0.16	3.96	0.95	12.39	3.71	1.47	2.43	8.78	15.73	2.95
T-2	3.06	21.20	13.77	51.19	41.26	59.34	176.52	26.95	0.57	0.23	5.17	1.41	14.47	4.83	1.69	2.59	13.03	18.93	3.33
T-4	3.10	21.00	13.12	46.65	28.04	45.97	163.70	27.91	0.63	0.16	4.66	0.96	13.62	4.78	1.62	2.76	9.08	17.71	3.28
TC1 (Aut-1)	2.79	18.12	12.64	54.69	40.39	55.07	152.63	22.86	0.41	0.12	4.57	0.58	10.79	4.22	1.66	2.42	17.37	14.36	3.45
TC2	2.64	17.53	13.44	47.56	22.50	51.68	130.88	21.93	0.40	0.11	4.22	0.53	11.37	3.76	1.68	2.34	17.78	15.22	3.29
TC3 (Aut-3)	2.98	19.18	13.22	48.72	34.85	41.76	178.16	23.33	0.46	0.12	3.94	0.68	14.95	4.08	1.77	2.54	16.79	15.58	3.28
T-C4	2.51	18.66	11.65	40.75	13.95	39.15	203.39	22.90	0.44	0.09	3.62	0.70	13.28	5.45	1.79	2.19	16.41	16.32	3.46
TC5 (Aut-5)	3.00	19.48	13.35	48.15	35.60	42.73	157.42	22.93	0.37	0.11	4.13	0.64	14.15	4.24	1.72	2.38	17.47	15.38	3.27
T-C6	2.73	17.96	12.62	40.24	23.74	39.93	129.60	22.16	0.46	0.10	3.85	0.54	12.90	3.55	1.76	2.27	16.09	14.95	3.00
T-C7	2.50	18.06	13.26	42.66	29.98	71.24	146.38	20.78	0.20	0.03	3.85	0.55	13.66	3.72	1.27	2.32	20.01	13.47	3.35
T-C8	2.77	18.99	7.98	49.65	30.13	84.55	125.03	24.17	0.92	0.03	3.61	0.69	11.87	3.53	1.49	2.45	22.44	14.70	5.20
T-C9	2.98	17.49	12.98	48.17	37.94	47.83	132.58	23.36	0.39	0.11	4.84	0.53	12.45	3.60	1.75	2.73	18.40	14.85	3.31
T-C10	2.61	18.92	11.00	46.44	33.04	55.03	253.45	22.25	0.53	0.08	3.61	0.64	8.18	7.05	1.11	2.17	15.02	13.08	3.09
Moyenne	2,79	18,88	12,51	46,42	29,77	52,62	160,28	23,48	0,49	0,11	4,16	0,72	12,62	4,35	1,60	2,43	16,05	15,41	3,40
Écart-type	0,21	1,16	1,57	4,65	8,79	13,10	36,40	1,96	0,17	0,05	0,51	0,25	1,80	1,00	0,21	0,18	3,88	1,58	0,56
Argiles crues	Be	Sc	Co	Ni	Cu	Zn	Zr	Nb	Mo	In	Sn	Sb	Cs	Hf	Ta	W	Pb	Th	U
WP470-1	2.63	16.73	10.26	34.18	32.42	88.65	110.92	17.16	0.33	0.10	2.32	0.38	8.07	2.70	0.99	1.67	12.50	9.62	2.20
WP470-2	2.10	16.15	8.25	33.91	21.05	59.56	151.84	18.07	0.13	0.01	3.54	0.43	14.04	4.18	1.10	2.06	19.76	19.18	3.30
WP470-3	1.60	13.02	13.60	41.38	28.19	113.29	62.44	10.42	0.68	0.02	1.70	0.57	7.03	1.71	0.55	1.17	39.97	8.92	2.55
WP470-4	1.29	8.33	5.69	22.47	11.73	69.23	96.69	3.78	0.36	0.05	1.23	0.26	3.23	1.09	0.25	0.50	20.06	5.82	2.65
WP469-1	1.34	8.23	12.26	26.69	16.47	86.49	70.70	10.49	0.49	0.05	1.69	0.68	4.39	1.92	0.71	1.14	20.26	8.28	2.18
L.D. (ppm)	0,01	0,018	0,002	0,019	2,193	0,029	0,0013	0,002	0,02	0,003	0,457	0,01	0,005	0,02	0,005	0,015	0,039	0,001	0,001

Tableau 3 : Résultats des analyses chimiques obtenus par LA-ICP-MS (3 parties).

Table 3 : Chemical analytical results acquired by LA-ICP-MS (3 sections).

ment très forte avec l'argile WP470-2 démontrant le lien de parenté entre cette dernière et les céramiques d'Autelbas. Les autres argiles s'écartent plus ou moins fortement des pâtes. Les profils de Terres Rares (normalisation par rapport aux chondrites) des tessons (profils noirs, fig. 7B) sont quasi identiques. Ils diffèrent toutefois de ceux des argiles analysées (profils bleus), surtout pour les Terres Rares Légères, à l'exception de celui de l'argile WP470-2 (profil rouge). Cette dernière présente dans la plaine alluviale correspond aux caractéristiques de la matière première utilisée par les potiers médiévaux.

La production céramique d'Autelbas présente des similitudes avec d'autres sites médiévaux. La matière première des pâtes céramiques médiévales de Nogara (Nord de l'Italie) est aussi d'origine alluviale, non-calcaire, sans dégraissant ajouté ni purification préalable (Maltoni *et al.*, 2012). Elles diffèrent des argiles d'Autelbas par un contenu minéralogique centré sur l'illite et une courbe granulométrique différente. Les céramiques carolingiennes de Bayeux (Normandie) présentent des pâtes homogènes et l'adjonction de dégraissants sableux est supposée (Delacampagne *et al.*, 2001). Leurs

analyses montrent une grande homogénéité chimique induisant ici aussi le recours à une matière première unique dont la source pourrait également être les nappes alluviales quaternaires locales héritant du substrat géologique triasique et crétacé. Après cuisson, les céramiques de Nogara et de Bayeux montrent également des variations de couleurs d'un tesson à l'autre et au sein d'un même tesson. Delacampagne *et al.* (2001) propose une post-cuisson réductrice pour les tessons à cœur gris clair ou noir.

La diffractométrie de poudres

La diffractométrie de poudre a été appliquée sur des tessons, des argiles crues mais aussi sur des argiles crues chauffées successivement à 490, 700, 800, 900, 1 000 et 1 100 °C (8 heures de chauffe à la température choisie en atmosphère du four, température maximale atteinte en 30 minutes, puis refroidissement porte fermée). La minéralogie des tessons a été déterminée et comparée à celle des argiles crues et chauffées en laboratoire (tab. 4).

Figure 7 : (Voir planche couleur) A) Dendrogramme établi sur base de 13 tessons et de 5 argiles d'Autelbas; B) Profil des Terres Rares normalisées par rapport aux chondrites. En noir : les tessons; en rouge : l'argile grise plastique dont la composition est proche de celle des tessons; en bleu : les argiles plastiques grises ou ocre locales testées.

Figure 7: (See colour plate) A) Cluster tree for 13 potsherds and 5 clays from Autelbas; B) Chondrite-normalized REE's profiles. Black: Ceramic sherds; red: Gray plastic clay with a similar composition to that of the sherds; Blue: Other tested gray plastic clays or local ocher.

Les phases identifiées dans les argiles crues sont le quartz (phase principale), la kaolinite, les illites/micas (complexe à 10 Å), un complexe de minéraux argileux à 14 Å (smectite + vermiculite + chlorite) et des traces de rutile. Les feldspaths ne font pas partie du cortège minéral. La calcite est identifiée dans les argiles grises et une des argiles sableuses ocre. Bien que la pyrite n'ait pas été formellement identifiée par DRX dans les argiles grises, l'observation de cristaux octaédriques d'oxydes de fer dans les tessons indiquerait sa présence dans la matière première.

Les spectres obtenus sur les tessons sont caractérisés par la disparition des réflexions des minéraux argileux à l'exception des raies de la muscovite persistant encore dans certains tessons, impliquant des cuissons dans une plage de tempé-

ratures assez large. Dans certains tessons, la disparition de la muscovite, s'accompagne de la néoformation de minéraux de plus haute température tels que la mullite et les plagioclases. La calcite, identifiée par DRX, EDS et spectrométrie Raman, provient d'une recarbonatation de la chaux et donc de la présence de calcite dans la matière première (dans la matrice et/ou sous forme d'inclusions carbonatées). La gehlénite ($\text{Ca}_2\text{Al}[\text{AlSiO}_7]$) apparaît dans les tessons cuits à partir de 900 °C. L'hématite est identifiée et classiquement responsable de la pigmentation orangée sur les parois externes des tessons.

La détermination de la température de cuisson des céramiques archéologiques a fait l'objet de nombreux travaux ces vingt dernières années (p. ex. Livingstone Smith, 2002; Rasmussen *et al.*, 2012). Différentes méthodes ont été proposées dont celle liée à l'identification de l'assemblage minéralogique par DRX et analyse pétrographique. Cette méthode tient compte des températures de déshydroxylation de certains minéraux argileux, de décarbonatation des carbonates, de néoformation de phases minérales... Seule une gamme de température peut être approchée par cette méthode. Les analyses faites sur le matériel céramique d'Autelbas concernent des tessons sur lesquels aucune trace de déformation ou de fendillement caractéristiques de surcuisson n'a pu être observée, sans toutefois pouvoir l'exclure totalement. L'ensemble des données recueillies permet de proposer une large gamme de température pour les céramiques d'Autelbas comprise entre 700 et 1 100 °C (valeurs extrêmes) et variable d'un tesson à l'autre et témoignerait de cuissons différentes. Les écarts de température semblent trop grands pour être expliqués par une position différente du pot dans le four de potier. Pour les tessons dont on enregistre les températures les plus élevées, des cuissons successives ne sont pas à exclure. Les minéraux identifiés lors des essais de chauffe au laboratoire sur les argiles de référence d'Autelbas sont présentés à la figure 8. Les minéraux formés expérimentalement sont en bon accord avec les conclusions tirées sur la minéralogie des céramiques archéologiques. À haute température, les argiles grises fortement carbonatées (WP470-1 et WP470-4) induisent la formation d'un pyroxène calcique et de gehlénite. Il faut toutefois signaler la formation d'hématite en abondance dans les argiles chauffées et l'acquisition concomitante d'une couleur rouge brique, indicatives de conditions plutôt oxydantes dans l'atmosphère du four. L'hématite est également présente dans les tessons mais en plus faible proportion. L'ensemble des données permet de scinder les tessons en deux groupes, le premier cuit à températures « moyennes », entre 700 et 800 °C et un second entre 800 et 1 000 °C, voire 1 100 °C. La figure 9 présente la texture d'une pâte céramique cuite entre 1 000 °C et 1 100 °C

Échantillons	Couleur	DRX											S.Mag. (m ³ /kg)	HCl	T° de cuisson (°C)
		M/I	Mull	Qz	Calc	Gehl	Hém	Rut	Pyrox	Plagio	Sm/Ch/V	Kaol			
Céramiques															
Aut-1	brun rose	-	X	X	-	X	(X)	X	(X)	-	-	-	8,25E-07	-	1 000-1 100
Aut-2	brun rose	-	-	X	X	(X)	(X)	X	-	-	-	-	1,05E-06	-	800-1 000
Aut-3	brun rose	-	(X)	X	-	X	X	X	-	(X)	-	-	1,07E-06	-	800-1 000
Aut-4	gris beige	-	X	X	-	X	X	X	-	(X)	-	-	1,90E-06	-	1 000-110
Aut-7	brun rose	(X)	X	X	-	(X)	X	X	-	-	-	-	3,70E-06	-	1 000-1 100
Aut-9	brun rose	X	-	X	X	(X)	X	X	-	-	-	-	1,72E-06	-	800-1 000
C1	rose	X	-	X	X	-	-	X	-	-	-	-		-	700-800
C2	gris beige	X	-	X	X	-	-	X	-	-	-	-		-	700-800
C3	brun beige	X	-	X	X	(X)	(X)	X	(X)	(X)	-	-		-	800-1 000
C4	gris beige	-	X	X	-	(X)	X	X	-	-	-	-		-	1 000-110
C5	gris beige	X	-	X	X	(X)	(X)	X	(X)	(X)	-	-		-	800-1 000
C6	gris	-	X	X	-	X	X	X	-	(X)	-	-		-	1 000-1 100
C7	gris beige	-	X	X	-	(X)	(X)	X	-	-	-	-		-	1 000-1 100
C8	brun rose	(X)	(X)	X	-	X	X	X	-	-	-	-		-	800-1 000
C9	gris beige	X	-	X	X	(X)	-	X	(X)	-	-	-		-	800-1 000
C10	rose brun	X	-	X	X	-	(X)	X	-	-	-	-		-	700-800
Argiles crues															
WP467-1	jaune ocre	X	-	X	-	-	-	X	-	-	-	X	1,05E-07	-	
WP467-2	ocre brun	X	-	X	-	-	-	-	-	-	-	X	8,81E-08	-	
WP468-1	ocre jaune	X	-	X	-	-	-	X	-	-	-	X	9,54E-08	-	
WP469-1	brune	X	-	X	-	-	-	X	-	-	-	X	2,11E-07	-	
WP470-1	grise	X	-	X	X	-	-	X	-	-	X	X	5,24E-08	+	
WP470-2	grise	X	-	X	X	-	-	X	-	-	X	X	4,79E-08	+	
WP470-3	grise	X	-	X	X	-	-	X	-	-	X	X	1,11E-07	+	
WP470-4	grise	X	-	X	X	-	-	-	-	-	X	X		+	
WP472	brun ocre	X	-	X	X	-	-	-	-	-	X	X	2,14E-07	+	

Légende : M/I = muscovite/illite ; Mull = mullite ; Qz = quartz ; Calc = calcite ; Gehl = gehlénite ; Hém = hématite ; Rut = rutile ; Pyrox = pyroxène calcique ; Plagio = plagioclases ; Sm/Ch/V = smectite/chlorites/vermiculite ; Kaol = kaolinite ; S.Mag. = susceptibilité magnétique ; HCl : réaction à l'acide chlorhydrique 2N.

Tableau 4 : Résultats de l'analyse diffractométrique et de la Susceptibilité magnétique mesurés sur tous les échantillons.

Table 4 : Results of diffractometry and magnetic susceptibility analyses performed on all samples.

dont les micropores sont en partie dus à la transformation de la kaolinite en métakaolinite (transformation s'opérant déjà à partir de 490 °C).

D'autres analyses sont en cours comme la détermination expérimentale plus précise des températures de cuisson en suivant la méthode préconisée par Rasmussen *et al.* (2012). Des analyses complémentaires porteront également sur des tessons issus de plusieurs sites de consommation. Les mesures de la susceptibilité magnétique des tessons et des argiles cuites à différentes températures (pas de 100 °C), s'ils apportent des résultats intéressants, nécessitent toutefois la détermination de la paragenèse magnétique, en particulier pour ce qui concerne les tessons zonés, afin de comprendre

les mécanismes thermiques complexes mis en jeu et d'aborder la technologie des potiers médiévaux.

7. CONCLUSIONS

Les résultats présentés ici proviennent à la fois d'observations, d'analyses comparatives qualitatives mais aussi d'analyses (semi)quantitatives, destructives et non destructives, appliquées tant sur les tessons de la céramique d'Autelbas que sur les argiles estimées être les matières premières des potiers. L'ensemble des méthodes employées a permis de dresser la fiche d'identité de la céramique d'Autelbas et de

Figure 8 : Minéraux identifiés par DRX à partir du traitement thermique des argiles locales de référence.

Figure 8: Minerals identified by XRD analysis of local clays used as references and after successive thermal treatments.

Figure 9 : Image au MEB en électrons rétrodiffusés d'une fracture fraîche dans un tessou d'Autelbas (C4) montrant la matrice argileuse et plusieurs inclusions cristallines. Les grains arrondis de quartz dans la gamme granulométrique des silts grossiers et la matrice argileuse vitrifiée ont été identifiés par EDS. La température de cuisson du tessou C4 est estimée entre 1 000 et 1 100 °C. Le tessou présente des vides de taille micrométrique alignés.

Figure 9: Backscattered electron micrograph of a fresh fracture surface through an Autelbas sherd (C4) showing the clay matrix and several sizeable crystalline inclusions. Rounded coarse silt-sized grains of quartz and the vitrified clay matrix composition were identified by EDS. The firing temperature of sherd C4 is estimated between 1 000 and 1 100 °C. The potsherd shows numerous oriented micron-sized vugs.

caractériser le contenu minéralogique de la production céramique.

Les critères pour reconnaître la céramique d'Autelbas (hors typologie) :

- céramique tournée;
- couleur saumon, orange-gris à l'extérieur, parfois grise;
- nombreux tessons zonés, à cœur gris et surfaces de teinte orange ou saumon;
- pâte très fine « bien cuite » avec ou sans pores non interconnectés;
- des grains de quartz dans la gamme granulométrique des silts. La fraction sableuse est en proportion très faible;
- très fines paillettes de muscovite bien visibles à la surface des tessons;
- un classement granulométrique assez bon;
- éclats fréquents coniques en surface des tessons ayant pour origine des inclusions ferriques;
- occasionnellement présence d'empreintes de graminées;
- rares spots calcitiques;
- composition chimique précise de la pâte, riche en alumine.

La géochimie permet de montrer que les tessons étudiés de la céramique d'Autelbas sont fabriqués avec une seule et même argile alumineuse (riche en kaolinite), très peu carbonatée. Ce faible à très faible contenu en carbonates des pâtes permet la cuisson des céramiques à des températures élevées sans déformation. Les argiles alluviales d'Autelbas à contenu élevé en carbonates et cuites en laboratoire montrent une fusion partielle du matériau au-delà de 1 000 °C. Ces argiles calcaires n'ont pas été utilisées par les potiers médiévaux d'Autelbas qui ont clairement effectué une sélection de leur matière première. La recherche des sources amène à une correspondance avec une argile grise à débris végétaux trouvée à environ 1 m de profondeur, dans la vallée du ruisseau d'Autelbas et à proximité immédiate des fours de potiers. On notera toutefois que d'autres argiles à débris végétaux d'aspect similaires trop carbonatées ne sont pas utilisées. Un seul horizon d'épaisseur pluridécimétrique a été exploité en fosse. Les argiles sédimentaires du Membre de Hondelange, affleurant au-dessus des fours de potiers ne sont pas une source de matière première.

Sur base des tessons étudiés, nous n'observons pas de différence dans la composition des pâtes entre la vaisselle culinaire et la vaisselle de table.

La signature géochimique, pétrologique et minéralogique établie, l'étude comparative des céramiques interprétées comme fabriquées à Autelbas peut être entreprise pour en évaluer sa distribution.

Remerciements

Les auteurs remercient vivement les relecteurs anonymes pour leur contribution dans l'amélioration du manuscrit et de la présentation des résultats.

Le Laboratoire ICP-MS du Field Museum de Chicago a été soutenu par des fonds du NSF (BCS-0320903), de la Museum's Anthropology Alliance et par une donation anonyme; l'aide de Rebecca Deeb et du Dr Laure Dussubieux, membres du laboratoire, nous a été très précieuse. Merci également au D^r Yves Vanbrabant (SGB-IRSNB) pour les analyses effectuées en Spectrométrie Raman et à Anne Laurys, infographiste (SGB-IRSNB).

Bibliographie

- BASSO E., CAPELLI C., PIA RICCARDI M., CABELLA R., 2008. A particular temper: mineralogical and petrographic characterization of ceramic fabrics with glauconitic inclusions. *ArchéoSciences*, 32 : 93-97.
- BELANGER I., LALOUX M., BOULVAIN F., MONTEYNE R., sous presse, 2013. Carte géologique Habay-la-Neuve – Arlon (68/7-8) et Sterpenich (69/5) et notice explicative. Service Public de Wallonie Ed, 40 p.
- BIANCHINI G., MARROCCHINO E., MORETTI A., VACCARO C., 2006. Chemical-mineralogical characterization of historical bricks from Ferrara: an integrated bulk and micro-analytical approach, dans M. Maggetti et B. Messiga (éds). *Geomaterials in Cultural Heritage*. Geological Society, London, Special Publications, 257 : 127-140.
- BLOTT S.J., PYE K., 2001. Gradistat, a grain size distribution and statistics package for the analysis of unconsolidated sediments. *Earth Surface Processes and Landforms*. John Wiley & Sons Ltd, 26 : 1237-1248.
- BOULVAIN F., BELANGER I., DELSATE D., GHYSEL P., GODEFROIT P., LALOUX M., MONTEYNE R., ROCHE M., 2001. Triassic and jurassic lithostratigraphic units (Belgian Lorraine), dans P. Bultynck et L. Dejonghe (éds). Guide to a revised lithostratigraphic scale of Belgium, *Geologica Belgica*, 4/1-2, p. 113-119.
- BRULET R., VILVORDER F., DELAGE R., 2010. *La céramique romaine en Gaule du Nord. Dictionnaire des céramiques. La vaisselle à large diffusion*. Brepols Publishers Ed., 464 p.
- CAHEN A., GRATIA H., CAHEN D., 1978. Vestiges de La Tène et dépotoir carolingien à Hamipré. *Archaeologia Belgica*, 202, Bruxelles : 23-30.
- DE MEULEMEESTER J., 2000. Etalle/Buzenol : la fortification médiévale de Montauban. *Chroniques de l'archéologie wallonne*, 8, Namur, 166-167.
- DELACAMPAGBE F., JARDEL K., SAVARY X., DUFOURNIER D., 2001. Deux fours de potiers carolingiens à Bayeux (Calvados). *Archéologie médiévale*, 30-31 : 67-84.
- DE MEULEMEESTER J., FAIRON G., 2000. Attert/Nobressart : le *Burgknapp* de Heinstert, une fortification de terre de type « petite enceinte circulaire ». *Chroniques de l'archéologie wallonne*, 8 : 165.
- ELLIOTT S., KNOWLES M., KALINITCHENKO I., 2004. A new direction in ICP-MS. *Spectroscopy*, 19 (1) : 30-38.
- FAIRON G., 1994. *Les fouilles de l'officine des potiers*, dans Catalogue du musée Archéologique d'Autelbas, 30-63.
- FOLK R.L., 1974. *Petrology of sedimentary rocks*. Hemphill Publishing Company, Austin, Texas, 182 p.
- FROH J., 2004. Archaeological ceramics studied by scanning electron microscopy. *Hyperfine Interactions*, 154 : 159-176.
- GLASCOCK M.D., 1992. Neutron activation analysis, dans H. Neff (éd.). *Chemical Characterization of Ceramic Pastes in Archaeology*. Prehistory Press, Madison, 11-26.
- GOLITKO M., 2011. Provenience investigations of ceramic and obsidian samples using laser ablation inductively coupled plasma mass spectrometry and portable X-ray fluorescence, dans J.E. Terrell et E.M. Schechter (eds). *Exploring Prehistory on the Sepik Coast of Papua New Guinea*. Fieldiana Anthropology New Series No. 42. Field Museum of Natural History, Chicago : 251-287.
- GOLITKO M., TERRELL J.E., 2012. Mapping prehistoric social fields on the Sepik coast of Papua New Guinea: ceramic compositional analysis using laser ablation-inductively coupled plasma-mass spectrometry. *Journal of Archaeological Science*, 39 : 3568-3580.
- GRATUZE B., BLET-LEMARQUAND M., BARRANDON J.-N., 2001. Mass spectrometry with laser sampling: A new tool to characterize archaeological materials. *Journal of Radioanalytical and Nuclear Chemistry*, 247 (30) : 645-656.
- HUS J., GEERAERTS R., 1998. The Direction of Geomagnetic Field in Belgium since Roman times and the Reliability of Archaeomagnetic Dating. *Physics and Chemistry of the Earth*, 23 (9-10) : 997-1007.
- JUNGEN F., FAIRON G., HOSSEY G., 1985. Un four de potier carolingien à Autelbas-Barnich. *Archaeologia Belgica*, 1 : 77-80.
- KULEFF I., DJINGOVA R., 1998. Mean concentration of elements determined in Ohio Red Clay. *Journal of Radioanalytical and Nuclear Chemistry*, 237 (1-2) : 3-6.
- LIVINGSTONE SMITH A., 2002. Bonfire II : the return of pottery firing temperatures. *Journal of Archaeological Sciences*, 28 : 991-1003.
- LOËS M.F., 1908. Le Luxembourg romain. *Annales de l'Institut archéologique du Luxembourg*, 43 : 128.
- MALTONI S., SILVESTRI A., MARITAN L., MOLIN G., 2012. The Medieval lead-glazed pottery from Nogara (north-east Italy):

- a multi-methodological study. *Journal of Archaeological Science*, 39, p. 2071-2078.
- MATTHYS A., GRATIA H., 1983. La fortification du « Haut de la Cour » à Mellier. *Archaeologia Belgica*, 253 : 83-86.
- OUTAL S., 2006. *Quantification par analyse d'images de la granulométrie des roches fragmentées : amélioration de l'extraction morphologique des surfaces, amélioration de la reconstruction stéréologique*. Thèse de doctorat inédite de l'École des Mines Paris, 2006, 217 p.
- PALANIVEL R., MEYVEL S., 2010. Microstructural and microanalytical study (SEM) of archaeological pottery artefact. *Romanian Journal of Physics*, 55 (3-4) : 333-341.
- PEARCE N.J.G., PERKINS W.T., WESTGATE J.A., GORTON M.T., JACKSON S.E., NEAL C.R., CHENERY S.P., 1997. A compilation of new and published major and trace element data for NIST SRM610 and SRM612 glass reference materials. *Geostandards Newsletter*, 21 : 114-115.
- RASMUSSEN K.L., DE LA FUENTE G.A., BOND A.D., MATHIESEN K.K., VERA S.D., 2012. Pottery firing temperatures : a new method for determining the firing temperature of ceramics and burnt clay. *Journal of Archaeological Sciences*, 39, p. 1705-1716.
- RODUIT N., 2007. *JMicrovision : un logiciel d'analyse d'images pétrographiques polyvalent*. Thèse de doctorat de la Faculté des sciences de l'Université de Genève, 116 p.
- SHARRAT N., GOLITKO M., WILLIAMS P.R., DUSSUBIEUX L., 2009. Ceramic production during the middle Horizon: Wari and Tiwanaku clay procurement in the Moquegua Valley, Peru. *Geoarchaeology*, 24 (6) : 792-820.
- SPEAKMAN R.J., NEFF H., 2005. The Application of Laser Ablation-ICP-MS to the Study of Archaeological Materials: An Introduction, dans R.J. Speakman et H. Neff (eds). *Laser Ablation-ICP-MS in Archaeological Research*. Albuquerque, University of New Mexico Press, 1-16.
- STRAVAKEVA D., 2008. Chemical and petrographical characteristics of pottery fragments from the Neolithic and Chalcolithic site Bulgarchevo, Blagoevgrad region, dans R. I. Kostov, B. Gaydarska et M. Gurova (eds). *Geoarchaeology and Archaeomineralogy*. Proceedings of the International Conference, 29-30 October 2008 Sofia, Publishing House "St. Ivan Rilski", Sofia, 55-59.
- TITE M.S., 2008. Ceramic production, provenance and use – A Review. *Archaeometry*, 50 : 216-231.
- VANBRABANT Y., 2012. *Rapport d'analyse minéralogique d'un échantillon archéologique. Tesson de poterie : Aut-2*. Rapport inédit du Service géologique de Belgique, 16 p.
- ZIMMER J., 1996. *Die Burgen des Luxemburger Landes, Band I, Die archäologisch und bauhistorisch untersuchten Burge von Befort, Bourscheid, Fels, Luxemburg, Vianden*. Éditions Saint-Paul, Luxembourg, 442 p.