CENTRE D'ÉTUDES PRÉHISTOIRE, ANTIQUITÉ, MOYEN ÂGE - UMR 6130
Actes de la table ronde, 27-29 mai 2008

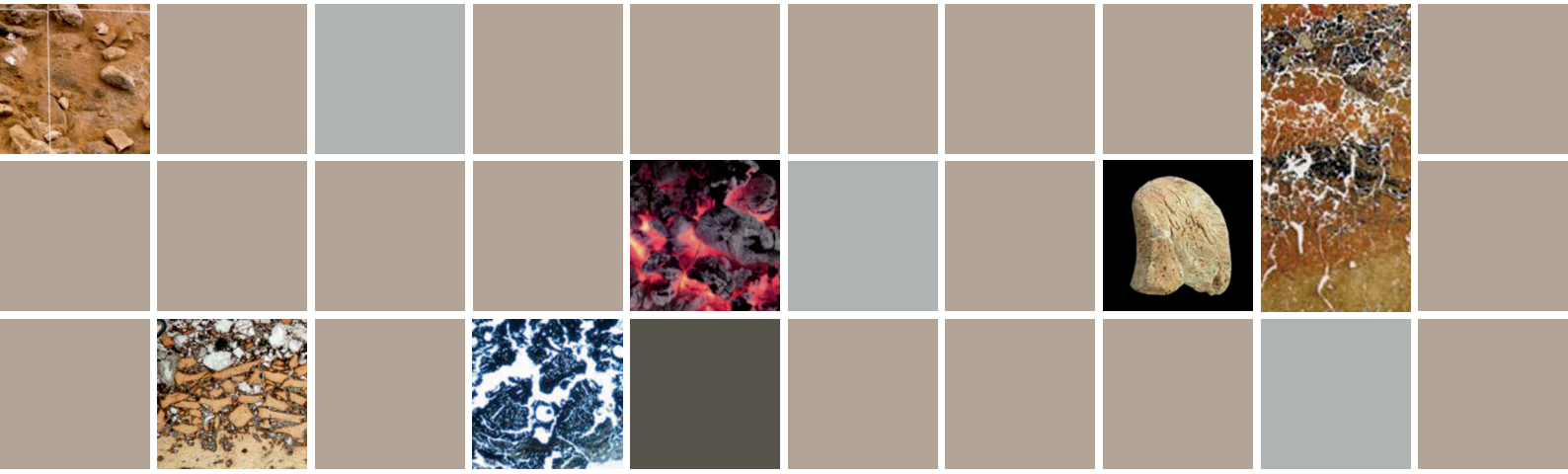
2010 # 2

http://www.palethnologie.org
ISSN 2108-6532

sous la direction de

Isabelle THÉRY-PARISOT
Lucie CHABAL
Sandrine COSTAMAGNO

# TAPHONOMIE DE LA COMBUSTION DES RÉSIDUS ORGANIQUES ET DES STRUCTURES DE COMBUSTION EN CONTEXTE ARCHÉOLOGIQUE



P@LETHNOLOGIE
Revue bilingue de Préhistoire

P@LETHNOLOGIE
Revue bilingue de Préhistoire

*Revue publiée par l'association P@lethnologie, créée et soutenue par le laboratoire TRACES, le laboratoire Ethnologie préhistorique, l'université de Liège, le ministère de la Culture et de la Communication.*

## Directrice

Vanessa LEA

## Comité éditorial

François BON
Sandrine COSTAMAGNO
Karim GERNIGON
Vanessa LEA
Monique OLIVE
Marcel OTTE
Michel VAGINAY
Nicolas VALDEYRON

## Comité scientifique

Michel BARBAZA, université de Toulouse, France
Laurent BRUXELLES, INRAP, France
Jacques CHABOT, université de Laval, Canada
Jesús GONZÁLEZ URQUIJO, université de Cantabrie, Espagne
Dominique HENRY-GAMBIER, CNRS, France
Jacques JAUBERT, université de Bordeaux, France
Béatrix MIDANT-REYNES, CNRS, France
Karim SADR, université de Witwatersrand, Afrique du Sud
Boris VALENTIN, université Paris I, France
Jean VAQUER, CNRS, France
Randall WHITE, université de New York, États-Unis

## Traduction

Magen O'FARRELL

## Maquette, mise en page

Yann BELIEZ

## Couverture

Fabien TESSIER

***Les contributions sont à adresser à :***

REVUE P@LETHNOLOGIE
Vanessa LEA, chargée de recherche

TRACES - UMR 5608 du CNRS
Maison de la recherche
5 allées Antonio Machado
31058 Toulouse cedex 9, FRANCE

Téléphone : +33 (0)5 61 50 36 98
Télécopie : +33 (0)5 61 50 49 59
Courriel : vanessa.lea@univ-tlse2.fr

**Cette manifestation et ses actes ont reçu le soutien de**

TRACES
Liberté • Égalité • Fraternité
RÉPUBLIQUE FRANÇAISE
Ministère Culture Communication
Université de Toulouse
UNIVERSITE DE TOULOUSE LE MIRAIL
Université de Liège
RÉGION MIDI-PYRÉNÉES
cnrs dépasser les frontières
ARSCAN ETHNOLOGIE PRÉHISTORIQUE
MSH - NICE Maison des Sciences de l'Homme
Institut national de recherches archéologiques préventives Inrap
Centre Études Préhistoire Antiquité Moyen Âge

# PHYTOLITHES ET TAPHONOMIE, APPORT DE L'EXPÉRIMENTATION À LA QUANTIFICATION DES PHYTOLITHES DANS LES CENDRES DE BOIS

Claire DELHON

P@lethnologie / 2010.2
Revue bilingue de Préhistoire



**Résumé**

Les cendres, résidus minéraux de la combustion du bois, contiennent des particules siliceuses susceptibles de se conserver à très long terme dans les sédiments archéologiques. Ainsi, les phytolithes sont parfois utilisés comme marqueurs d'activités de combustion dont tous les restes biodégradables ou solubles auraient disparu.

Cet article propose une évaluation expérimentale du potentiel des phytolithes pour tracer, quantitativement et qualitativement, la biomasse ligneuse carbonisée. Les résultats montrent 1/ que seule une très faible partie de la cendre est capable de résister aux phénomènes de dissolution, 2/ que les phytolithes issus des tissus ligneux sont peu caractéristiques d'un point de vue taxonomique, et 3/ qu'il n'est pas possible par l'analyse microscopique de routine de différencier des phytolithes issus de combustion de phytolithes libérés suite à une décomposition lente de la matière organique. Il apparait donc que les fortes concentrations de phytolithes « de bois » peuvent être un indice de combustion, mais que l'analyse phytolithique ne permet ni d'identifier taxonomiquement le combustible ligneux ni d'évaluer la quantité de biomasse brûlée.

**Mots clés :** analyse phytolithique, AIF, combustible ligneux, expérimentation

## Introduction

La combustion du bois entraine une fragmentation et une réduction de masse du matériel ligneux et produit deux types de restes que l'on peut séparer en fonction de leur taille et de leur composition chimique : les charbons et les cendres. Les charbons sont le produit de la combustion incomplète du bois : si le processus de combustion est mené à son terme, il ne reste que des cendres (Chabal *et al*., 1999). Il s'agit alors de résidus minéraux, composés principalement de carbonates, de phosphates, sulfates et de composés siliceux (Wattez, 1988 ; Olanders & Steenari, 1995). Si l'augmentation de température se poursuit au-delà de cette phase de calcination, on assiste à la fusion des cendres (Olanders & Steenari, 1995).

Charbons et cendres sont des composés chimiquement stables qui sont susceptibles de se conserver sur des longues périodes notamment en contexte archéologique. Toutefois, les charbons sont très sensibles à la fragmentation et peuvent ainsi, petit à petit, disparaître complètement dans la matrice sédimentaire. La fraction cendreuse est composée en partie de particules solubles à l'eau ou dans des solutions à pH acides, c'est-à-dire principalement des carbonates, et en partie de particules très peu solubles à des pH neutres ou acides, qui sont en majorité des silicates. Ces silicates ne sont pas produits par le phénomène de combustion. Il s'agit de particules d'opale de silice, des phytolithes, présents dans les tissus végétaux et incombustibles, qui se retrouvent donc concentrés dans les résidus de combustion. Dans des conditions de conservation peu favorables, lorsque les charbons ont disparu, du moins à l'échelle macroscopique, et que les cendres carbonatées ont été dissoutes, les phytolithes sont donc les derniers témoins de la biomasse carbonisée (Schiegl *et al*., 1994, 1996 ; Albert *et al*., 2000).

Mais, à l'heure actuelle, les données manquent pour évaluer dans quelle mesure il est possible de remonter, à partir de l'assemblage phytolithique, au combustible ligneux, que ce soit sur le plan qualitatif (identification du combustible) ou sur le plan quantitatif (évaluation de la quantité de bois brûlé). De plus, les phytolithes n'étant pas produits mais simplement concentrés par la combustion, les techniques permettant de reconnaitre des phytolithes « brûlés » de phytolithes libérés de leur gangue organique par d'autres processus manquent aussi.

Cet article est une première contribution à la quantification des microrestes (i) apportés par des activités de combustion de tissus ligneux, (ii) susceptibles de se conserver à long terme en contexte archéologique et (iii) susceptibles d'être identifiés lors d'une analyse microscopique du sédiment. Le but de cette quantification est, dans un premier temps, de déterminer dans quelle mesure la fraction cendreuse insoluble est à même de mettre en évidence des zones de combustion effacées à l'échelle macroscopique, et, dans un second temps, de vérifier s'il est possible de proposer des reconstitutions quantitatives de l'utilisation du combustible ligneux, en termes de volume de bois mis au feu.

## Matériel et méthodes

### *Matériel*

Dans le cadre des combustions expérimentales menées au CEPAM (UMR 6130 du CNRS) depuis plusieurs années sous la direction d'Isabelle Théry-Parisot[1], la production de cendres, définie comme la fraction inférieure à 500 µm, a été systématiquement récupérée et pesée. Il apparaît que les cendres représentent une proportion des résidus extrêmement variable d'une espèce à l'autre et jusqu'à plus de 80% par exemple chez le chêne (Thery-Parisot & *et al.*, ce volume, fig. 6).

Le corpus étudié correspond à 16 feux concernant huit taxons différents, deux conifères et six feuillus : pin d'Alep (*Pinus halepensis*), pin maritime (*P. pinaster*), chêne caducifolié (*Quercus pubescens*), olivier (*Olea europaea*), noisetier (*Corylus avellana*), peuplier

[1] « Économie des combustibles au Paléolithique. De l'expérimentation à la modélisation » : Financement ACI-jeunes chercheurs, Ministère de la Recherche 2000-2003 & APN, CNRS 2000-2003.

(*Populus sp.*), bouleau (*Betula pendula*) et charme (*Carpinus betulus)*. Pour chaque taxon, deux feux correspondant à du bois provenant de deux stations différentes ont été pris en compte, et de nombreux paramètres ont été enregistrés (Théry-Parisot & et *al*., ce volume), dont le volume de bois mis au feu, la masse de charbons (fractions 0,5 – 4 mm et > 4 mm) et la masse de cendres (fraction < 500 µm).

## *Méthodes*

### Extraction la fraction insoluble aux acides (AIF) de densité < 2,4

Il a été décidé que les paramètres quantitatifs permettant d'évaluer la perte de matière entre le combustible et les résidus cendreux seraient le volume de bois mis au feu d'une part et le poids de cendres d'autre part. En effet, en ce qui concerne le bois, le volume est moins influencé que la masse par les variations de l'humidité, paramètre difficile à maitriser. Au contraire, la cendre étant sensible au tassement, la pesée est apparue comme le seul moyen de quantifier de façon reproductible et comparable les résidus de chaque combustion.

Pour chaque feu, 1 gramme environ de la fraction cendreuse a été prélevé et pesé avec une précision de 0,1 mg. Les cendres ont ensuite été traitées selon la méthode proposées par R. M. Albert (Albert *et al*., 1999) avec un mélange d'acides nitrique et chlorhydrique, à chaud, puis avec de l'eau oxygénée, également à chaud. Ces traitements permettent de détruire les carbonates, les phosphates et la matière organique pour ne concentrer que les particules peu sensibles à la dissolution, et recueillir la fraction insoluble aux acides (*Acid Insoluble Fraction*), au sens de R.M. Albert (Albert *et al*., 1999), ou AIF. Dans les sédiments, cette fraction est celle qui est chimiquement la plus stable ; seuls des pH très alcalins, rarement rencontrés, peuvent affecter sa conservation.

Toutefois, si ce protocole d'extraction est appliqué tel quel aux sédiments, un grand nombre de particules insolubles aux acides et n'ayant pas une origine végétale vont également être recueillies, en particulier les quartzs. La séparation des quartzs et des phytolithes se fait en utilisant leur différence de densité. Les phytolithes ont une densité inférieure à 2,4 alors que les quartzs sont plus lourds ; une flottation sur un liquide de densité contrôlée permet de concentrer la silice biogénique au détriment de la silice géologique (Fredlund & Tieszen, 1994). Pour que les résultats expérimentaux puissent servir de référentiel à l'analyse de sédiments archéologiques, nous avons fait subir cette concentration à nos prélèvements, en utilisant une solution de polytungstate de sodium (d = 2,4). Cette opération permet de recueillir ce qui sera désigné plus bas sous le terme d' « *AIF légère* ».

### Analyse microscopique des résidus cendreux

L'AIF légère contient différentes particules, informes ou figurées, identifiables ou non identifiables, parmi lesquelles les phytolithes proprement dits.

Les phytolithes sont des particules d'opale de silicium amorphes qui se forment dans les tissus végétaux vivants. Il existe une production différentielle : les monocotylédones en général et les graminées en particulier en produisent beaucoup plus que les gymnospermes et les dicotylédones (Carnelli *et al*., 2001). De plus, la silice se dépose plus facilement au niveau des organes chlorophylliens et transpirants (feuilles et tiges vertes) qu'ailleurs dans la plante, et les formes identifiables sont souvent issues de la silicification de cellules épidermiques. Dans les tissus internes, on trouve principalement des formes granulaires, qui correspondent peut-être à une neutralisation d'éléments toxiques pour l'organisme végétal (Lewin & Reimann, 1969 ; Jones & Handreck, 1965, Sangster & Hodson, 2001), et des particules à la morphologie mal définie, probablement issues de dépôt siliceux plus diffus. Les seuls phytolithes de « bois » porteurs d'une information taxonomique sont les formes sphériques, à surface rugueuse ou lisse, dont la plupart des auteurs s'accordent à dire qu'elles sont produites dans les tissus ligneux des dicotylédones (Scurfield *et al*., 1974 ; Kondo *et al*., 1994 ; Alexandre *et al*., 1997). Chez les pins, un morphotype assez variable semble caractéristique ; il s'agit des formes à surface alvéolée (Delhon, 2002, 2005). Toutes les autres particules sont

considérées comme inclassables, elles ressemblent soit à des débris, à des silicifications partielles de cellules non identifiables, soit à des agrégats siliceux (*siliceous agregates*), amalgames de phytolithes proprement dits et d'autres particules minérales (fig. 1).

L'observation des résidus au microscope optique à transmission (grossissement X 400 à X 1000) permet d'évaluer la proportion de phytolithes contenus dans l'AIF légère. Cette évaluation semi-quantitative est assez délicate et n'est pas exempte de subjectivité, c'est pourquoi il a été choisi de donner une fourchette de proportion (par exemple : *1/2 à 2/3 des particules présentes sont des phytolithes*). Ensuite, les phytolithes appartenant à un morphotype identifiable sont comptés, ainsi que ceux qui ne présentent aucune morphologie standardisée. Ces catégories correspondent respectivement aux « *consistent morphology* » et « *variable morphology* » de R. M. Albert (Albert *et al*., 1999).

### Données de comparaison

A notre connaissance, les seules données publiées concernant la teneur de la cendre de bois en AIF sont réunies dans une étude de Schiegl et collaborateurs (1996) visant à évaluer le volume de cendre à l'origine du remplissage sédimentaire des grottes d'Hayonim et de Kebara (Israël, Paléolithique). Ces données concernant huit espèces, toutes sclérophylles, ne recoupent notre propre corpus que pour une d'entre elles (l'olivier). Il s'agit de combustions expérimentales de 5 kg de bois sec avec mesure de la masse et du volume des cendres obtenues et de la proportion d'AIF. Le volume de bois initialement mis au feu n'est pas connu. La relation entre la masse et le volume dépend fortement de l'espèce et de la teneur en eau, il n'est pas possible de passer de l'un à l'autre avec autant d'inconnues. En revanche, on dispose des données concernant le poids de cendres. Or les analyses menées par I. Théry-Parisot montrent que,

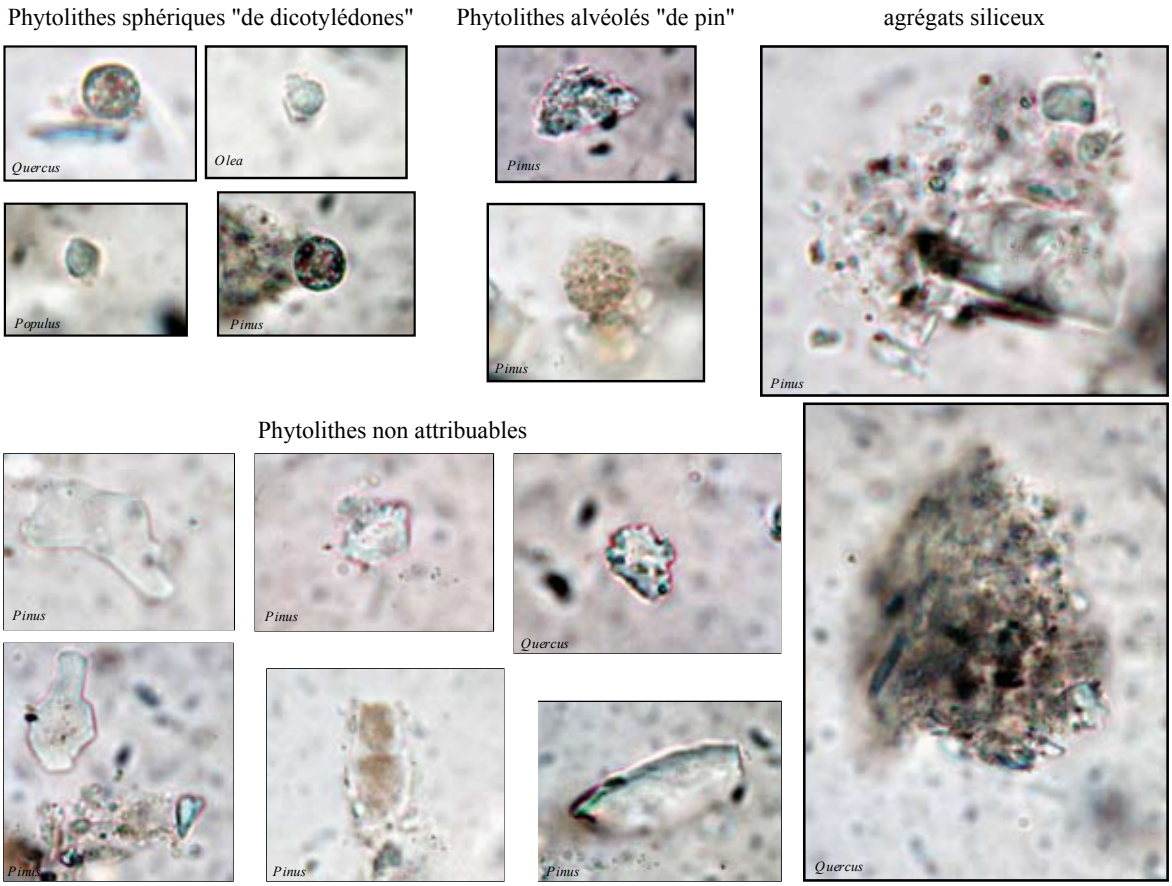



**Fig. 1** - Particules siliceuses observées dans les cendres de bois (microscope optique à transmission, grossissement X 1000) (C. Delhon).

| | volume de bois mis au feu (1) | masse totale de cendres <0,5 mm (1) | masse de cendre traitée (1) | masse AIF (1) | masse AIF légère (1) | proportion de phytolithes dans l'AIF légère (2) | | masse AIF par g de cendre (3) | masse AIF par cm³ de bois (3) | masse AIF légère par g de cendre (3) | masse AIF légère par cm³ de bois (3) | masse phytolithes par g de cendre (3) | | masse phytolithes par cm³ de bois (3) | |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| | cm³ | g | g | mg | mg | proportion | | mg/g | mg/cm³ | mg | mg | mg/g | | mg/cm³ | |
| | | | | | | estimation basse | estimation haute | | | | | estimation basse | estimation haute | estimation basse | estimation haute |
| *Quercus pubescens* I | 6502 | 179,50 | 0,9983 | 23,0 | 13,0 | 1/3 | 2/3 | **23,0** | **0,636** | **13,0** | **0,360** | **4,3** | **8,7** | **0,120** | **0,240** |
| *Quercus pubescens* II | 3482 | 105,69 | 0,8777 | 5,0 | 1,7 | 2/3 | 3/4 | **5,7** | **0,173** | **1,9** | **0,059** | **1,3** | **1,5** | **0,039** | **0,044** |
| *Pinus pinaster* I | 7544 | 15,46 | 0,8165 | 64,3 | 28,6 | 1/4 | 1/3 | **78,8** | **0,161** | **35,0** | **0,072** | **8,8** | **11,7** | **0,018** | **0,024** |
| *Pinus pinaster* II | 5559 | 31,31 | 0,9532 | 9,7 | 4,1 | 1/3 | 3/4 | **10,2** | **0,057** | **4,3** | **0,024** | **2,9** | **3,2** | **0,016** | **0,018** |
| *Olea europaea* I | 4207 | 35,70 | 0,9605 | 7,1 | 6,6 | 1/3 | 1/2 | **7,4** | **0,063** | **6,9** | **0,058** | **2,3** | **3,4** | **0,019** | **0,029** |
| *Olea europaea* II | 5324 | 42,50 | 0,9295 | 5,9 | 2,6 | 1/3 | 1/2 | **6,3** | **0,051** | **2,8** | **0,022** | **0,9** | **1,4** | **0,007** | **0,011** |
| *Pinus halepensis* I | 6107 | 36,58 | 1,0402 | 13,5 | 6,2 | 2/3 | 3/4 | **13,0** | **0,078** | **6,0** | **0,036** | **4,0** | **4,5** | **0,024** | **0,027** |
| *Pinus halepensis* II | 6199 | 40,00 | 0,954 | 10,7 | 7,3 | 2/3 | 3/4 | **11,2** | **0,072** | **7,7** | **0,049** | **5,1** | **5,7** | **0,033** | **0,037** |
| *Populus* sp. I | 7535 | 48,24 | 0,9176 | 26,1 | 11,0 | 2/3 | 3/4 | **28,4** | **0,182** | **12,0** | **0,077** | **8,0** | **9,0** | **0,051** | **0,058** |
| *Populus* sp. II | 7532 | 39,04 | 1,0179 | 16,4 | 8,6 | 2/3 | 3/4 | **16,1** | **0,083** | **8,4** | **0,044** | **5,6** | **6,3** | **0,029** | **0,033** |
| *Carpinus betulus* I | 8877 | 45,28 | 0,8641 | 16,5 | 4,8 | 1/3 | 1/2 | **19,1** | **0,097** | **5,6** | **0,028** | **1,9** | **2,8** | **0,009** | **0,014** |
| *Carpinus betulus* II | 9029 | 50,15 | 0,9164 | 14,2 | 5,7 | 1/2 | 2/3 | **15,5** | **0,086** | **6,2** | **0,035** | **3,1** | **4,1** | **0,017** | **0,023** |
| *Betula pendula* I | 8297 | 20,56 | 0,9244 | 32,1 | 11,1 | 1/3 | 1/2 | **34,7** | **0,086** | **12,0** | **0,030** | **4,0** | **6,0** | **0,010** | **0,015** |
| *Betula pendula* II | 18419 | 48,02 | 1,0119 | 23,6 | 13,7 | 1/4 | 1/3 | **23,3** | **0,061** | **13,5** | **0,035** | **3,4** | **4,5** | **0,009** | **0,012** |
| *Corylus avellana* I | 7920 | 50,00 | 0,9361 | 5,6 | 33,6 | 2/3 | 3/4 | **6,0** | **0,038** | X | X | X | X | X | X |
| *Corylus avellana* II | 7012 | 44,00 | 0,9242 | 8,3 | 6,0 | 2/3 | 3/4 | **9,0** | **0,056** | **6,5** | **0,041** | **4,3** | **4,9** | **0,027** | **0,031** |
| **MOYENNE** | | | | | | | | **19,2** | **0,124** | **9,5** | **0,065** | **4** | **5,1** | **0,029** | **0,041** |
| **ECART-TYPE** | | | | | | | | **18,0** | **0,144** | **7,9** | **0,083** | **2,2** | **2,9** | **0,028** | **0,056** |

**Tab. 1** - Teneur absolue et relative des cendres de bois en résidus insolubles. 1/mesures directes (pesées), 2/estimation semi-quantitative, 3/données indirectes (calculs à partir des précédentes). Grisé : erreur de mesure, X donnée manquante (C. Delhon).

pour une majorité d'espèces, il existe une régression entre le poids de cendres obtenues et le volume de bois initial (Thery-Parisot, com. perso.). Bien que cette corrélation soit imparfaite, il est possible de l'utiliser pour évaluer le volume de bois mis au feu dans les expérimentations de S. Schiegl.

## Résultats

### *Quantité d'AIF*

#### Résultats expérimentaux

Après attaque aux acides, la quantité de résidu obtenue est assez variable, avec une moyenne de 19,2 mg pour 1g de cendre traitée, soit près de 2 % du poids (tab. 1, fig. 2a). Même si l'on exclut la valeur particulièrement élevée obtenue pour l'une des combustions de pin maritime (78,8 mg/g), qui correspond à un échantillon très riche en écorce, la fourchette de variation s'étend d'environ 6 mg à 35 mg par gramme de cendre, avec une variation intraspécifique qui peut être élevée (chêne : 5,7 – 23 mg/g ; peuplier : 16,1 – 28,4 mg/g ; bouleau : 23,3 – 34,7 mg/g). Les conditions de la combustion, comparables, ne semblent pas être à l'origine de ces variations, mais cela demanderait sans doute à être vérifié, les paramètres influant sur les combustions en foyer ouvert restant difficile à maitriser.

La combustion des différentes espèces ne produisant pas la même quantité de cendre, il est nécessaire de rapporter cette quantité d'AIF non plus au poids de cendre mais au volume de bois mis au feu (fig. 2b). Les valeurs sont beaucoup moins dispersées, et il apparait qu'un centimètre cube de bois produit à peu près 0,1 mg d'AIF (moyenne de 0,124 mg/cm$^3$).

#### Comparaison avec les données de Schiegl *et al.*, 1996

Malgré l'hétérogénéité des corpus, les résultats convergent avec une teneur moyenne en AIF des cendres très proche de 2 % (1,9 contre 1,92 dans notre propre étude) (tab. 2, fig. 2a). Deux essences, le chêne vert et l'olivier, ont bénéficié de mesures en double qui confirment la variabilité intraspécifique que nous avons constatée dans notre propre corpus (Olivier : 1 – 3,6 % ; Chêne caducifolié : 1,1 – 2,7 %). Par ailleurs, pour le taxon en commun entre les deux analyses (l'olivier), la valeur la plus faible obtenue par Schiegl *et al.*, 1 %, est relativement proche des nôtres (qui sont très cohérentes entre elles : 6,3 et 7,4 mg/g, soit 0,63 et 0,74 %), mais l'autre, 3,6 %, s'en éloigne très nettement.

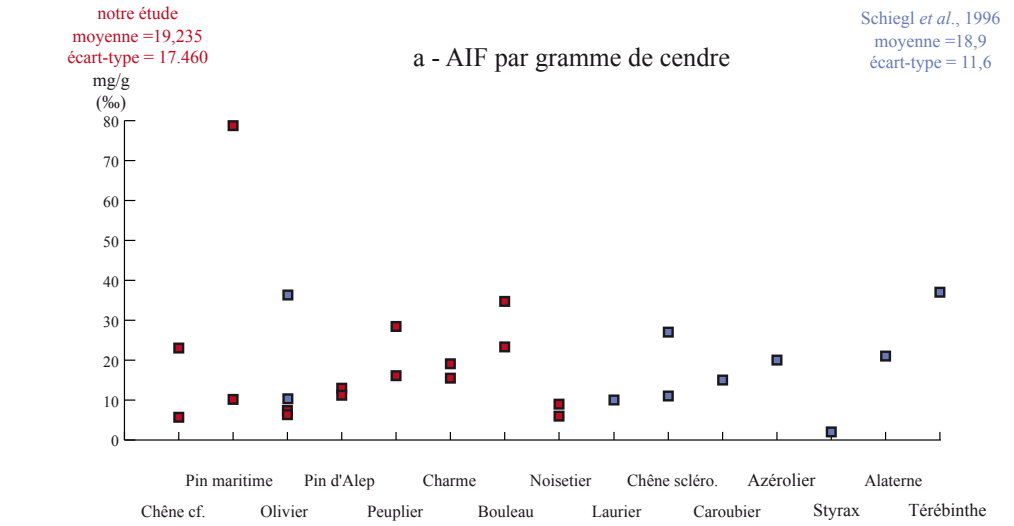
Le rapport au volume de bois mis au feu (fig. 2b), même s'il s'agit dans ce cas d'une extrapolation, permet ici aussi de réduire les écarts entre individus et entre espèces et d'arriver à une moyenne cohérente avec nos propres résultats, d'environ 0,1 mg de résidu insoluble par cm$^3$ de bois (0,097 mg/cm$^3$ contre 0.124 mg/cm$^3$ dans notre étude).

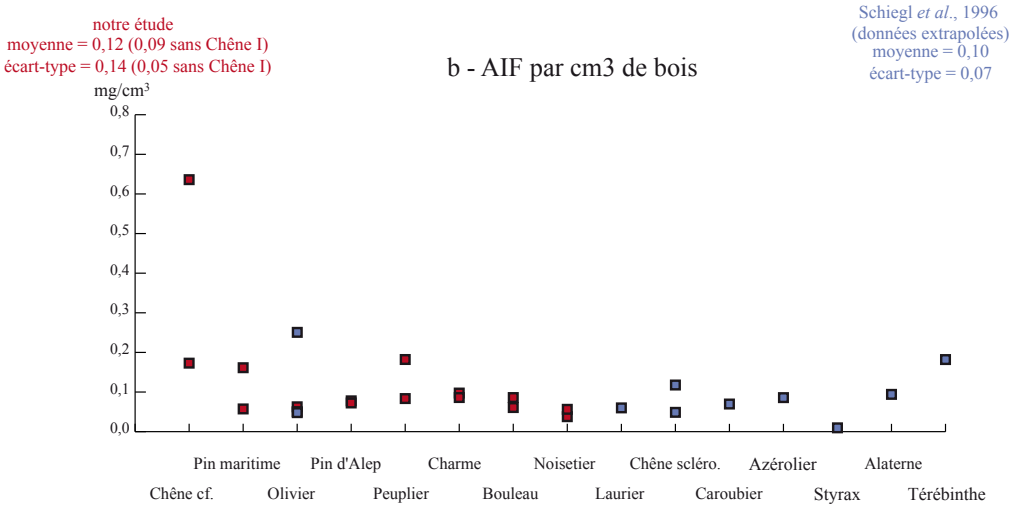
### *Quantité d'AIF légère par volume de bois*

Le processus d'extraction des phytolithes des sédiments nous oblige à travailler uniquement sur l'AIF légère (d < 2,4) pour obtenir un référentiel utilisable en contexte archéologique. Cette fraction légère représente globalement un peu plus de la moitié du total de l'AIF (tab. 1, fig. 2c), c'est-à-dire en moyenne un peu moins de 1% du poids de cendre (9,5 mg/g). Une valeur diverge notablement de cette moyenne (35,9 mg/g) mais elle correspond à une erreur de mesure (noisetier I : la fraction d'AIF « légère » a été mesurée en plus grande quantité que le total de l'AIF) et ne sera pas prise en compte par la suite. Rapportée au volume de bois (fig. 2d), la moyenne est de 0,065 mg/cm3, mais les résultats sont loin d'être homogènes. Si le pin maritime, dont la teneur en AIF totale pouvait sembler aberrante, se rapproche des autres échantillons (0,0718 mg/cm$^3$), une des valeurs obtenues pour le chêne caducifolié (0,3595 mg/cm$^3$) est bien au-dessus de la moyenne.

### *Quantité de phytolithes par volume de bois*

Une fois la fraction insoluble de densité inférieure à 2,4 extraite, c'est l'analyse au microscope qui permet d'y reconnaitre des phytolithes et donc éventuellement d'interpréter l'assemblage comme étant issu de cendre de bois. Pour nos échantillons expérimentaux, la proportion de phytolithes sur les lames, évaluée de



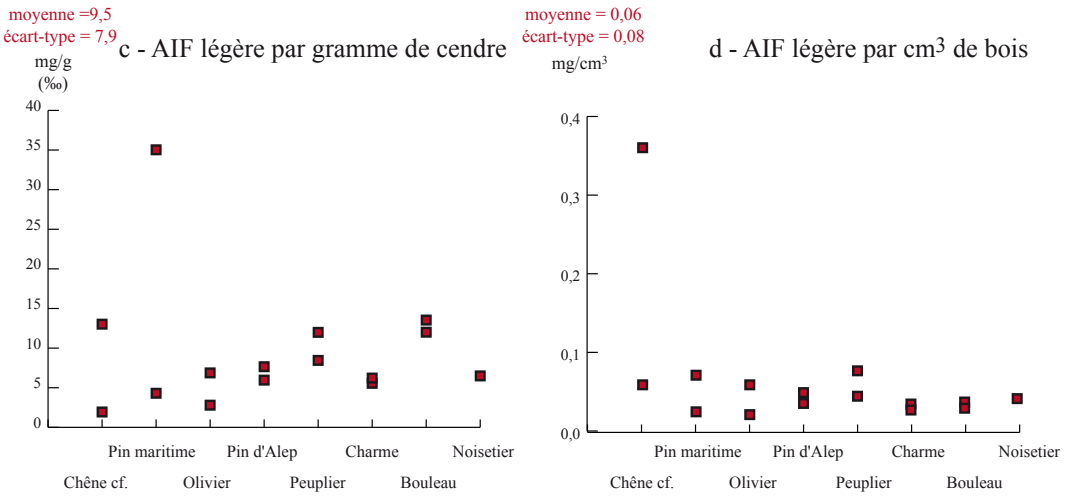




**Fig. 2** - Teneur en AIF (2a & 2b) et en AIF légère (2c & 2d) rapportée à la masse de cendre obtenue (2a & 2c) et au volume de bois mis au feu (2b & 2d) (C. Delhon).

| | p = poids de cendres (1) | v = volume de bois (2) | proportion d'AIF dans la cendre (1) | AIF / cm³ de bois |
|---|---|---|---|---|
| | g | cm³ | % du poids | mg/cm³ |
| *Olea europaea* | 45 | 6455,75 | **3,6** | **0,251** |
| *Olea europaea* | 112 | 23205,75 | **1,0** | **0,048** |
| *Laurus nobilis* | 57 | 9455,75 | **1,0** | **0,060** |
| *Quercus calliprinos* | 187 | 41955,75 | **1,1** | **0,049** |
| *Quercus calliprinos* | 226 | 51705,75 | **2,7** | **0,118** |
| *Ceratonia silica* | 134 | 28705,75 | **1,5** | **0,070** |
| *Crataegus azarolus* | 268 | 62205,75 | **2,0** | **0,086** |
| *Styrax officinalis* | 99 | 19955,75 | **0,2** | **0,010** |
| *Rhamnus palaestinus* | 174 | 38705,75 | **2,1** | **0,094** |
| *Pistacia palaestina* | 102 | 20705,75 | **3,7** | **0,182** |
| **MOYENNE** | | | **1,9** | **0,097** |
| **ECART-TYPE** | | | **1,2** | **0,071** |

**Tab. 2** - Teneur absolue et relative des cendres de bois de l'étude de Schielg *et al.* (1996) en résidus insolubles. 1/ données de Schiegl *et al.*, 1996, tableau 2b, 2/extrapolation d'après les données de Schiegl *et al.*, 1996, tableau 2b et selon la formule : v = (p-19,77)/0,004 (Théry-Parisot, com. perso.).

façon semi-quantitative, varie entre « 1/4 à 1/3 » et « 2/3 à 3/4» des particules observées (tab. 1). Sur la figure 3, il y a donc 2 points pour chaque lame, représentant la borne supérieure et inférieure de la fourchette proposée. On évalue ainsi entre 4 et 5,1 mg la teneur moyenne en phytolithes d'un gramme de cendre de bois (fig. 3a), ce qui représente autour de 0,5 % de la masse.

Rapportée au volume (fig. 3b), la quantité moyenne de phytolithes ne dépasse pas 0,04 mg par cm³ (moyenne des valeurs basses : 0,03 mg/cm³ ; moyenne des valeurs hautes : 0,04 mg/cm³).

### *Analyse phytolithique de l'AIF légère*

L'analyse phytolithique des cendres expérimentales montre que l'immense majorité de la silice amorphe du bois ne présente aucune forme caractéristique (tab. 3). Les formes renvoyant aux dicotylédones ou au pin sont très minoritaires (elles n'atteignent jamais 20 % des particules observées), mais les valeurs sont relativement stables. Deux lots sont identifiables chez les dicotylédones, le premier, plus riche en phytolithes identifiables que le second, regroupe le chêne et l'olivier (14,7 % de phytolithes identifiables en moyenne), alors que le deuxième groupe regroupe toutes les autres espèces (3,7 % de phytolithes identifiables en moyenne). Il est possible que la vitesse de croissance (lente pour le premier groupe, rapide pour le second) et la durée de vie (longue pour le premier groupe, plus courte pour le second) soient à l'origine de ces différences, l'accumulation de phytolithes dans les organes pérennes étant un processus progressif. Aucune détermination plus précise n'est possible à partir de la morphologie des phytolithes de bois.

| | morphotypes (%) non attribués informes | attribués aux dicotylédones sphériques rugueux | attribués aux dicotylédones sphériques lisses | attribués au pin alvéolés | effectifs |
|---|---|---|---|---|---|
| *Quercus pubescens* I | 83,3 | 10,8 | 5,9 | 0,0 | 204 |
| *Quercus pubescens* II | 83,4 | 14,2 | 2,4 | 0,0 | 211 |
| *Pinus pinaster* I | 86,9 | 1,9 | 0,5 | 10,7 | 206 |
| *Pinus pinaster* II | 81,2 | 3,8 | 2,3 | 12,7 | 213 |
| *Olea europaea* I | 86,8 | 12,3 | 0,9 | 0,0 | 212 |
| *Olea europaea* II | 87,5 | 11,1 | 1,4 | 0,0 | 216 |
| *Pinus halepensis* I | 83,3 | 2,7 | 1,4 | 12,7 | 221 |
| *Pinus halepensis* II | 80,9 | 4,3 | 2,4 | 12,4 | 209 |
| *Populus* sp I. | 96,8 | 3,2 | 0,0 | 0,0 | 220 |
| *Populus* sp. II | 96,1 | 3,9 | 0,0 | 0,0 | 205 |
| *Carpinus betulus* I | 96,3 | 2,8 | 0,9 | 0,0 | 216 |
| *Carpinus betulus* II | 96,9 | 3,1 | 0,0 | 0,0 | 227 |
| *Betula pendula* I | 94,5 | 5,0 | 0,5 | 0,0 | 201 |
| *Betula pendula* II | 95,1 | 3,9 | 1,0 | 0,0 | 205 |
| *Corylus avellana* I | 97,4 | 2,6 | 0,0 | 0,0 | 190 |
| *Corylus avellana* II | 97,1 | 2,4 | 0,5 | 0,0 | 208 |

| | | | | |
|---|---|---|---|---|
| **Tout le corpus** | **90,2** | **6,8** | X | **MOYENNE** |
| | **6,5** | **5,0** | | **ECART-TYPE** |
| **Pins** | **83,1** | **4,8** | **12,1** | **MOYENNE** |
| | **2,8** | **2,0** | **1,0** | **ECART-TYPE** |
| **Dicotylédones** | **92,6** | **7,4** | X | **MOYENNE** |
| | **5,6** | **5,6** | | **ECART-TYPE** |
| **Quercus & Olea** | **85,3** | **14,7** | X | **MOYENNE** |
| | **2.2** | **2,2** | | **ECART-TYPE** |
| **Autres dicot.** | **96,3** | **3,7** | X | **MOYENNE** |
| | **1,0** | **1,0** | | **ECART-TYPE** |

**Tab. 2** - Résultats de l'analyse phytolithique des cendres (C. Delhon).

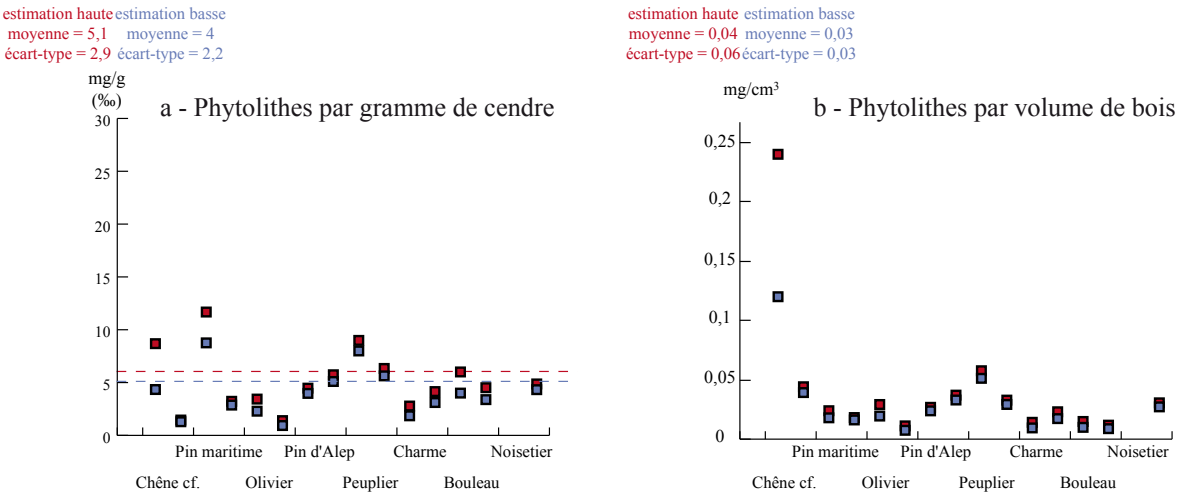



**Fig. 3** - Estimation de la teneur en phytolithes des cendres (3a) et du bois (3b) des essences étudiées (C. Delhon).

Il est à noter que l'on a trouvé dans les cendres de pin jusqu'à 6,7 % de formes communément attribuées aux dicotylédones, pour environ 12 % de formes caractéristiques du pin, ce qui peut fausser l'interprétation des spectres lorsque l'on ignore si l'on a affaire à un assemblage mono ou plurispécifique. Il apparait en effet que les pins peuvent contenir plus de phytolithes de type dicotylédone (4,8 % en moyenne) que les feuillus faiblement producteurs (seulement 3,7 % en moyenne).

## Discussion

### *L'AIF et les phytolithes comme enregistrements quantitatifs des feux ?*

Si la quantité de cendre produite par la combustion d'un volume donné de bois peut être très variable (Théry-Parisot & et *al.*, ce volume), cette variation est principalement expliquée par le taux de particules solubles (carbonates). La fraction insoluble (AIF), ramenée au volume de bois mis au feu, est, quant à elle, beaucoup plus constante (fig. 2). Il existe une régression linéaire entre ces deux variables (fig. 4a) qui permet, à partir de la quantité d'AIF, de déduire le volume de bois mis au feu. Toutefois, cette régression semble difficilement applicable en contexte archéologique, le sédiment contenant lui-aussi des particules insolubles qui vont enrichir l'AIF et fausser l'extrapolation. Il faut alors s'intéresser à l'AIF légère, qui concentre les particules d'origine végétale, et, dans cette AIF, aux phytolithes, que nous sommes capables d'identifier comme étant véritablement d'origine végétale. Malheureusement, lorsque l'on se focalise sur ces fractions de l'AIF il n'est plus possible de proposer une régression (fig. 4b et c).

Il nous est donc impossible de proposer une fonction de transfert permettant d'évaluer le volume de bois brûlé à partir de la quantité d'AIF légère ou de phytolithes contenus dans des sédiments. Nous pouvons toutefois évaluer les quantités moyennes de ces résidus peu solubles produites par des activités de combustion. Nous avons calculé, pour chaque expérimentation, les quantités d'AIF, d'AIF légère et de phytolithes produites par un feu « standard » (fig. 5), composé de 6 bûches de 1500 cm³ (soit environ 8 cm de diamètre pour 30 cm de long). Une telle quantité de bois permet de produire des flammes pendant 4 à 12 h selon les espèces et les conditions de la combustion. Un feu de ce type produit à peu près 1 gramme (1,1 gramme en moyenne) de résidus insolubles aux acides, susceptibles de se conserver à long terme dans les sédiments, dont environ 60 % (0,6 grammes en moyenne) ont une densité inférieure à 2,4 et peuvent être récupérés par les techniques d'extraction des phytolithes (fig. 5a). Seule une partie, 0,3 à 0,4 grammes, pourra être identifiée comme « phytolithes » (fig. 5b). Il apparait

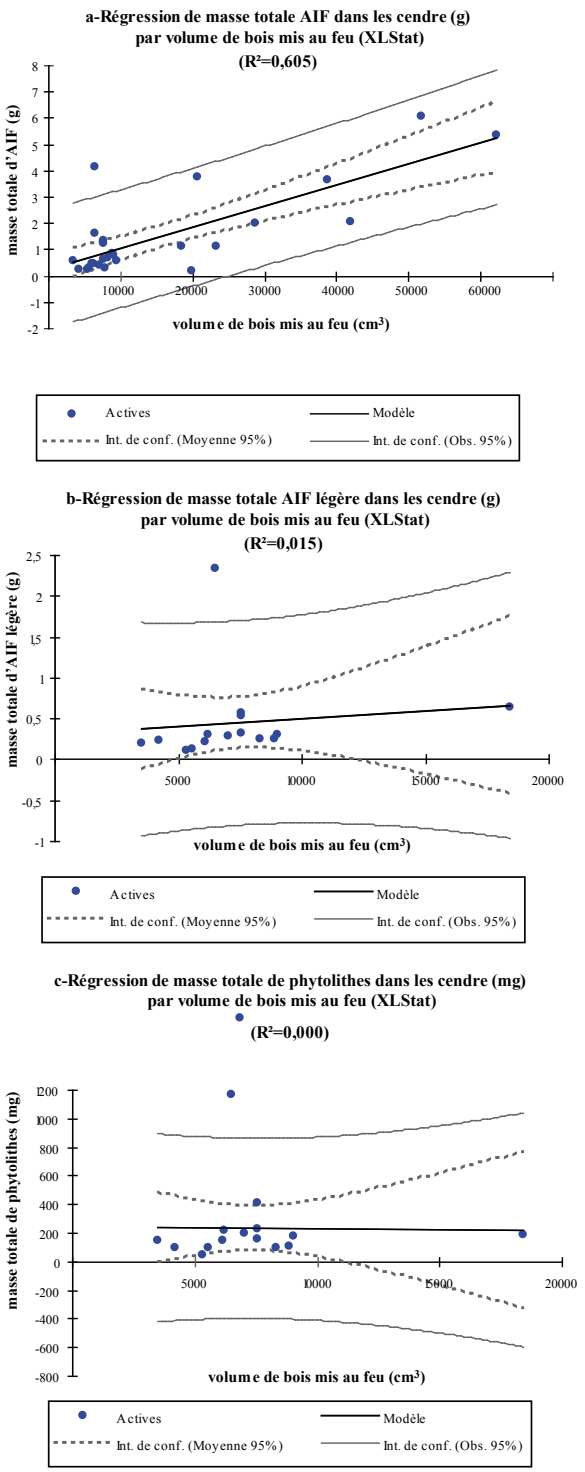



**Fig. 4** - Courbes de régression des masses de résidus (4a-AIF, 4b-AIF légère, 4c-phytolithes) par le volume de bois mis au feu. Seule la première (masse totale d'AIF par volume de bois mis au feu) témoigne d'une corrélation entre les variables (C. Delhon).

donc qu'un feu de 6 bûches n'apportera au sédiment que moins d'un demi-gramme de particules microscopiques indicatrices de l'apport de bois.

### *Identification et interprétation des spectres phytolithiques « de bois »*

L'analyse phytolithique des résidus de combustion montre que la très grande majorité des particules n'a aucun caractère diagnostique du type de bois mis au feu. Au contraire, certaines interprétations pourraient être faussées par l'ubiquité des formes habituellement attribuées aux dicotylédones et que nous avons retrouvées dans les résineux (fig. 6). Il est à noter l'absence, dans les assemblages phytolithiques obtenus, d'un morphotype assez fréquemment attribué au bois (Piperno, 2006), les « trachéides silicifiées », qui ont une morphologie de vaisseau présentant des ornementations en anneaux ou en spirale. Il n'est pas prouvé que ces formes correspondent à des vaisseaux de feuillus ou à des trachéides de conifères. D'après leur morphologie, il pourrait aussi bien s'agir d'éléments de phloème silicifié, ce qui n'exclut pas qu'ils soient produits par les monocotylédones. Cette forme est retrouvée rarement, mais pas exceptionnellement, dans les assemblages phytolithiques archéologiques. Leur absence totale des seize assemblages observés pour cette étude tend à prouver qu'ils ne sont pas produits dans le tissu « bois ».

La question de la reconnaissance des phytolithes « brûlés » est également importante pour l'identification des zones de combustion. Nos observations poussent à conclure que les phytolithes extraits des cendres n'ont aucune caractéristique marquant leur exposition à une forte chaleur : les phytolithes brûlés, une fois extraits de la cendre, ont la même apparence que des phytolithes non brûlés. En d'autres termes, avec un assemblage fossile, il n'est pas possible de conclure à des résidus de feu simplement sur la base de l'apparence des phytolithes. Nos observations vont à l'encontre de l'idée répandue qui veut que les phytolithes brûlés aient une couleur noire ou brune (Kealhofer & Penny, 1998 ; Parr & Carter, 2003 ; Piperno & Jones, 2003 ; Piperno, 2006), peut-être liée à l'incorporation abusive dans la catégorie « phytolithes » de certains microcharbons. Il est probable que certaines réactions liées par exemple à

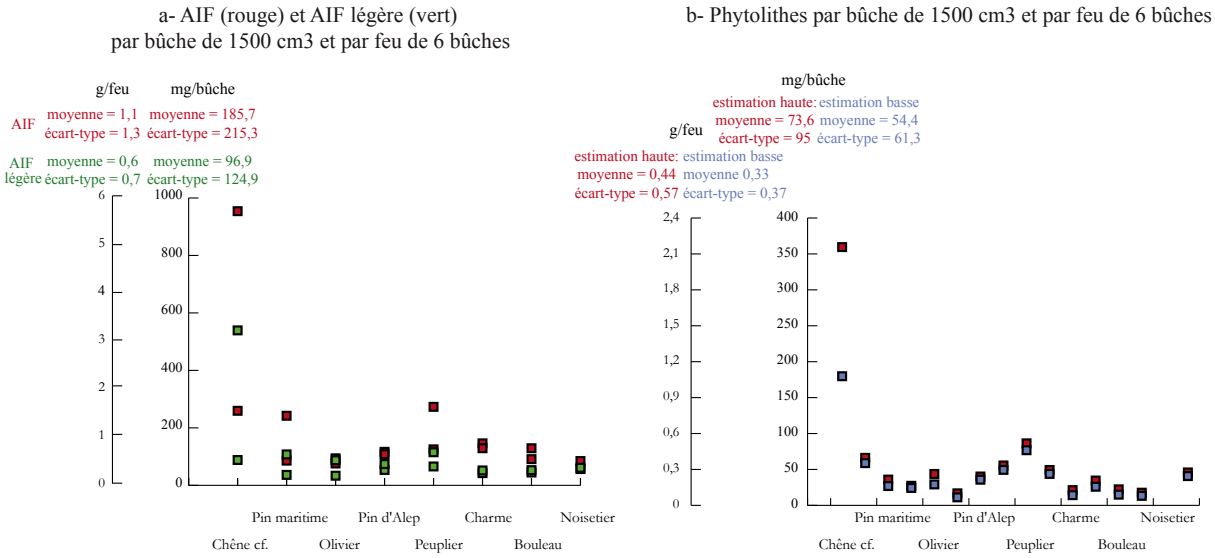



**Fig. 5** - Quantité d'AIF, d'AIF légère (5a) et de phytolithes (5b) par bûche « standard » de 1500 cm3 et par feu de 6 bûches (C. Delhon).

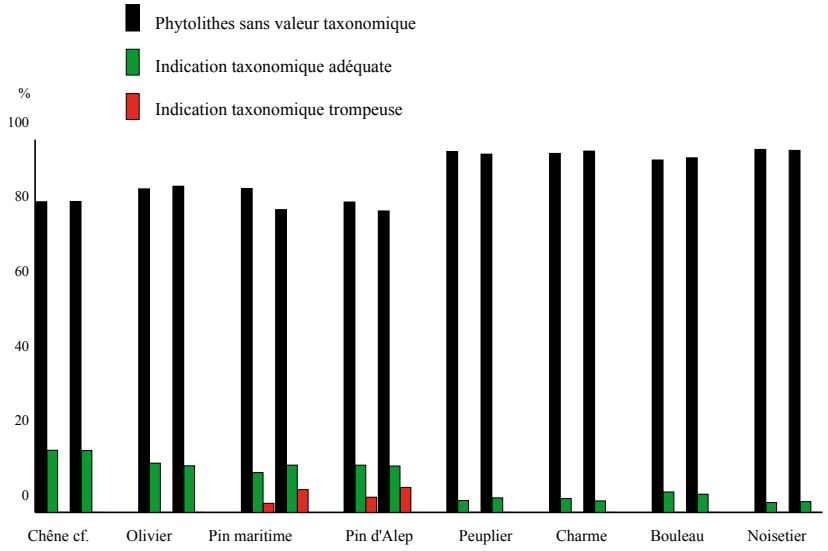



**Fig. 6** - Résultats de l'analyse phytolithique des cendres : proportions relatives de phytolithes auxquels n'est attribuée aucune valeur taxonomique (noir), de phytolithes auxquels est attribuée une valeur taxonomique adéquate (vert) et de phytolithes auquel est attribuée une valeur taxonomique inadéquate (rouge), pour chaque essence étudiée (C. Delhon).

des mécanismes de pédogénèse soient plus sûrement à l'origine d'un dépôt organique noirâtre à la surface des phytolithes. Mais dans la plupart des cas, l'extraction des phytolithes, qui fait intervenir plusieurs acides, devrait aboutir à la disparition de ce type de dépôt.

## Conclusion

La cendre est une substance majoritairement soluble dont la plus grande partie (environ 98 %) disparait très rapidement par dissolution dans les sédiments. La fraction susceptible de se conserver à long terme, si elle semble au contraire très stable et produite dans des proportions assez peu variables d'une espèce à l'autre, ne représente qu'une infime proportion du bois mis au feu, soit environ 0,1 mg par $cm^3$ de bois. A cause de la compaction que peut subir la cendre, des variations intra et interspécifiques et de la difficulté à isoler les particules végétales du sédiment, les reconstitutions quantitatives en terme de biomasse mise au feu sont impossibles.

Les phytolithes contenus dans le bois sont en grande majorité de informes. Les morphotypes communément attribués au bois de dicotylédones ou de pin ne représentent qu'une petite partie de la silice biogénique. L'identification des essences est donc impossible, même si la présence de bois

est détectable, les spectres phytolithiques d'autres tissus (feuilles) étant différents (présence de cellules épidermiques et de stomates silicifiés). Les particules informes ont précédemment été utilisées pour tracer la présence de bois, notamment par R. M. Albert sous l'appellation de « *variable morphology* ». Si cette méthode est valable lorsque les phytolithes sont présents en grande quantité, il faut considérer i) la difficulté à reconnaître ces particules, définies comme n'ayant pas de forme identifiable, ii) leur production, bien que qu'en moindres proportions, par tout tissus végétal, de ligneux ou d'herbes, y compris les graminées, et iii) le fait que d'une part, les particules les plus sensibles à la dissolution appartiennent à cette catégorie et, que d'autre part, des re-précipitations de silice au sein du sédiment peuvent créer des agrégats siliceux secondaires qui se rangent aussi dans cette catégorie.

Il apparaît donc clairement que la faible production de phytolithes par les tissus ligneux a pour conséquence que seules les accumulations importantes de cendre de bois sont détectables par l'analyse phytolithique.

De plus, il est impossible de reconnaître les phytolithes libérés de la matière végétale suite à une combustion de ceux qui ont été libérés après une décomposition plus lente. La présence de phytolithes de bois signe donc directement la présence de bois, mais seulement indirectement celle de feu. En l'absence de charbons conservés, seules les analyses physico-chimiques du sédiment semblent à même de mettre en évidence la présence de cendre. Les phytolithes peuvent alors être un élément dans un faisceau d'indices : une forte concentration de phytolithes de bois sera la preuve de la présence d'un dérivé de bois déjà concentré en phytolithes. La décomposition d'une simple branche *in situ* ne semble pas à même d'enrichir significativement le sédiment en phytolithes de bois, et les cendres sont alors le composé concentré en phytolithes le plus probable dans la plupart des contextes. Toutefois, il ne faut pas oublier que d'autres matières d'origine organique, comme par exemple les fumiers, présentent de fortes teneurs en phytolithes et peuvent s'être accumulés dans des contextes archéologiques (Delhon *et al*., 2008).

## Auteur

### Claire Delhon

CNRS-UMR 6130 Cépam, 250 rue Albert Einstein, Sophia-Antipolis, 06560 Valbonne

delhon@cepam.cnrs.fr

## Références

**Albert R. M., Tsatskin A., Ronen A. & Lev-Yadun S.** 1999 - Mode of occupation of Tabun cave, Mt Carmel, Israel during the Mousterian period : a study of the sediments and phytoliths. *Journal of Archaeological Science,* 26 : 1249-1260.

**Albert R. M., Weiner S., Bar-Yosef O. & Meignen L.** 2000 - Phytoliths in the middle Palaeolithic deposits of Kebara Cave, Mt. Carmel, Israel : study of the plant material used for fuel and other purposes. *Journal of Archaeological Science*, 27 : 931-947.

**Alexandre A., Meunier J. -D., Lézine A. -M., Vincens A. & Schwartz D.** 1997 - Phytoliths : indicators of grassland dynamics during the late Holocene in intertropical Africa. *Palaeogeography, Palaeoclimatology, Palaeoecology,* 136 : 213-229.

**Carnelli A. L., Madella M. & Theurillat J. -P.** 2001 - Biogenic silica production in selected alpine plant species and plant communities. *Annals of Botany*, 87 : 425-434.

**Chabal L., Fabre L., Terral J. -F. & Théry-Parisot I.** 1999 - L'anthracologie. *In* : *La botanique*. Collection « Archéologiques », Paris, Errance : 43-104.

**Delhon C.** 2002 - Phytolith and pedoanthracological analysis of an Holocene pedosedimentary sequence from the middle Rhone valley (France). *In* : *Charcoal analysis, methodological approaches, palaeoecological results and wood-uses*, Thiébault S. (ed). BAR international series : 169-178.

**Delhon C**. 2005 - *Anthropisation et paléoclimats du Tardiglaciaire à l'Holocène en moyenne vallée du Rhône : études pluridisciplinaires des spectres phytolithiques et*

*pédo-anthracologiques de séquences naturelles et de sites archéologiques.* Thèse de doctorat, Université Paris I, 843 pp.

**Fredlund G. & Tieszen L**. 1994 - Modern phytolith assemblages from the North American Great Plains. *Journal of Biogeography,* 21 : 321-335.

**Jones L. & Handreck K.** 1965 - Study of silica in the oat plant – II. Uptake of silica from soils by the plant. *Plant and soil,* 23 : 79-96.

**Kealhofer L. & Penny D.** 1998 - A combined pollen and phytolith record for fourteen thousand years of vegetation change in northeastern Thailand. *Review of Palaeobotany and Palynology,* 103 : 83-93.

**Kondo R., Chils C. & Alkinson I.** 1994 - *Opal phytoliths of New Zealand*. Manaaki Whenua Press, Lincoln, 85 pp.

**Lewin J. & Reimann B.** 1969 - Silicon and plant growth. *American Review of Plant Physiology,* 20 : 289-304.

**Olanders B. & Steenari B.-M.** 1995 - Characterization of ashes from wood and straw. *Biomass and Bioenergy*, 8 : 105-115.

**Parr J. F. & Carter M.** 2003 - Phytolith and starch analysis of sediment samples from two archaeological sites on Dauar Island, Torres Strait, Northeastern Australia. *Vegetation History and Archaeobotany,* 12 : 131-141.

**Piperno D.** 2006 - *Phytoliths. A comprehensive guide for archaeologists and palaeoecologists*. Landham, Altamira, 238 pp.

**Piperno D. & Jones J.** 2003 - Palaeoecological and Archaeological implications of a late Pleistocene/Early Holocene record of vegetation and climate from the pacific costal plain of Panama. *Quaternary Research,* 59 : 79-87.

**Sangster A. & Hodson M.** 2001 - Silicon and aluminium codeposition in the cell wall phytoliths of gymnosperms leaves. *In* : *Phytoliths, applications in Earth Science and Human History,* Meunier J. -D. & Colin F. (eds). Lisse, A. A. Balkema : 343-355.

**Schiegl S., Lev-Yadun S., Bar-Yosef O., El Goresy A. & Weiner S.** 1994 - Siliceous aggregates from prehistoric wood ash : A major component of sediments in Kebara and Hyonim caves (Israel). *Israel Journal of Earth Sciences*, 43 : 267-278.

**Schiegl S., Goldberg P., Bar-Yosef O. & Weiner S.** 1996 - Ash deposits in Hayonnim and Kebara caves, Israel : macroscopic, microscopic and mineralogical observations, and their archaeological implications. *Journal of Archaeological Science*, 23 : 763-781.

**Scurfield G., Anderson C. & Segnit E.** 1974 - Silica in woody stems. *Australian Journal of Botany,* 22 : 211-229.

**Wattez J.** 1998 - Contribution à la connaissance des foyers préhistoriques par l'étude des cendres. *Bulletin de la Société préhistorique française*, 85 (10-12) : 352-366.



## Pour citer cet article

**Delhon C.** 2010 - Phytolithes et taphonomie, apport de l'expérimentation à la quantification des phytolithes dans les cendres de bois. *In* : Taphononomie des résidus organiques brûlés et des structures de combustion en milieu archéologique, Théry-Parisot I., Chabal L. & Costamagno S. (eds). Actes de la table ronde, Valbonne, 27-29 mai 2008. *P@lethnologie*, 2 : 97-107.

P@LETHNOLOGIE

*Revue bilingue de Préhistoire*