Chapitre 2.1.3
Les industries lithiques en obsidienne

Marie ORANGE(1), François-Xavier LE BOURDONNEC(2),
Ludovic BELLOT-GURLET(3)

(1) Archéorient UMR 5133, CNRS, Maison de l'Orient de la Méditerranée, Lyon/Archéosciences Bordeaux UMR 6034, CNRS, Université Bordeaux Montaigne, Université de Bordeaux, Pessac
(2) Archéosciences Bordeaux UMR 6034, CNRS, Université Bordeaux Montaigne, Université de Bordeaux, EPHE-PSL, Pessac
(3) de la Molécule aux Nano-objets : Réactivité, Interactions et Spectroscopies, MONARIS UMR 8233, Sorbonne Université, CNRS, Paris, France

1 L'obsidienne, un matériau idéal pour les études de provenance

L'obsidienne, verre volcanique, est un matériau idéal pour retracer les mouvements des populations passées, mais aussi les contacts et échanges entre différents groupes humains (Poupeau *et al.*, 2009). Utilisé pour la confection d'outils, d'éléments d'armature et, plus rarement, d'éléments de parure sur un grand nombre de sites, sa constitution vitreuse permet d'enregistrer les stigmates de la taille, un atout majeur pour l'étude des techniques, processus et rythmes de taille, ainsi que pour la reconstitution des chaînes opératoires[1]. Mais son atout majeur se situe dans sa genèse-même : l'obsidienne se forme suite à des processus magmatiques complexes à partir d'un magma acide (> 66 % SiO_2 ; Pollard & Heron, 2008), peu riche en eau (> 3 % ; Zhang, 1999), d'une viscosité particulièrement élevée (de 10 000 à 1 000 000 poises à 1200 ° C ; Gourgaud, 1998) et dont le refroidissement rapide en surface limite la formation de cristaux. Ces caractéristiques aboutissent à la formation d'une roche aphyrique relativement homogène, avec une composition géochimique généralement unique à chaque source*. Grâce aux diverses méthodes d'analyse à notre disposition, il nous est possible d'obtenir cette véritable 'empreinte digitale' ('*fingerprint*', Jack & Carmichael,

[1] Le concept de 'chaîne opératoire', qui comprend toutes les étapes de la 'vie' d'un outil, depuis l'acquisition de la matière première à son utilisation puis à son éventuelle récupération après abandon, a été défini pour la première fois par A. Leroi-Gourhan (1943).

1969) des artefacts en obsidienne retrouvés sur un site et, en les comparant à celles des sources, de retrouver leur origine géologique (*cf.* 2.1.1).

2 Le concept de source

C'est à partir de cette origine 'géologique', obtenue grâce à la signature* géochimique, que l'on tente de retrouver où les populations passées ont collecté l'obsidienne. Cependant, la manière dont certaines sources se présentent sur le terrain ne nous permet pas toujours d'identifier le point de collecte. En effet, la composition géochimique d'une obsidienne ne correspond pas toujours à un emplacement géographique unique (Hughes, 1998) : non seulement plusieurs coulées distinctes (et donc de compositions géochimiques différentes) peuvent parfois être présentes au même endroit, mais une même coulée (correspondant donc à une signature géochimique unique) peut aussi s'étendre sur plusieurs kilomètres (voir *e.g.* Lugliè *et al.*, 2006).

Le lieu précis correspondant au prélèvement du matériau a également pu être transformé par des procédés naturels (*e.g.* recouvert par des sédiments ou par une nouvelle éruption volcanique) ou anthropologiques (*e.g.* exploitation de la source jusqu'à épuisement de la ressource) (Le Bourdonnec, 2007). De plus, même si la viscosité du magma à l'origine de l'obsidienne limite généralement sa dispersion lors de son éruption à la surface (sous forme de dômes ou dômes-coulées), la gravité et l'érosion déplacent souvent les blocs formés dans cette position dite 'primaire' vers les lits des rivières adjacentes. Ces blocs sont alors dits être en position 'secondaire', et peuvent ainsi se retrouver plusieurs dizaines, voire centaines de kilomètres en aval de la source primaire (voir *e.g.* Chataigner & Gratuze, 2014). De telles distances ont indubitablement des conséquences majeures sur les conclusions que les archéologues peuvent alors tirer, à partir des résultats de provenance des artefacts en obsidienne, sur les mouvements des populations étudiées, leurs stratégies d'obtention et d'utilisation de l'obsidienne, et leurs potentielles interactions avec d'autres groupes.

Par conséquent, retrouver ce point d'origine ultime—au sens du lieu géographique exact du prélèvement effectué par les populations passées—est relativement complexe, et requiert un travail intensif de cartographie des sources sur le terrain (Glascock *et al.*, 1998). En règle générale, le terme de 'source' est ainsi souvent employé au sens de 'groupe géochimique' : les analyses de provenance pour le matériau obsidienne s'attachent donc en premier lieu à retrouver l'origine géologique des artefacts, et non leur origine géographique.

3 Obtenir une composition géochimique

La composition géochimique des artefacts peut être obtenue par l'intermédiaire de diverses méthodes analytiques permettant de mesurer les éléments chimiques les plus discriminants : les éléments hygromagmatophiles, en particulier (dont l'yttrium, le zirconium, le niobium et le thorium, Treuil & Joron, 1975), présentent une grande stabilité au cours des processus magmatiques et sont donc particulièrement aptes à différencier les différentes sources d'obsidienne.

Afin de mesurer les concentrations en éléments majeurs, mineurs et traces représentatifs de chaque source (dont les éléments hygromagmatophiles), de nombreuses méthodes de caractérisation géochimique sont disponibles (Gratuze, 1998 ; Poupeau *et al.*, 2014), et la plupart sont applicables au matériau 'homogène' qu'est l'obsidienne. Selon leur nature, elles permettent d'analyser les échantillons de façon globale, locale, ou en surface, à partir d'un protocole plus ou moins destructif. Chacune présente ses propres avantages et inconvénients, ses propres limites de détections, sa propre justesse et précision. Afin de s'affranchir des limites de chaque méthode disponible pour un projet de caractérisation donné, il est souvent nécessaire de faire appel à plusieurs techniques, alors utilisées de façon complémentaire dans le cadre d'une stratégie analytique 'flexible' (Orange *et al.*, 2017).

Parmi ce panel de méthodes, la spectrométrie de masse à couplage à plasma inductif et ablation laser (*Laser Ablation – Inductively Coupled Plasma – Mass Spectrometry* [LA-ICP-MS]) est l'une des plus efficaces pour l'analyse d'artefacts en obsidienne (Gratuze *et al.*, 2001 ; Speakman *et al.*, 2002 ; Dussubieux *et al.*, 2016). Utilisant un plasma de très haute température (entre 6 000 et 10 000 $°C$) comme source d'excitation, le LA-ICP-MS permet de détecter les ions de charges et de masses différentes produites lors de l'ionisation de l'échantillon dans le plasma, et de mesurer ainsi les concentrations de plus d'une trentaine d'éléments. L'utilisation de l'ablation laser comme méthode d'échantillonnage (au contraire de la mise en solution nécessitant la réduction en poudre d'une partie de l'artefact, de l'ordre d'une dizaine de microgrammes) permet de prélever une quantité de matière infinitésimale pour l'analyse (quelques nanogrammes sont suffisants), tout en préservant l'intégrité de l'artefact—on parle alors d'analyse 'virtuellement non-destructive'. L'ablation permet également de s'affranchir des potentielles altérations de surface présentes sur l'artefact résultant des procédés taphonomiques relatifs à son enfouissement dans le sol. L'ablation peut être ponctuelle (Gratuze *et al.*, 2001) ou linéaire (Orange *et al.*, 2016) ; dans les deux cas, la largeur de l'ablation est de l'ordre de quelques dizaines de micromètres (40-100 m), rendant ainsi possible l'analyse d'échantillons de taille très réduite.

4 Le traitement des données : d'une composition géochimique à une provenance

Une fois la composition géochimique d'un artefact obtenue par l'analyse, celle-ci est comparée aux résultats obtenus sur les échantillons géologiques de sources de la région concernée, dans le but d'obtenir une correspondance. Une attention particulière est d'abord portée aux éléments les plus discriminants. Dans le cas de la Méditerranée occidentale, cela concerne surtout les éléments hygromagmatophiles.

Cependant, les données compositionnelles obtenues sont, par définition, des vecteurs représentant une partie d'un tout (*cf.* 2.1.2). Pour les élémets majeurs, la donnée produite n'est donc pas une valeur absolue mais une 'valeur relative', mathématiquement représentée par des points dans le simplexe (l'espace de probabilité des données compositionnelles), puisque les concentrations obtenues sont exprimées en pourcentages massiques [% wt] dont la somme doit être égale à une constante (100 %). L'espace du simplexe impose sa propre géométrie aux données obtenues (données 'fermées') et

est difficile à manipuler, car les analyses multivariées sont, à la base, destinées à des données 'ouvertes' (espace euclidien). Pour les éléments majeurs, il convient donc de s'affranchir des contraintes imposées par la somme constante en transférant les données depuis l'espace du simplexe vers un espace euclidien. On a pour cela recours à différents types de transformations (Aitchison, 1982 ; Egozcue *et al.*, 2003) : additive (*additive log-ratio* [alr]), centrée (*centered log-ratio* [clr]) ou isométrique (*isometric log-ratio* [ilr]). Ces transformations sont réalisables par des programmes statistiques tels que CoDaPack[2]. Pour les éléments mineurs ou traces ces transformations ont d'autres avantages, en particulier de neutraliser les effets de variation d'échelle qui peuvent être dues à la calibration instrumentale, à la géométrie des échantillons ou des effets taphonomique… Classiquement, l'approche exploratoire des données pour les obsidiennes passe ainsi par l'utilisation de techniques d'analyses multivariées telles que l'Analyse en Composantes Principales [ACP] (*cf.* 6.1 ; voir par exemple Millhauser *et al.*, 2011 ; Reepmeyer *et al.*, 2011 ; Forster & Grave, 2012 ; Le Bourdonnec *et al.*, 2015), idéalement après la transformation clr des données (fig. 1, voir aussi Orange *et al.*, 2017). Cette première étape permet tout d'abord de repérer les artefacts ayant produit des compositions erratiques (par exemple dues à des altérations de surface), mais aussi de procéder à une première élimination des sources non compatibles. Dans un second temps, la technique qui consiste à utiliser des log-ratios d'éléments (transformation alr des données) nous permet de finaliser les attributions de provenance des artefacts (fig. 2). L'utilisation de spider diagrammes permet quant à elle de visualiser l'ensemble des éléments mesurés dans un nombre important d'échantillons : les données sont normalisées sur une base connue (par exemple, au manteau primitif) et représentées sur une échelle logarithmique (voir par exemple Rózsa *et al.*, 2006 : fig. 5).

Grâce à ces différents outils statistiques on procède ainsi par élimination, en écartant par différentes étapes et grâce aux différents éléments mesurés les sources ne recoupant pas la composition géochimique obtenue pour les artefacts. Lorsqu'une correspondance est obtenue, une vérification de la compatibilité des différentes teneurs en chaque élément entre la source et les artefacts est réalisée afin de confirmer la provenance.

Cependant, les études de provenance ont plusieurs limites. Premièrement, elles reposent sur le postulat que les différences de concentrations mesurées entre les diverses sources ou sous-types (différences inter-sources) sont supérieures à celles observées entre les échantillons prélevés au sein d'une même source (différences intra-source), ce qui n'est pas toujours le cas. Ainsi, il est parfois difficile de déterminer à quel type d'obsidienne les artefacts appartiennent, et il arrive même que certaines sources primaires, pourtant éloignées de plusieurs dizaines ou centaines de kilomètres, soient difficilement distinguables : c'est par exemple le cas des sources peralkalines de Bingöl A et Nemrut Dağ, en Anatolie de l'Est (voir Chataigner, 1994 ; Frahm, 2012 ; Orange *et al.*, 2013).

[2]CoDaPack est un logiciel accessible en libre-accès : https://imae.udg.edu/codapack/

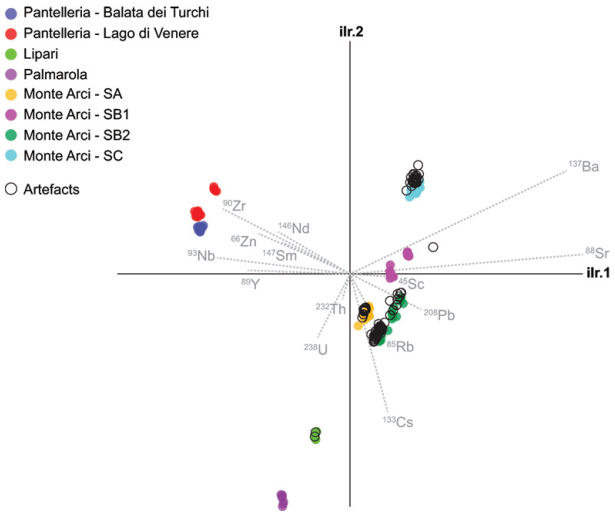


FIG. 1 : Analyse en composantes principales sur données transformées par clr (*clr-biplot*) des données obtenues par LA-ICP-MS sur 143 échantillons géologiques de Méditerranée occidentale et 100 artefacts provenant de sites archéologiques Corses (voir Orange *et al.*, 2016, 2018). Analyse et graphique réalisés avec le logiciel CoDaPack.

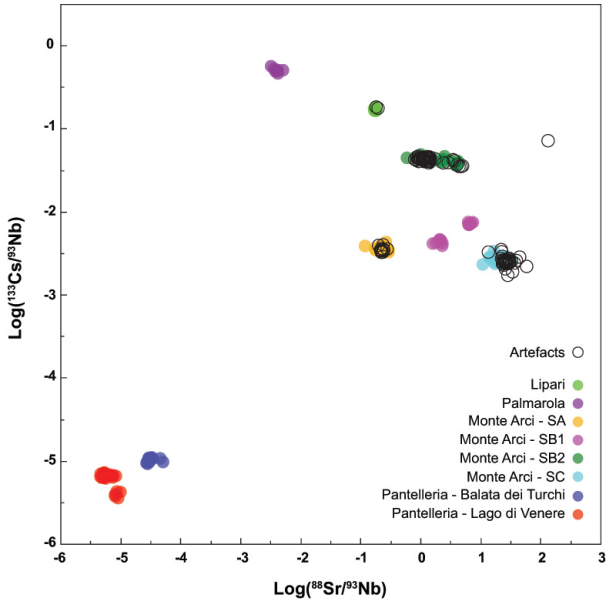


FIG. 2 : Comparaison des log-ratios ($^{88}Sr/^{93}Nb$) et ($^{133}Cs/^{93}Nb$) pour 143 échantillons géologiques de Méditerranée occidentale et 100 artefacts provenant de sites archéologiques Corses. Données obtenues par LA-ICP-MS (voir Orange *et al.*, 2016, 2018).

Dans un second temps, nous avons évoqué plus haut la transformation probable de certaines sources par des procédés naturels ou anthropiques, ce qui suppose que certains gisements ont pu être rendus inaccessibles ou ont été complètement épuisés les groupes humains les ayant exploités. La composition géochimique de ces sources ne peut donc être connue que par l'intermédiaire des analyses conduites sur les échantillons archéologiques, impliquant que les artefacts qui ne peuvent être attribuées avec succès à une source précise peuvent appartenir à une source épuisée, inaccessible de nos jours, ou encore inconnue.

Une attribution géologique ne peut ainsi jamais être déterminée avec certitude : l'approche postule en effet que l'ensemble des sources potentielles sont présentes dans le référentiel utilisé, alors que les sources encore potentiellement inconnues à ce jour (ou, simplement, manquantes à une base de données géologique spécifique utilisée pour le projet) peuvent présenter des compositions similaires à celles des sources connues auxquelles les pièces archéologiques étudiées peuvent être incorrectement rapprochées. La qualité et l'exhaustivité de l'échantillonnage géologique (et donc la définition des référentiels utilisés) sont donc cruciales. Ainsi, on ne peut que déterminer avec certitude les sources géologiques dont les artefacts ne proviennent pas.

5 Le cas de la Méditerranée occidentale

En Méditerranée occidentale, les sources d'obsidienne disponibles sont limitées à quatre îles : Lipari, au nord de la Sicile, la Sardaigne (massif du Monte Arci), Palmarola, dans l'archipel des Pontines et Pantelleria, au large de la côte tunisienne (fig. 3). Chacune de ces quatre 'îles-sources' offre plusieurs gisements (ou 'source'), que l'on peut distinguer par leur signature géochimique. Les teneurs en rubidium, strontium, zirconium, niobium et césium sont particulièrement utiles pour parvenir à les différencier les unes des autres (voir *e.g.* Le Bourdonnec *et al.*, 2011 ; Tykot *et al.*, 2013 ; Freund, 2014 ; Orange *et al.*, 2018). Les compositions géochimiques obtenues par LA-ICP-MS sur les échantillons géologiques et archéologiques sont accessibles en ligne (Orange *et al.*, 2016, 2018).



Fig. 3 : Localisation des différentes sources d'obsidienne de Méditerranée occidentale.

Les populations de Méditerranée occidentale ont exploité les sources d'obsidienne de cette région depuis le Néolithique ancien. Ce matériau circule principalement au sein de 'cellules de diffusion', dont les limites peuvent évoluer au fil du temps. On observe généralement que les sources les plus proches sont privilégiées : c'est le cas des populations occupant la Corse entre le 7^{e} et le 4^{e} millénaire, qui ont exploité en large majorité l'obsidienne de l'île voisine de la Sardaigne, dont les sources se situent sur le massif du Monte Arci (principalement les types SA, SB2 et SC ; Lugliè, 2009). Les deux îles sont ne sont séparées, au sud, que par le détroit de Bonifacio, d'une largeur d'environ environ 11 km (fig. 3). Ce n'est que très rarement que de l'obsidienne de sources extérieures aux complexe Corso-sarde y sont retrouvées (voir par exemple Le Bourdonnec *et al.*, 2014). Cependant, ces quelques exceptions—ou épiphénomènes—révèlent des indices tout aussi précieux sur les relations entre les diverses populations du monde méditerranéen durant la Préhistoire. En effet, si l'utilisation des sources d'obsidienne sarde en quantités relativement importantes (en comparaison des autres matériaux lithiques disponibles localement, tels que le quartz ou la rhyolite) par les communautés de Corse peut révéler les systèmes économiques en place à une période donnée, ainsi que leurs évolutions diachroniques, la présence plus sporadique de matériaux 'exotiques' provenant de territoires plus éloignés indique l'existence de contacts probablement épisodiques avec les populations voisines de ces sources, marqueurs d'échanges empreints d'une valeur économique faible, mais socialement significative.

En résumé :

- Assurez-vous de disposer d'un échantillonnage exhaustif des sources potentielles, pour limiter des attributions erronées. Cela concerne autant le nombre de sources que le nombre d'échantillons par source (une certaine hétérogénéité pouvant exister au sein d'un même gisement).
- Mesurez des standards à chaque début et fin de journée d'analyse pour vous assurer de la reproductibilité, précision et justesse de vos mesures.
- Ne vous limitez pas à une seule méthode d'analyse : l'approche la plus efficace est souvent une stratégie analytique flexible, faisant appel à plusieurs techniques analytiques afin de s'adapter au mieux aux contraintes imposées par le projet, les techniques et les artefacts.
- N'hésitez pas à utiliser plusieurs outils statistiques pour l'attribution de provenance, et à comparer ces différentes approches entre elles.