ArcheoSciences

Revue d'archéométrie

29 | 2005

Varia

Les os brûlés de Paso Otero 5 : un témoignage possible de l'utilisation de l'os comme combustible par des chasseurs-cueilleurs de la fin du Pléistocène en Argentine

Delphine Joly, Ramiro Javier March et Gustavo Martinez

Édition électronique

URL : <https://journals.openedition.org/archeosciences/533>

DOI : 10.4000/archeosciences.533

ISBN : 978-2-7535-1594-9

ISSN : 2104-3728

Éditeur

Presses universitaires de Rennes

Édition imprimée

Date de publication : 31 décembre 2005

Pagination : 83-93

ISSN : 1960-1360

Référence électronique

Delphine Joly, Ramiro Javier March et Gustavo Martinez, « Les os brûlés de Paso Otero 5 : un témoignage possible de l'utilisation de l'os comme combustible par des chasseurs-cueilleurs de la fin du Pléistocène en Argentine », *ArcheoSciences* [En ligne], 29 | 2005, mis en ligne le 31 décembre 2007, consulté le 01 février 2022. URL : <http://journals.openedition.org/archeosciences/533> ; DOI : <https://doi.org/10.4000/archeosciences.533>

Les os brûlés de Paso Otero 5 : un témoignage possible de l'utilisation de l'os comme combustible par des chasseurs-cueilleurs de la fin du Pléistocène en Argentine

Delphine JOLY*, Ramiro Javier MARCH* et Gustavo MARTINEZ**

Résumé : Le site de Paso Otero 5 (Argentine) se caractérise par une forte proportion d'os brûlés. Situé dans la Pampa humide (province de Buenos Aires), ces os sont les seuls témoins de combustion dans un environnement pauvre en combustible ligneux. C'est pourquoi l'hypothèse d'une utilisation de l'os comme combustible a été rapidement évoquée. À partir de techniques descriptives et d'analyses physico-chimiques (analyse CHN-RC, diffraction des rayons X, MEB) nous avons pu définir le degré de combustion, et les processus diagenétiques qui ont altéré ces os et ainsi conclure à une probable utilisation de l'os comme combustible puis de préciser la fonction du site.

Abstract: Paso Otero 5 site (Argentina) is characterised by a large proportion of burnt bones. Situated in Humid Pampa (Province of Buenos Aires), these bones are unique combustion's remains in a poor environment in fuelwood. That's why, hypothesis of a bone utilisation as fuel was rapidly evoked.

Their study with descriptive techniques and physico-chemical analysis (CHN-A, X-ray diffraction, SEM) permit to define their combustion degree and diagenetical processes, which altered these bones. We concluded to a probable bone utilisation as fuel then we precised the site function.

Mots-clés : CHN-RC, diffraction des rayons X, MEB, os brûlés, chasseurs-cueilleurs, Pampa Argentine.

Key-words: Argentine Pampa, burnt bones, CHN-A, hunters-gatherers, SEM, X-ray diffraction.

Introduction

L'os brûlé est un témoin de combustion (*stricto sensu* Laloy, 1981¹) souvent découvert dans les sites archéologiques. Sa présence est attestée partout dans le monde à des époques très diverses. Il est particulièrement intéressant de l'étudier, car il peut être à la fois un vestige de la faune existante, un témoin de combustion et un reste alimentaire. L'hypothèse selon laquelle l'os aurait servi de combustible est fréquemment signalée. C'est une possibilité souvent étudiée expérimentalement (Nicholson, 1993 ; Théry-Parisot, 2001 ; Costamagno *et al.*, 1999). Elle est cependant rarement prouvée. La présence d'os brûlés peut aussi être accidentelle, ou être le résultat d'autres intentions (nettoyage...). Étudier les os altérés thermiquement permet justement d'essayer de déterminer comment ils ont été brûlés et, de cette façon, de définir comment cela s'intègre dans l'analyse du site, des techniques de combustion et des techniques culinaires.

Cet article porte sur les résultats obtenus lors de l'étude d'un site archéologique de chasseurs-cueilleurs argentins : Paso Otero 5, situé sur les rives du Quequén Grande (province de Buenos Aires), qui se caractérise par une très forte concentration d'ossements, paraissant en partie brûlés. L'étude des os de ce site a été réalisée dans le cadre du projet : « *Évolution et adaptation humaine autour de la région des plaines et lagunes de la rivière Quequén Salado, Province de Buenos Aires (Argentine)* ». Ce projet consiste en une approche archéologique régionale de l'étude des stratégies adaptatives des chasseurs-cueilleurs habitant les régions de plaines et lagunes de la province de Buenos Aires depuis la fin du Pléistocène jusqu'aux périodes historiques.

Paso Otero 5 est un site de plein air situé dans la Pampa humide, sur la rive droite du Rio Quequén Grande. Il se situe au sixième niveau d'inondation (Holliday *et al.*, 2003). Il est relativement ancien pour cette région puisqu'il a été daté par radiocarbone de 10190 +/- 120 ans B.P. ; c'est-à-dire de la fin du Pléistocène Supérieur (12000-10000

¹ « Est témoin de combustion tout ce qui, dans son aspect ou dans sa structure, aura été modifié par l'action du feu. »

* UMR 6566 Civilisations Atlantiques et archéosciences, CNRS, Université de Rennes 1, Campus de Beaulieu, bât. 24-25, 35042 RENNES Cedex, France.
delphine.joly@yahoo.fr

** INCUAPA (Facultad de Ciencias Sociales, UNCPBA) OLAVARRIA, Argentina.

ans B.P.). D'après l'analyse globale de l'ensemble du site, il semblerait que ce pourrait être une halte de chasse de courte durée (Martinez & Gutierrez, 2004).

Comme beaucoup de sites pampéens de plein air, il contient essentiellement des restes osseux (environ 22 kg) et peu de restes lithiques. Les espèces identifiées sont principalement de la mégafaune, plus particulièrement du *megatherium americanum*, et du lama guanaco (Martinez & Gutierrez, 2004). Quant aux restes lithiques, il s'agit essentiellement d'éclats et de micro-éclats. Mais, ce qui fait sa spécificité, c'est la présence, parmi ces os d'une importante quantité de fragments dont l'apparence fait penser qu'ils pourraient être brûlés. En effet, pour cette période, il existe peu de foyer généralement dépourvus de restes de combustibles ou de roches et sont situés en abris sous roche. À Paso Otero 5, aucun foyer n'est, *a priori*, visible. Seule la présence d'os pouvant avoir été brûlés peut attester d'une activité liée à la combustion. Comme c'est généralement le cas dans cette zone, aucun charbon n'a été découvert.

Dans ce site, seuls quelques restes de grande dimension ont pu être déterminés. La majorité des restes, de petite taille ne sont pas identifiables. D'ailleurs, les restes osseux inférieurs à 5 cm représentent 74 % du poids total des os. Il s'agit d'une des principales caractéristiques des os de ce site à laquelle on peut ajouter la multiplicité des colorations. La faible quantité d'os reconnaissables a aussi rendu difficile la définition du degré de fragmentation. Néanmoins, vu les espèces identifiées (mégafaune et guanaco), il y a probablement une fragmentation importante car il s'agit d'espèces de grande taille. En effet, la taille maximale d'un fragment est de 25 cm. Les plus grands fragments appartiennent à la mégafaune. Mais, tous ceux de taille inférieure à 5 cm ne peuvent être attribués à des mégamammifères ou à des espèces plus petites car parfois l'épaisseur de l'os n'est pas entière.

En ce qui concerne les colorations, elles sont variées. Nous avons observé la couleur principale de chaque fragment car beaucoup comporte plus d'une teinte (51 %). La couleur dominante (ayant la plus grande surface sur le fragment) observée est la couleur ocrée d'environ 31,5 % des fragments. Ensuite il y a 25,4 % de fragments dont la couleur principale est le noir, 20,4 % sont à dominante blanche et 15,9 % des fragments sont rosés. Bien que l'ocré soit le plus souvent la couleur dominante des fragments, ce n'est pas elle qui apparaît sur le plus grand nombre de fragments. En effet, c'est le noir qui le plus souvent présente sur les fragments, suivi du blanc et seulement ensuite de l'ocré. Par ailleurs, nous avons constaté que les couleurs observées sur un même fragment semblaient suivre un ordre particulier. En effet, lorsqu'il y a plusieurs teintes sur un même fragment, le blanc et le bleu sont toujours superposés au noir ou aux teintes rosées. Par contre les colorations rosées entourent le noir. D'après la simple observation, et avant toute analyse plus poussée, il semblerait que la couleur ocrée serait celle des os non brûlés tandis que le noir serait plutôt signe de carbonisation et le blanc signe de calcination.

Cette variété des colorations semblait indiquer une combustion d'une partie au moins des ossements de ce site. Mais leur variété pouvait laisser présager la possibilité de contaminations, souvent présentes dans les os (Shahack-Gross *et al.*, 1997). C'est pourquoi le recours à différentes analyses physico-chimiques nous a paru nécessaire.

Donc, les objectifs de notre recherche étaient, pour ce site, à la fois de déterminer si ces ossements d'apparence brûlée l'étaient ou non, d'essayer de définir la nature de cette combustion (type et conditions de thermoaltération, températures atteintes) et enfin de déterminer les causes qui auront pu la produire par l'utilisation de différentes analyses physico-chimiques ajoutées à une analyse plus traditionnelle basée sur l'observation des os brûlés et non brûlés. De plus, cela doit permettre de confirmer l'anthropocité du site.

Méthodes et matériel

Afin d'analyser les os brûlés de ce site, nous avons sélectionné trois méthodes d'analyses qui nous paraissaient complémentaires, la microscopie électronique à balayage (MEB), l'analyse CHN-RC et la diffraction des rayons, des méthodes que nous avons déjà utilisées sur des os brûlés expérimentalement en four, à différentes températures et pour différentes durées (Joly et March, 2003). Ces différentes méthodes ont été par ailleurs déjà utilisées fréquemment avec succès sur des os brûlés ou non, afin de définir leur degré de combustion ou de transformation liée au processus de taphonomie.

Le MEB est une technique d'analyse plutôt courante, souvent utilisée avec des os expérimentaux récents, afin de déterminer comment l'os se transforme avec la chaleur (Shipman *et al.*, 1984 ; Susini, 1988 ; Nicholson, 1993 ; Stiner *et al.*, 1995). Mais, les résultats obtenus dépendent en grande partie du type d'os et de l'espèce utilisés (Nicholson, 1993).

Dans cette étude, nous avons utilisé deux microscopes électroniques à balayage : le premier (JEOL JSM-6301F) pour avoir des images de bonne qualité ; le second (JEOL JSM-6400) pour des images par électrons secondaires et par électrons rétro diffusés permettant de différencier les éléments lourds des légers. Un analyseur de type EDS (Energy Dispersive Spectrometry), de marque Oxford Isis, couplé avec le second, analyse la composition élémentaire d'une zone ou d'un point. Nous avons également comparé nos résultats avec ceux obtenus précédemment, expérimentalement (Joly et March, 2003).

L'analyse CHN est souvent employée uniquement sur le collagène contenu dans l'os (Brain & Sillen, 1988 ; Stiner *et al.*, 1995 ; Nicholson, 1998) et un rapport C/N est souvent calculé. Nous utilisons une méthode proche mais en analysant toute la matière contenue dans l'os (y compris la partie inorganique) en ajoutant à l'analyse du carbone, de l'hydrogène et de l'azote, celle des résidus cendreaux (RC) c'est-à-dire la partie minérale de l'os. Les mesures ont été réalisées sur des microanalyseurs appartenant

² SCA, échangeur de Solaize, B.P. 22, 69390 VERNAILLON.

au service central d'analyses du CNRS². Cette analyse consiste à mesurer les teneurs en pourcentage de masse de carbone, d'hydrogène, d'azote et de résidus cendreux contenus dans un échantillon réduit en poudre. Le carbone provient essentiellement de la partie organique. Mais il peut aussi provenir de la partie minérale de l'os. En effet, l'hydroxylapatite contient toujours une certaine quantité de carbonate sous forme de carbonate hydroxylapatite $\text{Ca}_5(\text{PO}_4)_{3-x}(\text{CO}_3)_x\text{OH}_{x+1}$ (Person *et al.*, 1995 ; Reiche *et al.*, 2002). L'azote quant à lui est uniquement présent dans la partie organique. L'hydrogène peut appartenir à la partie organique et à la partie minérale tandis que les résidus cendreux représentent la partie inorganique. Les trois premiers éléments diminuent en pourcentages

si l'os est brûlé ou altéré tandis que les résidus cendreux augmentent.

Afin de déterminer les températures de combustion de nos échantillons, nous avons comparé les résultats archéologiques avec des résultats expérimentaux obtenus préalablement (Joly et March, 2003) pour des chauffés sur des os de chevreuil (*Capreolus capreolus*) de une, trois et vingt-quatre heures. Grâce à cela, nous avons pu définir des fonctions-puissance et avons pu faire une moyenne des températures obtenues pour chaque élément selon la durée (fig. 1). Certaines courbes ont un coefficient de corrélation moins important que d'autres. L'azote notamment a des coefficients de corrélation faibles (0,88 pour une heure, 0,894 pour trois heures et 0,71 pour

Teneur en carbone dans les échantillons expérimentaux

- 1 heure $y = 629,479x^{-0,457}$ $r = 0,956$
- △ 3 heures $y = 612,064x^{-0,525}$ $r = 0,956$
- 24 heures $y = 448,637x^{-0,466}$ $r = 0,947$

Teneur en hydrogène dans les échantillons expérimentaux

- 1 heure $y = 322,115x^{-0,747}$ $r = 0,947$
- △ 3 heures $y = 258,334x^{-0,860}$ $r = 0,984$
- 24 heures $y = 204,597x^{-0,680}$ $r = 0,826$

Teneur en azote dans les échantillons expérimentaux

- 1 heure $y = 315,602x^{-0,473}$ $r = 0,880$
- △ 3 heures $y = 280,378x^{-0,549}$ $r = 0,879$
- 24 heures $y = 251,622x^{-0,453}$ $r = 0,736$

Teneur en résidus cendreux dans les échantillons expérimentaux

- 1 heure $y = 0,002x^{2,839}$ $r = 0,936$
- △ 3 heures $y = 0,000x^{3,261}$ $r = 0,970$
- 24 heures $y = 0,000x^{6,779}$ $r = 0,941$

Figure 1 : Les courbes de corrélation du carbone, de l'hydrogène, de l'azote et des résidus cendreux.

Figure 1: Carbon, hydrogen, nitrogen and ashes residues correlation curves.

vingt-quatre heures). Cela provient peut-être des teneurs non mesurables, inférieures à 0,2 % de masse.

La diffraction des rayons X (Shipman *et al.*, 1984 ; Susini, 1988 ; Stiner *et al.*, 1995 ; Person *et al.*, 1996 ; Reiche *et al.*, 2002 ; Joly et March, 2003) permet à la fois de déterminer la température de cuisson et d'indiquer la diagenèse à partir de la composante inorganique de l'os. L'utilisation de la diffraction des rayons X devrait conforter les résultats liés aux températures, obtenus par analyse CHN-RC et déterminer avec plus de précision l'impact de la diagenèse. En effet, la détermination des températures se fait par comparaison directe entre les mêmes résultats obtenus expérimentalement, précédemment et les échantillons archéologiques. En diffraction des rayons X, l'hydroxylapatite est facilement reconnaissable car elle a un pic vers 35-40° 2 θ CoK α (très large lorsqu'elle n'est pas chauffée mais qui s'affine et se divise à mesure que la température de chauffe augmente. Nous avons comparé les diffractogrammes des os archéologiques avec ceux des échantillons expérimentaux. La comparaison porte sur le pic précédemment cité, car c'est le plus reconnaissable. Pour mesurer l'importance de la diagenèse, on utilise l'indice de cristallinité (CI). C'est un calcul qui inclue la mesure de plusieurs pics de diffraction de l'hydroxylapatite (fig. 2) et qui a déjà été utilisé plusieurs fois (Person *et al.*, 1995 ; Reiche *et al.*, 2002). Le calcul se présente ainsi : (a+b+c)/h.

Il existe également une autre méthode de calcul (Bartsiokas et Middleton, 1992). Mais nous avons choisi d'utiliser la première méthode pour nos diffractogrammes. Le calcul de cet indice permet d'établir le degré de diagenèse dans un os à partir du pic de diffraction. Plus

Figure 2 : Les pics mesurés pour déterminer l'indice de cristallinité en DRX (selon Person *et al.*, 1995).

Figure 2: Measured peaks for determinate cristallinity index with XRD (according to Person *et al.*, 1995).

l'indice est élevé, plus l'hydroxylapatite est cristallisée (Nielsen-Marsh & Hedges, 1999 ; Reiche *et al.*, 2002). Dans le cas d'os non brûlé, cette recristallisation est due uniquement à un phénomène diagénétique. Mais, dans notre cas, il est possible que la combustion joue un rôle tout comme la diagenèse. Il a permis de démontrer que c'est le milieu qui influe sur le niveau de la diagenèse et pas la durée d'enfouissement. D'autre part, les changements de la cristallinité d'un ossement non brûlé ne dépendent pas de la qualité de conservation de la matière organique (Person *et al.*, 1996). Pour la diffraction des rayons X, l'appareil utilisé est un Philips X'PERT PW3710 ; Les spectres de DRX sont mesurés avec une radiation CoK α ($\alpha=1,789\text{\AA}$), avec un pas de 0,020°2 θ et un temps de comptage par pas de 2s.

noms	N°	couleurs	MEB	Diffraction des RX	Analyse CHN-RC
C1 NE 60-65 2	1	ocré	non	oui	oui
C3 SE 40-45 1	2	ocré	non	oui	oui
C1 SE 45-50 9	3	ocré	oui	oui	oui
C1 SE 50-55 26	4	noir	non	oui	oui
	5	blanc	non	oui	oui
	6	rosé	non	oui	oui
C1 SE 55-60 15	7	rosé-bleu	non	oui	oui
	8	noir	non	oui	oui
C1 SE 65-70 4c	9	rosé-bleu	non	oui	oui
	10	rosé	non	oui	oui
	11	noir	non	oui	oui
C1 SO 65-70 1	12	bleu	non	oui	oui
	13	noir	non	oui	oui
C5 SE 55-60 7	14	noir	non	oui	oui
	15	rosé	non	oui	oui
C2 SE 45-50 1	16	blanc	non	oui	oui
C3 NO 50-55 8	17	blanc	non	oui	oui
C4 SE 45-50 5	18	blanc	non	oui	oui
C5 NE 50-55-10	19	rosé-bleu-blanc	oui	non	non
C1 SO 45-50-21	20	noir-rosé-bleu	oui	non	non
C5 SE 55-60-7	21	rosé-noir	oui	non	non
C1 SE 45-50-9	22	bleuté-rosé	oui	non	non

Tableau 1 : Les échantillons utilisés lors des différents analyses.

Table 1: Samples used for different analysis.

Nous avons sélectionné vingt-deux fragments provenant de différents niveaux et carrés (tab. 1) et de couleurs variées. Pour certains échantillons, nous avons pu analyser différentes teintes provenant d'un même fragment. Les différentes analyses ont été réalisées sur les mêmes fragments pour l'analyse CHN-RC et la diffraction des rayons X. Par contre, pour le MEB, nous avons dû sélectionner quatre autres fragments, ayant une surface plus grande, et représentatifs, par leur aspect et leurs coloris variés (ocré, noir et rosé, bleuté, rosé puis noir et bleuté/rosé mélangé) (tab. 1). L'ensemble des fragments et donc tous nos échantillons ont été nettoyés dans une solution diluée à 1 Mole d'acide acétique afin de débarrasser tous les restes du carbonate de calcium très présent dans le site. Puis, ils ont été soumis aux différentes analyses pré-citées.

Résultats

Après avoir observé la surface des échantillons au MEB (surface externe et parfois interne), nous avons constaté qu'il ne nous était pas possible de déterminer si les os de Paso Otero 5 étaient brûlés ou non grâce à cette méthode. En effet, l'aspect de ces os étant très érodé, même en comparant avec nos résultats expérimentaux, nous n'avons pu obtenir de résultats probants. Par contre, nous avons pu observer de nombreuses contaminations d'origine organique et minérale. Les contaminations

organiques sont aisément reconnaissables et concernent plus particulièrement le milieu de conservation. En effet, dans la coupe de l'échantillon 20, à l'intérieur du fragment, nous avons observé la présence d'un fragment de diatomée (fig. 3). D'autre part, nous avons observé sur l'échantillon 22 les restes de deux coquillages, collés sur l'os (fig. 3). Ils se composent essentiellement de 42,76 % de carbone et de 6,09 % de calcium. Il s'agit, en partie, de carbonate de calcium (CaCO_3) issu des coquilles (mesures prises grâce à la sonde X (système EDS) couplée au MEB). Ces éléments semblent confirmer la présence d'eau durant une période suffisante à l'apparition d'une flore et d'une faune.

Par ailleurs, l'analyse par sonde X a donné des renseignements intéressants concernant les contaminations minérales. Les principaux éléments contenus dans les échantillons sont le calcium et le phosphore, qui font partie de la partie minérale de l'os, et le carbone qui provient soit de la carbonate hydroxylapatite, soit de la matière organique. Ils apparaissent en pourcentages variables, généralement élevés, dans toutes nos mesures. Cependant, nous avons aussi pu constater la présence d'éléments minéraux n'appartenant pas à la structure osseuse. Ces différents éléments sont généralement présents en faible quantité ou sont concentrés dans les fentes et les pores de l'os. Parmi ces contaminations, selon les échantillons, nous avons constaté la présence de ce qui pourrait être du carbonate de calcium (CaCO_3),

Figure 3 : Fragment de diatomée (x 500) et reste de coquillages (x 55 et x 200) au MEB.

Figure 3: Diatomea fragment and shell remains by SEM.

de l'oxyde de magnésium, du quartz (échantillon 19). Cela pourrait aussi être de l'argile type illite ($(\text{Si}_{(4-x)}\text{Al}_x)\text{O}_{10}(\text{Al})_2(\text{OH})_2(\text{K})_x$) ou chlorite ($(\text{Si}_{(4-x)}\text{O}_{10}(\text{R}^{2+})_3(\text{OH})_2(\text{R}^{3+}_x, \text{R}^{2+}_{(3-x)})(\text{OH})_6$) avec $\text{R}^{2+} = \text{Fe}^{2+}$ ou Mn^{2+} et $\text{R}^{3+} = \text{Al}^{3+}$ ou Fe^{3+}), en raison d'éléments de moindres pourcentages comme l'aluminium, le fer ou le potassium dans ce même échantillon et dans l'échantillon 22 (fig. 4). Dans ce cas, elles seraient présentes en plus fortes quantités recouvrant la fente de l'os où ont été prises les mesures tandis que la cartographie indique que le reste de la surface n'est pas ou peu contaminée (fig. 4). Nous avons également relevé la présence de fer et de manganèse. Il semblerait que le fer soit toujours associé à une argile, ce qui nous conduit à dire qu'il est improbable qu'il ait coloré les os. Quant au manganèse, nous en avons trouvé dans l'échantillon 20, dans la zone noirâtre. De plus, une teneur élevée en manganèse a été mesurée (10,15 %). Il s'agit plutôt d'un oxyde, ou bien alors d'une dendrite située dans une fente de l'échantillon 20 et qui est très dispersé dans la cartographie. Ainsi, grâce au MEB, nous avons pu déterminer le type de contaminations présentes dans les fragments osseux et leur influence sur la coloration des os. D'après nos résultats, il semblerait donc que les contaminations minérales n'aient pas eu un impact nous empêchant d'observer un degré de combustion.

D'après les résultats de l'analyse CHN-RC (fig. 5), il semblerait que, comme nous l'avons observé, les échantillons 1, 2 et 3, de couleur ocrée ne seraient pas ou peu brûlés avec des teneurs en carbone élevées et de résidus cendreux faibles, preuve de la présence de matière organique. Néanmoins, les échantillons 4 et 14 (noirs) ont des teneurs encore plus élevées en carbone et plus faibles de résidus cendreux. Par conséquent, il semble indiquer qu'ils ont subi une combustion moins importante. Par contre, les autres échantillons noirs (8, 11 et 13) montrent un degré de combustion supérieur que nous pourrions attribuer à la carbonisation du fait de leur coloration. Il en va de même pour les échantillons rosés (6, 7, 9, 10 et

15) qui semblent avoir atteint un degré de combustion assez semblable. Par contre, les échantillons bleutés (12) et blancs (5, 16, 17 et 18) indiquent des températures plus élevées peut-être plutôt liées à la calcination (fig. 7).

Bien que ces résultats soient intéressants, ils demeurent imprécis. C'est pourquoi, nous les avons comparés avec nos résultats expérimentaux pour des os brûlés une, trois et vingt-quatre heures dans un four entre 100 et 1000°C (tab. 2). Nous avons ainsi pu calculer, grâce aux courbes de corrélation obtenues avec les résultats expérimentaux (fig. 1) des températures plus précises qui correspondraient aux valeurs maximales des températures atteintes par les os.

Les résultats obtenus pour Paso Otero 5, tout élément confondu, sont compris entre 300 et 1000°C. La température moyenne des échantillons sélectionnés est d'environ 522°C.

D'après les pourcentages de carbone obtenus, la plupart des échantillons archéologiques auraient été brûlés entre 300 et 400°C, mais quelques exceptions montent jusqu'à 700°C environ. L'hydrogène et les résidus cendreux indiquent des températures comprises entre 300 et 900°C, avec une majorité d'échantillons compris entre 300 et 600°C. En ce qui concerne l'azote, la totalité des restes analysés auraient une température comprise entre 300 et 1000°C. Donc, quel que soit l'élément, tous les échantillons donnent des températures supérieures à 300°C, même les échantillons que nous considérons comme non brûlés.

Figure 4 : Le spectre du point 2 de l'échantillon 22 et la cartographie de la zone (image, image rétro-diffusée, C, Na, Mg, Si, P, Ca) par MEB.
Figure 4: Point 2 spectrum of sample 22 and area cartography (C, Na, Mg, Si, P, Ca) by SEM.

Échantillons	1h	3h	24h
1	—	—	—
2	—	—	—
3	—	—	—
4	439°C	434°C	348°C
5	756°C	733°C	640°C
6	516°C	509°C	423°C
7	554°C	545°C	462°C
8	473°C	466°C	377°C
9	592°C	580°C	493°C
10	528°C	521°C	429°C
11	493°C	487°C	399°C
12	576°C	562°C	477°C
13	559°C	549°C	461°C
14	357°C	352°C	268°C
15	495°C	489°C	401°C
16	837°C	716°C	615°C
17	779°C	747°C	635°C
18	760°C	728°C	621°C

Tableau 2 : Estimations des températures moyennes (CHN-RC) par rapport aux échantillons expérimentaux pour une, trois et vingt-quatre heures.

Table 2: Average temperatures estimations comparatively with experimental samples for one, three and twenty four hours.

C'est toujours le carbone qui indique la température la plus basse. Donc, il n'y aurait pas d'échantillon non brûlé. Or, certains échantillons paraissaient non brûlés (ocrés) et ne sont pas ou peu contaminés d'après le MEB. Ils indiquent des températures parfois très élevées (pour l'azote, des températures proches de 700 à 800°C suivant la durée). Nous attribuons ce problème à la diagenèse, c'est-à-dire, l'altération chimique post-dépositionnelle des os (Price *et al.*, 1992). Ce serait un phénomène qui dépend du milieu de conservation des os et non de la durée d'enfouissement (Person *et al.*, 1995). Dans notre cas, cela pourrait être lié à la conservation dans un milieu d'inondation (Martinez & Gutierrez, 2004).

Figure 6 : La corrélation entre le CI et la température moyenne des échantillons archéologiques.

Figure 6: Correlation between CI and archeological bones medium temperatures.

L'azote est particulièrement sensible à la diagenèse ainsi que le carbone. Par conséquent, il est probable que les ossements non brûlés qui contiennent plus de matière organique sont plus sensibles à la diagenèse que les os brûlés. Dans le cas qui nous intéresse, les trois ossements ocrés (1, 2, et 3) seraient peu ou pas brûlés, malgré des teneurs en carbone et d'azote, particulièrement faibles. L'hypothèse de l'action de la diagenèse est renforcée par l'observation des ossements paraissant non brûlés et extrêmement friables. Cela s'expliquerait par la disparition d'une partie de la matière organique, d'où perte de la cohésion de la structure osseuse. D'autre part, la datation au radiocarbone n'a donné de résultat que pour un ossement brûlé. Les ossements non brûlés ne semblaient pas contenir assez de matière organique. Donc, il semble probable que la diagenèse dans ce site fut importante et a surtout altéré les os non brûlés.

Teneurs en CHN-RC pour les échantillons de PO5 (% de masse)

Figure 5 : Graphiques des pourcentages de carbone, d'hydrogène, d'azote et de résidus cendreux pour les échantillons de Paso Otero 5.

Figure 5: Carbon, hydrogen, nitrogen and ashes residues percentages graphics for samples from Paso Otero 5.

Figure 7 : La répartition spatiale des os brûlés : plan des os par niveau de combustion et par concentration.

Figure 7: Burnt bones spatial repartition : bones map by combustion degree and concentration.

En ce qui concerne les os archéologiques blancs et craquelés que nous considérons comme les températures les plus élevées, selon la durée, elles sont comprises entre 600 et 800°C environ. Nous n'avons pas tenu compte des résultats de l'azote, en contradiction avec les autres. Car, ces os blancs sont plus vraisemblablement calcinés.

Grâce aux températures moyennes, nous pouvons déterminer une durée approximative de combustion, qui

semblerait avoir été plutôt courte (Joly et March, 2003). En effet, nous considérons qu'il faut des températures élevées pour blanchir des os, vers 650 à 700°C. Donc, la durée de combustion a dû se situer entre une et trois heures à des températures supérieures à 700°C, allant même jusqu'à 837°C pour l'échantillon 16. Parmi les échantillons, plusieurs appartenaient au même fragment d'os, mais avaient une coloration différente. L'analyse

N°	couleurs	températures diff RX	CI
1	ocré	300-400	0,28
2	ocré	300-400	0,43
3	ocré	300-400	0,31
4	noir	600°C	0,48
5	blanc	800-1000°C	1,4
6	rosé	600°C	0,33
7	rosé/bleu	700°C	0,73
8	noir	500-600°C	0,43
9	rosé/bleu	700°C	0,63
10	rosé	600°C	0,48
11	noir	600°C	0,39
12	bleu	700°C	0,9
13	noir	600°C	0,6
14	noir	500-600°C	0,37
15	rosé	500-600°C	0,32
16	blanc	900-1000°C	1,51
17	blanc	800-900°C	1,55
18	blanc	800-900°C	1,45

Tableau 3 : Les températures obtenues par la diffraction des rayons X et l'indice de cristallinité.

Table 3 : Temperatures achieved by X-ray diffraction and crystallinity index.

CHN-RC a donné des températures différentes en accord avec leurs colorations. Le fragment (C1 SE 50-55 26) qui comporte trois colorations distinctes (échantillons 4, 5 et 6) a donné des températures, allant d'une carbonisation plus ou moins intense pour les échantillons noir et rosé (entre 300 et 450°C environ) à la calcination. Le fragment (C1 SE 55-60 15) (échantillons 7 et 8) donne en moyenne, des températures comprises entre 460 et 550°C pour la partie rosée et bleutée (7) et entre 370 et 470°C pour la zone noire (8). Nous n'avons pas pu déterminer une durée car elles sont toutes vraisemblables par rapport aux températures. C1 SE 65-70-4c (tab. 1) compte trois couleurs différentes superposées : un mélange de rose et de bleu (9), une coloration rosée (10) et du noir (11). Il semblerait que les températures soient comprises entre 300 et 600°C selon l'élément et la durée. Les températures pour une heure se situent entre 500 et 600°C environ selon l'échantillon. Cela paraît un peu trop élevé pour la zone carbonisée ce qui pourrait indiquer une durée de combustion plus longue. Dans ce cas, les températures sont comprises entre 400°C pour la zone carbonisée, 430°C pour la zone rosée interne et presque 500°C (493°C) pour la partie externe. Comme le précédent, le fragment C1 SO 65-70-1, qui appartient au même niveau pourrait avoir brûlé longtemps, entre 400°C et 600°C. C5 SE 55-60-7 donne des températures moins élevées que pour le fragment précédent, entre 250 et 400°C pour la partie noire et plus élevées, proches de 400-500°C pour la zone rosée.

Grâce à l'analyse CHN-RC, nous avons pu déterminer la présence d'une diagenèse importante, notamment sur les os non brûlés. Nous avons également pu nous faire une idée approximative de la durée de chauffe et constaté qu'elle semble variée selon l'échantillon. C'est un résultat intéressant qui semble indiquer plusieurs épisodes de chauffe.

Comme pour l'analyse précédente, nous avons comparé les diffractogrammes des échantillons archéologiques de

Paso Otero 5 avec ceux de nos échantillons expérimentaux. Nous avons ainsi, par l'observation, obtenu des températures ou des intervalles de températures (tab. 3). Globalement, nos résultats sont moins précis et donnent des températures plus élevées. De même, nous ne pouvons pas différencier les os noirs des os rosés alors que nous le pouvons pour l'analyse CHN-RC. Mais, nous savons, grâce à l'expérimentation, que la transition entre les colorations noires et les colorations plus claires est très rapide, puisqu'en 100°C, la teinte a complètement changé (Joly et March, 2003). D'autre part, même si les résultats de la diffraction des rayons X indiquent des températures nettement plus élevées que ceux de l'analyse CHN-RC, ces températures indiquent bien le même degré de combustion. Ainsi, les os carbonisés (noir ou rosé) sont dans l'intervalle de températures appropriées tout comme les os calcinés. Seuls les os non ou peu brûlés donnent, là aussi des températures trop élevées.

Il est probable que ces résultats proviennent de la diagenèse, déjà observée avec l'analyse CHN-RC. Afin de mieux la définir, nous avons utilisé l'indice de cristallinité (CI) (tab. 3) présenté plus haut (fig. 2). D'après les résultats obtenus, plus la température est élevée, plus l'indice de cristallinité l'est également (fig. 6). Néanmoins, certains indices sont relativement faibles (proche de 0,3) pour des os non brûlés (donnant des températures de 300-400°C) et des os brûlés entre 500 et 600°C. Donc, cela pourrait peut-être indiquer que les indices, pour des températures inférieures à 600°C, donnent des résultats avec peu ou pas de corrélation avec les températures mais plutôt avec la diagenèse tandis que pour les températures supérieures à 600°C, c'est bien le degré de combustion qui est en relation avec l'indice de cristallinité. Donc, il semblerait qu'il y ait corrélation entre le degré de combustion et l'indice de cristallinité. D'ailleurs, nos indices sont globalement élevés par rapport à ceux obtenus par Person *et al.*, 1996 et Reiche *et al.*, 2002, dont les valeurs ne dépassent pas 0,6 sauf pour un os brûlé (1,31), alors que nos résultats sont compris entre 0,28 et 1,55. Néanmoins, il est possible de définir s'il y a diagenèse, car les os non brûlés donnent aussi des indices importants. Donc, la diffraction des rayons X semble confirmer les résultats obtenus avec l'analyse CHN-RC. Une partie des os de Paso Otero 5 est brûlée et avec une taphonomie est importante, nettement visible sur les os non brûlés. De plus, grâce aux analyses avec le MEB, nous savons que la couleur est un critère fiable puisqu'il y a peu de contaminations et qu'elles n'influent pas ou peu sur la coloration.

Discussion

Grâce à ces informations, nous avons pu réaliser une répartition spatiale des os selon leur niveau de combustion (fig. 7). Le site est composé de cinq carrés de deux mètres de côté, car il s'agit de fouilles réalisées jusqu'en 1999 et les fragments osseux se répartissent, sur toute la surface, sur quarante-cinq centimètres d'épaisseur. Il y a des os brûlés et non brûlés dans tous les niveaux et tous les carrés. Cela pourrait résulter de la présence d'eau qui aurait déplacé une partie des os. En

effet, les os les plus lourds (os de mégafaune non brûlés) sont plutôt concentrés dans les carrés 1-3, plutôt vers le niveau 60-65. Néanmoins, deux zones subsistent, situées à des niveaux différents, où la quantité d'os brûlés est plus importante même si des os non brûlés sont présents. Il s'agit des carrés 1 et 3 (niveau 55-60) avec plutôt des os carbonisés et au sud, dans le carré 5 (niveau 45-50) où les os sont plus petits et calcinés.

D'après la répartition spatiale, il est probable que les os ne soient plus en place. Cependant, la présence de deux concentrations, à des niveaux et avec des degrés de combustion différents pourraient signaler la présence de restes de foyers ou de vidanges qui ne seraient plus totalement en place. Malgré nos essais de détermination de durée avec l'analyse CHN-RC, il ne nous a pas été possible de déterminer une durée pour ces deux zones de plus fortes densités car nous n'avions pas assez d'informations.

Grâce à l'utilisation combinée de méthodes d'analyse physico-chimiques et de l'observation de la collection osseuse découverte à Paso Otero 5, nous avons essayé d'interpréter quelle a pu être l'utilisation des ossements brûlés et plus généralement quelle a été la fonction de ce site. Tout d'abord, les résultats obtenus semblent indiquer que la combustion des os est anthropique. En effet, leurs colorations et les températures atteintes, parfois très élevées semblent indiquer que les os n'ont pas brûlés uniformément, donc qu'un incendie naturel est improbable. De plus, les os ne devaient pas être enfouis car même enterrés à des profondeurs peu importantes, les os ne calcinent pas (McKinley, 1994). D'autre part, la quantité d'os brûlés semblent indiquer que cette combustion était intentionnelle, car il semble improbable qu'un tel nombre d'ossements reposent sur le sol où des foyers ont été allumés. Donc, la combustion des os semble avoir été volontaire. Comme cela représente une grande quantité, l'hypothèse qui vient la première à l'esprit est que ces os ont été utilisés comme combustible. En effet, la Pampa humide est connue comme une zone peu ou pas arborée (Politis *et al.*, 1990), donc l'utilisation de l'os comme combustible paraît une hypothèse intéressante. Il est possible, cependant, que du bois ait été utilisé car du fait du lessivage, les charbons ont pu disparaître. D'ailleurs, il semblerait qu'il soit nécessaire d'utiliser du bois en complément à l'os pour initier la combustion (Théry-Parisot, 2001). Mais l'idée d'une utilisation de l'os comme palliatif à une absence ou rareté du combustible ligneux reste intéressante. Si c'est le cas, les deux petites concentrations présentes à des niveaux différents, contenant pour l'une surtout des fragments carbonisés et pour l'autre, des fragments plus petits calcinés, pourraient être les restes de deux foyers ou des vidanges de foyer. Mais, le lessivage du sol, qui a sans doute bouleversé l'organisation spatiale ne nous permet pas de privilégier l'un ou l'autre. Il est également possible que les os aient été brûlés pour nettoyer la zone et la débarrasser d'une quantité d'os importante. Cependant, le nettoyage des os par la combustion est généralement envisagé pour des sites dont la durée d'installation est plus longue ce qui rend nécessaire de se débarrasser des déchets osseux et beaucoup d'os non brûlés subsistent dans le site.

D'autre part, la grande quantité d'os brûlés et la présence de deux petites concentrations situées à des niveaux et avec des degrés de combustion différents remettent en question l'idée que ce site est une halte de chasse de courte durée (Martinez & Gutierrez, 2004), proche de celle qui a été définie par Binford (1983), réoccupée plusieurs fois dans un laps de temps relativement bref. Il serait donc possible d'envisager l'hypothèse d'un site d'abattage, qui expliquerait la grande quantité de restes osseux, ou du moins d'une zone plus particulièrement spécialisée dans ce domaine. L'os aurait été utilisé comme combustible par nécessité ou opportunisme. Cependant, le site n'étant que partiellement fouillé lors de notre étude, il est possible que la zone inexplorée apporte de nouveaux renseignements.

Il existe d'autres exemples de sites archéologiques et ethnographiques où l'os a été utilisé comme combustible. En Nouvelle-Zélande, des sites récents (750 à 650 ans B.P.) contenant des quantités très importantes d'os de Moa volontairement brûlés (environ 12 et 97 kg) ont été découverts (Kooyman, 1990). D'autre part, aux abris Castanet et Pataud, il semblerait que la présence de fortes quantités d'os « calcinés » avec peu de charbon de bois proviennent de foyers dans lesquels l'os était utilisé comme combustible, pendant l'Aurignacien (Théry-Parisot, 2001) et au-delà. À l'abri Pataud, la plupart des esquilles d'os brûlés proviennent de foyer en cuvette (Thiébaud, 1982). En ce qui concerne les données ethnographiques, les Nunamiuts (Binford, 1978) brûlent les os pour économiser le combustible végétal.

Conclusion

L'utilisation de différentes méthodes d'analyses physico-chimiques et l'observation des os brûlés nous a permis d'obtenir des résultats intéressants. En effet, si chacune de ces méthodes est insuffisante à définir comment un os a été brûlé, ces différentes méthodes, ensemble, donnent de bons résultats et permettent à la fois de définir la conservation des os, le milieu de conservation, la température de combustion et parfois une durée approximative, ce qui permet de réfléchir à la fonction de ces os brûlés et même du site. Dans notre cas, cette étude nous a permis de confirmer l'idée qu'une partie des os étaient brûlés et qu'ils avaient subi une diagenèse en rapport avec la présence de l'eau, ce qui nous a permis de définir l'utilisation probable de ces os comme combustible et d'émettre une nouvelle hypothèse concernant la fonction de ce site.

Bibliographie

- BARTSIOKAS, A., MIDDLETON, A.P., 1992 - Characterization and dating of recent and fossil bone by X-ray diffraction. *Journal of Archaeological Science*, 19: 63-72.
- BINFORD, L.R., 1978 - *Nunamiut ethnoarchaeology*. Academic Press, New York.
- BINFORD, L.R., 1983 - *In pursuit of the past*. Thames and Hudson, London.

- BRAIN, C.K., SILLEN, A., 1988** - Evidence from the Swartkrans cave for the earliest use of fire. *Nature*, 336: 464-466.
- COSTAMAGNO, S., GRIGGO, C., MOURRE, V., 1999** - Approche expérimentale d'un problème taphonomique : utilisation de combustible osseux au Paléolithique. *Préhistoire européenne*, 13 : 167-194.
- HOLLIDAY, V., MARTÍNEZ, G., JOHNSON, E., BUCHANAN, B., 2003** - Geoarchaeology of Paso Otero 5 (Pampas of Argentina). In L. Miotti, M. Salemme y N. Flegenheimer eds. *Ancient evidences for paleo south americans: from where the south winds blow*. Center for the Studies of the First Americans (CSFA) and Texas A&M University Press, College Station, 37-43.
- JOLY, D., MARCH, R. J., 2003** - Etude des ossements brûlés : nouvelles méthodes pour la définition des températures. In M.-C. Frère-Sautot (ed.), *Le feu domestique et ses structures au Néolithique et aux Âges des Métaux*. Actes du colloque international de Bourgen-Brcsse et Beaune. Collection préhistoires 9. Éditions Monique Mergoïl, Montagnac, 299-310.
- KOOYMAN, B., 1990** - Moa procurement: communal or individual hunting. In L. B. Davis & B. O. K. Reeves (eds.), *Hunters of the recent Past*, Unwim Hyman, London. 15: 327-351.
- LALOY, J., 1981** - Recherches d'une méthode d'exploitation des témoins de combustion préhistorique. *Cahiers du centre de Recherches Préhistoriques*, UER d'Art et d'Archéologie, Université de Paris I, 167 p.
- MCKINLEY, J. I., 1994** - Bone fragment size in British cremation burials and its implications for pyre technology and ritual. *Journal of Archaeological Science*, 21: 339-342.
- MARTÍNEZ, G., GUTIÉRREZ, M., 2004** - Tendencias en la explotación humana de la fauna durante el Pleistoceno final-Holoceno en la Región Pampeana (Argentina). *Zooarchaeology of South America*, BAR International Series, 1298; editado por Guillermo L. Mengoni Goñalons, Oxford, 81-98.
- NICHOLSON, R. A., 1993** - A Morphological Investigation of Burnt Animal Bone and an Evaluation of its Utility in Archaeology. *Journal of Archaeological Science*, 20: 411-428.
- NICHOLSON, R. A., 1998** - Bone degradation in a compost heap. *Journal of Archaeological Science*, 25: 393-403.
- NIELSEN-MARSH, C. M., HEDGES, R. E. M., 1999** - Bone porosity and the use of mercury intrusion porosimetry in bone diagenesis studies.
- PERSON, A., BOCHERENS, MARIOTTI, A., RENARD, M., 1996** - Diagenetic evolution and experimental heating of bone phosphate. *Palaeogeography, Palaeoclimatology, Palaeoecology*, 126: 135-149.
- PERSON, A., BOCHERENS, H., SALIÈGE, J. F., PARIS, F., ZEITOUN, V., GÉRARD, M., 1995** - Early diagenetic evolution of bone phosphate: An X-ray diffractometry analysis. *Journal of Archaeological Science*, 22: 211-221.
- POLITIS, G. G., SALEMME, M. C., 1990** - Pre-hispanic mammal exploitation and hunting strategies in the eastern Pampa subregion of Argentina. In L. B. Davis & B. O. K. Reeves (eds.), *Hunters of the recent Past*, Unwim Hyman, London. 15: 352-372.
- PRICE, T. D., BLITZ, J., BURTON, J., EZZO, J. A., 1992** - Diagenesis in prehistoric bone: Problems and solutions. *Journal of Archaeological Science*, 19: 513-529.
- REICHE, I., VIGNAUD, C., MENU, M., 2002** - The crystallinity of ancient bone and dentine: New insights by transmission electron microscopy. *Archaeometry*, 44: 447-459.
- SHAHACK-GROSS, R., BAR-YOSEF, O., WEINER, S., 1997** - Black-coloured bones in Hayonim Cave, Israël: Differentiating between burning and oxide staining. *Journal of Archaeological Science*, 24: 439-446.
- SHIPMAN, P., FOSTER, G. and SCHOENINGER, M., 1984** - Burnt bones and teeth: an experimental study of color, morphology, crystal structure and shrinkage. *Journal of Archaeological Science*, 11: 307-325.
- STINER, M. C., KUHN, S. L., WEINER, S., BAR-YOSEF, O., 1995** - Differential burning, recrystallisation, and fragmentation of archaeological bones. *Journal of Archaeological Science*, 22: 223-237.
- SUSINI, A., 1988** - Études des caractéristiques biophysiques des tissus calcifiés humains (os, émail, dentine) soumis à des traitements thermiques. Applications anthropologiques et médicales. Thèse de doctorat, Université de Genève, Suisse.
- THÉRY-PARISOT, I., 2001** - Économie des combustibles au Paléolithique. Expérimentation, Taphonomie, Anthracologie. CNRS-Éditions Col. Dossiers de Documentation Archéologique, Paris, 20.
- THIÉBAULT, S., 1982** - Études sur les aires de combustion paléolithiques en France. *Cahiers du centre de Recherches Préhistoriques*, 8 : 10-32.