

# ARCHEOLOGIE AUJOURD ' HUI

ACTES DU COLLOQUE INTERNATIONAL  
"EXPERIMENTATION EN ARCHEOLOGIE : BILAN ET PERSPECTIVES"  
*Tenu à l'Archéodrome de Beaune*

## ARCHEOLOGIE EXPERIMENTALE Tome 1 - LE FEU : métal et céramique



# EVALUATION DU DEGRE DE CUISSON DE CERAMIQUES DE L'AGE DU BRONZE EN ARABIE PAR COMPARAISON AVEC DES TEMOINS DE CUISSON EXPERIMENTALE

J.-C. ECHALLIER et S. MERY

**Résumé :** Une étude microscopique, diffractométrique et chimique a permis de mettre en évidence la similitude de composition entre des céramiques datées de la deuxième moitié du III<sup>e</sup> millénaire av. J.-C. et la terre prélevée sur le site archéologique d'Hili 8 (Emirats Arabes Unis). Le degré de cuisson des céramiques a pu être déterminé par comparaison en lames minces et diffractogrammes avec des échantillons de cette terre cuits en four gradient à des températures comprises entre 550 et 1200°C. Les comparaisons ont essentiellement porté sur l'évolution de la métaphase et le degré de transformation des carbonates, dans le cas très particulier du matériel étudié ici.

**Abstract :** Microscopic, diffractometric and chemical analysis showed similarities in the composition of pottery dating from the second half of the third millenium B.C. and soil taken from the Hili 8 archaeological dig (United Arab Emirates).. The degree of firing was determined by comparison of thin slices and diffractograms with samples of the soil fired in a gradient kiln at temperatures between 550 and 1200°C. Comparisons primarily dealt with metaphase evolution and the degree of carbonate transformation in the very specific context studied there.

**Zusammenfassung :** Eine mikroskopische, diffraktometrische und chemische Untersuchung hat es gestattet, die Ähnlichkeit in der Zusammensetzung auf die zweite Hälfte des III. Jahrtausends v. Chr. datierter Keramik und der an der archäologischen Fundstelle Hili 8 (Vereinigte Arabische Emirate) entnommenen Erde herauszustellen. Die Brenntemperatur der Keramik konnte durch Vergleich, in dünnen Streifen und Diffraktogrammen, mit den Proben dieser im Wärmegefälleofen bei Temperaturen zwischen 550 und 1200°C gebrannten Erde festgestellt werden. Die Vergleiche bezogen sich im ganz besonderen Fall des hier untersuchten Materials im wesentlichen auf die Entwicklung der Metaphase und den Umwandlungsgrad der Karbonate.

La céramique grise incisée apparaît entre 2300 et 2100 avant J.-C. dans la péninsule d'Oman (Emirats Arabes Unis et Sultanat d'Oman). On la trouve surtout dans les tombes collectives dites Umm an-Nar où elle représente moins de 5% de l'assemblage céramique. C'est une poterie tournée, gris-clair à gris-foncé, finement sableuse et micro-poreuse, tournée. Les vases, de 15 cm de haut environ, sont tronconiques et décorés de motifs incisés qui couvrent la paroi externe (Fig. 1).

Le matériel étudié ici vient de la tombe A d'Hili Nord, fouillée par Serge CLEUZIOU dans l'oasis d'Ain (Emirat d'Abou DHABI), sur le piémont occidental du Jebel Hajjar (CLEUZIOU et VOGT, 1983).

## CONSTITUTION MINERALOGIQUE DU MATERIEL ARCHEOLOGIQUE

Dix des douze vases trouvés dans la tombe A ont été étudiés en lames minces. Tous appartiennent à la même famille pétrographique, bien que de faibles variations soient perceptibles dans la granulométrie ou les proportions de certains minéraux.

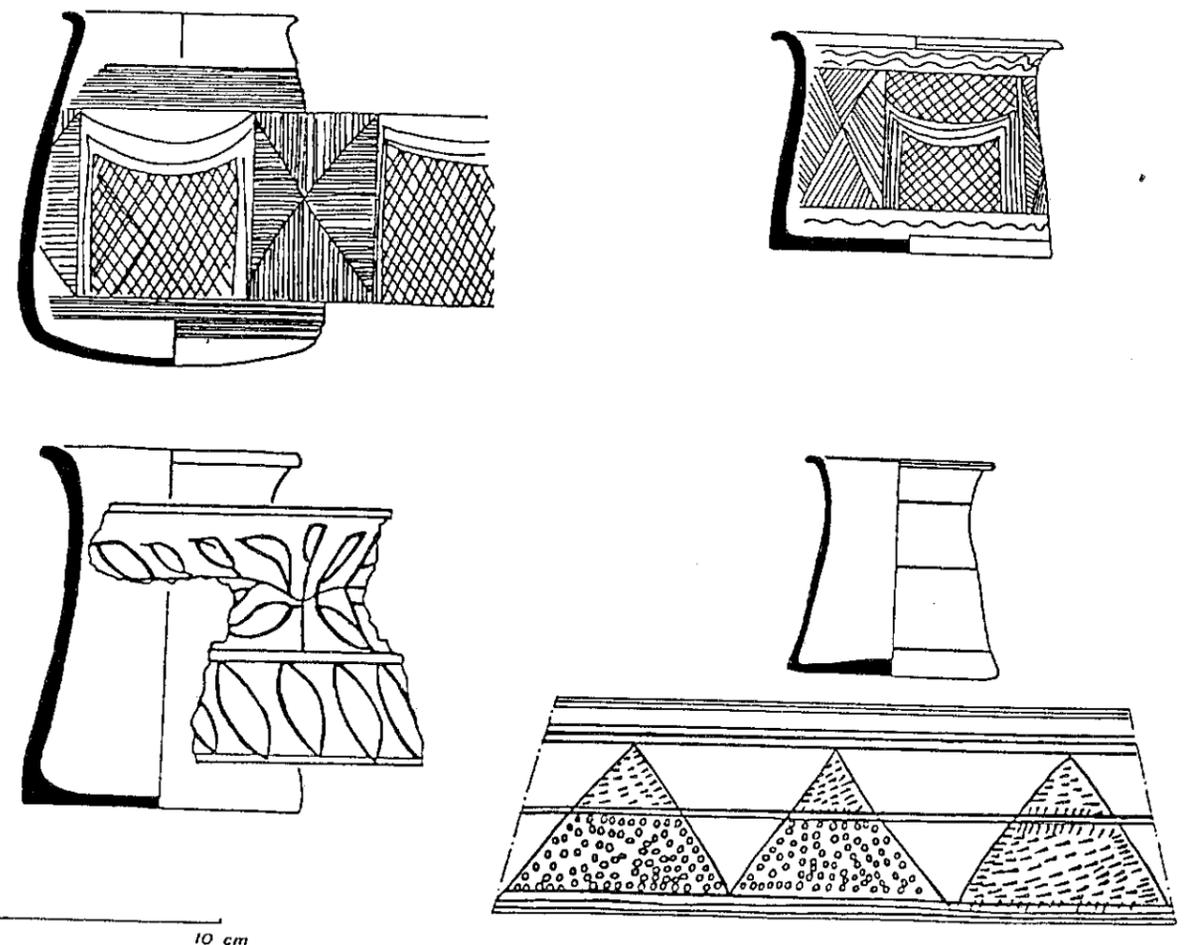


Figure 1 : Céramique grise incisée, tombe A d'Hili Nord.



Nous n'avons pas observé aucune recarbonatation du minéral. Celle-ci semble très lente en milieu aérien. Au delà de 1.050°C, les deux séries sont intactes, preuve que le corps formé à partir du CaCO<sub>3</sub> n'est plus réhydratable. Des analyses réalisées à plusieurs mois d'intervalle n'ont montré aucune phase instable.

Les diffractogrammes (Fig. 3c), permettent de suivre les déstabilisations et apparitions de phases cristallines au cours de la chauffe. Dans les pastilles crues et cuites à 554°C, le pic principal de calcite (3,35 Å) est très important. A 704°C, les pics secondaires de calcite diminuent d'intensité et dès 774°C le pic principal s'effondre. Le pic de la Dolomite (2.88 Å) disparaît après 704°C. Les pics du quartz restent inchangés jusqu'à 1.150°C. Les pics de plagioclases s'intensifient à partir de 774°C et leur intensité s'inverse au delà de 1.000°C (anorthisation par appauvrissement en sodium ?). Dès 774°C, il y a formation de mayénite (oxyde d'aluminium et calcium, (12CaO.7Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, produit des recombinaisons issues de la déstructuration des argiles et de la dissociation des carbonates. Bien cristallisée à 953°C, la Mayénite régresse au delà de 1.000°. Le Diopside (CaO.MgO.2SiO<sub>2</sub>), déjà mis en évidence dans d'autres travaux (PETERS et IBERG, 1978 ; MAGGETTI, 1982), cristallise autour de 892°C, ainsi que l'Akermanite (MgO.2CaO.2SiO<sub>2</sub>), qui, comme la Mayénite, n'avait jamais été mise en évidence dans ce type d'étude. L'Akermanite (2,87 Å) est très bien cristallisée dès 1.058°C. Les minéraux argileux ne sont plus détectés dès 554°C.

Seuls les carbonates ultra-microscopiques sont impliqués dans la formation des minéraux de synthèse entre 800 et 900°C. Les carbonates de la fraction plus grossière ne disparaissent pas, mais se transforment simplement en chaux à partir de 750°C, puis se réhydratent en Portlandite.

Dix des échantillons expérimentaux ont été étudiés en lames minces. Les principales modifications sont résumées figure 4. On observe une opacification progressive de la matrice carbonatée entre le cru et 774°C. A cette température, seuls les plus gros granules de calcite de la fraction fine sont encore biréfringents. A 768°C, la matrice est brun-rouge sombre, presque isotrope. Elle passe progressivement au brun-verdâtre puis au gris-verdâtre au delà de 1.000°C. Les grains de carbonates de la fraction plus grossière sont incolores en lumière naturelle et fortement biréfringents jusqu'à 768°C. et présentent une biréfringence énorme. Ensuite ils sont beiges à grisâtres, microcristallins et sub-isotropes (décarbonatation). A partir de 1.000°C, ils sont incolores à jaunes en lumière naturelle et isotropes. On observe alors une fine auréole grise à brune autour des grains, signe d'un début de fusion périphérique.

Les hornblendes vertes sont aussi modifiées par la chauffe. Par rubéfaction du fer elles prennent les caractères optiques des hornblendes basaltiques. On passe, en lumière naturelle, d'un pléochroïsme vert-jaune clair à vert olive à un pléochroïsme rouge-orangé à brun-rouge, avec des teintes intermédiaires mordorées vertes et oranges. En lumière polarisée la biréfringence croît : jaune du 1<sup>er</sup> ordre à bleu du 2<sup>ème</sup> ordre jusqu'à 554°C, bleu au rouge du 2<sup>ème</sup> ordre autour de 700°C, puis teintes délavées des ordres supérieurs vers 800°C. Au delà, les teintes sont masquées par la forte coloration du minéral obscurci par la rubéfaction du fer.

Les péridots (ou leurs produits d'altération) sont aussi sensibles à la chauffe. On note une rubéfaction progressive du fer. Dès 768° on observe de l'Hématite orangée à rouge dans les clivages. Après 1.000°C, la rubéfaction est intense.

Les oxy-hydroxydes de fer, deshydratés à basse température, sont aussi rubéfiés par la chauffe.

#### COMPARAISON DES EPROUVETTES EXPERIMENTALES ET DES CERAMIQUES ARCHEOLOGIQUES

L'observation des diverses modifications dans les éprouvettes a permis de constituer une échelle des températures que nous avons utilisée pour tenter d'évaluer le degré de cuisson de la céramique fine grise incisée. Nous devons toutefois noter que les éprouvettes ont été cuites en milieu oxydant en four électrique. Si les phénomènes ne sont sans doute pas différents dans un four à bois, leur apparition est retardée par une atmosphère réductrice saturée en CO<sub>2</sub>, comme ce fut le cas pour les céramiques grises.

Les études de R.A. ROWLAND et D.R. LEWIS (1951) ou de T.L. WEBB et J.E. KRUGER (1970) ont montré que la cuisson sous flux de CO<sub>2</sub> relevait la température de décarbonatation de 50 à 70°C à la pression ordinaire. Ces derniers auteurs ont par ailleurs montré qu'il pouvait être nécessaire de corriger cette donnée estimée par un décalage en sens inverse dû à la vitesse de chauffe. Ils ont mis en évidence sur de la dolomite (et nous sommes en milieu dolomitique) une augmentation de la température de décarbonatation en fonction de la rapidité d'échauffement. Bien que le régime de montée en température choisi soit relativement lent et qu'un palier de stabilisation ait été effectué, la cuisson en four électrique est

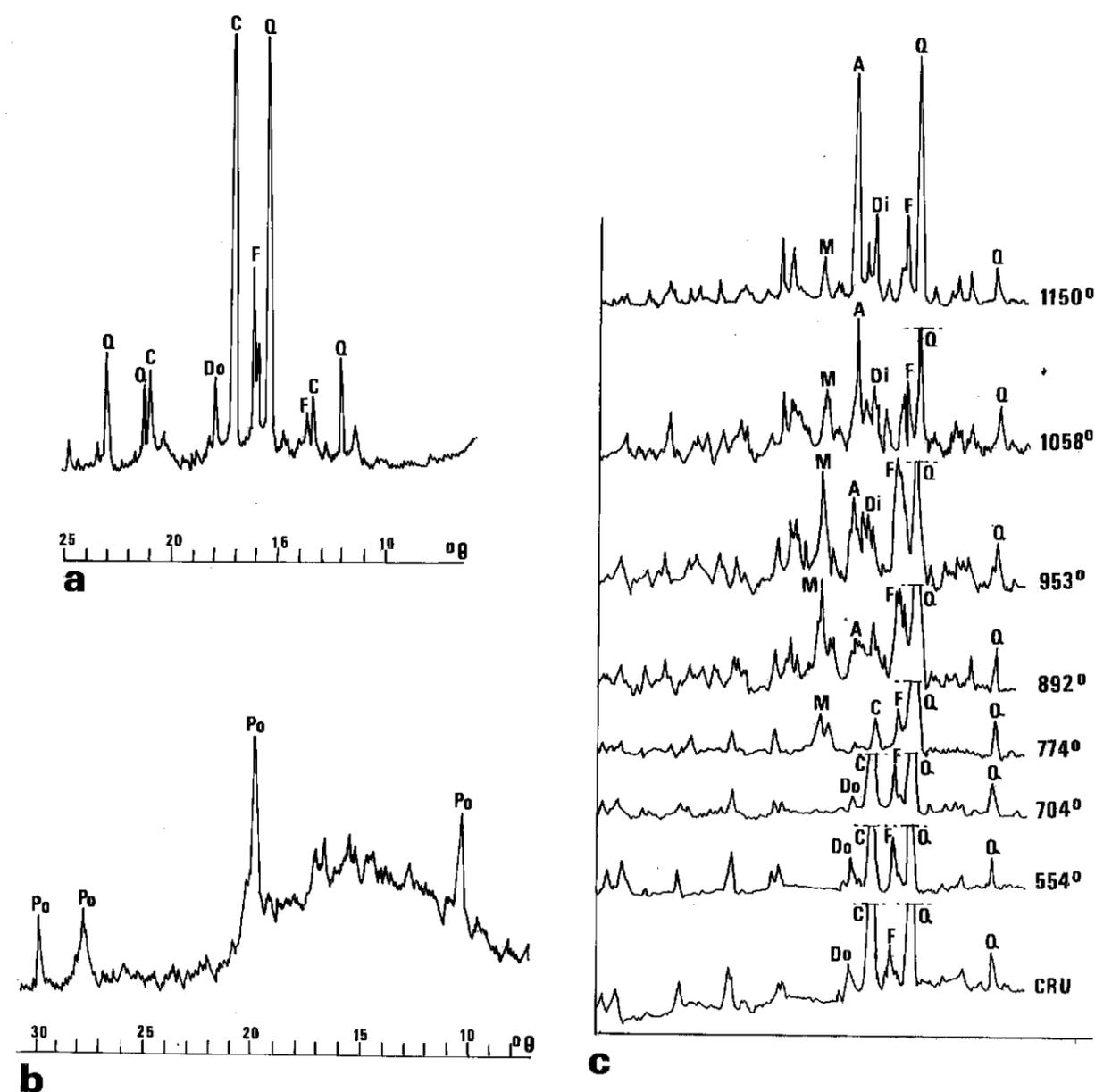


Figure 3 : Etudes par diffraction de rayons X :  
a. échantillon de céramique grise incisée.  
b. portlandite, grains blancs dans l'échantillon B.  
c. évolution des minéraux à la cuisson dans l'échantillon d'argile d'Oman : Q, quartz ; F, feldspaths plagioclases ; c, calcite ; D, dolomite ; Po, portlandite ; M, mayenite. Di, diopside.

sensiblement plus rapide qu'en four à bois. Il est malheureusement impossible d'estimer valablement cette dernière correction.

Il est vraisemblable que des phénomènes du même genre influent sur les températures d'oxydation du fer observées dans les autres minéraux, mais nous n'avons là aucun élément d'estimation.

Si nous pouvons donc penser que les températures observées sont plus basses que les températures réelles, rien ne nous permet de les corriger valablement et nous avons préféré les indiquer sans correction, nos conditions d'étude étant celles de presque tous les laboratoires. Elles ne sont donc pas absolues mais indicatives et certainement inférieures à la réalité.

Les diverses observations conduisent à plusieurs constatations :

- les pics de Calcite, intenses dans les céramiques, commencent à s'effondrer entre 704 et 774° dans les éprouvettes,
- le pic de Dolomite, identifié dans deux céramiques, n'existe plus dans l'éprouvette à 774°,
- la Mayénite, bien cristallisée dans l'éprouvette à 774°, n'est jamais identifiée dans les céramiques grises.

Au microscope :

- la biréfringence de la matrice carbonatée des céramiques correspond à une température inférieure à 750° dans les éprouvettes,
- les carbonates de la fraction grossière des céramiques ne sont pas altérés, ce qui dans les éprouvettes correspond à des températures inférieures à 768°,
- des Hornblendes vertes sont associées dans les céramiques à des Hornblendes légèrement rubéfiées, soit une température n'excédant pas 700-750°,
- les produits d'altération des Périodots sont toujours rubéfiés dans les céramiques, ce qui apparaît dans les éprouvettes dès 704°C.
- on notera enfin que les points de chaux, rares dans les éprouvettes avant 800°, sont rares ou absents dans les céramiques.

## CONCLUSIONS

Nous pensons donc pouvoir proposer une plage de température de cuisson comprise entre 700 et 750°C pour la céramique fine grise incisée (sans doute plus proche de 750-800°C dans les conditions réelles de cuisson protohistoriques). Ces températures indicatives témoignent d'un degré de cuisson relativement bas des céramiques, que les potiers de l'Arabie de l'Age du Bronze compensaient peut-être par des cuissons plus longues. Ils évitaient ainsi d'atteindre la température de dissociation des carbonates, source d'accidents de cuisson. Il s'agit peut-être d'un véritable choix technique puisque d'autres poteries, non carbonatées, appartenant au même ensemble Umm an-Nar, étaient cuites à des températures plus élevées.

température phases cristallines	CRU	
	554°	704° 728° 748° 768° 774° 785° 855° 1058° 1105°
<b>MATRICE CARBONATÉE</b>	Biréfringence très im- portante et absence d'extinction	opacification progressive du fond. A 748° seuls les plus gros granules de calcite parmi la fraction fine sont encore biréfringents
<b>CARBONATES</b>	Jusqu'à 728° LN : grains incolores sauf grains de micrite gristères. LP : teintes de polarisation blanc-grisâtre des ordres supérieurs, irréguliers multicolores, civages losangiques et macles fréquentes	Jusqu'à 785° au moins : LN : grains beige à grisâtres LP : grains gris devenus sub-isotropes piquetés de granules biréfringents
<b>AMPHIBOLES</b>	LN : coloration intense, dans les verts avec pleochroïsme net LP : jaune du 1 <sup>er</sup> ordre à bleu du 2 <sup>o</sup> ordre	LN : coloration intense, dans les verts à liseré orange avec pleochroïsme net LP : bleu au rouge du 2 <sup>o</sup> ordre autour de 700°, teintes du 3 <sup>o</sup> ordre vers 800°
<b>OLIVINES</b>	Produits d'altération des olivines incolores à beige. Biréfringence faible	Rubéfaction progressive des produits d'altération des olivines, rouge-orangés dès 704°. Oxydes de fer non pleochroïques
<b>OXYDES DE FER</b>		Rubéfaction progressive : orange clair à rouge à brun-rouge à brun-noir
		LN : coloration intense dans les rouges à brun-rouges avec pleochroïsme net LP : teintes de biréfringence très assom- brées par la couleur propre du minéral
		LN : incolores à jaunes LP : isotropes En LN et LP, fréquente auréole grise à brune visible autour du grain
		Fonds sub-isotrope brun- rouge
		Fonds sub-isotrope brun- verdâtre
		Fonds sub-isotrope vert, rares micas encore visibles
		Hématite pleochroïque dans les civages et fractures des cristaux résiduels d'olivine
		Rubéfaction forte, rares reliques d'olivine biré- fringente

Figure 4 : Tableau des principales modifications optiques affectant l'échantillon en cours de chauffe.