



ELSEVIER

Disponible en ligne sur [www.sciencedirect.com](http://www.sciencedirect.com) ScienceDirect

L'anthropologie

L'anthropologie ■■ (2006) ■■■

<http://france.elsevier.com/direct/ANTHRO/>

Article original

# Le groupe des « bisons adossés » de Lascaux. Étude de la technique de l'artiste par analyse des pigments

## The “back to back bison’s panel” of Lascaux Access to the artist know-how by pigment analyses

Colette Vignaud<sup>a,b,c,\*</sup>, Hélène Salomon<sup>b</sup>, Emilie Chalmin<sup>c</sup>,  
Jean-Michel Geneste<sup>d</sup>, Michel Menu<sup>b</sup>

<sup>a</sup> 22, rue des cinq diamants, 75013 Paris, France

<sup>b</sup> C2RMF-UMR 171 du CNRS, Palais du Louvre,

Porte des Lions, 14, quai François-Mitterrand, 75001 Paris, France

<sup>c</sup> ESRF, Grenoble, France

<sup>d</sup> Centre national de préhistoire, UMR 5199 du CNRS, 38, rue du 26<sup>e</sup> RI, 24000 Périgueux, France

<sup>e</sup> UPR 15 du CNRS, Laboratoire Interfaces et Systèmes Electrochimiques,

4, place Jussieu, 75252 Paris cedex 05, France

### Résumé

La scène naturaliste des « bisons adossés » de Lascaux, déjà étudiée par les archéologues, pose la question de la conception d'une telle figure par les artistes magdaléniens. Afin de déterminer les différents modes d'application, la nature des matières picturales employées et leur mode de préparation, plusieurs prélèvements ont été étudiés par microscopie électronique. Six prélèvements, provenant de zones caractéristiques de ces deux bisons, nous permettent de reconstruire les gestes et de comprendre les intentions de ces hommes.

© 2006 Elsevier Masson SAS. Tous droits réservés.

### Abstract

The painting matter of the “back to back bison’s panel” of Lascaux was examined and analysed by electron microscopy in order to understand the know-how of Magdalenian artists. The observation of several samples coming from specific areas of the two bisons give an access to the nature of the used

\* Auteur correspondant.

Adresse e-mail : [colette.vignaud@noos.fr](mailto:colette.vignaud@noos.fr) (C. Vignaud).

pigments, to the preparation mode used to obtain various colours and also to the application mode. Thanks to this physicochemical approach, we can make hypotheses about the mind and the gestures of the artists.

© 2006 Elsevier Masson SAS. Tous droits réservés.

*Mots clés* : Art pariétal ; Pigment ; Lascaux ; Microscopie ; MET/MEB/EDX

*Keywords*: Rock art; Pigment; Lascaux; Microscopy; TEM/SEM/EDX

---

## 1. Introduction

Le bison occupe une place essentielle dans la peinture pariétale et les sanctuaires ornés comme Lascaux et Altamira. Il est plus précisément représenté dix-sept fois dans la grotte de Lascaux. À travers l'étude de grottes plus anciennes, il s'avère que le bison est présent, en peinture comme en gravure, durant le magdalénien (Fond de Gaume, Les Combarelles) mais aussi, avant cette même période, durant les phases gravettiennes et le début du solutréen comme l'attestent les grottes d'Arcy-sur-Cure, de Pech Merle et Cougnac (Valladas et al., 1999).

Dans deux scènes caractéristiques de Lascaux, celle du « Puits » et celle des « Bisons adossés », l'animal ne fait pas partie d'un assemblage à caractère mythologique, comme cheval-bœuf-bouquetin dans le Diverticule axial ou cheval-auroch-cerf dans la Rotonde. Il ne s'agit pas de figures conventionnelles, codifiées, selon un rituel institué depuis le début de la peinture pariétale paléolithique (Ruspoli, 1986 ; Leroi-Gourhan, 1971). Nous sommes dans les deux cas en face de scènes d'action très « naturalistes ».

La scène du « Puits », avec son « bison blessé », a fait l'objet d'une étude, approfondie et déjà publiée, des matériaux utilisés par l'artiste. Nous avons pu y mettre en évidence entre autre, l'existence de deux phases d'exécution (Aujoulat et al., 2002 ; Chalmin et al., 2003).

Dans cette étude de la scène des « bisons adossés », nous montrerons comment, par l'utilisation parallèle de différentes techniques physicochimiques, il est possible d'approcher au plus près les gestes de l'artiste lors de l'approvisionnement en matières premières et de la préparation des matières picturales.

Par ailleurs, différents modes d'application du pigment ont été exploités par les artistes selon la nature de la paroi. Ces gestes ont été relevés par les archéologues dans la grotte de Lascaux. Le « crachis » avec un système de cache a été préféré souvent pour des surfaces très rugueuses, le pinceau pour des surfaces plus lisses ou afin de tracer des traits pour lesquels le système de cache n'était pas utilisable. En ce qui concerne les « bisons adossés » Norbert Aujoulat (Aujoulat, 2004) cite le crachis pour la masse des animaux et le pinceau pour les membres, les queues et les sabots.

### 1.1. Description

La scène des « bisons adossés » (2,40 m de large) (Fig. 1) occupe dans la Nef une niche à part en contrebas de la Grande Vache noire, dans la zone la plus reculée. Il s'agit de deux males aux caractères sexuels marqués. Celui de gauche est figuré au printemps lors de la mue ; il perd son épaisse fourrure laineuse noirâtre d'hiver laissant apparaître la toison plus

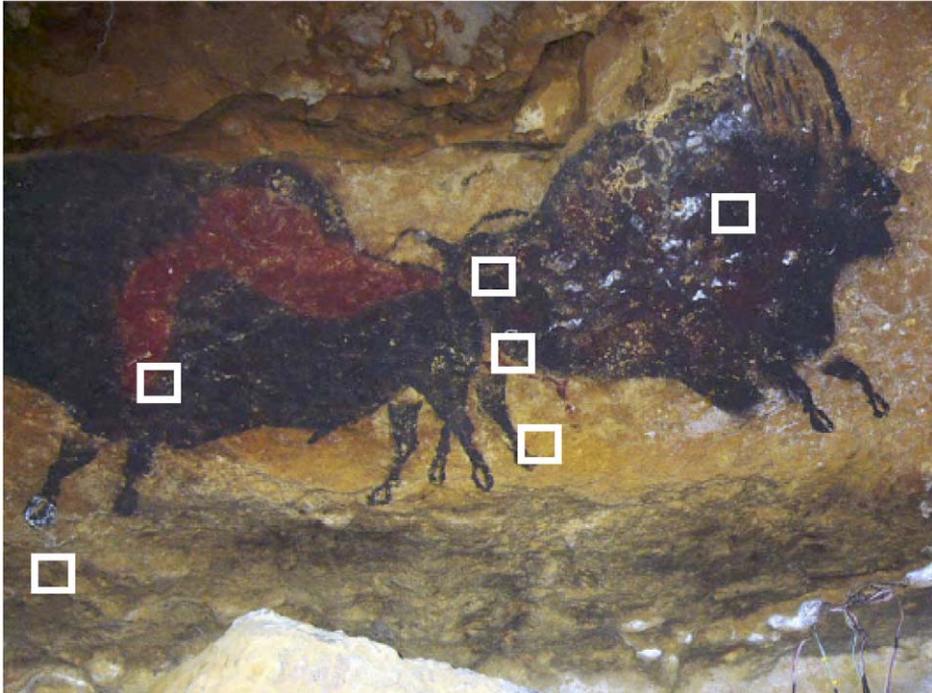


Fig. 1. Panneau des « bisons adossés » et localisation des prélèvements © C2RMF.  
 Fig. 1. Panel of the “back to back bisons” and location of samples © C2RMF.

claire de l'été. En revanche, celui de droite a conservé son pelage d'hiver, plus sombre (Hainard, 1972). L'artiste a profité de la topographie de la paroi, formant une niche régulièrement concave, pour situer les deux bisons divergents qui s'intimident mutuellement au moment des prémices du rut. Leur arrière-train, leur queue dressée et leurs pattes postérieures se croisent. C'est une étude d'après nature portant sur le comportement animal et dans un contexte saisonnier.

Les archéologues ont pu y voir le symbole de la sélection naturelle avec la pulsion fécondatrice, la rivalité et la lutte pour la suprématie.

D'un point de vue artistique, la qualité d'exécution au niveau des membres et des sabots, montre une maîtrise et un souci évident de traduire la perspective. En particulier, le caractère bisulque des sabots est bien marqué pour les membres antérieurs alors qu'il est complètement estompé pour les membres postérieurs. À la hauteur des croupes, les deux silhouettes se dissocient par un jeu très étudié de zones de réserve et de dégradés, renforçant cet effet de tridimensionnalité (Aujoulat, 2004).

Ce groupe, aux couleurs noire et ocre très vives et aux contours non gravés, a beaucoup souffert avec le temps, moins par l'affadissement des couleurs que par des desquamations localisées de la paroi. En particulier, c'est un enlèvement bien placé qui figure actuellement l'œil du bison gauche. L'artiste lui-même n'avait pas esquissé les yeux de ces deux bisons.

Il est important de noter l'état de surface de la paroi. Celle-ci présente des encroûtements irréguliers, dont les nombreuses lacunes montrent de petites plages corrodées, comme dans l'Abside, le Passage et le Puits. La couleur ocre jaune de la partie supérieure de la paroi est

due au placage d'argile. Cette zone fut indurée par des exsudations carbonatées, créant un fin voile translucide. La partie inférieure présente des formations ponctuelles postérieures de calcite blanche. De telles formations sont également visibles dans le corps de l'animal de droite.

Six prélèvements ont été effectués avec une lame de scalpel (Tableau 1).

Le bison de gauche est noir et rouge ; les prélèvements (101) (Fig. 2) et (104) sont représentatifs de la région noire, l'un est prélevé sur le sabot droit, l'autre sur la queue. Le prélèvement (102) (Fig. 2) concerne le rouge de la toison d'été, au bord d'une écaille.

Les prélèvements (104) et (106) proviennent d'une part de la queue du bison droit, d'autre part de son dos dans une zone déjà écaillée près du garrot. Le pigment rouge (103) a été prélevé sur sa ligne de sexe, au centre (Fig. 2).

## 2. Méthodologie

Nous allons illustrer sur le prélèvement (101) la démarche expérimentale employée pour l'étude de ces prélèvements.

### 2.1. Microscope binoculaire : à l'échelle du millimètre

Le plus souvent le résultat du prélèvement est une poudre qui contient le pigment, des traces de calcification postérieure à la peinture et des composants issus du substrat (support pariétal).

Vu à la binoculaire, le pigment du prélèvement (101) recouvre de façon hétérogène (Fig. 3) une matière épaisse et sèche, constituée de calcite jaune et ponctuellement blanche, éléments constitutifs de la paroi (Fig. 4).

### 2.2. Microscope électronique à balayage (MEB) : à l'échelle du micromètre

Les différents morceaux sont ensuite placés dans une coupelle de nickel pur de quelques millimètres de diamètre et observés en MEB avec en parallèle, possibilité d'analyse EDX (analyse par spectrométrie d'énergie des rayons X induits sous faisceau d'électrons). Le nickel a été choisi car ses raies d'émission X, NiK et NiL interfèrent peu avec les raies des éléments généralement rencontrés dans les prélèvements de matière picturale préhistorique, eux-mêmes.

Selon la quantité et la friabilité de la matière, une partie peut être réservée pour être incluse ultérieurement dans une résine, une autre pour la microscopie électronique en transmission.

### 2.3. Coupe transverse

Une partie du prélèvement (101) a été enrobée dans une résine et après coupe transverse observée à la binoculaire (Fig. 5) puis en MEB (Figs. 6 et 7). L'intérêt de ce type de préparation est de laisser en place les différents matériaux présents et d'en lire et interpréter la stratigraphie. Grâce au bon contraste des électrons rétrodiffusés, apparaît (Fig. 6) sur un support de calcite une masse argileuse riche en fer enrobant de gros grains de silice et de calcite arrondis et ponctuellement de petits amas contenant le pigment noir à base d'oxyde de manganèse (Fig. 8). À plus fort grossissement, le pigment noir minoritaire à base de manganèse (Fig. 9) apparaît intégré (Fig. 7) dans de petites boulettes d'argile. L'oxyde de manganèse récolté sous forme de bloc, aurait été réduit à l'état de poudre, pour faciliter son incorporation dans un mélange préalable composé d'argile, de grains de calcite et de grains de silice.

Tableau 1  
 Liste des prélèvements provenant des « bisons adossés » (la Nef)  
 Table 1  
 Samples from “back to back bisons” (La Nef)

n°	Prélèvement	Binoculaire		MEB			Charge ou matrice	MET [axe de zone]	Observations–interprétation
		Couleur	Aspect	Calcite	Environnement	Pigment			
101	Bison de gauche noir et rouge, sabot avant droit	Noire	Épais et sec	Calcite blanche et jaune	Grains de calcite	Coton de Mn-Ba	Argile ocre avec des grains de fer	Hollandite [210], Cryptomélane [100], [100], [010]	Mélange anthropique. Traces de mercure. Pinceau.
102	Bison de gauche, dans le rouge, au bord de l'écaille	Rouge	Très peu épais	Calcite jaune	Des grains de quartz arrondis	Fe et Si	Pollué, matière organique		Coupe très lisible
103	Bison de droite, ligne du sexe, au centre	Rouge	Deux débris			Fe en boules (facettées) 1 µm Ø et plaquettes de 2 µm. Coton de Mn-Ba (aiguilles de 0,5 à 1 µm)		Hématite [–111][0–11] Magnétite [–215] Cryptomélane [134]	Superposition au pinceau de rouge sur crachis noir
104	Queue du bison de gauche	Noire		Pigment pris dans la calcite jaune	Cubes et aiguilles de calcite, quartz rond	Mn-Ba en amas floconneux (5–10 µm Ø) et coton	Argile et ocre très dispersée sur le support de calcite	Cryptomélane tétra [001], [001]	Pinceau
105	Arrière-train du bison de droite	Rouge sur noire	Bicouche	Brun dans calcite jaune		Boules de Fe 1 µm Ø et plaquettes de 2 à 3 µm. Coton de Mn-Ba,		Hématite Magnétite [–37–1], Cryptomélane [–131] en mikado	Deux couches compactes de 200 µm chacune au pinceau
106	Dos du bison de droite, garrot écaillé	Noire	Boulette compacte et débris	Pas de calcite	Amas d'argile	Coton de Mn-Ba-K (fibres) coton de fines aiguilles de 1 µm	Amas d'argile au potassium. Pas de calcite	Cryptomélane [001], [001], Todorokite [3–11]	Aiguilles plus longues et plus fines que sur (104)



Fig. 2. Détail de la paroi au niveau des prélèvements (102), (103) et 104.

Fig. 2. Detail of the wall focused on samples (102), (103) and (104).

L'analyse EDX (Fig. 9) attribue à ce manganèse à faciès cotonneux une composition de type oxyde de manganèse mixte contenant du baryum. Par ailleurs, l'aluminosilicate contient un peu de magnésium et une trace de fer. Il n'est pas possible de connaître l'origine du pic de potassium : argile potassique ou oxyde de manganèse enrichi en potassium. L'étape suivante en microscopie électronique en transmission permettra la discrimination. La présence de trace de chlore et de mercure sur le spectre de la Fig. 9 qui correspond à une boulette d'argile contenant le pigment noir suggère une pollution moderne<sup>1</sup>.

#### 2.4. Microscopie électronique en transmission : à l'échelle du nanomètre

La poudre du prélèvement réservée à la microscopie électronique en transmission (MET) est finement broyée dans un mortier en agate puis mise en solution dans une goutte d'éthanol qui est ensuite déposée sur une grille de cuivre recouverte d'une membrane de carbone. Après évaporation, les différents cristaux reposent sur la membrane soit de façon bien individualisée soit par paquet. L'étude porte sur les cristaux individuels.

La MET permet d'observer la structure de l'oxyde, monocristal par monocristal. Par indexation d'un diagramme de diffraction orienté, l'identification de la structure peut être détermi-

<sup>1</sup> Une trace de pollution au mercure observée au MEB (spectre EDX, Fig. 9) ne concerne pas l'étape de réalisation des peintures mais plutôt une pollution contemporaine due à l'utilisation et au bris de thermomètres à des fins de suivi de climat dans la grotte. Il faut noter que le mercure à l'état de vapeur ne se fixe que sur les fractions de parois recouvertes d'oxyde de manganèse ; cette affinité n'a pas encore été élucidée.



Fig. 3. Macrographie du prélèvement (101) coté paroi.

Fig. 3. Macrograph of rock-face sample (101).

née et complétée par la composition élémentaire du cristal d'oxyde observé. Son identité cristallographique est alors définie sans ambiguïté.

Dans l'échantillon (101) une hollandite tétragonale  $[(Ba) Mn_8O_{16}]$  orientée selon l'axe de zone  $[210]$  chargée de 10 % at. de baryum a été identifiée sous forme d'aiguilles très fines de petite longueur (100 à 200 nm) et de la cryptomélane  $[(Ba, K) Mn_8O_{16}]$  contenant, dans les tunnels  $(2 \times 2)$  formés par les octaèdres de  $MnO_6$ , outre le baryum au niveau de 7 % at., du potassium à hauteur de 5 % at. (Fig. 10).

### 2.5. Conclusion concernant ce prélèvement

La complexité de la couche picturale qui contient des grains de calcite, des grains de quartz et l'oxyde lui-même aggloméré au préalable dans des boulettes d'argile montre de toute évidence qu'il s'agit d'une préparation anthropique et intentionnelle. On peut imaginer la phase de broyage soit du « minerai » pur, soit du mélange naturel avec une espèce argileuse ocrée et son incorporation sous forme de particules de l'ordre de 10  $\mu m$  dans une « charge » composée d'argile ocrée, de quartz et de calcite.

Une étude précédente (Chalmin, 2003) a montré que les blocs d'oxydes de manganèse issus d'une prospection géologique moderne dans la région de Lascaux sont constitués d'un mélange naturel principalement chargé en quartz et en calcite et une phase minoritaire de cris-

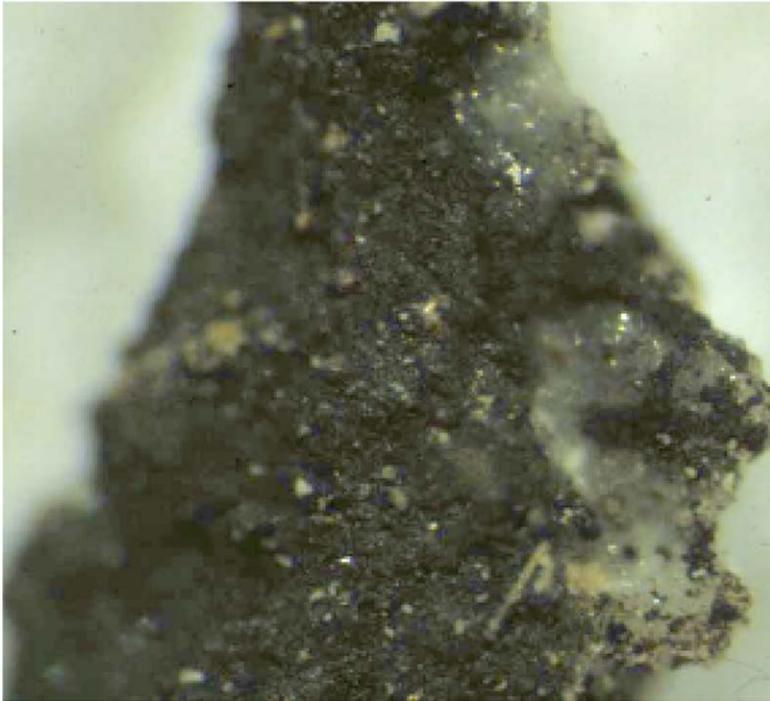


Fig. 4. Macrographie du prélèvement (101) face externe.  
 Fig. 4. Macrograph of the sample (101) external side.

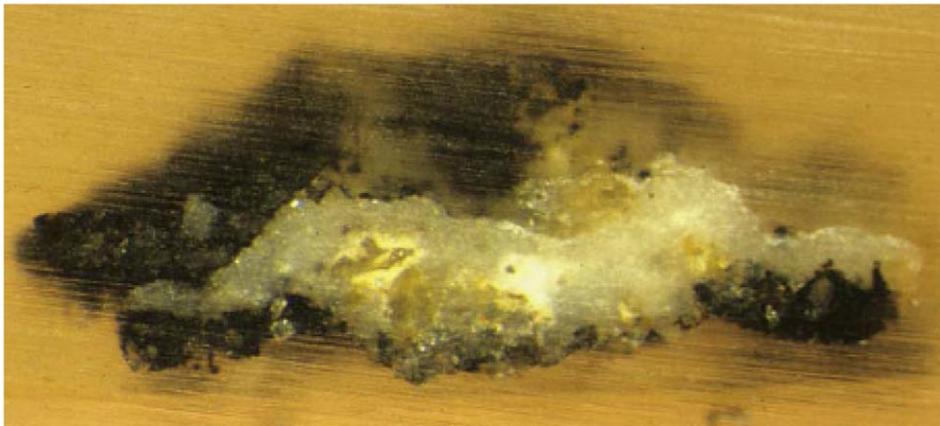


Fig. 5. Macrographie de la coupe du prélèvement (101).  
 Fig. 5. Macrograph of the cross section (101).

taux d'oxyde de manganèse dans une matrice argileuse. Les boulettes de 10  $\mu\text{m}$  observées dans le prélèvement (101) sont certainement issues du broyage de blocs d'oxyde argileux naturels.

La quantité importante de « peinture » nécessaire à la couverture de surfaces aussi importantes que celles occupées par le bison justifie l'hypothèse de la mise au point d'une charge :

Pour citer cet article : C. Vignaud et al., Le groupe des « bisons adossés » de Lascaux..., *L'anthropologie* (2006), doi: 10.1016/j.anthro.2006.07.008.

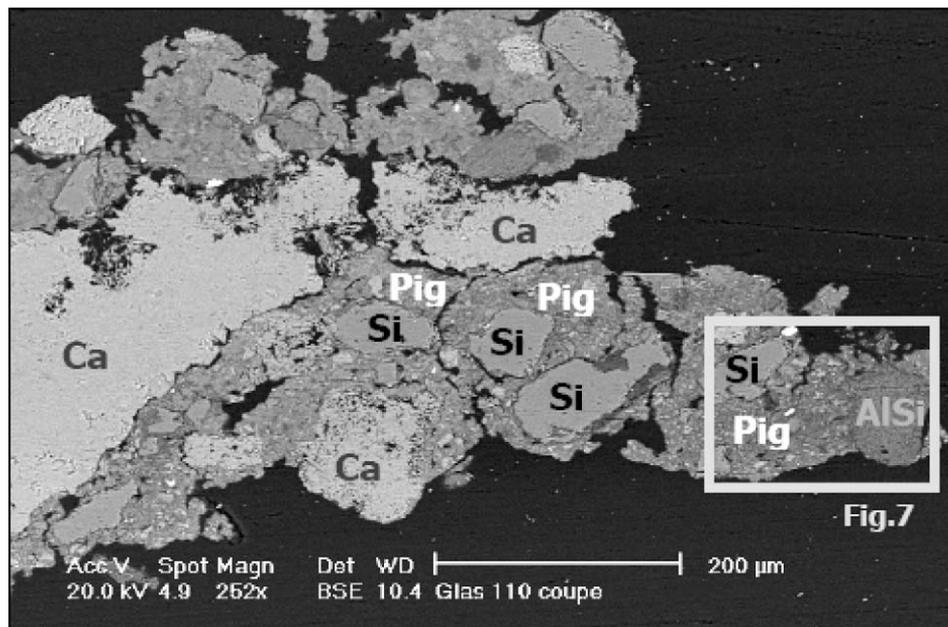


Fig. 6. Observation en électrons rétrodiffusés (20 kV) de la coupe transverse de l'échantillon (101), sabot avant droit du bison gauche. Si : quartz ; Ca : calcite ; Pig : pigment avec oxyde de manganèse ; AlSi : aluminosilicate riche en K et Mg.

Fig. 6. Back scattered electron micrograph (20 kV) of the cross section (101), right front hoof of the left bison. Si: quartz; Ca: calcite; Pig: manganese oxide rich pigment; AlSi: aluminosilicate enriched in K and Mg.

apport volontaire de calcite et de silice en incorporation dans de l'argile pour élaborer un produit avec de bonnes propriétés couvrantes. Dans d'autres conditions il aurait été possible de conclure plutôt à l'utilisation d'un récipient calcaire nettoyé au préalable avec du sable.

Il s'agit donc ici d'une préparation anthropique qu'il est possible de rapprocher de la préparation de la matière picturale analysée sur le chignon du Grand Taureau de cette même grotte (salle des Taureaux) et appliquée dans ce dernier cas au tampon (Chalmin et al., 2003).

La succession de ces différentes étapes d'analyse a été réalisée, chaque fois que la quantité de matière était suffisante, pour les six prélèvements de la « Scène des bisons adossés ». Les résultats des analyses sont consignés dans le Tableau 1. Nous allons en extraire maintenant toutes les particularités significatives tant du point de vue physicochimique que du point de vue du « savoir-faire » de l'artiste, par couleur et pour chaque animal, pour faciliter les comparaisons.

### 3. Couleur noire

#### 3.1. Bison de gauche

Le prélèvement (101) a été l'objet de l'étude très complète décrite précédemment. Sur la queue du bison, prélèvement (104), on observe que le pigment est pris dans une calcite jaune sous forme de cristaux cubiques et d'aiguilles (Fig. 11). La formation de cette calcite est un phénomène d'altération de la paroi dû soit au ruissellement d'eau calcifiante le long de la paroi soit à l'exsudation de CO<sub>2</sub> par les pores de la paroi, conduisant à la calcification de la

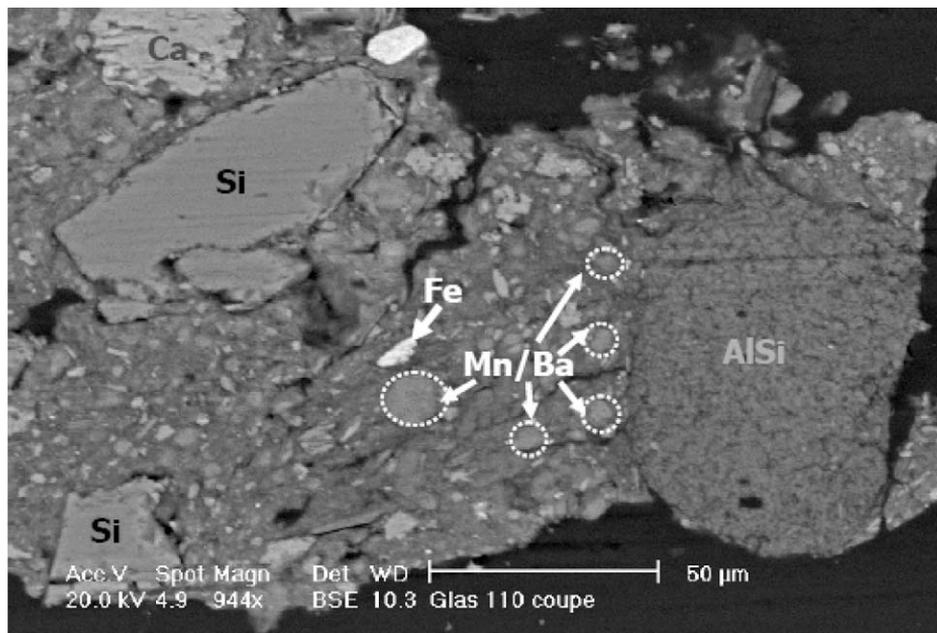


Fig. 7. Observation en électrons rétrodiffusés (20 kV) d'une zone réduite de la même coupe (101). Si : quartz ; Ca : calcite ; Pig : pigment avec oxyde de manganèse ; AlSi : aluminosilicate riche en K et Mg.

Fig. 7. Back scattered electron micrograph (20 kV): Detail of the cross section (101). Si: quartz; Ca: calcite; Pig: manganese oxide rich pigment; AlSi: aluminosilicate enriched in K and Mg.

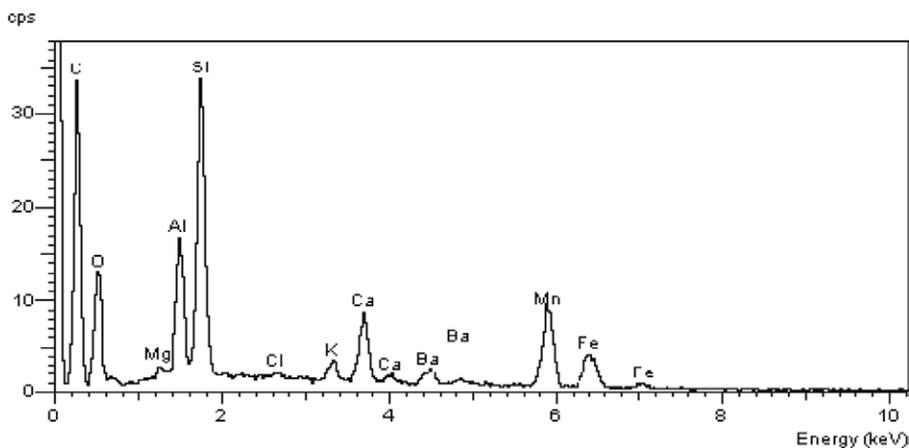


Fig. 8. Analyse EDX globale de la couche picturale de la coupe (101).

Fig. 8. Global EDX spectrum of the painting layer from the cross section (101).

paroi. L'analyse élémentaire EDX au MEB identifie un oxyde de manganèse au baryum à faciès cotonneux (5 à 10 µm de diamètre) avec des traces d'argile ocrée et des grains de silice ronds (grains de sable). La structure est celle de la cryptomélane avec des cristaux de manganèse chargés en baryum et en potassium jusqu'à 6 % at.

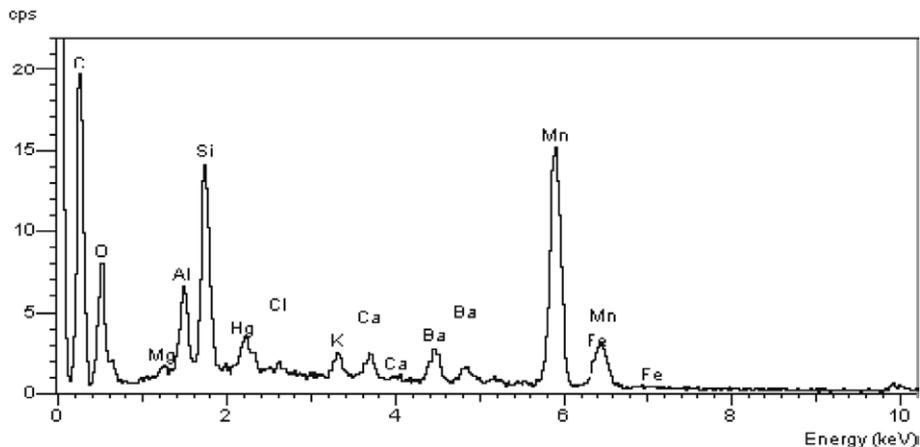


Fig. 9. Analyse EDX ponctuelle sur le pigment de la coupe (101).

Fig. 9. Detailed EDX spectrum of the pigment from the cross section (101).

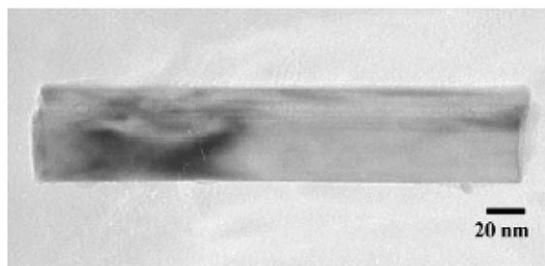


Fig. 10. Observation en MET (200 kV) d'un cristal de hollandite et son diagramme de diffraction orienté axe de zone [210].

Fig. 10. TEM micrograph (200 kV) of hollandite crystal and its diffraction pattern, zone axis [210].

### 3.2. *Bison de droite*

Le prélèvement (106) a été effectué près du garrot dans une région déjà très écaillée ; il ne contient pas de traces du support calcaire signifiant la mauvaise adhérence de la peinture à la paroi. En absence de calcite protectrice et/ou cicatrisante, le pigment recueilli apparaît sous forme d'une boulette et de quelques débris. La boulette est constituée d'oxyde de manganèse riche en baryum et en potassium à faciès cotonneux contenant des fibres et des aiguilles d'environ 1  $\mu\text{m}$ . Les structures déterminées par diffraction des électrons sont celles de la cryptomélane et plus minoritairement de la todorokite [(Ba, Ca, K, Na)  $\text{Mn}_6\text{O}_{12}$ ] à tunnels (3  $\times$  3) à structure tétragonale.

La « boulette » a ensuite été enrobée dans une résine pour en observer la stratigraphie après coupe et polissage. Le pigment noir d'oxyde de manganèse est présent en très faible proportion dans une argile passée en très fine couche sur un lit de cristaux de silice (Fig. 12). Il est

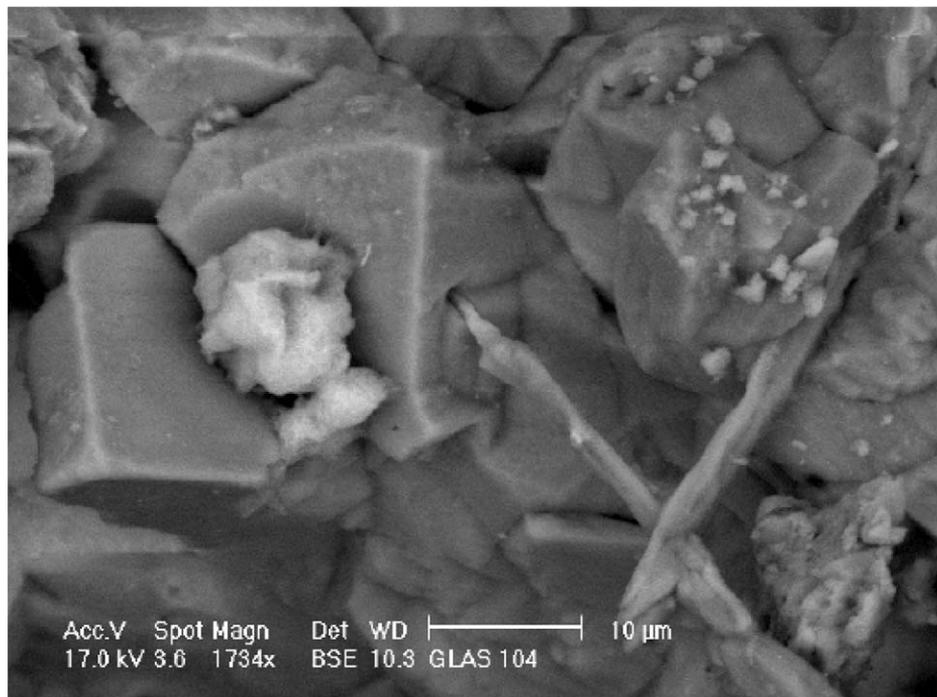


Fig. 11. Calcite prismatique sur le prélèvement (104).

Fig. 11. Prismatic calcite on the sample (104).

possible que la paroi ait été préparée en la frottant à la main avec du sable comme on le ferait actuellement avec du papier de verre. Cette fine couche de grains de silice en serait le témoignage et la mémoire de cette technique de préparation.

Norbert Aujoulat note que certaines parois de Lascaux, en particulier du Passage au Diverticule des Félines, présentent une surface pulvérulente liée au caractère très gréseux de la roche dont les particules de matière, carbonate et silice, ont été fragilisées par des phénomènes de corrosion (Aujoulat, 2004).

La silice pourrait être présente à la surface, par altération de la paroi, avant l'intervention de l'homme préhistorique et contredirait l'hypothèse précédente d'une préparation humaine de la paroi. Cependant, une paroi très altérée ne nécessiterait-elle pas alors une « préparation » préliminaire ?

#### 4. Couleur rouge

##### 4.1. *Bison de gauche*

Le prélèvement (102) provient du rouge de la masse du pelage au bord de l'écaille. La couche pigmentaire couvre mal une calcite jaune, chargée en eau, témoin de la forte fragilisation de la paroi à cet endroit.

La coupe de l'échantillon (102) permet de décrire une stratigraphie très claire (Fig. 13) : passage d'une fine couche de 5 à 25  $\mu\text{m}$  de pigment rouge. Entre le support calcaire et le pigment il apparaît une couche continue d'épaisseur 20 à 30  $\mu\text{m}$  de grains de silice très anguleux.

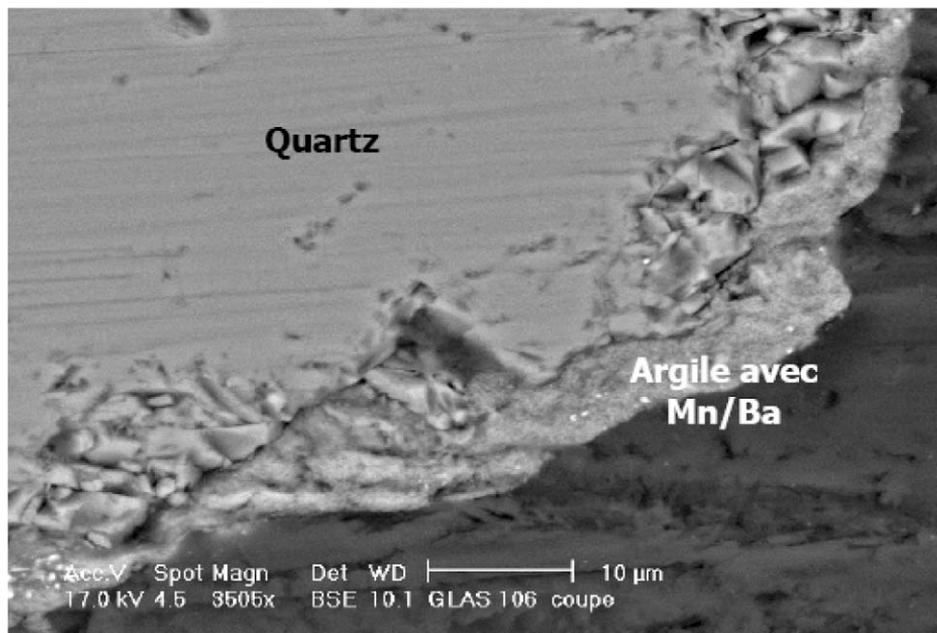


Fig. 12. Détail en électrons rétrodiffusés (17 kV), de la coupe transverse incluse de l'échantillon (106), dos du bison de droite.

Fig. 12. Back scattered electron micrograph (17 kV) of the cross section (106), back of the right bison.

Ponctuellement la peinture a formé une goutte dont la composition est bien représentative de la peinture appliquée (Fig. 13). Il s'agit d'un mélange d'oxyde de fer intimement lié par de l'argile et des grains de silice aux bords très arrondis de 0,5 à 1  $\mu\text{m}$  (broyés-polis). Ces grains de silice participant à la peinture sont certainement des grains de sable utilisés à l'état natif (sable de rivière) ou un mélange naturel de type sable alluvionnaire ocreux comme on en connaît encore à Roussillon. Ils n'ont donc pas la même fonction. Le premier serait un abrasif pour la préparation de la paroi, le deuxième serait une charge pour donner de l'épaisseur ou de la tenue à la peinture. Il s'agirait donc d'un choix de matériaux dans la nature pour leurs qualités couvrantes, adhésives et surtout très colorantes.

Le pigment a été recouvert au cours du temps d'une très fine couche de silice mal cristallisée (Fig. 13), selon toute vraisemblance une pollution sous forme de poussière transportée par les courants d'air.

L'oxyde de fer n'a pu être étudié plus avant par microscopie électronique en transmission, par manque de matière.

#### 4.2. *Bison de droite*

Le prélèvement (103) provient de la ligne du sexe de l'animal (Fig. 2).

La quantité prélevée est extrêmement faible et la stratigraphie n'a pu être reconstituée. L'observation au MEB a mis en évidence la présence d'oxyde de fer majoritairement sous forme de plaquettes de 2  $\mu\text{m}$  de long et de globules facettés d'environ 1  $\mu\text{m}$  de diamètre. De façon surprenante la présence de manganèse au baryum sous forme d'aiguilles de 0,5 à 1  $\mu\text{m}$

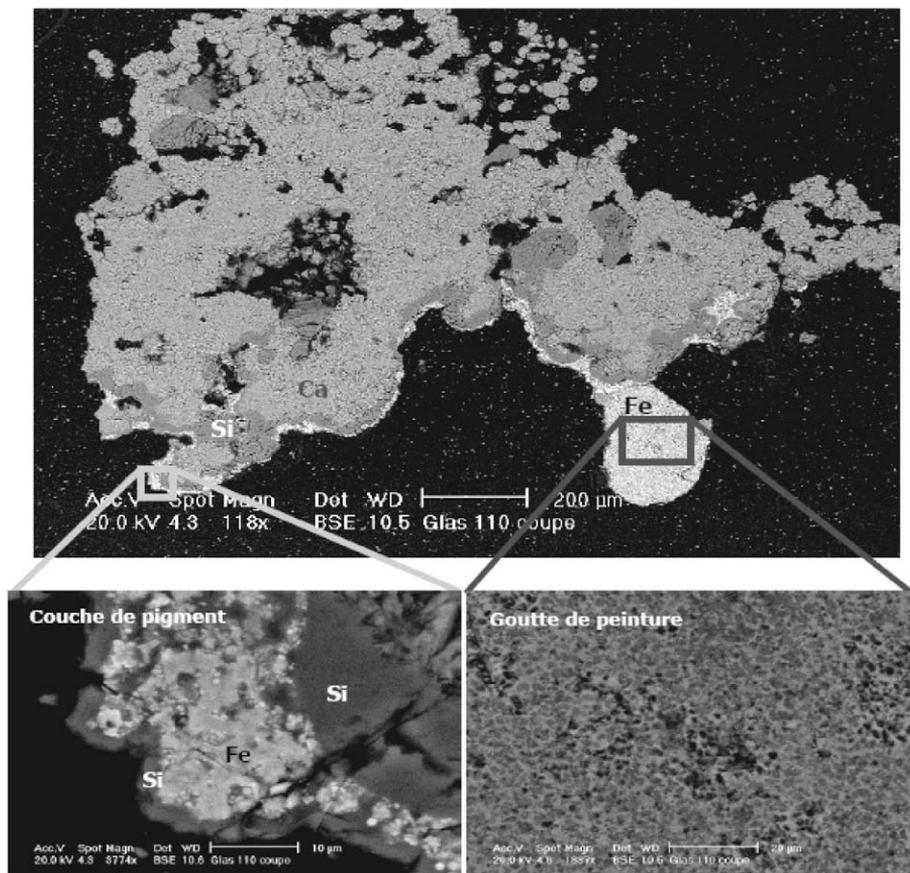


Fig. 13. Observation en électrons rétrodiffusés (20 kV) de la coupe transverse de l'échantillon (102), zone rouge du bison de gauche et détails au niveau de la couche d'oxyde de fer (< 10 µm) et de la goutte de peinture.

Fig. 13. Back scattered electron micrograph (20 kV) from the sample (102), red zone of the bison on the left and details from the layer of iron oxide (< 10 µm) and the painting drop.

de long atteste de la présence d'un pigment noir. L'identification des oxydes s'est précisée en MET où nous avons mis en évidence pour le fer deux formes d'oxyde : l'hématite [ $\text{Fe}_2\text{O}_3$ ] pour les feuillettes et la magnétite [ $\text{Fe}_3\text{O}_4$ ] pour les grains arrondis et épais. L'oxyde de manganèse est une cryptomélane [(Ba, K)  $\text{Mn}_8\text{O}_{16}$ ]. En l'absence de stratigraphie établie, il est difficile de dire s'il s'agit d'un repeint rouge sur du noir ou d'une pollution de la préparation rouge dans un creuset ayant contenu au préalable du noir. Une observation complémentaire de la paroi montre la présence de fines gouttelettes sombres provenant de la peinture soufflée du poitrail de l'animal dans la zone du sexe. Il s'agit donc d'une surimpression involontaire.

Le prélèvement (105) provient de l'arrière train de l'animal. Il s'agit en réalité d'un rouge-brun constitué d'une bicouche de bonne épaisseur de rouge sur fond noir. L'étude à faible grossissement montre deux couches superposées d'environ 200 µm d'épaisseur chacune (Fig. 14) identifiées par MET comme étant de l'oxyde de fer sous forme de plaquettes d'hématite et de globules de magnétite en mélange avec une argile potassique et l'oxyde de manganèse au baryum et potassium de structure cryptomélane.

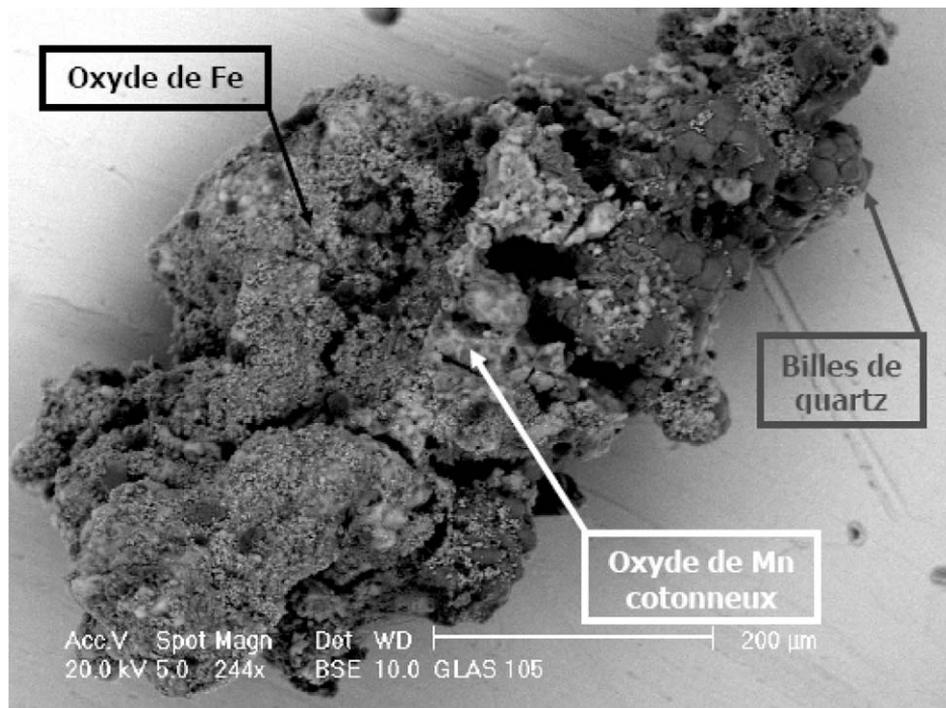


Fig. 14. Observation en électrons rétrodiffusés (20 kV) de l'échantillon (105) non enrobé, arrière-train du bison de droite, bicouche rouge sur noir.

Fig. 14. Back scattered electron micrograph (20 kV) from the sample (105), not wax included, hindquarters of the bison on the right, double layers: red on black.

## 5. Discussion

### 5.1. Pigment noir

Il existe deux grandes familles d'oxyde de manganèse, les oxydes simples comme la manganite ( $\text{MnOOH}$ ) et la pyrolusite ( $\text{MnO}_2$ ), et les oxydes mixtes contenant du baryum et autres cations dans de larges tunnels de structure, comme la hollandite ( $\text{BaMn}_8\text{O}_{16}, x \text{H}_2\text{O}$ ), la romanechite ( $\text{Ba}_2\text{Mn}_5\text{O}_{10}, x \text{H}_2\text{O}$ ) et la cryptomélane ( $(\text{Ba,K}) \text{Mn}_8\text{O}_{16}, x \text{H}_2\text{O}$ ).

Sur ce diptyque de bisons, le pigment majoritaire est la cryptomélane même si, les prélèvements (101) et (106), contiennent un peu de hollandite pour le premier et un peu de todorokite pour le second. Ces mélanges entre oxydes sont courants à l'état naturel.

L'oxyde de manganèse de structure cryptomélane a déjà été rencontré dans cette même grotte, en particulier dans certains carreaux des « Blasons » présents dans la Nef, sur la même paroi gauche, plus en amont. En effet, deux des carreaux du « Blason de droite » ont été réalisés avec un mélange naturel de cryptomélane et de todorokite comme le prélèvement (106). Les autres carreaux noirs contiennent, le plus souvent, en majorité un oxyde simple (Chalmin et al., 2004).

Tous les carreaux des « Blasons » ont été réalisés à l'aide d'un pigment naturel sans addition d'aucune charge. Ceci différencie totalement le geste de l'« artiste aux blasons » du geste

de l'« artiste aux bisons », qui semble avoir exploité les différents matériaux à sa disposition pour aboutir à la texture et à la couleur désirée.

En effet, la surface recouverte dans les carreaux est relativement réduite et on peut considérer qu'il s'agit d'une étape préliminaire à la préparation de la couleur pour une plus grande réalisation. Les blasons seraient un essai préalable de rendu de couleurs pour la réalisation de grandes figures animales.

### 5.2. Pigment rouge

La présence de magnétite plutôt noire métallique à coté de l'hématite n'a jamais été rencontrée auparavant dans les pigments préhistoriques étudiés.

De façon générale, les pigments rouges rencontrés jusqu'ici sur les parois de grotte étaient le plus souvent constitués de feuillettes d'hématite seuls. La microscopie électronique en transmission rend compte de la structure, de l'orientation cristallographique, de l'épaisseur et de la forme des cristaux. Quatre types d'hématite ont déjà été répertoriés à Lascaux (Chalmin et al., 2004) :

- hématite lamellaire hexagonale ;
- hématite lamellaire trapézoïdale ;
- hématite fibreuse ;
- hématite quasi amorphe.

Dans certains cas, il est apparu pertinent de se questionner sur l'origine de ces cristaux : cristaux naturels d'hématite ou cristaux de goëthite ayant subi un chauffage volontaire ou involontaire les transformant en hématite ? À cette question nous avons pu révéler l'existence de la pratique d'un chauffage à Troubat (Hautes Pyrénées) par les Magdaléniens. Cette transformation est mise en évidence grâce à la signature caractéristique des pores de déshydratation observables en MET sur des cristaux de forme aciculaire (Pomiès et al., 1999, 2000). Par contre, à ce jour, nous n'avons jamais rencontré de preuve de chauffage sur les cristaux d'hématite à usage de pigment pariétal.

Concernant la provenance de la magnétite, on sait que l'hématite chauffée en atmosphère réductrice se transforme en magnétite noire. C'est la technique que les Grecs Anciens ont mise au point beaucoup plus tard pour la réalisation de leur céramique à « figures noires ». Il est difficile de croire que les préhistoriques puissent avoir connu cette pratique.

C. Couraud et A. Laming-Empeaire (Leroi-Gourhan et Allain, 1979) citent dans le matériel retrouvé à Lascaux des traces de magnétite  $Fe_3O_4$  identifiées sommairement au contact d'un aimant dans cinq tubes et dix petits fragments pesant au total 1,4 g. S'agit-il de fragments et de poudres noirs ou rouge et noirs, l'information manque.

Il existe un minéral, la taconite, contenant ces deux formes cristallographiques que l'on rencontre sous forme de roche sédimentaire dure, siliceuse, riche en particules d'oxyde de fer rouge (hématite) et en oxyde de fer noir (magnétite) au Canada, près du lac Supérieur (USA) ou bien en Chine mais non référencé en Europe. En ce qui concerne la France, à Champ-Robert, dans le Morvan, il est rapporté (Delfour, 2006) que des filons de quartz et des accumulations d'oxyde de fer (chapeaux de fer formés par altération météorique de boules de pyrite encaissées dans le quartz) étaient déjà exploités à l'époque de la Gaule. Des recherches complémentaires ont montré qu'en profondeur, à la pyrite peut être associée une magnétite martitisée c'est-à-dire altérée en hématite. Ces deux formes cristallines d'oxyde de fer se trou-

vent alors naturellement en mélange. Notons que la magnétite dans la matière picturale n'a pas été identifiée seule mais toujours en mélange intime avec l'hématite. À l'époque magdalénienne, il est possible qu'une magnétite martitisée ait pu affleurer et attirer l'œil du Préhistorique par sa couleur et son aspect particulier bien que sa présence semble extrêmement rare.

En deuxième hypothèse, le mélange hématite rouge–magnétite noire pourrait être volontaire pour casser le rouge trop violent de l'hématite et tendre vers un rendu plus brun, il conviendrait pour des effets de transparence, de texture métallique sur le pelage de l'animal. L'homme préhistorique a, dans ce cas, préparé son mélange avec des blocs provenant de ramassages distincts dans des zones géographiques pouvant être assez éloignées.

Une étude plus approfondie sur les éléments traces contenus dans ces différentes phases pourrait nous apporter des renseignements sur la coexistence possible de ces deux phases. En effet, certains éléments présents tels que Ti et/ou Cr rendent incompatible la coexistence des phases magnétite–hématite. La présence de certains métaux (Pb, Zn et Cu) pourrait également renseigner sur leur origine hydrothermale et donc indiquer un signe d'altération.

Dans les deux cas, une première étape de prospection intense est nécessaire pour engranger suffisamment de matières colorantes rares avant la mise en œuvre de l'ouvrage. Qu'il s'agisse d'un mélange d'oxydes de fer naturel ou volontaire pour en modifier la couleur et l'aspect, ceci présuppose un certain degré d'organisation.

## 6. Conclusion

À travers ces analyses physicochimiques, nous avons pu extraire un certain nombre d'informations sur les intentions comme sur les processus expérimentaux de l'artiste préhistorique avant son geste sur la paroi.

Par exemple, la tache rouge qui évoque la mue saisonnière de l'animal n'est pas un repeint sur le grand aplat de noir de la toison de l'animal. L'absence d'une bicouche montre bien que le noir a été appliqué en laissant une réserve pour le rouge. Le projet était bien défini dans l'esprit de l'artiste avant le début de l'exécution de l'œuvre.

Nous avons mis en évidence plusieurs types de préparation, l'une concerne la préparation préliminaire et locale de la paroi, « préparation au papier de verre » du dos du bison de droite (106), sur une paroi préalablement très corrodée. Ce détail apparaît aussi sur le prélèvement rouge (102) du dos du bison de gauche dans une zone écaillée.

Nous avons pu traduire les nombreux gestes qui ont été nécessaires à la préparation de la matière picturale elle-même, en très grande quantité pour couvrir et suffisamment fluide pour être soufflée. Le mélange pur d'oxydes naturels utilisé pour les « Blasons » serait la matière première ou la première étape. La couche picturale des « Bisons adossés » qui contient des grains de calcite, des grains de quartz et l'oxyde naturel lui-même aggloméré dans de l'argile montre la complexité de cette préparation anthropique avec ses phases de broyage et de mélange pour obtenir soit une « pâte » épaisse soit quasi liquide.

L'épaisseur extrêmement faible du prélèvement (102) sur le bison de gauche et cette forme de « goutte » témoignent de l'utilisation du crachis dans cette zone de l'animal.

A contrario, la bicouche épaisse sur l'arrière train du bison droit n'a certainement pas été soufflée, du moins à cet endroit. Elle est assez compacte pour avoir été passée en deux fois au pinceau. Le pinceau a d'ailleurs été utilisé pour les sabots et pour les queues des animaux et certainement pour le sexe rouge (Aujoulat, 2004).

Les différentes fluidités pouvaient donc être obtenues à partir de la préparation des blocs recueillis dans la nature sur des distances plus ou moins grandes. Par ailleurs, l'observation

fine du calcaire de paroi en trace sur le prélèvement apporte des indications sur l'état local actuel de la paroi, le jour du prélèvement : sèche ou chargée d'eau. Notons que ces prélèvements ont été réalisés en janvier 2005 et observés de retour au laboratoire.

Il est aussi possible d'apporter des informations sur le mode de cristallisation de la couche transparente ou opaque de calcite déposée depuis l'exécution de la peinture. Dans le cas des gros cristaux parfaitement cristallisés observés sur le prélèvement (104) [Fig. 9], on sait qu'il s'agit d'un processus lent conduisant à une calcite transparente à effet protecteur (Chalmin et al., 2006). Par opposition, la calcite blanche opaque visible à l'œil sur le sabot avant droit du bison de gauche est issue d'un processus rapide, certainement contemporain. Ces observations seront très utiles à la compréhension des problèmes de prévention-conservation qui préoccupent beaucoup les archéologues actuellement (Allemand, 2003 ; Chalmin et al., 2006 ; Girard et al., 2001).

## Remerciements

Nous remercions particulièrement F. Pillier pour son aide précieuse en microscopie électronique en transmission.

## Références

- Allemand, L., 2003. Qui sauvera Lascaux ? *La Recherche* 363, 26–33.
- Aujoulat, N., 2004. Lascaux. Le geste, l'espace et le temps. Éditions du Seuil, collection « Arts rupestres ».
- Aujoulat, N., Chalmin, E., Vignaud, C., Menu, M., 2002. Lascaux : les pigments noirs de la Scène du puits. In: *L'art avant l'histoire, la conservation de l'art préhistorique*. SFIIC, Paris, pp. 5–14.
- Chalmin, E., 2003. Caractérisation des oxydes de manganèse et usage des pigments noirs au Paléolithique supérieur. Thèse de l'Université de Marne la Vallée.
- Chalmin, E., Menu, M., Pomiès, M.P., Vignaud, C., Aujoulat, N., Geneste, J.M., 2004. Les blasons de Lascaux. *L'Anthropologie* 108, 571–592.
- Chalmin, E., Menu, M., Vignaud, C., 2003. Analysis of rock art painting and the technology of Palaeolithic painters. *Measurements Science and Technology* 14, 1590–1597.
- Chalmin, E., d'Orlié, F., Zinger, L., Charlet, L., Geremia, R.A., Oriol, G., Menu, M., Baffier, D., Reiche, I., 2006. *Journal of the Geological Society of London*.
- Delfour, J., 2006. <http://perso.wanadoo.fr/jacques.delfour/filonpyr.htm>.
- Girard, M., Baffier, D., Brunet, J., Guillamet, E., 2001. L'intervention directe sur les parois : un apport à la connaissance des tracés préhistoriques. Le cas de la Grande Grotte d'Arcy-sur-Cure (Yonne). In: *L'art avant l'histoire, la conservation de l'art préhistorique*. SFIIC, Paris, pp. 197–207.
- Hainard, 1972. *Mammifères sauvages d'Europe*. Éd. Delachaux et Niestlé, Paris.
- Leroi-Gourhan, A., 1971. *Les religions de la Préhistoire*. Presses universitaires de France, Paris.
- Leroi-Gourhan, A., Allain, J., 1979. In: *Lascaux inconnu*. XII<sup>e</sup> supplément à *Gallia Préhistoire*. Éditions du CNRS, Paris, pp. 1–381.
- Pomiès, M.-P., Barbaza, M., Menu, M., Vignaud, C., 1999. Préparation des pigments rouges préhistoriques par chauffage. *L'Anthropologie* 103, 503–518.
- Pomiès, M.-P., Menu, M., Vignaud, C., 2000. In: *Art et Chimie—La couleur*. Éditions du CNRS, Paris, pp. 22–27.
- Ruspoli, M., 1986. *Lascaux, un nouveau regard*. Bordas, Paris.
- Valladas, H., Tisnérat-Laborde, N., Cachier, H., Arnold, M., 1999. La datation directe des peintures préhistoriques par la méthode du carbone 14 en spectrométrie de masse par accélérateur. *Supplément à la Revue d'Archéométrie*, 39–44.