Chapitre 10

Approches expérimentales appliquées à l'étude des processus de combustion des matériaux osseux

Matthieu Lebon[1], Sandrine Costamagno[2], Isabelle Théry[3]
1- UMR 7194 CNRS – Histoire Naturelle de l'Homme Préhistorique,
Département de Préhistoire du MNHN, Paris, France
2- UMR 5608 CNRS – TRACES. Université Toulouse-Jean Jaurès, Toulouse, France
3- UMR 7264 CNRS – CEPAM. Université de Nice Sophia Antipolis, Nice, France

10.1 Introduction

Les restes osseux présentant des traces de chauffe peuvent être particulièrement abondants au sein des ensembles archéologiques. Ces restes peuvent provenir de différentes activités humaines : c'est le cas par exemple d'une exposition au feu lors de la cuisson de la viande, de l'élimination d'un déchet, voire même de l'utilisation de l'os comme combustible. Les restes brûlés peuvent aussi provenir d'activités cultuelles comme dans le cas de rites funéraires impliquant la crémation des corps [1]. Ces vestiges peuvent également avoir une origine accidentelle : exposition à des feux naturels ou exposition indirecte lorsqu'ils sont enfouis dans le sédiment sous un foyer [2]. Selon la cause de la combustion, les matériaux osseux subissent des modifications plus ou moins importantes au niveau de leur morphologie et de leur structure. Les modifications des propriétés mécaniques et physico-chimiques des restes osseux chauffés induisant une conservation différentielle de ces restes, l'identification du matériel chauffé et son analyse sont souvent indispensables afin d'identifier les biais taphonomiques potentiellement engendrés par la combustion sur un ensemble archéologique donné. Cette identification n'est cependant pas toujours aisée en raison de processus taphonomiques pouvant modifier les caractéristiques morphoscopiques et notamment la couleur des ossements. La présence d'oxyde de fer ou de manganèse dans les sédiments peut par exemple conduire à une coloration brune ou noire plus ou moins marquée des ossements [3, 4]. Le recours à des techniques de caractérisation physico-chimique a ainsi été utilisé pour identifier des marqueurs permettant de discriminer les ossements chauffés et non chauffés, préciser les températures de

chauffe, ou encore l'état de l'os au moment de la chauffe (frais, sec, voire partiellement fossilisé). Ces travaux reposent en général sur une démarche expérimentale au cours de laquelle du matériel moderne est chauffé dans différentes conditions, plus ou moins contrôlées, pour ensuite être analysé d'un point de vue macroscopique, microscopique, moléculaire ou isotopique. Outre la mise en évidence des altérations subies par les restes osseux après combustion, ces approches expérimentales ont permis de mieux appréhender l'influence de la chauffe sur la conservation relative des ensembles osseux archéologiques et de dégager des signatures archéologiques permettant d'identifier l'origine de la combustion des ossements.

10.2 Altération des restes osseux due à la chauffe

10.2.1 Modifications de couleur, de texture, et de morphologie

La modification de la couleur est certainement l'un des changements les plus caractéristiques de l'os au cours de la chauffe. Les premières modifications interviennent dès 180-200 °C avec la combustion de la matière organique qui donne une coloration brune de plus en plus sombre aux ossements qui deviennent complètement noirs vers 300°C. Au-delà de 400 °C, la matière organique carbonisée est progressivement dégradée à son tour et la coloration devient de plus en plus claire, passant ainsi du noir au gris jusque 650 °C puis au blanc vers 700 °C, c'est la phase de calcination de l'os [5] (Figure 1). Différents stades de chauffe ont ainsi été proposés par Stiner *et al.* [6] en se basant sur la coloration et la proportion de la surface de l'ossement affectée par la chauffe. La température n'est pas le seul paramètre déterminant la coloration. Des études expérimentales ont montré que la durée de chauffe et la saturation en oxygène dans l'environnement de combustion pouvaient nuancer la couleur [7, 8]. L'absence d'oxygène en milieu réducteur peut limiter l'oxydation de la matière organique carbonisée et la coloration noire peut se maintenir jusqu'au-delà de 700 °C. Par ailleurs, la calcination d'ossements partiellement fossilisés ayant subi un enrichissement post-dépositionnel même minime de manganèse (Mn^{2+} ou $Mn^{3+/4+}$) avant la chauffe conduit à une coloration bleu-turquoise caractéristique (Figure 2). Cette coloration est attribuable à la présence d'ions Mn^{5+} au sein de la maille apatitique recristallisée [9, 10].

Au cours de la chauffe, des craquelures apparaissent et conduisent à terme à une fracturation importante du matériel osseux. Entre 400 et 500 °C, si l'os est frais, des fissurations circulaires apparaissent. Les diaphyses des os longs se fragmentent tandis que les extrémités articulaires se détachent de la diaphyse au niveau des zones de jonction [11]. L'état de l'os au moment de la chauffe influe fortement sur la fracturation. Les ossements frais (et donc humides) sont beaucoup plus sensibles à ce phénomène et se fragmentent six fois plus que les ossements desséchés [12]. Ce phénomène de fracturation peut être relié à l'évaporation de l'eau et à la dénaturation de la trame organique de l'os qui conduisent à la contraction de la matrice osseuse [5, 13].

En dehors de la fracturation des ossements, la chauffe induit des déformations et une réduction de la taille des restes osseux pouvant atteindre plus de 30% [5], cette der-

nière variant selon la densité de l'os (quantité de spongieux) [11]. Ces déformations s'opèrent surtout à partir de températures de l'ordre de 700-800 °C [5].

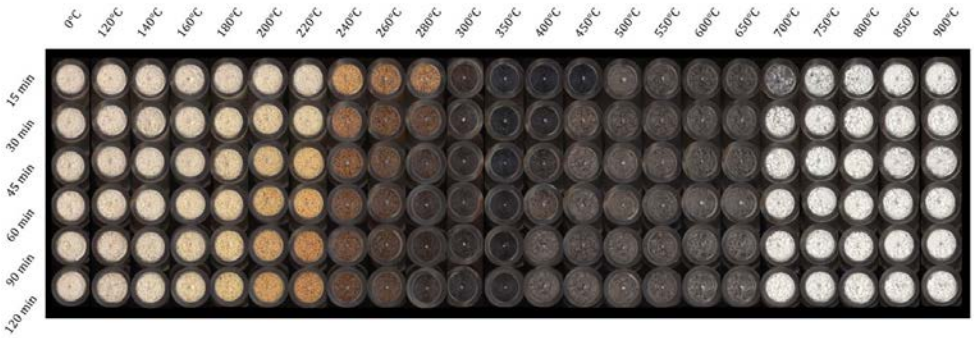


FIGURE 1 – Modifications de coloration de l'os en fonction de la température et de la durée de chauffe [8].

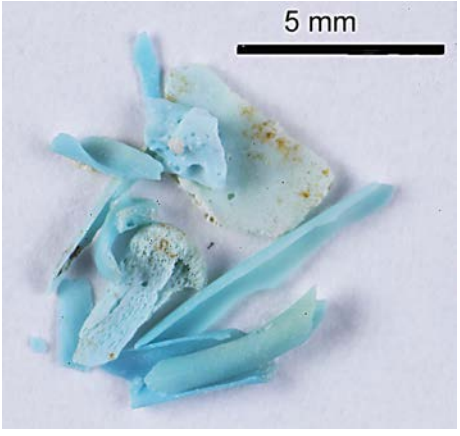


FIGURE 2 – Coloration bleu turquoise d'un échantillon d'os fossilisé chauffé à haute température (San Josecito Cave, Nuevo León, Mexico [9]). Cette coloration est due à la présence de manganèse (ions Mn^{5+}) dans la phase minérale recristallisée (chauffée à une température > 800 °C).

10.2.2 Modifications de microstructure et porosité

Les altérations intervenant au cours de la chauffe se caractérisent également à micro-échelles par des modifications morphologiques, aussi bien au niveau des structures internes que de la surface. L'observation de la surface externe en microscopie électronique à balayage d'un os chauffé montre que, dès 300 °C, la surface lisse et ondulée des ossements non chauffés prend un aspect vitreux suite à la carbonisation de la matière organique [14]. Au cours de la montée en température, la surface est affectée par des craquelures polygonales vers 500-600 °C puis au-delà de 700 °C, la surface de l'os prend un aspect plus crayeux. Ces changements sont encore plus marqués

à l'échelle microscopique puisque l'on peut observer une augmentation de la taille des cristaux d'apatite qui prennent l'allure de masses sphériques partiellement fusionnées [5]. Ces modifications se manifestent également au niveau de la structure histologique de l'os, avec le dépôt de matière organique carbonisée à l'intérieur des canaux de Havers dès 300 °C. A plus haute température, des fissures se développent depuis les canaux de Havers et s'étendent ensuite dans tout le tissu osseux. Lors de la calcination, on assiste à une perte progressive des structures histologiques (voir partie I, Chapitre 2) jusqu'à leur disparition complète à haute température [15, 16]. Cependant, des observations sur du matériel expérimental et fossile [17, 18] suggèrent que les structures histologiques relativement bien préservées peuvent rester présentes après une calcination complète de l'os (températures d'environ 700-800 °C).

10.2.3 Modifications de composition

10.2.3.1 Perte de l'eau et altération de la phase organique

Au cours de la chauffe d'un os, la perte de poids la plus significative intervient entre 100 °C et 300 °C. A cette température, l'os compact a perdu 10 à 15% de son poids. La perte de poids entre 100 °C et 200 °C est essentiellement attribuée à la perte de l'eau contenue à la fois dans la matière organique et dans une moindre mesure dans la phase minérale [19]. Entre 200°C et 600 °C, la perte de poids est essentiellement due à la dégradation de la phase organique des ossements (Figure 3). A cette température, l'os compact a perdu plus de 35 % de son poids initial. Au-delà de cette température, le poids reste pratiquement stable.

Les premières altérations du collagène interviennent dès 80 °C et correspondent à des désorganisations locales de la structure des fibres de collagène [20]. A partir de 300 °C, la matière organique, complètement carbonisée, peut être mise en évidence par spectrométrie Raman [21] ou par Résonnance Paramagnétique Electronique [22, 23]. La combustion de cette matière organique carbonisée est accompagnée entre 350 et 600 °C par le dégagement de CO_2 ainsi que de différents composés carbonés et azotés [24]. Il en résulte que les ossements chauffés présentent un rapport C/N deux fois plus élevés que les échantillons non chauffés [25]. L'ADN est également sensible au phénomène de chauffe et peut être complètement détruit au-delà d'une température de 170 °C [26, 27]. Cependant, des travaux expérimentaux ont montré qu'une chauffe à une température modérée ($\approx$ 150 °C) pouvait favoriser la conservation de l'ADN [26, 27]. Différentes hypothèses sont avancées pour expliquer ce phénomène : une telle chauffe pourrait limiter les phénomènes de décomposition de la matière organique et les développements bactériens néfastes à la préservation de l'ADN ; la déshydratation de l'os au cours d'une chauffe modérée pourrait également favoriser l'adsorption [1] de molécules d'ADN à la surface des cristaux de bioapatite, favorisant la conservation à long terme de cette molécule.

10.2.3.2 Modifications de la phase minérale

De nombreuses études ont mis en évidence d'importantes modifications de la composition et de la structure de la phase minérale des ossements au cours de la chauffe. La

1. Adsorption : c'est-à-dire la fixation de l'ADN à la surface des cristaux de bioapatite

première des modifications est la perte progressive des carbonates entre 200 et 700 °C [28]. Cependant, la diminution la plus importante de la teneur en carbonates dans la phase minérale intervient entre 600 et 700 °C pour l'os. Cette perte des carbonates, qui constituent d'importants défauts au sein du réseau cristallin de la bioapatite, favorise une augmentation importante de la cristallinité qui peut être mise en évidence par diffraction des rayons X, en spectrométrie infrarouge ou encore par observation des cristaux en microscopie électronique à transmission (MET). Pour l'os, cette augmentation de la cristallinité débute dès 300-400 °C mais intervient principalement entre 600 et 700 °C [5, 6, 19, 29]. Dans les ossements non chauffés, les cristaux de bioapatite ont une taille maximale de 200 nm pour une épaisseur de l'ordre de 2-4 nm. Au cours d'une chauffe à haute température (<600°C), l'agrégation de cristaux de petite taille et le réarrangement de la maille apatitique conduit à la formation de cristaux polygonaux pouvant dépasser les 1000 Å [29, 30]. Cependant, la taille des cristaux est modifiée même à très faible température. Des travaux récents ont mis en évidence une croissance exponentielle de l'épaisseur moyenne des cristaux apatitiques entre 100 °C et 250 °C. A cette température, l'épaisseur moyenne des cristaux est alors de l'ordre de 6 nm [31]. Au cours de la chauffe, on assiste également à l'augmentation du taux de groupements hydroxyles (OH) au sein de la phase minérale [32]. Entre 600 et 700 °C, cette recristallisation conduit à la transformation de la carbonate-apatite des os non chauffés en hydroxyapatite bien cristallisée. Parallèlement, de nouvelles phases cristallines telles que de la whitlockite β-$Ca_3(PO_4)_2$) [33], du pyrophosphate ($Ca_2P_2O_7$) ou encore de l'oxyde de calcium (CaO) apparaissent [29, 34].

La température constitue le principal facteur déterminant les transformations subies par la phase minérale des ossements. Cependant, la durée de chauffe intervient également et, à température égale, les ossements chauffés pendant des durées inférieures à 45 min présentent des cristallinités plus faibles que les échantillons chauffés pendant plus longtemps. Au-delà de 1h, la composition est identique quelle que soit la durée de chauffe [35].

10.2.3.3 Modifications de la composition élémentaire et isotopique

L'augmentation du rapport C/N liée à la combustion de la matière organique n'est pas la seule modification de la composition élémentaire intervenant au cours de la chauffe. La composition de la phase minérale est également affectée par des diminutions de la teneur relative en métaux lourds tels que le cadmium et le plomb [36, 37]. Cependant, ces modifications sont relativement limitées au regard des changements pouvant intervenir au cours de la diagenèse [28].

Au cours d'une altération thermique, la composition isotopique des phases organique et minérale est susceptible d'être modifiée. Schurr and Hayes [23] ont ainsi mis en évidence un fractionnement isotopique conduisant à l'augmentation du $\delta^{15}N$ de 5 ‰ au cours de la carbonisation de la matière organique (Figure 3). Au niveau de la phase minérale, la composition isotopique du carbone et de l'oxygène est également modifiée en fonction de la température de chauffe. La composition isotopique de l'oxygène contenu dans les groupements carbonates et phosphates de la phase minérale des ossements est stable pour les chauffes ≤ 300 °C. Au-delà de cette température, on assiste à une baisse de plus de 7 ‰ du $\delta^{18}O$ [38].

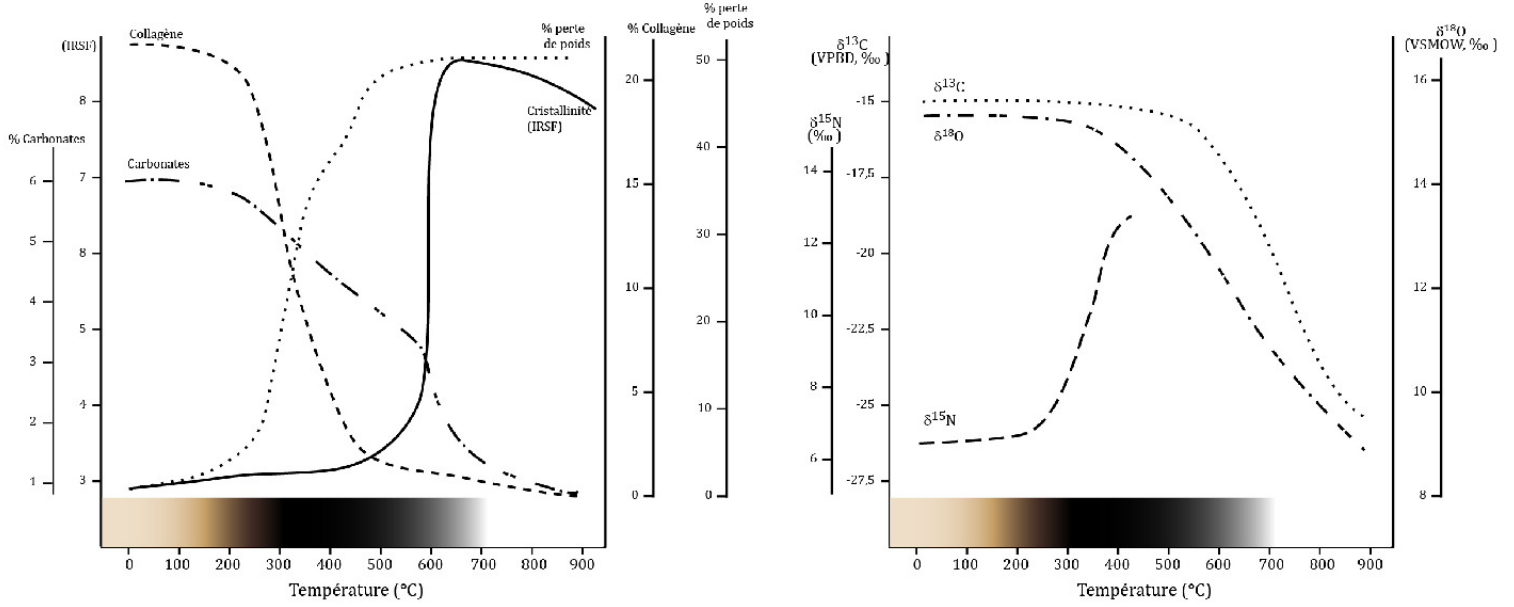


FIGURE 3 – Représentations schématiques des principales modifications de composition isotopiques intervenant au cours de la chauffe d'après Munro *et al.* [44], Schurr and Hayes [23], Lebon *et al.* [28], et Zazzo *et al.* [39].

En ce qui concerne la composition en isotope du carbone de la phase minérale, celle-ci reste stable jusque 650 °C puis baisse de 10 ‰ après la recristallisation de la phase minérale pour atteindre des valeurs proches de – 25 ‰ au-delà de 700 °C [39-41]. Ces modifications du $\delta^{13}C$ sont notamment dues à d'importants échanges entre les carbonates de la phase minérale avec le CO_2 du milieu de combustion [42]. Le taux d'échange entre carbone de l'atmosphère de combustion et le carbone inorganique peut dépasser les 90 % ce qui peut avoir des répercussions importantes sur la composition en isotope stable mais également en radiocarbone (voir chapitre « Datation de la fraction minérale des restes squelettiques par la méthode du radiocarbone »). Pour les éléments plus lourds (tels que le strontium par exemple), aucun fractionnement isotopique n'a lieu au cours de la chauffe et les valeurs sont identiques dans les ossements chauffés, carbonisés ou encore calcinés [43].

10.2.4 Impact des processus pré- et post-enfouissement sur les ossements chauffés

10.2.4.1 Fragmentation

Face aux agents pré- et post-enfouissement, la fragmentation est certainement l'altération qui modifie le plus fréquemment les ossements chauffés. En effet, la combustion réduit considérablement la résistance des ossements à la pression [6, 45]. Face à des sollicitations mécaniques, les os apparaissent d'autant plus pulvérulents qu'ils sont intensément brûlés : agités dans une boîte pendant 60 s, 6 % du volume des os carbonisés se retrouve sous forme de poudre contre 11 % pour les os calcinés [6]. Lors de leur expérience de piétinement, ces auteurs ont aussi pu montrer que la taille des fragments diminuait en fonction de l'intensité de la combustion. Cette fragmentation intense des os brûlés a été corroborée par une nouvelle expérience de piétinement qui a montré la large prépondérance des pièces < 2 cm (99,5 %) et une disparition presque totale des pièces calcinées après 14 mois de piétinement par des bisons [46]. Ces expériences ont aussi montré la plus faible résistance des portions spongieuses relativement aux portions compactes. Cette fragmentation intense des ossements en relation avec une compaction du sédiment a pu être reconnue micromorphologiquement par Miller *et al.* [47] après piétinement d'aires de combustion actuelle. Ce même type de faciès a également pu être reconnu en contexte archéologique [47]. Il faut néanmoins signaler qu'au-delà de 800°C, en raison de la recristallisation de la phase minérale, les ossements calcinés redeviennent résistants [37].

Outre le piétinement ou la compaction des sédiments, les agents climatiques peuvent aussi engendrer une fragmentation des ossements. Néanmoins, peu de données sont disponibles sur l'impact des agents atmosphériques sur des ossements chauffés. Des travaux préliminaires expérimentaux ont montré qu'une exposition à ces agents entraîne une fragmentation importante du matériel chauffé. Cette fragmentation est plus importante sur les fragments calcinés et spongieux que sur les fragments compacts et carbonisés. Ce processus de fragmentation postérieur à la chauffe peut ainsi conduire à la sous-représentation des ossements calcinés, voire à leur disparition complète [48]. En contexte périglaciaire, les os brûlés sont aussi plus sujets à la fragmentation que les os frais ou secs non chauffés du fait du réseau de fissures qui se développe au cours de la chauffe [49].

10.2.4.2 Dissolution

L'acidité des sédiments riches en silice est généralement défavorable à la conservation des restes squelettiques. Cependant, les ossements non chauffés et les ossements chauffés ne présentent pas la même sensibilité aux altérations dans ce type de milieu. Asmussen [50] mentionne que les ossements chauffés sont plus facilement dissous dans les sédiments acides que les ossements non chauffés. Néanmoins, il est généralement admis que les ossements chauffés, et notamment les ossements calcinés, sont moins sensibles aux phénomènes de dissolution dans ce type de sédiments [11, 51]. Cette résistance plus importante des ossements calcinés peut être mise en relation avec la recristallisation de la phase minérale intervenant au cours de la chauffe. L'amélioration de la cristallinité liée à la perte des défauts structuraux (carbonates) et l'augmentation de la taille des cristaux conduisant à la formation d'une phase minérale plus stable. Ceci est d'autant plus vrai pour les ossements calcinés dont la phase minérale à une composition proche de l'hydroxyapatite qui est plus stable dans les sédiments à pH acide que l'apatite carbonatée constituant les ossements non chauffés [52].

10.2.4.3 Echanges élémentaires et isotopiques

Les propriétés structurales acquises par la phase minérale des ossements chauffés leur confèrent, comme évoqué précédemment, une meilleure stabilité face aux phénomènes d'altérations. Différents travaux ont ainsi montré que les phénomènes d'échanges élémentaires et isotopiques au cours de la diagenèse sont plus limités dans les ossements calcinés que dans les ossements non chauffés ou chauffés à des températures inférieures au seuil de recristallisation de la phase minérale (650 °C) [28]. Ces propriétés limitent notamment la contamination du carbone inorganique de l'os calciné (carbonates) au cours de l'enfouissement et ont ainsi permis l'utilisation du carbone inorganique de l'os comme support de datation ^{14}C (voir chapitre « Datation de la fraction minérale des restes squelettiques par la méthode du radiocarbone »).

10.3 De l'expérimentation à l'archéologie : le cas de l'utilisation de l'os comme combustible

10.3.1 Problématique

La présence de restes fauniques brûlés est attestée dans de nombreux sites de la Préhistoire [53]. Si l'abondance des éléments brûlés confère à certains de ces sites une véritable spécificité, elle pose aussi la question de leur origine. L'APN/ACI « Économie des combustibles au Paléolithique » (I. Théry-Parisot, dir.) a permis d'entreprendre un programme d'archéologie expérimentale visant à réévaluer les assemblages archéologiques brûlés, à définir les propriétés des combustibles en termes de fonctions et d'usages et à rediscuter la place de ce segment de l'économie, *i.e.* la gestion des combustibles, au sein des systèmes techniques du Paléolithique. Le programme a porté sur (i) la caractérisation des propriétés combustibles des matériaux (bois, os, végétaux non ligneux, excréments), (ii) l'étude des processus taphonomiques de la

combustion et, (iii) l'impact des processus post-dépositionnels sur les assemblages brûlés.

10.3.2 Protocole expérimental

Les expériences ont été réalisées dans un foyer ouvert, en condition de laboratoire, afin de limiter l'incidence des facteurs externes sur le déroulement de la combustion (vent, humidité atmosphérique, forme du foyer, etc.). Les combustions ont porté sur des humérus de bœufs adultes (*Bos taurus*). Caractérisé par une grande variabilité (portions compactes et portions spongieuses de densités variables), cet élément squelettique représente une bonne base comparative pour la plupart des éléments anatomiques. Outre l'influence du type de tissu osseux, les expériences visaient à tester l'incidence du taux d'humidité (sec/frais) et de la fracturation (entiers/fracturés) *ante* combustion des os.

Le mode opératoire a été strictement identique pour chaque expérience : 15 % de bois a servi à initier la combustion, aucun combustible n'a été introduit dans le foyer après l'allumage, un entretien constant a permis une combustion de l'ensemble des éléments osseux mis au feu. Selon la modalité expérimentale, le foyer était composé soit d'os entiers secs [2] ou frais, soit d'extrémités articulaires fraîches ou sèches, entières ou fracturées, soit de diaphyses. Chaque modalité expérimentale a été reproduite trois fois afin d'enregistrer la variabilité et d'évaluer la reproductibilité des résultats obtenus.

10.3.3 Caractérisation des propriétés combustibles de l'os

Les travaux récents ont montré que l'identification des combustibles apportait souvent plus à la compréhension de la fonction ou du fonctionnement des foyers que l'étude des structures elles-mêmes dont la variabilité est très faible au Paléolithique. Or, parmi les combustibles d'usage avéré (bois, ossements animaux, végétaux non ligneux, charbons fossiles) ou supposé (bouses), seules les propriétés combustibles du bois sont réellement bien documentées. Cette connaissance restreinte des combustibles conduit régulièrement à des interprétations erronées de leur utilisation, opposant l'emploi du bois, matériau noble, préféré par tous, à celui des autres, substituts de moindre intérêt, utilisés par nécessité.

Ces postulats ont été battus en brèche au cours des dernières années par les données archéologiques, montrant notamment l'usage concomitant de l'os et du bois dans des environnements riches en ligneux [53-58]. Dans le cadre de ce programme expérimental, les travaux ont donc été focalisés sur la combustion des ossements animaux, dont les propriétés combustibles, peu étudiées [56, 59, 60], étaient mal connues.

Sur la base des enregistrements réalisés et grâce à la réplication des modalités expérimentales, plusieurs points ont pu être mis en avant [3] :

2. Les os secs sont des os frais qui ont été chauffés dans une étuve jusqu'à évaporation complète de l'eau.
3. Résultats exhaustifs publiés dans Théry-Parisot, Costamagno, 2005 ; Théry-Parisot, *et al.*, 2005.

(i) seul l'os spongieux est réellement combustible. L'os compact se transforme chimiquement sous l'effet de la chaleur mais n'apporte rien à la combustion. Il cesse de se consumer dès lors que la source de chaleur est éloignée ;

(ii) la densité (ext. distale/ext. proximale), l'humidité (sec/frais) et la fracturation (entier/ fracturés) influencent le comportement de l'os au feu. Plus l'os spongieux est fracturé, plus il est sec et de faible densité, plus la durée de la combustion avec flammes est faible ;

(iii) le type de tissu osseux, le taux d'humidité ou la fracturation n'ont pas d'effet statistiquement significatif sur les températures maximales ;

(iv) à masse équivalente, l'os et le bois produisent des températures de combustion identiques ;

(v) l'os offre une durée de combustion moyenne avec flammes légèrement supérieure à celle du bois mais très inférieure pendant la phase de calcination. L'os est donc moins polyvalent que le bois.

D'après ces résultats, la présence d'os spongieux en abondance dans certains foyers préhistoriques plaide résolument en faveur d'une utilisation préférentielle de ces portions pour la combustion. Il est possible de moduler le comportement au feu de l'os spongieux en jouant sur sa densité, sa taille et son taux d'humidité. À ce titre, l'os présente donc une adaptabilité qui s'apparente à celle du bois. Par ailleurs, à masse équivalente, l'os offre une durée de combustion avec flammes légèrement supérieure à celle du bois. De nouvelles expériences ont par ailleurs montré que les modalités d'entretien des foyers influaient largement sur cette durée [61]. D'un point de vue quantitatif, l'entretien d'un feu d'os est plus rentable mais plus contraignant que celui d'un feu de bois. L'os ne produisant pas de braises, il est en revanche inapproprié pour les activités qui nécessitent une chauffe sans flammes (e.g. traitement thermique, cuisson indirecte) ou une puissance importante. Par conséquent, il ne peut se substituer totalement au bois pour l'ensemble des besoins énergétiques d'un groupe, pour peu que les activités liées au feu soient réellement diversifiées.

10.3.4 Caractérisation des résidus osseux issus d'une utilisation de l'os comme combustible

Les processus physico-chimiques de la combustion modifient la composition finale des assemblages osseux mis au feu. Ainsi, la combustion des ossements d'animaux, quelle que soit l'intention (combustible ou non), entraîne des modifications des ensembles fauniques tant d'un point de vue taxinomique que de la représentation squelettique. Cette distorsion peut alors conduire à une interprétation biaisée des assemblages. La prise en compte des processus de combustion comme agent potentiel de déformation constitue une étape essentielle à la compréhension et à l'interprétation des assemblages brûlés. Les expériences réalisées dans le cadre de l'ACI « Economies des combustibles au Paléolithique » ont permis de caractériser les résidus osseux issus d'une combustion intentionnelle et de compléter les résultats des études menées antérieurement (*cf. supra*) :

(i) la masse résiduelle d'os brûlés varie en fonction des différentes parties anatomiques et semble corrélée à la densité de l'os : plus l'os est dense, plus sa masse résiduelle est importante. En revanche, la fracturation et l'humidité n'influent pas sur la réduction de masse ;

(ii) le pourcentage de pièces brulées inférieures à 2 cm est de 56 % en moyenne. Le type de tissu osseux n'a pas d'incidence sur le taux de fragmentation. En revanche, les os complets se fragmentent cinq fois plus que les os fracturés et les os frais se fragmentent six fois plus que les os secs. Lors d'une combustion prolongée, cette fragmentation s'accentue encore [61].

(iii) l'indice de combustion (Tableau 1) est toujours très élevé avec plus de 76 % des restes qui sont calcinés. Les extrémités proximales sont plus intensément brûlées que les extrémités distales et les diaphyses. Les os complets sont plus intensément brûlés que les os fracturés. En revanche, le taux d'humidité des os avant combustion n'a pas d'incidence sur l'indice de combustion. Une combustion prolongée induit aussi une combustion plus intense des ossements.

Tableau 1 – Calcul de l'indice de combustion d'après les codes de couleurs

Codes couleurs	Description	Nombre d'os	Coefficient
0	Non brûlés	x_a	x_a X 0
1	Os partiellement brûlés	x_b	x_b X 1
2	Os carbonisés (majoritairement noirs)	x_c	x_cX 2
3	Os majoritairement gris	x_d	x_d X 3
4	Os calcinés (majoritairement blancs)	x_e	x_e X 4
Indice		$\Sigma(x_a X0 x_e X4)$	
de combustion		$\Sigma(x_a x_e)X4$	

Les os utilisés comme combustible se caractérisent donc par une intense fragmentation qui influe nécessairement sur leur détermination différentielle. Pour réellement estimer la part des os brûlés dans un ensemble fossile, la prise en compte des vestiges indéterminés est donc essentielle et ce d'autant plus que ces vestiges sont plus fragiles aux phénomènes post-dépositionnels que les ossements non chauffés (*cf. supra*). Par ailleurs, à quantité équivalente d'ossements mis au feu, l'os compact est surreprésenté en masse mais sous-représenté en pourcentage de pièces < 2 cm. En revanche, le taux de fragmentation, qui n'est pas corrélé à la nature histologique de l'os exprime mieux les proportions initiales mises au feu (os compact/os spongieux ; ext. distales/ extrémités proximales) que les deux autres descripteurs (masse résiduelle et % de pièces inférieures à 2 cm). Ce signal est néanmoins perturbé par la forte incidence sur le taux de fragmentation de la fracturation et de l'humidité *ante combustion*. Or ces deux paramètres ne sont pas identifiables archéologiquement et peuvent entraîner des distorsions lors de la quantification des résidus brûlés. Les

expériences menées dans des conditions naturelles [61] montrent que, sans prise en compte de la fraction fine, i.e. les pièces < 2 cm, la part des fragments spongieux peut être largement sous-estimée, pouvant ainsi biaiser les interprétations sur l'origine des os brûlés. Une utilisation de l'os comme combustible implique par ailleurs une intense combustion des ossements puisque les pièces calcinées représentent plus des trois-quarts des résidus brûlés sur l'expérimental. En contexte archéologique, de telles fréquences sont rarement observées du fait de la grande sensibilité de ces vestiges aux agents post–dépositionnels (*cf. supra*). Ainsi, si la combustion constitue un filtre de premier ordre entre les assemblages osseux mis au feu et les résidus brûlés, il faut également considérer l'impact du filtre post-dépositionnel comme agent de distorsions secondaire des ensembles fauniques.

10.3.5 Transfert à l'archéologie

10.3.5.1 Modèle statistique permettant la discrimination des ensembles osseux brûlés selon leur origine

Pratiques culinaires ou rituelles, simple proximité des foyers ou incendie naturel, entretien du camp ou combustible sont autant d'utilisations (simultanées ou successives) qui peuvent justifier la présence de ces vestiges, quelle que soit la période chrono-culturelle considérée. L'hypothèse proposée par l'archéozoologue conduit toujours à une interprétation dont le sens et la valeur économique ne sont pas anodins pour la compréhension globale du site. À ce titre, la définition de l'origine des assemblages brûlés, en tant que marqueur potentiel de pratiques sociales ou économiques, constitue un des objectifs majeurs de l'étude archéozoologique. Se pose alors la question de la discrimination de ces pratiques : comment et sur quel(s) critère(s) peut-on interpréter ces assemblages ?

Sur la base des résultats expérimentaux précédemment exposés, il a été possible de définir trois critères caractérisant les assemblages archéologiques osseux brûlés [53] : le pourcentage de spongieux brûlés, le pourcentage d'os brûlés inférieurs à 2 cm, le pourcentage d'os au moins carbonisés (Tableau 2). Calculés pour des ensembles osseux issus de huit sites paléolithiques choisis pour la qualité des enregistrements du matériel osseux brûlé, ces indices ont permis de proposer un modèle discriminant les sites à os brûlés selon trois groupes (Figure 4) :

(i) « Combustible » : combustion intentionnelle des ossements avec utilisation préférentielle des portions spongieuses ;

(ii) « Non combustible » : combustion accidentelle à proximité des foyers, incendie ou cuisson alimentaire ;

(iii) « Combustible et/ou entretien » : combustion intentionnelle des ossements sans choix en faveur des portions spongieuses, ne pouvant se distinguer d'un nettoyage systématique du camp.

Le modèle proposé permet de préciser les causes de la combustion des ossements et d'identifier les sites dans lesquels il s'agit sans équivoque de combustible. Pour autant, ces données ne suffisent pas pour appréhender les réelles motivations de cette

utilisation qui doivent être confrontées à l'ensemble des informations fournies par un site, au niveau fonctionnel, structurel et environnemental.

En complément de ces approches macroscopiques, la composition minéralogique des cendres d'un foyer peut apporter des éléments de réponse intéressant quant à la question des combustibles employés. En effet, du fait de l'extrême friabilité des os calcinés (*cf. supra*), les analyses minéralogiques par spectrométrie infrarouge [6, 62] des cendres peuvent permettre de détecter la part relative des cendres de bois des cendres d'os [63].

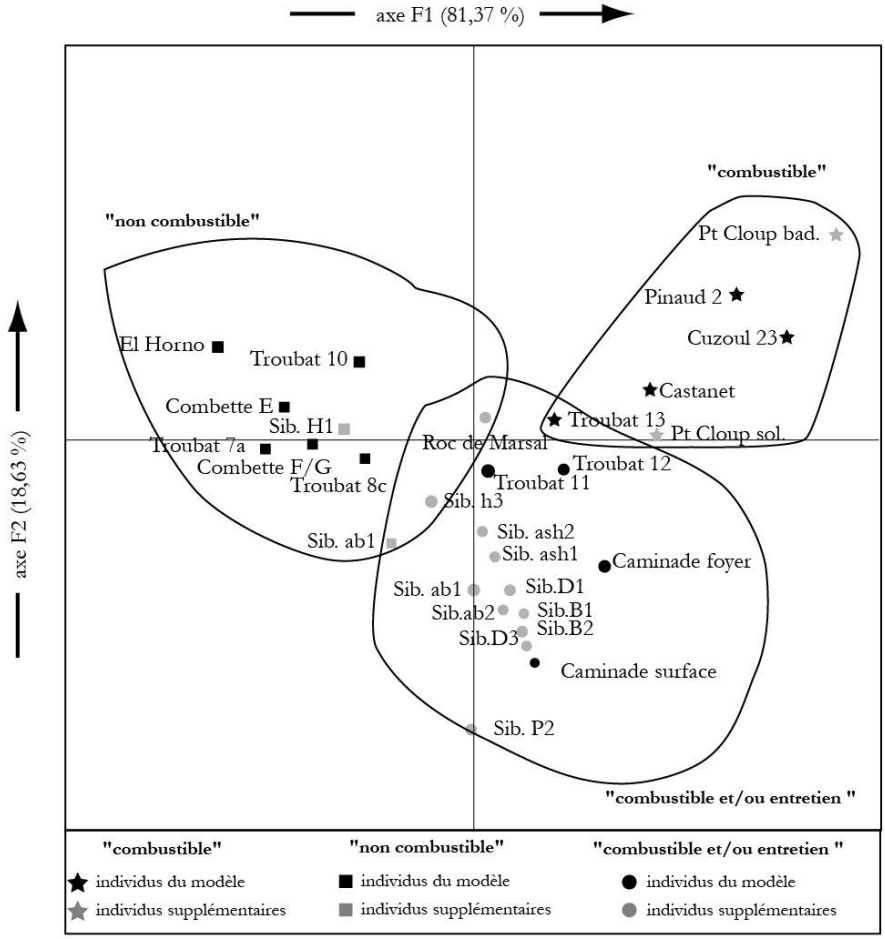


FIGURE 4 – Analyse factorielle discriminante.

Tableau 2 – Description des indices retenus (SPON = portions spongieuses (côtes, vertèbres, os costal, cavité glénoïde scapula, os coxal, extrémités articulaires os longs, carpiens, tarsiens, sésamoïdes, fragments tissu spongieux indéterminé) ; NRT = nombre de reste total ; l'indice correspond aux codes couleurs (*cf.* Tableau 1), ex : NR_2 correspond au nombre de restes (spongieux ou compacts) carbonisés, $SPON_4$ au nombre de portions spongieuses calcinées).

Indices	Formule de calcul
Pourcentage d'os spongieux brûlés	$(SPON_2 + SPON_3 + SPON_4) / (NR_2 + NR_3 + NR_4) \times 100$
Pourcentage d'os brûlés inférieurs à 2 cm	NRbrûlés < 2cm / NRTbrûlés x 100
Pourcentage d'os brûlés au moins carbonisés	$(NR_2 + NR_3 + NR_4) /$ NRTbrûlés x 100

10.3.5.2 Identification de la forme des combustibles utilisés à partir de l'analyse des résidus osseux

Aux regards des propriétés combustibles des portions spongieuses, il apparaît plus pertinent d'employer, pour toutes les activités qui s'inscrivent dans la durée (éclairage, séchage, fumage, protection, entretien d'un petit foyer), des parties spongieuses fraîches et entières, de préférence denses. Pour maintenir à la fois une combustion vive et des températures élevées sur la durée, il faut, en revanche, alimenter le feu avec des portions spongieuses sèches préalablement fracturées. Si cette fracturation permet une libération de la graisse rapide, une taille trop faible des fragments mis au feu peut engendrer son étouffement [63]. La mise au feu de portions spongieuses fissurées pourrait alors être un bon compromis. La production des fumées peut être aussi régulée en jouant sur l'état de fraîcheur de l'os. Ainsi, la combustion d'ossements frais produit des fumées humides qui conviennent pour le traitement des peaux et le façonnage des objets en bois [57]. Est-il possible, sur la base des résidus osseux brûlés, d'identifier la forme des combustibles mis au feu ? Cette question est évidemment cruciale pour l'étude des ensembles archéologiques et de la fonction des foyers.

L'intensité de la combustion et le taux de fragmentation des ossements ne sont pas des critères pertinents. En effet, si les données expérimentales ont montré que ces indices variaient en fonction du type de tissu, de leur taux d'humidité, ou bien encore de leur degré de fragmentation initiale, ces différences ne sont observables qu'en raison du protocole expérimental qui n'admet qu'un seul épisode de combustion sur les ossements. Or, sur un site archéologique, à moins d'avoir une vidange totale et/ou systématique des foyers après chaque utilisation, les résidus osseux vont subir des phases successives de combustion. L'intensité de la combustion ou le degré de fragmentation ne sont plus alors seulement le fait de la nature des combustibles utilisés mais également de la réutilisation des foyers qui induit une augmentation croissante de l'intensité de la combustion et probablement du degré de fragmentation [54]. Mentzer (2009) a ainsi montré que, du fait des processus de la combustion, la longueur des résidus osseux brûlés n'était pas représentative de la taille des fragments mis au feu. La morphologie des fragments brûlés pourrait alors être discriminante. Les recherches menées sur la crémation des corps offrent des éléments de comparaison intéressants (voir Lenorzer, [1] pour une synthèse de ces recherches) mais pas nécessairement transposables à notre cas d'étude pour plusieurs raisons : les

os utilisés comme combustible sont systématiquement décharnés contrairement aux corps incinérés, les os « secs » dans les expériences sur les combustibles osseux correspondent à des ossements non humides alors que les os secs décrits dans les expériences sur les restes humains sont des ossements dépourvus de graisse, ce sont aussi les fragments de diaphyse qui sont principalement décrits. Quelques observations menées sur des résidus osseux issus de foyers expérimentaux alimentés par des ossements semblent montré que certaines formes d'atteinte n'affectent que les os frais et humides. Sur certains fragments spongieux, ont en effet été observées des écailles d'os compact pelliculaire qui se développent de manière concentrique sur toute la surface de la portion spongieuse (Figure 4). En se détachant, elles mettent progressivement à nu le tissu spongieux, qui, à terme, peut prendre la forme d'une boule spongieuse dépourvue de toute compacta comme ce que l'on observe dans de certains assemblages archéologiques [61]. Les critères proposés par Cain [64] pour distinguer des os brûlés entiers des os brûlés fragmentés sur la base du degré d'homogénéité des traces de feu dans l'épaisseur de l'os sont difficilement applicables dans le cas d'une réutilisation des foyers sans vidange d'autant que, pour les fragments spongieux sans compacta, distinguer la partie extérieure de la partie intérieure est très difficile voire impossible.



Figure 5 – Ecailles pelliculaires concentriques dégageant peu à peu la spongiosa.

10.4 Conclusion

De nombreux travaux ont donc été consacrés aux ossements chauffés, qu'il s'agisse d'études portant sur les modifications d'aspect ou de composition induites par le chauffage, de la préservation de matériel au sein des assemblages ostéologiques ou encore de l'interprétation de l'origine de ce matériel en contexte archéologique. Bien que riche en informations, les ossements chauffés constituent néanmoins un matériel délicat à appréhender. Certains paramètres, pourtant fondamentaux à l'interpréta-

tion de ces assemblages, restent encore difficilement accessibles, même par la mise en œuvre de techniques de caractérisations physico-chimiques. Ceci est le cas par exemple de l'évaluation des températures maximales de chauffe puisque en plus de la température à laquelle l'os a été exposé, les modifications de la morphologie ou de la composition sont dépendantes de nombreux paramètres tels que la durée d'exposition, l'apport en oxygène dans l'environnement de combustion, ou encore l'état de l'os au moment de la chauffe. Les modifications intervenant lors d'un tel processus sont ainsi très complexes. En terme de conservation post-dépositionnelle, si le chauffage a une influence très néfaste sur les ossements en favorisant leur fragmentation, la recristallisation induite par une chauffe à une température supérieure à 600 °C favorise en revanche la préservation de la composition élémentaire ou isotopique de l'os au cours du temps, et rend ainsi possible l'application de la datation radiocarbone sur la phase minérale préservée (voir chapitre « Datation de la fraction minérale des restes squelettiques par la méthode du radiocarbone »). Au-delà de ces applications géochimiques, pour laquelle une caractérisation fine de la composition des ossements chauffés s'avère nécessaire, la compréhension de l'origine de ce matériel au sein des niveaux archéologiques passe avant tout par une approche expérimentale et l'étude macroscopique exhaustive de ces restes.

Bibliographie

[1] S. Lenozer, La crémation dans les sociétés protohistoriques du Sud de la France. Edition de l'Association pour le Développement de l'Archéologie en Languedoc-Roussillon, Lattes. 281 pages, 2009.

[2] J. L. Bennett, Thermal Alteration of Buried Bone. Journal of Archaeological Science. 26, 1-8, 1999.

[3] V. Michel, H. Bocherens, I. Théry-Parisot, K. Valoch, P. Valensi, Coloring and preservation state of faunal remains from the neanderthal levels of Kůlna Cave, Czech republic. Geoarchaeology. 21(5), 479-501, 2006.

[4] R. Shahack-Gross, O. Bar-Yosef, S. Weiner, Black-coloured bones in Hayonin Cave, Israel : Differentiating between burning and oxide staining. Journal of Archaeological Science. 24, 439-446, 1997.

[5] P. Shipman, G. Foster, M. Shoeninger, Burnt Bones and Teeth : an Experimental Study of Color, Morphology, Crystal Structure and Shrinkage. Journal of Archaeological Science. 11, 307-325, 1984.

[6] M. C. Stiner, S. L. Kuhn, S. Weiner, O. Bar-Yosef, Differential Burning, Recrystallization, and Fragmentation of Archaeological Bone. Journal of Archaeological Science. 22(2), 223-237, 1995.

[7] P. L. Walker, K. P. Miller, Time, temperature, and oxygene availability : an experimental study of the effect of environmental conditions on the color and organic content of cremated bone. American Journal of Physical Anthropology. Supplément 40, 222, 2005.

[8] M. Lebon, « Caractérisation des ossements chauffés en contexte archéologique - Etude comparative de matériel moderne et fossile par spectroscopie infrarouge » dansTaphonomie des résidus organiques brûlés et des structures de combustion en milieu archéologique (actes de la Table ronde, 27 au 29 mai 2008, CEPAM), eds. I. Théry-Parisot, L. Chabal, S. Costamagno, P@lethnologie. 2, 149-162, 2010.

[9] C. Chadefaux, C. Vignaud, E. Chalmin, J. Robles-Camacho, J. Arroyo-Cabrales, E. Johnson, I. Reiche, Color origin and heat evidence of paleontological bones : Case study of blue and gray bones from San Josecito Cave, Mexico American Mineralogist. 94(1), 27-33, 2009.

[10] I. Reiche, C. Vignaud, B. Champagnon, G. Panczer, C. Brouder, G. Morin, V. A. Solé, L. Charlet, M. Menu, From mastodon ivory to gemstone : The origin of turquoise color in odontolite. American Mineralogist. 86, 1519-1524, 2001.

[11] R. Gilchrist, H. C. Mytum, Experimental archaeology and burnt animal bone from archaeological sites. Circaea. 4, 29-38, 1986.

[12] I. Théry-Parisot, S. Costamagno, J. P. Brugal, J.-C. Castel , M. Gerbe, B. L., R. Guilbert, La question des os brûlés dans les sites du Paléolithique. Les Nouvelles de l'Archéologie. 118, 31-36, 2009.

[13] S. A. Symes, C. W. Rainwater, E. N. Chapman, D. R. Gipson, A. L. Piper,« Patterned Thermal Destruction of Human Remains in a Forensic Setting» dans The Analysis of Burned Human Remains, eds.W. S. Christopher, A. S. Steven,Academic Press,San Diego, p.15-54, 2008.

[14] J. E. Buikstra, M. Swegle, « Bone Modification Due to Burning : Experimental Evidence » dans Bone Modification, eds. S. M. Bonnichsen R, M.H. Sorg, Orono, Center for the Study of the First Americans, p. 247-258, 1989.

[15] M. Hanson, C. R. Cain, Examining histology to identifiy burned bone. Journal of Archaeological Science. 34, 1902-1913, 2007.

[16] C. K. Brain,« The occurrence of burnt bones at Swartkrans and their implications for the control of fire by Early Hominids » dans Swartkrans : A Caves's Chronicle of Early Man, ed. C. K. Brain, Pretoria, Transvaal Museum Monograph, p. 229-243, 1993.

[17] C. Cattaneo, S. Dimartino, S. Scali, O. E. Craig, M. Grandi, R. J. Sokol, Determining the human origin of fragments of burnt bone : a comparative study of histological, immunological and DNA techniques. Forensic science international. 102(2–3), 181-191, 1999.

[18] J. L. Holden, P. P. Phakey, J. G. Clement, Scanning electron microscope observations of heat-treated human bone. Forensic science international. 74(1–2), 29-45, 1995.

[19] A. Person, H. Bocherens, A. Mariotti, M. Renard, Diagenetic evolution and experimental heating of bone phosphate. Palaeogeography, Palaeoclimatology, Palaeoecology. 78, 37-54, 1996.

[20] H. E. C. Koon, R. A. Nicholson, M. J. Collins, A practical approach to the identification of low temperature heated bone using TEM. Journal of Archaeological Science. 30, 1393-1399, 2003.

[21] M. Lebon, K. Müller, L. Bellot-Gurlet, C. Paris, I. Reiche, Application des micro-spectrométries infrarouge et Raman à l'étude des processus diagénétiques altérant les ossements paléolithiques. ArchéoSciences. 35, 179-190, 2011.

[22] V. Michel, C. Falguères, J. M. Dolo, ESR Signal Behavior Study at G 2.002 of Modern and fossils Bones for Heating Palaeotemperature Assessment. Radiation Measurement. 29, 95-103, 1998.

[23] M. R. Schurr, R. G. Hayes, Stable carbon- and Nitrogen-isotope ratios and electron spin resonance (ESR) g-values of charred bones : changes with heating and a critical evaluation of the utility of g-values for reconstructing thermal history and original isotope ratios. Journal of Archaeological Science. in press, 2008.

[24] E. Cascarosa, G. Gea, J. Arauzo, Thermochemical processing of meat and bone meal : A review. Renewable and Sustainable Energy Reviews. 16(1), 942-957, 2012.

[25] A. Sillen, T. Hoering, « Chemical characterization of burnt bones from Swartkrans », dans Swartkrans : A Caves's Chronicle of Early Man, ed. C. K. Brain, Pretoria, Transvaal Museum Monograph, 243-249. 1993.

[26] C. Ottoni, H. C. Koon, M. Collins, K. H. Penkman, O. Rickards, O. Craig, Preservation of ancient DNA in thermally damaged archaeological bone. Naturwissenschaften. 96(2), 267-278, 2009.

[27] E. M. Geigl, On the circumstances surrounding the preservation and analysis of very old DNA. Archaeometry 44(3). 337-342, 2002.

[28] M. Lebon, I. Reiche, J. J. Bahain, C. Chadefaux, A. M. Moigne, F. Fröhlich, F. Sémah, H. P. Schwarcz, C. Falguères, New parameters for the characterization of diagenetic alterations and heat-induced changes of fossil bone mineral using Fourier transform infrared spectrometry. Journal of Archaeological Science. 37(9), 2265-2276, 2010

[29] K. D. Rogers, P. Daniels, An X-Ray diffraction study of the effects of heat treatment on bone mineral microstructure. Biomaterials. 23, 2577-2585, 2002.

[30] I. Reiche, C. Vignaud, M. Menu, The Crystallinity of Ancient Bone and Dentine : New Insights by Transmission Electron Microscopy. Archaeometry. 44, 447-459, 2002.

[31] A. Gourrier, O. Bunk, K. Müller, I. Reiche, Artificially Heated Bone at Low Temperatures : A Quantitative Scanning-small-angle X-Ray Scattering Imaging Study of the Mineral Particle Size. ArchéoScience. 35, 2011.

[32] J. D. Pasteris, B. Wopenka, J. J. Freeman, K. Rogers, E. Valsami-Jones, J. A. M. van der Houwen, M. J. Silva, Lack of OH in nanocrystalline apatite as a function of degree of atomic order : implications for bone and biomaterials. Biomaterials. 25, 229-238, 2004.

[33] S. Hummel, H. Schutkowski, B. Herrmann, « Advances in cremation research. Anthropologie et Histoire ou Anthropologie Historique ? » dans Actes des troisièmes journées anthropologiques de Valbonne (28-30 Mai 1986) ; Notes et Monographies Techniques 24, ed. L Buchet, CNRS, Paris, 177–194, 1988.

[34] I. Reiche, « Processus physico-chimiques d'altération d'ossements et d'ivoires anciens », thèse de doctorat de l'Université Paris 6, 2000.

[35] M. Lebon, « Caractérisation par Spectroscopie Infrarouge à Transformée de Fourier des ossements chauffés en contexte archéologique - Comparaison entre référentiel moderne et matériel archéologique, Implication diagénétique », thèse de doctorat du Muséum national d'Histoire naturelle, 2008.

[36] K. Kaczanowski, H. Glab, K. Szostek, Influence of crematory processes on trace element content in human teeth. Variability and Evolution. 5, 95-100, 1996.

[37] B. Herrmann, G. Grupe, « Trace Element Content in Prehistoric Cremated Human Remains » dans Trace Elements in Environmental History, eds. G. Grupe, B. Herrmann, Springer, Heidelberg, p. 91-101, 1988.

[38] L. E. Munro, F. J. Longstaffe, C. D. White, Effects of heating on the carbon and oxygen-isotope compositions of structural carbonate in bioapatite from modern deer bone. Palaeogeography, Palaeoclimatology, Palaeoecology. 266(3-4), 142-150, 2008.

[39] A. Zazzo, J. F. Saliege, A. Person, H. Boucher, Radiocarbon dating of calcined bones : where does the carbon come from ? Radiocarbon. 51(2), 601-611, 2009.

[40] J. N. Lanting, A. T. Aerts-Bijma, J. v. d. Plicht, Dating of cremated bones. Radiocarbon. 43(2), 2001.

[41] J. Olsen, J. Heinemeier, P. Bennike, C. Krause, K. Margrethe Hornstrup, H. Thrane, Characterisation and blind testing of radiocarbon dating of cremated bone. Journal of Archaeological Science. 35(3), 791-800, 2008.

[42] A. Zazzo, J.-F. Saliège, M. Lebon, S. Lepetz, C. Moreau, Radiocarbon Dating of Calcined Bones : Insights from Combustion Experiments Under Natural Conditions. Radiocarbon. 54(3–4), 855-866, 2012.

[43] M. Harbeck, R. Schleuder, J. Schneider, I. Wiechmann, W. W. Schmahl, G. Grupe, Research potential and limitations of trace analyses of cremated remains. Forensic science international. 204(1–3), 191-200, 2011.

[44] L. E. Munro, F. J. Longstaffe, C. D. White, Burning and boiling of modern deer bone : Effects on crytallinity and oxygen isotope composition of bioapatite phosphate. Palaeogeography, Palaeoclimatology, Palaeoecology. 249, 90-102, 2007.

[45] J. Pearce, R. Luff, « The taphonomy of cooked bones » dans Whither Environmental Archaeology ?, eds. Luff, R., Rowley-Conwy, P., Oxbow Monograph, Oxford, p.51-56, 1994.

[46] C. Thiébaut, S. Costamagno, M.-P. Coumont, V. Mourre, N. Provenzano, I. Thery-Parisot, « Approche expérimentale des conséquences du piétinement des grands herbivores sur les vestiges archéologiques » dansMise en commun des approches en taphonomie. Actes du Workshop no. 16 - XVeme Congrès de l'UISPP, Lisbonne, 2006, eds. C.Thiébault,M.-P. Coumont, A. Averbouh, Paleo,Les Eyzies, p.109-129, 2010.

[47] C. E. Miller, N. J. Conard, P. Goldberg, F. Berna, Jeter, « Balayer et piétiner : analyse micromorphologique expérimentale des structures de combustion anthropiquement remaniées » dans Taphonomie des résidus organiques brûlés et des structures de combustion en milieu archéologique (actes de la Table ronde, 27 au 29 mai 2008, CEPAM), eds. I. Théry-Parisot, L. Chabal, S. Costamagno, P@lethnologie. 2, 25-37, 2010.

[48] M. Gerbe. « L'action des agents atmosphériques (weathering) sur des ossements brûlés : approche expérimentale » dans Taphonomie des résidus organiques brûlés et des structures de combustion en milieu archéologique (actes de la Table ronde, 27 au 29 mai 2008, CEPAM), eds. I. Théry-Parisot, L. Chabal, S. Costamagno, P@lethnologie. 2, p.189-202, 2010.

[49] J.-B. Mallye, S. Costamagno, V. Laroulandie, C. Beauval, Impact des processus périglaciaires sur la préservation des ossements. Les Nouvelles de l'Archéologie. 118, 26-31., 2009.

[50] B. Asmussen, Intentional or incidental thermal modification ? Analysing site occupation via burned bone. Journal of Archaeological Science. 36(2), 528-536, 2009.

[51] M. Rillardon, J.-P. Bracco,« Réflections sur le potentiel de conservation des os brûlés à partir du matériel de Saint-Antoine (Vitrolles, Hautes-Alpes) » dans Taphonomie des résidus organiques brûlés et des structures de combustion en milieu archéologique (actes de la Table ronde, 27 au 29 mai 2008, CEPAM), eds. I. Théry-Parisot, L. Chabal, S. Costamagno, P@lethnologie. 2, p.203-2014, 2010.

[52] F. Berna, A. Matthews, S. Weiner, Solubilities of bone mineral from archaeological sites : the recrystallization window. Journal of Archaeological Science. 31, 867-882, 2004.

[53] S. Costamagno, I. Théry-Parisot, J.-C. Castel, J.-P. Brugal, « Combustible ou non ? Analyse multifactorielle et modèles explicatifs sur les ossements brûlés paléolithiques » dans Gestion des combustibles au Paléolithique et au Mésolithique : nouveaux outils, nouvelles interprétations. Actes du XVème Congrès de l'IUSPP, Lisbonne 4-9 septembre 2006, eds. I. Théry-Parisot, S. Costamagno, A. Henry,BAR International Series,Oxford, p. 69-84, 2009.

[54] S. Costamagno, I. Théry-Parisot, J. P. Brugal, R. Guibert. "Taphonomic consequences of the use of bones as fuel. Experimental data and archaeological application" dansBiosphere to Lithosphere. New studies in vertebrate taphonomy, Actes du 9e Colloque de l'ICAZ, Durham, août 2002, ed. T. O'Connor, Oxbow Books, Oxford, p.51-62, 2005.

[55] I. Théry-Parisot, Economie des combustibles au Paléolithique. Expérimentation, taphonomie, anthracologie, Dossiers de documentation archéologique no. 20, CNRS, Paris, 2001.

[56] I. Théry-Parisot, « Economie du combustible et paléoécologie en contexte glaciaire et périglaciaire, Paléolithique moyen et supérieur du sud de la France » thèse de doctorat de l'Université de Paris 1, 1998.

[57] I. Théry-Parisot, S. Costamagno, Propriétés combustibles des ossements. Données expérimentales et réflexions archéologiques sur leur emploi dans les sites paléolithiques. Gallia Préhistoire. 47, 235-254, 2005.

[58] I. Théry-Parisot, S. Costamagno, J. P. Brugal, P. Fosse, R. Guilbert, « The use of bone as fuel during the palaeolithic, experimental study of bone combustible properties » dans The zooarchaeology of fats, oils, milk and dairying, Actes du Colloque de l'ICAZ, Durham, août 2002, eds. J. Mulville, A.K. Outram, Oxbow Books, Oxford, p.50-59, 2005.

[59] S. Costamagno, C. Griggo, V. Mourre, Approche expérimentale d'un problème taphonomique : utilisation des combustibles osseux au Paléolithique. Préhistoire européenne.13, 197-194, 1998.

[60] I. Théry-Parisot, Economie des combustibles au Paléolithique. Expérimentation, taphonomie, anthracologie, Dossiers de documentation archéologique no. 20, CNRS, Paris, 2001.

[61] S. Costamagno, I. Théry-Parisot, D. Kuntz, F. Bon, R. Mensan, « Impact Taphonomique d'une combustion prolongée sur les ossements utilisés comme combustible » dans Taphonomie des résidus organiques brûlés et des structures de combustion en milieu archéologique (actes de la Table ronde, 27 au 29 mai 2008, CEPAM), eds. I. Théry-Parisot, L. Chabal, S. Costamagno, P@lethnologie. 2, 173-187, 2010.

[62] S. Weiner, P. Goldberg, O. Bar-Yosef, Bone Preservation in Kebara Cave, Israel using On-Site Fourier Transformation Infrared Spectrometry. Journal of Archaeological Science. 20, 613-627, 1993.

[63] S. M. Mentzer, « Bone as fuel source : The effects of initial fragment size distribution » dans Gestion des combustibles au Paléolithique et au Mésolithique : nouveaux outils, nouvelles interprétations. Actes du XVème Congrès de l'IUSPP, Lisbonne 4-9 septembre 2006, eds. I. Théry-Parisot, S. Costamagno, A. Henry, BAR International Series., Oxford, p. 53-64, 2009.

[64] C. R. Cain, Using burned animal bone to look at Middle Stone Age occupation and behavior. Journal of Archaeological Science. 32, 873-884, 2005.