



Université de Montréal

**Le nouvel Âge de la Bière**  
**L'alcool au Néolithique moyen de la Caverna delle Arene Candide**

par Marie-Soleil Bélanger

Département d'anthropologie  
Faculté des Arts et des Sciences

Mémoire présenté  
en vue de l'obtention du grade de Maîtrise  
en Anthropologie  
option archéologie

Novembre 2018

© Marie-Soleil Bélanger, 2018

## Résumé

La production volontaire d'alcool semble coïncider avec la naissance de l'agriculture et ce, dans plusieurs foyers primaires de la domestication des plantes. S'en suit également un changement d'organisation qu'on appelle la *complexification sociale*, où les rapports de force structurent les groupes de plus en plus denses. En Europe, la néolithisation évolue par apports migratoires de nouveaux agriculteurs venant du Croissant Fertile puis de l'Anatolie. Or, ces nouvelles populations ne s'organisent pas par stratification sociale et semblent avoir choisi un ordre égalitaire. Pour plusieurs anthropologues, la production d'alcool, et sa consommation lors de festins, pourrait avoir été un motif pour engranger des surplus, déclenchant ainsi une série de facteurs menant à la complexification sociale.

Les Arene Candide, site méditerranéen néolithique (entre autres), dans le nord-ouest de l'Italie, nous offre la possibilité d'étudier le rôle de l'alcool dans ces sociétés non stratifiées. La fonction du site reste à déterminer, les campagnes de fouille qui s'étalent sur plus d'un siècle apportant chaque fois un peu plus de lumière à notre compréhension de ses occupants. Ici, le rituel funéraire simple côtoie les activités domestiques et pastorales. Toutefois, les preuves de production de bière aux Arene Candide changent grandement notre perception de ces habitants, en reconnaissant dans leur vie des activités dépassant la simple subsistance.

L'utilisation de l'oxalate de calcium comme biomarqueur de la bière est vue par plusieurs chercheurs comme non fiable, pour des raisons de possibles contamination des artefacts par les sols. La présente étude a contourné cet obstacle en analysant au HPLC des échantillons de sols du site où, auparavant, une présence de cristaux d'oxalate avait été constatée. Une deuxième méthode, l'observation des granules d'amidon au MEB, a permis de distinguer deux chaînes opératoires de la bière sur le même site. Ces constatations s'appuient sur une expérimentation préalable, qui a servi de base comparative à l'observation des échantillons archéologiques. La bière semble avoir été utilisée à plusieurs fins, s'insérant vraisemblablement dans le quotidien de ces groupes du Néolithique moyen de la Ligurie.

**Mots-clés :** Bière, alcool, Néolithique, Arene Candide, Italie, complexification sociale, égalitarisme, HPLC, MEB, granules d'amidon, expérimentation.

## Abstract

Alcohol production, in a deliberate manner, seems to coincide with the birth of agriculture in several primary foci of plant domestication. We also see a change in organization, which is called *social complexification*, where the balance of power structures increasingly dense groups. In Europe, neolithization develops by migratory inputs of new farmers coming from the Fertile Crescent, and then from Anatolia. However, these new populations are not structured by social stratification and seem to have chosen an egalitarian social order. For many anthropologists, the production of alcohol, and its consumption during feasts, may have been a motive for gathering surpluses, triggering a series of factors leading to social complexification.

Arene Candide, a Neolithic Mediterranean site in northwestern Italy, offers us the opportunity to study the role of alcohol in these non-stratified societies. The precise function of the site remains to be determined, with excavation campaigns that span more than a century bringing a little more light each time to our understanding of its occupants. Here, simple funerary rituals coexisted with domestic and pastoral activities. However, the evidence of beer production at Arene Candide greatly changes our perception of these inhabitants going beyond mere subsistence activities.

The use of calcium oxalate as a biomarker of beer is seen by several researchers as unreliable for reasons of possible contamination of artefacts by soils. The present study circumvented this obstacle by analyzing using HPLC soil samples from the site where previously a presence of oxalate crystals had been observed. A second method, the observation of starch granules with SEM, made it possible to distinguish two *chaînes opératoires* of beer on the same site. These findings are based on experimental studies, which were compared with the archaeological samples. Beer seems to have been used for several purposes, fitting into the daily life of these groups of the Middle Neolithic of Liguria.

**Keywords:** Beer, alcohol, Neolithic, Arene Candide, Italy, social complexification, egalitarianism, HPLC, SEM, starch granules, experimental studies.

# Table des matières

Résumé.....	i
Abstract.....	ii
Table des matières.....	iii
Liste des tableaux.....	vi
Liste des figures.....	vii
Liste des abréviations.....	xiii
Remerciements.....	xv
Avant-propos : Le germe d'une idée .....	2
Chapitre 1 — Introduction.....	4
Chapitre 2 — Problématique .....	8
2.1    L'approche conceptuelle.....	8
2.1.1    La complexification sociale .....	8
2.1.2    L'alcool et la notion de rituel.....	14
2.2    L'état des connaissances : l'alcool en archéologie .....	17
2.2.1    L'Amérique du Sud.....	17
2.2.2    Jiahu .....	23
2.2.3    Mijiaya .....	23
2.2.4    Liangchengzhen .....	25
2.2.5    Les tombes de Liu Jiazhuang et de Changzikou.....	25
2.2.6    La caverne de Raqefet.....	26
2.2.7    Jerf el-Ahmar .....	28
2.2.8    Göbekli Tepe.....	28
2.2.9    Shulaveris Gora et Gadachrili Gora.....	29
2.2.10    Hajji Firuz Tepe et Godin Tepe .....	30
2.2.11    Hiérakonpolis (Nekhen).....	30
2.2.12    Palestine, Israël, Syrie et Égypte : filtres et bouteilles.....	31
2.2.13    Tall Bazi, vallée de l'Euphrate, nord de la Syrie .....	32
2.2.14    La Grèce et la bière .....	33

2.2.15	L'Espagne, Can Sadurní .....	34
2.2.16	Les îles Britanniques.....	35
2.2.17	Synthèse .....	37
2.3	La Caverna delle Arene Candide : le contexte archéologique de ce mémoire .....	39
2.4	Question et hypothèses .....	45
Chapitre 3 — Expérimentation .....		50
3.1	La chaîne opératoire de la bière .....	50
3.1.1	La chimie de l'alcool .....	50
3.1.2	Le savoir-faire technique de la bière.....	52
3.1.2.1	La bière d'orge et de blé amidonnier .....	52
3.1.2.2	La bière de riz, ou <i>sake</i> — Asie orientale .....	55
3.1.2.3	Bière de maïs ou <i>chicha</i> — Amérique du Sud.....	56
3.2	Les expérimentations antérieures.....	57
3.3	L'expérimentation pour ce mémoire.....	59
3.3.1	Les outils et les ingrédients employés .....	61
3.3.2	Description des expérimentations .....	63
3.3.3	Observations et remarques.....	69
Chapitre 4 — Méthodologie .....		71
4.1	La chimie analytique.....	71
4.1.1	Les types de détection.....	71
4.1.2	Les biomarqueurs des trois alcools.....	74
4.1.2.1	Le vin .....	74
4.1.2.2	L'hydromel .....	75
4.1.2.3	La bière .....	76
4.1.2.4	La chicha.....	78
4.1.3	Processus taphonomique des résidus en relation avec la céramique .....	78
4.2	L'observation au microscope électronique à balayage .....	79
4.2.1	Les granules d'amidon.....	80
4.2.2	Les plantes retrouvées sur le site des Arene Candide .....	84
4.3	Les méthodes choisies.....	87
4.3.1	L'extraction.....	87

4.4	Résultats chimiques et microscopiques de l'expérimentation .....	89
4.4.1	HPLC-MS .....	89
4.4.2	Microscope électronique à balayage.....	91
4.4.3	Synthèse .....	100
Chapitre 5 — Le corpus .....		101
Chapitre 6 — Les résultats.....		106
6.1	L'analyse chimique (HPLC).....	106
6.2	L'observation au microscope électronique à balayage (MEB).....	107
6.2.1	Échantillon #70 .....	108
6.2.2	Échantillon # 78 .....	116
6.2.3	Échantillon #80 .....	122
6.2.4	Échantillon 81 .....	126
6.2.5	L'échantillon 82 .....	130
6.3	Synthèse des observations au MEB .....	134
Chapitre 7 — Discussion .....		136
7.1	Spatialisation des échantillons .....	136
7.2	Interprétations .....	139
7.3	L'importance de la bière aux Arene Candide .....	141
7.4	Signification pour l'Europe.....	142
8.	Conclusion .....	145
8.1	Expérimentation.....	145
8.2	Les méthodes d'analyse .....	146
8.3	L'alcool comme objet signifiant .....	147
Bibliographie.....		i
Tableaux des données .....		i

## Liste des tableaux

Tableau I Résumé des sites avec présence d'alcool .....	38
Tableau II Liste des plantes identifiées aux Arene Candide.....	85
Tableau III Résumé des interprétations .....	135
Tableau IV Base de données d'extraction .....	i
Tableau V Données d'extraction (suite). Abbrév. : p. = poudre, r. = résidu, int. = intérieur, ext. = extérieur .....	iv
Tableau VI Résultats des analyses chimiques des résidus archéologiques.....	ix
Tableau VII Analyses chimiques des sédiments des Arene Candide. ....	xiii



## Liste des figures

Figure 2.1 Carte du Pérou, comprenant les sites et les cultures dont il est question dans cette section. Carte originale produite par Zenyu, empruntée sur Wikipédia. ....	20
Figure 2.2 Carte des sites chinois néolithiques et de l'Âge du Bronze. 1. Jiahu, 2. Mijaya, 3. Liangchenzhou, 4. Changzikou, 5. Liu Jiazhuang.....	24
Figure 2.3 Carte du Moyen Orient, comprenant les sites néolithiques et de l'Âge du Bronze dont il est question dans cette section. 1. Raqefet, 2. Göbekli Tepe, 3. Jerf el-Ahmar, 4. Shulaveris Gora, 5. Gadachrili Gora, 6. Hajji Firuz, 7. Godin Tepe, 8. Hierakonpolis, 9. Tal Mor, 10. Tall Bazi, 11. Archondiko, 12. Argissa Magoula.....	27
Figure 2.4 Embouts-filtres en alliage de cuivre, datant de l'Âge du Bronze récent. Source Homan 2004, photo par Erich Lessing. ....	32
Figure 2.5 L'Europe de l'Ouest et les sites dont il est question dans cette section. 1. Caverne de Can Sadurni, 2. Balfarg et Balbrinie, 3. Machrie Moor, 4. Skara Brae, 5. Les Arene Candide. ....	35
Figure 2.6 Emplacement du site des Arene Candide (point bleu). Source de la carte vierge : Daniel Dalet .....	40
Figure 2.7 Emplacement des Arene Candide (#1) dans la région entourant la ville de Finale Ligure. La carte comprend d'autres sites néolithiques, en grotte (de 2 à 9) et en plein air (#10). 2. Anime ; 3. Pollera ; 4. Sanguinetto, 5. Frate ; 6. Morto ; 7. Aquila ; 8. Fate ; 9. Manie ; 10. San Sebastiano. Source Maggi et Starnini 1997. ....	41
Figure 2.8 Plan d'ensemble des interventions archéologiques à l'intérieur de la Caverne des Arene Candide. Source Maggi et Starnini 1997. ....	41
Figure 3.1 Expérimentation de saccharification en plein air, faite par Merryn Dineley. Source Dinelay 2016a .....	54
Figure 3.2 Vase moyen EXPGV.....	61
Figure 3.3 Petits bols dédiés au trempage.....	62
Figure 3.4 Saccharification exécutée à l'aide d'une cuisinière électrique et d'un thermomètre à cuisson.....	63
Figure 3.5 Les drêches, retirées à la fin de la saccharification. ....	64
Figure 3.6 Le couvercle d'argile, placé pour la fermentation. ....	64

Figure 3.7 Après une semaine, quand on ouvre le couvercle, une couche de levures repose à la surface. Pendant la fermentation, la mousse est montée, pour aller se coller au couvercle. ....	66
Figure 3.8 Pendant la fermentation, le moût suinte par les fissures. ....	68
Figure 3.9 Provoqué par le travail des levures, le moût se gonfle et humidifie le couvercle. ..	68
Figure 3.10 Morceau du vase moyen.....	70
Figure 3.11 Dans les petits vases dédiés au trempage, le milieu est propice à la naissance de champignons. ....	70
Figure 4.1.1 Quelques granules d'amidon affleurant de la surface d'une masse de gélatinisation. Agglomération typique de la bière, où on voit des cavités à la surface des granules. Source Samuel 1996b.....	81
Figure 4.1.2 Microstructure d'un crouton de pain provenant d'une tombe égyptienne. a) Granule vidé mais dont on voit encore les lamelles, b) structures lamellaire typiques du pain. Source Samuel 1996b.....	81
Figure 4.1.3 Attaque enzymatique créant des cavités à la surface des granules d'amidon. Source Juan-Tresserras 1998. ....	82
Figure 4.1.4 Granules d'amidon sous l'effet de différents modes de préparation. Source Wang <i>et. al</i> 2017, figure 7 :158.....	83
Figure 4.4.1 Plaque d'oxalate de calcium dans le fond d'une cuve de brassage.....	92
Figure 4.4.2 Oxalate de calcium après extraction.....	92
Figure 4.4.3 Oxalate de calcium vu à travers la lentille du microscope optique. ....	92
Figure 4.4.4 Oxalate de calcium, coupe en feuillet pointée par la flèche bleue. Photo prise à l'aide du MEB.....	93
Figure 4.4.5 Oxalate de calcium observé au MEB. ....	94
Figure 4.4.6 Cristaux d'Oxalate de Calcium provenant de la cuve. Photo prise à l'aide du MEB. ....	94
Figure 4.4.7 Granules d'amidon d'orge malté ; la flèche jaune pointe les attaques enzymatiques ; les flèches bleues montrent les granules de grandes dimensions ; les orangées, les grannules de petites dimensions. Photo prise à l'aide du MEB. ....	95
Figure 4.4.8 Granules d'amidon d'épeautre non germé ; les flèches bleues pointent l'attache du hile. Photo prise à l'aide du MEB.....	96
Figure 4.4.9 Granule d'amidon d'épeautre germé. Photo prise à l'aide du MEB.....	96
Figure 4.4.10 Granules provenant des drêches. Photo prise à l'aide du MEB. ....	97

Figure 4.4.11 Résidu provenant du fond du grand vase après la 2e expérimentation. Flèche bleue indiquant la surface altérée d'un granule. Flèche orangée pointant un groupe d'hyphes. Photo prise à l'aide du MEB. ....	98
Figure 4.4.12 Résidu provenant de la lèvre. Flèche bleue indique la surface altérée d'un granule de moyenne dimension (10 $\mu\text{m}$ ). Flèches orangées indiquent une cellule de levure en voie de se scinder. Photo prise à l'aide du MEB. ....	99
Figure 4.4.13 Résidu de lèvre comprenant des granules à différents stades de transformation : les flèches bleues montrent le phénomène d'endocorrosion ; la flèche orangée pointe un granule aplati, en forme de pâte à pizza ; la flèche jaune indique une fusion des parois. Photo prise à l'aide du MEB. ....	100
Figure 5.1 Exemple de vase à embouchure étroite, provenant du Néolithique ancien. Photo et dessin gracieusement fournis par Chiara Panelli. ....	101
Figure 5.2 Exemple de petit vase provenant du Néolithique ancien. Ce contenant a toutefois été échantillonné (#30 des tableaux 4 et 5) pour son résidu de couleur crème en surface interne. Photo et dessin gracieusement fournis par Chiara Panelli. ....	102
Figure 5.3 Fond de vase provenant du Néolithique ancien après l'échantillonnage au Dremel. ....	103
Figure 5.4 Vase reconstitué provenant du Néolithique ancien. ....	104
Figure 5.5 Le vase d'où provient l'échantillon 70. ....	104
Figure 5.6 Vase d'où provient l'échantillon 70, vu en surplomb. ....	105
Figure 6.1 Échantillon 70 observé au MEB. Granules visibles dans l'amas des résidus de l'échantillon 70 ; les flèches jaunes pointent les attaques enzymatiques ; la flèche bleue montre un granule attaqué qui sort de la masse. ....	108
Figure 6.2 Échantillon 70 observé au MEB. Les flèches orangées pointent des granules grandement déformés. ....	109
Figure 6.3 Échantillon 70 observé au MEB. Un granule, pointé par la flèche orangée, montre de petites cavités et des crevasses. ....	109
Figure 6.4 Échantillon 70 observé au MEB. Des cavités sont visibles à la surface d'un granule (flèche orangée) et un cratère apparaît là où il y a eu un granule (flèche bleue). Un granule de petite dimension (flèche jaune) indique une céréale à bimodalité. ....	110
Figure 6.5 Échantillon 70 observé au MEB. Granule déformé et piqué (flèche jaune), et coquille vidée d'un granule (flèche orangée). La flèche bleue indique un cratère. ....	110

Figure 6.6 Échantillon 70 observé au MEB. En avant-plan, un granule est attaqué par le hile (flèche jaune). En arrière-plan, un autre montre des signes d'attaques à sa surface (flèche orangée).....	111
Figure 6.7 Échantillon 70 observé au MEB. Série de cratères, caractéristiques des céréales grillées.....	111
Figure 6.8 Orge malté grillé; échantillon provenant de l'expérimentation.....	114
Figure 6.9 Résidu de couvercle; échantillon provenant de l'expérimentation. ....	114
Figure 6.10 Échantillon 70 observé au MEB. Résidu fibreux de grande dimension.....	115
Figure 6.11 Échantillon 70 observé au MEB. Fibre ligneuse de dimension moyenne. ....	115
Figure 6.12 Échantillon 78.....	116
Figure 6.13 Échantillon 78 observé au MEB. Granule avec attaques enzymatiques visibles à la surface (flèche orangées). ....	117
Figure 6.14 Échantillon 78 observé au MEB. Granule attaqué (marques indiquées par les flèches orangée). Il est possible de voir la structure lamellaire. ....	117
Figure 6.15 Échantillon 78 observé au MEB. Plusieurs granules, à multi-facettes, montrent quelques signes d'attaques enzymatiques (flèches orangées) ; la flèche bleue pointe un granule de petite dimension, également facetté. ....	119
Figure 6.16 Échantillon 78 observé au MEB. Granule corrodé et légèrement à plat dans sa partie supérieure (flèche orangée).....	119
Figure 6.17 Échantillon 78 observé au MEB. Masse d'amidon fusionné avec, visible en surface, un granule pointé par la flèche orangée. Les flèches bleues indiquent les limites externes de granules fusionnés.....	120
Figure 6.18 Échantillon 78 observé au MEB. Masse de granules tirée de résidus provenant de l'expérimentation.....	120
Figure 6.19 Échantillon 78 observé au MEB. Fibre avec segments ; la limite des segments est pointée par une flèche bleue. ....	121
Figure 6.20 Échantillon 78 observé au MEB. Fibre avec segments, dont la jonction entre deux segments est pointée par une flèche bleue. ....	121
Figure 6.21 Échantillon 80.....	122
Figure 6.22 Échantillon 80 observé au MEB. Coquille externe d'un granule restée en place	123
Figure 6.23 Échantillon 80 observé au MEB. Un granule de 35 $\mu\text{m}$ , probablement enflé, avec ses lamelles cristallines visibles. (Le cadre blanc a été conservé pour des raisons techniques,	

permettant une meilleure mise au point sur l'élément à l'intérieur. L'échelle demeure la même.)	123
.....	123
Figure 6.24 Échantillon 80 observé au MEB. Granules de 35 $\mu\text{m}$ et plus, enflés et présentant aussi des lamelles cristallines. Trois exemples sont pointés par des flèches orangées. ....	124
Figure 6.25 Échantillon 80 observé au MEB. Granule de 40 $\mu\text{m}$ , enflé avec ses lamelles cristallines visibles. ....	124
Figure 6.26 Échantillon 80 observé au MEB. Ensemble de granules de dimensions petite à moyenne, serrés les uns contre les autres, pointés par des flèches orangées. La forme indique un type de <i>Triticea</i> . Les dimensions pointent vers <i>Hordeum vulgare</i> . ....	125
Figure 6.27 Échantillon 81.....	126
Figure 6.28 Échantillon 81 observé au MEB. Granule de dimension exceptionnelle, avec attaques enzymatiques indiquées par les flèches orangées. ....	127
Figure 6.29 Échantillon 81 observé au MEB. Attaques enzymatiques visibles sur ce granule de forme allongée. ....	128
Figure 6.30 Échantillon 81 observé au MEB. Granule isolé, présentant des cavités à la surface, montrées par les flèches. ....	128
Figure 6. 31 Échantillon 81 observé au MEB. Granule avec petites cavités, indiquées par la flèche.....	129
Figure 6.32 Échantillon 81 observé au MEB. Cratères et trouées visibles à la surface d'une masse ; la flèche jaune montre des trous groupés tandis que la flèche orangée présente un cratère semblable à ce qui a été aperçu auparavant. ....	129
Figure 6.33 Échantillon 82.....	131
Figure 6.34 Échantillon 82 observé au MEB. Masse de granules d'amidon où on peut distinguer certaines limites externes des granules (flèches orangées), dont un s'est vidé (flèche bleue). ....	131
Figure 6.35 Échantillon 82 observé au MEB. Continuité de la figure 6.34, vers la gauche, un granule de grande dimension est visible à la surface de la masse. ....	132
Figure 6.36 Échantillon 82 observé au MEB. Masse vitreuse dans laquelle on peut observer des cratères de granule, comprenant les structures cristallines, comme le montrent les flèches orangées. ....	132
Figure 6.37 Échantillon 82 observé au MEB. Impression de granules sur un vestige de la plante?	133
.....	133
Figure 7.1 Plan quadrillé de la campagne de fouille de 2002. Source Chiara Panelli. ....	137

.....	138
Figure 7.2 Plan quadrillé de la campagne de fouilles 2011. Source Chiara Panelli. ....	138
Figure 7.3 Stratigraphie des fouilles de 1997 comprenant les carrés du rang S. 7d à 5a contient la période du Néolithique moyen. Dessin : C. Ottomano. Source : Binder et Maggi 2001 ....	138

## Liste des abréviations

av. notre ère : avant l'an 0

Cal : dates calibrées

FTIR : analyse à l'infrarouge avec transformée de Fourier

HPLC-MS: *High performance liquid chromatography, with mass spectrometry,*

Chromatographie à phase liquide, à haute performance couplée à la spectrométrie de masse

GC-MS : *Gas chromatography with mass spectrometry,* Chromatographie à phase gazeuse, couplée à la spectrométrie de masse

MEB : Microscope électronique à balayage

*À ma mère*



## Remerciements

Merci d'abord à Julien Riel-Salvatore (il direttore) pour m'avoir ouvert les portes de la Ligurie. Tes qualités diplomatiques ont été plus qu'utiles. Merci aussi d'avoir accepté ce projet ambitieux et incertain, en-dehors de ton projet de recherches.

Merci à Chiara Panelli pour son temps et sa disponibilité, son savoir et sa générosité.

Merci à Roberto Maggi pour m'avoir ouvert les portes de la caverne des Arene Candide pour une visite privée, et la porte de l'entrepôt du musée pour l'accès à la collection du Néolithique moyen. Sa gentillesse et sa bienveillance ont été très appréciées.

Merci à Andrea De Pascale et Daniele Arobba pour le café et l'accueil au *Museo del Finale*.

Je remercie la Surintendance des biens culturels et archéologiques de la Ligurie (*Soprintendenza Archeologia, Belle Arti e Paesaggio per la città metropolitana di Genova e le province di Imperia, La Spezia e Savona*) pour l'accès à la collection des céramiques des Arene Candide.

Je m'en voudrais d'oublier le Département de Chimie analytique de l'Université de Montréal, en particulier Sébastien Sauvé et Sung Vo Duy pour avoir gracieusement permis l'analyse de tous les échantillons.

Mes derniers remerciements (et non les moindres) vont à ma mère, Geneviève Daigneault, qui a pris le temps de me lire deux fois plutôt qu'une, de se pencher sur ma grammaire et sur le sens de tout ceci. Merci chaleureusement, sans toi, ça aurait été laborieux.



## Avant-propos : Le germe d'une idée

À l'été 2014, je sillonnais à vélo les routes de la campagne anglaise et galloise. Les odeurs magnifiées par l'humidité, les rosiers qui s'épanchaient sur la route pour m'érafler les mollets, les moutons qui bêlaient sur mon passage, les vieux manoirs et châteaux bien entretenus, le temps beau et chaud<sup>1</sup>, tous mes sens avaient de quoi se nourrir, ou presque... Si la gastronomie britannique a faussement mauvaise réputation — cela devrait être corrigé d'ici quelques années —, en revanche la bière, la *ale* anglaise, en a une qui est bien établie. Après la journée passée à rouler, la visite au pub local devint un rituel.

J'ai tout de suite, dès la première journée à Oxford, aimé cette bière à peine effervescente que les serveurs doivent pomper pour remplir la pinte. Aucun gaz carbonique ne propulse la boisson hors du tonneau, la double fermentation se chargeant de produire le CO<sub>2</sub> nécessaire. Cette bière qu'on qualifie de *real ale*, de « vraie bière », est servie à la température de la cave, qui se situe entre 12 et 15°C. Se déclinant en plusieurs types, blonde, rousse, noire, elles sont en général peu costaudes en alcool, entre 3,5 et 5%. Juste assez pour reconforter les muscles qui ont pédalé pendant des heures.

Si la bière est en Angleterre objet de communion, le pub en est l'institution. Chaque *maison publique* a sa clientèle de prédilection, mais elle se veut ouverte à tout le monde, si on sait s'y bien comporter. Dans chaque ville où je m'arrêtais, la plupart du temps, le pub me donnait ce que je recherchais. Voyageant seule, je ne connaissais personne, bien sûr, mais tous les soirs j'ai pu parler avec quelqu'un. On ne soupçonne pas les vertus du *small talk*. Les Britanniques le maîtrisent bien et s'en servent comme approche ; j'ai cru en comprendre le fonctionnement et je m'y suis essayée, avec peu de succès. C'était surtout eux qui engageaient la conversation. La bière aidant, je repoussais l'heure du souper. Je ne voulais plus partir.

Six mois après mon retour, je me suis inscrite à l'université en Anthropologie, ne sachant pas encore où cela allait me mener. Le choc des sens que j'avais reçu en Grande-Bretagne m'incitait à brasser les cartes du jeu. J'étais rendue au point où j'avais envie de tout

---

<sup>1</sup> L'année 2014 donna l'été le plus chaud et le plus sec des cent dernières années en Grande-Bretagne. ([https://www.lexpress.fr/actualite/societe/meteo/2014-a-ete-l-annee-la-plus-chaude-en-france-et-en-europe-depuis-1900\\_1637631.html](https://www.lexpress.fr/actualite/societe/meteo/2014-a-ete-l-annee-la-plus-chaude-en-france-et-en-europe-depuis-1900_1637631.html))

recommencer. Chose certaine, le voyage avait exacerbé mon goût pour les vieilles choses (les *très* vieilles choses) et je penchais pour le volet archéologique du programme.

C'est lorsque je suis tombée sur l'article de la revue *Antiquity* sur Göbekli Tepe, dans le cours sur les Grandes civilisations, que j'ai eu l'idée d'étudier sur le sujet de ce mémoire : ils avaient relevé des traces de bière dans des bassins trouvés sur ce site néolithique. Cela signifiait que la bière pouvait avoir une ancienneté de 10 000 ans !

Était-il possible, alors, de faire l'archéologie de l'alcool ? Il semblerait bien que oui.

## Chapitre 1 — Introduction

Les premières interrogations à propos des produits fermentés en archéologie remontent au milieu du XX<sup>e</sup> siècle. En 1953, Sauer se demande si la domestication des céréales dans le Croissant Fertile n'aurait pas été motivée par la production de la bière plutôt que par celle du pain (Braidwood, *et al.* 1953). La question surgit après l'analyse préliminaire des données provenant des fouilles à Jarmo, Iraq. Elle prend à contre-pied l'idée habituelle que les humains, de façon pragmatique, cherchent d'abord à se nourrir avant de répondre à d'autres envies moins importantes, telle l'ivresse. Et pourtant, souligne Sauer, les céréales sauvages n'étaient pas faciles à cueillir, vu la propension des grains mûrs à se disperser dès qu'on touchait à la plante. Pour se soumettre à un effort fournissant si peu de rendement, le chercheur imagine une motivation plus élevée que le seul besoin de s'alimenter (Sauer dans Braidwood, *et al.* 1953:516).

Si on confine la bière à la catégorie des produits secondaires, voire des produits de luxe, c'est qu'on entretient l'idée que le liquide fermenté n'est pas assez nutritif pour avoir soutenu et avantagé une population néolithique toujours grandissante. Néanmoins, en plus d'observer que les procédés de transformations des céréales se multiplient afin de compenser pour la baisse de diversité des ressources végétales au Néolithique, Katz et Voigt (1986) explorent les caractéristiques nutritionnelles de la bière. En se penchant sur les technologies culinaires qui transforment les céréales pour les rendre plus digestes et, par le fait même, accessibles seulement aux humains, ils considèrent la fermentation comme une amélioration de l'apport nutritif des céréales. Ce progrès confère un avantage « sélectif » pour ceux qui ingèrent cette boisson tirée de cette transformation, sur ceux qui s'en tiennent au gruau. En effet, les céréales seules contiennent jusqu'à 20% de protéines mais celles-ci ne sont pas complètes. Elles ne comblent pas tous les besoins nutritionnels, sans compter que cette incomplétude les rend difficiles à assimiler par l'organisme. C'est l'incorporation de levures qui fournit ce qui manque aux céréales, des vitamines du complexe B. Même si on ajoute de la levure au pain, la cuisson ne permet pas à celle-ci de survivre, rendant le pain relativement moins soutenant (Katz et Voigt 1986).

Robert Dudley (2000, 2004) examine l'avantage sélectif de l'alcool, mais cette fois sous l'angle de l'évolution humaine, à partir des primates frugivores. Ces derniers auraient été des

acteurs dans l'évolution des arbres fruitiers. C'est en remontant à 40 millions d'années qu'on observe pour la première fois que les fruits, avec l'aide des levures de souche *Saccharomyces*, produisent de l'éthanol. Ce signal olfactif intense aurait servi à attirer des frugivores susceptibles de disperser les graines de l'arbre au loin. La production d'éthanol a ainsi un autre effet, celui de protéger le fruit d'attaque microbienne. Chez le frugivore, la consommation de fruits mûris à l'excès confère un avantage, l'alcool étant plus calorifique que les glucides : 7 kcal/g pour l'éthanol contre 4.1 kcal/g pour les glucides (Dudley 2000). Nous aurions donc, au cours des 40 millions d'années d'évolution, développé un lien entre consommation d'alcool et récompense nutritive. Bien que de nos jours l'on perçoive la surconsommation d'alcool comme un comportement inadapté, il est tout de même prouvé qu'une consommation modérée atténue les chances de maladies cardiovasculaires et augmente l'espérance de vie (Dudley 2000, 2004).

Même si ces trois hypothèses seront à peine abordées dans les pages qui suivront, elles méritent tout de même d'être présentées car elles ont toutes un aspect en commun, celui de l'évolution humaine et des sociétés qui se développent à partir de l'Holocène. Comme nous le verrons, la production intentionnelle d'alcool à partir de céréales ou de fruits voit le jour juste avant les premiers signes de domestication des plantes et des animaux, soit la période qu'on appelle le Néolithique. On sait aujourd'hui que les Natoufiens, 11 000 av. notre ère, en produisaient et en consommaient pour leurs festins (Liu, *et al.* 2018). Les découvertes à venir pourraient faire le pont entre cette culture et la population qui se développe plus tard dans le Croissant Fertile. On perçoit donc un lien entre la domestication/production des céréales à grande échelle et la production de la bière dans les sociétés mésopotamiennes et égyptiennes. Lorsqu'on observe le registre archéologique de l'Amérique du Sud, on peut en arriver à la même constatation. Mais est-ce que ce lien en est un de cause à effet ?

Lorsqu'on passe en revue la littérature sur l'archéologie de l'alcool, on se rend compte rapidement de la disproportion entre les recherches sur le vin et celles sur la bière, au profit du premier. Je soupçonne un biais positif envers cette boisson d'élite, prisée pour son effet plus enivrant et son ancien usage thérapeutique ; s'y rattachent également une identité et une manière de vivre. La bière fut plus tard méprisée par les Grecs, considérée comme la boisson des Barbares (Nelson 2005). Si les chercheurs cachent mal leur affinité avec une des deux boissons, on pourrait facilement leur pardonner pour la raison suivante : le vin est plus facile à repérer dans le registre archéologique que la bière, autant visuellement que chimiquement. Sans vouloir

diminuer les recherches sur les traces du vin, j'aimerais souligner que les recherches sur les preuves de production brassicole posent tout un défi. Certains y sont brillamment arrivés (Juan-Tresserras 1998, 2000; Samuel 1996a, 1996b; Valamoti 2017) grâce cependant à des conditions idéales, ou encore à la multiplication des méthodes. Je me propose donc d'explorer ces méthodes et d'en appliquer quelques-unes sur des céramiques provenant d'un contexte néolithique de la Méditerranée de l'ouest, le site de la caverne des Arene Candide en Italie.

Mon choix pour les traces de bière en préhistoire ne tient pas seulement à ma préférence pour cette boisson. J'ai aussi un penchant pour les sujets peu étudiés, ou victimes d'un biais historique. Néanmoins, le contexte archéologique impose qu'on doive écarter l'étude du vin : jusqu'à maintenant, les nombreuses fouilles archéologiques aux Arene Candide n'ont pas donné de preuve de domestication de la vigne. Cela pourrait donc être coûteux de chercher des preuves d'activité vinicole.

Il demeure possible qu'il y ait eu de l'hydromel sur le site. Boisson faite à base de miel et d'eau et facile à produire lorsqu'on a récolté le miel, il est toutefois difficile de prouver hors de tout doute son existence. Habituellement, le seul élément du miel qui nous parvient dans le registre archéologique est la cire d'abeille. Il serait alors possible, en concomitance avec les méthodes chimiques employées pour détecter la bière, de déceler des traces de cire d'abeille. Le problème réside dans le fait que la cire n'est pas seulement la preuve de la récolte du miel par les humains du Néolithique, mais aussi l'expression de l'usage de la cire comme imperméabilisant des vases en céramique et comme ingrédient dans la confection d'adhésif. La cire d'abeille ne peut donc pas être considérée comme marqueur unique de l'hydromel (Regert 2007). Juan-Tresserras propose l'ajout d'une méthode, qui tombe dans le champ d'expertise des biologistes, pour contourner ce problème (Juan-Tresserras 1998).

Cependant, dans le cadre d'une recherche en maîtrise, je ne peux pas multiplier les méthodes, surtout si elles m'amènent à investir du temps dans plusieurs types de laboratoire. J'ai donc dû en écarter plusieurs pour privilégier l'observation microscopique et la chimie analytique.

L'ouvrage est divisé en 8 chapitres. Cette introduction sera suivie de l'exposition de la problématique où je tenterai d'expliquer pourquoi le fait de trouver ou non de l'alcool aux Arene Candide vient ajouter aux connaissances que nous avons du site. Cela pourrait même avoir des conséquences sur l'interprétation du fait social qu'est l'alcool dans le cadre d'une société du

Néolithique de la Ligurie, voire des implications dans l'histoire du brassage en Europe de l'Ouest. Ainsi, si la présence de bière aux Arene Candide s'avère pour le Néolithique ancien ou moyen, cela pourrait être la plus ancienne trace de cette boisson en Europe jusqu'à présent. La découverte d'alcool dans ce contexte de société non stratifiée ouvre la discussion sur le lien entre la présence de boisson enivrante et le développement de la complexité sociale.

Le troisième chapitre introduit l'aspect expérimental de ma recherche. Les raisons de procéder avant tout de cette manière sont pragmatiques : cela a permis de mettre la main sur des résidus afin de tester les différentes méthodes utilisées. En cours de route, j'ai aussi pu faire quelques observations et répondre à des questions en suspens qui se sont posées lorsque je lisais la littérature sur le sujet.

La méthodologie vous sera présentée dans le chapitre 4 ; la chromatographie à phase liquide couplée à la spectrométrie de masse (HPLC-MS en anglais), ainsi que l'observation au microscope électronique à balayage (MEB) ont été retenues pour l'analyse. J'exposerai le corpus dans le chapitre 5 où je m'attarderai surtout à expliquer les choix que j'ai faits. La majorité des échantillons (77% de 83) provenaient du contexte du Néolithique ancien (5800-5000 av. notre ère), tandis que le Néolithique moyen (5000-4250 av. notre ère) a fourni 33% de l'échantillonnage total. L'analyse chimique a été appliquée sur 70 échantillons de matrice céramique. Dix-sept résidus de surface ont été prélevés pour l'observation au MEB. En somme, 87 analyses ont été accomplies, certains vases méritant un double traitement. Les résultats suivis d'une discussion constitueront les chapitres 6 et 7.



## Chapitre 2 — Problématique

Boire de l'alcool est un acte social. Il l'est dans nos sociétés occidentales comme il l'est également dans les sociétés agricoles actuelles d'Afrique, d'Asie ou d'Amérique du Sud, du moins là où boire n'est pas soumis à un interdit (Dietler 2006; Joffe 1998). Quand il est permis, cet acte s'accompagne néanmoins de règles de comportement quant au rythme, à la quantité, aux endroits et aux moments de la consommation. Boire peut parfois être relié à un style de vie, une identité (Dietler 1990).

Ce n'est donc pas seulement un produit que nous devons identifier lorsqu'on recherche de l'alcool en archéologie mais un fait social complet. Si on admet que la production volontaire d'alcool a un lien avec la nouvelle économie de subsistance du Néolithique, on doit alors se pencher sur les bouleversements qui ont opéré des transformations à ce moment-là sur les structures sociales.

Dans le présent chapitre, nous verrons comment la consommation de l'alcool et l'ivresse qu'elle induit ont été théorisées en Préhistoire et dans le monde contemporain, et si ces hypothèses tiennent la route lorsqu'on plonge dans le registre archéologique disponible à ce jour. Je présenterai aussi un portrait de la caverne des Arene Candide, site archéologique d'où je tire les données à analyser. Le contexte du site servira d'assise à la problématique de ce mémoire.

### 2.1 L'approche conceptuelle

#### 2.1.1 La complexification sociale

Lorsqu'on veut définir le Néolithique simplement, on aborde d'abord l'aspect économique, c'est-à-dire la domestication des plantes et des animaux. Un saut dans le temps nous mène aux *grandes civilisations* mais le chemin pour arriver à celles-ci demeure tortueux. L'élément qui déclenche une escalade de nouveaux comportements et structures sociales aboutissant à la *Révolution urbaine* de Childe (2015) n'a pas encore été clairement cerné et on continue à s'interroger sur l'origine des inégalités qui façonnent nos sociétés occidentales.

Malgré cela, quelques aspects clés peuvent être identifiés : le passage de la mobilité à la sédentarité, la production de surplus et de richesses pour minimiser les risques de disette (Testart 2012), les changements démographiques (Bocquet-Appel 2006) — et les pressions qu'ils induisent sur l'organisation sociale (Johnson 1982) —, la propriété foncière (Testart 2012), et la notion de dette (Graeber 2013). Par ailleurs, d'autres se sont penchés sur les mécanismes qui maintiennent les sociétés dans un système égalitaire (Ames 2010) ou sur comment certains groupes ont choisi de vivre en petites communautés afin de contourner les problèmes causés par les pressions démographiques (Demoule 2009).

Dans une perspective évolutionniste, on peut concevoir ces manifestations comme des événements qui seraient arrivés l'un après l'autre, dans un ordre qui permet de reconstruire une trame narrative : la sédentarité entraîne une possibilité d'accumuler des surplus, apportant une plus grande sécurité face aux ressources disponibles dans la même foulée, une augmentation de la population, etc. Ou serait-ce la sédentarité qui est à l'origine de la poussée démographique, comme le suggère Bocquet-Appel : une stabilité libère la femme des contraintes physiques des déplacements, la rendant plus disponible pour procréer et s'occuper des enfants, exigeant une plus grande production alimentaire (Bocquet-Appel 2006).

À l'opposé des théories écologistes, Jacques Cauvin suggère un changement des processus cognitifs menant à la *révolution des symboles* qui prend racine dans la période natoufienne (Cauvin 2000, cité par Dietrich, *et al.* 2017). Une nouvelle configuration du cerveau apporte de nouveaux comportements, et surtout, de nouvelles croyances. L'exacerbation du symbolisme est visible dans l'art et cela représente pour Cauvin une nouvelle interaction des humains avec leur environnement : une intervention sur la nature est motivée par des vellétés moins tangibles que la faim, d'où la néolithisation. Même si cette hypothèse a subi de nombreuses critiques, d'autres recherches et découvertes — à Göbekli Tepe, entre autres — ont réussi à lui donner plus de crédibilité.

De là, on voit poindre les difficultés de travailler à la construction d'un récit chronologique, où l'arrivée d'une nouvelle structure sociale ou technologie engendre une suite de cause à effet. Il se pourrait qu'on soit plutôt face à plusieurs forces œuvrant de manière plus ou moins synchronique, comme dans un film choral où des histoires s'entremêlent et dont on ne perçoit les conséquences qu'à la toute fin.

Néanmoins est venu un temps où la population s'accrût. On peut alors comprendre les difficultés d'un individu à se situer dans un groupe de plus en plus grand. Chez Ames (2010), la recherche de prestige est innée, et cela même dans un système égalitaire. Alliant les concepts d'économie de subsistance et de déclencheurs cognitifs, Hayden (2001, 2003, 2009) tente d'expliquer les processus par lesquels un individu, ou un groupe, réussit à sortir du lot en organisant un *festin*. Si on regarde chez les chasseurs-cueilleurs simples<sup>2</sup> où l'égalitarisme est fortement ancré, l'institution du partage de la nourriture fait en sorte que le festin n'a pas sa place. De plus, les ressources étant réparties de manière aléatoire dans le paysage, ce qui rend incertain leur accès, ils n'accumulent pas et ne peuvent pas planifier un surplus ; l'organisation d'un festin demeure donc improbable. À partir du moment où les groupes se sédentarisent et que les conditions pour l'accumulation d'un surplus sont présentes, le problème de la gestion de ces surplus se pose. Une des possibilités serait, en effet, de transformer les surplus engrangés, qui risquent de se gâcher avec le temps, en un produit de valeur ajoutée ou en festin. Le transfert de surplus en festin — dont l'alcool fait souvent partie — donne en retour du prestige à celui ou celle qui les produit (Hayden 2001). Ainsi, les avantages d'un tel transfert sont aussitôt perceptibles, entraînant dans son sillage le développement en spirale de nouveaux comportements menant à l'intensification de production subséquente. Le prestige dérivé de ces festins devient un « pouvoir flottant » : le statut ne change pas, mais on perçoit l'hôte autrement. De par ce nouveau prestige, l'individu cherche à augmenter son pouvoir d'influence dans la sphère politique. Pour produire un festin, l'individu et sa famille doivent avoir les ressources nécessaires et cette prémisses est comprise de tous. En démontrant son succès par sa capacité à offrir une grande quantité de nourriture et de boisson particulières, l'hôte d'un festin cherche à s'attirer davantage de prestige et d'influence. Ainsi, le festin est une « *technologie sociale* », car il confère à l'individu un avantage reproductif (Hayden 2009).

Avec la possibilité de stocker la nourriture, l'humain se retrouve devant une situation où il doit évaluer les coûts et risques d'une liquidation des surplus. Emmagasiner est considéré comme une stratégie à court terme, tandis que transformer les surplus pour les distribuer peut avoir des effets à plus long terme, toujours selon Hayden (2009). Toutefois, faire de l'alcool avec une quantité appréciable de céréales, et ce pour plusieurs personnes, n'est pas sans danger

---

<sup>2</sup> Pour les distinguer des chasseurs-cueilleurs à société stratifiée, dits *complexes*.

puisqu'on ne peut être certain de l'issue du brassage. À la fin du processus, comme nous le verrons dans le chapitre 3, l'obtention d'un produit alcoolisé et buvable n'est pas assurée. Dans cette logique, il nous semble alors peu probable que les humains aient risqué de fabriquer de l'alcool sans un accès à une abondance de ressources, lui assurant de combler ses besoins en nourriture. En contrepartie, certains estiment qu'une plante aussi peu attrayante que les céréales dans leur forme initiale a sûrement été domestiquée pour autre chose que du gruau ou du pain. (Hayden 2003, 2009; Smalley, *et al.* 2003). Il faut donc voir l'alcool non seulement comme une denrée nutritive mais aussi comme un élément qui dépasse les limites de l'écologie comportementale.

Pour Dietler (2001), le festin est une « *pratique sociale* » où les acteurs négocient leurs relations, dans un but politique. Autrement dit, le festin est l'arène des contestations qui ne pourraient pas être exprimées ailleurs. L'alcool, ingrédient de ces festins, vient délier les langues, laissant les récriminations s'exprimer publiquement. Cependant, selon Dietler, l'alcool investit tous les autres contextes qui composent la vie humaine : domestique, rituel et politique. Ses effets psychotropes sont reconnus pour augmenter l'expérience humaine, venant lubrifier les interactions sociales et mener les âmes vers un autre monde. Dans son essai sur l'implication de l'alcool dans les rapports politiques et économiques, Dietler (1990) décrit les différentes interactions dans lesquelles l'alcool joue un rôle crucial, que ce soit dans des sociétés acéphales ou stratifiées. Il s'appuie sur ses observations ethnographiques faites en Afrique. Là, on brasse de la bière dans les maisonnées, autant dans les sociétés sans dirigeant que dans les chefferies. Quand un invité entre dans une case, on lui sert de la bière : servir de l'alcool fait partie de l'*étiquette de l'hospitalité*.

Dans les sociétés sans monnaie, le travail communautaire n'est pas rémunéré. La bière agit comme incitatif. De ce fait, l'alcool est le seul moyen de mobiliser la force de travail au-delà de celle produite par l'unité familiale. Même après l'introduction d'un système monétaire dans une société, les travailleurs agraires sont réticents à être payés en argent et préfèrent encore être payés en biens de nature consommable sur place (bière, nourriture préparée, ou autre) et le *travail-pour-la-bière* est devenu une institution en soi (Dietler 1990, citant Barth 1967). Celui ou celle qui commande le travail se fait un point d'honneur de bien nourrir et désaltérer ses ouvriers temporaires ; si ce n'est pas fait dans les règles, ces derniers ne reviendront pas. Ainsi,

la bière vient « équilibrer le flot du travail communautaire », par la récompense en échange de service rendu (Dietler 1990).

Caroline Magny, dans sa thèse sur l'ethnographie du « boire » andin au Pérou (Magny 2009), ajoute un autre éclairage sur les approches anthropologiques de l'alcool. Boire de l'alcool aujourd'hui s'immisce dans toutes les sphères de la vie des habitants de Churcampa, petite ville des Andes. On offre de la *chicha*, bière de maïs, pour créer une obligation mais aussi pour tisser des liens. Ainsi, il n'est pas rare d'apercevoir des petits groupes de personnes dans la rue s'offrant à boire à tour de rôle dans le même verre, tout en bavardant. Dans le contexte des grandes fêtes, l'alcool est offert par une seule famille. Ce don, si la fête se déroule bien, apporte du prestige aux hôtes qui peuvent par la suite être élus à des postes de conseiller à la mairie. Le don d'alcool joue un rôle dans les demandes en mariage : si les parents refusent le don, la demande n'a pas de suite. Au printemps, les paysans donnent à boire de la *chicha* à leurs animaux pour favoriser leur reproduction. La bière de maïs facilite l'échange du travail communautaire lorsque le temps des récoltes est venu. En revanche, l'eau de vie de canne à sucre, le *trago*, est considérée comme essence, combustible qui donne de la force lors des travaux exténuants. On l'offre aussi aux divinités en don pour qu'elles exaucent les demandes, ou pour obtenir leur protection lors des excursions en montagne.

Magny observe aussi que l'ivresse est permise et encouragée dans certains contextes, entre autres lors des fêtes communales et des demandes en mariage où la famille entière participe. Cette ivresse est contrôlée par un partage rythmé, empêchant l'un de boire plus que les autres. De cette manière, l'enivrement solitaire est mal vu et l'*ivrogne* est ostracisé, étant rarement invité aux fêtes (Magny 2009).

La charge symbolique de la nourriture transformée est étudiée brillamment par Hastorf et Johannessen (1993). Les auteures partent du principe émis par Levi-Strauss — qui dit que plus il y a d'étapes de transformation d'un aliment, plus ce dernier est chargé symboliquement —, pour disséquer le changement de valeur que prend le maïs lorsqu'il est transformé en *chicha*, la bière de maïs. «Transformation through human agency, then, confers a life-force to an object or substance and makes it more suitable for offering or sacrifice». (:121) On ne donne jamais de la nourriture crue aux travailleurs, pas plus qu'on ne donne un animal sauvage en sacrifice. Le transfert symbolique se déploie sur trois niveaux : par la germination, cuisson et fermentation, le maïs prend une valeur plus élevée qu'une denrée de base. Le deuxième niveau en est un

transformatif, ouvrant chez le buveur les canaux de communication avec les esprits. Enfin, troisième niveau, le maïs étant dépendant de l'humain pour se reproduire, cela en fait un fruit du contrôle humain sur la nature. La charge symbolique de ce liquide vient nourrir le concept de Jacques Cauvin.

Si on applique ces principes de transformation de l'alcool au Proche-Orient, on est en droit de se demander pourquoi le vin est venu remplacer la bière chez les élites puisque la bière d'orge ou de blé demande plus de manipulation que le vin. Il est possible que le deuxième niveau de transformation, celui du buveur transformé, soit ici à l'œuvre, le vin ayant un pouvoir enivrant plus fort. On trouve un parallèle chez Magny où le *trago*, introduit plus tard dans les sociétés andines et plus fort en alcool, vient remplacer la chicha pour la communication avec l'au-delà.

Le concept de *festin* proposé par Hayden a été largement critiqué, surtout pour son manque d'assise sur des données archéologiques comme l'absence de preuve d'entreposage chez les Natoufiens (Kuijt 2009). Il est vrai qu'on observe une intensification de la consommation à grande échelle dès les débuts du Néolithique en Asie de l'ouest, mais Hayden présume que les festins doivent avoir pris racine plus tôt, du moins dans la période précédente, le Natoufien (Hayden 2009). Les preuves de cette intuition ne sont arrivées que l'année suivante lorsque qu'on a découvert que le site de Hilazon Tachtit (Israël, 12 000 av. notre ère) comportait des traces de consommation pour un groupe d'au moins 35 personnes, traces associées à une sépulture (Munro et Grosman 2010). Les auteurs suggèrent que les festins servaient de palliatifs aux nouvelles tensions créées par la sédentarisation et les contacts plus fréquents.

Si la notion de *festin* et l'alcool semblent s'imbriquer l'un dans l'autre dans l'exposé que j'en ai fait, je ne voudrais pas que le lecteur confonde les deux : l'alcool a été un ingrédient important des festins, probablement tôt dans l'histoire de ceux-ci. Cependant, alcool et festin sont des éléments indépendants et peuvent donc être dissociés l'un de l'autre. On verra qu'avec le temps, l'alcool change de statut ; même s'il garde son titre d'aliment « spécial », il perd néanmoins de son lustre par l'intensification de sa production tandis que son rôle se multiplie dans d'autres contextes. Les observations anthropologiques de Dietler et Magny viennent illustrer le rapport ordinaire de l'alcool dans les sociétés d'aujourd'hui, qu'elles soient stratifiées ou non. Ce rapport ordinaire est horizontal, c'est-à-dire qu'il est entretenu par des gens qui proviennent des mêmes couches sociales et ce, même si l'action d'offrir de l'alcool crée une

obligation, une dette, un rapport de force. Seulement, ce rapport de force est temporaire car, au final, l'équilibre se fait par le remboursement, le contre-don de Marcel Mauss (1925).

### **2.1.2 L'alcool et la notion de rituel**

Les relations de rapport de force décrites plus haut sont difficilement visibles dans le registre archéologique. Lorsqu'on trouve de l'alcool, et ses traces, il s'agit la plupart du temps d'un contexte rituel — sépulture, monument, temple — ou d'un contexte étatique — forteresse, brasserie ou vignoble contrôlés par l'État. Ces découvertes ont l'avantage d'être protégées du temps par l'architecture des élites, et l'archéologie s'est longtemps tournée vers les traces laissées par elles.

Dans une perspective hypothético-déductive, l'alcool a donné en retour une signification rituelle au contexte archéologique : sa valeur d'aliment « spécial », « de prestige » lorsqu'il s'y trouve, confère à un site un sens plus élevé que le banal ou le domestique (Banning 2011; Dietrich, *et al.* 2012). Autrement dit, on a généralisé l'usage rituel de l'alcool. Toutefois, durant le Néolithique du Proche-Orient, et ce peu après les premières sédentarisation, on perçoit une intensification du phénomène rituel dans tous les domaines de la vie, aussi bien à l'intérieur de la maisonnée que dans l'espace communal et publique. Il existe différents attributs qui permettent tout de même de différencier les espaces construits : l'aire domestique comporte des éléments de préparation et d'entreposage de nourriture — foyer, ustensiles, contenants pour la cuisson ou pour le stockage —, mais comprend aussi des statuettes d'argile ainsi que des sépultures sous le plancher, suggérant une place faite au rituel dans les aires mêmes d'habitation (Schmidt 2010, 2012). En contrepartie, les bâtiments « spéciaux » présentent des éléments architecturaux particuliers — piliers, bancs le long des murs, grands bassins de pierre occupant parfois le centre du bâtiment, plancher en terrazzo, iconographie et décor riches, espace suffisant pour accueillir de nombreuses personnes —, ce qui les distingue clairement des bâtiments domestiques. De plus, les statuettes d'argile sont absentes de ces édifices particuliers (Dietrich, *et al.* 2017).

Il me semble difficile de faire un lien direct entre alcool en tant qu'artéfact et phénomène rituel, puisqu'on ne l'a pas retrouvé exclusivement dans les lieux cérémoniaux. Bien sûr, la consommation d'alcool a été associée au rituel en partie à cause des effets d'état second induisant une liminarité, une coupure du quotidien (Joffe 1998) ou servant de canal pour

communiquer avec l'au-delà (Hastorf et Johannessen 1993). Pourtant, on retrouve des preuves de production d'alcool dans les aires domestiques du Néolithique acéramique A et B (Dietrich, *et al.* 2012) et plus tard à l'Âge du Bronze (Zarnkow, *et al.* 2011). Cela signifie qu'il peut être confectionné dans la maison — il faut bien qu'il soit produit quelque part — et qu'il pourrait aussi être consommé à cet endroit, en guise d'*étiquette d'hospitalité*, tel que suggéré par Dietler (1990), ou comme nourriture.

Il apparaît donc essentiel de différencier le lieu de production de l'alcool et celui de la consommation : selon les cas, ces lieux pourraient ne pas être les mêmes et l'alcool y prendrait un sens différent. Autrement dit, ce n'est pas l'alcool qui donne la signification des lieux ; ce sont les lieux qui donneraient un sens à la production ou à la consommation de l'alcool. Comme on peut le voir dans les parallèles ethnographiques, la consommation d'alcool peut avoir de multiples usages, et ce, au sein d'une même société. Pour parvenir à une interprétation sensée des données relatives à la présence de l'alcool dans le registre archéologique, on doit tenir compte de deux paramètres, les éléments quantitatifs et qualitatifs. Par quantitatif, j'entends, par exemple, des sites présentant les structures et dispositifs d'une brasserie pour une production d'échelle ; ils se distinguent de ce qu'on trouve dans une cuisine villageoise où les mêmes éléments se trouvent sans toutefois permettre une production en grande quantité. Des attributs stylistiques des poteries fines ayant contenu de l'alcool confèrent un rôle rituel de consommation et entrent alors dans la catégorie des éléments qualitatifs.

Un dernier rôle qu'on peut attribuer à l'alcool et qui a déjà été abordé en introduction est celui de nourriture. Il a été démontré par Katz et Voigt (1986) que la bière avec un taux d'alcool faible (3-5%) est plus nutritive qu'une bière plus forte car elle contient encore des levures, donc une plus grande quantité de protéines. Des études plus récentes (Escalante *et al.* 2016) sur les valeurs nutritionnelles du *pulque*, alcool fait à partir de sève d'agave, démontrent qu'une consommation quotidienne (500 ml) suffit à combler les besoins en fer et en vitamine C. Il appert même que le *pulque* aurait été bénéfique à des patients atteints du scorbut dans les années 1880 au Mexique. Des observations ethnographiques en Afrique, chez les Gamo par exemple, démontrent que ces sociétés considèrent la bière (de mil, de banane ou de riz) comme une nourriture plutôt que comme une boisson (Arthur 2014).

Dans toutes les productions de bière à base de céréales, la chaîne opératoire comprend une étape d'ébullition, entre la saccharification et le début de la fermentation (voir le chapitre



3), ce qui a pour effet de stériliser le brassin. Cependant, la période de refroidissement avant la fermentation est particulièrement propice au développement de bactéries, quand la température baisse jusqu'à 40 °C (Frédéric Cormier, brasseur, communication personnelle). Selon Jennings et collègues (2005), l'éthanol produit pendant la fermentation a pour effet de freiner cette activité bactérienne indésirable (à l'origine du développement possible d'acides lactique et acétique), à condition que le taux d'alcool soit de 6 % à 12%. Un taux d'acidité élevé (pH bas) peut avoir les mêmes conséquences si la première condition n'est pas remplie. On peut alors penser que la bière a pu servir de substitut à l'eau lorsque celle-ci est impropre à la consommation (Joffe 1998, Hornsey 2003 :34-35). Dietler quant à lui, se refuse à attribuer ce rôle à l'alcool, trouvant cette hypothèse *hyperfonctionnelle*. Il a lui-même observé chez les Luo (Afrique de l'est) que ceux-ci « consommaient de l'eau de mauvaise qualité, séparément de la bière, et qu'ils mélangeaient même cette eau à la bière avant de la boire » (Dietler, dans Joffe 1998 :311). Comme nous l'avons vu, l'auteur préfère les rôles social, politique et économique de l'alcool (et des festins) et le conçoit au-delà de sa simple fonction de subsistance.

Il est maintenant temps de voir ce que le registre archéologique nous a donné jusqu'à aujourd'hui. Le but de cet exercice est d'en tirer un raisonnement inductif menant à des généralisations. Ces généralisations serviront de base aux hypothèses de cet ouvrage. L'étude de ces cas pourrait amener le lecteur à voir un déplacement de la production de l'alcool, passant de l'aire domestique au contrôle de la production par l'État, accompagnant le développement de la complexité sociale et des inégalités. On pourrait peut-être y voir aussi un changement de statut de l'alcool, passant d'un statut d'aliment spécial à celui d'aliment quotidien. Cependant, il n'en est rien.

## 2.2 L'état des connaissances : l'alcool en archéologie

Cette section du chapitre survole des découvertes archéologiques en Amérique du Sud, en Asie orientale, au Proche-Orient et en Égypte, puis en Europe. Les trois premières aires sont les foyers primaires de néolithisation, c'est-à-dire où l'agriculture a été développée *in situ*, sans échange d'idées venant de l'extérieur ; la néolithisation de l'Europe s'est faite par migration à partir du Proche-Orient. Les sites de l'Amérique du Sud seront décrits ensemble car ils présentent tous les mêmes caractéristiques menant à des interprétations semblables. Les sites de la Chine, du Proche-Orient puis de l'Europe seront traités séparément puisque leurs interprétations sont diversifiées.

### 2.2.1 L'Amérique du Sud

Les premières observations des Espagnols, lorsqu'ils rencontrent les Incas, rapportent l'importance de l'alcool dans cette société étatique. Voyant qu'ils en consommaient beaucoup, les Espagnols ont tenté une des premières campagnes de tempérance de l'Histoire en l'interdisant complètement, mais sans succès. La *chicha* était tellement imbriquée dans le quotidien de la société Inca que l'en retirer revenait à créer un dysfonctionnement de la structure interne : les villageois n'acceptaient de travailler aux champs pour leurs chefs qu'à condition d'être rétribués en chicha (Hastorf et Johannessen 1993 :119, citant Rostworowski 1997).

La bière de maïs, la *chicha*, a un lien particulier avec l'intensification de la production des céréales au Pérou et remonte à bien avant l'arrivée des Espagnols. Plante venant des hautes terres du Mexique, le maïs n'a occupé sa place prépondérante dans l'alimentation des populations péruviennes que vers 200 av. notre ère. Même s'il était présent dans la civilisation Chavín (Burger et Van Der Merwe 1990), le maïs ne prend son importance que dans les périodes suivantes, soit la période de développement régional (ou période classique) jusqu'à aujourd'hui (Hastorf et Johannessen 1993; Jennings 2004 citant Gero 1990). Comme nous le verrons, décrire l'histoire de la chicha revient à décrire l'histoire du Pérou précolombien.

Le site Queyash Alto au Pérou consiste en deux monticules de part et d'autre d'un hameau, datés de 200 av. notre ère à 700 de notre ère (période de développement régional). Là, on a retrouvé des traces des festins et de transformation du maïs. La chicha y fut aussi brassée et consommée, preuve supportée par des jarres d'entreposage, des bols à servir et une passoire

(Gero 1990, 1992). L'auteure rattache ces festins à une structure sociale à plusieurs paliers. Les festins auraient été commandités par une élite émergente, appelée *ayllu*, qu'on reconnaît comme un groupe de parenté possédant des territoires, leur permettant de fournir les matières premières pour l'organisation de grandes commensalités. Ce terme *ayllu* est également employé pour désigner la maisonnée et l'unité de production économique de base, ainsi que pour les cultures voisines qui se développent par stratification sociale et où on observe cette classe d'élite basée sur la parenté et la possession de terres.

La culture Tiwanaku se développe au sud du lac Titicaca vers 100 av. notre ère mais son apogée se situe entre 350 et 600 de notre ère. C'est à ce moment qu'on constate un changement abrupt dans l'assemblage céramique, par des formes standardisées et une technologie remarquable soulignée par une maîtrise de la cuisson à haute température, une pâte plus compacte, et une imperméabilisation à engobe rouge polychrome (Goldstein 2003). Les formes sont toujours les mêmes : le *kero*, un gobelet à boire ; le *tazon*, un bol évasé ; et le pichet avec anse pour servir des liquides ; les *tinajas*, avec ses épaules contractées, son cou cylindrique et des lèvres épaisses, sont parfaites pour le transport des liquides. À cela s'ajoutent des plats utilitaires pour la cuisson. Enfin, les *chombas* ont une bouche ouverte et servent à l'entreposage et à la fermentation de la chicha. L'auteur note que ces formes ont leur parallèle dans la culture suivante, chez les Incas. Cependant, cet assemblage est absent dans les contextes précédant l'apogée de la culture Tiwanaku. Pour Goldstein, cela signale un changement à la fois culinaire, social et politique.

Le pic du développement étatique Tiwanaku est caractérisé par trois phénomènes simultanés : le développement et la diffusion rapide d'un assemblage dédié à la préparation et au service de la bière de maïs, la colonisation réussie sur le long terme de régions productrices de maïs, la diffusion et le partage d'une idéologie parmi des groupes ethniques différents. Cette hégémonie semble s'être faite de manière consensuelle et la bière de maïs y aurait joué un rôle, puisqu'on la voit partout où l'idéologie Tiwanaku a été acceptée (P. S. Goldstein 2003:144). On peut donc établir un lien certain entre l'alcool et le développement-extension de nouvelles structures sociales. Plus que le maïs, la chicha, un produit de transformation tel qu'expliqué par Hastorf et Johannessen (1993), est au centre de la complexification sociale.

La civilisation Huari, voisine contemporaine de Tiwanaku, se situe temporellement entre 550 et 900 de notre ère, et géographiquement au nord-est de leur voisin, le long de la côte andine

péruvienne (figure 2.1). L'horizon de la culture Huari s'est développé à partir d'un centre localisé dans la vallée Ayacucho et est caractérisé par des artefacts spécifiques, une architecture standardisée, des centres administratifs, et une délocalisation intentionnelle de populations. La céramique trouvée sur les sites se présente sous forme de gobelet à boire et de grands vases dédiés au brassage. Un site en périphérie du centre urbain, le site Marayniyoq, semble avoir servi de centre intermédiaire de transformation du maïs avant de diriger le produit vers la capitale.

Sur ce site, les planchers des maisonnées sont faits d'une dalle en pierre calcaire. Quoiqu'aucune conclusion satisfaisante n'a pu être faite au sujet de l'utilisation différentielle de l'espace, utilisation marquée par la répartition spatiale des céramiques, on a tout de même observé 15 cavités dans une seule de ces dalles. Ces cavités ont été parfois associées avec une meule à main, qui se trouvait à proximité et qui a les mêmes dimensions que les dépressions. Certaines cavités ont un fini poli, signe d'usage pour moudre le maïs (Valdez 2006). Normalement, on retrouve les meules dans des contextes domestiques ; le fait de relever quinze cavités de meulage dans la même pièce indique une spécialisation de cette activité.

En reconstituant les vases avec les tessons trouvés, on a pu en établir le volume et la forme. L'assemblage comprend de grands vases, idéaux pour l'emmagasiner du grain et la fermentation de la bière. D'autres vases plus petits ont une anse et sont parfaits pour le transport de liquide : on le mettait sur le dos de la personne en l'attachant avec des ganses passant par les anses. Enfin, on a relevé aussi de grands vases utiles pour la saccharification, mais en très petite quantité (ils représentent 4,5% de l'assemblage).

Marayniyoq manque de trace de vie domestique et l'auteur l'interprète comme un site de spécialisation de transformation du maïs venant des régions agricoles. Bien qu'il tempère l'importance de la chicha dans son interprétation, Valdez admet que l'alcool aurait pu servir à l'État Huari pour mobiliser les forces afin de construire les routes et les bâtiments qui parsèment la région (Valdez 2006).



Figure 2.1 Carte du Pérou, comprenant les sites et les cultures dont il est question dans cette section. Carte originale produite par Zenyu, empruntée sur Wikipédia.

La culture Huanca s'établit dans la vallée Montaro, dans les Andes au centre du Pérou. Elle a fleuri pendant la même période que les Huari (500-1500 de notre ère) jusqu'à ce qu'elle soit vaincue par les Incas dans la deuxième moitié du XV<sup>e</sup> siècle. Hastorf et Johannessen (1993) observent des changements dans l'importance du maïs à travers le temps, changements qui viennent avec un déplacement du pouvoir. Passant de petits bourgs éparpillés le long de la vallée, centrés autour de quelques cellules familiales, à des villes fortifiées sises en hauteur, de plus de 10 000 personnes, la société Huanca se centralise autour d'élites. Ces changements s'observent sur 800 ans. Le maïs étant déjà très présent dès les débuts, la période intermédiaire, appelée Huanca I, manifeste des preuves de consommation de maïs cuit en bouillie. Pour la période suivante, Huanca II, le maïs diminue du registre archéobotanique, mais une analyse isotopique des squelettes indique que la céréale continue d'être consommée avec autant d'importance. Les auteures pensent que le maïs était alors transformé d'une autre façon (Hastorf et Johannessen 1993) dans les nouvelles villes fortifiées. La chicha, aliment produit de transformations successives, représente la nouveauté culinaire du moment. À preuves les nouvelles céramiques — *tinajas*, *ulpu*, *porongo* — qui ont pour fonctions la fermentation, l'entreposage et le transport de la chicha. De plus, le nombre de meules servant au broyage augmente de manière éclatante durant cette période.

D'après les auteures, les élites Huanca ont altéré la symbolique du maïs en distribuant de grandes quantités de chicha, au moyen d'actes généreux afin de créer des alliances, du consentement. En transformant quelque chose de commun — le maïs — en quelque chose de transformatif — la chicha —, on en change la symbolique. « Leaders, through institutionalized rituals, feasts, and cooked food, could gain a regular work force by rotating the indebted workers, but could not expect gifts in kind or full-time work from any one family. Thus, political change was restricted within these cultural principles of reciprocity and hierarchy. » (Hastorf et Johannessen 1993: 133). Malgré cela, les Huanca n'ont jamais atteint une parfaite centralisation du pouvoir, comme les Incas l'ont fait par après.

À la lecture de ces faits sur les sociétés andines précolombiennes, on observe que la production de chicha, l'intensification de la culture du maïs et la centralisation de l'État se développent conjointement. Néanmoins, il demeure difficile de déterminer l'élément déclencheur de la complexification sociale au Pérou, comme nous le verrons pour le Proche-

Orient. On peut cependant deviner que les élites ont vu les avantages que procure la chicha pour mobiliser le travail et bâtir ainsi des infrastructures qui facilitent les communications, et les bâtiments qui attirent le regard sur eux. L'exemple du site Queyash Alto nous laisse entrevoir que la chicha aurait pu initier un comportement qui va vers plus de festins, donc plus de monuments. Dans ce contexte, la théorie de Hayden y trouve son illustration parfaite. Pour Dietler, il s'agirait d'abord de festins *pour l'acquisition du pouvoir*, se transformant peu à peu en festins *parrainés par des mécènes*. Tandis que les premiers se déroulent de manière inconsciente, les derniers décrivent une situation où le festin devient la récompense pour les grands travaux et s'exécutent de manière tout à fait consciente (Dietler 2001). Je veux souligner toutefois que la chicha n'a jamais atteint le stade diacritique — terme employé par Dietler 2001 pour décrire la nature d'un objet de statut élevé —, puisqu'elle était, et l'est toujours, brassée à un niveau domestique. Elle fut ainsi disponible pour toutes les couches de la société andine. C'est par leur pouvoir de mobiliser les ressources humaines pour préparer un festin que les élites se distinguaient. Comme l'ont démontré Jennings (2004) et Hayashida (2008), la production de chicha en grande quantité est l'un des défis majeurs que doivent relever les élites si elles veulent maintenir leurs assises. En effet, la bière de maïs ne se conservant pas très longtemps, elle nécessite qu'on mobilise plusieurs personnes en même temps (en l'occurrence des femmes et des enfants). Les besoins pour un festin dépassant jusqu'à 55 fois le rendement d'une seule maisonnée, sa production doit être planifiée scrupuleusement (Jennings 2004).

Il est à noter que la chicha et ses céramiques afférentes ont aussi été retrouvées dans les sépultures des différentes cultures andines. La boisson fait donc partie du mobilier funéraire, non pas comme aliment « spécial » mais plutôt comme aliment quotidien, étant donné qu'on la retrouve impliquée dans toutes les sphères de la vie des Péruviens.

Enfin, nous devons rester prudents quant au lien fait entre l'assemblage de céramiques trouvé sur les sites et la production de la chicha. Aucune analyse chimique, ni d'étude morphologique des granules d'amidon ne sont venues appuyer ces interprétations. Comme le disent Dozier et Jennings (2018, à paraître), il est fort probable que l'équipement utilisé pour brasser la chicha l'ait été pour la cuisine de tous les jours, impliquant également le maïs.

### 2.2.2 Jiahu

Le site du Néolithique ancien Jiahu, de la province de Henan en Chine, a fourni une des plus anciennes preuves de production d'alcool au monde (figure 2.2). L'occupation du site villageois se divise en trois périodes, soit III (7000-6600 av. notre ère), II (6600-6200) et I (6200-5500). Le site a fourni le plus vieil instrument de musique jouable, le premier riz domestiqué de la Chine du nord, et peut-être les tout premiers pictogrammes (McGovern, *et al.* 2004). Les tessons provenant de vases, au nombre de 16, ont été analysés par FTIR, GC-MS, HPLC-MS, par analyse des isotopes stables et par le test de la goutte de Feigl. Treize des 16 tessons ont donné des résultats semblables, avec un contenu fait de riz, de miel et d'un fruit à haute teneur en acide tartrique, soit de l'aubépine ou du raisin sauvage. Des pépins de raisin font partie du registre archéobotanique, ce qui fait pencher la probabilité en faveur de ce fruit. Les auteurs croient que les vases ont contenu une boisson alcoolisée à base de riz. Le miel et les fruits auraient été ajoutés pour engendrer une fermentation.

La morphologie de ces vases dont sont tirées les analyses ont une continuité dans le temps, puisqu'on les retrouve à l'Âge du Bronze dans des contextes religieux et funéraires, avec des contenus similaires (voir plus bas, section 2.2.5). Comme les vases de Jiahu ont été trouvés dans des contextes domestiques, sans manifestation visible de rituel ou de différenciation sociale, les auteurs suggèrent que la boisson fermentée met les bases d'un développement de la complexification sociale (McGovern, *et al.* 2004). Cette complexification apparaît pendant les deux dernières périodes (de 6600 à 5500 av. notre ère) où on peut voir une organisation spatiale avec aires spécialisées et une différenciation sociale dans les sépultures (Zhang, *et al.* 1999).

### 2.2.3 Mijiaya

Toujours en Chine du nord, dans la province de Shaanxi, le site Mijiaya du Néolithique récent (3400-2900) affiche les caractéristiques de la période Yangshao récent. Les archéologues ont mis au jour ce qui ressemble à des structures de brasserie. Des céramiques appuient cette interprétation : un entonnoir, des pots à grande embouchure et une amphore. Une analyse à la chromatographie ionique sur les céramiques révèle la présence d'oxalate de calcium, marqueur de la bière d'orge. L'observation des granules d'amidon a permis de comptabiliser les ingrédients utilisés dans la composition de cette première bière chinoise : du millet, de l'herbe à chapelet (*coix lacryma jobi*), de l'orge et un apport minimal de tubercules (Wang, *et al.* 2016).



Comme l'orge est une plante qui a d'abord été domestiquée au Proche-Orient puis importée en Chine via les steppes de l'Asie centrale, les auteurs pensent que l'importation de la céréale aurait été motivée par la facilité à produire une boisson fermentée comme la bière. En effet, les premières traces de l'orge en Chine n'apparaissent qu'autour de 2000 av. notre ère et sa culture ne devient importante que durant la dynastie Han (200 av. notre ère -160 de notre ère). L'orge de Mijiaya ne fait figure que de plante exotique, et on suggère qu'elle a été cultivée seulement pour faire de l'alcool, non comme céréale de subsistance (Wang, *et al.* 2016:6447). La période Yangshao récent, dans la vallée du fleuve Wei à partir du 4<sup>e</sup> millénaire, se caractérise par une augmentation de la complexification sociale, avec un schème d'établissement structuré par la hiérarchie, par la compétition entre régimes politiques et par une surenchère d'architecture publique monumentale. Les auteurs mentionnent au passage les festins rituels pendant lesquels l'alcool était consommé ; cet alcool aurait joué un rôle dans le développement de la complexification sociale du « berceau de la civilisation chinoise ».



Figure 2.2 Carte des sites chinois néolithiques et de l'Âge du Bronze. 1. Jiahu, 2. Mijaya, 3. Liangchenzhou, 4. Changzikou, 5. Liu Jiazhuang

## 2.2.4 Liangchengzhen

Grand centre régional, Liangchengzhen est situé dans la province Shandong, en Chine. Les vases associés à la période Longshan moyen (2400-2200 av. notre ère) ont été choisis pour diverses analyses chimiques (McGovern, *et al.* 2005). Au total, 30 vases aux fonctions diverses ont fait l'objet d'investigations : des verres à boire, des pots de cuisson à la vapeur ou sur le feu, des vases d'entreposage pour les solides et les liquides, d'autres pour les libations rituelles. Sur les 30 échantillons, 23 indiquent une composition semblable, révélant une boisson fermentée à base de riz, avec ajout de miel. D'autres au nombre de six présentent des traces d'oxalate de calcium, indice d'utilisation de l'orge.

Tous les contenants ont été retrouvés dans des contextes rituels. Les coupes ont accompagné les défunts tandis que d'autres vases, trouvés intacts sous le plancher des maisons, témoignent d'un rite domestique. Enfin, des céramiques semblent avoir eu pour seule fonction la préparation de la boisson, car ces contenants n'ont pu être reliés qu'à un contexte domestique (McGovern, *et al.* 2005).

## 2.2.5 Les tombes de Liu Jiazhuang et de Changzikou

Pendant les périodes Shang récent et dynastique Zhou ancien (1250-1000 av. notre ère), des tombeaux d'élites apparaissent dans la province de Henan. Ces sépultures s'accompagnent, la plupart du temps, de vases en bronze dont une bonne partie comprennent un couvercle qui, avec le temps et l'humidité, a scellé leur contenu en s'oxydant. C'est aussi à cette époque que les premiers écrits dévoilent les boissons alcoolisées en vogue alors.

La tombe de Changzikou contenait plus de 90 vases en bronze, dont une cinquantaine était encore remplis du quart à la moitié de leur capacité. Les analyses chimiques d'un échantillon provenant d'un vase scellé révèlent une boisson faite à partir de riz. Dans la tombe de Liu Jiazhuang, une personne de haut rang de Anyang, les archéologues ont retrouvé une *théière*, vase à trépied, en bronze également. L'analyse du contenu établit qu'il s'agit d'une boisson faite à partir de plante de photosynthèse C4, probablement du millet (McGovern, *et al.* 2004). Les deux boissons ont été également aromatisées, soit avec du camphre, soit avec une résine d'arbre.

La technique de brassage, comparée aux périodes précédentes, marque un point tournant dans l'histoire de l'alcool en Chine. Aucun miel n'a été ajouté aux boissons analysées, ce qui indique une sophistication dans la préparation du vin de riz. En effet, la saccharification du riz par amylase (champignon qui se développe sur le riz cuit) est beaucoup plus coûteuse en temps que celle faite par mastication ou germination. Cette nouvelle technique fait en sorte que l'apport de miel n'est plus nécessaire pour initier la fermentation. On voit par les écrits que la production des boissons alcoolisées, (*chang*, un vin d'herbes, *li*, une bière peu élevée en alcool faite de millet ou riz, sucrée ; *jiu*, un alcool complètement fermenté et filtré fait de riz ou millet, avec un taux d'alcool à 10-15%), a probablement été prise en charge par les élites contrôlant des centres urbains (McGovern, *et al.* 2004).

À la lumière de ces exemples, on peut observer un développement linéaire de l'alcool, à partir de contextes néolithiques jusqu'aux premières dynasties de l'Âge du Bronze chinois. La technique de fabrication d'alcool, impliquant à la fois une spécialisation des ingrédients et la diversification des recettes, suit en parallèle le développement de nouvelles structures sociales. En raffinant les techniques pour obtenir une boisson plus forte et qui se garde plus longtemps, les élites ont tenté de se démarquer du commun. En cela, elles rejoignent le concept de *diacritique* de Dietler (2001) où les efforts et le temps déployés pour produire une boisson signalent la distinction dont ils se parent. Toutefois, le premier alcool de la Chine naît d'un contexte beaucoup plus ordinaire, un village agricole où on peut tout de même percevoir les débuts d'une stratification sociale.

### **2.2.6 La caverne de Raqefet**

En Israël, berceau de la culture natoufienne, se trouve un site funéraire, Raqefet, daté de 11 700-9700 cal av. notre ère (figure 2.3, #1). Fort d'une trentaine de sépultures, des meules creusées à même le lit rocheux et des contenants en pierre ont été analysés afin de déterminer leur usage. Trois de ces meules ont révélé des traces de germination et de fermentation de céréales sauvages et de tubercules. Les taxons identifiés comprennent des graminées de types *Triticea* (orge, amidonnier, engrain, etc), *Panicoidea* (millet), et *Avena* (avoine), des plantes de types *Fabacea* (lentilles, pois), *Cyperus* (souchet) et des racines de lys, *Lilium*. Il semble que tous ces taxons aient été, à un moment ou à un autre, utilisés pour la fermentation d'une boisson.

Les contenants en pierre (n=2) auraient servi à entreposer et à faire germer les ingrédients, tandis que la « meule creusée » possédant des marques de mouture, contenait des granules d'amidon montrant des dommages propres à la fermentation (Liu et al. 2018).

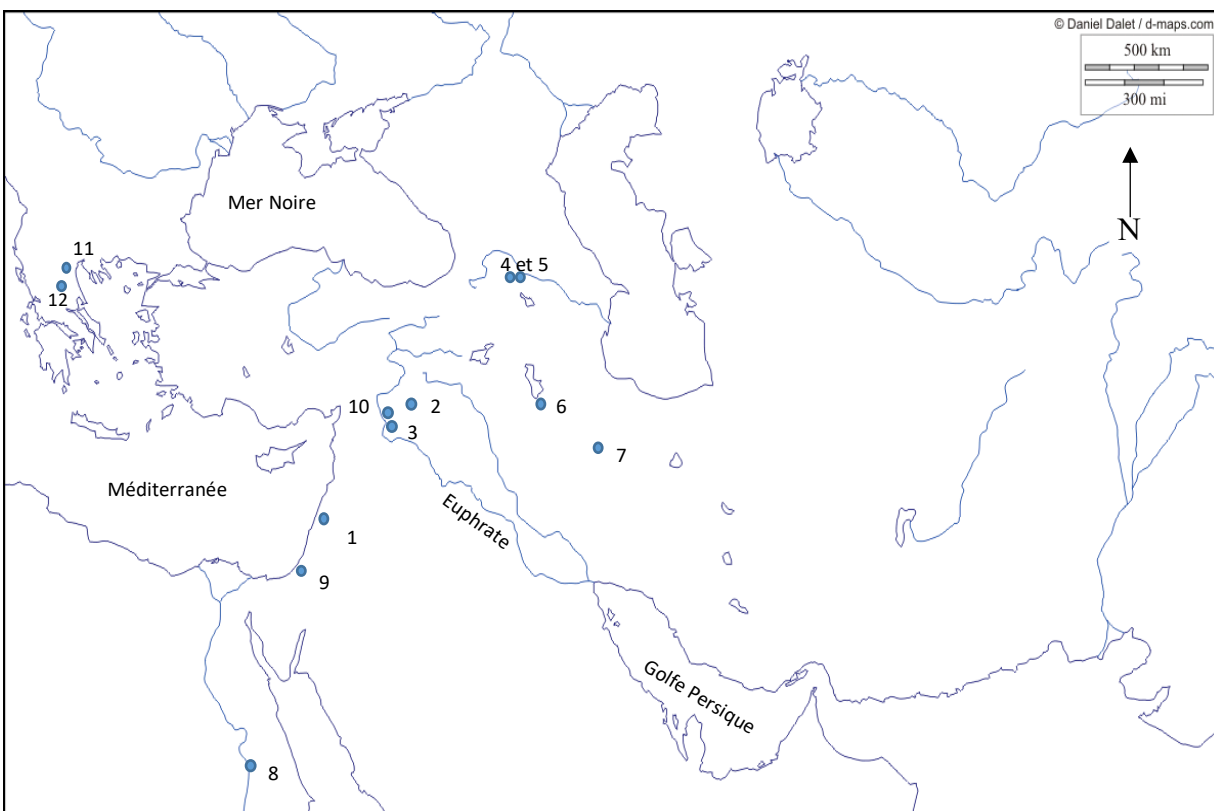


Figure 2.3 Carte du Moyen Orient, comprenant les sites néolithiques et de l'Âge du Bronze dont il est question dans cette section. 1. Raqefet, 2. Göbekli Tepe, 3. Jerf el-Ahmar, 4. Shulaveris Gora, 5. Gadachrili Gora, 6. Hajji Firuz, 7. Godin Tepe, 8. Hierakonpolis, 9. Tal Mor, 10. Tall Bazi, 11. Archondiko, 12. Argissa Magoula.

Il s'agit donc, jusqu'à présent, de la plus ancienne preuve au monde de production d'une boisson fermentée. Cette découverte met en lumière les capacités technologiques des Natoufiens pour produire de l'alcool avec des outils rudimentaires. Elle soutient aussi la possibilité de faire de la bière avec des céréales sauvages. Les chercheurs associent sa consommation aux pratiques funéraires survenues sur le site, mais donnent aussi une interprétation de liant social pour le groupe des vivants. Ces pratiques, sous le signe des festins, pourraient bien avoir motivé plus tard la première culture des céréales, donnant raison à Braidwood (1953) et un support à la théorie de Hayden.

### 2.2.7 Jerf el-Ahmar

Le site de Jerf el-Ahmar (9100-8300 cal av. notre ère), se situe dans le nord de la Syrie, à quelque 70 km de la frontière turque (figure 2.3, #3). Il s'agit d'une agglomération d'habitations et de bâtiments communaux — plus de 60 unités — ayant été occupée à partir du Néolithique acéramique A. Sur le site d'un hectare, une grande concentration d'orge sauvage (*Hordeum spontaneum*) a été retrouvée, ainsi que de l'engrain ou du seigle sauvage (*Triticum boeoticum/urartu/secale*) en petite quantité ; des céréales présentant une morphologie de domestication étaient absentes du site. Willcox (2002) a centré son attention sur une « cuisine » datée de 9000 cal av. notre ère. Dans cet espace de 2,5 par 3 mètres détruit par le feu, des objets liés à la préparation de nourriture ont été abandonnés, et leur emplacement est demeuré inchangé depuis. Les archéologues y ont récupéré trois meules dormantes, deux pierres plates polies de 60 cm de diamètre, trois bassins de pierre, un petit bol et un foyer. Certains grains d'orges se sont trouvés légèrement ouverts par germination et pression à la meule, et ce, avant l'incendie ; la majorité des grains d'orge se situaient près des bassins de pierre tandis que l'engrain se concentrait près des meules. Willcox pense que les deux espèces de céréales étaient traitées différemment : l'orge trempée avant usage, l'engrain moulu pour faire des pains. Cependant, il ne peut fournir d'explication quant à la présence des roches plates et l'interprétation de la *cuisine* ne va pas plus loin (Willcox 2002). Dietrich et collègues quant à eux, font remarquer que tous les éléments pour faire de la bière sont présents dans cette cuisine (Dietrich, *et al.* 2012). Un examen plus approfondi des grains d'orge pourrait confirmer cette hypothèse s'ils présentent un indice de germination. Cette étape est cruciale pour faire de la bière mais la germination pourrait avoir servi à augmenter le côté nutritif des grains et de la nourriture produite.

### 2.2.8 Göbekli Tepe

Göbekli Tepe est considéré comme le plus vieux centre rituel au monde (Schmidt 2005) ; il est situé à 60 km de la frontière syrienne, dans la province de Şanlıurfa, Turquie (figure 2.3, #2). Il se trouve à 150 km au nord de Jerf el-Ahmar. Les enceintes circulaires du niveau plus ancien sont d'un contexte néolithique acéramique A, daté de 9500 à 8900 cal. av. notre ère. Le niveau suivant, placé dans le Néolithique acéramique B, contient des enceintes de forme presque rectangulaire construites entre 8900 et 8000 cal. av. notre ère (Dietrich 2016; Dietrich, *et al.* 2011). Sur le site, aucune céréale domestique n'a été retrouvée, ainsi qu'aucun foyer, ni ustensile

de cuisine. On a pourtant découvert des meules, des assiettes en pierre et des faucilles en silex, ce qui suggère qu'une activité de production alimentaire ait tout de même eu lieu sur place. Les restes fauniques recueillis sur le site, en majorité des os de gazelles, indiquent une occupation saisonnière entre le milieu de l'été et l'automne (Lang, *et al.* 2013). À la lumière de ces éléments, Schmidt (2005, 2010) interprète le site comme un endroit de rassemblement pour les communautés environnantes de chasseurs-cueilleurs, et un lieu pour des festins (Dietrich, *et al.* 2012).

Dans les structures du deuxième niveau, soit celles de la période la plus récente, ont été retrouvés six bassins de pierre, d'une capacité allant jusqu'à 160 litres chacun. Des résidus noir grisâtre repérés dans le fond des bassins ont été soumis au test de la goutte (*spot test*) de Feigl (1960). Sur cinq échantillons relevés sur cinq des bassins, trois ont donné un résultat positif pour l'oxalate de calcium, le marqueur de la production de la bière (Dietrich, *et al.* 2012). Ici, le choix de la méthode de détection est controversé (Hornsey 2003), car même si le test de la goutte est rapide et commode, Feigl ne fait pas partie des références du domaine de la chimie analytique (ce que j'ai constaté au cours de conversations avec plusieurs chimistes). Cette méthode n'a plus cours aujourd'hui, la chromatographie et la spectrométrie de masse étant les outils de détection utilisés. De plus, Dietrich et collègues (Dietrich, *et al.* 2012) admettent que le test de la goutte a un défaut majeur : il est non reproductible.

Plus récemment, un des archéologues en charge de Göbekli Tepe, Jens Notroff, suggère que l'alcool pourrait avoir joué un rôle actif dans la domestication des céréales, dans le contexte d'abondance qu'est le Croissant fertile à ce moment-là. On assiste au « passage de la consommation passive des ressources naturelles à l'intervention active sur la nature pour la production alimentaire. » (Jens Notroff, cité par Uwe Ebbinghaus dans une entrevue publiée le 10 août 2018, pour le journal *Frankfurter Allgemeine*)<sup>3</sup>.

### **2.2.9 Shulaveris Gora et Gadachrili Gora**

À 50 km de Tbilisi, la capitale de la Géorgie moderne (figure 2.3, #4 et 5), se trouvent deux sites villageois du Néolithique ancien occupés entre 5900-5000 av. notre ère (McGovern, *et al.* 2017). De grandes jarres en céramique ayant contenu du vin et provenant des niveaux les

---

<sup>3</sup> <http://blogs.faz.net/bierblog/2018/08/10/welchen-kult-betrieben-die-ersten-biertrinker-3549/>

plus anciens ont reçu une nouvelle datation : 5900-5750 cal av. notre ère. Les trois méthodes — l'analyse infrarouge à transformée de Fourier (FTIR), la chromatographie à phase gazeuse couplée à la spectrométrie de masse (GC-MS) et la chromatographie à phase liquide couplée en tandem à la spectrométrie de masse (LC-MS-MS) — ont détecté les acides tartrique, malique, succinique et citrique, constituant la première preuve de viticulture et de production de vin de raisins au monde (McGovern, *et al.* 2017).

### **2.2.10 Hajji Firuz Tepe et Godin Tepe**

À Hajji Firuz Tepe situé dans la région des monts Zagros (figure 2.3, #6), dans le nord de l'Iran, les archéologues ont découvert une jarre avec des résidus de vin résiné, dans un contexte domestique daté de 5400-5000 av. notre ère (McGovern, *et al.* 1996).

Dans la même région se trouve Godin Tepe, un site de la période Uruk (figure 2.3, #7). Sa datation se situe entre 3500 et 2900 cal. av. notre ère (Michel, *et al.* 1993). Localisé à la croisée de plusieurs routes marchandes, l'endroit aurait servi de poste d'échanges. Des jarres ayant contenu du vin et de la bière ont été remarquées à l'intérieur d'un bâtiment de plusieurs pièces reconnu comme une citadelle. Une des pièces, contenant un grand entonnoir avec un diamètre d'environ 50 cm et un couvercle d'un diamètre plus petit, pourrait avoir servi au pressage du raisin. Dans une pièce à l'opposé de cette dernière, quelques jarres qui reposaient sur le côté présentaient des dépôts rouges sur une paroi, ce qui laisse supposer que le vin y était conservé de cette manière. Quelques disques d'argile crue du même diamètre que l'embouchure des jarres et qui auraient pu servir de couvercle ont été repérés dans une autre pièce. L'analyse des dépôts concorde avec la présence d'acide tartrique. Un autre résidu, de couleur jaune pâle, témoigne de la présence d'oxalate de calcium. Cependant, les auteurs font ce constat à partir du seul test de la goutte de Feigl (Michel, *et al.* 1993).

### **2.2.11 Hiérakonpolis (Nekhen)**

Dans les années 1980, Jeremy Geller part à la recherche d'un four à céramique dans ce qui semble être un quartier industriel de Hiérakonpolis — nom donné par les Grecs à la localité de Nekhen, Égypte (figure 2.3, #8) . Il tombe plutôt sur les vestiges de ce qui seront interprétés par la suite comme une brasserie et une boulangerie de la période prédynastique, les datations au radiocarbone ayant permis de positionner le site à environ 3500-3400 cal. av. notre ère (Geller

1993). Dans la brasserie, prennent place six grandes jarres mesurant entre 70 et 100 cm de hauteur. L'auteur estime qu'elles auraient pu contenir environ 390 litres. À l'intérieur des jarres, un résidu épais et noir recouvre presque toute la paroi. Les analyses ont décelé la présence d'acides malique, succinique et carboxylique, tous « produits intermédiaires du cycle de la fermentation » (Geller 1993:261). Une analyse de Maksoud et collègues (1994) renforce l'interprétation, en ajoutant des éléments nouveaux : présence de dattes et de pépins de raisin. Les grains de céréales carbonisés — *Triticum dicocum* et *Hordeum vulgare* — présents sur le site, autour et à l'intérieur des jarres, confirment qu'il s'agit bien de bière qui y était brassée.

Durant le Moyen Empire, la bière est mentionnée dans les listes de rationnement de manière généralisée. On estime que la bière était fournie aux ouvriers quotidiennement, en quantité équivalant à environ deux litres et demi (Geller 1993). L'auteur évalue que la brasserie de Hiérakonpolis pouvait fournir au-dessus de 1000 litres par jour, si la brasserie est en fonction en continu, ce qui dépasse largement des besoins domestiques. Geller et ses collègues ont identifié trois autres sites potentiels à l'intérieur de Hiérakonpolis, composés des mêmes éléments que la brasserie. Si ces cas s'avèrent, il pourrait s'agir d'une véritable industrie.

Fait intéressant, Geller mentionne des disques de céramique troués trouvés sur le site de la brasserie, souvent interprétés comme des poids de métier à tisser. L'auteur les interprète comme des pièces à compter, précurseurs de la monnaie. Comme nous le verrons plus bas, il pourrait s'agir plutôt de bouchons à bouteille de bière.

### **2.2.12 Palestine, Israël, Syrie et Égypte : filtres et bouteilles**

À partir de l'Âge du Bronze, on inventorie sur de nombreux sites israéliens et égyptiens des embouts-filtres qu'on mettait au bout d'une paille de roseau pour consommer la bière (figure 2.4). Ces embouts étaient faits de métal ou d'os et filtraient les liquides qui comportaient probablement une partie importante de sédiments. La consommation de la bière à la paille est aussi illustrée dans l'iconographie mésopotamienne (Homan 2004).

En Égypte et en Palestine, la « bouteille » de bière est un artefact commun. C'est à Tel Mor (figure 2.3, #9) qu'on a relevé au-delà de 50 bouteilles de céramique provenant de niveaux datés du XIV<sup>e</sup> au XII<sup>e</sup> siècle av. notre ère. Ces bouteilles s'accompagnent souvent de bouchons de fermentation, disques de céramique crue comprenant un trou vertical d'un centimètre de diamètre. Lorsque ce trou était bouché par un bout de tissu, cela permettait au gaz carbonique



produit par la fermentation de s'échapper tout en empêchant les microorganismes de s'immiscer à l'intérieur. Comme mentionné plus haut, ces disques ont été longtemps interprétés comme des poids de métier à tisser. Seulement, ces derniers sont plus petits et légers que ceux qui ont été retrouvés à l'intérieur de bouteilles.



Figure 2.4 Embouts-filtres en alliage de cuivre, datant de l'Âge du Bronze récent. Source Homan 2004, photo par Erich Lessing.

### 2.2.13 Tall Bazi, vallée de l'Euphrate, nord de la Syrie

Tall Bazi, site d'habitations de l'Âge du Bronze récent (1400-1300 av. notre ère), est constitué de plus de 50 bâtiments domestiques (Zarnkow, *et al.* 2011) (figure 2.3, #10). Ces maisonnées présentent de manière régulière un inventaire de trois jarres de grosseurs différentes. Le plus grand des trois vases pouvait contenir jusqu'à 200 litres, et était toujours enterré à sa moitié, placé dans un coin de la pièce près de l'entrée. Un deuxième vase de volume plus restreint, entre 90 et 100 litres, était percé à sa base et aurait pu servir de germinateur ou de filtre, bien que les auteurs ne le mentionnent pas. Enfin, un vase plus petit accompagnait les deux autres, dans lequel on a parfois retrouvé de l'orge carbonisé. Ce vase aurait servi pour le brassage.

Des résidus d'oxalate de calcium ont été relevés sur les vases, et les auteurs interprètent leur utilisation comme un ensemble céramique ayant servi dans la production de la bière (Zarnkow *et al.* 2011). Le volume potentiel des plus grands vases suggère une consommation

quotidienne, et les auteurs retiennent l'aspect nutritif de la boisson plutôt qu'un rôle rituel (Zarnkow, *et al.* 2011). Néanmoins, on ne doit pas écarter la possibilité d'une fonction d'hospitalité envers les visiteurs, puisque le vase se situe près de l'entrée.

Enfin, ce cas exemplifie la production en contexte domestique; notons cependant qu'il n'est pas spécifié dans l'ouvrage si on considère toutes les maisonnées de Tall Bazi sur un plan égalitaire ou si on remarque une spécificité pour celles qui contiennent les jarres en question. Néanmoins, il est intéressant de considérer l'élément temporel — Âge du Bronze récent — puisque la complexité sociale et les inégalités sont déjà bien développées à cette époque. Cela pourrait suggérer que la consommation d'alcool se fait dans toutes les couches de la société. Même si l'État a une large capacité de production, il reste que la fabrication en grande quantité n'est pas la chasse gardée des élites.

#### **2.2.14 La Grèce et la bière**

La civilisation grecque est reconnue pour ses symposiums qui incluent une grande consommation de vin : « Structure ritualisée où le guerrier se transforme en aristocrate urbain de la classe des loisirs » (Joffe 1998). Le vin fut élevé à un niveau tel que toute autre boisson appartenait au monde des Barbares (Nelson 2005). Et pourtant...

Deux sites de l'Âge du Bronze ancien (2135–2020 et 2100–1700 cal. av. notre ère) ont fourni des preuves de production de bière (Valamoti 2017). Les indices à Archondiko (figure 2.3, #11) sont sous forme de grains de céréales germés et d'agglutinations de grumeaux de céréales moulues. Les archéologues ont relevé une grande quantité de céréales carbonisées : engrain (*Triticum monococcum*), amidonnier (*T. dicoccum*), épeautre (*T. spelta*), blé (*T. aestivum/ durum*) et orge (*Hordeum sp.*). À Argissa Magoula (figure 2.3, #12), 3588 grains germés ont été trouvés, dont 2319 sont de l'engrain, 157 de l'amidonier et 81 de l'orge. En observant de plus près, on peut voir une veine creuse sur la longueur de la partie dorsale de chaque grain, ce qui indique qu'ils ont été germés dans leur écorce (Valamoti 2017). Le fait de ne pas enlever l'écorce avant de l'utiliser est un autre indice de brassage : la bière est plus facile à filtrer ainsi ; autrement, l'amidon se disperse dans le moût et donne à la bière une texture de gruau (Hornsey 2003).

Ces deux sites de l'Âge du Bronze démontrent que la bière était produite et consommée par les Grecs. L'était-elle par son élite ? Il est difficile d'en être certain avec les seuls indices de

brassage découverts par Valamoti. L'équipe de Patrick McGovern nous éclaire davantage sur cette question. Sur l'île de Crète, le site de Myrthos Phournou Koryphe (2200 av. notre ère) a donné deux jarres de type *pithoi* présentant des traces d'oxalate de calcium (McGovern, *et al.* 2008). Sur le même site, on dénombre une grande quantité de *pithoi* ayant contenu du vin. Cela suggère que la bière faisait partie de l'inventaire des Grecs, sans pour autant lui conférer un rôle égal au vin.

Sur les sites de Chania Splanzia et Kastelli, (1600-1480 av. notre ère), deux coupes associées à un contexte rituel ont contenu une boisson à base de céréales fermentées, et trois échantillons corroborent la présence de miel (McGovern, *et al.* 2008). Les auteurs interprètent ces indices comme une boisson fermentée mixte, mais il se pourrait qu'on ait affaire à un palimpseste d'utilisations.

### 2.2.15 L'Espagne, Can Sadurní

Le cas suivant nous oblige à faire un saut de quelques milliers de kilomètres. En effet, pour le moment, il n'existe pas de preuve plus ancienne de production d'alcool en Europe.

La grotte de Can Sadurní se situe à 25 km de Barcelone, à 450 m au-dessus du niveau de la mer (figure 2.5, #1). La période d'occupation commence à l'Épipaléolithique, couvre le Néolithique de culture *cardiale* et *postcardiale*, puis l'Âge du Bronze jusqu'à l'époque moderne. Les fouilles et les analyses des céramiques de l'Âge du Bronze, 1480-1320 av. notre ère, révèlent des traces de fermentation des céréales dans deux vases. Ces preuves consistent en des granules d'amidon gélatinés dont certains montrent une attaque enzymatique, des levures et des phytolithes révélant la présence de l'orge vêtue (Blasco, *et al.* 2008).

Le niveau du Néolithique postcardial, occupé entre 4720 et 4240 cal av. notre ère, consiste en aire domestique qui a aussi servi de refuge, d'entrepôt, d'enclos pour les bêtes, de lieu sépulcral et de dépotoir. Les preuves de brassage de la bière sont au nombre de deux : des traces d'oxalate de calcium ont été retrouvées dans des vases associés aux sépultures — ce qui vient renforcer le lien entre l'alcool et le rituel — et, sur deux meules dormantes, des granules d'amidon présentent des traces de maltage (Blasco, *et al.* 2008). Pour faire de la bière, il faut moulinner légèrement les grains germés avant de les faire tremper dans l'eau chaude. L'ouverture des grains facilite la transformation de l'amidon en sucre simple. La grotte de Can Sadurní a donc fourni la plus ancienne preuve de production et de consommation de la bière de



Figure 2.5 L'Europe de l'Ouest et les sites dont il est question dans cette section. 1. Caverne de Can Sadurni, 2. Balfarg et Balbrinie, 3. Machrie Moor, 4. Skara Brae, 5. Les Arene Candide.

toute l'Europe. Cette grotte présente, du moins sur papier, les mêmes éléments qu'on trouve aux Arene Candide. D'autres découvertes en Espagne datant de l'Âge du Bronze démontrent une continuité de l'usage de cette boisson alcoolisée (Guerra-Doce 2015; Juan-Tresserras 1998, 2000; Rojo-Guerra, *et al.* 2006), ainsi que la persistance de l'orge dans le registre archéobotanique.

### 2.2.16 Les îles Britanniques

Les premiers agriculteurs à mettre les pieds sur les îles Britanniques l'ont fait vers 4000 av. notre ère. C'est à cette date qu'on peut voir apparaître les premières céramiques et les

premiers grains de céréales. L'orge semble être parfaitement adapté pour ce climat, plus rude que celui qu'on rencontre en Méditerranée.

Les preuves d'alcool pour la période du Néolithique sont rarissimes et jusqu'à maintenant, aucun test chimique ni analyse au microscope ne sont venus appuyer les conclusions qui suivent. Les seuls indices qui laissent supposer la production de bière ou d'hydromel sont d'ordre pollinique.

Par exemple, le site écossais de Balfarg et Balbirnie daté du IV<sup>e</sup> millénaire (figure 2.5, #2), complexe cérémoniel comprenant un cercle de pierre et un *henge*, a permis de mettre au jour des vases de style *Grooved Ware*. Ces vases contenaient, selon l'analyste Brian Moffatt, un gruau épais fait de céréales, orge et avoine, d'agents intoxicants identifiés comme des alcaloïdes provenant peut-être de la cigüe ou de l'herbe aux poules (Barclay et Russell-White 1993:109). La décoction aurait aussi contenu de la belle-des-prés (*Filipendula*) et de la cire d'abeille, ce qui a fait dire à Dineley que l'association de ces ingrédients avec l'orge démontre la production d'un liquide fermenté (Dineley 2004:65). Cette auteure souligne que la belle-des-prés peut être utilisée comme agent de conservation et d'amertume.

Sur l'île d'Arran (Écosse) (figure 2.5, #3), le cercle de pierres de Machrie Moor, daté de la deuxième moitié du III<sup>e</sup> millénaire, exhibe des céramiques dont le contexte temporel exact est difficile à déterminer. Les dates ont été avancées après analyse au radiocarbone de morceaux de charbon de bois. L'assemblage céramique est constitué des styles *Grimston* (2870 ± 50 ou 3550 ± 70 av. notre ère), *Lyles Hill* et *Grooved Ware*, mais il n'a pas été possible d'associer les résidus à des types spécifiques de poterie. Seulement la présence de pollen de fleurs et de céréales a été relevée. Ici, la boisson aurait pu être un hydromel, selon Brian Moffat, qui n'explique toutefois pas la présence de pollen de céréales (Dineley 2004; Haggarty, *et al.* 1991).

L'île de Skara Brae, dans l'extrémité nord de l'Écosse (figure 2.5, #4), est occupée par les agriculteurs à partir de 3380-2585 cal av. notre ère. Ces gens ont bâti des habitations à l'aide des ressources en abondance sur l'île : les pierres plates. Toujours avec l'idée en tête de trouver des preuves de fabrication de bière, Merryn Dineley note la présence d'un plancher pour la germination des céréales, des pierres plates pour la saccharification, un caniveau pour l'écoulement de l'eau, et surtout de grands vases de style *Grooved Ware* dans la hutte 8. Les

habitants cultivaient du blé et de l'orge pour leur subsistance. Tous ces éléments invitent l'auteure à voir en la hutte 8 un endroit propice pour la production d'alcool (Dineley 2004:53).

Skara Brea procure la preuve la plus ancienne de la présence d'alcool sur les îles Britanniques. En plus d'indiquer le point de départ de la culture *Grooved Ware*, il se pourrait que la recette pour faire de la bière ait fait son entrée par cette porte avant de se propager au reste des îles. Il apparaît logique donc d'associer les céramiques de cette culture à une boisson fermentée, tout comme d'autres ont associé la culture du campaniforme — période chalcolithique — avec un possible contenu alcoolisé (Hornsey 2003; Rojo-Guerra, *et al.* 2006b; Sherratt 1995).

### 2.2.17 Synthèse

Le tableau 1 propose un résumé des sites dont il a été question jusqu'à maintenant. Au Pérou et en Chine, on peut observer un développement parallèle entre l'alcool, l'intensification de l'agriculture et la complexité sociale. Dès que l'alcool apparaît, des changements structuraux s'opèrent, bien que cela ne se passe pas au même rythme pour ces deux parties du monde. Tandis qu'au Pérou, on voit les premières traces d'alcool accompagner une structure déjà hiérarchique, le site Jiahu nous offre la possibilité de saisir ce développement à l'œuvre, en commençant par une apparente égalité qui se transforme 400 ans plus tard en organisation spécialiste et différenciée.

Pour le Croissant Fertile, nous observons un déploiement sur une plus longue période de temps, jusqu'à 1000 ans d'histoire. Il semble bien que les festins accompagnés d'alcool précèdent l'agriculture, établissant un lien possible de cause à effet. On voit très tôt que la bière s'insère dans le domaine domestique (Jerf el-Ahmar). Au Proche-Orient et en Égypte, on observe une tendance vers une prise en charge graduelle de la production de l'alcool par l'État. Néanmoins, grâce à Tall Bazi (Syrie), on peut voir que la bière continue à se faire à l'intérieur de la maisonnée, bien après que les cités se soient développées et les empires constitués. On ne peut donc pas parler de contrôle de la production, mais plutôt d'une propension vers la fabrication en grande quantité, au fur et à mesure que l'on développe et affine les techniques du brassage. Un parallèle avec ce qu'on voit en Chine est possible, mais au Proche-Orient, l'État n'a jamais pu prendre le contrôle total de la production. Néanmoins, le cas de Tall Bazi, où la

production semble dépasser les besoins domestiques, pourrait être interprété comme une production à des fins d'impôt, donc encouragée par une élite.

La plupart des sites mentionnés sont donc des lieux de production. On pourrait l'expliquer par la facilité relative à détecter la préparation d'alcool dans le registre archéologique, avec ses installations, ses outils et ses contenants. La consommation, quant à elle, est une action qui laisse moins de traces. Cependant, il arrive que l'alcool soit laissé dans des contenants en guise d'offrande funéraire. Dans ces circonstances, l'archéologue a plus de chance de le retrouver.

Tableau I Résumé des sites avec présence d'alcool

Site	Contexte	Activité	Type d'alcool	Date
Queyash Alto	Festins	Production et consommation	Chicha	200 av. notre ère
Tiwanaku	Domestique et rituel	Production et consommation	Chicha	350-600 de notre ère
Marayniyoq (Huari)	Spécialiste (domestique)	Production	Chicha	550-900 de notre ère
Huanca	Domestique et festins	Production et consommation	Chicha	500-1450 de notre ère
Jiahu	Domestique	Production Consommation?	Boisson à base de riz et de miel	7000 av. notre ère
Mijiaya	Spécialiste	Production	Bière de millet et d'orge	3400-2900 av. notre ère
Liangchengzhen	Rituel et domestique	Production et consommation	Bière de riz et d'orge	2400-2200 av. notre ère
Les tombes de Henan	Rituel	Consommation	Boisson de riz	1250-1000 av. notre ère
Caverne de Raqefet	Rituel et cohésion	Production et consommation	Bière	11 700 - 9700 av. notre ère.
Jerf el-Ahmar	Domestique	Production	Bière	9000 av. notre ère
Göbekli Tepe	Rituel	Production ? Consommation	Bière	8500 av. notre ère
Shulaveris Gora et Gadachrili Gora	Domestique	Production	Vin	5900 av. notre ère

Hajji Firuz	Domestique	Production Consommation?	Vin	5400 av. notre ère
Godin Tepe	État ou commercial	Production	Vin et bière	3500 av. notre ère
Hiéракonpolis	État	Production	Bière	3500 av. notre ère
Palestine et Syrie	État	Production	Bière	1400 av. notre ère
Grèce	Domestique et rituel	Production et consommation	Bière + hydromel?	2100 av. notre ère
Can Sadurní	Domestique Rituel?	Production et consommation	Bière	4700 - 4240 av. notre ère
Îles britanniques	Rituel et domestique	Production et consommation	Bière et hydromel	À partir de 3500 av. notre ère

En Europe, il faut attendre l'Âge du Bronze pour que la production de la bière, et sa consommation, prenne un sens rituel, à l'exception peut-être des îles Britanniques où on a retrouvé des traces d'alcool en contexte exclusivement funéraire. La production aux Orcades fait exception et ne semble pas être rattachée à une ritualisation. On pourrait donc soumettre l'hypothèse que dans un rituel d'enterrement, on donne aux défunts ce qu'on consomme normalement au quotidien.

### **2.3 La Caverna delle Arene Candide : le contexte archéologique de ce mémoire**

Afin de rattacher les différentes approches conceptuelles à la problématique de ce mémoire, il importe d'avoir une vue d'ensemble du site d'où proviennent les données analysées. Les résultats ajouteront à la compréhension du site de la Caverna delle Arene Candide, tout en proposant une perspective sur l'utilisation de l'alcool dans ce contexte, et en général pendant le Néolithique.

La caverne des Arene Candide est un site archéologique en grotte localisé en Ligurie, en surplomb sur la mer, près de la municipalité de Finale Ligure (figure 2.6 et 2.7). Son nom, les *sables blancs*, provient des anciens dépôts de sable qui descendaient des flancs de la falaise et



qui pouvaient se voir de loin. Les sables ont été exploités industriellement et ne sont donc plus visibles aujourd'hui. Sur le site, on a pu relever des activités humaines à partir du Paléolithique



Figure 2.6 Emplacement du site de la caverne des Arenes Candide (point bleu). Source de la carte vierge : Daniel Dalet

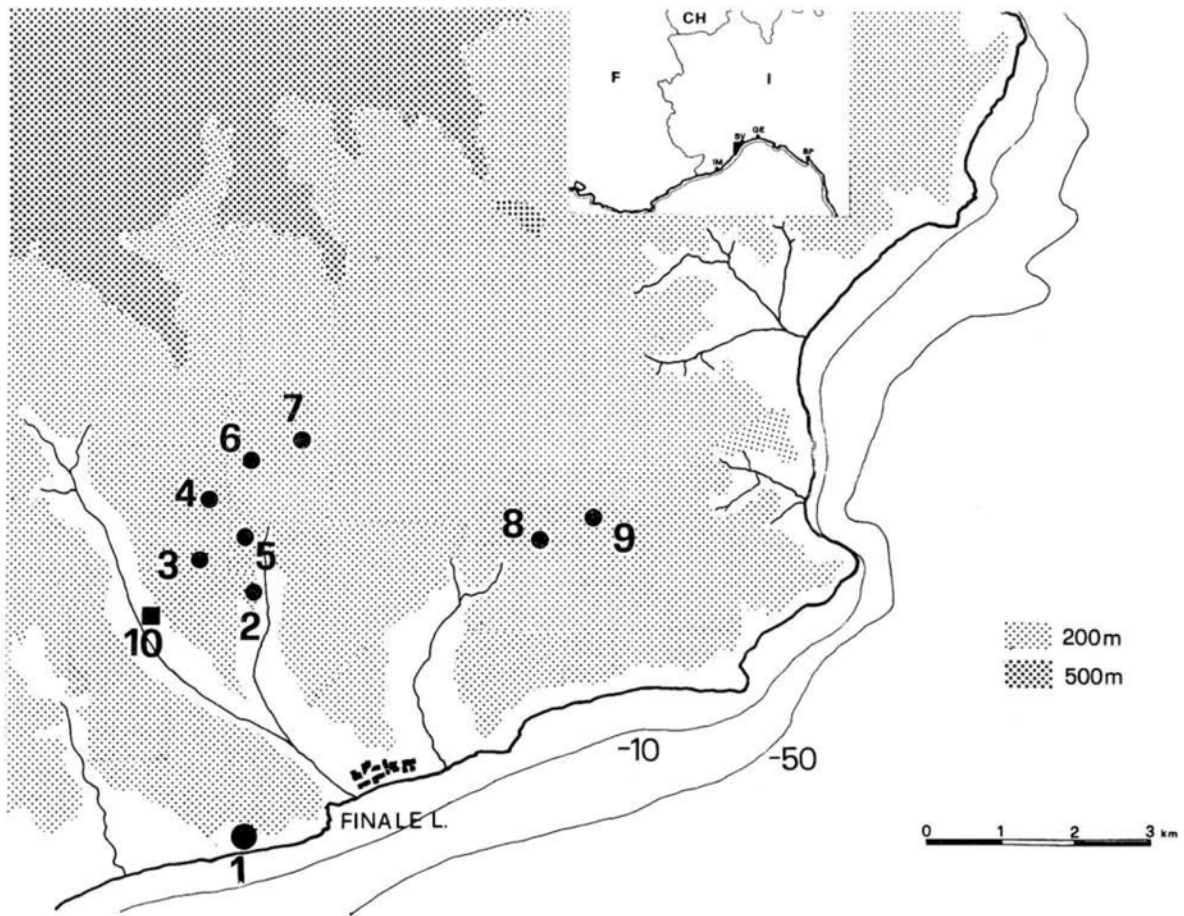


Figure 2.7 Emplacement de la caverne des Arenes Candide (#1) dans la région entourant la ville de Finale Ligure. La carte comprend d'autres sites néolithiques, en grotte (de 2 à 9) et en plein air (#10). 2. Anime ; 3. Pollera ; 4. Sanguineto, 5. Frate ; 6. Morto ; 7. Aquila ; 8. Fate ; 9. Manie ; 10. San Sebastiano. Source Maggi et Starnini 1997.

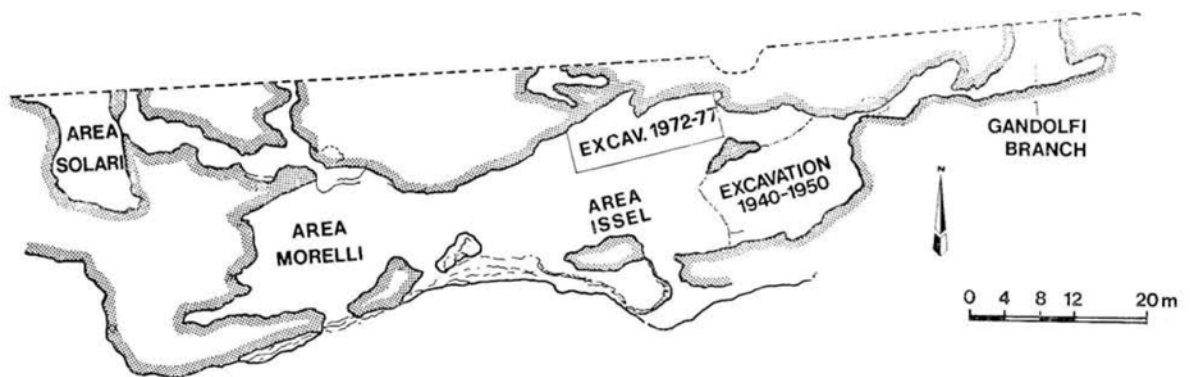


Figure 2.8 Plan d'ensemble des interventions archéologiques à l'intérieur de la Caverne des Arenes Candide. Source Maggi et Starnini 1997.

supérieur jusqu'à la période moderne. Les fouilles de Bernabò Brea dans les années 1940-60, de Santo Tiné dans les années 1970 puis celles de Roberto Maggi à partir du début du XXI<sup>e</sup> siècle (figure 2.8) ont permis d'établir une séquence chronologique du Néolithique qui est employée pour la chronologie d'autres sites de l'Europe de l'Ouest.

Cette séquence se base sur les attributs stylistiques des céramiques et se découpe comme suit :

- AC1, de 5800 à 5600 av. notre ère, les décors sont faits de sillons d'impressions, à l'aide des ongles, des doigts, par pincement ou à l'aide d'outils en bois et en os. Ce style a été appelé *Impressa* et sa diffusion porte sur toute la côte nord de la Méditerranée jusqu'en Espagne.
- AC2, de 5400 à 5300, les céramiques sont décorées avec des impressions au cardium (coquillage) d'où l'appellation *Cardial*. Cette culture céramique occupe les mêmes aires géographiques que l'*Impressa*.
- AC3, de 5300 à 5000, ce style est en continuité avec le Cardial puisqu'il utilise plus de surface du coquillage pour faire les décors.
- VBQ, ou *vasi a bocca quadrata*, daté de 5000 à 4250. Comme son nom l'indique, le VBQ se caractérise par une ouverture à plan carré, ou quadrilobée. Les décors à l'impression persistent, mais on voit apparaître des attributs stylistiques qui marquent aussi une chronologie : décor par grattage et formation de lignes géométriques, spirales et méandres, incisions et impressions formant des lignes géométriques. Le VBQ semble être une spécificité à l'arc liguro-provençal, ne s'étant pas propagé ailleurs (Nicholas Branch, *et al.* 2014). Cette période est parfois séparée en deux, dans la littérature, où la première est marquée par une occupation plus intense (Arobba, *et al.* 2017; Maggi et Starnini 1997).
- Le Chasséen, d'influence provençale et daté de 4250 à 3750 av. notre ère vient clore la séquence du Néolithique aux Arene Candide (Arobba, *et al.* 2017; Binder, *et al.* 2008; Maggi et Starnini 1997; Tiné, *et al.* 1999).

À ces différentes phases correspondent des types d'occupation. Par exemple, le complexe Impressa-cardial est caractérisé par une occupation discontinue de pasteurs. Ce niveau est pauvre en pollen, si on le compare aux niveaux suivants, bien qu'on note la présence de

céréales telles que l'orge et l'en grain (Arobba, *et al.* 2017; Nicholas Branch 1997a). Il est aussi moins fourni en sphérulites, signal normalement utilisé pour détecter la présence d'herbivores. Cela pourrait indiquer que les caprinés n'étaient pas parqués à l'intérieur de la grotte (Macphail, *et al.* 1997). On retrouve des cendres et du charbon de bois compris dans deux foyers, attestant d'une occupation domestique (Macphail, *et al.* 1997; Traverso 1999).

L'analyse de l'assemblage faunique du site suggère une activité mixte de subsistance dès les débuts de l'occupation néolithique. On élevait les moutons autant pour leur lait que pour leur viande (Rowley-Conwy 1997, 2000). L'attestation de l'usage de produits laitiers par les lipides détectés dans quelques céramiques du Néolithique ancien confirme cette activité de subsistance (Drieu 2017). Les produits de la mer étaient aussi exploités, comme le souligne la présence de coquillages, tels les patelles et les coques (Ghisotti 1997).

Après une courte période d'abandon de la grotte survient le Néolithique moyen, signalé par l'horizon VBQ et marqué par une occupation plus soutenue. Les céramiques sont plus nombreuses et leurs techniques de fabrication se font plus raffinées. Le pollen de céréales abonde, mais on remarque aussi la diversification des plantes amenées dans la grotte par les humains. Des fougères et des bruyères servent de couches pour les petits ruminants — moutons et chèvres — qui sont gardés maintenant en enclos, à l'intérieur de l'abri rocheux. Les pasteurs apportent des branches d'arbre et de buisson pour le fourrage (Binder, *et al.* 2008; Nicholas Branch 1997b; Nicholas Branch, *et al.* 2014). Notons en passant qu'une grande quantité de pollen de belle-des-prés, *Fillipendula*, qui a servi d'agent de conservation à la bière sur les îles Britanniques, a été relevée sur cet horizon. On observe dans la stratigraphie de ce niveau des couches de cendre à intervalles réguliers, couches constituées de branches d'arbre et de coprolithes. Cela manifeste un nettoyage par brûlis, feu allumé à la fin d'un cycle d'occupation. Entre ces couches de cendre se trouve un sol enrichi des excréments de ruminants, augmentant ainsi la somme des cristaux d'oxalate de calcium présents. Ce détail est particulièrement important pour la méthode d'analyse des résidus sur les céramiques (voir chapitre 4).

Il n'est pas clair si la grotte est occupée de manière permanente durant cette période. L'assemblage faunique — moutons, chèvres et cochons — analysé par Rowley-Conwy (2000) pointe vers une habitation à l'année, ou du moins une occupation qui ne serait pas dictée par le rythme des saisons. Des trous de poteaux suggèrent une structure avec toit qui aurait été installée

à l'intérieur de la grotte afin de protéger les occupants d'écoulement venant de la voûte rocheuse (Tiné 1999b :170). Des foyers et un fourneau à céramique révèlent une occupation pour plus d'une saison (*ibid.*). Cependant, des éléments de la vie quotidienne manquent aux Arene Candide et la grotte pourrait bien faire partie d'un ensemble d'établissements interconnectés.

En plus de servir d'enclos pour les bêtes d'élevage, la grotte a accueilli 47 sépultures pour la seule période du Néolithique (J. Riel-Salvatore, comm. personnelle). À cela s'ajoutent des os humains épars, faisant monter à une centaine le nombre minimal d'individus. Une seule sépulture a été repérée au niveau du Néolithique ancien (Canci, *et al.* 1999), le reste se situant dans les niveaux supérieurs. Dans les tombes, les corps sont couchés sur le flanc gauche, parfois en position fœtale, orientés vers le nord ou nord-est. On y a souvent saupoudré les corps avec de l'ocre rouge, seul geste rituel relevé dans toute la Ligurie (Canci, *et al.* 1999; Del Lucchese 1997). Les sépultures, délimitées par des pierres plates durant le Néolithique moyen, sont placées le long de la paroi de la caverne. Le mobilier accompagnant les défunts y est pauvre, comprenant à de rares occasions des épingles en os — qui attachaient sans doute les vêtements — et des objets en bois non identifiés. Une seule sépulture, celle d'un enfant, comprend un vase de la période VBQ, posé près de la tête (Del Lucchese 1997).

La présence de sépultures au Néolithique des Arene Candide ne donne pas au site un rôle de nécropole. Bien que la plupart du temps, les tombes soient placées le long des parois, elles se superposent parfois, laissant entrevoir un manque d'organisation, du moins de planification; ce ne serait pas le cas dans une nécropole. Il semble plutôt ici que les enterrements se fassent au gré des circonstances, lorsqu'un décès survient. Un tel cimetière, semi-organisé, se trouvera néanmoins à un endroit où l'on pense revenir.

D'autres éléments de la vie rituelle s'ajoutent à ceux des tombes : les statuettes en argile, dites « féminines » sont au nombre de trois, auxquelles s'adjoignent également deux fragments (Tiné 1999a). La morphologie des statuettes permet de relier les Arene Candide à d'autres sites de la période culturelle du VBQ. « Les statuettes retrouvées sur les sites du Néolithique moyen semblent indiquer une unité spirituelle des habitants du VBQ. » (Tiné 1999a : 323). Mais l'archéologue n'arrive pas à proposer une signification définitive pour ces figurines. Pourrions-nous faire un parallèle entre les statuettes des Arene Candide et celles qu'on trouve en contexte domestique du Proche-Orient ? Est-ce que le rituel dans ce cas-ci n'en serait pas un de tous les jours, renforçant l'idée d'une occupation résidentielle de la grotte ?

Lorsqu'on jette un regard sur les manifestations d'ordre spirituel, on constate le manque de signaux de stratification. Rien n'indique le développement d'inégalités ou de complexification sociale pour le Néolithique ligure. On doit alors admettre que ces sociétés sont d'une complexion égalitaire.

Je veux citer au passage un extrait de l'analyse morphologique des céramiques du niveau VBQ faite par Tiné. Cet extrait discute la fonction problématique des verres, *bicchiere*, de forme conique, difficiles à utiliser : serait-ce un objet de prestige, ou un accessoire cérémoniel pour libations périodiques incluant de la bière ? demande l'auteur (Tiné 1999b:159).

En résumé, les Arene Candide font figure de site archéologique de référence, par sa stratigraphie bien conservée qui a donné une chronologie détaillée. Le site, qui n'est pas unique, a permis d'établir des liens avec d'autres sites contemporains de l'arc liguro-provençal. La caverne de La Pollera, Pian de Ciliegio, Arma dell'Acqua du côté italien, l'abri Pendimoun, Giribaldi, la grotte Lombard, entre autres, du côté français, sont des sites qui ont connu une occupation comparable aux Arene Candide, avec toutefois une séquence moins longue. Ces séquences temporelles correspondent toutes avec la chronologie des Arene Candide. La néolithisation au début du VI<sup>e</sup> millénaire s'est faite par la mer, par cabotage le long de la côte. Nous le supposons, car le développement à partir des établissements du sud de l'Italie s'est fait trop rapidement pour l'avoir été par la terre (Binder, *et al.* 2008; Branch, *et al.* 2014). On observe le même phénomène sur les côtes de la péninsule ibérique où on retrouve des marqueurs de la culture cardiale (Zilhão 2001). L'approvisionnement en obsidienne des sites de l'arc liguro-provençal sur les îles de la Mer Tyrrhénienne conforte l'hypothèse de transport maritime (Lugliè 2009).

Dans une perspective plus large, les Arene Candide se conforment bien avec les autres sites de la Méditerranée de l'ouest : le site entre dans la catégorie des établissements de communautés agropastorales égalitaires.

## **2.4 Question et hypothèses**

La caverne des Arene Candide se trouve à mi-chemin de la route prise par les communautés de la culture Impressa-cardiale, à partir de l'Anatolie jusqu'en Atlantique. Ces cultivateurs ont quitté le Proche-Orient après la domestication complète des plantes et des animaux. L'hypothèse que la néolithisation de l'Europe se serait produite par échange d'idées

est abandonnée depuis la fin du XX<sup>e</sup> siècle (Özdoğan 1997; Rowley-Conwy 2011). Le motif qui aurait poussé les cultivateurs à migrer vers l'ouest reste à élucider, mais la proposition d'une *fuite* pour éviter de se retrouver dans de grandes communautés, celles-ci engendrant des pressions et difficultés de gestion, fait son chemin dans la littérature archéologique (Özdoğan 1997; Zilhão 2001). Après un développement de l'assortiment néolithique comprenant la céramique à partir de 7000 av. notre ère, l'agriculture se disperse en-dehors du Croissant fertile, en passant par l'Anatolie, puis les Balkans (J. Burger et Thomas 2011; Özdoğan 1997). De là, deux routes principales ont été avancées, celle du Danube et ses confluent, puis la route de la Méditerranée et sa côte septentrionale. Les Arene Candide sont tributaires de cette dernière route.

L'idée de *fuite* vers l'ouest est soutenue par le manque de complexification sociale qu'on constate sur tous les sites néolithiques européens. On observe en effet l'absence totale de stratification jusqu'à l'Âge du Bronze, comme si les communautés refusaient de se subordonner à une élite, en maintenant un système où la solution réside dans la dispersion.

Les Arene Candide reflètent bien cette position. Comme nous venons de le voir, le site comporte des indices d'habitation, avec tout ce qu'il faut pour cuisiner, transformer les produits primaires (par ex. lait) en produits secondaires (par ex. fromage). Si on joint à cela des signes de ritualisation, on ne peut parler toutefois de rituel ostentatoire. Les traces d'occupation sont légères au début du Néolithique mais s'intensifient au Néolithique moyen. On peut avancer une occupation plus soutenue sans pour autant parler d'habitation principale : le nettoyage par le feu de l'enclos impose que les gens devaient quitter les lieux. De plus, comme aucun champ n'a été associé à la caverne, certains pensent que les villages d'agriculteurs se trouvaient dans les vallées, près des rivières. Cette hypothèse n'est soutenue que par deux sites fouillés jusqu'à ce jour, soit San Sebastiano di Perti, près de Finale Ligure (figure 2.7), et Località Coasco, près de Villanova d'Albenga (Binder, *et al.* 2008, Riel-Salvatore, comm. personnelles). L'érosion des sols propre à cette topographie escarpée n'a pas permis aux archéologues d'accéder aux sites qui renforceraient l'idée d'une occupation secondaire pour les Arene Candide.

Y a-t-il des traces d'alcool aux Arene Candide ? Pour répondre à cette question, je propose d'appliquer les outils analytiques mis en place pour cette recherche, c'est-à-dire l'observation microscopique et l'analyse chimique des résidus sur les céramiques récupérées lors des dernières fouilles du site. Certains types de résidus sont détectables

macroscopiquement, leur collecte en est donc plus aisée. Les résidus microscopiques qui requièrent une analyse chimique posent un défi quant à la sélection des céramiques extraites : comme ils sont la plupart du temps invisibles à l'œil nu — puisqu'insérés dans la matrice céramique — et qu'on ne peut se permettre d'y aller au hasard, mon choix portera sur les céramiques dont la morphologie suggère un usage d'entreposage (grand format, embouchure étroite) ou de consommation « spéciale » (céramique fine et décorée).

L'expérimentation (chapitre 3) et les connaissances archéologiques préalables ont mené à une constatation : le brassage de la bière laisse des traces dans le registre archéologique qui diffèrent de sa consommation. En fait, la simple consommation, si elle passe par le transfert dans un verre ou gobelet individuel, ne laisse pas de trace directe et ne peut donc qu'être suggérée. Cela oblige à tester seulement l'hypothèse suivante : il y a absence ou présence de traces de production. Dans le cas d'une hypothèse nulle de production, je m'attends à ne trouver aucun résidu de saccharification ou de fermentation sur les céramiques.

À l'inverse, le rejet de l'hypothèse nulle, soit qu'il y a de l'alcool aux Arene Candide, demande qu'on trouve les résidus suivants pour la production : grains de céréales germés, qu'ils soient entiers ou agglomérés en pâte, traces évidentes de germination et de saccharification (traces qu'on peut détecter au microscope seulement), levures visibles au microscope, mince couche d'oxalate de calcium sur les parois internes des céramiques. Cette hypothèse positive, celle où on trouve des preuves de production d'alcool, entraîne une forte probabilité de consommation sur les lieux sans qu'on ait besoin d'en trouver toutes les preuves physiques. Le contraire ne peut pas être dit : il se peut qu'on ait brassé une bière ailleurs pour la consommer aux Arene Candide.

Dans le cas de la validation de l'hypothèse nulle, c'est-à-dire si l'alcool ne se détecte pas dans le registre archéologique des Arene Candide, cela pourrait signifier que l'alcool n'était ni produit ni consommé au Néolithique de la Ligurie. À l'opposé, la présence d'alcool viendrait ajouter du poids à l'hypothèse d'une occupation de longue durée de la grotte.

Le rejet de l'hypothèse nulle soulève son lot de questions secondaires : peut-on relier l'alcool à un développement de la complexification sociale? Ou à un contexte rituel particulier ?

C'est à l'Âge du Bronze (2500 av. notre ère) en Europe de l'Ouest, je le rappelle, qu'on voit l'émergence des complexification et stratification sociales. Les sépultures commencent



alors à s'accompagner de mobilier riche et les tumuli, qu'on voit s'ériger dès le début du Néolithique en Europe Atlantique, sont maintenant construits pour un seul individu. Cette complexification est marquée par l'apparition des céramiques à morphologie campaniforme (*Bell Beaker*), et d'un assortiment de coupes à boire sur lesquelles on a pu détecter à quelques reprises des traces d'alcool (Hornsey 2003; Rojo-Guerra, Garrido-Pena et García-Martínez-de-Lagrán 2006; Rojo-Guerra, Garrido-Pena, García-Martínez-de-Lagrán, *et al.* 2006). Peut-on alors rendre l'alcool responsable de ce développement, comme le font Hayden et Dietler, ou doit-on y voir un résultat d'une évolution inéluctable à laquelle ne peut échapper une population grandissante ?

S'il y a en effet de l'alcool aux Arene Candide, on ne peut éviter de lui donner un rôle d'aliment « spécial ». Il pourrait avoir été produit pour souligner un événement particulier, rythmer les travaux quotidiens ; mais il pourrait aussi avoir été fait pour écouler les surplus à la fin d'un cycle d'occupation, pour éviter d'avoir à transporter de grandes réserves. Est-ce qu'un produit comme la bière apporte du prestige, dans le sens que suggère Hayden (2003, 2009) ? Cela est difficile à voir dans ce contexte où aucune trace de festin n'a été détectée et où l'espace d'habitation n'est pas découpé en cellules familiales, ce qui aurait pu montrer l'importance d'une famille par rapport à une autre. L'aire semble occupée plutôt par des éleveurs formant un groupe social homogène. Si ce groupe comprend un individu d'importance, cela ne paraît pas dans les sépultures de cette grotte (Del Lucchese 1997; Tiné, *et al.* 1999), ni sur les autres sites de Ligurie (De Pascale et Arobba 2008). Le prestige pourrait alors émerger du savoir-faire du brassage de la bière et élever en quelque sorte la personne qui possède ce savoir.

L'hypothèse positive de la présence d'alcool est soutenue d'abord par des considérations historiques et géographiques. Rappelons que Can Sadurní en Espagne (4720 et 4240 cal av. notre ère pour le Néolithique post-cardial) a fourni les preuves d'un savoir-faire brassicole. Si on remonte dans le temps, il se peut que ces communautés Impressa-cardiales, longeant la côte méditerranéenne à partir des Balkans vers le début du 7<sup>e</sup> millénaire et passant par l'arc liguro-provençal, aient apporté la *recette* de la bière avec eux. Bien que n'ayant aucune preuve à l'appui pour supposer le déplacement d'un savoir-faire à partir des Balkans, nous devons envisager que cette absence ait pour cause un manque de recherche en ce sens. Comme le dit Dietler (1990) une fois que les boissons alcoolisées sont intégrées à une société, la tendance est rarement inversée, et sa production-consommation s'orientent plutôt vers une augmentation. En acceptant

les résultats obtenus sur le site de Raqefet (Liu, *et al.* 2018), et si les analyses confirment la présence de bière à Göbekli Tepe et à Jerf el-Ahmar, il y a de fortes chances que la technologie du brassage ait été implantée dans ces sociétés et ait voyagé vers l'ouest avec ces premiers agriculteurs européens. En cela, l'idée d'une invention *in situ* de la bière en Europe, comme le suggère Nelson (Nelson 2005), ne tiendrait plus. Si les premiers agriculteurs sont arrivés en Espagne vers 5400 av. notre ère (J. Burger et Thomas 2011; Zilhão 2001) et qu'on remonte l'arrivée de ceux-ci aux Arene Candide vers 5800, c'est-à-dire 400 ans plus tôt, on peut donc, de manière prudente, supposer que la bière y fera son apparition 400 ans plus tôt qu'à Can Sadurní, vers 5100-4600 av. notre ère, soit pendant la période du Néolithique moyen.

Un second aspect chronologique pourrait être pris en compte. On remarque que très tôt, au début du Néolithique, les différentes espèces de céréales acquièrent une spécialité, visible dans leur traitement différentiel. Si on retourne à l'exemple de Jerf el-Ahmar, l'orge sauvage est trempée avant d'être transformée, tandis que les autres céréales sont moulues. De plus, les types de céréales sont divisés dans l'espace, renforçant leur rôle spécifique. Dans son livre sur l'histoire du brassage, Ian Hornsey (2003) s'appuie sur la présence de l'orge sur les sites et dans les relevés polliniques pour inférer le brassage de la bière. Au Proche-Orient et en Europe, dès les débuts de la néolithisation, l'orge accompagne le blé amidonnier. Le blé tendre, ou blé à pain (*Triticum aestivum*), ne fait son apparition qu'après 6000 av. notre ère en Iraq (Hornsey 2012: 176), mais on continue à cultiver l'orge et l'amidonnier. Bien que l'orge ait des propriétés adaptatives remarquables pour les latitudes septentrionales, il se peut que les cultivateurs l'aient également conservé pour ses propriétés brassicoles.

Une autre considération qui va dans le sens de la probabilité de consommation sur les lieux a déjà été formulée par Tiné, lorsqu'il aborde les verres de l'horizon VBQ (Tiné, 1999b). Que la possibilité qu'il y ait eu de la bière dans ces verres lui soit passée par la tête me conforte dans mon hypothèse. Il relie cependant la consommation à une action ritualisée, ce qui vient s'ajouter à la liste des différents rôles possibles de l'alcool dans ce contexte.

La diversité des formes des contenants céramiques des Arene Candide rend possible la production et la consommation sur les lieux. Ce seront donc les attributs morphologiques qui détermineront le rôle de l'alcool dans ce contexte, ainsi que la spatialisation des artefacts. Il faut néanmoins souligner qu'une preuve de production n'exclut pas une consommation ritualisée. Sera-t-il possible de déterminer exactement le rôle de la bière aux Arene Candide ?

# Chapitre 3 — Expérimentation

L'expérimentation en archéologie se veut un moyen de répondre à des questions précises de recherche (Reynolds 1999). Il est ainsi possible de vérifier certaines hypothèses suggérées par le registre archéologique et les parallèles ethnographiques. Les expériences en laboratoire sont caractérisées par la réplique et le contrôle serré des variables. Les expériences sur le terrain relâchent le contrôle sur les variables, mais resserrent la réplique au plus proche de situations anciennes. Tandis que les archéologues travaillent la plupart du temps avec des échantillons très petits, l'archéologie expérimentale constitue une opportunité unique de corroborer des théories avec un échantillonnage à volonté, et des essais reproductibles (Marsh et Ferguson 2010). Pour une approche hypothético-déductive, que je propose d'utiliser ici afin de résoudre la question posée, l'expérimentation servira surtout à définir les attentes : quels éléments devrions-nous retrouver dans le registre archéologique dans le cas où il se serait brassé de la bière aux Arene Candide ? Quels résidus sont produits durant la production, et après consommation ?

Avant d'exposer la démarche expérimentale, il est nécessaire de comprendre la chaîne opératoire de la bière. Cela engendrera la définition de termes utilisés et facilitera la compréhension des défis qu'impose la production d'alcool. Elle s'explique de deux façons, soit par son processus chimique, soit par son savoir-faire.

## 3.1 La chaîne opératoire de la bière

### 3.1.1 La chimie de l'alcool

La production de la bière et celle du vin ne sont pas le résultat des mêmes procédés. L'alcool produit à partir des céréales — maïs, blé amidonnier, orge, riz, millet — se différencie des vins par l'étape de saccharification et cette étape lui confère l'appellation de *bière* (Jennings, *et al.* 2005). Ainsi, la distinction se fait par le procédé de fabrication et non par le degré d'alcool obtenu.

Le brassage de la bière commande qu'on transforme d'abord l'amidon, qui est un polysaccharide ou sucre complexe, en monosaccharide, ou sucre simple ; cette première étape

doit précéder celle de la fermentation. Pour ce faire, les enzymes contenues dans le grain doivent être activées, soit sous l'action de l'eau et de l'oxygène, soit avec un mélange de salive. La germination permet de déclencher l'action des diastases (enzymes contenues dans l'orge et le blé), se concentrant dans la racine et la tige qui commencent à sortir du grain. En germant, la graine produit, par l'intermédiaire des enzymes, le sucre dont elle aura besoin pour sa croissance avant que la photosynthèse ne prenne le relais. La salive contient aussi des enzymes qui peuvent remplacer celles qui naissent de la germination. Dans un deuxième temps, pour que l'amidon se brise complètement et se transforme en sucre simple, il doit être soumis à un degré plus élevé que la température ambiante ; cette étape s'appelle la *saccharification* et consiste à compléter le travail des enzymes et à transférer le sucre dans l'eau. Pour finir, l'action des enzymes doit être arrêtée par une cuisson au-delà de 75 °C. Les enzymes meurent et le pH diminue pour donner un environnement acide, propice à la croissance des microbes nécessaires à la *fermentation* (Dineley 2004; Jennings, *et al.* 2005).

La deuxième étape, la fermentation, nécessite la présence de levures. Celles-ci se nourrissent, en l'absence d'oxygène, de sucre pour produire en retour de la chaleur, de l'éthanol (alcool) et du dioxyde de carbone. Lorsque l'alcool atteint un certain ratio par rapport au volume total, cela a pour effet d'étouffer les levures qui meurent peu à peu (Dineley 2004). Si la fermentation se déroule en milieu anaérobique (sans oxygène), le dioxyde de carbone demeure dans le liquide et le taux d'alcool augmente à raison de 15-18%, dépendamment du taux de sucre initial. Dans des conditions où le contrôle d'isolation est minimal, le taux ne dépassera pas 3-5% (Katz et Voigt 1986).

La première étape, celle de la saccharification, n'est pas nécessaire pour les vins qui sont faits à partir de fruits, car le jus de ces derniers contient déjà des sucres simples. De plus, certains fruits comme le raisin développent une pellicule de levure naturelle sur la peau. La fermentation du moût de raisin commence aussitôt l'extraction du jus complétée.

Lorsque la fermentation est terminée, certains liquides dont le pourcentage en alcool est bas créent un environnement propice à la prolifération de l'*acerobacter*, bactérie qui transforme l'éthanol en acide acétique et lactique, altérant grandement le goût. Cela rend la bière d'orge, par exemple, impropre à la consommation. Pour contrer cet effet, on peut élever le taux d'acidité, baisser le taux de sucre en augmentant le pourcentage d'alcool, ou entreposer à basse température (Jennings, *et al.* 2005).

En résumé, les étapes nécessaires à la production de la bière, du point de vue chimique, sont dans l'ordre : développement des enzymes, saccharification, fermentation.

### **3.1.2 Le savoir-faire technique de la bière**

La bière peut être faite à partir de céréales sauvages ou domestiques. Nous verrons les différents procédés pour la bière d'orge, de riz et de maïs. On peut aussi faire de la bière avec du millet, du sorgho, du manioc, de l'arachide ou des bananes. Toutefois, il n'est pas nécessaire dans le cadre de cette recherche de décrire ces différentes recettes. Il semble même qu'il y ait autant de recettes que de brasseurs! Je m'en tiendrai donc aux boissons produites dans les foyers primaires de néolithisation en décrivant les gestes dans leurs grandes lignes.

#### **3.1.2.1 La bière d'orge et de blé amidonnier**

Après avoir cueilli les céréales, on peut les entreposer ou les transformer aussitôt. La germination des céréales sera plus facile si on laisse les grains reposer de six à douze mois, respectant ainsi leur cycle de reproduction (Zarnkow, *et al.* 2011). On les met à germer dans une assiette, dans une jarre couchée, sur une natte, sur un plancher de maltage ou enrobées dans un tissu qu'on laisse tremper dans un ruisseau (Dineley 2004; Jennings, *et al.* 2005), ce dernier procédé étant le plus facile, car le flot continu empêche les moisissures de s'installer. Sinon, il faut arroser les grains tous les jours, les retourner pour les oxygéner. La pénombre est aussi nécessaire pour que la germination s'amorce. L'orge prend 5 à 6 jours à germer; pour le blé amidonnier, il faut en compter 7 à 8 (Jennings, *et al.* 2005:280). Cela pourrait s'expliquer par le fait que l'orge possède deux enzymes, alpha-amylase et beta-amylase (qu'on réunit sous l'appellation *diastase*) et ce en très grande quantité, contrairement au blé et autres céréales qui en possèdent beaucoup moins (Hornsey 2003). Ces enzymes sont à l'œuvre pendant la germination et la saccharification.

La céréale germée est appelée malt par les brasseurs d'aujourd'hui. On peut, à cette étape de la production, décider de faire sécher le malt au soleil ou de le cuire dans un four pour arrêter la germination et permettre l'entreposage pour un usage ultérieur. Le séchage arrête le processus de germination, empêchant le grain de consommer totalement le sucre qu'il était en train de produire. Il est aussi possible de convertir aussitôt le grain germé en maiche pour conclure l'étape de saccharification. Dineley (2004) a expérimenté plusieurs façons qui, selon elle, ont

été utilisées au Néolithique. Dans tous les cas, il faut d'abord piler le malt pour rendre son sucre plus accessible. Ensuite, en plaçant une assiette en céramique près d'un feu, elle amène le malt trempé dans l'eau à environ 60-67 °C afin de ne pas tuer les enzymes qui agissent encore dans la conversion de l'amidon en sucre (figure 3.1). Après une heure, les arômes sucrés s'en dégagent et le malt tourne tranquillement au doré puis au brun, avec une texture caramélisée (Dineley 2004:5). L'autre manière est de mélanger suffisamment d'eau au malt pour produire un pain dense et hétérogène qui est déposé sur une pierre plate, près du feu. Durant la saccharification, le pain est aspergé afin d'éviter qu'il ne cuise et que la saccharification ne s'arrête. Ce procédé prend plus de temps que celui exécuté dans l'assiette en céramique, mais la saccharification en pain pourrait avoir été utilisée au Néolithique acéramique. Ce pain devenu très sucré peut être conservé au sec durant des mois, et selon la chercheuse, cela pourrait être un des premiers sous-produits des céréales à avoir été consommé, étant donné son avantage nutritif, son goût et sa facilité de conservation (Dineley 2016a). Elle s'appuie sans doute sur les descriptions de recettes sumériennes impliquant ce type de pain à base de malt (Oppenheim, dans Braidwood, 1953 #14).

Une autre technique a été tentée, en utilisant cette fois un bassin en pierre rempli d'eau. On fait chauffer l'eau avec des pierres chaudes jusqu'à la température idéale, lorsqu'on voit une légère vapeur se former à la surface. On ajoute alors le malt qu'on laisse tremper pendant une heure (Dineley 2016b). Cette technique de saccharification se rapproche sensiblement de celle utilisée par les brasseurs d'aujourd'hui, ayant remplacé les pierres par une combustion autrement plus facile à contrôler. On l'appelle la saccharification ou l'*empâtage* par *infusion* (Guézille 2017).



Figure 3.1 Expérimentation de saccharification en plein air, faite par Merryn Dineley. Source Dineley 2016a

Une fois que la saccharification est terminée, on « rince » la maîche ou le pain avec de l'eau chaude. On peut le faire en mettant le tout dans le même contenant, ou en faisant passer de l'eau chaude sur la maîche placée dans un tamis. Le but est de transférer le sucre dans le moût. Dans le cas de la saccharification par infusion, il s'agit de retirer le malt du moût et d'en extraire le plus de liquide possible. Le restant de malt, qu'on appelle drêches, est donné aux animaux d'élevage qui en raffolent. Dineley (2004:6) dit avoir utilisé cinq livres (2,27 kg) de malt brassé pour obtenir 2 gallons (9,02 litres) de moût (pour un rapport de 1:4). Le liquide est alors mis à bouillir, parfois avec des herbes telles que la belle-des-prés (*Filipendula*) ou des feuilles de tilleul (*Tilia cordata*) comme aromate ou agent de conservation. Une fois le liquide refroidi, on le transvase dans un contenant qu'on peut fermer. La levure peut être ajoutée, ou le liquide est laissé à l'air libre pendant une nuit pour permettre aux levures présentes dans l'air de venir peupler le moût. Si on le laisse fermenter dans un contenant qui a auparavant servi à cet

effet, il y aura déjà de la levure résiduelle. Cela rend l'ensemencement par les levures beaucoup plus facile et sain. Ce procédé a dû inciter les premiers brasseurs à enchaîner les brassages.

Homan (2004) a expérimenté une autre manière de faire : après avoir cuit les pains de malt dans un four à 250 °F pendant deux heures pour compléter la saccharification, il les a laissés dans un bassin ouvert rempli d'eau. Après deux jours, sous l'action des levures sauvages, la fermentation commence ; trois jours après, une bière à 2-3% est prête pour la consommation (Homan 2004). Ainsi, on peut produire une *petite* bière sans avoir à sceller le liquide, mais le taux d'alcool n'atteindra jamais le niveau qu'on lui connaît aujourd'hui. De plus, on s'expose au risque de cultiver des bactéries indésirables. Sans agent de conservation, la bière tourne après sept jours ; elle doit donc être consommée à l'intérieur de ce laps de temps. Il faut environ deux semaines pour produire de la bière d'orge ou de blé, si on passe par toutes les étapes en commençant par le maltage.

Toutes les céréales peuvent être transformées en bière mais l'orge demeure l'ingrédient idéal, par ses caractéristiques morphologiques. Le grain est recouvert d'une cosse qui empêche l'amidon de se diluer complètement dans l'eau chaude pendant l'empâtage. Il en résulte une bière plus claire. Le blé amidonnier avait aussi une cosse, ce qui le mettait au deuxième rang des céréales choisies pour la bière.

Pour l'étape de la germination, il est mentionné, ailleurs, que si les céréales n'atteignent pas leur maturité, il est peu probable qu'elles puissent germer. Par exemple, Kavanagh (1994) se demande si pendant l'Épipaléolithique, les céréales sauvages cueillies par les Natoufiens étaient mûres, puisqu'à maturité, celles-ci étaient sans doute déjà éparpillées par le vent. L'auteur remet ainsi en question la possibilité que les Natoufiens et les premiers peuples du Néolithique aient pu produire de la bière. Néanmoins, le cas de Raqefet (voir au chapitre 2) contredit l'hypothèse de Kavanagh. Il faudrait alors se demander si les Natoufiens avaient la capacité de récolter des céréales sauvages mûres, ou s'il est possible de faire germer des céréales immatures.

### **3.1.2.2 La bière de riz, ou *sake* — Asie orientale**

La bière de riz est fabriquée de manières diverses et Jennings et collègues en décrivent quatre. Je me contenterai de les mentionner rapidement, en commençant par la plus simple qui



consiste à verser de l'eau bouillante sur du riz, d'y ajouter de la salive humaine pour déclencher la saccharification, puis laisser le tout fermenter pendant sept jours (Jennings, *et al.* 2005 citant Kondo 1984). La plus complexe s'échelonne sur de multiples étapes : on fait passer le riz dans un broyeur grossier pour enlever les lipides, protéines et minéraux indésirables qui altèrent la clarté du liquide obtenu. Le riz se retrouve en quelque sorte « poli ». Le grain est lavé plusieurs fois avant d'être trempé dans de grands vases pendant plus de 25 jours. Le riz est ensuite drainé, puis cuit à la vapeur pendant 20-60 minutes pour que l'amidon se gélatinise. On verse alors de l'eau froide dessus et le riz est laissé à refroidir sur des nattes de bambou. Le riz est alors mis dans un grand vase ouvert rempli d'eau pour former une mixture, une maîche épaisse qu'ils appellent *moromi*. Ainsi, la saccharification et la fermentation se déroulent en même temps, dans le *moromi*, avec l'addition de *koji*, un concentré d'amylase, de protéase, d'enzymes et de jeune maîche contenant des levures. Il faut en tout entre 25 à 70 jours pour arriver à produire un *sake*. La boisson peut atteindre les 10 à 20 % d'alcool et se conserve pendant des années si elle est bien entreposée (Jennings, *et al.* 2005).

Pour McGovern (Jennings, *et al.* 2005), cette dernière méthode décrit plutôt les procédés modernes. Hayden pense que la méthode est trop complexe et il soupçonne que le *sake*, avec ce raffinement de production, doit avoir été élaboré dans un contexte de société stratifiée, consommé seulement par l'élite. Pour les périodes plus anciennes, il préférerait une méthode plus simple qu'il a eu la chance d'observer chez des groupes vivant dans les montagnes de l'Asie du Sud-Est. Il ajoute qu'à sa connaissance, il faut 10 kg de riz pour produire 13 à 15 bouteilles de 750 ml de *sake*, soit entre 9,75 et 11,25 litres (Jennings, *et al.* 2005).

### **3.1.2.3 Bière de maïs ou *chicha* — Amérique du Sud**

Pour l'étape de saccharification, il existe deux manières d'extraire le sucre de l'amidon du maïs. La première et la moins longue consiste à moudre le grain d'abord puis, après avoir arrosé légèrement la farine d'eau pour en faire une pâte, on doit la façonner en boulettes qu'on met dans la bouche pour les enrober de salive. On écrase la boulette entre la langue et le palais pour en faire une galette qu'on laisse sécher au soleil. La deuxième méthode serait de faire tremper les grains pendant 12-18 heures pour les mettre ensuite dans un endroit sombre et humide pendant trois jours, le temps que les grains germent. Les grains germés sont ensuite mis au repos, empilés et couverts d'une toile pour deux jours. Finalement, après avoir été séchées

au soleil durant deux à cinq jours, dépendant de la température, les pousses sont pilées et moulues. Le tout peut prendre de huit à treize jours (Jennings, *et al.* 2005).

Pour produire le moût, on fait bouillir la maïche pendant un à trois jours, en ajoutant souvent de l'eau, en alternant la chauffe et le refroidissement. Après avoir filtré le sirop obtenu, on le laisse fermenter pendant un à six jours, dépendant de la température ambiante et de l'altitude (Hastorf et Johannessen 1993; Jennings 2004). La *chicha* doit être consommée dans les 7 jours après la fin de la fermentation car elle surit rapidement (Jennings, *et al.* 2005).

D'après Hayden, il faut dix kilos de maïs pour produire 7,5 litres (Jennings, *et al.* 2005). Pour Jennings (2004) on peut produire 1,16 à 1,25 litres de chicha par kilo de maïs mais certaines chicherias atteignent un plus haut rendement en convertissant un kilogramme de maïs en 6,44 litres de chicha (Jennings 2004). Sur le plan de la mobilisation du travail, l'auteur nous apprend qu'il faut une quantité relativement grande de femmes et d'enfants pour procéder à la saccharification par mastication, tandis que la germination mobilise beaucoup moins de personnes mais prend plus de temps. Aujourd'hui, cette opération peut être effectuée par une seule personne (Hayashida 2008).

Les différentes chaînes opératoires de la bière, du sake et de la chicha nous permettent de juger de l'organisation, de la mobilisation et du temps que cela prend pour procurer de l'alcool pour un festin. De plus, les diverses étapes laissent des marques sur les produits de base tels que les céréales, distinguant le brassage des autres procédés de cuisine, comme la cuisson, l'ébullition ou le grillage. On peut donc se servir de ces marques pour l'analyse du registre archéologique en relation avec la production de la bière d'orge, de blé et de riz. La consommation d'alcool, quant à elle, est détectable par analyses chimiques, seulement sous certaines conditions. Malheureusement, les procédés impliqués dans la production de la chicha font en sorte que le matériau se dissout et ne laisse que très peu de traces dans le registre archéologique (Dozier 2016; Dozier et Jennings 2018).

## **3.2 Les expérimentations antérieures**

Les expérimentations archéologiques relatives à la bière sont peu nombreuses mais existent tout de même. Merryn Dineley (Écosse), pour sa thèse de doctorat, a procédé à la

saccharification du malt en plein air, à l'aide d'un feu, de pierres plates et d'un contenant en céramique (Dineley 2004). En produisant des pains de malt par aspersion sur pierre plate chauffée, elle voulait tester les outils de l'époque, outils qu'on rencontre selon elle à Skara Brae. Elle réussit dans un premier temps à reproduire ces galettes qui peuvent être réservées pour une fermentation ultérieure (Dineley 2004 :6-7). Dans un deuxième temps, elle utilise des plantes aromatiques disponibles localement et distribuées en Europe de l'Ouest, plantes qui réussissent à prolonger la durée de conservation : le myrte des marais (*Myrica gale*), le lierre terrestre (*Glechoma hederacea*) et la belle-des-prés (*Filipendula*) font partie de la pharmacopée utilisée à la période médiévale, mais probablement au Néolithique également. Le houblon n'a commencé à être ajouté à la bière de manière plus régulière qu'au IX<sup>e</sup> siècle de notre ère pour ses propriétés taniques et anti-microbiennes — même si elles n'étaient pas complètement comprises<sup>4</sup> (Dietler 2006, Nelson 2005, 2014). L'ajout de plantes se fait après la saccharification, au moment de faire bouillir le moût. L'expérimentation archéologique de Dineley s'arrête lorsqu'elle fait fermenter le moût dans des gallons en verre. Elle n'a donc testé que l'étape de la saccharification avec la technologie du Néolithique et son contexte.

Zarnkow et collègues (2011) ont quant à eux expérimenté l'étape du maltage, qui consiste à faire germer de l'orge sur des nattes de fibre végétale, et l'étape de la saccharification à froid. L'expérimentation consistait à tester les contenants céramiques retrouvés à Tall Bazi, en Syrie. Le pot dont la base est trouée aurait parfaitement pu servir de germinateur. Mais les chercheurs ont préféré utiliser une natte déposée à l'intérieur d'un bâtiment de briques de boue. Là, la température ne montait jamais au-dessus de 24°C. Après quatre jours où l'orge était arrosée et retournée, ils firent sécher le malt sur le toit où la température peut grimper à 60°C en été. Cette étape avait pour but de mettre de côté le malt pour un brassage ultérieur. La saccharification s'est produite à 34°C, et la fermentation, à 24°C. Malheureusement, les auteurs ne mentionnent ni la technique (feu, braise, avec pierres chauffées) ni les outils utilisés pour cette étape (céramiques ressemblant à celles trouvées sur le site ou autres types de contenants) (Zarnkow, *et al.* 2011).

---

<sup>4</sup> Toutefois, une découverte archéologique suggère sa première utilisation dans le brassage de la bière, reculant sa date à 560 av. notre ère. L'analyse d'un pot en céramique retrouvé dans une nécropole de l'Âge du Fer à Pombia, en Italie, révèle la composition de cette boisson rituelle, incluant le houblon (Gambari 2015).

Crystal Dozier, insatisfaite des inférences tirées de la typologie des céramiques péruviennes quant à la production de la chicha, a entrepris l'étude des granules d'amidon et leur transformation sous l'action de différents procédés utilisés dans le brassage et la cuisine. Elle espérait discerner une différence entre l'amidon retrouvé dans un contexte de brassage de la chicha, et celui qu'on observe après la préparation de soupe ou autre plat de maïs. En reproduisant la chicha selon une méthode établie par Henry *et al.* (2009), elle a pu démontrer que les granules présentent des dommages qui diffèrent selon certains paramètres, comme la température ou le temps d'ébullition. Il s'avère cependant que le grain de maïs a une structure qui se « gélatinise » très rapidement, rendant le profil du granule quasi indiscernable, fusionné avec d'autres. Comme le brassage de la chicha exige qu'on s'approche de la température d'ébullition pendant la saccharification, tout comme le font la plupart des préparations de nourriture utilisant un liquide, il devient donc impossible de faire la différence entre les deux procédés (Dozier 2016).

À l'instar de l'expérimentation de Dozier, Henry et collègues (2009), Samuel (1996a, 1996b), Wang et collègues (2017) apportent des réponses grâce à la microscopie. Elles seront abordées au chapitre 4, lorsqu'il sera le temps de décrire la méthodologie.

### **3.3 L'expérimentation pour ce mémoire**

La partie expérimentale de cette recherche avait pour but de reproduire une partie de la chaîne opératoire de la bière à l'aide des outils techniques disponibles au Néolithique. Les maillons de la chaîne opératoire qui ont été reproduits sont la saccharification par infusion, la fermentation et la consommation. Je voulais ainsi mettre en contact les céramiques avec le matériau primaire, puis le produit final. Je visais plusieurs objectifs :

1. Produire des résidus de bière comprenant des restes de drêches, d'amidon, de levure et d'oxalate de calcium, biomarqueur de la bière, afin de comprendre comment ils sont produits à chaque étape de la chaîne opératoire ;
2. Saisir le comportement des résidus avec la céramique, à savoir si les résidus comme l'oxalate de calcium, pénètrent la matrice céramique. Dans le même ordre d'idée, le but était de repérer à quel moment les résidus se forment ;

3. Réussir à convertir le moût en alcool dans un pot en céramique sans glaçure, en cherchant les conditions anaérobiques essentielles à la fermentation ;
4. Tester les méthodes d'analyse envisagées pour cette recherche;
5. M'exercer à l'extraction des résidus à l'aide de la micro-meuleuse avant de procéder pareillement sur les céramiques archéologiques.

L'expérience ne cherchait pas à recréer très exactement ce qui pouvait se faire en Préhistoire, et seulement quelques paramètres ont pu être contrôlés. L'inoculation par levures naturelles (provenant de l'environnement immédiat) a été délaissée, au profit d'une fermentation plus sûre par l'ajout de levure en sachet. Il n'était pas nécessaire non plus de procéder à la saccharification en plein air puisqu'elle avait déjà été expérimentée par Dineley (2004). La source de chaleur utilisée fut donc le rond d'une cuisinière électrique. Le filtrage s'est fait avec des passoirs en aluminium pour obtenir un produit le plus clair possible. Je suis consciente que ce filtrage peut paraître excessif comparé à ce qui pouvait être fait en Préhistoire, mais il est peu probable que des résidus de drêches soient parvenus jusqu'à nous par le biais du registre archéologique. Je n'avais donc pas l'intention de les reproduire par l'expérimentation. Enfin, j'ai choisi comme paramètre de reproduire une bière avec le moins de gestes et d'étapes possibles, afin de m'éloigner de la sophistication qu'on rencontre aujourd'hui dans les brasseries, mais aussi pour démontrer qu'une bière peut être obtenue de manière simple.

L'expérimentation du brassage de la bière néolithique en est une de courte durée, ce qui a l'avantage de pouvoir se reproduire plusieurs fois, en changeant chaque fois des paramètres. Cela permet aussi de s'ajuster afin d'améliorer le processus. Les variables furent la proportion malt/eau, le contenant utilisé pour la saccharification, la quantité de moût dans le vase de fermentation influençant l'environnement anaérobique, l'épaisseur du couvercle, le temps d'ébullition, le temps de fermentation. L'expérience fut répétée cinq fois, après quoi le vase fut considéré inutilisable. La répétition fut donc circonscrite pour des raisons techniques, et non de façon volontaire.

### 3.3.1 Les outils et les ingrédients employés

L'assemblage céramique pour cette expérimentation fut constitué de trois petits bols et d'un vase moyen. Ils ont été fabriqués par l'archéologue expérimental Martin Lominy avec de l'argile pure et du dégraissant composé de sable. Ils ont été cuits sur le feu en plein air ; la température de cuisson n'a probablement pas dépassé les 800 °C. Les céramiques présentent des taches noires, symptomatiques d'un contact avec les braises du feu (Lominy, comm. personnelle).



Figure 3.2 Vase moyen EXPGV

Le vase moyen (nommé EXPGV, figure 3.2) mesure 11,5 cm en diamètre et 12,5 cm en hauteur. Les parois ont une épaisseur de 8 mm en moyenne. Son volume ne dépasse pas les 750 ml. Il comportait au départ quelques micro fissures qui se sont élargies avec le temps, la chaleur et la fermentation. Le plan horizontal au niveau de la lèvre n'est pas égal. Les petits bols ont quant à eux 10 cm de diamètre au niveau de la lèvre et environ 5 cm de hauteur. Le profil est légèrement évasé et leurs parois ont 8 mm d'épaisseur. Chaque bol a reçu un numéro d'identification : EXPB1, EXPB2 et EXPB3 (figure 3.3).



Figure 3.3 Petits bols dédiés au trempage.

L'argile du couvercle a été achetée dans un magasin de fourniture artistique et était pure. Un thermomètre à cuisson fut employé pour contrôler la température de saccharification, et j'ai utilisé une cuillère de bois pour le brassage. D'autres outils plus modernes ont servi pour isoler de la contamination ou de problèmes sanitaires éventuels : des assiettes en aluminium pour protéger les surfaces de l'humidité potentielle, et des passeroies en métal ont été apposées sur les bols pendant l'étape de l'évaporation des liquides pour éviter d'attirer les drosophiles ou autres insectes amateurs de sucre.

Un densimètre a été employé à partir de la troisième expérience pour mesurer le taux de sucre avant et après la fermentation. Lors de trois expérimentations sur les cinq, une casserole en acier a servi à la saccharification, afin de réserver le vase pour la fermentation et l'épargner pour les expériences successives.

Le malt a été acheté dans un magasin de la rue Saint-Dominique à Montréal, la *Choppe à Barrock*. Il s'agit d'orge à deux rangées, cultivé pour le brassage de la bière. Il n'a pas été torréfié et à l'achat, il a été passé au moulin. J'ai par la même occasion acheté un sachet de 11,5 g de levures de marque Fermentis. Ce sont des levures sèches, de souche *Saccharomyce Cerevisiae*, d'origine américaine.

Enfin, l'eau provient de l'aqueduc de la ville de Montréal. Je n'ai réalisé aucune analyse de l'eau mais j'ai pris soin d'utiliser un filtre Brita pour enlever surtout le chlore susceptible de changer le goût.

### 3.3.2 Description des expérimentations

L'expérimentation de Dineley (2004) a servi de modèle pour les différentes étapes de la production de bière expérimentale. Je me suis assurée que les conditions essentielles — saccharification, arrêt des enzymes, fermentation — soient incluses lors de chaque expérimentation. Ces cinq expérimentations se sont déroulées une après l'autre, parfois enchainées, sur une période de 85 jours. Un volet de l'expérimentation comportait une étape de trempage des petits bols pour répondre à une des questions : est-ce que la consommation est susceptible des laisser des traces dans les céramiques utilisées ? Le premier bol a reçu de la bière une fois, le deuxième deux fois et le troisième, trois fois.

#### Description de l'expérience 1.

Placé sur un rond en céramique de cuisinière électrique, le vase a été rempli d'eau filtrée (750 ml). J'ai fait monter la température tranquillement, pour éviter les chocs thermiques qui peuvent endommager le vase. Après avoir atteint 50 °C, j'ai ajouté 200 grammes de malt pour obtenir une proportion d'environ 1:4 en tenant compte du poids (figure 3.4). Entre 55 et 60 °C, une vapeur légère s'est formée à la surface du liquide, signal déjà enregistré par Dineley (2004). La saccharification a duré en tout 60 minutes. Pendant cette étape, du liquide a traversé les parois. J'ai donc ajouté de l'eau pour maintenir le niveau de 750 ml.

Les mesures de température ont été exécutées avec le thermomètre à cuisson. Le fond du vase étant plus chaud que le reste, j'ai utilisé une cuillère de bois pour y déposer la pointe du thermomètre afin de prendre une mesure moyenne du brassin. À la fin de la saccharification, j'ai filtré le tout pour retirer les drêches (le grain) à l'aide d'une passoire en métal (figure 3.5) et j'ai fait monter la température pour bouillir le moût. Cela doit



Figure 3.4 Saccharification exécutée à l'aide d'une cuisinière électrique et d'un thermomètre à cuisson.



avoir pour effet d'arrêter le travail des enzymes et de stériliser le tout. L'ébullition a duré 3 minutes.

J'ai laissé refroidir environ une heure avant d'ajouter les levures. Le moût était encore tiède. Je n'ai pas brassé et, utilisant une galette d'argile, j'ai scellé le tout (figure 3.6). Une mousse est apparue à la surface au 4<sup>e</sup> jour et une partie du liquide a débordé dans l'assiette d'aluminium. *De visu*, j'ai évalué que le volume du liquide était aux 2/3 de la capacité du vase. Au 5<sup>e</sup> jour, j'ai noté une odeur de yogourt se dégageant du vase. Le liquide était presque à la moitié du volume de départ.



Figure 3.5 Les drèches, retirées à la fin de la saccharification.



Figure 3.6 Le couvercle d'argile, placé pour la fermentation.

Après sept jours de fermentation, j'ai ouvert le vase et, avec une poire à jus, j'ai transvidé une partie de la « bière » dans un verre pour en voir la couleur. Cet instrument a été utile car les parois étaient couvertes par une couche de moisissure de couleur verdâtre. J'avais le désir de ne pas toucher à ces résidus pour les maintenir en place. Il y avait aussi ces mêmes résidus à la

surface sous forme de mousse épaisse. Dans l'optique de goûter le résultat, je voulais éviter d'en introduire dans le verre.

Le goût de ce premier brassage fut acide, avec une forte odeur de yogourt, sans doute à cause de l'inoculation par des lactobacilles ou des *Acetobacter*. Ces dernières convertissent l'alcool en acides acétique et lactique. Le développement de cette acidité est normal jusqu'à un certain point et semble être causé par la fermentation (Jennings, *et al.* 2005). Mais les lactobacilles ont tendance à apparaître après une semaine de fermentation, si la pasteurisation du moût n'a pas été bien faite ou si on n'a pas ajouté de tanin qui ralentit l'activité microbienne. Je crois que la durée courte de l'ébullition après la saccharification est la cause du goût très acide et de l'odeur de yogourt.

## **Expérimentation 2.**

Ce deuxième essai fut entrepris avec le but de réduire l'oxygène dans le vase pendant la fermentation. Je me suis donc employée à produire plus de moût, quitte à atteindre les limites volumiques du vase.

J'ai lavé méthodiquement la céramique, puis je l'ai remise sur le feu en la remplissant d'eau jusqu'au bord. La chaleur du rond de cuisinière a fait suer la céramique, laissant sortir du même coup les sucres du brassage précédent. Il en est résulté un résidu de caramel brûlé collé au rond de la cuisinière.

Les mêmes étapes que l'expérience 1 ont été suivies sauf pour deux paramètres : lors du filtrage de la drêche, j'ai pressé le grain dans le tamis pour en faire sortir le jus, puis je l'ai rincé avec de l'eau bouillante afin de récupérer le plus de sucre possible, comme le suggère Dineley (2004). Cette étape a été exécutée à l'aide d'une casserole. J'ai ensuite fait bouillir 8 minutes au lieu de trois, pour pasteuriser plus efficacement.

Après un long refroidissement, j'ai transvidé le moût dans le vase en prenant soin de ne pas ajouter les sédiments plus lourds qui s'étaient accumulés dans le fond. J'ai ensuite rajouté les levures et brassé le tout pour m'assurer que la fermentation n'accuse pas de retard. Un couvercle aussi épais que le premier a été déposé sur le vase rempli à ras bord. Après une journée, la fermentation avait commencé, car le liquide avait pris de l'expansion, débordant en coulées rougeâtres. J'ai ouvert le couvercle pour constater que le niveau avait baissé de 2 cm, ce qui me semblât convenable.

Au septième jour, j'ai ouvert le vase. Il n'y avait pas d'odeur de yogourt cette fois. Une croûte grisâtre s'était collée au couvercle (figure 3.7). En enlevant les levures à la surface, j'ai testé le résultat : au goût se révèle une petite acidité qui se rapproche du vin blanc, et j'ai pu détecter une odeur d'alcool. Le pétilllement était très léger, mais présent. J'ai pris plusieurs gorgées dont les effets se sont fait sentir dans l'estomac par un engourdissement léger. Considérant l'expérience réussie, j'ai transvidé la bière dans les trois petits bols EXPB 1 à 3. Elle a mis environ 10 jours à s'évaporer.

J'ai aussi effectué un prélèvement par grattage à la lame des résidus sur le couvercle, sur les parois, les lèvres et le fond du vase, et chaque extraction a été mise dans des pots séparés.



Figure 3.7 Après une semaine, quand on ouvre le couvercle, une couche de levures repose à la surface. Pendant la fermentation, la mousse est montée, pour aller se coller au couvercle.

### **Expérience 3.**

Le troisième brassage avait pour but de modifier le temps de fermentation pour voir si un taux d'alcool plus élevé pouvait être obtenu. Comme l'expérience 2 fut considérée une réussite, j'ai conservé tous les autres paramètres, en mettant un papier d'aluminium entre le feu et le vase pour limiter les dégâts de la saccharification précédente. Cependant, le papier d'aluminium a rendu le contrôle de la chaleur plus difficile et j'ai dépassé plusieurs fois la limite de température que je m'étais donnée, soit 70 °C.

Pour cette expérience, je me suis procurée un densimètre qui m'a permis de mesurer le taux de sucre et d'estimer le potentiel de production d'alcool. Cette mesure doit être prise lorsque le moût a atteint la température ambiante, ou 20°C. Au-delà de cette température, les mesures apparaissent plus basses. La mesure prise avant la fermentation était de 1,040 en densité, ce qui correspond à un taux de 5% de potentiel en alcool.

Au bout de la dixième journée de fermentation, le vase et son contenu ont été remis au réfrigérateur et une dégustation entre collègues a eu lieu au douzième jour. À ce moment, la bière comportait très peu de mousse à sa surface, et le taux d'alcool était pratiquement nul, probablement parce que l'éthanol s'était évaporé. Le goût était encore acide, mais pas au point de rappeler la première expérience. Le nez était malté et une odeur de levure était présente.

N'étant pas satisfaite par cet essai, je n'ai pas utilisé la bière pour le trempage des bols.

### **Expérience 4.**

Dans le but de m'assurer une production d'alcool, j'ai entrepris la 4<sup>e</sup> expérience avec l'objectif de faire plus de moût pour reproduire un environnement complètement anaérobie et de faire fermenter 8 jours. Pour épargner le vase qui commençait à présenter des signes de faiblesse, j'ai effectué la saccharification dans une casserole en acier, ce qui a facilité le contrôle de la chaleur et permis de produire plus de moût.

En passant toujours par les mêmes étapes que précédemment, j'ai obtenu un volume satisfaisant ; j'ai pu mettre de côté un surplus qui a été ajouté le jour d'après au moût en fermentation afin de compenser les pertes créées par la porosité de la céramique. Cette fois-ci, le liquide suinta par les fissures élargies, allant même jusqu'à faire des bulles au travers de la

paroi (figure 3.8). Le niveau étant maintenu au plus haut, cela a provoqué un nouveau problème : le couvercle d'argile s'est mouillé de part en part, menaçant de s'effondrer dans le liquide en fermentation (figure 3.9). Je l'ai remplacé deux fois.



Figure 3.8 Pendant la fermentation, le moût suinte par les fissures.



Figure 3.9 Provoqué par le travail des levures, le moût se gonfle et humidifie le couvercle.

Deux mesures de densité ont été faites avant et après. Commenant à 1,040, la fermentation a abaissé la densité à 1,025, ce qui suggère un taux d'alcool de 3%, si l'éthanol ne s'est pas évaporé. Au nez, le taux d'alcool était plutôt subtil, mais après en avoir bu quelques gorgées, les effets, quoique très légers, se sont faits ressentir.

J'ai utilisé la bière de cette expérience pour l'étape du trempage, dans deux des bols, EXPB2 et 3.

### **Expérience 5.**

Lors de cette expérience, 250 grammes de malt et 1 litre d'eau ont été utilisés, en gardant toujours un rapport de 1:4. La casserole d'acier a encore été utilisée, les fissures du vase s'étant encore plus élargies. Une mesure au densimètre indiquait un potentiel de 10% en volume

d'alcool. Il se pourrait que la saccharification ait fait évaporer une partie du liquide, concentrant les sucres.

En utilisant un couvercle d'argile plus épais et en ne le levant qu'une fois pour observer le travail des levures, j'ai obtenu une bière légère avec un taux d'alcool détectable au nez. J'ai versé une partie de la bière dans le troisième bol EXPB3 pour le trempage (et bu le reste).

### **3.3.3 Observations et remarques**

Au travers de ces cinq expériences, on s'aperçoit que brasser une bière avec un contenu alcoolique appréciable n'est pas chose aisée. Cependant, cette expérimentation réussit à contredire ce que d'autres ont pu affirmer à propos de la faisabilité d'une production d'alcool dans des céramiques sans imperméabilisant (Hornsey 2003: 18-19 et 198, citant le travail de Dineley et Dineley 2000). Il semblerait que, une fois la céramique imbibée, ce qui crée en quelque sorte un écran pouvant contenir l'évaporation d'alcool, il soit possible de créer un environnement anaérobique satisfaisant. Il convient tout de même de déposer un couvercle sur le contenant, pour à la fois empêcher la circulation d'oxygène et bloquer l'introduction de microorganismes qui viendraient en gâcher le goût. Dans cette optique, il me semble sensé d'avoir deux types de céramiques pour les deux étapes principales, soit la saccharification et la fermentation. La saccharification exige un vase à grande embouchure qui permet d'observer la surface du moût tout en brassant régulièrement le grain. Une petite embouchure serait l'idéal pour le grand vase qui servirait à la fermentation. Cela faciliterait son occlusion et profiterait à la fermentation dans un milieu sans oxygène.

Après la cinquième expérience, le vase déjà fissuré au départ est devenu fragile au point de se défaire en morceaux sous la seule pression des mains (figure 3.10). Arthur (2003), dans son ouvrage ethnographique chez les Gamo en Éthiopie, observe que le brassage de la bière produit des attritions à la surface interne des vases. Les attritions sont attribuées à l'acidité de l'alcool. Au Pérou, où on fait aujourd'hui de la chicha pour la vendre, les brasseries artisanales utilisent des grands vases en céramique pour faire bouillir le maïs germé. D'après les observations de Hayashida et les dires de ses informatrices, ces vases ont une durée de vie de 2 à 4 semaines (Hayashida 2008). Les jarres de fermentation ont une durée de vie autrement plus longue, ce qui laisse à penser que c'est la chaleur qui est en cause, ici, et non l'acidité de la bière. Malgré tout, je crois qu'il pourrait s'agir de la combinaison des deux. Les brasseurs

préhistoriques ont dû se rendre compte que la saccharification usait grandement les vases et pour éviter de perdre les produits d'un brassage, ils ou elles ont sûrement trouvé plus sûr d'utiliser une jarre pour la fermentation, plus solide et qui n'a jamais été en contact avec le feu.

Les résidus susceptibles d'être rencontrés peuvent autant se trouver sur les lèvres que dans le fond des céramiques. La saccharification et la fermentation produisent toutes les deux leur lot de croûte d'amidon et de levure. La consommation — le trempage des bols —, quant à elle, a surtout démontré que si la bière est laissée à l'air libre, elle devient un milieu propice à la prolifération de champignons de toute espèce (figure 3.11).



Figure 3.10 Morceau du vase moyen



Figure 3.11 Dans les petits vases dédiés au trempage, le milieu est propice à la naissance de champignons.

Enfin, il n'a pas été possible d'observer macroscopiquement l'apparition d'oxalate de calcium pendant cette expérience, du moins sous forme de couche uniforme. Aujourd'hui, ce résidu jaune-blanc se retrouve dans toutes les cuves de brasseries et ne disparaît qu'après un nettoyage à la solution acide (figure 4.4.1, chapitre 4, :92 de cet ouvrage). En parlant avec Frédéric Cormier, maître brasseur et propriétaire de la microbrasserie Hopfenstark, l'oxalate de calcium se rencontre à toutes les étapes du brassage, en particulier lors de la saccharification, à cause de la chaleur. Cependant, il n'apparaît macroscopiquement qu'entre la 10<sup>e</sup> et la 15<sup>e</sup> brassées. On le voit aussi dans les cuves de fermentation mais l'oxalate se présente alors plus tard, après la 15<sup>e</sup> brassée. Il m'aurait donc vraisemblablement fallu exécuter cinq autres essais pour pouvoir en observer à l'intérieur de mon expérimentation.

## Chapitre 4 — Méthodologie

Contrairement au vin qui laisse des traces chimiques propres et uniques, la détection de la bière et de l'hydromel demeure problématique. J'ai tenté, par l'élaboration d'une expérimentation centrée sur la bière, d'éclaircir certains points qui, je crois, pourront guider les recherches ultérieures. Dans un premier temps, je ferai un survol des méthodes de détection par la chimie analytique pour l'ensemble des trois familles d'alcool trouvées en Europe — vin, hydromel et bière — en faisant ressortir les acquis, mais surtout les écueils contre lesquels nous nous butons. Je mentionnerai au passage les essais tentés pour trouver un biomarqueur de la chicha. La description de la méthode qui utilise le microscope électronique à balayage (MEB) suivra dans un deuxième temps. Enfin, l'expérimentation décrite au chapitre 3 a rendu possibles deux choses : arriver à des résultats supplémentaires, autres que ceux obtenus par l'observation macroscopique, et tester les deux méthodes, chimique et microscopique.

### 4.1 La chimie analytique

L'analyse des contenus céramiques nous offre aujourd'hui la possibilité de comprendre les pratiques alimentaires des peuples préhistoriques (Drieu et Regert 2015). Les techniques utilisées procèdent par séparation, permettant de discerner toutes les composantes organiques à un niveau moléculaire, voire atomique. La condition principale à l'identification d'un produit issu du registre archéologique est que celui-ci contienne une molécule ou une chaîne de molécules propre à lui, qu'on appelle un *biomarqueur* (Drieu et Regert 2015 :83, citant Evershed, 1993). On doit aussi tenir compte du résultat de la dégradation de ce biomarqueur, que ce soit par action du temps (processus diagénique) ou par manipulation de l'humain (Regert 2007). Ce biomarqueur doit être facilement isolable car les résidus qu'on rencontre sont souvent le résultat de plusieurs préparations et de recettes différentes, qu'on appelle en archéologie *palimpseste*. En somme, on se retrouve devant la difficulté de comparer des spectres imparfaits avec des étalons non dégradés et purs (Jones, *et al.* 2008).

#### 4.1.1 Les types de détection

La chromatographie à phase gazeuse couplée à la spectrométrie de masse (GC-MS en anglais) a été développée dans les années 1960 (Jones, *et al.* 2008), mais n'a été utilisée en



archéologie qu'à partir de 1990 (Evershed, *et al.* 1990). La méthode a d'abord été employée pour détecter des lipides, ainsi que pour en discerner les types : lipides du lait, de gras animal, huile d'origine végétale, etc. Mais on a pu aussi déterminer l'usage des céramiques pour l'élaboration d'autres produits qui n'entrent pas seulement dans l'alimentation : cire d'abeille (Heron, *et al.* 1994), goudron et brai de bouleau (Drieu et Regert 2015; Regert 2007). La méthode GC-MS sert « à séparer les composés compris au sein de solution moléculaire hétérogène » (Drieu 2018 :86). Elle permet donc d'avoir un portrait complet d'un produit fait surtout de composés organiques volatils et légers.

La chromatographie à phase liquide à haute performance (HPLC en anglais) est utilisée pour les molécules à grande masse molaire, qui sont peu volatils. Elle est pratique pour la recherche de type de composés précis (Drieu 2018 :88). Ces composés peuvent être les acides tartrique et syringique, propres au vin (Barnard, *et al.* 2011; Guasch-Jané, *et al.* 2004; McGovern, *et al.* 2008; McGovern, *et al.* 2009; Stern, *et al.* 2008), l'oxalate de calcium, signature de la bière (McGovern, *et al.* 2008), ou des résines (McGovern, *et al.* 2009; Stern, *et al.* 2008). Elle a aussi l'avantage de sortir des résultats plus rapidement que la GC-MS (Stern, *et al.* 2008).

Le principe pour les deux types de chromatographie est le même : il s'agit de faire passer les composés à analyser dans une colonne en verre, de longueur variable d'un appareil à un autre. La vitesse de migration des divers composés au travers de la colonne les sépare en bandes de différentes couleurs. Chaque composé a sa vitesse propre, ce qui effectue leur séparation. L'intérieur de la colonne est recouvert d'une mince couche liquide à laquelle les éléments adhèrent, et qui constitue la phase stationnaire. Au bout du tube se trouve le détecteur de spectrométrie de masse, qui mesure l'abondance des molécules. Le détecteur calcule le temps de rétention (le temps que la phase stationnaire, le liquide interne, a mis à retenir les éléments). Les molécules qui se trouvent en plus grand nombre auront une note de 100%, les autres auront une note relative en pourcentage à la plus nombreuse. Pour une meilleure résolution, il peut être nécessaire de passer les extraits des échantillons plusieurs fois dans le chromatographe (Barnard, *et al.* 2007). Les deux types de chromatographie diffèrent par leur phase mobile, c'est-à-dire le milieu dans lequel le composé analysé évolue, à l'intérieur de la colonne. La phase mobile de la GC-MS est constituée d'azote ou d'hélium en phase gazeuse tandis que la HPLC en a une composée d'un mélange d'ammonium formate et d'acide formique (comm. personnelle, Sung Vo

Duy). Une autre différence tient en la longueur de la colonne. Tandis que la GC peut avoir une colonne mesurant entre 15 et 60 mètres, la LC a une colonne beaucoup plus courte, qui se compte en centimètres. C'est ce qui explique le temps peu élevé des analyses faites avec la HPLC.

Un autre type de chromatographie partageant les mêmes principes se nomme la chromatographie ionique (IC), mais a ceci de particulier qu'elle fonctionne par échange d'ions dans la colonne qui contient une phase stationnaire anionique (de charge négative) ou cationique (de charge positive), selon les analyses qu'on veut faire. La colonne contient généralement une résine chargée qui attirera les éléments : on calcule le temps de rétention à la sortie, en mesurant la conductivité électrique de l'éluat. La vitesse de migration, dans l'IC, dépendra de la charge électrique et de la masse des ions. Son domaine d'application se situe dans la détection des acides phénoliques, les carbamates, les aromatiques polynucléaires, herbicides, etc. (Sondag et Bondy 1989). Wang et collègues (2016) l'ont appliquée pour déterminer la quantité d'oxalate de calcium à l'intérieur d'un vase, et dans les sédiments connexes au vase.

Ces trois types de chromatographie demandent l'utilisation d'une base de données constituée à la fois d'étalons certifiés — c'est-à-dire des produits purs qu'on utilise à titre comparatif et pour la calibration des appareils —, et d'échantillons déjà analysés. Cela pose souvent des problèmes de disponibilité des données car la bibliothèque constituée à partir d'un appareil de détection ne peut pas nécessairement servir pour les données sortant d'un autre appareil possédant une colonne plus longue, par exemple, ou qui n'est pas calibré de la même manière. De plus, l'analyse des échantillons archéologiques qui arrivent souvent sous forme de palimpseste demande une expertise particulière dans ce domaine, surtout si on cherche à déterminer toutes les composantes d'un échantillon.

La spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier (FTIR en anglais) a aussi pour but de déterminer la composition d'un échantillon. Elle utilise la propriété d'absorption de la lumière des divers éléments, en fonction de leur longueur d'onde. Y joue aussi la qualité du faisceau projeté (lumière monochrome ou polychrome, intensité), qui peut être modifiée pour prendre plusieurs mesures. Les données sont ensuite comptabilisées par ordinateur qui donne à la sortie un spectre des différentes longueurs d'onde. Il peut être utile d'utiliser cette méthode pour discriminer les matières organiques des matières minérales, car le type d'analyse choisi en dépend (Drieu et Regert 2015). Mais il semble que la FTIR ne soit pas appropriée pour la détermination d'éléments au sein d'un échantillon archéologique où se rencontrent des

composants dégradés et souvent contaminés (Stern, *et al.* 2008, citant Boulton et Heron 2000). Elle a toutefois été employée à maintes reprises, de manière complémentaire, pour déterminer la présence de produit fermenté sur des échantillons archéologiques (McGovern, *et al.* 1996; McGovern, *et al.* 2008; McGovern, *et al.* 2013; McGovern, *et al.* 2005; McGovern, *et al.* 2004).

Le test de la goutte de Feigl a été élaboré par le scientifique du même nom (Feigl 1960). C'est un test très simple qui s'apparente à celui utilisé pour déterminer la présence d'amidon au contact d'iode : si amidon il y a, l'iode prendra une couleur mauve. Le test est rapide, visuel, et de nature qualitative, mais ne permet pas de mesure quantitative. Cela pose un problème, car étant donné que le résultat — l'apparition d'une couleur attendue — donne deux possibilités, soit positif, soit négatif, le seuil à partir duquel on obtient un résultat positif ne peut être déterminé. Par exemple, pour ce test de la goutte, la présence d'oxalate de calcium devrait résulter en une couleur rouge tirant sur le rose (McGovern, *et al.* 2008; Michel, *et al.* 1993), mais à partir de quelle intensité de rouge peut-on accepter un positif ? Stern et collègues (2008) relèvent aussi un problème pour la détection d'acide tartrique avec cette méthode. Dans leur évaluation des différents tests, ils ont pu constater que le standard de cet acide réagit comme on l'attend, donnant la couleur vert fluorescent. Cependant, les différents échantillons de vin moderne ont tous donné des résultats négatifs, ce qui attaque sérieusement la probité de cette méthode de détection.

## **4.1.2 Les biomarqueurs des trois alcools**

### **4.1.2.1 Le vin**

Le vin, comme nous venons de le voir, a d'abord été détecté dans le registre archéologique grâce à son biomarqueur principal, l'acide tartrique, présent en grande quantité dans le raisin (Michel, *et al.* 1993). Il peut en contenir en moyenne 4000 parties par million, variant selon la maturité, la latitude de croissance et la variété de vigne (Barnard, *et al.* 2011). L'autre fruit qui en contient le plus est produit par l'aubépine (16000 ppm). Pour cette raison, et parce que l'acide tartrique est soluble dans l'eau, propice à se dissoudre dans les sédiments, on a cherché d'autres biomarqueurs qui ensemble, renforceraient la détection du vin : la malvidine (Barnard, *et al.* 2011) et l'acide syringique pour le vin rouge (Guasch-Jané, *et al.* 2004; Pecci, *et al.* 2013; Stern, *et al.* 2008), les acides fumarique, succinique, malique, lactique, acétique, citrique, vanillique, malonique (Pecci, *et al.* 2013) et les polyphénols (Garnier, *et al.*

2003) pour les vins en général. Malgré cela, la fermentation ne peut être que suggérée puisque la présence de ces biomarqueurs pourrait aussi être due à l'entreposage du raisin, de son jus, ou de la production du vinaigre à partir du même fruit (Barnard, *et al.* 2011). On reconnaît l'amphore et le *pithoi* comme des contenants spécialisés, ayant servi au transport du vin et de l'huile d'olive dans l'Antiquité ; la chimie analytique nous aide alors à différencier leur contenu. Pour ce qui est des périodes plus anciennes, on ne peut pas avoir les mêmes certitudes en utilisant les biomarqueurs du vin, car la fonctionnalité des céramiques préhistoriques est moins spécialisée, et leur forme n'est pas nécessairement indicative de leur utilisation. Elles pourraient avoir été utilisée pour le vinaigre comme pour le vin, par exemple.

#### 4.1.2.2 L'hydromel

L'hydromel est fait à partir de miel mélangé à de l'eau, avec une proportion d'environ 30% de miel. Ce dernier ne subsiste jamais dans le registre archéologique. On retrouve plutôt la cire d'abeille, plus persistante, puisque les techniques de filtrage du miel, jusqu'à la période industrielle, laissaient toujours passer des résidus de cire (McGovern, *et al.* 2005; McGovern, *et al.* 2004). Ce biomarqueur, plus spécifiquement, consiste en une longue chaîne d'hydrocarbures finissant par une série d'alcane à nombres impairs, d'acides gras à nombres pairs et d'esters palmitiques (Drieu 2018; McGovern, *et al.* 2005; Regert 2007). Tous ces éléments moléculaires se retrouvent dans la cire d'abeille fraîche, mais il a été prouvé que le chauffage de longue durée peut faire disparaître toutes les alcanes (Heron, *et al.* 1994).

La cire d'abeille pouvait avoir plusieurs usages au Néolithique dont trois principaux sont reconnus archéologiquement. Elle pouvait servir à imperméabiliser les céramiques par l'application sur la surface interne du vase ; cette imperméabilisation soutient la fonction d'entreposage des liquides si aucune croûte produite par la cuisson n'est relevée sur le vase et si la cire se trouve répartie de manière homogène sur la surface (Drieu 2018 :106; Regert 2007). Un autre usage consiste à mélanger la cire à de la résine ou du goudron, afin de la rendre malléable dans la production d'adhésif pour l'emmanchement de pointe d'arme de jet (Regert 2007). Enfin, la cire a pu servir comme agent de combustion pour l'éclairage, donnant une lumière vive sans fumée (Drieu et Regert 2015). Dernièrement, Drieu (2018) a utilisé la cire pour le modelage des poteries faites en montage par colombins. Mélanger la cire à l'argile et au

dégraissant donne un liant qui accommode le potier. Malheureusement, la cuisson de l'argile à haute température fait disparaître toute trace de la cire. Enfin, on sait que le miel a aussi servi dans la préparation des aliments, et cela se détecte lorsqu'on trouve la cire d'abeille mélangée à du gras animal.

On voit donc que la production d'hydromel se prouve difficilement. Juan-Tresserras suggère que la détection combinée de cire d'abeille et de frustules de diatome (squelette siliceux d'algues microscopiques qu'on trouve dans l'eau douce et salée) prouverait la production d'une boisson fermentée à base de miel (Juan-Tresserras 1998). Cependant, on se trouve devant le problème récurrent : la cire aurait pu servir à imperméabiliser un vase dédié à l'entreposage de l'eau potable. Il faudrait alors observer la répartition de cette cire sur la céramique. Un contexte funéraire où on trouve un vase avec ce type de contenu ferait toutefois pencher l'interprétation vers la production d'une boisson alcoolisée.

#### **4.1.2.3 La bière**

La bière, quant à elle, produit un résidu peu soluble dans l'eau, sous forme cristalline : l'oxalate de calcium ( $\text{CaC}_2\text{O}_4$ ). Cette molécule se développe en partie pendant le brassage de la bière sous l'action de la chaleur et de la fermentation. D'autres (Zarnkow, *et al.* 2011) disent que l'oxalate de calcium (que j'appellerai simplement oxalate pour alléger la lecture) est produit pendant la germination de l'orge et du blé.

La molécule d'oxalate est aussi produite par certains types de plantes, sous forme d'acide oxalique s'alliant au calcium. Ces types de plantes sont surtout des plantes à fleurs monocotylédones et dicotylédones. On ne comprend pas bien la fonction de l'oxalate dans le développement de la plante, mais on sait qu'elle a un lien avec la photosynthèse (Franceschi et Horner 1980). Il pourrait s'agir d'un déchet produit par un trop plein d'acide oxalique, ou d'un emmagasinage d'oxalate de calcium pour un usage ultérieur. Il se peut aussi que ce soit une forme de protection contre les ruminants puisque certains cristaux sont extrêmement irritants pour le gosier des herbivores (Franceschi et Horner 1980; Prychid et Rudall 1999). Il semblerait qu'il y ait même des cellules spécialisées dans la production de ces cristaux (Franceschi et Nakata 2005).

La forme des cristaux d'oxalate produits par les plantes est dictée par l'ADN puisque ces formes se reproduisent d'une génération à l'autre, à l'intérieur d'une même espèce. La

formation cristalline devient donc la signature d'un type de plante. Il existe trois formations cristallines principales, les raphides, en forme d'aiguilles, les styloïdes, avec leur plan de coupe carrée, et les druses, de forme sphérique présentant parfois des pointes acérées (on pourrait faire une comparaison avec la forme que prend la rose des sables). La plante domestique qui en contient en quantité toxique est la rhubarbe, plus spécifiquement dans ses feuilles.

L'urine des mammifères contient aussi de l'oxalate, sous forme de ce qui est appelé *whewellite*, ou oxalate de calcium monohydrate ( $\text{CaC}_2\text{O}_4(\text{H}_2\text{O})$ ). Sa présence serait associée à la formation de pierre par les reins, constituant un mécanisme de l'organisme pour se débarrasser d'un trop plein de calcium ou d'acide oxalique (Franceschi et Nakata 2005). L'oxalate se trouve aussi de manière naturelle dans les sols, mais sous des conditions minérales particulières, sous forme de *whewellite*, *wedellite* et de *caoxite*; ces minéraux sont placés dans la catégorie des minéraux organiques, selon la classification de Nickel et Strunz (2001).

La bière n'est donc pas le seul produit anthropique de l'oxalate. L'urine des mammifères, comme celle du mouton, de la chèvre ou de l'humain même, peut laisser des traces d'oxalate dans le sol qui pourraient être en contact avec les céramiques déposées dans le sédiment après usage, causant un problème possible de contamination. Cela est d'autant plus problématique pour ma recherche que l'oxalate de calcium a été repéré à maintes reprises pendant l'analyse des sols des Arene Candide (Macphail, *et al.* 1997). Les animaux domestiques parqués dans la caverne durant le Néolithique moyen semblent avoir laissé des cristaux d'oxalate sous forme de druses, éparpillées dans le sédiment. Les cristaux pourraient aussi provenir des plantes apportées en fourrage aux animaux, ou pour la litière. Cependant, les auteurs (Canti 1997; Macphail, *et al.* 1997) parlent souvent de *sphérolites*, qu'ils pensent être une forme d'oxalate de calcium, ce qui a été contredit par la suite. Tout ceci demande donc qu'on se penche de plus près sur ces cristaux.

Étant donné que la molécule d'oxalate peut prendre plusieurs formes cristallines, j'ai pensé pouvoir faire ressortir une forme particulière d'oxalate de la bière, permettant d'éliminer de possibles contaminations. Je ferai état de quelques constatations dans ce sens à la fin de ce chapitre, dans la section 4.4.

#### 4.1.2.4 La chicha

Enfin, des chercheurs ont tenté de trouver un biomarqueur de la chicha, faisant des tests avec la GC-MS, mais sans conclusion définitive pour le moment (communications personnelles, Jennings 2018).

### 4.1.3 Processus taphonomique des résidus en relation avec la céramique

Il est essentiel de comprendre la relation entre la céramique, son usage et son contenu pour interpréter les analyses chimiques des résidus. Une fois que la poterie est abandonnée dans le sol, d'autres éléments sont à l'œuvre : eaux d'écoulement, microorganismes.

Un des premiers paramètres à prendre en compte est la capacité d'absorption de la céramique. Les premières interrogations dans ce domaine portent sur les lipides. En 2007, Barnard et Faull se demandent si la céramique a tendance à retenir dans ses pores la première utilisation, ou la dernière, ou si on a affaire aux traces de toutes les utilisations (Barnard, *et al.* 2007). Mais des expérimentations faites dès les années 1990 ont démontré qu'il n'y a pas de saturations des pores dans les premières utilisations, ni de remplacement total des résidus lors des usages subséquents. On se retrouve donc devant un échantillon de toutes les utilisations (Drieu 2018 :111 citant les travaux de Charters et al. 1997 et Evershed 2008). Toutefois, les résidus carbonisés représentent la dernière utilisation et ont tendance à sceller le contenu non carbonisé de la matrice, le protégeant des intempéries et des microorganismes (Drieu 2018 :129). Dans le même ordre d'idée, il a été prouvé qu'une migration des éléments contenus dans les sédiments jusque dans la matrice céramique est peu probable, car les quantités de ces éléments et leur distribution sont très différentes d'un milieu à l'autre (Drieu 2018 : 82, citant les travaux de Condamin et Formenti, 1978, confirmé par expérimentation :113).

Le type de denrée cuisinée influence l'absorption. Plus le produit est visqueux, plus il est susceptible d'être absorbé par la céramique. Le chauffage augmente cette propension (Regert 2007). Une seule utilisation peut donc laisser des traces.

Léa Drieu, dans sa thèse, a pu mettre en lien la porosité et la quantité de résidus prélevés : il semble que plus les pores sont petits, plus les résidus sont conservés, à l'abri des microorganismes susceptibles de les assimiler (Drieu 2018 :303). Un autre paramètre est

l'acidité des sédiments dans lesquels les artefacts sont prélevés. D'après les ouvrages de DeLaune et al. 1981 et de Moucawi et al. 1981, les sols à pH neutre sont propices à la décomposition. Un sol avec un pH plus bas que 5 (acide) conserve mieux les résidus, étant moins favorable au développement des microorganismes (cités par Drieu, 2018 #131 :124). Il semble toutefois que pour certains éléments moléculaires (les lipides de type TAG), l'acidité des sols ne soient pas favorable à leur conservation. La relation entre microorganismes et résidus lipidiques est très importante pour l'interprétation : par exemple, si le sédiment dans lequel on trouve les céramiques est acide, on a plus de chance d'en arriver à des résultats menant à des certitudes, qu'ils soient positifs ou négatifs. Ainsi, un résultat négatif indique de façon plus sûre que le vase n'a pas été en contact avec des lipides.

En ce qui concerne l'oxalate de calcium, nous sommes en droit de nous demander ce qui pousserait un microorganisme à le consommer. Son manque de solubilité dans l'eau joue en sa faveur quant à sa conservation générale. On en sait plus sur sa formation à l'intérieur des cellules idioblastes des plantes que sur sa réorganisation dans les sols une fois qu'il est relâché. Il semble conservé dans le sédiment, si on s'appuie sur l'analyse de McPhail et collègues (1997), à moins qu'une transformation chimique ne soit à l'œuvre, remettant les éléments de la molécule en circulation. Pour le moment, la littérature ne nous éclaire guère sur le sujet.

## **4.2 L'observation au microscope électronique à balayage**

Le microscope électronique à balayage (MEB) utilise la relation entre l'électron et la matière à analyser : en bombardant l'objet d'électrons, certains sont absorbés, d'autres non, faisant apparaître à l'écran le relief de l'objet étudié. Cela donne des images tridimensionnelles, avec des magnification et résolution plus élevées (avec un grossissement de 100 à 100000 fois) que le microscope optique, celui-ci étant limité par la longueur d'onde de lumière visible. Il est possible, avec le MEB, de collecter des informations sur la topographie de l'échantillon et sa composition (Goldstein, 2017; Arnaud Deconinck, INRS, comm. personnelles). Le même appareil peut aussi contenir un spectromètre à dispersion d'énergie (EDS) qui fonctionne sur la base de la dispersion des rayons X, selon les éléments qu'ils rencontrent. Il permet d'obtenir la composition atomique de l'échantillon soumis à l'analyse. Les lectures pour les deux types



d'analyses se font dans une chambre sous vide, éliminant ainsi les atomes d'oxygène sur lesquels les rayons pourraient se buter.

#### **4.2.1 Les granules d'amidon**

Dès les années 1970, on observe la transformation des granules d'amidon pendant la germination et la saccharification lors du brassage de la bière (Kawabata, *et al.* 1994; Palmer 1972). La germination provoque le développement des enzymes qui doivent transformer l'amidon en sucre dont la plante a besoin pour sa croissance initiale. La digestion des enzymes diastases laissent des traces particulières à la surface des granules : cavités, fissures. En s'intensifiant, l'attaque enzymatique évolue de la surface vers le centre, en passant par les cavités et les fissures, mais surtout par le hile (point d'attache du granule). Certains parlent alors d'*endocorrosion* (Wang, *et al.* 2017) et cette transformation survient lors de la saccharification. Le granule s'affaisse et, sous l'action du trempage, ses parois fusionnent avec d'autres granules, formant une masse semi homogène, d'apparence parfois vitrifiée. Toutes ces particularités sont visibles avec le MEB.

Delwen Samuel a été la première chercheuse à appliquer ces principes en archéologie. Dans sa recherche sur le pain et la bière en Égypte, elle a pu faire la distinction entre les résidus du pain et de la bière. Traditionnellement, en s'appuyant sur les représentations artistiques, on pensait que les anciens Égyptiens utilisaient du pain mi-cuit pour faire la bière. Samuel a démontré le contraire, en établissant clairement des particularités pour les deux produits : les granules d'amidon du pain provenant de plusieurs sites funéraires ne présentent pas de cavité ou de fissure et leurs parois sont à peine fusionnées ; les résidus récoltés sur des céramiques provenant de deux sites (Deir el-Medina, et le village d'ouvriers d'Amarna) montrent tous, à des degrés différents, des attaques enzymatiques et une fusion complète des granules (figure 4.1.1), trahissant l'utilisation d'eau chaude dans la recette (Samuel 1996b). Certains pains ont été faits à partir de grains germés (de manière délibérée et non par accident, impossible dans un climat sec) (figure 4.1.2), mais la paroi non fusionnée des granules indique un usage de peu de quantité d'eau et il ne peut s'agir d'un pain dédié au brassage de la bière. De plus, on peut observer l'étagement des structures cristallines du granule, signe distinctif de la production du pain. Les conditions climatiques de l'Égypte ont permis la conservation exceptionnelle des croutons de pains et des résidus de bière.

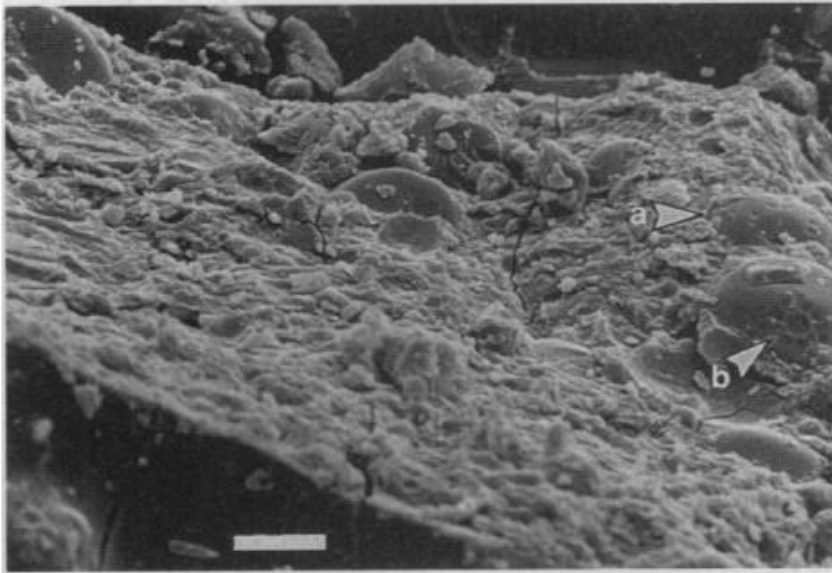


Figure 4.1.1 Quelques granules d'amidon affleurant de la surface d'une masse de gélatinisation. Agglomération typique de la bière, où on voit des cavités à la surface des granules. Source Samuel 1996b.

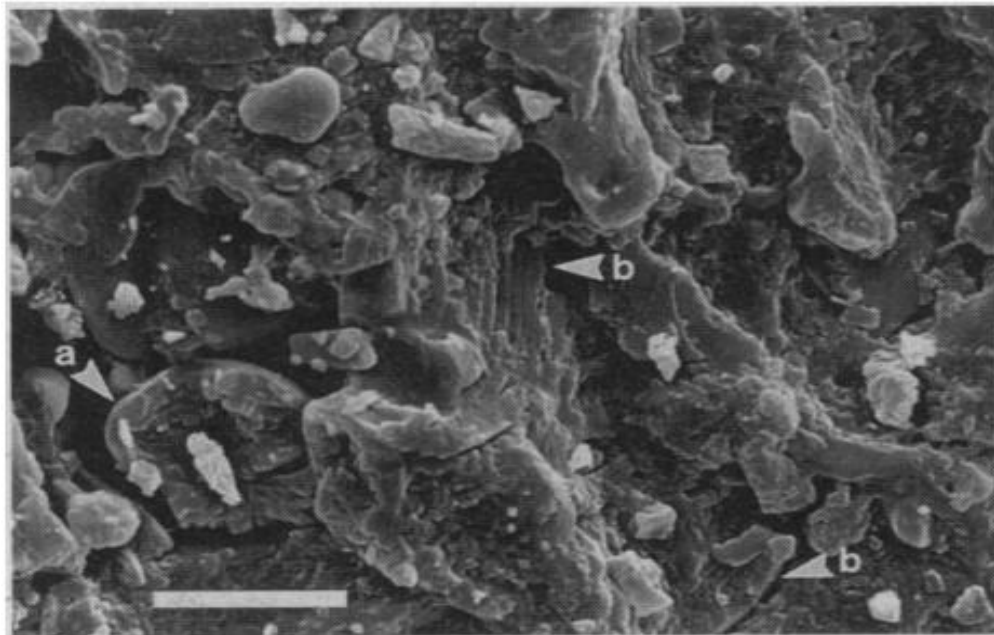


Figure 4.1.2 Microstructure d'un crouton de pain provenant d'une tombe égyptienne. a) Granule vidé mais dont on voit encore les lamelles, b) structures lamellaire typiques du pain. Source Samuel 1996b.

Suivant cette méthode, Jordi Juan-Tresserras et collègues ont utilisé le MEB pour déterminer la présence de résidus de bière dans des vases provenant de la péninsule ibérique, pour la plus grande part, datés de l'Âge du Bronze (Juan-Tresserras 1998, 2000) (figure 4.1.3). Un seul vase daté du Néolithique post-Cardial a été identifié comme ayant contenu de la bière, mais ses preuves tiennent de la présence d'oxalate et de phytolithes d'orge, et non de l'observation des granules d'amidon (Blasco, *et al.* 2008).

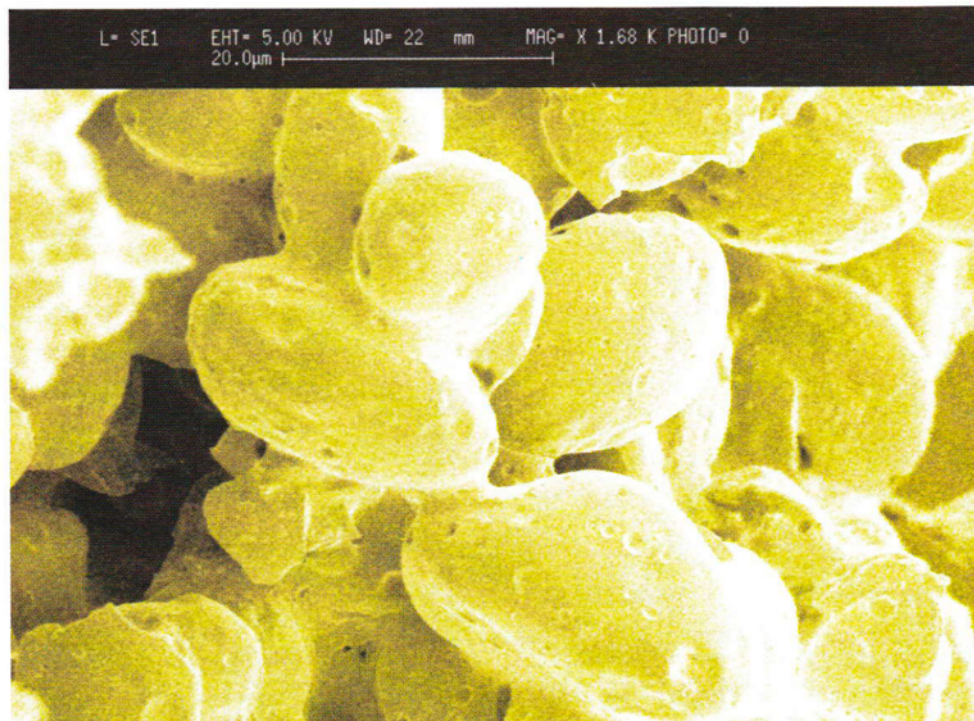


Figure 4.1.3 Attaque enzymatique créant des cavités à la surface des granules d'amidon.  
Source Juan-Tresserras 1998.

Enfin, Wang et collègues (2017) ont établi par expérimentation les différents états des granules d'amidon de plusieurs plantes — blé, orge, seigle, millet, riz, tubercules et lentilles — le long de la chaîne opératoire des produits fermentés (ou non). L'apport de leur recherche tient en une analyse plus fine de ce qui arrive au granule durant le maltage et la saccharification, séparant ainsi les deux procédés par leurs effets. Durant le maltage, les transformations se divisent en quatre étapes : 1. Piquage aléatoire de la surface ; 2. Disparition des anneaux concentriques cristallins du granule ; 3. Transformation substantielle du hile ; 4. Disparition de

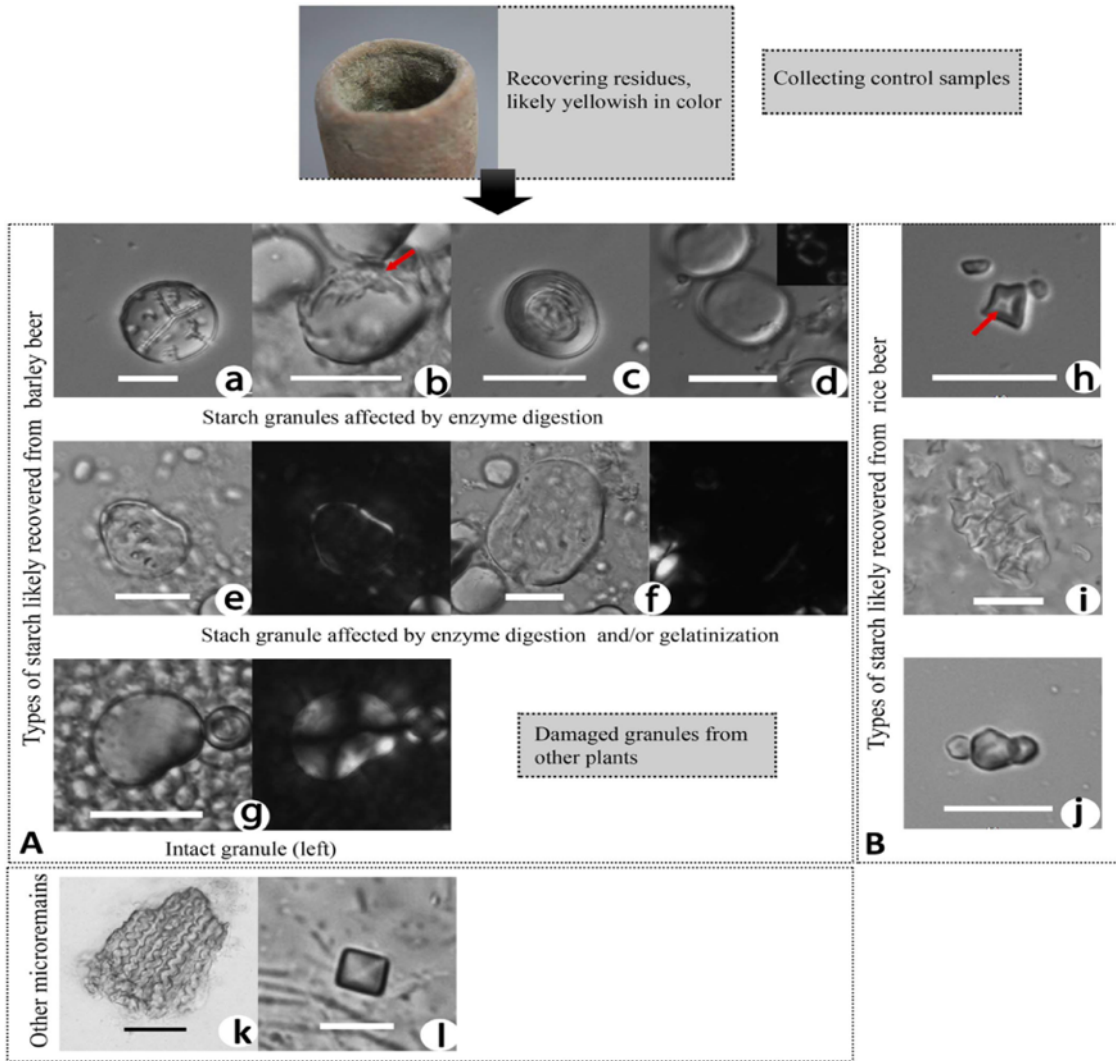


Figure 4.1.4 Granules d'amidon sous l'effet de différents modes de préparation. Source Wang *et al* 2017, figure 7 :158

la croix d'extinction. Ces phénomènes sont observables au microscope optique avec lumière biréfringente qui facilite l'apparition des structures internes des corps mous (figure 4.1.4). La saccharification provoque l'apparition d'autres caractères : les structures cristallines se dissolvent, rendant les attaques enzymatiques plus efficaces, leur action transforme le granule en substance gélatineuse, lui donnant une forme qui rappelle une « pâte à pizza ». Une autre recette est utilisée afin de discerner l'orge fermenté de l'orge bouilli : ce dernier procédé donne des granules déformés, enflés, mais surtout avec des plis à partir du centre, ce que ne fait jamais un granule issu de la bière. Les auteurs suggèrent de chercher des granules présentant des attaques enzymatiques et une substance gélatineuse pour confirmer la preuve de brassage de la bière. Ils notent toutefois qu'une production de bière n'affecte pas tous les granules de la même

manière et qu'il est plus que probable de retrouver des granules présentant chaque étape de transformation dans un même brassage. En fait, il appert que seulement 57% des granules sont effectivement transformés par le processus brassicole (Wang, *et al.* 2017). Je veux souligner que la méthode au microscope optique avec filtres polarisés est avantageuse pour observer les transformations internes du granule — perte de la croix d'extinction —, ce que le MEB ne permet pas. Je me propose tout de même d'utiliser les caractéristiques relevées par Wang et collègues lors de mon analyse des échantillons archéologiques, parce que certaines d'entre elles — les trois premières citées précédemment — sont également visibles avec le MEB.

#### **4.2.2 Les plantes retrouvées sur le site des Arene Candide**

En Europe au Néolithique, les plantes riches en amidon étaient peu nombreuses. Parmi les plantes sauvages, on retrouve le gland de chêne, qui pouvait fournir une farine comestible, et la noisette. Chez les plantes domestiques, les lentilles, les tubercules et les céréales constituaient l'essentiel de l'approvisionnement en amidon. Les lentilles n'apparaissent en Ligurie qu'au Chalcolithique et il n'y a pas de preuve d'utilisation de racines dans l'alimentation. En revanche, on sait que l'orge (*Hordeum vulgare*, de type vêtu, à six rangées), le blé amidonnier (*Triticum dicoccum*) et le blé compact (*Triticum compactum*) étaient cultivés dans cette région dès le début du Néolithique (Arobba, *et al.* 1997 :121). Aux Arene Candide, on a retrouvé une empreinte d'un grain d'orge dans une céramique et la moitié d'un noyau de gland (Nisbet 1997 :105). Cela étant, nous pouvons affirmer que si des granules d'amidon sont repérés par la présente analyse sur les céramiques des Arene Candide, nous pouvons nous attendre à ce qu'ils proviennent des céréales cultivées, sans qu'il soit nécessaire de procéder à une identification de phytolithes. Cette affirmation est renforcée par le fait suivant : il a déjà été établi ailleurs que les granules d'amidon des céréales ont des formes et dimensions distinctes de ceux des glands de chênes, entres autres (Jane, *et al.* 1994). Ces derniers sont plus petits et présentent une forme hémisphérique, caractéristique des noix en général, tandis que les granules des céréales susmentionnées sont ronds, légèrement aplatis et bimodaux, c'est-à-dire qu'un grain possède toujours des granules de grande et petite dimensions. L'orge comporte des granules de 15 à 32  $\mu\text{m}$  pour les grands et 2-3  $\mu\text{m}$  pour les petits, tandis que le blé, le triticales et le seigle ont des granules mesurant entre 22 et 36  $\mu\text{m}$ . Le seigle n'est pas bimodal et le triticales présente des petits granules de 5  $\mu\text{m}$  (pour le tableau complet des dimensions, voir Jane, *et al.*

1994:126-127). Il est donc possible de les distinguer au MEB en tenant compte de ces paramètres et je me servirai des informations disponibles dans la littérature pour confronter mes résultats (Barton 2007; Henry, *et al.* 2009; Wang, *et al.* 2017), surtout lorsqu'il sera venu le temps de déterminer s'il y a ou non transformation provoquée par la saccharification et la fermentation.

Le tableau 2 résume l'ensemble des taxons de plantes trouvées aux Arene Candide. Les informations ont été tirées du rapport de fouilles de 1940-50 (Maggi et Starnini 1997) et constituent une liste de toutes les espèces identifiées par les pollens, les phytolithes, les graines et les charbons. On peut y distinguer les plantes qui produisent de l'amidon et de l'oxalate de calcium.

Tableau II Liste des plantes identifiées aux Arene Candide.

Espèces	Présence d'amidon*	Présence d'oxalate de calcium**
<b>Arbres et Arbustes</b>		
<i>Abies/Picea</i> (Sapin/épicéa)	—	Prismatiques dans les cellules de rayon et l'écorce de certains taxons
<i>Alnus</i> (Aune)	—	—
<i>Betula</i> (Bouleau)	—	—
<i>Corylus avellana</i> (Noisetier)	noisette	Druse dans le cotylédon
<i>Ericaceae</i> (bruyère)	—	—
<i>Euphorbiaceae</i>	—	—
<i>Oleaceae</i>	—	—
<i>Pinus</i> (Lu, <i>et al.</i> )	—	—
<i>Fraxinus</i> (frêne)	—	—
<i>Juniperus</i>	—	—
<i>Olea</i> (olivier)	—	—
<i>Pistacia sp.</i>	—	—
<i>Quercus ilex</i> (chêne vert)	gland	—
<b>Herbes</b>		
<i>Alchemilla sp.</i>	—	—
<i>Asteraceae</i>	—	—
<i>Cardueae/Asteroideae</i>	—	—
<i>Caryophyllaceae</i>	—	—

<i>Centaurea sp.</i>	—	—
<i>Chenopodiaceae</i>	—	Variés, dans deux taxons
<i>Cichorium sp</i> (chicorée)	—	—
<i>Filipendula</i> (Belle-des-Prés)	—	—
<i>Plantaginaceae</i>	—	—
<i>Poaceae</i> (graminées)	—	—
<i>Poaceae</i> (de type céréales)	cotylédon	—
<i>Polygonum</i> (polygala)	—	—
<i>Ranunculus</i> (renoncule)	—	—
<i>Melampyrum</i>	—	—
<i>Knautia</i>	—	—
<i>Scleranthus</i> (alène)	—	—
<i>Lavatera sp.</i>	—	—
<i>Euphorbia</i>	—	Styloïde et druses dans les feuilles de certains taxons
<i>Lactuceae</i>	—	—
<b>Plantes à spore (fougères)</b>		
<i>Athyrium</i>	—	—
<i>Botrychium</i>	—	—
<i>Dryopteris</i>	—	—
<i>Lycopodiaceae</i>	—	—
<i>Polypodium vulgare</i>	—	—

\*(Jane, *et al.* 1994)

\*\*\*(Franceschi et Horner 1980; Prychid et Rudall 1999)

À la lecture de cette liste, on s'aperçoit que peu de plantes retrouvées sur le site des Arene Candide jusqu'à maintenant transportent de l'oxalate. Selon Franceschi et Horner (1980), les taxons producteurs parmi les *Chenopodiaceae* sont *Beta vulgaris* L. (ex. betterave) et *Spinacea oleracea* L. (épinard). Or, l'identification spécifique demeure toujours difficile avec des restes archéobotaniques. On peut toutefois éliminer avec certitude les épinards qui n'ont pas été introduits en Europe avant la période historique. Si l'apport d'oxalate dans les sols des Arene Candide est d'origine végétale, c'est vers l'épicéa que l'on devrait se tourner ; mais comme ce taxon est loin derrière le chêne sur le plan de la quantité (Maggi et Starnini 1997), l'oxalate a sûrement une origine animale, puisque ce cristal se trouve en grande quantité et de manière répétée dans les sols de la caverne (Macphail, *et al.* 1997) .

### 4.3 Les méthodes choisies

Le choix des méthodes a été orienté par l'efficacité et le pragmatisme. La GC-MS n'est pas appropriée pour détecter l'oxalate et la FTIR, quoiqu'elle puisse guider le choix d'extraire ou non un résidu, a été écartée parce que peu ou pas utilisée pour repérer la bière dans le registre archéologique. Il ne reste que la HPLC-MS qui a fait ses preuves en la matière (McGovern, *et al.* 2008). J'utilise l'oxalate de calcium comme biomarqueur malgré certaines critiques concernant la possible contamination par les sols (Guerra-Doce 2015; Hornsey 2003). Je crois qu'en analysant les sédiments afin de les comparer aux niveaux d'oxalate trouvés sur et dans les céramiques, nous pourrions acquérir des résultats sûrs.

L'observation des granules d'amidon au microscope électronique à balayage est très intéressante du fait de son efficacité qui repose, certes, sur l'observation visuelle de critères qualitatifs, mais qui assure l'identification de l'activité brassicole. Il faut néanmoins mettre la main sur ce type de résidu, ce qui peut être rare dans les contextes d'enfouissement archéologique. L'amidon est plus susceptible d'avoir été consommé par les microorganismes que d'avoir été conservé. Il semble toutefois que certains granules résistent au temps, et ce dans un large éventail de types de sol (Barton 2007). L'avantage du MEB est sa facilité de manipulation ainsi que l'assimilation rapide des paramètres à régler pour l'obtention d'une image à haute résolution. L'interprétation des images se fait par comparaison avec celles obtenues antérieurement dans la littérature (Juan-Tresserras 1998; Samuel 1996a, 1996b) et par l'expérimentation.

#### 4.3.1 L'extraction

Pour la détection de l'oxalate de calcium, il faut d'abord enlever une partie de la surface interne du tesson de céramique pour accéder à la matrice. Certains chercheurs écartent cette couche qui pourrait avoir été contaminée par le sédiment ; dans des contextes spécifiques où le contenant est demeuré presque intact et où la surface interne n'est pas entrée en contact avec les sols et les eaux d'écoulement, cette couche est retenue pour l'analyse (McGovern 2017, comm. personnelles). La surface est retirée grâce à un outil rotatif de type Dremel, avec une tête en pointe de diamant. Cela étant fait, l'extraction est exécutée avec le même outil, produisant une cavité d'environ 2 centimètres carrés, d'une profondeur de 4 millimètres. Le but est d'obtenir



une poudre de céramique de 150 mg pour chaque échantillon. Entre chaque extraction, la pointe de l'outil rotatif est nettoyée avec de l'alcool isopropylique.

Avant de passer l'échantillon dans l'appareil d'HPLC-MS, le résidu doit être séparé de la poudre de céramique. Pour ce faire, 150 mg de poudre sont ajoutés à 1 ml d'acide chlorhydrique (HCl) de concentration 2M, puis mélangés aux ultrasons pendant 30 minutes. On passe ensuite le mélange dans un filtre en fibre de verre (GF filter) avec pores de 0,45 µm. La solution résultante est alors diluée 100 fois dans l'eau HPLC puis 20 µl sont injectés dans le système HPLC-MS.

L'appareil possède une colonne de 150 mm X 2.1mm, de type Kinetex 5u EVO C18 100A. Le débit est de 500 µl/minute en mode isocratique et la température de la colonne est de 30°C. La phase mobile est composée de 50mM de formiate d'ammonium (HCOONH<sub>4</sub>), ajustée à un pH 2,9 d'acide formique (HCOOH). Le système chromatographique est un Dionex Ultimate 3000 tandis que le détecteur de masse est un Q-Exactive employé en mode *fullscan* MS, négatif.

Les résidus macroscopiques de surface sont extraits par grattage au scalpel. Aucun traitement chimique ou mécanique n'est nécessaire et les résidus sont remis séparément dans des pots en plastique.

Pour l'observation au MEB, chaque échantillon est placé sur une pastille de carbone collante sur ses deux surfaces, apposée sur un socle en aluminium. Une toute petite quantité est collée sur la pastille. Les échantillons sont ensuite recouverts d'une couche d'or grâce à un module SPI. Cela empêche les charges indues ainsi que les variations thermiques des différents matériaux analysés par le MEB, pour l'obtention d'une meilleure image.

Le microscope utilisé pour cette recherche est le Zeiss Evo 50 Smart SEM, avec une chambre à pression variable, installé à l'INRS-ETE à Québec.

## 4.4 Résultats chimiques et microscopiques de l'expérimentation

### 4.4.1 HPLC-MS

Une première analyse test a été effectuée avec six échantillons extraits par microméuleuse sur les endroits suivants : le fond du grand vase, les fonds de petits bols EXPB1, EXPB2 et EXPB3, un bol non-utilisé comme échantillon blanc et de l'oxalate de calcium relevé dans le fond d'une ancienne cuve de brassage. À part ce dernier échantillon, tous ont donné des résultats négatifs pour la présence d'oxalate de calcium. Il se pouvait alors que la quantité de poudre extraite n'ait pas permis de dépasser le seuil de détection.

Une deuxième analyse a été entreprise avec d'autres types d'extraction choisis pour leur diversité. Les échantillons ont été numérotés de la manière suivante :

1. Fond interne du grand vase EXPGV à la fin des expérimentations (poudre de céramique)
2. Fond externe du grand vase EXPGV à la fin des expérimentations (poudre de céramique)
3. Résidu de couvercle de la 4<sup>e</sup> expérimentation (croute de surface)
4. Résidu de couvercle de la 2<sup>e</sup> expérimentation (croute de surface)
5. Fond interne du grand vase EXPGV après la 2<sup>e</sup> expérimentation (croute de surface)
6. Résidu de la lèvre du grand vase EXPGV après la 2<sup>e</sup> expérimentation (croute de surface)
7. Paroi interne du grand vase EXPGV à la fin des expérimentations (poudre de céramique).

Il en est résulté une présence d'oxalate de calcium pour les échantillons 3, 4, 5 et 6, avec une plus forte concentration pour l'échantillon 4. Les résultats négatifs pour les échantillons 1, 2 et 7 sont intéressants dans le fait qu'aucune poudre de céramique n'a permis de détecter de l'oxalate. Cela pourrait signifier que l'oxalate de calcium ne pénètre pas la céramique, ne se comportant pas comme les lipides, par exemple.

Une troisième analyse comportant six échantillons a été effectuée dans le but de confronter les résultats des deux autres. Je voulais savoir si les résultats négatifs de la première analyse étaient dus ou non à une limite de détection. Si oui, il valait la peine de soumettre de nouveau à l'analyse quelques-uns des échantillons du premier test, en multipliant par deux la quantité de poudre de céramique par échantillon. Je désirais aussi vérifier le taux d'oxalate dans l'orge malté. J'ai donc fait germer des grains d'orge décortiqué achetés en magasin, puis je les

ai fait griller au four à une température d'environ 100°C pendant 2-3 heures afin de reproduire l'état de conservation archéologique.

Les échantillons étaient étiquetés ainsi :

B2F : Extrait de la matrice du fond de EXPB2 (poudre de céramique)

B2S : Extrait de la surface du fond de EXPB2 (poudre de céramique)

B3F : Extrait de la matrice du fond de EXPB3 (poudre de céramique)

B3S : Extrait de la surface du fond de EXPB3 (poudre de céramique)

GV RB : résidus blancs prélevés sur les bords des tessons du grand vase (EXPGV) (poudre de céramique)

Orge malté

De cette analyse, la détection de l'oxalate au-dessus du seuil (0,01%) s'est faite seulement pour l'orge malté (0,04% ± 0,005%), et ce à ma plus grande surprise. Les autres échantillons, conformes à la première analyse, n'ont pas donné de signaux assez forts pour la détection, malgré l'augmentation des quantités de poudre de céramique.

De ces trois analyses chimiques, nous pouvons tirer quelques conclusions. Celle qui me semble la plus sûre est que la *consommation* ne laisse pas de trace d'oxalate, même après trois trempages. L'explication pourrait se trouver dans le fait que pour verser la bière dans les bols, j'aie utilisé une poire à jus et extrait seulement le liquide se situant au milieu du volume. Il se pourrait alors que l'oxalate ait déjà précipité dans le fond du grand vase, ne faisant pas partie du liquide extrait.

Une autre conclusion est que la matrice céramique ne semble pas retenir l'oxalate. Cela pourrait s'expliquer de plusieurs manières. Il se peut que les vases fabriqués pour cette expérimentation aient été faits de telle sorte que les pores sont trop petits pour laisser passer les cristaux ; mais j'écarterais cette explication, car le manque d'imperméabilité observé durant toute l'expérimentation laisse croire que le grand vase était très poreux. Les bols (EXPB1, B2 et B3) ont tous laissé exsuder le liquide, surtout par leur fond. Il faudrait donc supposer que l'interaction entre oxalate et céramique ne permette pas la rétention des cristaux par la matrice, et que ces derniers soient trop gros pour s'insérer dans les pores. Il se pourrait aussi que le nombre d'expérimentation (n=5) soit en cause. Si, comme me l'a appris Frédéric Cormier, brasseur, l'oxalate de calcium n'apparaît pas visuellement avant le 10<sup>e</sup> brassage, on peut supposer que cinq expérimentations n'aient pas été suffisantes pour produire un résidu que les

brasseurs considèrent envahissant. Mais l'analyse prouve tout de même que de l'oxalate a été produit durant l'expérimentation sans toutefois prendre la forme attendue.

Lorsque l'oxalate a été détecté par la HPLC-MS, il s'agissait d'échantillons de résidus de surface, et d'orge malté. Si ce dernier en contient, comme nous devons maintenant l'admettre, il est normal de trouver de l'oxalate sur les résidus produits par la saccharification et la fermentation, car bien qu'un filtrage de la drêche soit effectué entre les deux étapes, une grande partie de l'amidon qui constitue une lie occupant entre 1/8 et 1/5 du volume du brassin demeure tout le long du processus. Au début de la fermentation, lorsque les levures se multiplient, une partie de cette lie est remise en suspension à l'aide du gaz carbonique et s'accumule sous le couvercle et sur les lèvres du grand vase. Au fur et à mesure que l'activité microbiologique décroît, une décantation des particules les plus lourdes s'opère, mais les résidus collés sur le couvercle et sur les lèvres demeurent.

#### **4.4.2 Microscope électronique à balayage**

Le résidu provenant de l'ancienne cuve de fermentation avait une couleur blanc-jaune, d'aspect floconneux faisant penser à la texture de la levure alimentaire qu'on achète dans les magasins d'alimentation spécialisés. Bien qu'au départ, la couche d'oxalate ait la forme d'une tache homogène, son prélèvement l'a grandement morcelé (figures 4.4.1 et 4.4.2). La préparation de l'échantillon en vue de l'observer au MEB exige sa réduction en poudre avant de le placer sur la pastille de carbone, ce qui a pour conséquence de le briser davantage. D'après les images obtenues avec le MEB, l'oxalate de calcium provenant d'une cuve de brassage prend un aspect feuilleté (figure 4.4.4). Une observation préliminaire au microscope optique avait permis d'en arriver à cette première conclusion (figure 4.4.3). Cela peut être causé par le type de dépôt par couches successives, après chaque brassage. Cependant, mis à part cet élément, la formation cristalline semble anarchique. Les petits morceaux qui se détachent des feuillets n'adoptent pas une forme de cristal spécifique (Figure 4.4.5 et 4.4.6).

On peut néanmoins considérer cette formation anarchique comme une signature de l'orge malté et de la bière, puisque, comme nous le verrons, ces cristaux se retrouvent aussi dans d'autres échantillons.



Figure 4.4.1 Plaque d'oxalate de calcium dans le fond d'une cuve de brassage.



Figure 4.4.2 Oxalate de calcium après extraction.

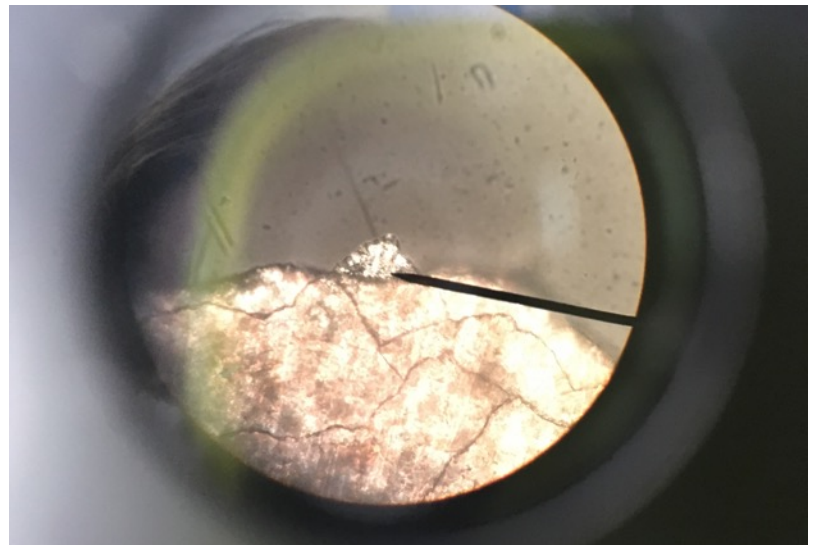


Figure 4.4.3 Oxalate de calcium vu à travers la lentille du microscope optique.

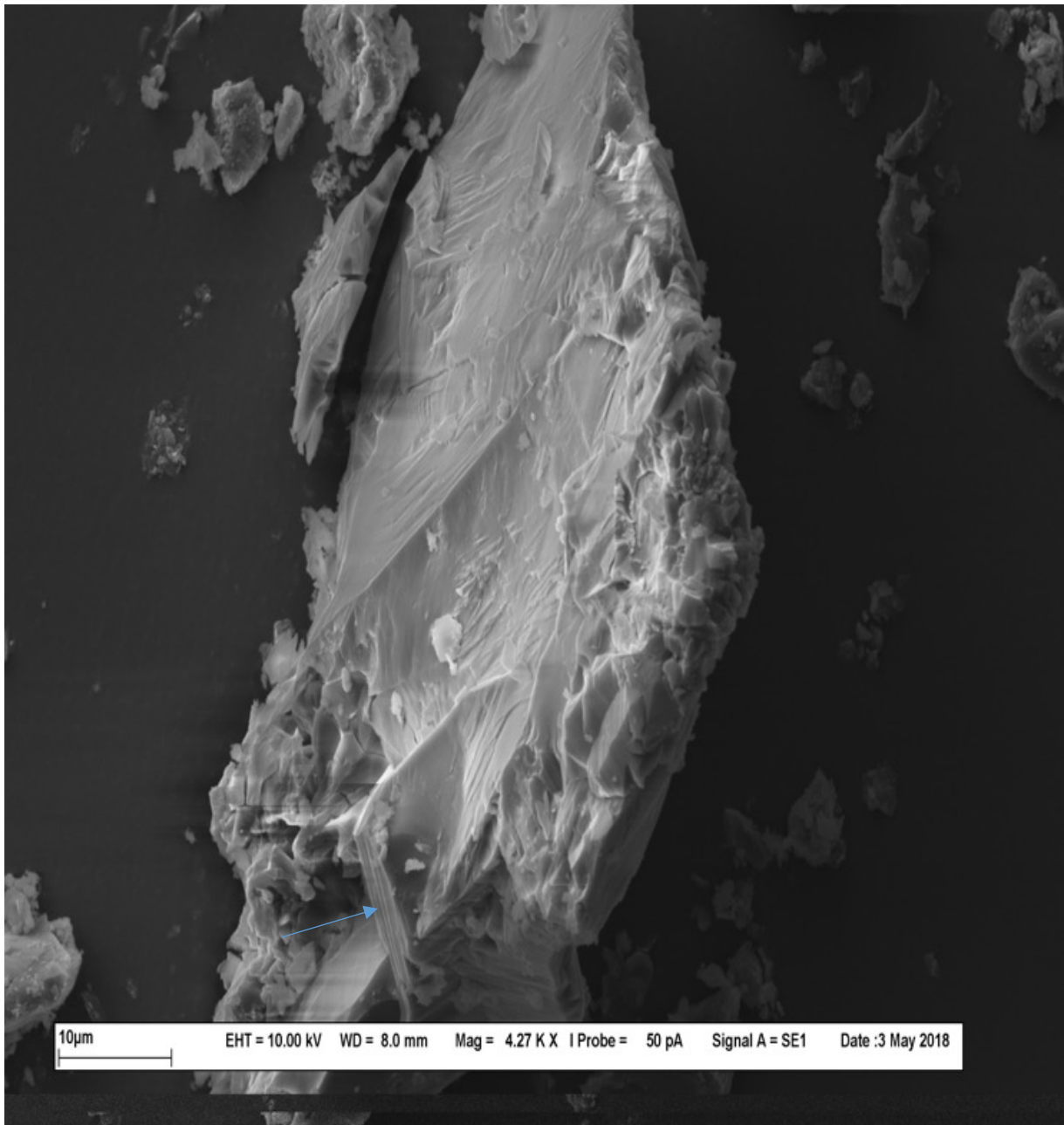


Figure 4.4.4 Oxalate de calcium, coupe en feuillet pointée par la flèche bleue. Photo prise à l'aide du MEB.

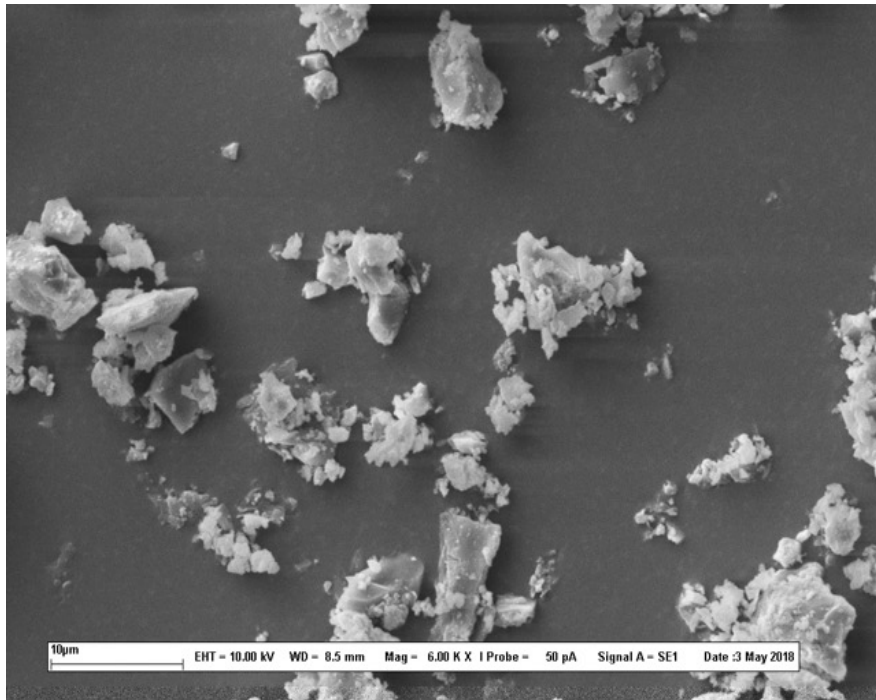


Figure 4.4.5 Oxalate de calcium observé au MEB.

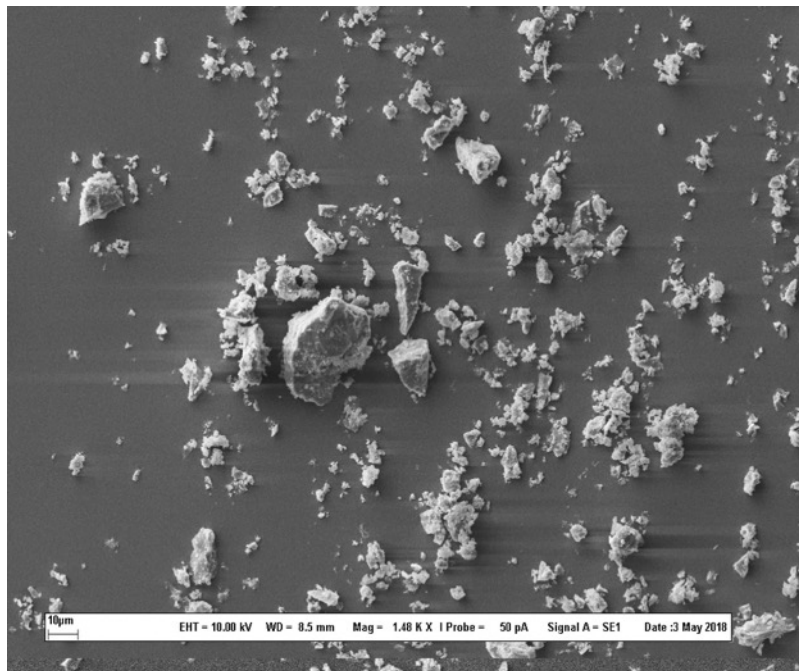


Figure 4.4.6 Cristaux d'Oxalate de Calcium provenant de la cuve.  
Photo prise à l'aide du MEB.

Les grains de céréales germés présentent peu de signes d'attaques enzymatiques. C'est du moins ce que les images permettent d'observer. La figure 4.4.7 illustre bien la bimodalité des granules de l'orge et des céréales en général : on y voit les deux dimensions, des gros de forme ronde et aplatie (flèches bleues) et des petits sphériques (flèches orangées); les dimensions correspondent bien aux mesures données par Jane et collègues (1994) : entre 20 à 25  $\mu\text{m}$  pour les gros et 2 à 5  $\mu\text{m}$  pour les petits. Ces derniers sont en plus grand nombre que les gros qui, eux, subissent plus souvent les effets des enzymes. On peut voir d'ailleurs sur les deux figures, 4.4.7 et 4.4.8, que certains granules ont été attaqués (pointés par des flèches jaunes), mais ce phénomène demeure très sporadique et pourrait être confondu avec des restants de protéines (voir Samuel 1996). Pour vérifier cela, j'ai voulu comparer des grains de céréales germés (en l'occurrence de l'épeautre) avec des grains non germés.

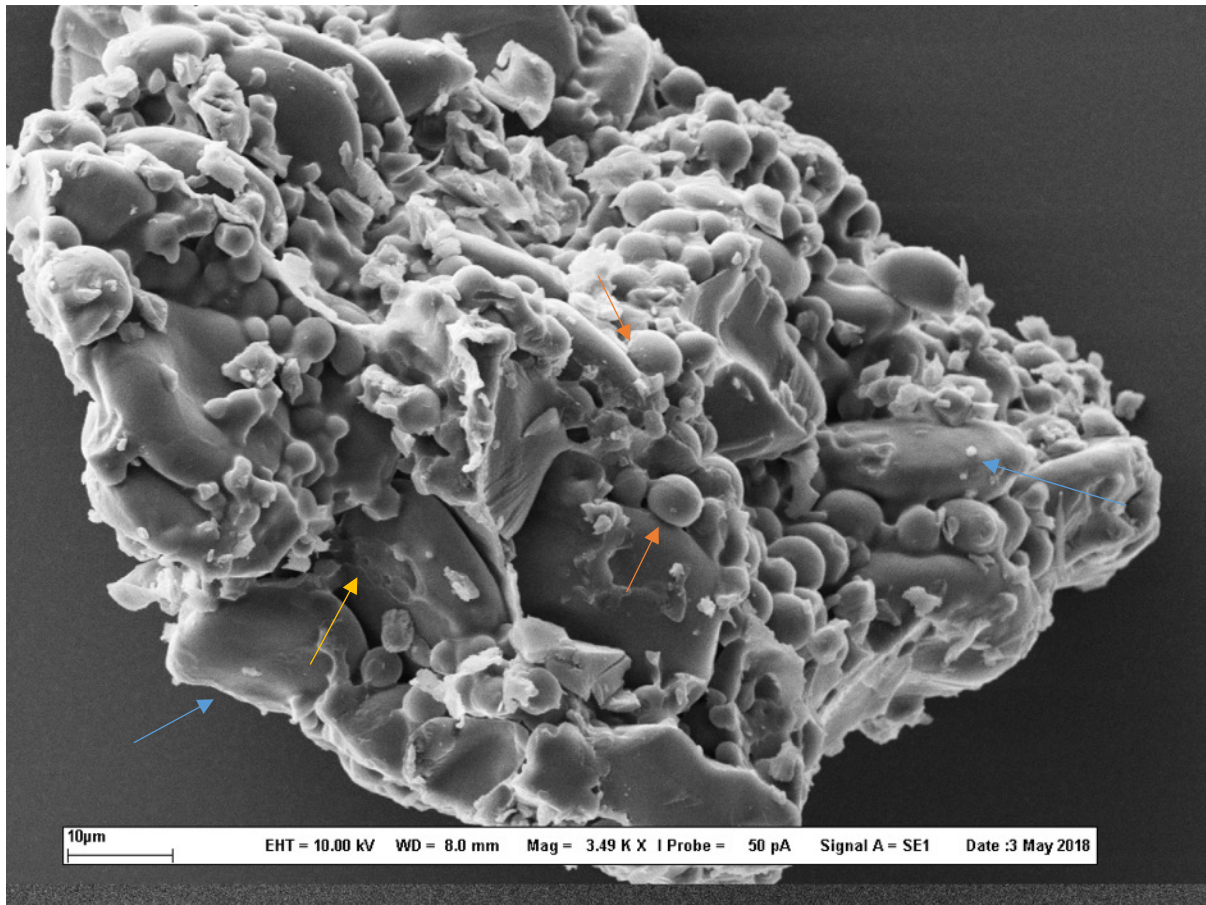


Figure 4.4.7 Granules d'amidon d'orge malté ; la flèche jaune pointe les attaques enzymatiques ; les flèches bleues montrent les granules de grandes dimensions ; les orangées, les granules de petites dimensions. Photo prise à l'aide du MEB.



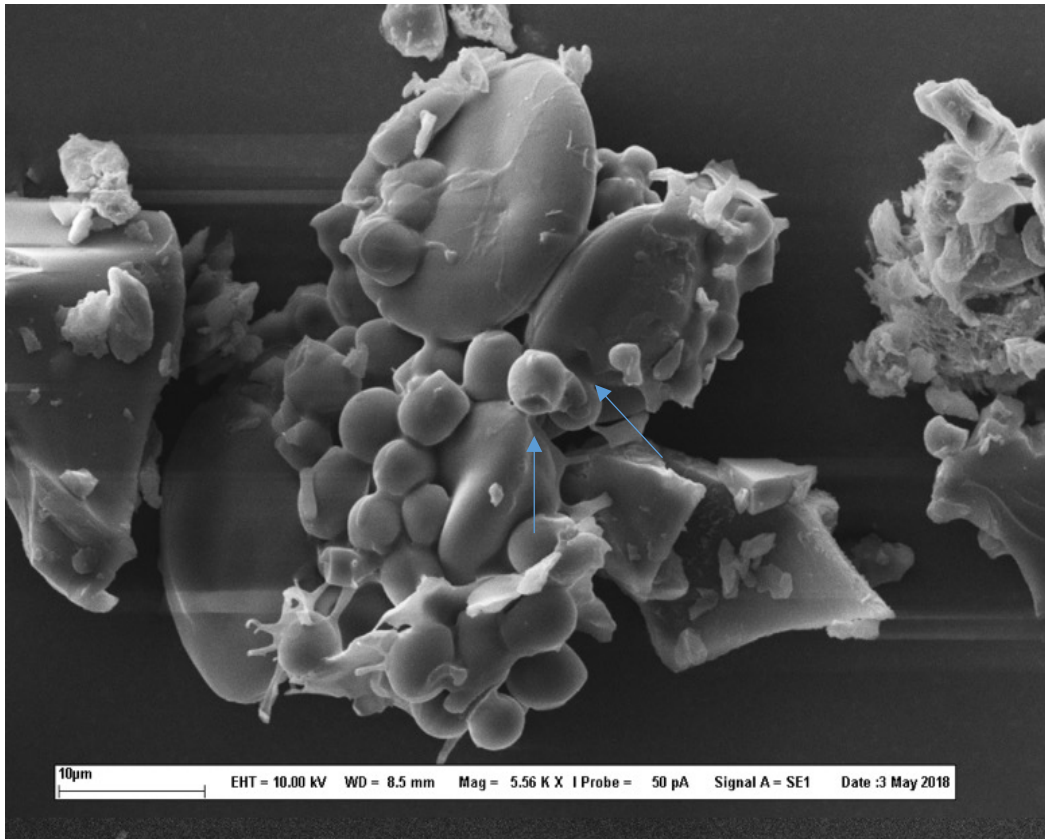


Figure 4.4.8 Granules d'amidon d'épeautre non germé ; les flèches bleues pointent l'attache du hile. Photo prise à l'aide du MEB.

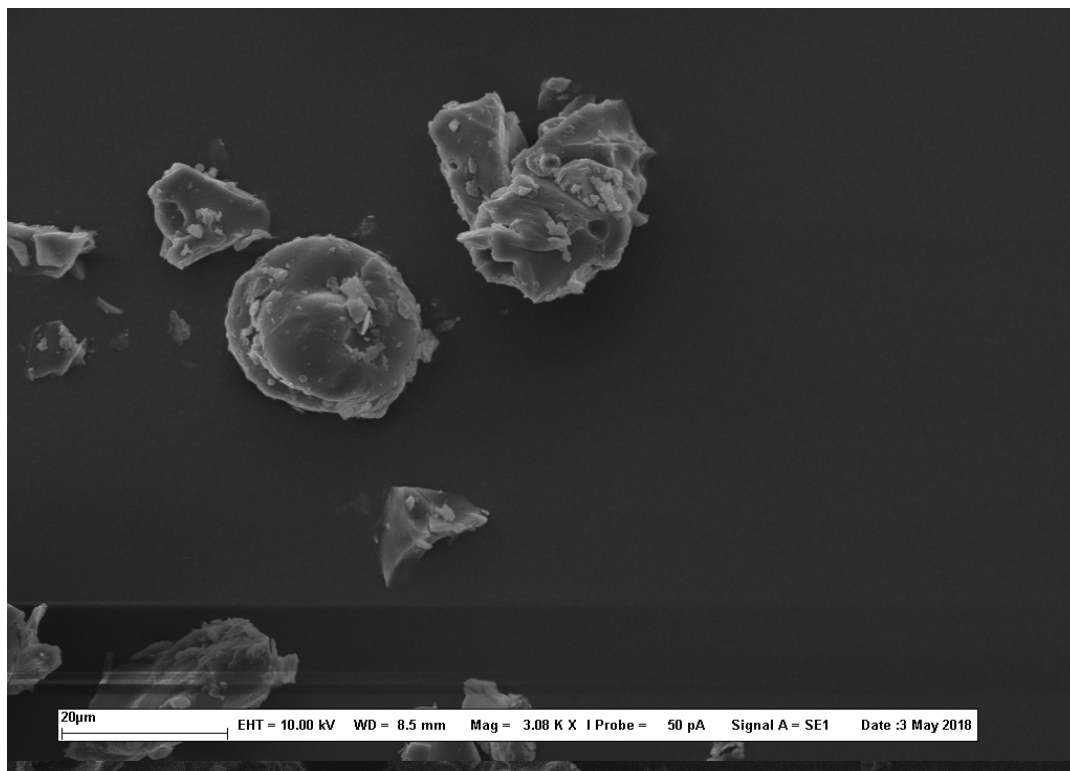


Figure 4.4.9 Granule d'amidon d'épeautre germé. Photo prise à l'aide du MEB.

En observant la surface des granules d'amidon de l'épeautre non germé et germé (figures 4.4.8 et 4.4.9), il demeure difficile d'y voir une évolution de la transformation des granules par la germination. On peut tout de même déceler une cavité à la surface du granule de la figure 4.4.9, avec une légère torsion. Les creux visibles sur la figure 4.4.8 (indiqués par une flèche bleue) représentent plutôt l'attache du hile et ne doivent pas être confondus avec les attaques enzymatiques.

Une image des granules provenant des drêches nous donne une bonne idée du processus de transformation après la saccharification (figure 4.4.10). La surface de la plupart des granules est plissée (flèches bleues), signifiant une baisse du volume à l'intérieur du granule; certains sont ouverts (flèches orangées) tandis que d'autres sont réduits à une coquille vide (flèches jaunes), phénomène qu'on peut appeler *endocorrosion*.

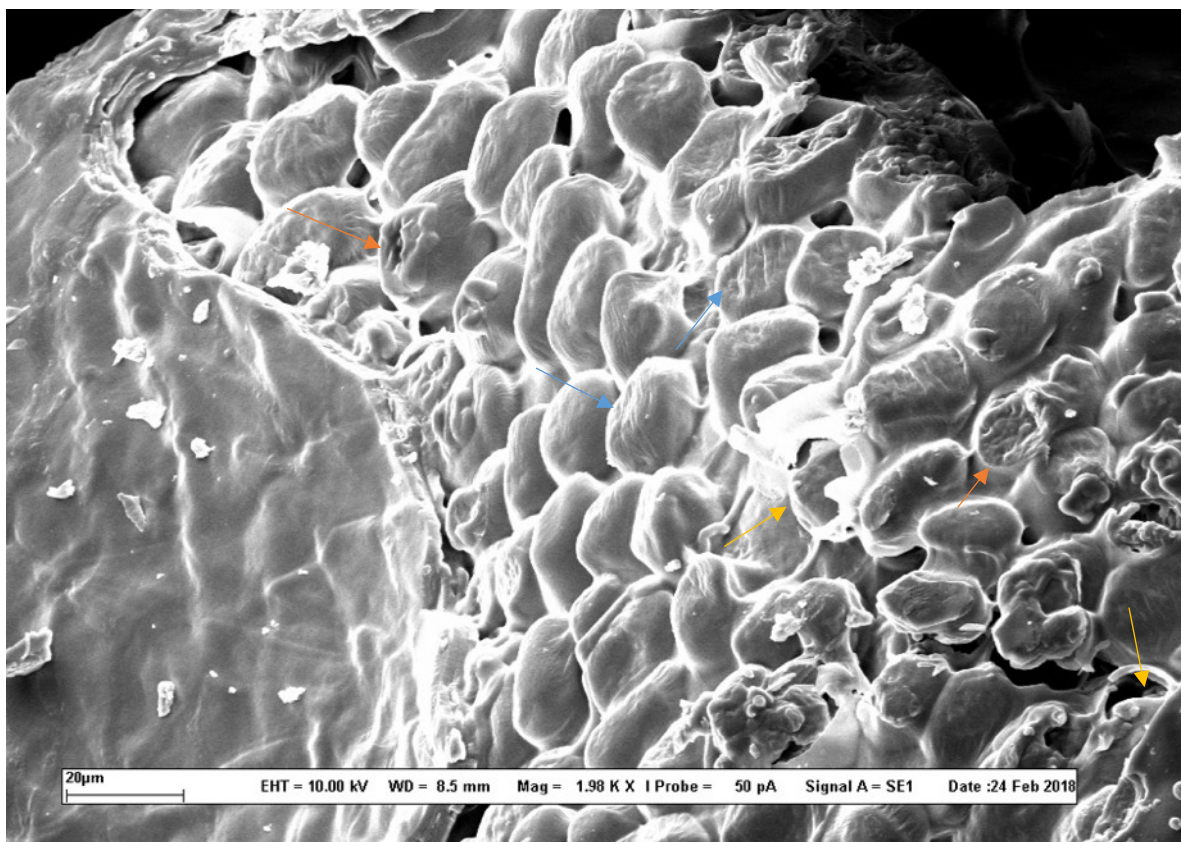


Figure 4.4.10 Granules provenant des drêches. Photo prise à l'aide du MEB.

Les résidus prélevés sur le grand vase à la fin des expérimentations montrent des images de transformations diverses. Les prélèvements provenant de la lèvre et du fond révèlent une activité microbienne intense. Des branches d'hyphes — filament constitutif de mycélium —

entourent les granules (figure 4.4.11, flèche orangée) et les cellules de levures — de forme ovale et allongée — peuvent s’observer à différents stades de reproduction (figure 4.4.12). Il faut toutefois noter que ces éléments — hyphes et levures — auront tendance à disparaître avec le temps et il est fort peu probable qu’on puisse les retrouver dans un contexte archéologique.

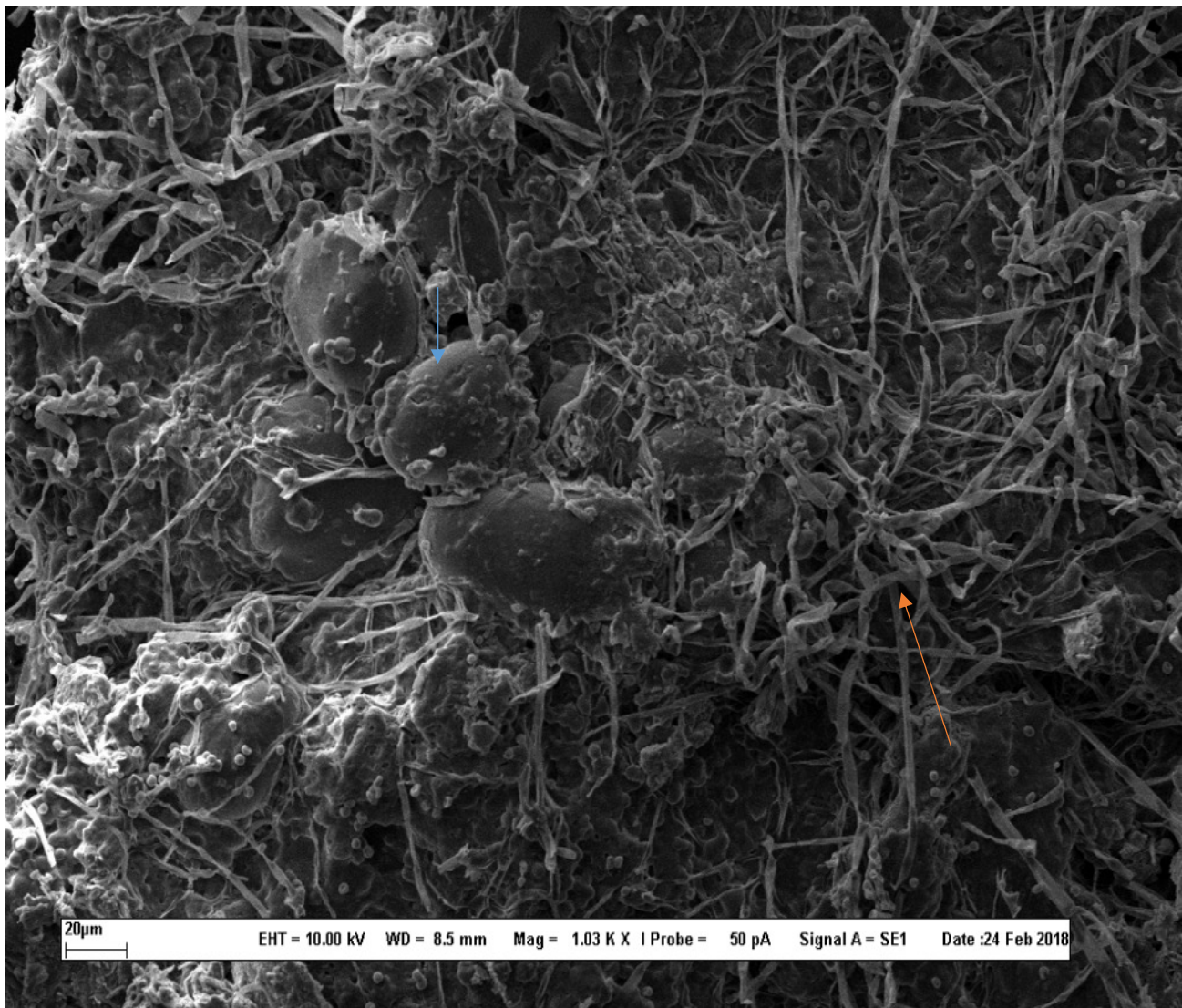


Figure 4.4.11 Résidu provenant du fond du grand vase après la 2e expérimentation. Flèche bleue indiquant la surface altérée d’un granule. Flèche orangée pointant un groupe d’hyphes. Photo prise à l’aide du MEB.

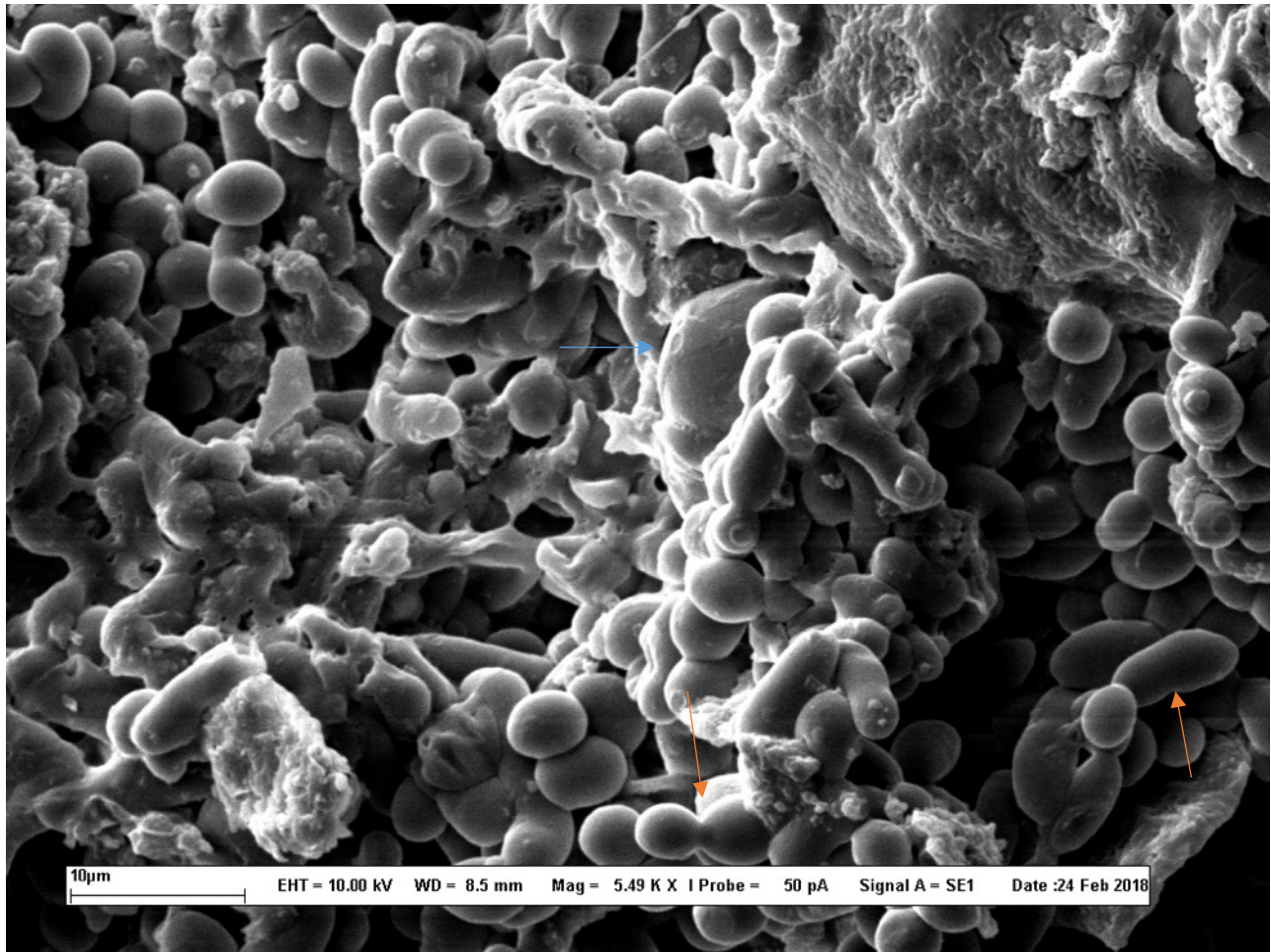


Figure 4.4.12 Résidu provenant de la levure. Flèche bleue indique la surface altérée d'un granule de moyenne dimension (10  $\mu\text{m}$ ). Flèches orangées indiquent une cellule de levure en voie de se scinder. Photo prise à l'aide du MEB.

On peut apercevoir la surface des granules de grande dimension (environ 60  $\mu\text{m}$ ) altérée par des aspérités, mais c'est dans l'image suivante (figure 4.4.13) qu'on observe la plus grande diversité de faciès de transformation : endocorrosion (flèches bleues), forme en *pâte à pizza* (flèche orangée), fusion des parois (flèche jaune).

Je veux souligner au passage que la figure 4.4.11 présente des granules de grande dimension, le plus gros faisant 80  $\mu\text{m}$  dans sa longueur. Cela signifie que la saccharification a aussi pour effet de faire enfler les granules. Ici, l'enflure est sans doute amplifiée par le fait que j'ai fait bouillir le moût avant de le laisser refroidir pour la fermentation.

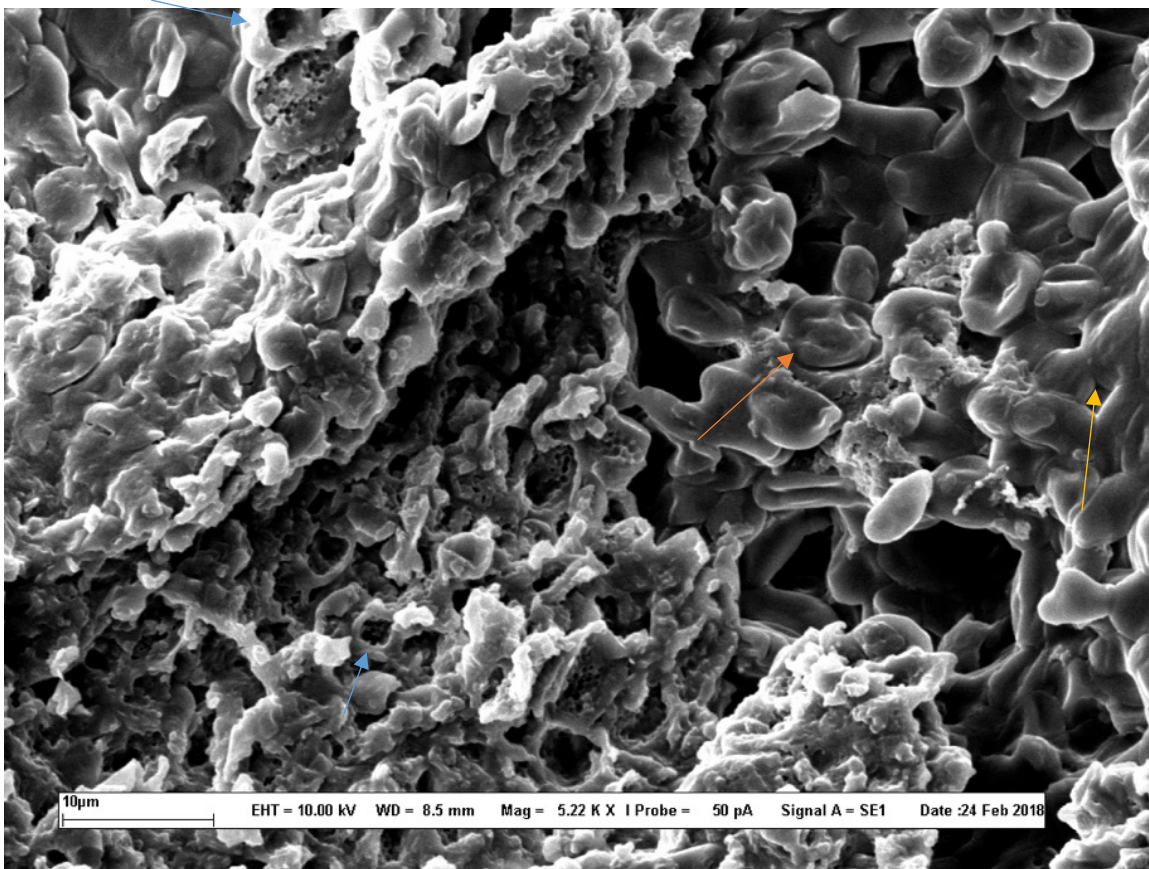


Figure 4.4.13 Résidu de levure comprenant des granules à différents stades de transformation : les flèches bleues montrent le phénomène d'endocorrosion ; la flèche orangée pointe un granule aplati, en forme de pâte à pizza ; la flèche jaune indique une fusion des parois. Photo prise à l'aide du MEB.

### 4.4.3 Synthèse

Il est difficile d'avoir une image claire d'une transformation pendant le premier stade de la chaîne opératoire, celui de la germination, du moins par le seul médium du MEB. C'est plutôt après la saccharification et la fermentation qu'on voit clairement les effets de l'activité brassicole, et l'expérimentation a permis cette reconnaissance des effets. Ceux-ci sont conformes avec ceux trouvés par Samuel (1996) et Wang (2017).

Si l'oxalate de calcium est produit par la germination du grain, sans s'y trouver au départ, cela pourrait constituer alors une base méthodologique pour la détection de la germination. Malheureusement, il n'a pas été possible d'observer au microscope ou d'identifier ces cristaux qui auraient normalement dû accompagner les granules d'amidon provenant de grains germés. La comparaison a été faite à partir d'épeautre et peut-être que cette céréale ne produit pas d'oxalate de calcium.

## Chapitre 5 — Le corpus

L'assemblage céramique provenant des fouilles du début du XXI<sup>e</sup> siècle se divise en trois périodes — Néolithique ancien, moyen et récent. Seules les céramiques du Néolithique ancien ont fait l'objet d'une étude par Chiara Panelli (2018-9, à paraître) sous l'angle pétrographique, morphologique, menant parfois à des remontages qui ont permis de spécifier la forme des contenants. Comme je privilégiais de grands vases qui présentaient une embouchure plus étroite (figure 5.1), la spécification de la forme fut un outil pour le choix des pièces à échantillonner. Toutefois, ces contenants se trouvent en petite quantité dans l'assemblage étudié et j'ai été forcée d'ouvrir le corpus à des tessons dont la forme était indéterminée, écartant autant que possible les petits vases (figure 5.2).

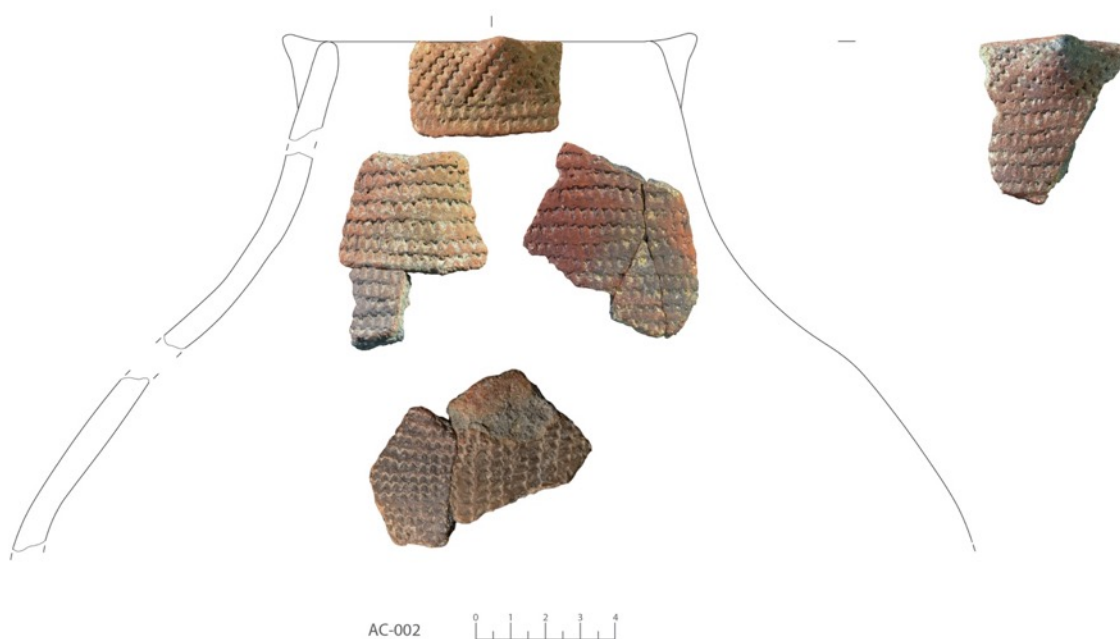


Figure 5.1 Exemple de vase à embouchure étroite, provenant du Néolithique ancien. Photo et dessin gracieusement fournis par Chiara Panelli.

La période du Néolithique ancien a pu être découpée en cinq phases distinctes par une approche plus fine de la stratigraphie et plusieurs datations au radiocarbone (Chiara Panelli, comm. personnelles). Ainsi, les vases provenant de cette période ont bénéficié d'une datation précise, ce qui n'est pas le cas des céramiques du Néolithique moyen.

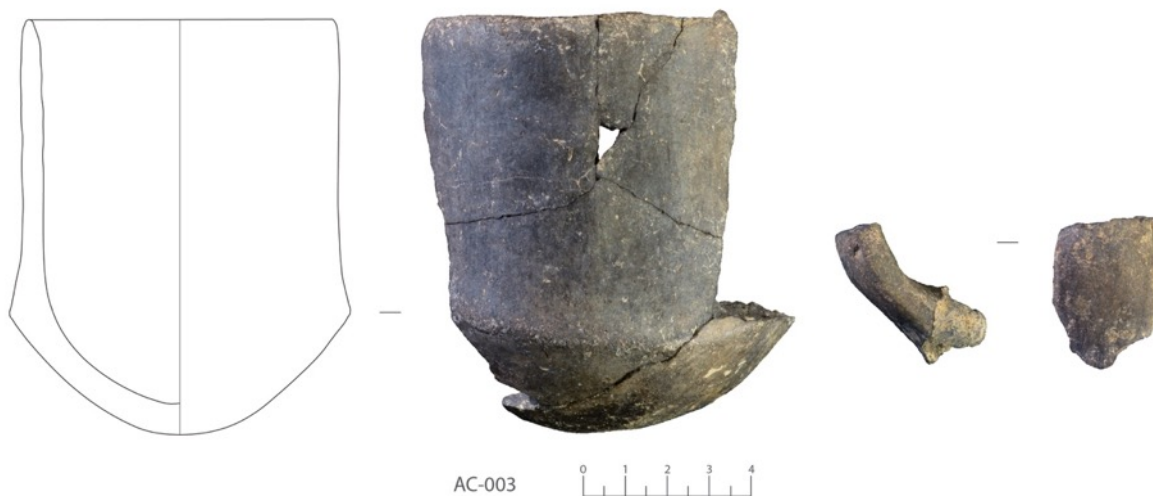


Figure 5.2 Exemple de petit vase provenant du Néolithique ancien. Ce contenant a toutefois été échantillonné (#30 des tableaux 4 et 5) pour son résidu de couleur crème en surface interne. Photo et dessin gracieusement fournis par Chiara Panelli.

Au total, 83 échantillons ont été prélevés sur des céramiques provenant des contextes du Néolithique ancien et moyen. Du premier contexte proviennent 64 échantillons, contre 19 pour la période du Néolithique moyen. J'ai choisi avant tout de prélever des fonds lorsqu'ils étaient facilement identifiables ( $n=13$ ), caractérisés par une épaisseur et un plat externe, car ceux-ci sont plus susceptibles d'avoir été en contact avec des liquides sur une plus longue période de temps (figure 5.3). Viennent ensuite des échantillons de panse ( $n=63$ ) dont quelques-uns peuvent être placés dans le haut du vase avec une sûreté relative, comme nous le laisse supposer la présence d'anses ( $n=10$  sur 63) (figure 5.4). Enfin, quelques lèvres ont été prélevées ( $n=7$ ) lorsqu'elles présentaient des résidus visibles, soit de restes alimentaires, soit ce que je soupçonnais être de l'oxalate de calcium.

Quelques vases ont subi les deux types de prélèvement, par grattage en surface et par extraction à l'outil rotatif. La vaste majorité des échantillons consiste en prélèvements de matrice céramique ( $n=70$ ). Parfois un même tessou présentait des caractéristiques qui encourageait la séparation des résidus de surface de la matrice céramique et j'ai donc procédé à deux prélèvements — grattage et meulage — sur le même tessou ( $n=8$ ). D'autres en revanche ne présentaient d'intérêt que pour l'extraction de surface ( $n=9$ ). Au total, 17 échantillons ont été

observés au MEB. Les échantillons 20 et 53 ont été perdus, soit au transport, soit à l'analyse. Les données d'extractions sont disponibles en annexe, présentées dans les tableaux 4 et 5.



Figure 5.3 Fond de vase provenant du Néolithique ancien après l'échantillonnage au Dremel.

Des sédiments provenant du contexte archéologique des Arene Candide ont été échantillonnés à titre comparatif. Cela nous donnera le taux d'oxalate de calcium dans les sols où ont été trouvées les céramiques et permettra d'écarter le biais de contamination, s'il y a lieu. Ces échantillons sont au nombre de 32 et représentent les périodes précises du Néolithique ancien et celles du Néolithique moyen.

L'échantillon #70 (figure 5.5 et 5.6), un vase moyen à parois minces et à pâte noire, m'a semblé le plus prometteur de tous. Il s'agit d'un vase remonté dont il manque les lèvres ; on ne peut donc pas connaître sa jauge exacte. Toutefois, il est possible de suggérer une fonctionnalité de contenant à liquide car un résidu de couleur jaune pâle marbré de brun forme un cerne rond dans le fond. Le cerne est légèrement décalé, comme si le vase avait été incliné et fixé ainsi dans le sol de la caverne pendant un moment.





Figure 5.4 Vase reconstitué provenant du Néolithique ancien.



Figure 5.5 Le vase d'où provient l'échantillon 70.



Figure 5.6 Vase d'où provient l'échantillon 70, vu en surplomb.

## Chapitre 6 — Les résultats

Cette section présente les résultats positifs pour la présence de fermentation des céréales détectée par les analyses chimiques et les observations au MEB. Aucun échantillon provenant du Néolithique ancien n'a révélé la présence d'oxalate de calcium et les observations au microscope n'ont pas abouti à des conclusions probantes pour cette période. Les trois échantillons ayant montré des résultats positifs appartiennent à la période suivante, le Néolithique moyen.

D'autres échantillons, même s'ils ne démontrent pas de preuve de fermentation, présentent tout de même un intérêt quant à la nourriture solide que consommaient les occupants des Arene Candide.

### 6.1 L'analyse chimique (HPLC)

Seul l'échantillon #70, provenant du vase reconstitué présenté dans la section précédente, a révélé une présence d'oxalate de calcium. Tous les autres échantillons (voir tableau 6 en annexe) ont rendu un résultat dit « non détecté », ce qui signifie que s'il y a présence d'oxalate, son taux ne dépasse pas le seuil de détection qui est de 0,01% par masse molaire. La quantité analysée pour la plupart des échantillons de matrice céramique varie entre 152 et 171 mg, quantité multipliée par deux : chaque échantillon a pu être ainsi analysé deux fois. Les échantillons de résidus de surface (n=4) étaient en moindre quantité — entre 10 et 21 mg — et sont passés dans l'appareil une fois seulement.

Le taux d'oxalate dans l'échantillon 70 est de 0,85%, ce qui est 85 fois au-dessus du seuil de détection. Nous avons donc une preuve objective de la production de bière dans ce vase.

Le fait de n'avoir pas trouvé d'oxalate dans les autres échantillons pourraient bien révéler autre chose d'intéressant : en effet, si les autres vases ont donné des résultats négatifs dans un contexte sédimentaire qui est supposé contenir de l'oxalate de calcium dans plusieurs niveaux archéologiques, cela pourrait indiquer que la migration de ce sel vers les céramiques est à écarter. Cela est d'autant plus éclairant qu'environ 62% — soit 43 échantillons sur 69 — du corpus analysé à la HPLC comprenait la surface des tessons qui était en contact direct avec les sédiments. La contamination par ceux-ci pourrait être un souci en moins pour les archéologues.

Pour le vérifier, nous avons analysé chimiquement les 32 échantillons de sédiment provenant des fouilles de 2011-12 afin de connaître leur taux en oxalate.

Le tableau 7 (en annexe) présente les résultats. Il s'avère qu'aucun sédiment ne dépasse le seuil de détection en termes d'oxalate. Cela laisse donc en suspens la question de la contamination. En revanche, ces résultats confirment celui de l'échantillon 70 puisque les sols ne peuvent être la cause du taux d'oxalate obtenu dans le fond du vase.

## **6.2 L'observation au microscope électronique à balayage (MEB)**

Une inspection visuelle peut apporter son lot d'incertitudes et un biais causé par la nature qualitative de l'exercice. Je voudrais toutefois rappeler les différents critères qui permettent de conclure à une preuve de production d'alcool à base de céréales :

1. Piquage aléatoire de la surface ;
2. Disparition partielle des anneaux concentriques cristallins du granule ;
3. Transformation substantielle du hile ;
4. Disparition de la croix d'extinction ;
5. Fusion des parois des granules ;
6. Effondrement interne du granule, lui conférant une forme de « pâte à pizza ».

Je rappelle également qu'il est possible de retrouver dans le même échantillon des granules à différents stades de transformation, et qu'après la saccharification, environ 60% des granules peuvent être affectés ; de plus, les granules de petite dimension échappent souvent aux attaques des enzymes (Wang, *et al.* 2017).

Les céréales ont servi également dans d'autres recettes — pain, gruau, soupe, etc. — et ces modes de cuisson affectent le granule différemment. Pour le pain, on peut observer des structures cristallines étagées, à l'image d'un mille-feuille, et les granules auront une apparence moins fusionnée que pour ceux de la bière à la fin de sa production ; une absence d'attaque enzymatique est aussi un bon indice, mais l'incorporation de grains germés dans la fabrication du pain demeure possible, comme le fait remarquer Samuel dans son analyse sur des croustons de pain égyptiens (Samuel 1996b). En général, les granules observés dans le pain, même

moderne, présentent moins de signes de transformation que ceux de la bière. La cuisson des céréales dans l'eau chaude ou bouillante produit d'autres caractères reconnaissables : le granule, tout en gardant sa structure à lamelles cristallines et sa forme ronde, enfle dans les axes de la largeur et de la grosseur, moins dans l'axe de l'épaisseur ; il développe aussi des plis à partir de son centre (Wang, *et al.* 2017). Cependant, l'expérimentation décrite plus haut a mis en lumière un effet de dilatation sur le granule lors de la saccharification et de la pasteurisation du moût.

### 6.2.1 Échantillon #70

Le vase d'où provient l'échantillon 70 a été retiré du carré S5 (un quadrillé du site de fouille est disponible dans le chapitre 7). Une partie des résidus provenant de l'échantillonnage a été réservée pour l'observation au MEB. Les premières images montrent des granules à divers stades de transformations, mais elles montrent en général des résidus dégradés, si on les compare avec les images obtenues sur des échantillons expérimentaux. Dans la figure 6.1, on peut distinguer dans la masse quelques granules par leur surface arrondie. Les flèches jaunes pointent les petites cavités à la surface de deux d'entre eux. Un autre au centre de l'image sort de l'agrégat — flèche bleue — et présente les mêmes marques. Toutefois, le manque de clarté de l'image ne me permet pas de l'affirmer.

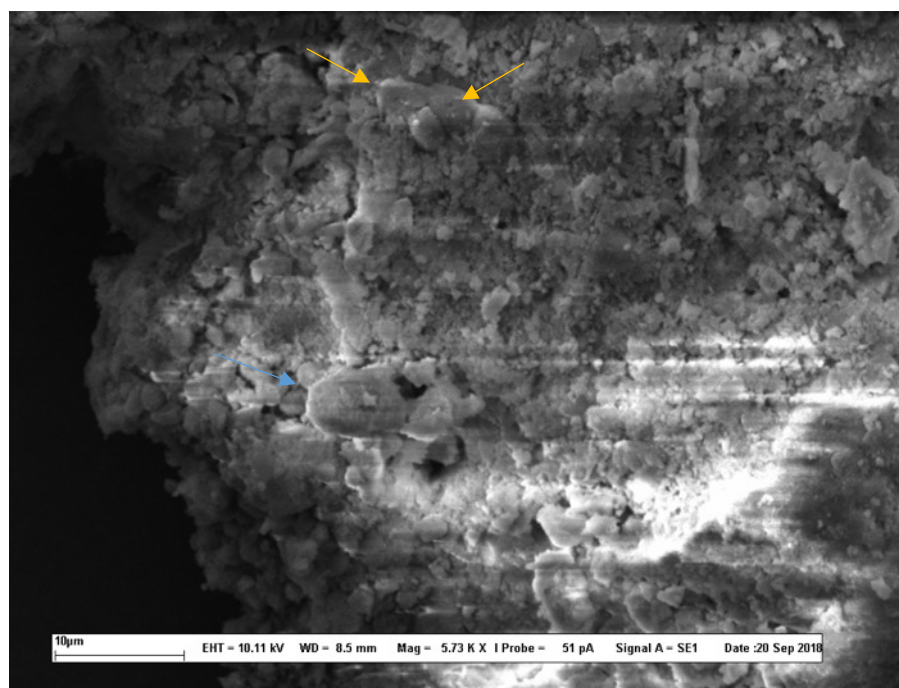


Figure 6.1 Échantillon 70 observé au MEB. Granules visibles dans l'amas des résidus de l'échantillon 70 ; les flèches jaunes pointent les attaquent enzymatiques ; la flèche bleue montre un granule attaqué qui sort de la masse.

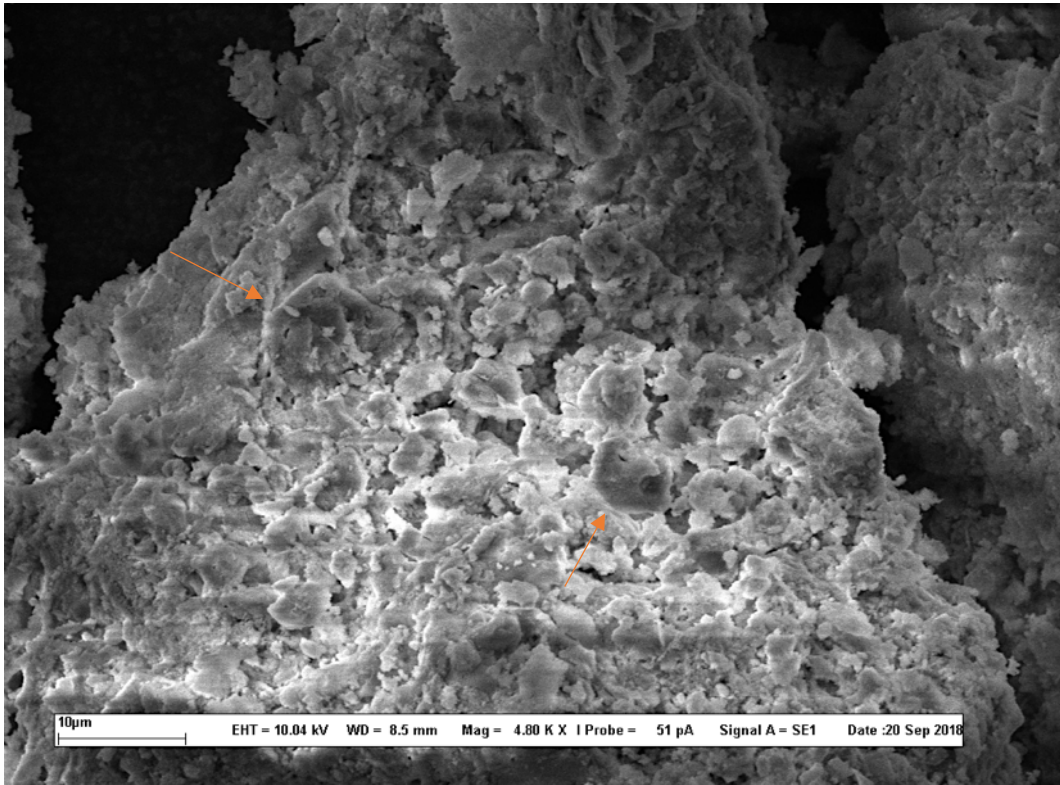


Figure 6.2 Échantillon 70 observé au MEB. Les flèches orangées pointent des granules grandement déformés.

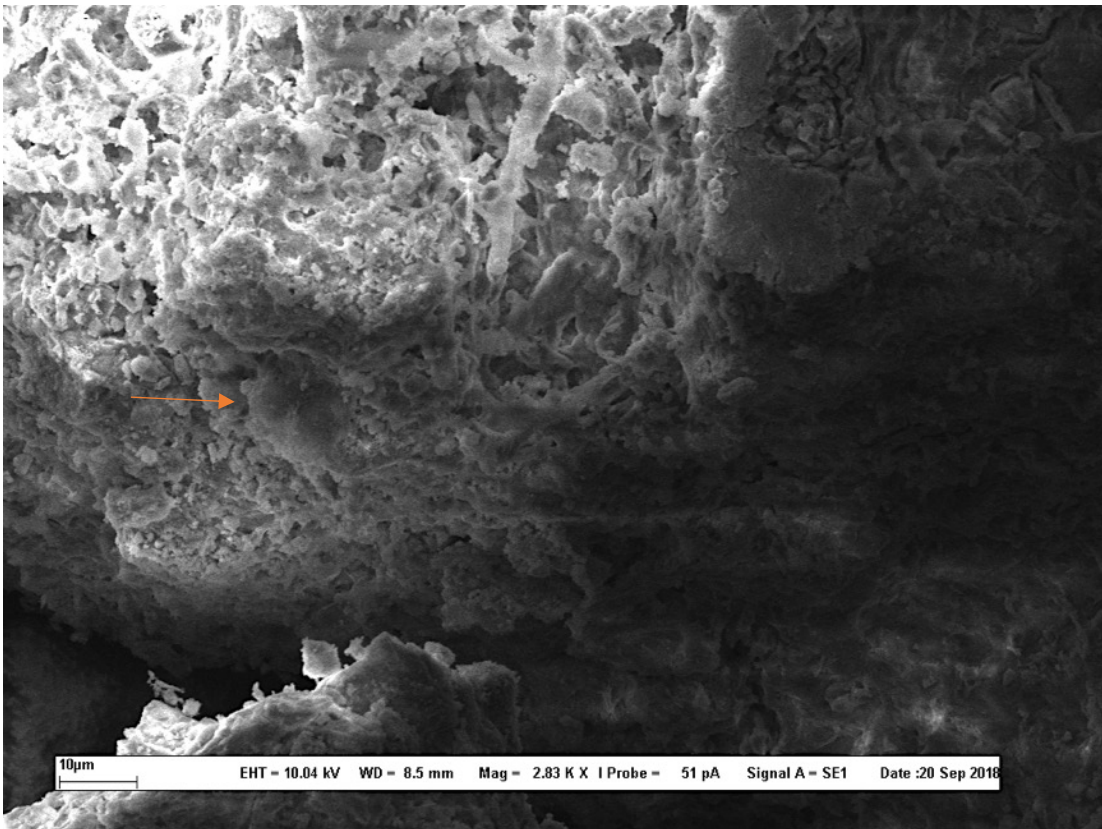


Figure 6.3 Échantillon 70 observé au MEB. Un granule, pointé par la flèche orangée, montre de petites cavités et des crevasses.

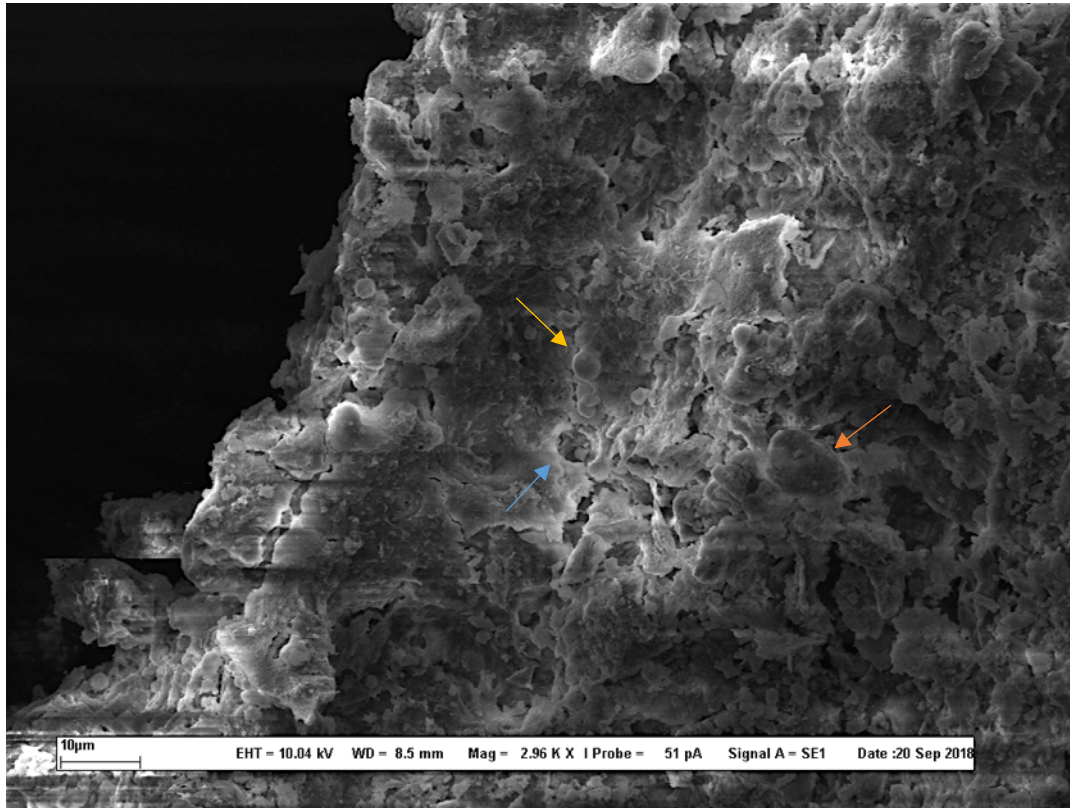


Figure 6.4 Échantillon 70 observé au MEB. Des cavités sont visibles à la surface d'un granule (flèche orangée) et un cratère apparaît là où il y a eu un granule (flèche bleue). Un granule de petite dimension (flèche jaune) indique une céréale à bimodalité.

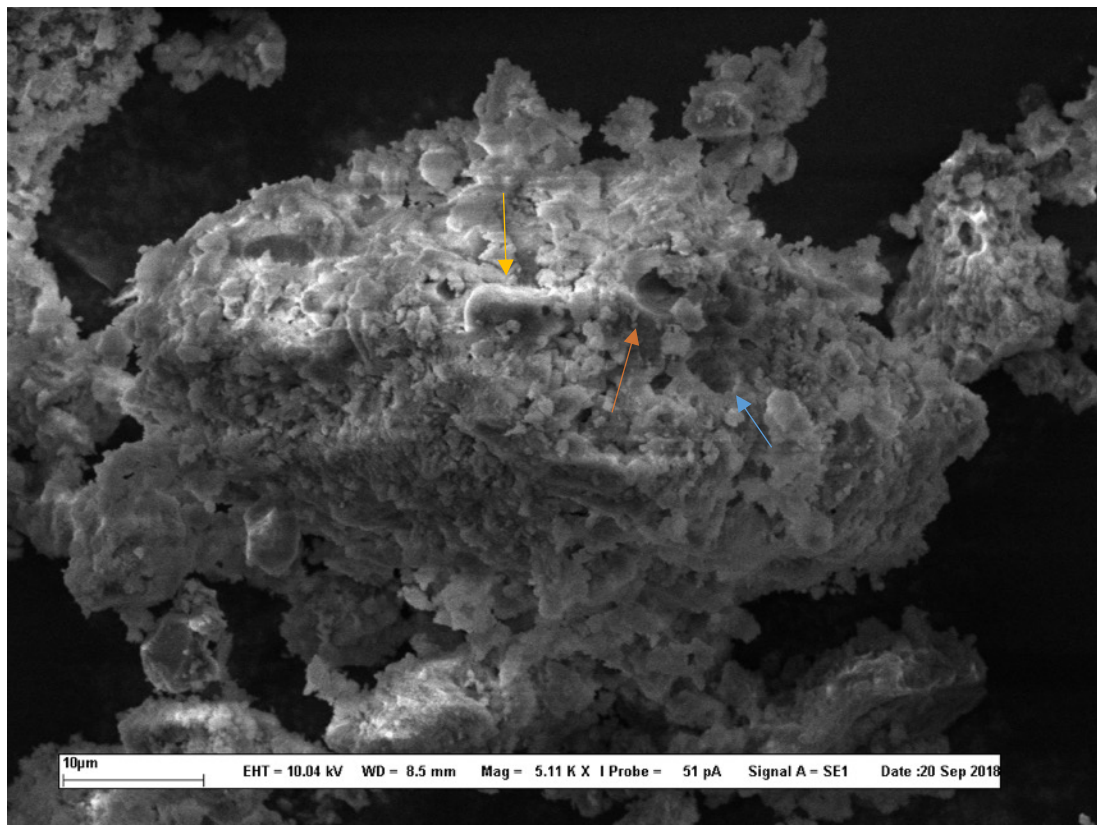


Figure 6.5 Échantillon 70 observé au MEB. Granule déformé et piqué (flèche jaune), et coquille vidée d'un granule (flèche orangée). La flèche bleue indique un cratère.

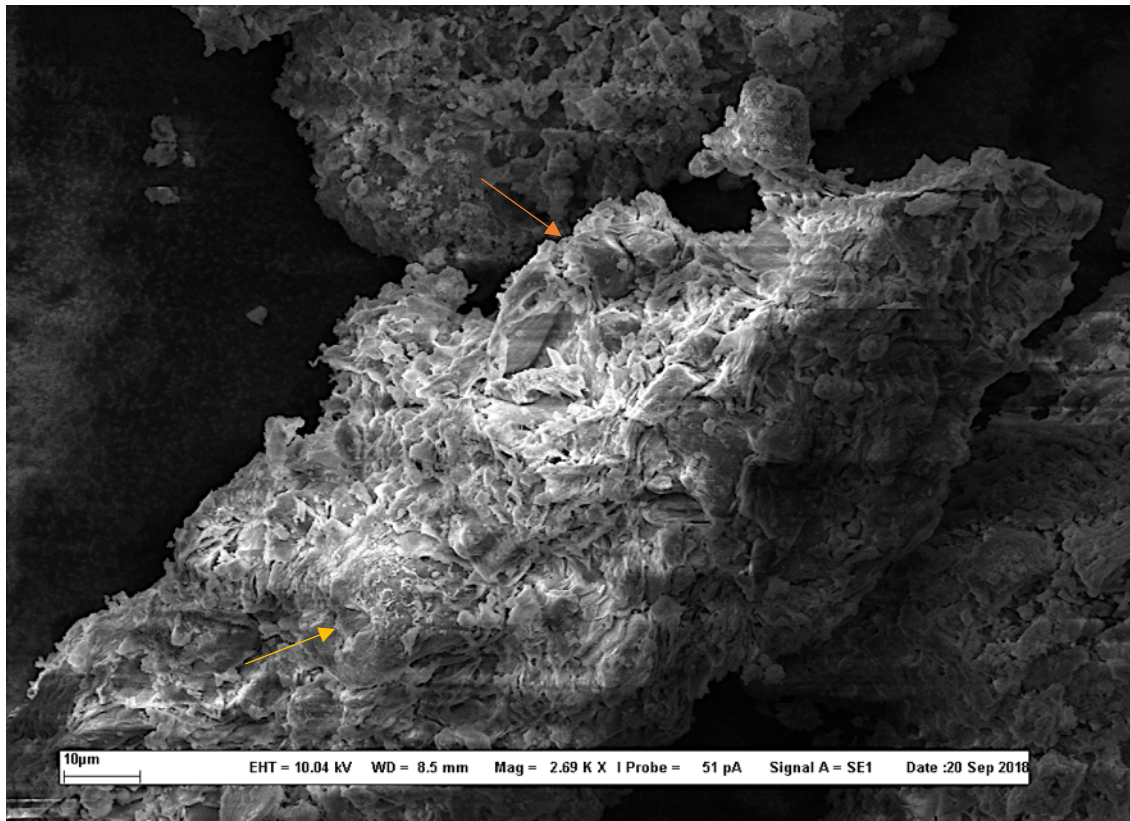


Figure 6.6 Échantillon 70 observé au MEB. En avant-plan, un granule est attaqué par le hile (flèche jaune). En arrière-plan, un autre montre des signes d'attaques à sa surface (flèche orangée).

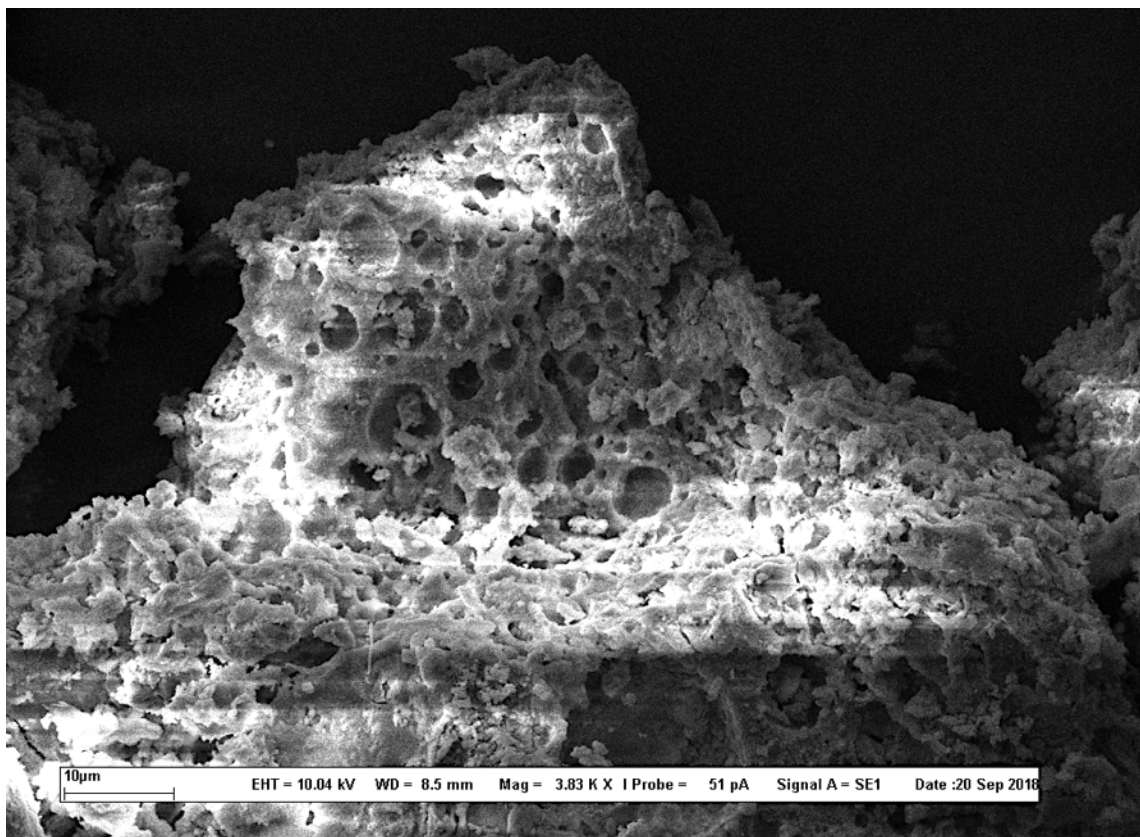


Figure 6.7 Échantillon 70 observé au MEB. Série de cratères, caractéristiques des céréales grillées.



Dans la figure 6.2, on retrouve des granules déformés par la fermentation. Leur forme rappelle la « pâte à pizza » telle que décrite par Wang et collègues et ils semblent vidés de leur contenu. On peut observer des petites cavités à la surface du granule de la figure 6.3, ainsi qu'une crevasse qui le traverse. On remarque les mêmes phénomènes dans les figures suivantes. La figure 6.4 montre un cratère laissé par la digestion complète d'un granule et un granule de petite dimension suggère la bimodalité des céréales employées dans cette boisson. On peut apercevoir une coquille de granule dans la figure 6.5, ainsi que d'autres cratères. Une attaque enzymatique par le hile est visible sur la figure 6.6.

Les photos prises au MEB de l'échantillon 70 supportent la production de bière. Prises dans leur ensemble, on observe la transformation des granules à toutes les étapes de la chaîne opératoire, du maltage à la fermentation. Quelques détails, comme la formation de cratères à la surface des masses observées (figures 6.4, 6.5 et 6.7), pourraient indiquer deux choses : soit une étape de grillage du grain après le maltage, soit une dissolution de l'amidon et une production de gaz carbonique. Ces cratères ont été observés dans deux échantillons de provenance expérimentale, de l'orge malté, grillé jusqu'à atteindre la presque carbonisation (figure 6.8), et des résidus de couvercle après la fermentation (figure 6.9). Dans le premier cas, je soupçonne que la chaleur intense du grillage du malt soit la cause de cette formation, mais il est peu probable qu'on ait utilisé du malt carbonisé pour faire une bière. Cependant, les figures 6.7 et 6.8 représentent le même phénomène et il se pourrait que les brasseurs aient fait sécher le malt en utilisant la chaleur d'un four, avant de procéder à la saccharification — ce qui ajoute une étape supplémentaire à la chaîne opératoire. Les figures 6.4 et 6.5, d'un autre côté, illustrent la fermentation, au cours de laquelle l'amidon est consommé par les levures qui produisent à leur tour du gaz carbonique et de l'alcool.

D'autres éléments ont attiré mon attention. Des objets de type ligneux pourraient être interprétés comme des sources de contamination des échantillons. Par ailleurs, la figure 6.10 illustre un corps — un reste de péricarpe? — qui s'agglutine au résidu ; la contamination devrait donc être écartée. Si c'est également le cas pour la figure 6.11, il pourrait s'agir d'un reste de plante qu'on a ajouté à la recette. Toutefois, l'identification juste de cette plante ne pourra être déterminée dans le cadre de cette recherche.

La dimension des granules qui sont observables sur les photos sont rarement au-dessus de 15  $\mu\text{m}$ , à l'exception de la figure 6.6 où un granule présente une longueur d'environ 20  $\mu\text{m}$ .

En général, on retrouve plutôt des granules de 10  $\mu\text{m}$  pour les grands (en tenant compte de la bimodalité) et de 2 à 5  $\mu\text{m}$  pour les petits. Cela pourrait s'expliquer de plusieurs manières. Puisque l'avoine, le millet et le sarrasin possèdent des granules entre 2 et 15  $\mu\text{m}$  sans présenter de bimodalité, et que l'orge, des granules de 15 à 22  $\mu\text{m}$  avec bimodalité (de 2 à 5  $\mu\text{m}$ ), nous pourrions être en présence de plusieurs céréales dans cet échantillon. Le problème que pose cette hypothèse est qu'il complique pour le brasseur l'étape de la germination, le temps de celle-ci variant d'une céréale à l'autre. Il est aussi difficile d'identifier des céréales par leur forme lorsqu'il s'agit de granules qui l'ont perdue par le processus de fermentation. On sait néanmoins que l'orge de type *hexastichum* (à 6 rangées) fait partie de l'assemblage archéo-botanique (Arobba, *et al.* 2017) ; il en est moins certain pour l'avoine, le millet et le sarrasin, bien qu'on ait pu identifier des phytolithes de *Pooideae* sp., famille à laquelle appartiennent l'avoine et le seigle. Une autre explication pourrait être que les granules de grandes dimensions, comme ceux de l'orge, aient disparu dans la masse, ne nous laissant voir que des granules endommagés et vidés de leur substance.

Finalement, en superposant ces observations aux analyses chimiques, nous pouvons conclure à une boisson fermentée faite de céréales. Ce croisement des analyses vient renforcer les examens suivants car les prochains échantillons n'ont pas pu être analysés chimiquement. Les conclusions ne sont donc supportées que par les observations au MEB.

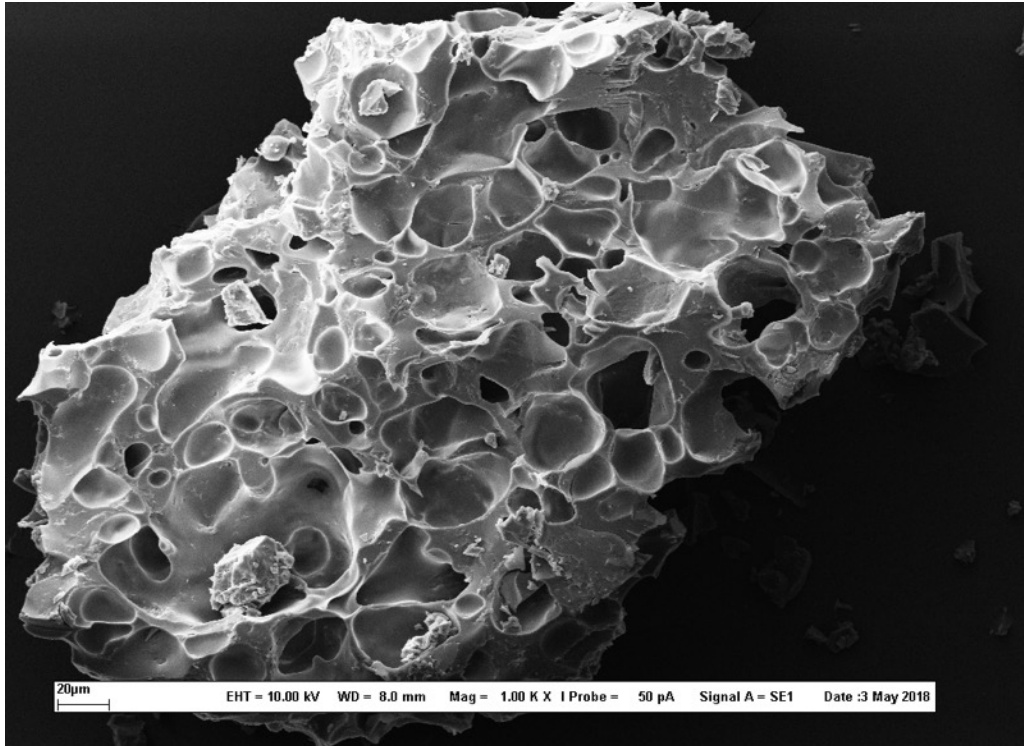


Figure 6.8 Orge malté grillé; échantillon provenant de l'expérimentation.

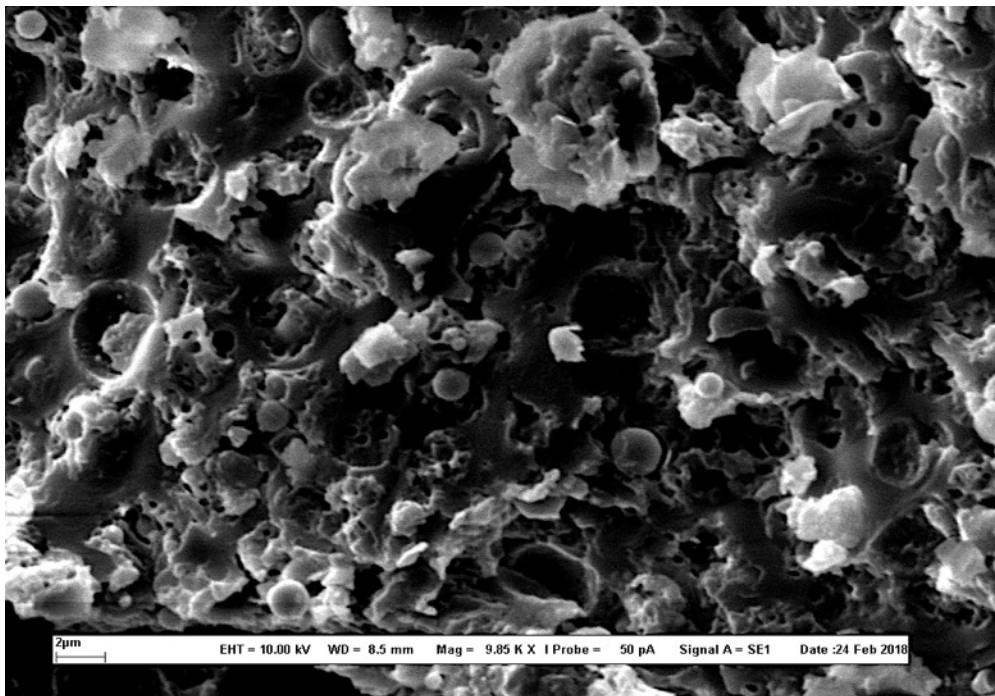


Figure 6.9 Résidu de couvercle; échantillon provenant de l'expérimentation.

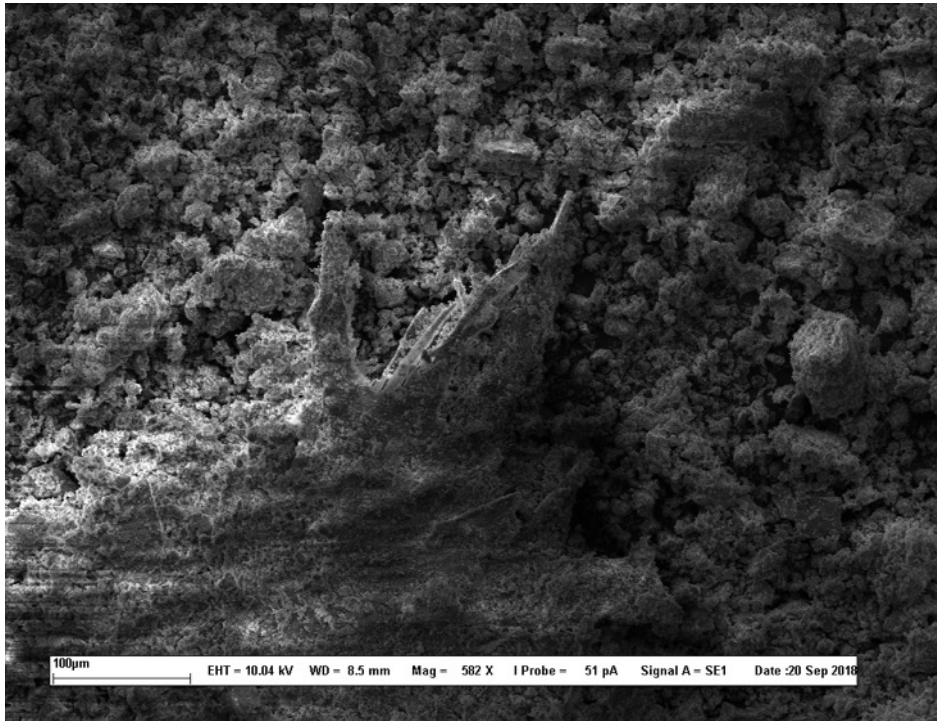


Figure 6.10 Échantillon 70 observé au MEB. Résidu fibreux de grande dimension.

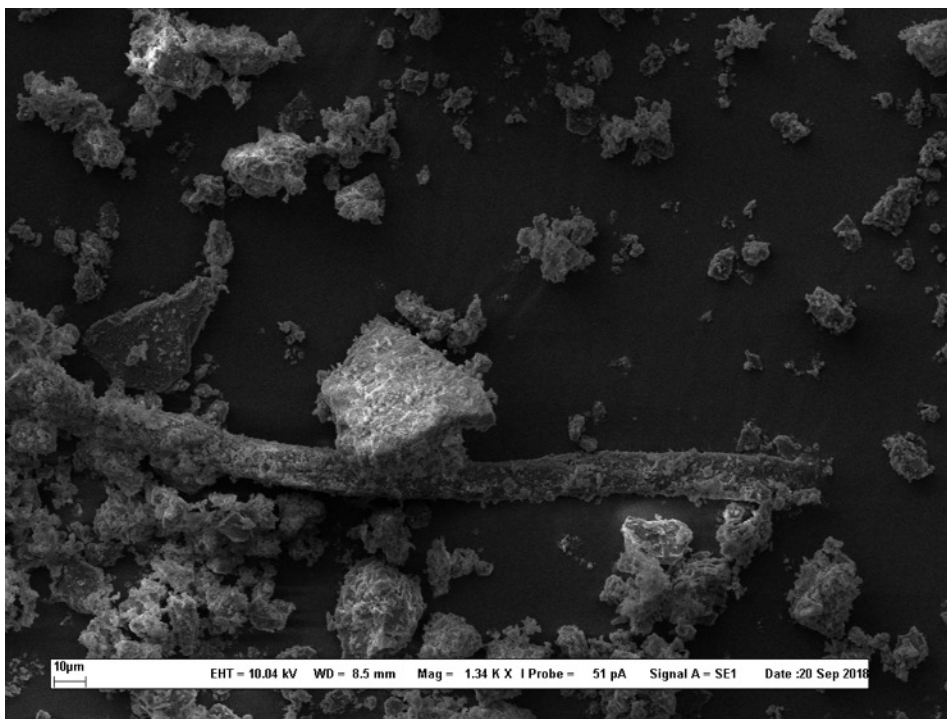


Figure 6.11 Échantillon 70 observé au MEB. Fibre ligneuse de dimension moyenne.

### 6.2.2 Échantillon # 78

L'échantillon 78 a été prélevé sur un tesson qui devait composer un fond et une partie du bas de la panse du vase (figure 6.12). Il provient également des fouilles 2011 et a été trouvé dans le carré N502E208. Le résidu beige collé à la paroi interne du tesson a été récolté au scalpel.

Sur la figure 6.13, il y a évidence d'attaque enzymatique, avec les cavités bien visibles sur le bout du granule, qui est tordu par l'endocorrosion. Sur la figure suivante (6.14), on aperçoit également des cavités avec en surplus, les lamelles cristallines qui structurent le granule. Cela signifie que ce granule est à mi-chemin du processus de transformation.



Figure 6.12 Échantillon 78.

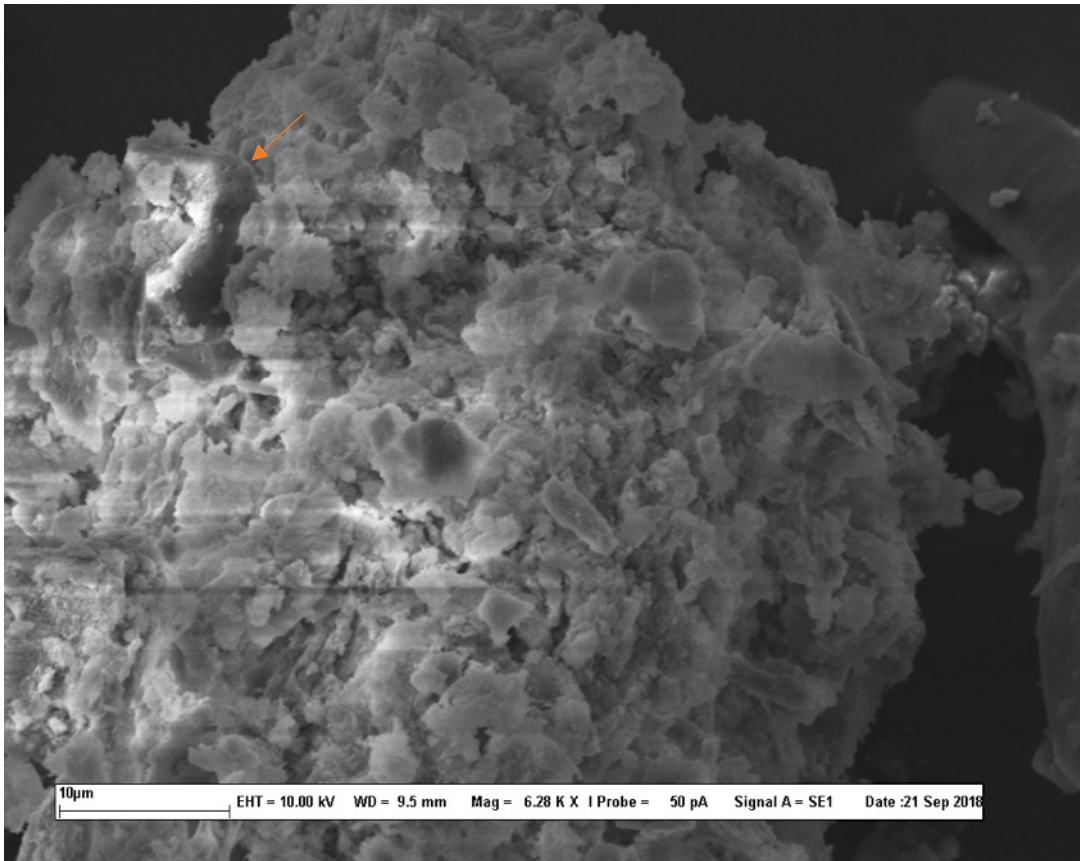


Figure 6.13 Échantillon 78 observé au MEB. Granule avec attaques enzymatiques visibles à la surface (flèche orangées).

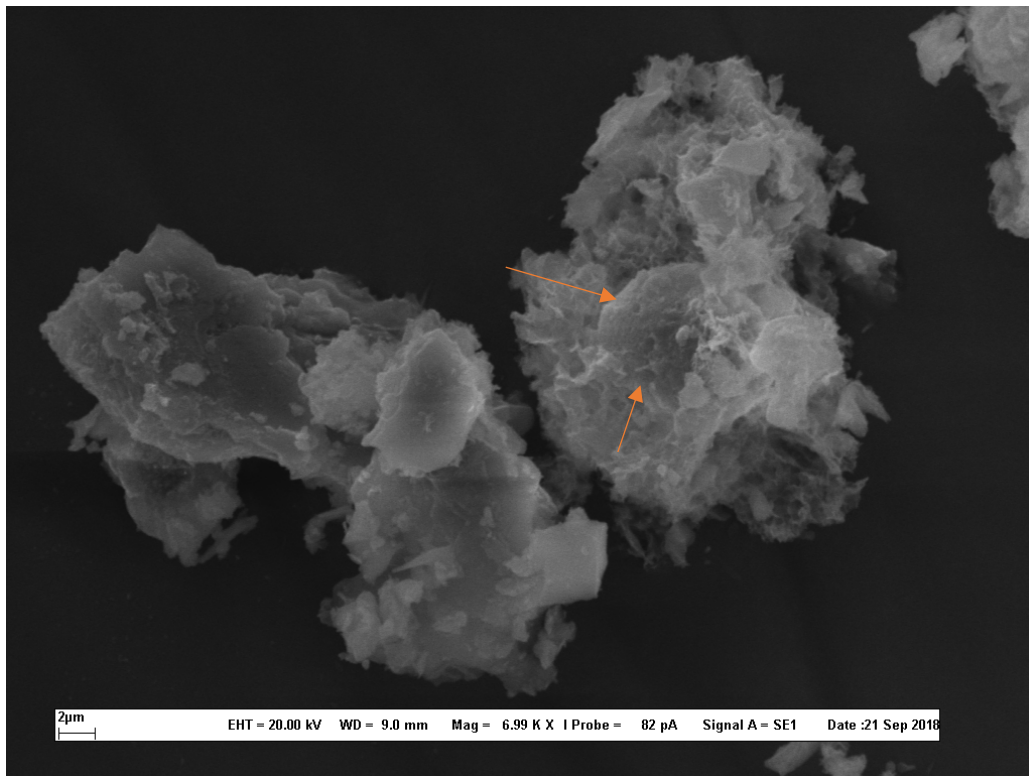


Figure 6.14 Échantillon 78 observé au MEB. Granule attaqué (marques indiquées par les flèches orangées). Il est possible de voir la structure lamellaire.

On aperçoit, sur la figure 6.15 des granules de forme polygonale. Dans la partie gauche en haut (flèche bleue), des granules de petite dimension sont également facettés, et un granule de grande dimension montre des signes d'attaque. La forme polygonale nous ramène à la discussion entamée avec l'échantillon 70, où nous avons pu relever des caractéristiques ouvrant des possibilités au recours à différents taxons. L'avoine, le sarrasin et le millet n'ont pas de granules à forme arrondie. Ils se présentent plutôt sous forme de polygones et leurs dimensions — de 5 à 10  $\mu\text{m}$  pour le sarrasin — correspondent bien avec celles qu'on retrouve sur les photos. La discussion reste ouverte, mais ce qui est sûr, c'est que les granules de la figure 6.15 ne sont pas ceux de l'orge, ni d'un taxon de type *triticum*.

Une quatrième image (figure 6.16) de l'échantillon expose un granule vidé de sa substance molle qui s'étale devant lui. Par ailleurs, il semble en manquer un morceau et la paroi commence à s'aplatir à son extrémité supérieure.

La figure 6.17 représente la masse des granules fusionnés à la fin de la fermentation. On y voit un granule s'y détachant, quelques profils d'autres granules marqués par des fentes dans la masse, puis de petites cavités, rappelant celles qui logent à la surface des granules attaqués. À titre comparatif, j'ai mis en figure 6.18 une photo prise d'un échantillon de lèvre après l'expérimentation. On y revoit les mêmes éléments, en plus net.

Les figures 6.19 et 6.20 exhibent toutes deux des fibres de nature et de dimension semblables. Les flèches pointent la limite de segments, caractéristique qui pourrait aider l'identification du type de fibre végétale (Wang *et al.* 2018). Ceci dit, ces « artéfacts » ne semblent pas appartenir à l'échantillon, flottant au-dessus des particules collées à la pastille. Il pourrait alors s'agir d'une contamination survenue pendant l'entreposage des céramiques ou la manipulation du tesson.

En résumé, l'échantillon 78 fournit des preuves assez nombreuses pour déterminer une production de bière dans ce vase. Il se pourrait qu'un autre type de céréales ait été employé pour faire de l'alcool, ce qui suppose un manque de préférence pour une céréale en particulier pour la conception d'un produit fermenté. Cela suggère enfin qu'un des buts recherchés serait d'utiliser un surplus en fin de cycle, afin de réduire les pertes.

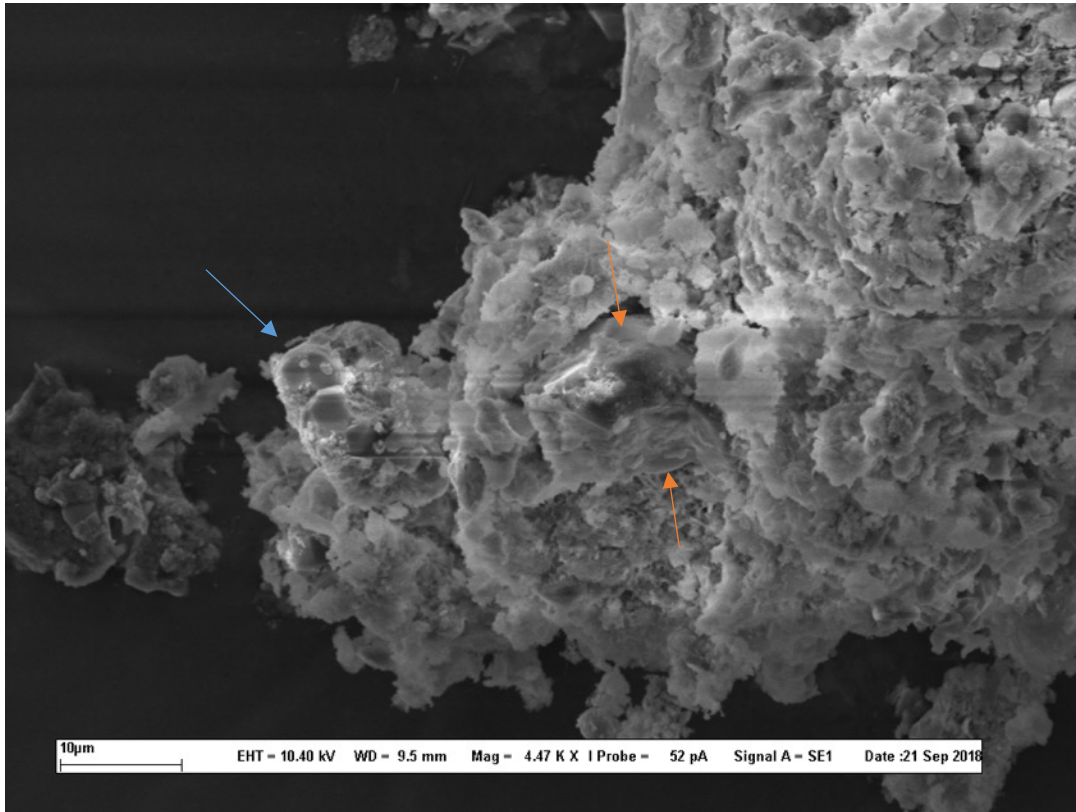


Figure 6.15 Échantillon 78 observé au MEB. Plusieurs granules, à multi-facettes, montrent quelques signes d'attaques enzymatiques (flèches orangées) ; la flèche bleue pointe un granule de petite dimension, également facetté.

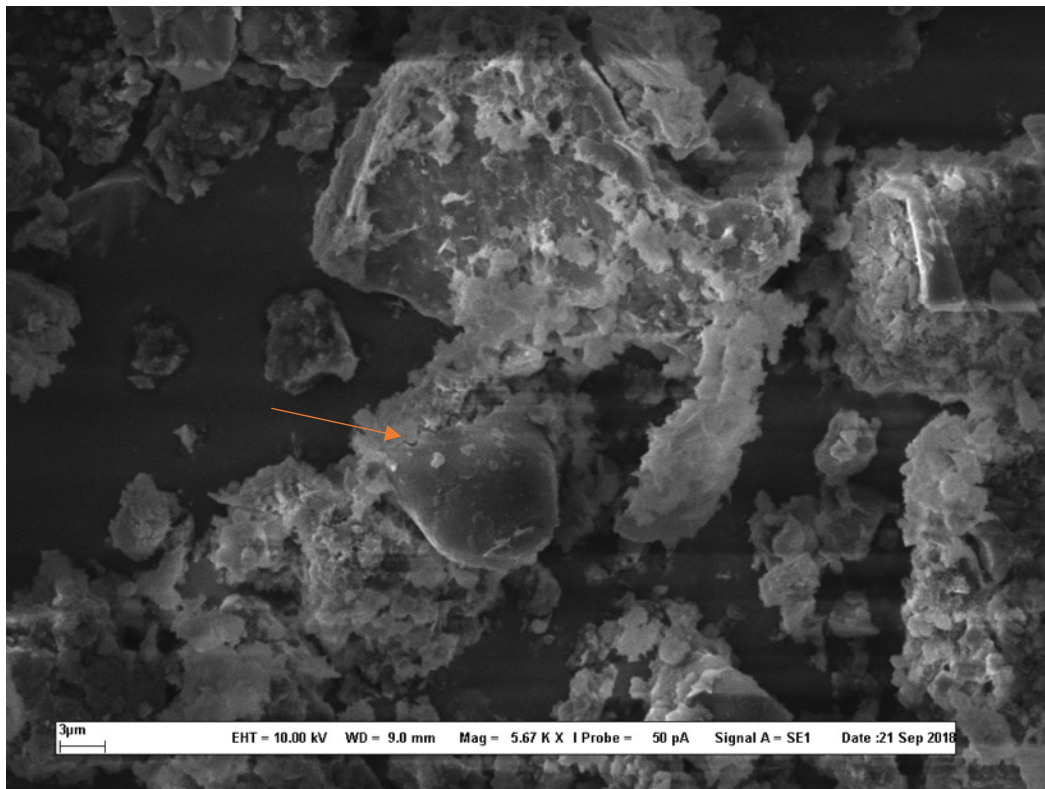


Figure 6.16 Échantillon 78 observé au MEB. Granule corrodé et légèrement à plat dans sa partie supérieure (flèche orangée).



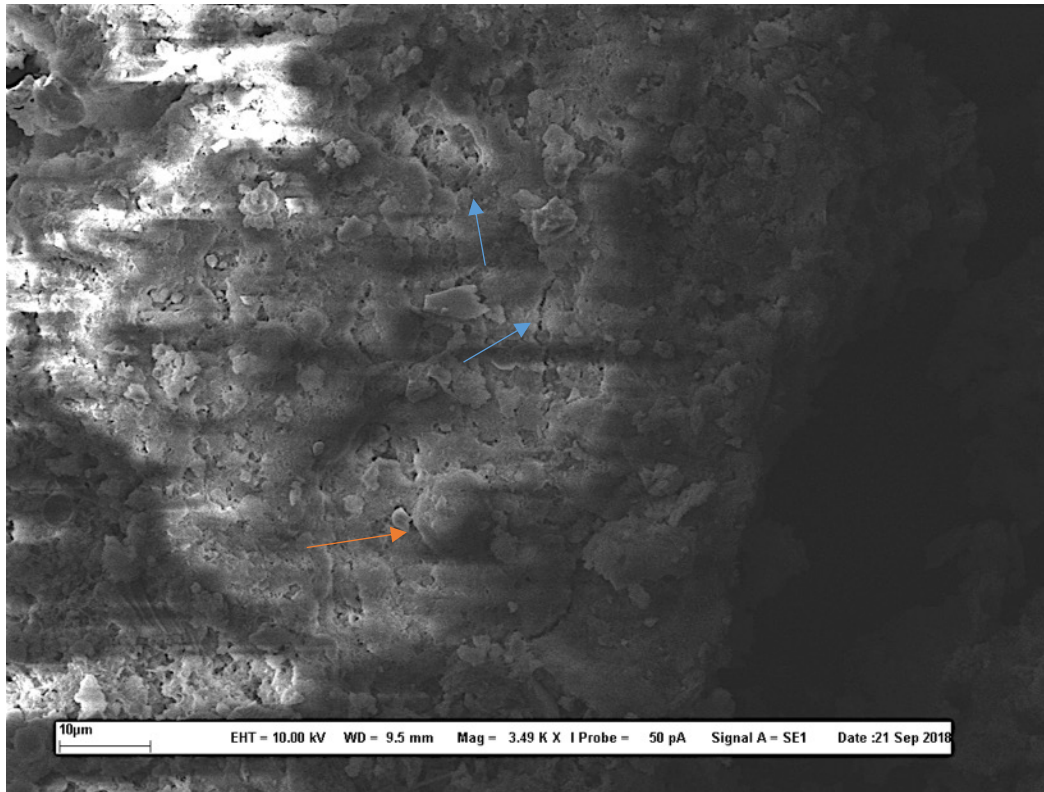


Figure 6.17 Échantillon 78 observé au MEB. Masse d'amidon fusionné avec, visible en surface, un granule pointé par la flèche orangée. Les flèches bleues indiquent les limites

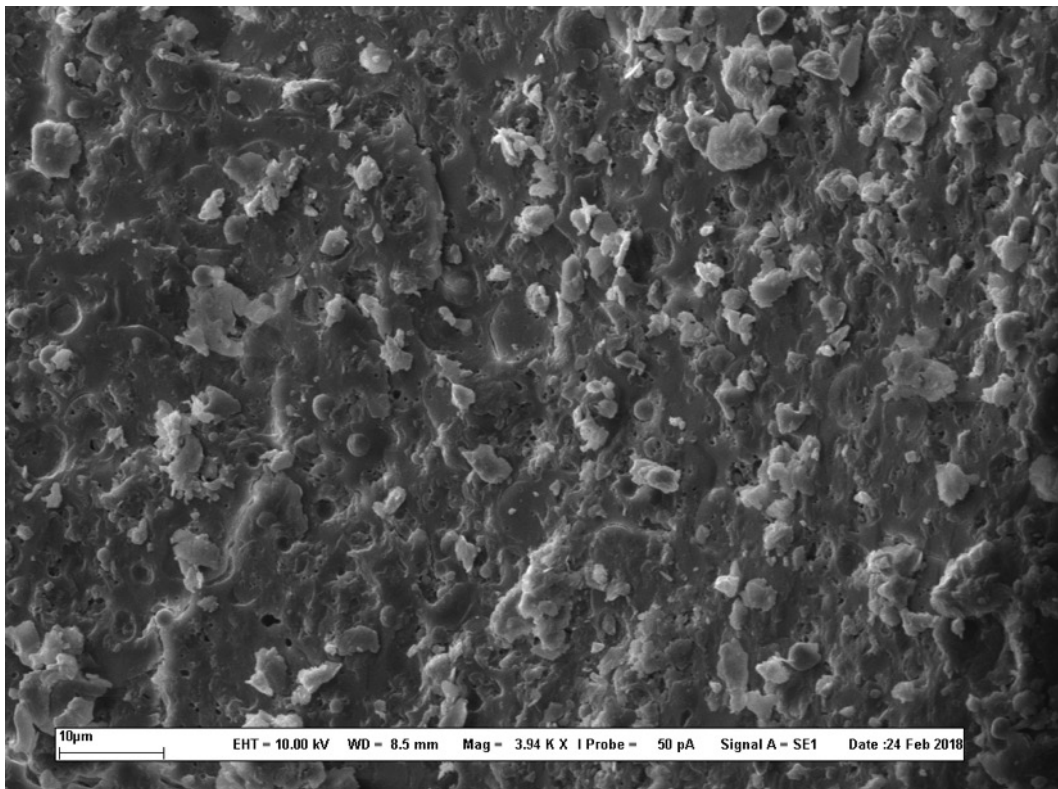


Figure 6.18 Échantillon 78 observé au MEB. Masse de granules tirée de résidus provenant de l'expérimentation.

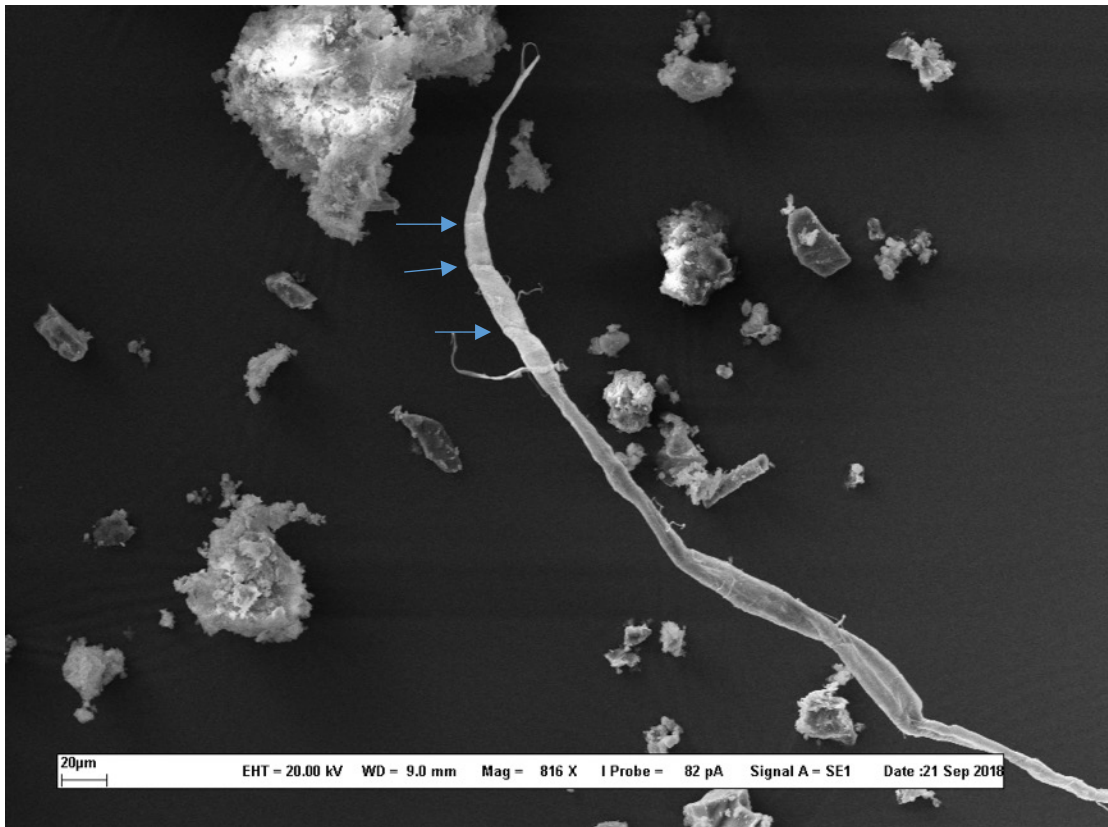


Figure 6.19 Échantillon 78 observé au MEB. Fibre avec segments ; la limite des segments est pointée par une flèche bleue.

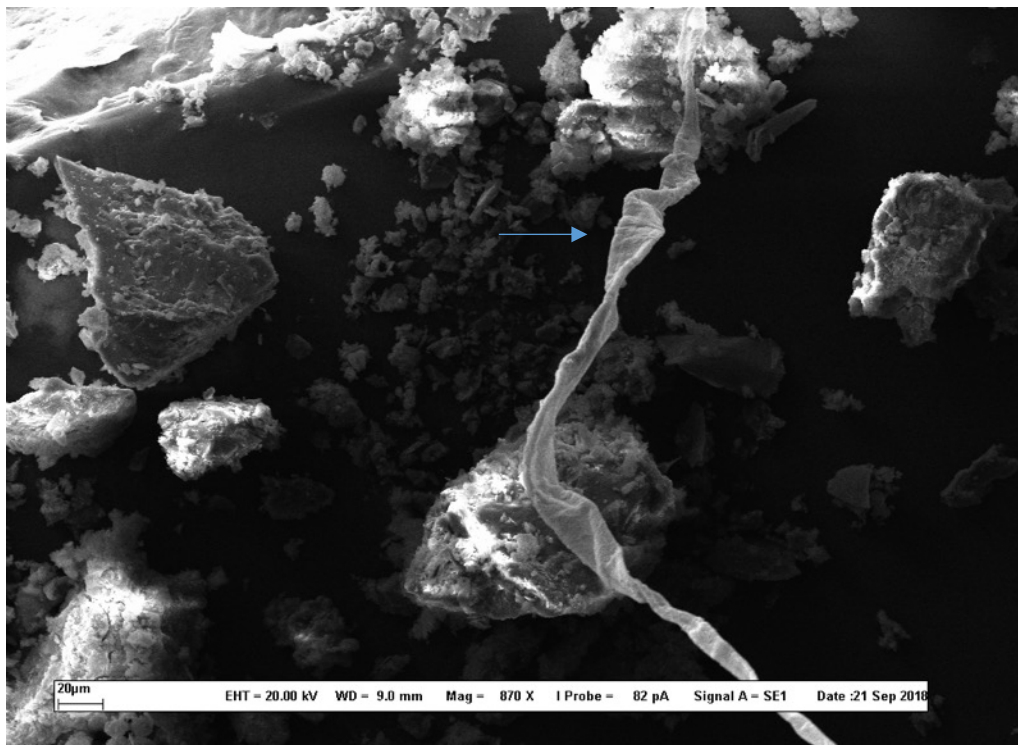


Figure 6.20 Échantillon 78 observé au MEB. Fibre avec segments, dont la jonction entre deux segments est pointée par une flèche bleue.

### 6.2.3 Échantillon #80

L'échantillon 80 a été prélevé sur un tesson de bonne épaisseur — environ 10 mm — provenant de la panse du vase. Le résidu était de couleur gris et brun (figure 6.21).

Sur la première image, la figure 6.22, une coquille vide de granule insérée dans une masse pourrait être le résultat d'une préparation alimentaire. Sur les trois figures suivantes, de 6.23 à 6.25, on voit des granules de grandes dimensions, qui sous l'effet de l'eau chaude, auraient gonflé. Ils ont d'ailleurs conservé leur forme initiale et leurs structures cristallines sont encore visibles.



Figure 6.21 Échantillon 80

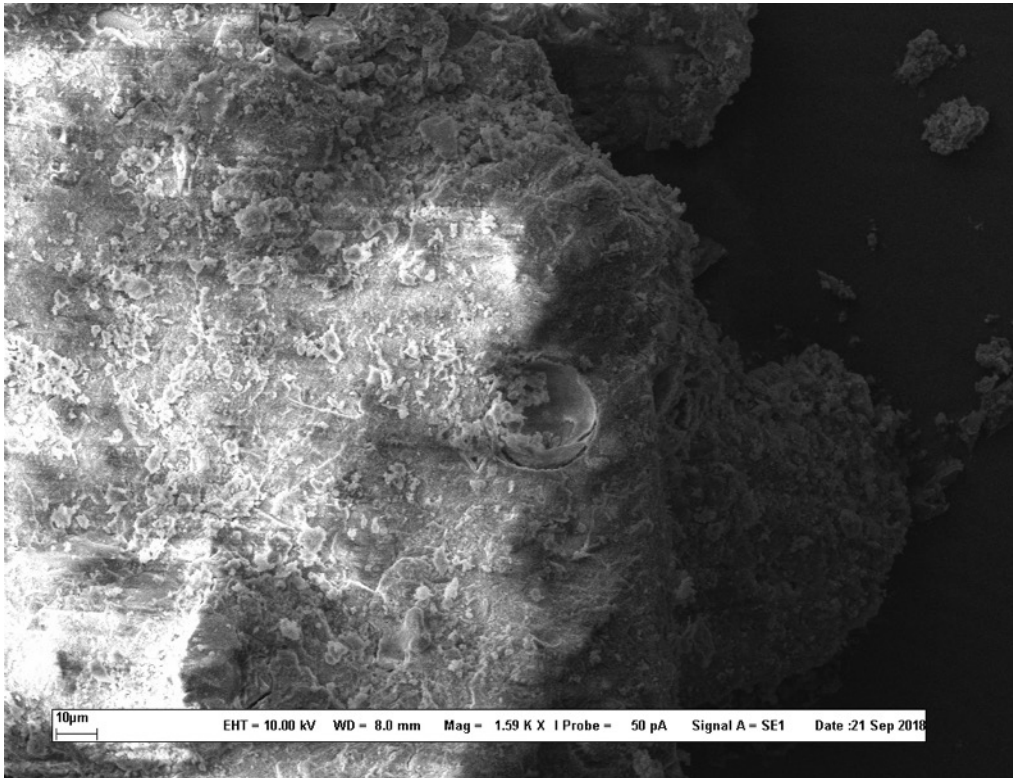


Figure 6.22 Échantillon 80 observé au MEB. Coquille externe d'un granule restée en place

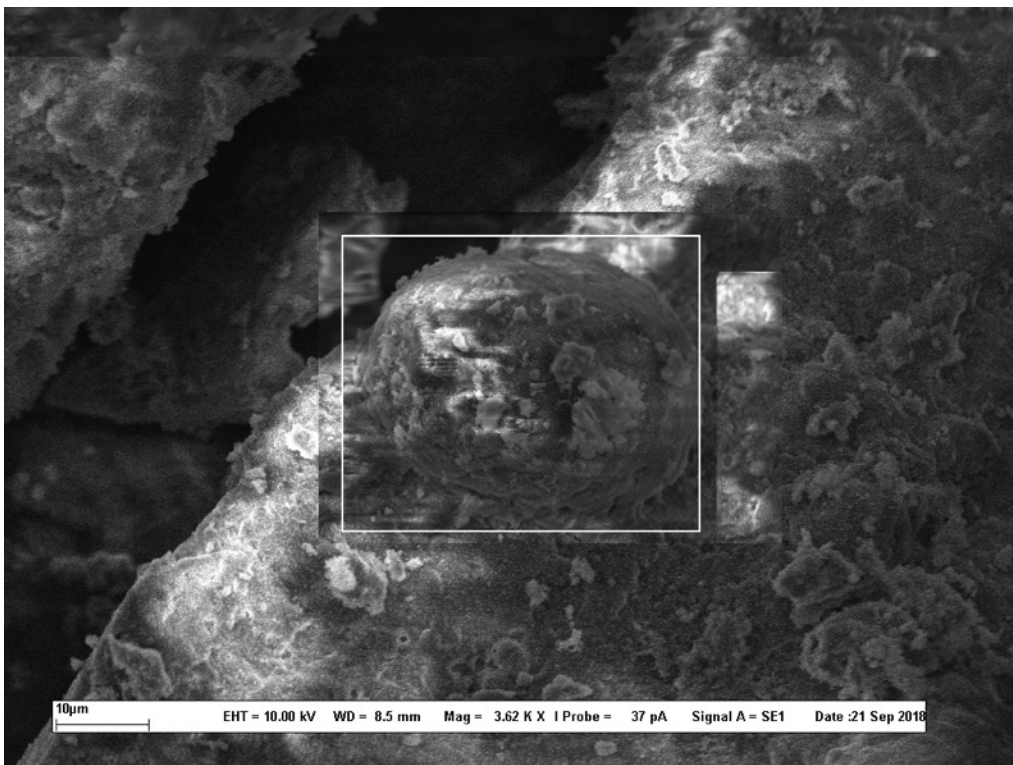


Figure 6.23 Échantillon 80 observé au MEB. Un granule de 35  $\mu\text{m}$ , probablement enflé, avec ses lamelles cristallines visibles. (Le cadre blanc a été conservé pour des raisons techniques, permettant une meilleure mise au point sur l'élément à l'intérieur. L'échelle demeure la même.)

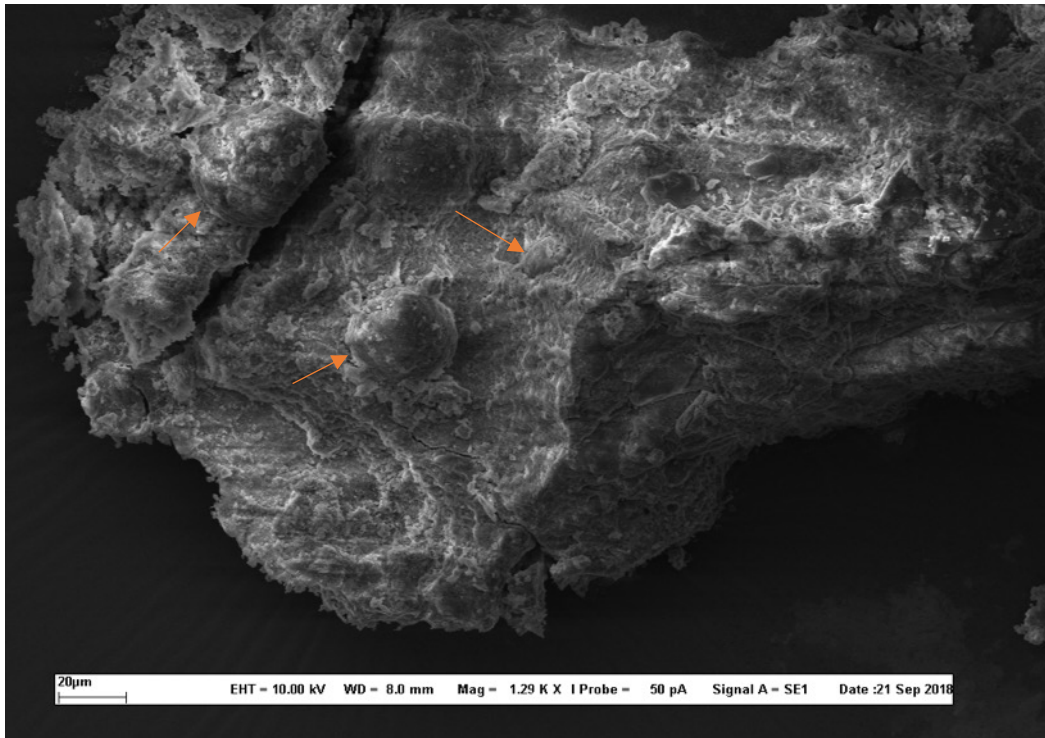


Figure 6.24 Échantillon 80 observé au MEB. Granules de  $35\ \mu\text{m}$  et plus, enflés et présentant aussi des lamelles cristallines. Trois exemples sont pointés par des flèches orangées.

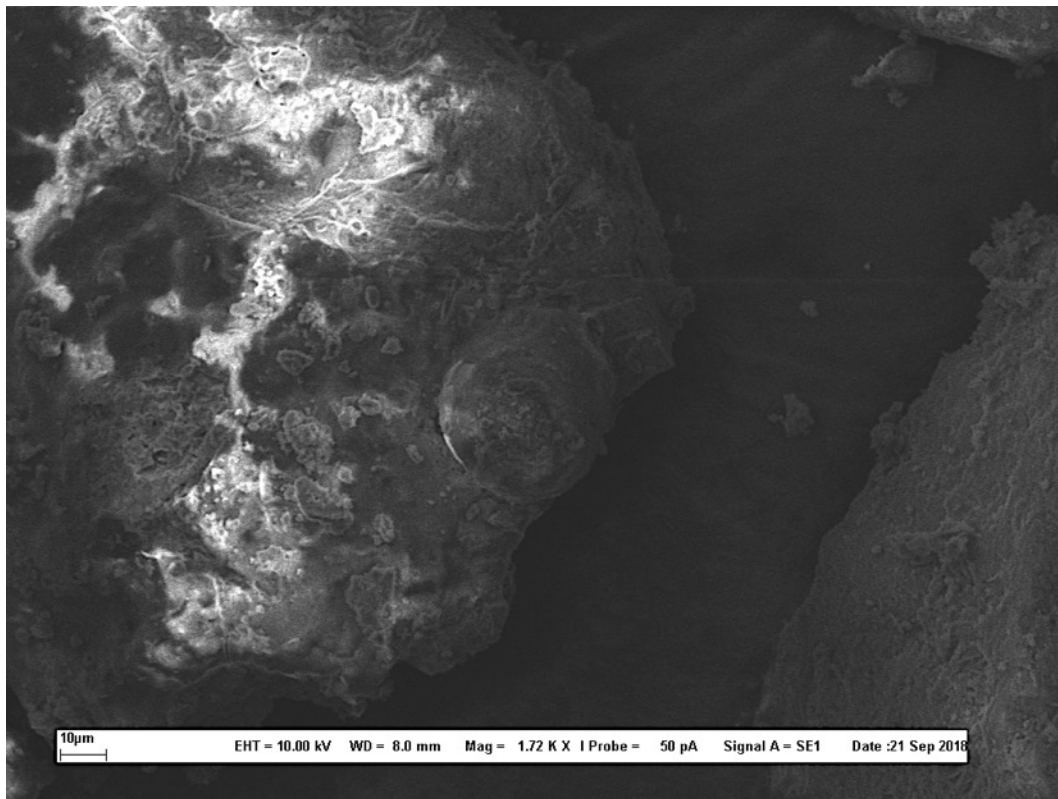


Figure 6.25 Échantillon 80 observé au MEB. Granule de  $40\ \mu\text{m}$ , enflé avec ses lamelles cristallines visibles.

On aperçoit sur la dernière image, la figure 6.26, un conglomérat de granules de dimensions petites à moyennes — entre 3 et 6  $\mu\text{m}$  — qui ne semblent pas avoir perdu leur forme initiale. Leur forme les range dans la catégorie des *Triticeae* et leur dimension les associe à l'orge. Ces éléments nous donnent des indices mais pas de preuves définitives quant à l'identification de la céréale employée. Ces caractéristiques — tumescence, structures cristallines visibles, absence d'attaque — signifient avant tout que la recette ne comporte ni de germination, ni de fermentation ; il s'agirait plutôt d'une préparation impliquant l'utilisation d'eau très chaude et de grain de céréales, peut-être de l'orge, dans une soupe ou un gruau.

L'inclusion de cet échantillon dans l'analyse sert en quelque sorte de contreponds dans les résultats de ma recherche des résidus de bière. Il permet de tester la méthode visuelle qui s'appuie sur des critères qualitatifs et de confronter les différentes conclusions auxquelles on parvient avec l'observation au MEB.

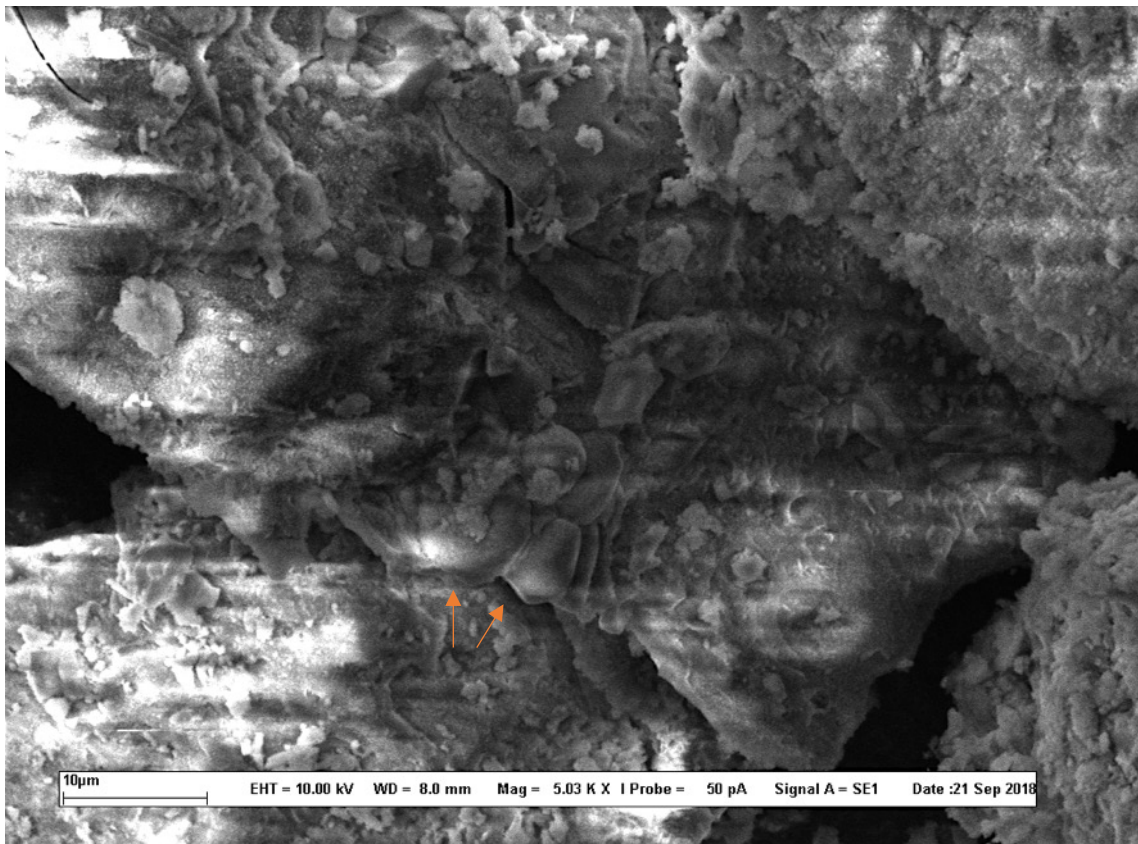


Figure 6.26 Échantillon 80 observé au MEB. Ensemble de granules de dimensions petite à moyenne, serrés les uns contre les autres, pointés par des flèches orangées. La forme indique un type de *Triticea*. Les dimensions pointent vers *Hordeum vulgare*.

## 6.2.4 Échantillon 81

Le résidu de l'échantillon 81 a été prélevé sur un tesson qui présentait une croûte s'élevant à 2 mm de la surface et mesurant 5 mm de diamètre. Le tesson est relativement mince, et sa surface interne montrait une couleur plus foncée que le reste de la céramique.

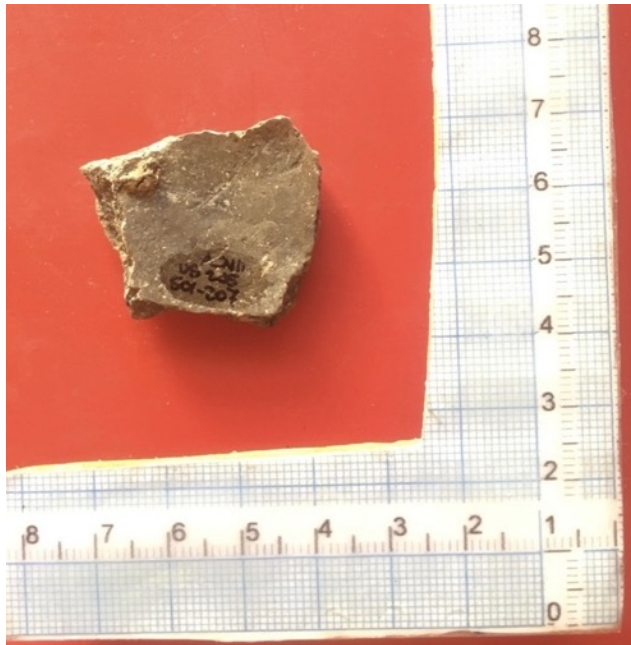


Figure 6.27 Échantillon 81.

Certains granules d'amidon retrouvés au MEB dans cet échantillon présentent très certainement des signes d'attaque enzymatique, mais les preuves de transformation intermédiaire (endocorrosion) sont absentes. Le premier exemple, la figure 6.28, est une image d'un granule presque isolé sur lequel on peut apercevoir de petites cavités. Sa dimension exceptionnelle —  $60 \mu\text{m}$  — en fait un des plus grands granules d'amidon observés dans cette étude ; nous avons pu voir une dimension semblable pour un granule d'amidon de l'orge sur l'image 4.4.11 (chapitre 4). Ce granule est accompagné de granules de petite dimension (environ  $10 \mu\text{m}$ ), ce qui l'identifie comme une céréale. La deuxième image rapportée par le MEB, figure 6.29, expose un autre granule présentant également des signes d'attaques. Sa forme allongée et

sa base déformée l'écartent de la catégorie des céréales. Il mesure environ  $35\ \mu\text{m}$  dans son axe de la longueur.

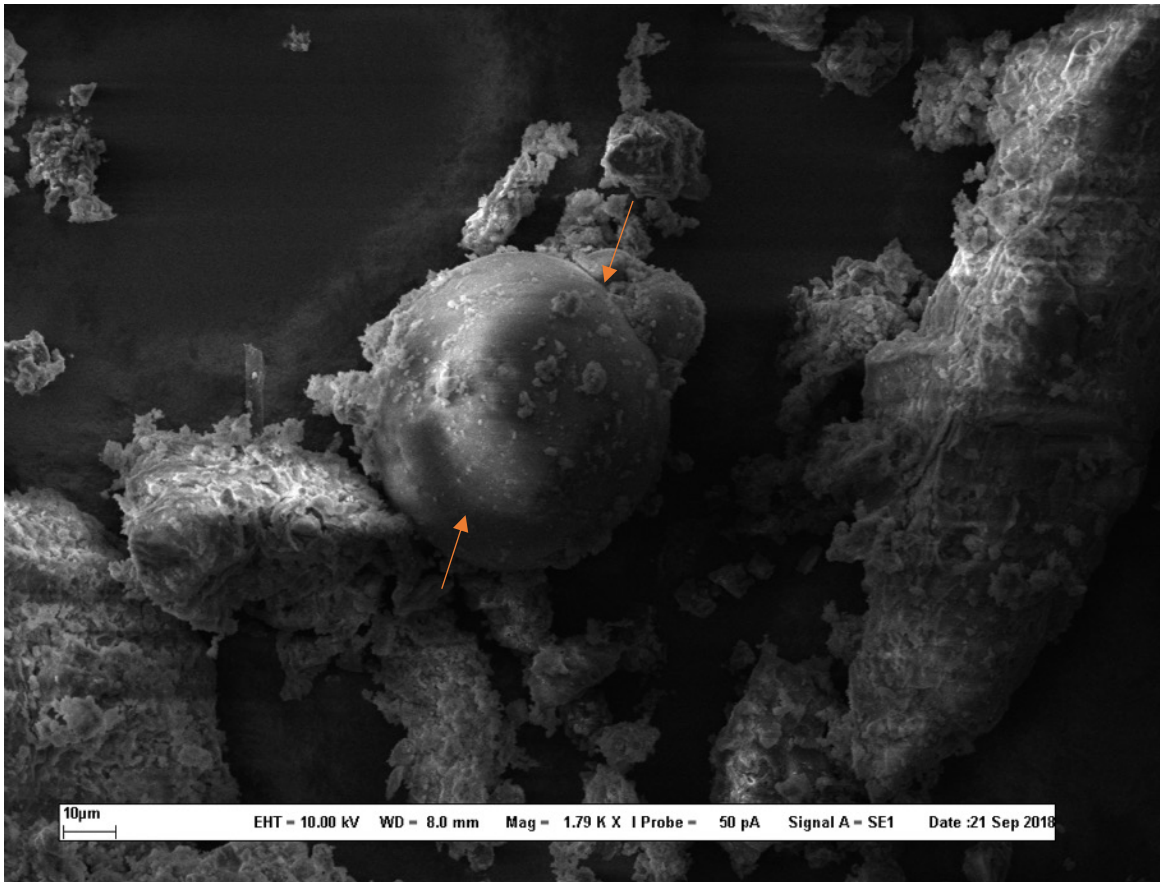


Figure 6.28 Échantillon 81 observé au MEB. Granule de dimension exceptionnelle, avec attaques enzymatiques indiquées par les flèches orangées.



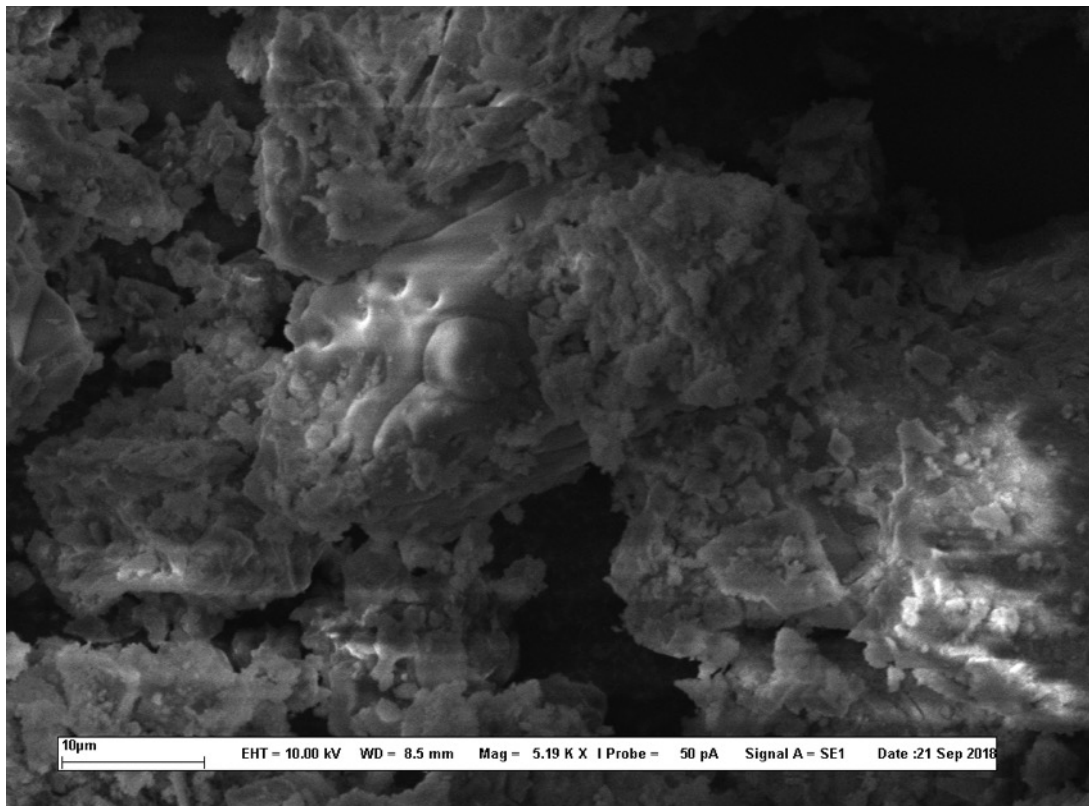


Figure 6.29 Échantillon 81 observé au MEB. Attaques enzymatiques visibles sur ce granule de forme allongée.

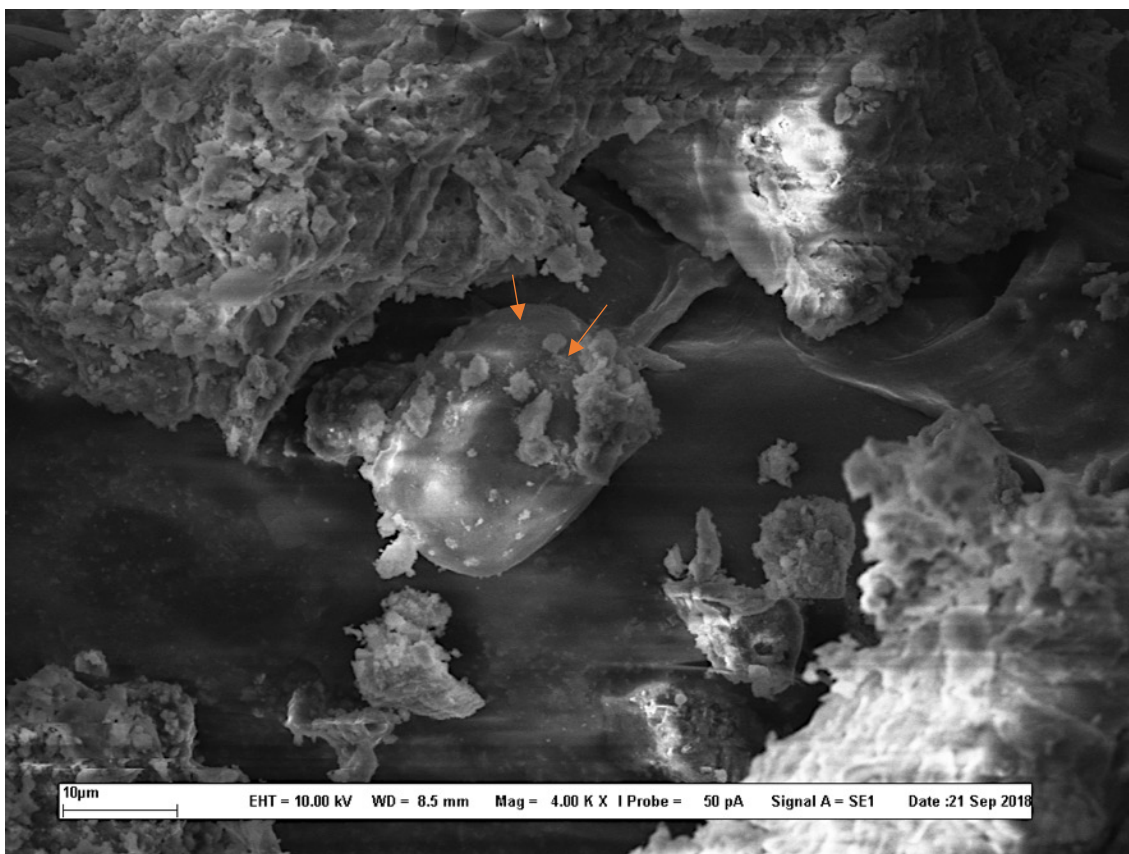


Figure 6.30 Échantillon 81 observé au MEB. Granule isolé, présentant des cavités à la surface, montrées par les flèches.

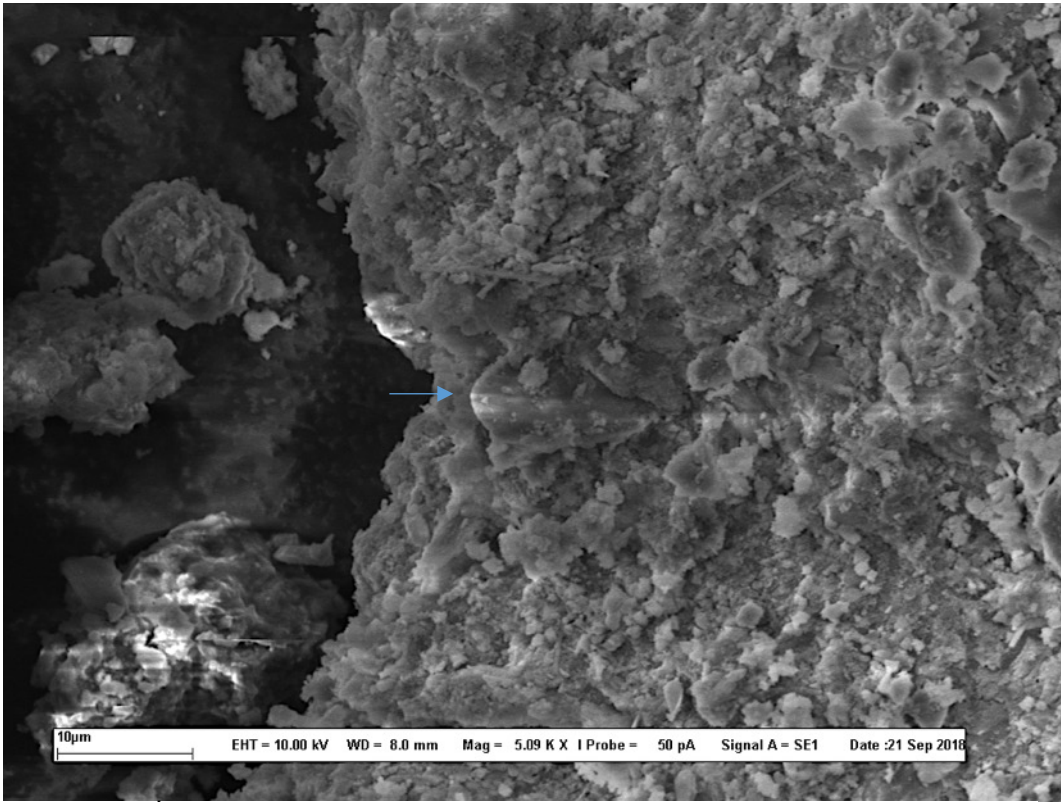


Figure 6. 31 Échantillon 81 observé au MEB. Granule avec petites cavités, indiquées par la

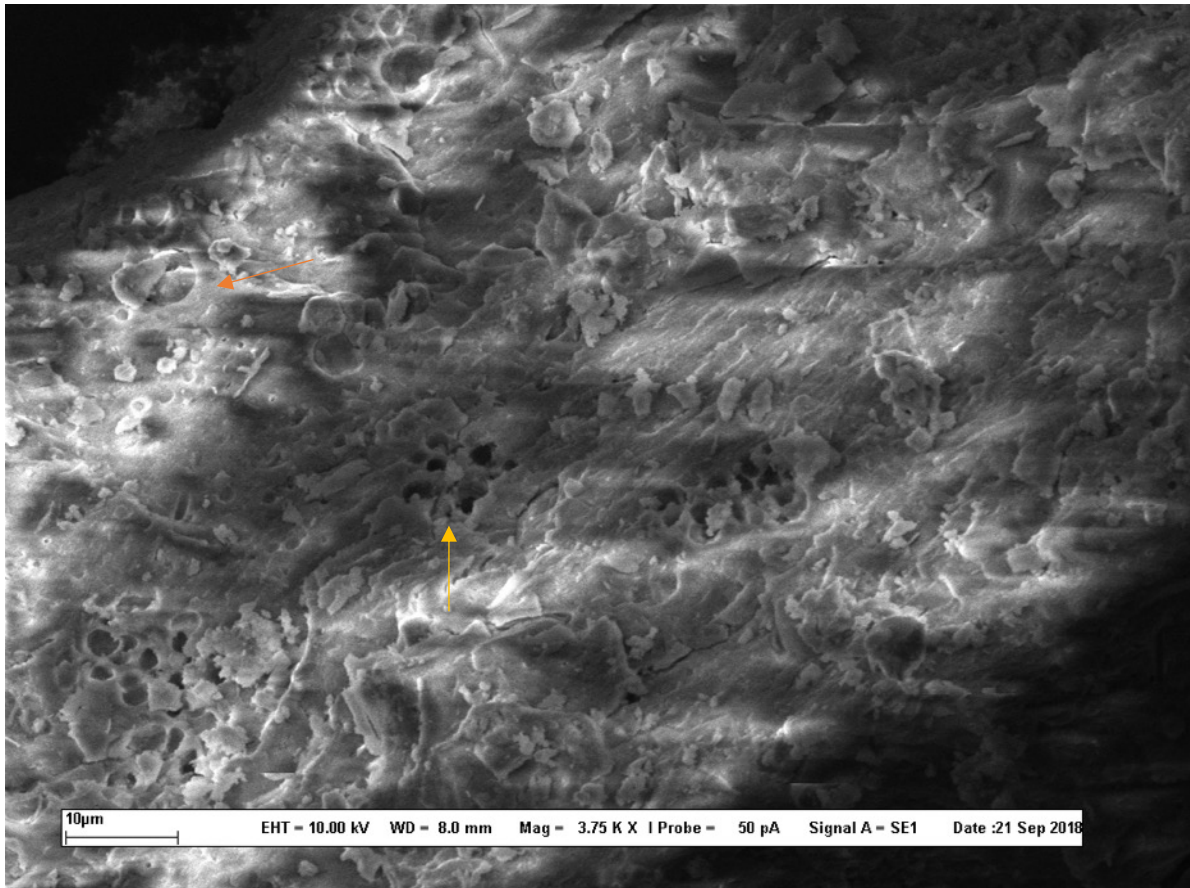


Figure 6.32 Échantillon 81 observé au MEB. Cratères et trouées visibles à la surface d'une masse ; la flèche jaune montre des trou.es group.es tandis que la flèche orangée présente un cratère semblable à ce qui a été aperçu auparavant.

Sur les photos des figures 6.30 et 6.31, on peut apercevoir quelques cavités représentant un début d'attaques enzymatiques sur d'autres granules, parfois isolés. Le fait de les trouver seuls pourrait indiquer qu'il n'y a pas de gélatinisation uniforme, bien que le granule de la figure 6.31 soit bien intégré à une masse agglutinée. Par ailleurs, l'échantillon 81 exhibe une caractéristique non observée jusqu'à maintenant : un agrégat percé de cratères (figure 6.32). Certains de ces cratères semblent avoir été laissés par des granules fondus (flèche orangée) tandis que les trouées groupées (flèche jaune) pourraient avoir été créées par le passage des gaz de fermentation. On remarque également des stries parallèles, indiquant la présence des anciennes structures cristallines des granules (voir Samuel 1996).

Les indices récoltés supportent la production de bière dans ce cas-ci, car les attaques enzymatiques, quoique peu avancées, illustrent un stade qui dépasse celui de la germination ; le nombre de granules attaqués corroborent aussi la thèse de la bière dans cet échantillon et écarte un possible accident. La gélatinisation et la tumescence de certains granules suggèrent l'utilisation d'eau chaude et un trempage de longue durée. La forme allongée du granule à la figure 6.29 ainsi que sa base découpée seraient un indice d'inclusion d'autres taxons que des céréales à cette recette, rappelant les conclusions pour l'échantillon 78. La nature du résidu — croûte unique de couleur beige — suggère une bière avec une sédimentation épaisse et grumeleuse.

### **6.2.5 L'échantillon 82**

Le cas de l'échantillon 82 (figure 6.33) est un exemple des limites d'interprétation des observations faites à partir du MEB. Les résidus étaient répartis en taches sur un tesson de petite dimension, ayant une épaisseur sous la normale (5 mm). Sa forme, l'absence de décor et de lèvre le situent dans la panse, sans que l'on puisse être plus précis.



Figure 6.33 Échantillon 82.

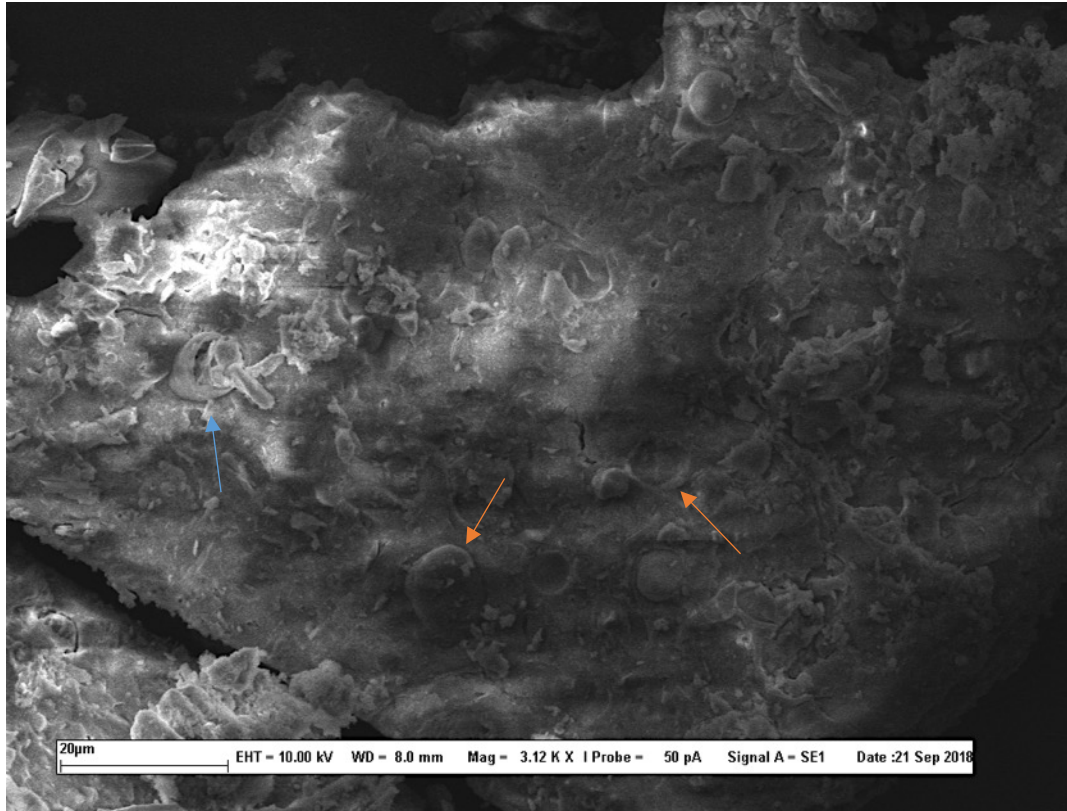


Figure 6.34 Échantillon 82 observé au MEB. Masse de granules d'amidon où on peut distinguer certaines limites externes des granules (flèches orangées), dont un s'est vidé (flèche bleue).

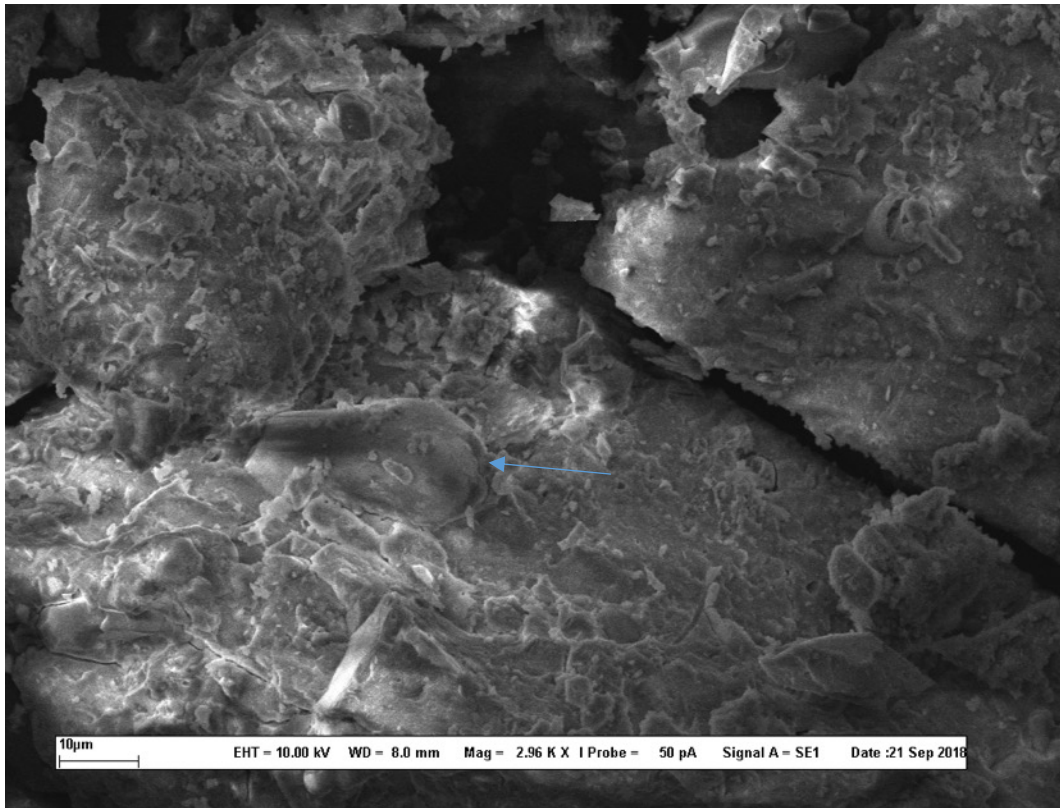


Figure 6.35 Échantillon 82 observé au MEB. Continuité de la figure 6.34, vers la gauche, un granule de grande dimension est visible à la surface de la masse.

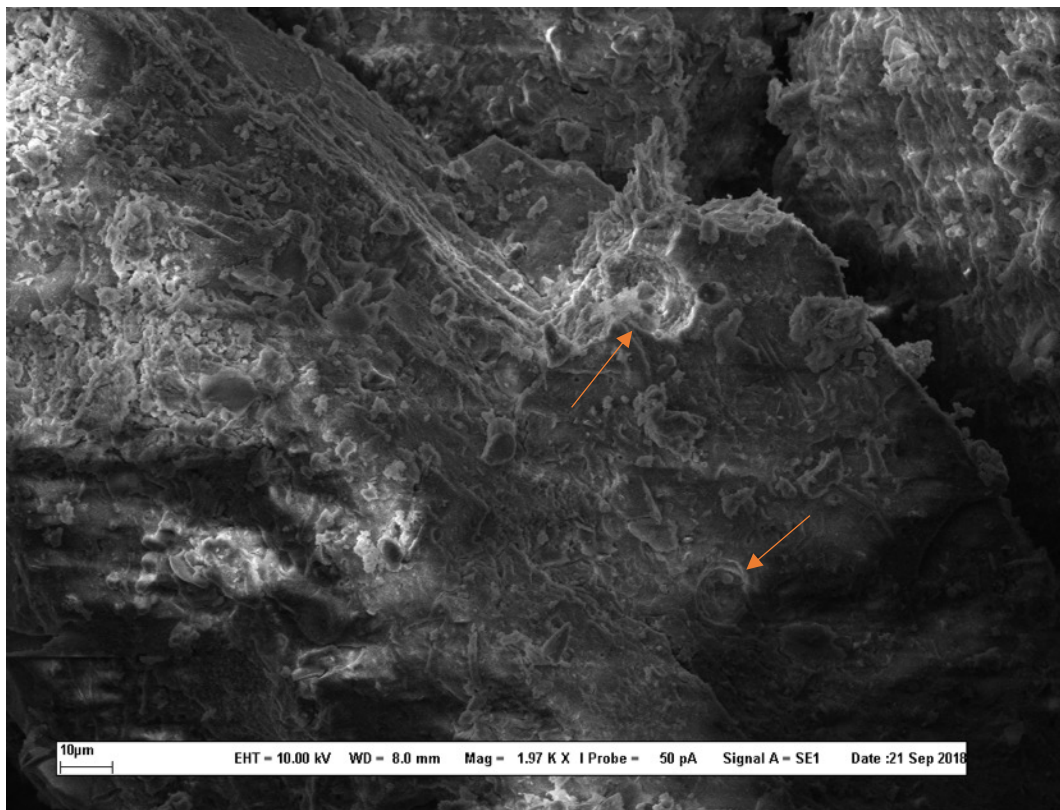


Figure 6.36 Échantillon 82 observé au MEB. Masse vitreuse dans laquelle on peut observer des cratères de granule, comprenant les structures cristallines, comme le montrent les flèches orangées.

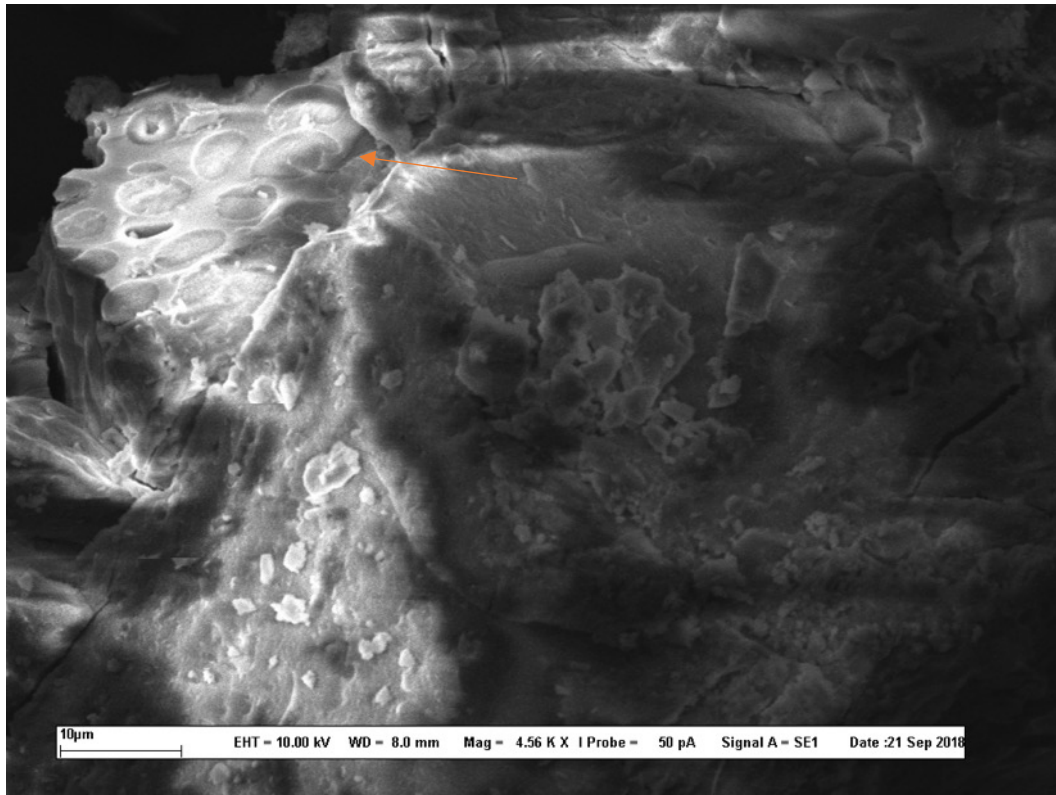


Figure 6.37 Échantillon 82 observé au MEB. Impression de granules sur un vestige de la plante?

Dans les deux premières images prises au MEB, figures 6.34 et 6.35, on observe deux phénomènes : la gélatinisation, représentée par la masse dans laquelle s’insèrent des granules, et une endocorrosion, exemplifiée une seule fois dans tout l’échantillon par la coquille vide pointée par la flèche bleue. Aucun autre granule présentant une attaque enzymatique claire n’a été trouvé. Le granule de la figure 6.35 est lisse à sa surface, à l’exception d’« artéfacts » agglutinés — amidon ou protéines? — qu’on retrouve souvent ailleurs.

La figure 6.36 montre une matière vitreuse propre à l’utilisation d’une quantité moyenne d’eau, selon Samuel (1996), mais dans laquelle on remarque des cratères formés par les anciennes structures cristallines des granules. La paroi qui semble coupée par fragmentation — peut-être lors du relevé de l’échantillon, ou de sa préparation pour l’observation au MEB — expose des structures étagées. Cela pourrait être propre à la composition d’un pain. En effet, Samuel a démontré que la confection d’un pain ne produit pas d’attaque enzymatique, ni d’humidité et de chaleur suffisante pour dissoudre les structures, encore visibles dans ce cas. La

seule coquille vidée de granule retrouvée sur cet échantillon indique qu'il y a eu germination partielle du grain, mais qu'elle pourrait avoir été accidentelle.

Enfin, j'ai inclus la figure 6.37 à titre d'exemple de rencontre fortuite au long des observations de résidus archéologiques. Sans pouvoir arriver à une identification certaine, cette formation (flèche orangée) pourrait être une impression des granules à l'intérieur de leur cosse. Il pourrait s'agir aussi d'une coupe transversale de cellules ligneuses, faisant apparaître les pores qui permettent le passage de la sève (flèche orangée) et qui sont propres aux feuillus (angiospermes). Nous pourrions avoir ici un exemple de la tige d'une plante, comme celle des céréales.

### **6.3 Synthèse des observations au MEB**

Le tableau 3 résume les résultats obtenus pour chaque échantillon. Nous avons pu établir avec certitude qu'il y a présence de bière pour trois des 5 cas. Les deux autres échantillons, 80 et 82, représentent d'autres recettes faites à partir de plantes amidonnées. Les signes diffèrent par peu ou pas d'attaque enzymatique. Les structures cristallines sont visibles dans deux des cas, ce qui ne devrait pas se produire lorsqu'on brasse de la bière. La tumescence des granules (échantillon 80) indique l'utilisation de l'eau chaude sur une longue période de temps tandis qu'une gélatinisation moyenne, bien que difficile à mesurer avec des observations qualitatives, est l'indice d'une basse humidité employée dans la préparation de nourriture.

Tableau III Résumé des interprétations

<b>No d'échantillon</b>	<b>Interprétation</b>	<b>Indices</b>
<b>70</b>	Bière avec malt grillé	Oxalate de calcium, attaques enzymatiques prononcées, distorsion des granules, endocorrosion avancée.
<b>78</b>	Bière faite de plusieurs céréales.	Attaques enzymatiques prononcées, gélatinisation complète, distorsion et endocorrosion.
<b>80</b>	Soupe ou gruau	Tumescence, structures cristallines visibles, absence d'attaque.
<b>81</b>	Bière	Gélatinisation moyenne et tumescence. Traces d'attaques enzymatique en surface.
<b>82</b>	Pain	Structures cristallines visibles, gélatinisation moyenne, très peu d'attaques enzymatiques.

Les trois cas de bière témoignent à eux seuls de plusieurs modes de production. Nous avons vu des preuves de torréfaction/séchage du malt avec une source de chaleur sèche dans l'échantillon 70. En plus d'ajouter une étape à la chaîne opératoire, nous pouvons entrevoir deux raisons à ce geste : soit que cela a été fait pour le goût, soit qu'on a procédé au séchage pour réserver le malt en prévision d'un brassage ultérieur. Cette dernière option offre la possibilité d'une planification, dont je discuterai dans le prochain chapitre.



## Chapitre 7 — Discussion

À la lumière des résultats obtenus, je dois rejeter l'hypothèse nulle, et accepter la thèse suggérant qu'il y a bel et bien des traces de bière à la caverne des Arene Candide. Malgré qu'il n'y ait pas encore de monographie écrite au sujet des fouilles 2002 et 2011-12, je tenterai d'esquisser une interprétation en lien avec la planimétrie du site et les renseignements dont je dispose. Les différents modes de production de la bière compléteront le portrait et nous pourrons prendre la mesure des retombées de ces découvertes.

### 7.1 Spatialisation des échantillons

Les fouilles de 2002 ont un système d'enregistrement différent de celles de 2011-12. L'enregistrement des premières s'est fait en continuité des fouilles de Tiné (1972-1977) et les carrés formant la tranchée ont reçu l'attribution S (figure 7.1). Ce choix s'explique sans doute par le fait que l'équipe de Tiné avait commencé à fouiller cette tranche sans toutefois atteindre la base de l'horizon néolithique. Les carrés des fouilles 2011-12, toujours sous la direction de Roberto Maggi, ont été enregistrés avec une nouvelle nomenclature, utilisant une grille métrique fondée sur un point 0 absolu, avec une orientation nord et est et ce, en continuité avec les fouilles de Tiné (figure 7.2).

Tous les échantillons qui ont été présentés dans le chapitre 6 proviennent des carrés S des fouilles 2002 et de l'aire I des fouilles 2011. Si les vases des échantillons 70 et 78 ont leur carré individuel, les trois autres échantillons — 80, 81 et 82 — proviennent du même carré de fouille et de la même unité stratigraphique. On doit garder à l'esprit que ce ne sont pas tous les tessons de céramique de l'aire I qui ont été analysés, seulement ceux qui semblaient les plus prometteurs, compte tenu du temps que j'avais pour les repérer. Même en considérant cette concentration, on ne peut proposer une interprétation fonctionnelle pour le carré N501E207, par manque d'analyse des données sur l'ensemble des aires fouillées. L'échantillon 78, qui contenait aussi des preuves de bière, se trouve en diagonale, dans le carré N502E208, et appartient à la même unité stratigraphique que 80, 81, et 82, soit US 205, les plaçant tous dans le même niveau temporel; le carré N501E208 pourrait donc être pris en compte lors de l'interprétation fonctionnelle des aires de fouilles pour le Néolithique moyen. Il apparaît alors probable qu'on ait affaire à un espace préférentiel pour la préparation de la nourriture. Mentionnons au passage

que Léa Drieu (Drieu 2018 : 344) a trouvé des traces de graisse de ruminants (lait ou gras sous-cutané) sur des vases provenant de carrés adjacents, soit S3 et S4 (ou N501E206 et N502E206) (Drieu 2018) ; les vases analysés appartiennent cependant au Néolithique ancien.

Le vase de l'échantillon 70 a été prélevé dans le carré S5 des fouilles 2002 (figure 7.1) au niveau le plus récent du Néolithique moyen, correspondant à la couche 5a (voir figure 7.3). Cela en fait l'échantillon le moins ancien de tous. Dans les carrés adjacents R/S6, fouillés par Tiné (1972-1977) se trouve une sépulture infantile (Formicola 1986; Tiné, *et al.* 1999). La fosse a été creusée dans le niveau le plus ancien du VBQ, mais comme les niveaux supérieurs sur lesquels la tombe s'ouvre ont disparu avec les fouilles du XIX<sup>e</sup> siècle, il pourrait tout aussi bien s'agir d'une sépulture de la fin du VBQ (Formicola, dans Tiné, *et al.* 1999:313). Il y aurait donc un lien possible à proposer entre le vase et la sépulture, dans un contexte rituel, tout en prônant la prudence quant à ce genre de lien. Si le carré N501E207 et ceux adjacents constituent le centre de la vie domestique, la position en retrait du vase 70 pourrait aussi indiquer qu'on voulait conserver ce vase particulier pour un usage ultérieur, une fois la bière consommée.

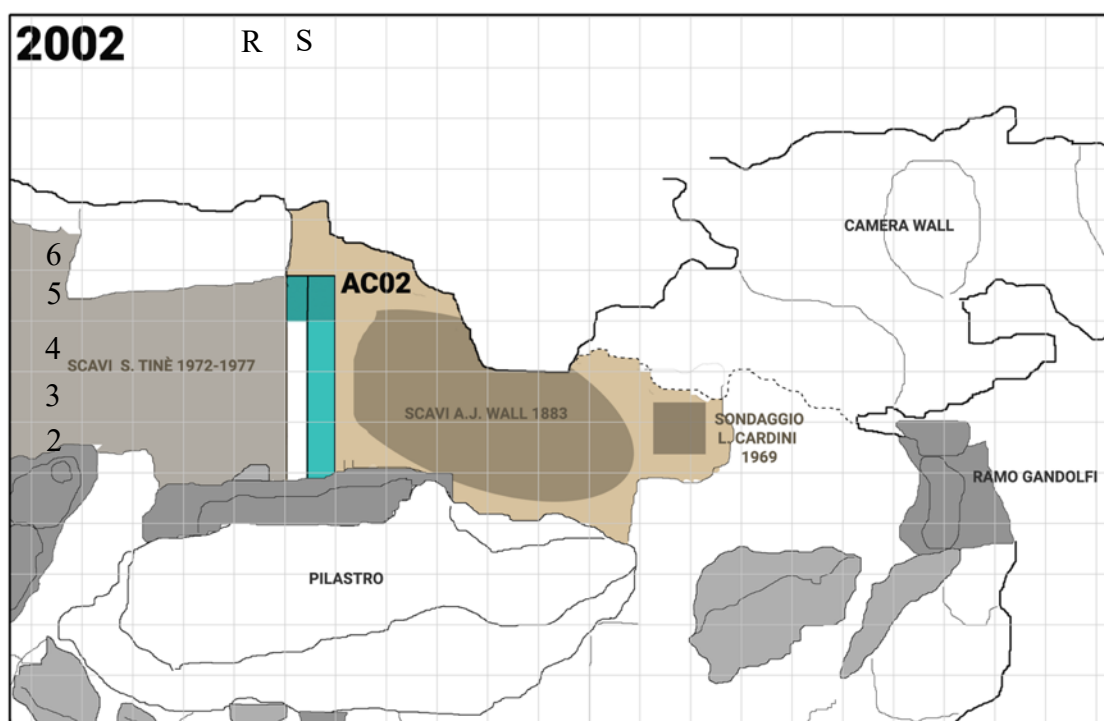


Figure 7.1 Plan quadrillé de la campagne de fouille de 2002. Source Chiara Panelli.

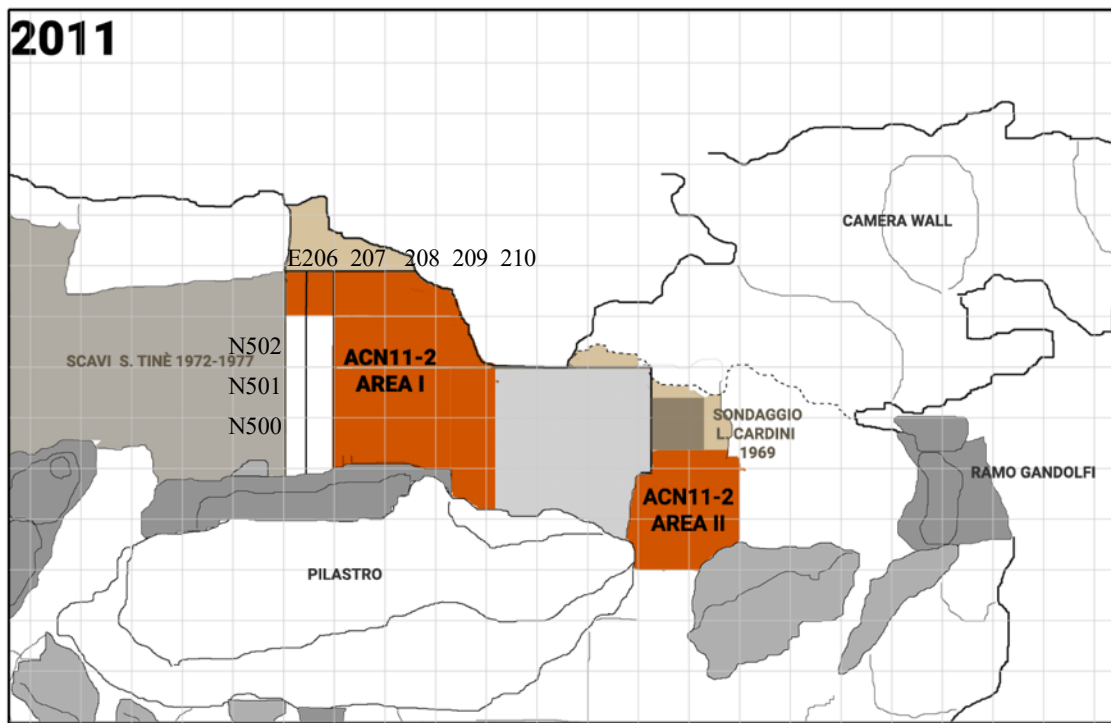


Figure 7.2 Plan quadrillé de la campagne de fouilles 2011. Source Chiara Panelli.

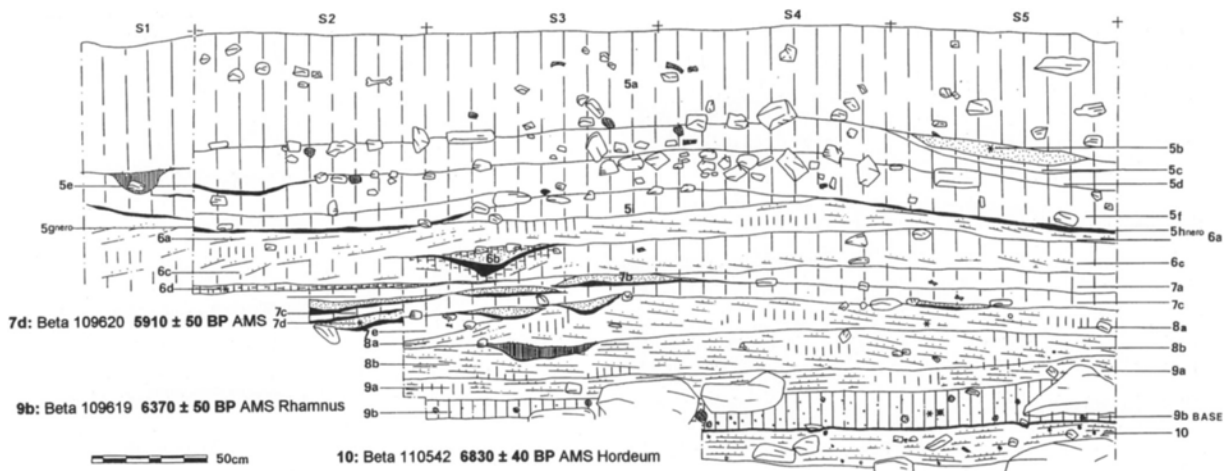


Figure 7.3 Stratigraphie des fouilles de 1997 comprenant les carrés du rang S. 7d à 5a contient la période du Néolithique moyen. Dessin : C. Ottomano. Source : Binder et Maggi 2001

Il demeure impossible à ce jour de déterminer une fourchette temporelle étroite pour les différentes unités stratigraphiques du Néolithique moyen, puisqu'aucune date au radiocarbone n'a été publiée pour les fouilles 2011-12. On doit donc se satisfaire des dates du Néolithique moyen, situées entre 5000 et 4250 cal av. notre ère (Binder, *et al.* 2008), avec des qualificatifs tels que « plus ancien que » ou « plus récent que » à l'intérieur de cette fourchette.

## 7.2 Interprétations

L'échantillon 70 représente une bière faite avec un soin particulier. L'ajout d'une étape à la chaîne opératoire, la torréfaction du malt, augmente la tâche du brasseur (qui pourrait être un homme ou une femme), mais faciliterait, par la conservation du malt, la préparation d'une plus grande quantité de bière. Cela permet, entre autres, de décider du moment du brassage. Nonobstant le côté pratique, la torréfaction du malt apporte un goût différent à une boisson qui, comme le laissent pressentir les autres échantillons, pourrait être un aliment de plus en plus commun au Néolithique moyen de la Ligurie. C'est donc cette particularité, le goût, qui aurait pu donner à cette bière un sens *spécial* ; à cela s'additionne le choix du vase dans lequel la bière a été fermentée. La pâte fine noire, avec son aspect semi lustré, contribue à donner au vase de grande dimension une fonction particulière, autre qu'un simple instrument de cuisine, en plus d'avoir la capacité de conserver les liquides à l'intérieur. Tous ces éléments pointent vers une utilisation de la bière à l'occasion d'un rituel, bien qu'aucun autre indice sur le site ne supporte cette hypothèse. La période plus récente du Néolithique moyen — qu'on appelle parfois le VBQ 2 — présente une baisse marquée du corpus céramique nous indiquant par cela que la caverne perd sa fonction d'habitation (Maggi et Starnini 1997). La fonction rituelle pourrait avoir pris le dessus sur le domestique à partir de cette dernière période.

La torréfaction du malt pourrait également indiquer un raffinement dans le savoir-faire brassicole. Puisque les signes de grillage apparaissent seulement dans un vase du VBQ 2, soit la période la plus récente du Néolithique moyen, cela pourrait nous indiquer une amélioration de la chaîne opératoire, après une phase d'apprentissage et de développement. Sans pour autant évacuer la fonction rituelle du site à ce moment-là, nous pourrions voir la torréfaction comme une nouveauté qui n'est pas réservée seulement à la bière des grandes occasions. Il serait intéressant dorénavant de porter une attention particulière aux nombres d'étapes comprises dans le brassage à travers le temps, pour en dégager une probable évolution. Malheureusement, malgré les résultats encourageant de cette recherche, on ne peut que suggérer une tendance possible.

Il est impossible pour le moment de déterminer l'endroit du brassage mais il est peu probable que cette bière ait été produite aux Arene Candide. Une des premières étapes de la chaîne opératoire — griller le malt — nécessite une installation particulière avec une source de chaleur, tout en évitant que le grain germé ne brûle. On a retrouvé ce genre de four sur l'île de

Chypre, datant de l'Âge du Bronze récent (Crewe et Hill 2012), mais la détermination de sa fonction repose sur les grains d'orge carbonisés retrouvés à l'intérieur de la structure. Bien que présents sur le site de la caverne, les grains d'orge et de céréales en général sont très rares. Il existe bien un four, mais on l'attribue à la cuisson de la céramique (Tiné 1999b: 146).

La bière contenue dans le vase de l'échantillon 78 a été conçue avec plusieurs types de plantes. Sa production pourrait avoir rempli une fonction d'utilisation des surplus. En plus de démontrer une sécurité alimentaire à l'époque du VBQ, une bière faite avec « tout ce qui reste » illustrerait bien la nécessité de gestion des excédents qui ne sont pas éternels, même dans cet endroit frais et sec. L'emploi de plusieurs aliments, qui germent à différentes vitesses, compliquent la tâche du brassage ; cela soulignerait d'autant plus le but premier : éviter leur gaspillage. La transformation des aliments périssables en alcool leur donne une deuxième vie, tout en fournissant une nourriture « augmentée ». Si la production a eu lieu sur le site, ce sont les réserves des pasteurs qui y ont été employées. L'ont-ils fait pour s'alléger au moment de quitter la caverne ? Cela reste une possibilité. Le contexte de consommation pourrait alors s'insérer dans une commensalité pour boucler un cycle d'occupation.

Enfin, la dernière preuve de production de bière aux Arene Candide, représentée par l'échantillon 81, s'inscrit dans un contexte plus ordinaire. Bien que produite à partir des céréales en majorité, avec un ajout probable d'une autre plante, cette bière ne semble pas rattachée à une fonction claire. Le vase dans lequel elle a été brassée ne revêt aucune caractéristique particulière, et semble même être commun, si ce n'est la minceur de sa paroi. La composition épaisse de l'échantillon 81 pourrait illustrer un mode de consommation où la boisson n'est pas filtrée avant d'être bue. Cela suggérerait une fonction nutritive, plutôt que rituelle.

En revanche, nous avons affaire à au moins deux modes de production pour la bière dans la région des Arene Candide, et sur un échantillonnage aussi petit, c'est déjà beaucoup. De plus, cela met en lumière l'aspect multifonctionnel que peut prendre la bière dans le quotidien des gens du VBQ. Remplissant parfois une fonction rituelle, elle peut aussi servir comme nourriture et, sur le plan social, de liant entre les différents groupes qui habitent l'étroite bande de terre ligurienne. On doit cependant garder à l'esprit que tant que les analyses spatiales des fouilles récentes ne seront pas disponibles, il demeurera difficile d'être catégorique quant à la fonction de la bière aux Arene Candide.

Les autres échantillons confirment ce qu'on soupçonnait déjà quant à l'alimentation de cette période : bien qu'au Néolithique, la diversité des ressources végétales employées diminue, le nombre de recettes augmente. L'agriculture fait en sorte que les humains privilégient la production intensive de certains végétaux — céréales, lentilles — tout en délaissant peu à peu les variétés consommées pendant le Paléolithique supérieur (Katz et Voigt 1986). Leur dépendance aux céréales les oblige à varier l'élaboration des recettes aux travers des différentes transformations. La bière, en plus d'être un produit secondaire des céréales, peut être conçues de plusieurs manières, avec l'apport d'autres plantes amidonières entre autres.

### **7.3 L'importance de la bière pour la Caverna delle Arene Candide**

La séparation entre le Néolithique ancien et moyen n'est pas seulement illustrée par la période d'abandon visible dans la stratigraphie de la caverne des Arene Candide, ni par le seul écart typologique des céramiques. La période plus récente voit l'arrivée d'un nouveau ruminant, la chèvre, transitant probablement par les échanges avec les habitants de la vallée du Pô (Rowley-Conwy 1997, 2000), une occupation plus intense et soutenue supportée par la quantité de sédiments et de culture matérielle, un plus grand nombre de structures rituelles, des statuettes en argile dites « féminines » (Tiné, *et al.* 1999), et finalement, la bière. Que les statuettes en argile, les chèvres et la bière soient une nouveauté du VBQ en Ligurie pourrait indiquer que ces éléments aient été acquis par échanges — d'objet ou d'idées — ou par l'entremise de nouveaux arrivants. Cette dernière thèse est réfutée par le prolongement de certains attributs céramiques du Néolithique ancien (Tiné 1999b), et les nouveaux vases à ouverture carrée semblent plutôt être une innovation autochtone (Binder, *et al.* 2008).

Quoiqu'il en soit, ces différents aspects nous renseignent sur la fonction de la caverne des Arene Candide. Nous devrions plutôt parler de multifonctionnalité puisque le rite profond, qu'est celui de l'enterrement, côtoie le quotidien domestique, domaines séparés spatialement que par quelques mètres. Pourtant, ce n'est pas l'espace qui manque. Les statuettes d'argile font le lien entre le domestique et le rituel, comme un rappel des artéfacts semblables retrouvés en contexte domestique dans le Croissant Fertile. Comme le dit Santo Tiné, elles sont omniprésentes sur le territoire occupé par les gens du Néolithique moyen, représentant d'une part leur « unité spirituelle » et témoignant d'autre part d'une communauté de sens avec les

agriculteurs du Proche-Orient (Tiné, *et al.* 1999 :324). Au nombre de six pour les Arene Candide, elles ne peuvent pas être interprétées comme des objets du commun (dans le sens de jouet). Un fragment de statuette a, entre autres, été associé à un « verre » en forme de calice (*ibid.* :322), réaffirmant son rôle rituel.

La multifonctionnalité des Arene Candide au VBQ doit se comprendre sous l'angle de chronologies multiples. Comme nous avons pu le voir, la fonction domestique s'épuise dans la dernière phase du Néolithique moyen (Maggi et Starnini 1997), laissant peut-être plus de place à la fonction rituelle (Del Lucchese 1997). La bière pourrait avoir suivi ces changements, mais il n'est jamais advenu que la boisson ait perdu son sens ordinaire pour devenir un aliment spécial; on observe plutôt la tendance contraire, vers une perte de lustre. Comme le mentionne Sherratt si une seule substance psychoactive existe dans une société, elle sera utilisée dans tous les contextes (Sherratt 1995 :15). J'adhère donc à l'idée que la fonction de la bière module selon les besoins et les occasions — puisqu'il n'y a pas de preuve de présence de vin en Ligurie pour cette période — et que cette fonction ne suit pas une tendance chronologique stricte, surtout si on tient compte de la courte période de temps étudiée.

En considérant les trois modes de production/consommation, il semble que la bière ait fait partie du quotidien des gens fréquentant les Arene Candide et leurs environs. Elle enrichit notre vision de la vie d'alors, ajoutant une nouvelle dimension à l'expérience humaine du Néolithique italien. Produire de la bière augmentait la charge de travail à l'occasion (ou au quotidien, sait-on jamais), mais le produit final devait en valoir la peine, pour son aspect nutritif, désaltérant, enivrant, pour son liant social et enfin, sa capacité potentielle à transformer un événement en *extra-ordinaire*.

## **7.4 Signification pour l'Europe**

Il est possible que la bière des Arene Candide soit la plus ancienne d'Europe, en regard des dates du niveau d'occupation de la caverne de Can Sadurní, en Espagne (4720 et 4240 cal av. notre ère), jusqu'à ce que des datations au radiocarbone précisent la chronologie des niveaux stratigraphiques où les tessons analysés ici ont été trouvés. Il est aussi possible que des recherches ultérieures dans la vallée du Pô, puis dans les Balkans, dévoilent des preuves de bière encore plus anciennes, et je l'espère. En tenant compte du flot continu et omnidirectionnel des gens, des idées et des objets au Néolithique moyen, comme l'indiquent l'arrivée des chèvres et

des statuettes, en plus de voir apparaître des attributs stylistiques céramiques venant de la plaine du Pô et du centre et du sud de l'Italie (Binder *et al.* 2008) il semble peu probable que la recette de la bière fusse découverte aux Arene Candide de manière indépendante, mais plutôt qu'elle a été introduite par un échange d'idées avec l'Est (Rowley-Conwy 1997; Tiné 1999b). Nous devons attendre que d'autres publications supportent cette thèse, mais l'apparition de la bière aux Arene Candide pourrait appuyer une fois de plus la thèse d'« intense brassage interculturel » qui semble se profiler au début du 5<sup>e</sup> millénaire (Binder *et al.* 2008 :54).

On peut alors esquisser une trame diachronique, où le Néolithique ancien représente une période de colonisation et d'adaptation, tandis que le Néolithique moyen voit s'épanouir une vie plus complexe, où la sécurité alimentaire met en place un réseau d'échanges élaboré, incluant plus de contacts entre les différents groupes. L'alcool pourrait avoir joué un rôle de lubrifiant, aplanissant les frictions qui peuvent naître de ces rencontres (Dietler 1990; Joffe 1998).

Est-ce que la bière faisait partie du bagage des premiers agriculteurs de Ligurie? Aucun indice ne permet de l'affirmer. Si une fois adopté, comme le dit Michael Dietler (1990), l'alcool disparaît rarement du livre de recettes, nous pourrions tenter d'expliquer l'absence de bière aux Arene Candide pour la période du Néolithique ancien de plusieurs manières. 1) Les premiers agriculteurs/pasteurs ne font pas de bière parce qu'ils n'ont pas assez de céréales pour la produire. 2) Ils ont *décidé* de ne pas en faire. 3) Les agriculteurs en connaissent la recette mais n'en font pas assez pour qu'elle soit détectée dans le registre archéologique. Il se pourrait également que la migration des agriculteurs/pasteurs vers l'ouest ait commencé avant que la bière ne soit devenue chose du quotidien, mais j'en doute, m'appuyant sur les preuves archéologiques plus anciennes de production de la bière au Proche-Orient (Dietrich, *et al.* 2012; Liu, *et al.* 2018).

Quoiqu'il en soit, la bière fait une entrée remarquée au Néolithique moyen et ce, bien avant le phénomène campaniforme analysé par Sherratt (1995). L'apparition de nouvelles formes de poteries à l'Âge du Bronze concorde avec de nouvelles structures sociales dites complexes et les céramiques seraient interprétées comme outil de diffusion de la bière à ce moment-là. Néanmoins, environ 2000 ans séparent le Néolithique moyen de l'Âge du Bronze, et les résultats de ma recherche démontrent que l'alcool est déjà présent avant que la complexification ne s'insère dans le tissu social. En est-il le déclencheur? Il semblerait que non puisque d'autres ingrédients sont à l'œuvre et, comme évoqué dans le chapitre deux, ces



éléments se seraient développés en parallèle et conjointement pour atteindre une organisation hiérarchique qu'on observe en Europe de l'Ouest à partir de 2500 av. notre ère.

On peut supposer que le savoir-faire du brassage devait apporter du prestige à la personne qui réussissait à faire de la bière. Cette possibilité de se distinguer n'a sans doute pas été écartée, au moment de migrer en Europe, et elle a sûrement été nécessaire lorsque les populations ont augmenté en densité.

## 8. Conclusion

Plusieurs conclusions peuvent être tirées de cet essai, tant sur le plan expérimental, méthodologique qu'anthropologique. Je terminerai donc ce mémoire en revenant sur les points clés tout en proposant des perspectives de recherche.

### 8.1 Expérimentation

La production de bière, avec une chaîne opératoire proche de celle employée au Néolithique, soit avec un vase en céramique pour la saccharification *et* la fermentation, n'avait jamais été expérimentée auparavant. Il s'agit donc ici de la première recherche qui décrit l'expérimentation et ses résultats. Ceci m'a amenée à conclure que faire de l'alcool dans des céramiques est possible, et qu'idéalement, les vases doivent avoir une embouchure étroite pour obtenir un milieu anaérobie pendant la fermentation. On a vu que la succession des brassages, au nombre de cinq, a fragilisé le vase. La chaleur produite pendant la saccharification et l'acidité de la fermentation pourraient en être les causes. Dans une expérimentation future, il faudrait tenter ces deux étapes dans des vases différents pour mesurer les effets propres aux deux sources potentielles de problèmes.

J'ai pu observer la formation des résidus de bière sur différentes parties du vase : couvercle, lèvres, panse et fond. Cela oblige à considérer toutes les sections d'une poterie pour l'analyse. En effet, les analyses chimiques des résidus provenant de l'expérimentation ont détecté de l'oxalate de calcium à plusieurs endroits du vase mais seulement dans les résidus ou croûtes de surface. En échantillonnant la matrice céramique des tessons archéologiques, il fut possible de vérifier que l'oxalate de calcium ne pénètre pas la céramique, peu importe le taux de porosité de cette dernière, et ce, contrairement à ce que d'autres études sur l'alcool laissent entendre. Cela nous mène à deux autres constatations importantes : 1. la consommation, où les sédiments se trouvent dans le fond et où seul un produit décanté est bu, ne laisse aucune trace dans le registre archéologique, et 2. il est inutile de procéder à l'extraction de la matrice céramique si on cherche de la bière, les résidus de surface étant suffisants. L'analyse des résidus archéologiques appuie cette dernière constatation et cela va à l'encontre des études qui impliquent la recherche d'autres biomarqueurs. Quant à la première constatation, cela pourrait

remettre en question certains résultats d'études archéologiques où la *consommation* de la bière est mise de l'avant (McGovern, *et al.* 2008) : si des traces d'oxalate sont détectées, c'est parce que la bière a été produite à l'intérieur du contenant étudié.

Enfin, l'analyse de l'orge malté a aussi donné des résultats positifs pour l'oxalate de calcium. J'aurais aimé pousser plus loin les expériences en analysant plusieurs types de céréales germées et non germées pour vérifier si elles contiennent elles aussi de l'oxalate de calcium. Si ce n'est pas le cas, cela permettrait d'identifier l'orge comme un des ingrédients employés pour la bière si l'oxalate de calcium est détecté.

## 8.2 Les méthodes d'analyse

L'application des deux méthodes — chimie analytique et MEB — s'est avérée bénéfique pour cette recherche. Si le résultat obtenu avec la HPLC sur l'échantillon 70 s'est révélé indéniable, l'application de la même méthode sur les autres échantillons n'aurait pas été possible, étant donné la trop petite quantité de résidus obtenue à partir des deux autres tessons. La complémentarité du MEB a donc permis de rendre compte des différents modes de production et contextes de consommation de cette société néolithique.

Pour la première fois, nous avons pu noter l'étape de torréfaction du malt lors d'observations au MEB des échantillons archéologiques. Ce constat n'aurait pu se faire sans l'étude des effets de la chaleur sur des échantillons expérimentaux. Cela complète les travaux de Henry (*et al.* 2009) et de Wang (*et al.* 2017) sur la transformation des granules d'amidon par divers modes de cuisson.

La tentative de dégager une forme particulière d'oxalate de calcium résultant du brassage, en l'étudiant au MEB, a échoué. Je n'ai pas été en mesure de faire de lien entre l'examen des échantillons expérimentaux et celui des résidus archéologiques. Cela aurait pu être envisageable pour l'échantillon 70 où la présence d'oxalate de calcium est avérée, mais l'organisation des cristaux ne semble pas prendre une forme particulière qui serait reconnaissable à vue.

L'identification des taxons utilisés par la seule observation au MEB n'a pas été possible. L'unique critère sur lequel on peut s'appuyer pour s'assurer de la présence des céréales est la bimodalité de certaines d'entre elles, sans toutefois pouvoir être plus spécifique. Une tentative

d'utiliser la dimension des granules n'a pas été concluante, puisque ces dimensions peuvent se superposer sur un spectre continu et qu'elles sont influencées également par le type de traitement que les granules reçoivent. De plus, après une recherche approfondie dans la littérature, je n'ai pas trouvé de base de données qui illustre la forme des granules de la noisette (*Corylus avellana*) qui contient elle aussi de l'amidon; il aurait été utile d'avoir accès à ce type de référence pendant l'analyse, puisque ce taxon fait partie du répertoire archéobotanique du site.

### 8.3 L'alcool comme objet signifiant

Si l'alcool est un *fait social complet*, observable surtout en contexte ethnographique, la découverte de la bière à la caverne des Arene Candide nous offre l'occasion d'entrevoir cet ingrédient à l'œuvre au sein de cette société néolithique. Les différents modes de production et les contextes de consommation nous renseignent sur la fonction de l'alcool qui pourrait se déployer sur un spectre plus large que la simple fonction rituelle. Bien sûr, le rituel lui-même se décline en plusieurs degrés d'importance, du rituel quotidien à celui d'exception, mais on a vu que la bière pouvait avoir un rôle plus ordinaire, prenant la fonction d'aliment. La gestion des surplus oblige à imaginer un moyen de transformer les pertes potentielles en aliment *extraordinaire*.

La chaîne opératoire de la bière étant complexe, on doit conclure qu'elle n'a pas été découverte par chance. Chaque étape est un préalable à la suivante et leur enchaînement devient trop précis pour que ce ne soit que le fruit du hasard. Si des individus dans une société possèdent le savoir-faire pour produire une boisson avec la capacité d'enivrer un groupe, il ne peut en résulter que du prestige pour ces individus, d'autant plus que la bière pourrait avoir été intégrée de manière récurrente aux rites qui ponctuent le passage du temps, ou les festins, créant ainsi un besoin constant. Cependant, ce prestige ne se reflète pas dans le registre archéologique — ni les festins, d'ailleurs —, et les signaux de hiérarchie sociale sont absents aux Arene Candide. On doit admettre que si des individus cherchent à se distinguer au sein d'un groupe dont la densité augmente peu à peu, d'autres forces agissent afin de maintenir un esprit égalitaire.

Selon Ames (2010), la coopération entre individus est moins coûteuse que la dominance d'un individu sur le groupe, répartissant ainsi la responsabilité des risques sur chacun. La recherche de prestige contrebalance les pressions induites par les rencontres et les échanges qui se font plus nombreux, et l'individu qui se distingue des autres peut avoir un avantage

reproducteur. L'idée de Ames est comprise dans le contexte des groupes de chasseurs-cueilleurs du Pléistocène, mais comme la recherche de prestige semble innée, il est logique de la suggérer active pendant le Néolithique de l'Europe, à l'intérieur de sociétés qui recherchent avant tout à se construire sur des bases égalitaires (Demoule 2009).

Ainsi l'alcool, même s'il donne du prestige à la personne qui le crée, pourrait être un acteur de pacification entre groupes qui sont amenés de plus en plus à se rencontrer. Cela est loin de simplifier le rôle de la bière, je l'admets. Cependant, je m'oppose à l'idée qu'elle soit la cause de la complexification sociale qui se développe 2000 ans plus tard, comme le proposait Sherratt (1995), et comme le propose toujours Hayden (2003, 2009) à l'intérieur de festins. Les trois preuves de production de bière aux Arene Candide suggèrent qu'elle fait partie de la vie de ces gens, de leurs habitudes, et si elle est arrivée subitement, elle n'a pas eu d'effet majeur sur les structures de cette société. Cela semble plutôt indiquer qu'elle est présente avant la période du Néolithique moyen ; une boisson alcoolisée qui fait son entrée dans une société où elle était inconnue auparavant a tendance à créer un désordre dans les structures sociales (Dietler 1990; Joffe 1998).

La bière représenterait une technologie de plus pour contrer les vellétés hiérarchiques, lubrifiant les rencontres et aplanissant les frictions. Si on considère cette boisson comme une technologie, nous pourrions alors voir cette période comme le *Nouvel âge de la bière*.

## Bibliographie

Ames, Kenneth M.

2010 On the evolution of the human capacity for inequality and/or egalitarianism. In *Pathways to power*, dir. T.D. Price et G.M. Feinman, pp. 15-44. Springer, New York.

Arobba, Daniele, Giancarla Deferrari et Renato Nisbet

1997 Carpological investigation at the cave of Arene Candide: an impression of a caryopsis of barley on a ceramic sherd. In *Arene Candide: a functional and environmental assessment of the Holocene sequence (excavations Bernado'Brea-Cardini 1940-1950)*. Soprintendenza Archeologica della Liguria, Istituto Italiano di Paleontologia umana V-Anno, pp. 119-123, Il Calamo, Roma

Arobba, Daniele, Chiara Panelli, Rosanna Caramiello, Marzia Gabriele et Roberto Maggi

2017 Cereal remains, plant impressions and 14C direct dating from the Neolithic pottery of Arene Candide Cave (Finale Ligure, NW Italy). *Journal of Archaeological Science: Reports* 12:395-404.

Arthur, John

2003 Brewing beer: status, wealth and ceramic use alteration among the Gamo of south-western Ethiopia. *World Archaeology* 34(3):516-528.

Arthur, John W

2014 Beer through the ages: the role of beer in shaping our past and current worlds. *Anthropology Now* 6(2):1-11.

Banning, Edward B.

2011 So fair a house: Göbekli Tepe and the identification of temples in the Pre-Pottery Neolithic of the Near East. *Current Anthropology* 52(5):619-660.

Barclay, Gordon J. et Christopher J. Russell-White

1993 Excavations in the ceremonial complex of the fourth to second millennium BC at Balfarg/Balbirnie, Glenroths, Fife. *Proceedings of the Proceedings of the Society of Antiquaries of Scotland* 123:43-210.

Barnard, H., Alek N. Dooley, Gregory Areshian, Boris Gasparyan et Kym F. Faull

2011 Chemical evidence for wine production around 4000 BCE in the Late Chalcolithic Near Eastern highlands. *Journal of Archaeological Science* 38(5):977-984.

Barnard, Hans, Alek N. Dooley et Kym F. Faull

2007 An introduction to archaeological lipid analysis by combined gas chromatography mass spectrometry (GC/MS). In *Theory and practice of archaeological residue analysis*, dir. J. Eerkens and H. Barnard, pp. 42-60. Archaeopress, Oxford.

Barton, Huw

2007 Starch residues on museum artefacts: implications for determining tool use. *Journal of Archaeological Science* 34(10):1752-1762.

Binder, Didier, Cédric Lepère et Roberto Maggi

2008 Épipaléolithique et Néolithique dans l'arc liguro-provençal: bilan et perspectives de recherche. *Bulletin du Musée d'Anthropologie Préhistorique de Monaco, suppl* (1):49-62.

Blasco, Anna, Manuel Edo et María Josefa Villalba

2008 Evidencias de procesado y consumo de cerveza en la cueva de Can Sadurní (Begues, Barcelona) durante la Prehistoria. *Proceedings of the IV Congreso del Neolítico Penínsular (Alicante 27-30 Noviembre 2006)* 1:428-431.

Bocquet-Appel, Jean-Pierre

2006 *La transition démographique néolithique*. Démographie, migrations, langues. :301-317. Ed. Errance, Paris.

Braidwood, Robert J., Jonathan D. Sauer, Hans Helbaek, Paul C. Mangelsdorf, Hugh C. Cutler, Carleton S. Coon, Ralph Linton, Julian Steward et A. Leo Oppenheim

1953 Symposium: did man once live by beer alone? *American Anthropologist* 55(4):515-526.

Branch, Nicholas

1997a Palynological study of the early and middle Neolithic cave deposits of Arene Candide: preliminary results. *Mem. Ist. Ital. Paleontol. Umana* 5:89-102.

1997b Palynological study of the early and middle Neolithic cave deposits of Arene Candide : preliminary results. *Arene Candide: a functional and environmental assessment of the holocene sequence:(excavations Bernabò Brea-Cardini 1940-50)*, dir. R. Maggi and E. Starnini, :89-102. Istituto Italiano di Paleontologia Umana, Roma.

Branch, Nicholas , Stuart Black, Roberto Maggi et Nathalie A. F. Marini

2014 The Neolithisation of Liguria (NW Italy): An environmental archaeological and palaeoenvironmental perspective. *Environmental Archaeology* 19(3):196-213.

Burger, Joachim et Mark G. Thomas

2011 The palaeopopulationgenetics of humans, cattle and dairying in Neolithic Europe. *Human bioarchaeology of the transition to agriculture*:369-384.

Burger, Richard et Nikolaas J. Van Der Merwe

1990 Maize and the origin of highland Chavin civilization: an isotopic perspective. *American Anthropologist* 92(1):85-95.

Canci, Alessandro, Simona Minozzi et Silvana Borgognini Tarli

1999 Resti scheletrici umani. *Il Neolitico nella Caverna delle Arene Candide*, dir. S. Tiné, :304-312. Istituto Internazionale Studi Liguri, Bordighera.

Canti, M. G.

1997 An investigation of microscopic calcareous spherulites from herbivore dung. *Journal of Archaeological Science* 24(3):219-231.

Childe, V. Gordon

2015 The urban revolution. In *The city reader*, :54-62. Ed. Richard T. LeGates et Frederic Stout, Routledge, Londres et New York.

Crewe, Lindy et Ian Hill

2012 Finding beer in the archaeological record: a case study from Kissonerga-Skalia on Bronze Age Cyprus. *Levant* 44(2):205-237.

De Pascale, Andrea et Daniele Arobba

2008 *Le guide del Museo archeologico del Finale : il Neolitico*. Istituto internazionale di studi liguri, Sezione finalese, Finale Ligure.

Del Lucchese, A.

1997 The neolithic burials from Arene Candide cave: the Bernabò Brea-Cardini excavations. *Arene Candide: A Functional and Environmental Assessment of the Holocene Sequence (Excavations Bernabò Brea-Cardini 1940-50), Memorie del'Istituto Italiano di Paleontologia Umana. Roma (Istituto Italiano di Paleontologia Umana):605-609.*

Demoule, Jean-Paul

2009 Naissance des inégalités et prémisses de l'Etat. *La révolution néolithique dans le monde:411-426*, CNRS, Paris.

Dietler, Michael

1990 Driven by drink: the role of drinking in the political economy and the case of early Iron Age France. *Journal of anthropological archaeology* 9(4):352-406.

2001 Theorizing the feast: rituals of consumption, commensal politics, and power in African contexts. In *Feasts: Archaeological and ethnographic perspectives on food, politics, and power*, dir. M. Dietler and B. Hayden, pp. 65-114. University of Alabama Press.

2006 Alcohol: Anthropological/archaeological perspectives. *Annual Review of Anthropology* 35:229-249.

Dietrich, Oliver

2016 How old is it? Dating Göbekli Tepe. The Tepe Telegrams, <https://www.dainst.blog/the-tepe-telegrams/2016/06/22/how-old-ist-it-dating-gobekli-tepe/#comment-2316>, lu en mars 2017

Dietrich, Oliver, Manfred Heun, Jens Notroff, Klaus Schmidt et Martin Zarnkow

2012 The role of cult and feasting in the emergence of Neolithic communities. New evidence from Göbekli Tepe, south-eastern Turkey. *Antiquity* 86(333):674-695.

Dietrich, Oliver, Çiğdem Köksal-Schmidt, Cihat Küçüköğlü, Jens Notroff et Klaus Schmidt



2011 Göbekli Tepe. *PPND—The Platform for Neolithic Radiocarbon Dates*. [https://www.exorient.org/associated\\_projects/ppnd\\_site.php?s=25](https://www.exorient.org/associated_projects/ppnd_site.php?s=25), lu en mars 2017.

Dietrich, Oliver, Jens Notroff et Klaus Schmidt

2017 Feasting, Social Complexity, and the Emergence of the Early Neolithic of Upper Mesopotamia: A View from Göbekli Tepe. In *Feast, Famine or Fighting?*, p. 91-132. Dir. Richard J. Chacon et Ruben G. Mendoza, Springer, Cham.

Dineley, Merryn

2004 *Barley, malt and ale in the Neolithic* 1213. British Archaeological Reports, Oxford.

2016a Ancient malt and ale, *alcohol production*, <https://merryn.dineley.com/search?q=Alcohol+production>, repéré en avril 2017

2016b Ancient malt and ale, alcohol production, *Trough, mash and wort*. <https://merryn.dineley.com/search?q=Trough%2C+mash+and+wort>, repéré en avril 2017.

Dozier, Crystal A

2016 Archaeological Methods for Assessing Prehistoric Fermentation, Texas A & M University.

Dozier, Crystal et Justin Jennings

2018 Identification of Chicha de Maiz in the Pre-Columbian Andes Through Starch Analysis: New Experimental Evidence. Manuscrit soumis pour publication.

Drieu, Léa

2017 Fabrication et usages des poteries durant le Néolithique et la Protohistoire en Europe : les apports de l'archéologie biomoléculaire, SHAL, CEPAM, Université Côte d'Azur, Nice.

Drieu, Léa et Martine Regert

2015 Substances naturelles liées aux céramiques archéologiques. *Les nouvelles de l'archéologie* (138):54-60.

Dudley, Robert

2000 Evolutionary origins of human alcoholism in primate frugivory. *The Quarterly Review of Biology* 75(1):3-15.

2004 Ethanol, fruit ripening, and the historical origins of human alcoholism in primate frugivory. *Integrative and comparative biology* 44(4):315-323.

Escalante, Adelfo, David R López Soto, Judith E Velázquez Gutiérrez, Martha Giles-Gómez, Francisco Bolívar et Agustín López-Munguía

2016 Pulque, a traditional Mexican alcoholic fermented beverage: historical, microbiological, and technical aspects. *Frontiers in microbiology* 7:1026 :1-18.

- Evershed, Richard P., Carl Heron et John Goad  
 1990 Analysis of organic residues of archaeological origin by high-temperature gas chromatography and gas chromatography-mass spectrometry. *Analyst* 115(10):1339-1342.
- Feigl, Fritz  
 1960 *Spot tests in organic analysis*. Elsevier publishing company, Amsterdam.
- Formicola, Vincenzo  
 1986 Una sepoltura infantile del Neolitico medio alle Arene Candide. *Preistoria alpina* (22):169-175.
- Franceschi, Vincent R. et Harry T. Horner  
 1980 Calcium oxalate crystals in plants. *The Botanical Review* 46(4):361-427.
- Franceschi, Vincent R. et Paul A. Nakata  
 2005 Calcium oxalate in plants: formation and function. *Annu. Rev. Plant Biol.* 56:41-71.
- Garnier, Nicolas, Pascale Richardin, Véronique Cheynier et Martine Regert  
 2003 Characterization of thermally assisted hydrolysis and methylation products of polyphenols from modern and archaeological vine derivatives using gas chromatography–mass spectrometry. *Analytica Chimica Acta* 493(2):137-157.
- Geller, Jeremy  
 1993 Bread and beer in fourth-millennium Egypt. *Food and Foodways* 5(3):255-267.
- Gero, Joan M.  
 1990 Pottery, power, and... parties. *Archaeology* 43(2):52-56.  
 1992 Feasts and females: Gender ideology and political meals in the Andes. *Norwegian Archaeological Review* 25(1):15-30.
- Ghisotti, Ferdinando  
 1997 Shells of sea molluscs in the cave of Arene Candide. *Arene Candide : a functional and environmental assesment of the Holocene sequence (excavation Bernabo Brea-Cardini 1940-50)*, dir. R. Maggi, pp. 142. Ministero per i Beni Culturali e Ambientali Soprintendenza archeologica della Liguria Istituto italiano di Paleontologia umana, Roma.
- Goldstein, Joseph I., Dale E. Newbury, Joseph R. Michael, Nicholas W. M. Ritchie, John Henry J. Scott et David C. Joy  
 2017 *Scanning electron microscopy and X-ray microanalysis*. Springer, New York.
- Goldstein, Paul S.  
 2003 From stew-eaters to maize-drinkers. In *The archaeology and politics of food and feasting in early states and empires*, pp. 143-172. Dir. Tamara L. Bray, Springer, Boston.
- Graeber, David

2013 *Dette: 5000 ans d'histoire*. Éditions Les liens qui libèrent, Paris.

Guasch-Jané, Maria Rosa, Maite Ibern-Gómez, Cristina Andrés-Lacueva, Olga Jáuregui et Rosa Maria Lamuela-Raventós

2004 Liquid chromatography with mass spectrometry in tandem mode applied for the identification of wine markers in residues from ancient Egyptian vessels. *Analytical Chemistry* 76(6):1672-1677.

Guerra-Doce, Elisa

2015 The origins of inebriation: archaeological evidence of the consumption of fermented beverages and drugs in prehistoric Eurasia. *Journal of Archaeological Method and Theory* 22(3):751-782.

Guézille, Carine

2017 *Le petit traité Rustica de la bière maison*. Éditions Rustica, Paris.

Haggarty, Alison, A. Henshall, R. Grove, T. Cowie, A. Foyon, R.. McCullagh, D Jordan, B. Moffat et D. Lehane-Magee

1991 Machrie Moor, Arran: recent excavations at two stone circles. *Proceedings of the Proceedings of the Society of Antiquaries of Scotland* 121:51-94.

Hastorf, Christine A. et Sissel Johannessen

1993 Pre-Hispanic political change and the role of maize in the Central Andes of Peru. *American Anthropologist* 95(1):115-138.

Hayashida, Frances M.

2008 Ancient beer and modern brewers: Ethnoarchaeological observations of chicha production in two regions of the North Coast of Peru. *Journal of Anthropological Archaeology* 27(2):161-174.

Hayden, Brian

2001 Fabulous feasts: a prolegomenon to the importance of feasting. *Feasts: archaeological and ethnographic perspectives on food, politics, and power*, dir. M. Dietler and B. Hayden, :23-64. University of Alabama Press, Tuscaloosa.

2003 Were luxury foods the first domesticates? Ethnoarchaeological perspectives from Southeast Asia. *World Archaeology* 34(3):458-469.

2009 The proof is in the pudding: feasting and the origins of domestication. *Current Anthropology* 50(5):597-601.

Henry, Amanda G., Holly F. Hudson et Dolores R. Piperno

2009 Changes in starch grain morphologies from cooking. *Journal of Archaeological Science* 36(3):915-922.

Heron, Carl, Nadia Nemcek, K. M. Bonfield, D. Dixon et B. S. Ottaway

1994 The chemistry of Neolithic beeswax. *Naturwissenschaften* 81(6):266-269.

- Homan, Michael M.  
 2004 Beer and its drinkers: an ancient Near Eastern love story. *Near Eastern Archaeology* 67(2):84-95.
- Hornsey, Ian S.  
 2003 *A history of beer and brewing*. Royal Society of Chemistry, Cambridge.  
 2012 *Alcohol and its role in the evolution of human society*. Royal Society of Chemistry, Cambridge.
- Jane, Jay-Lin, Tunyawat Kasemsuwan, Sharon Leas, Henzy Zobel et John F. Robyt  
 1994 Anthology of starch granule morphology by scanning electron microscopy. *Starch-Stärke* 46(4):121-129.
- Jennings, Justin  
 2004 La chichera y el patrón: Chicha and the energetics of feasting in the prehistoric Andes. *Archeological Papers of the American Anthropological Association* 14(1):241-259.
- Jennings, Justin, Kathleen L. Antrobus, Sam J. Atencio, Erin Glavich, Rebecca Johnson, German Loffler, Christine Luu, Michael Dietler, Christine A. Hastorf et Brian Hayden  
 2005 “Drinking Beer in a Blissful Mood” Alcohol Production, Operational Chains, and Feasting in the Ancient World 1. *Current Anthropology* 46(2):275-303.
- Joffe, Alexander H.  
 1998 Alcohol and Social Complexity in Ancient Western Asia 1. *Current Anthropology* 39(3):297-322.
- Johnson, Gregory A.  
 1982 Organizational structure and scalar stress. *Theory and explanation in archaeology*:389-421.
- Jones, Y. , Tzedakis H. et Martlew M.K.  
 2008 *Archaeology Meets Science. Biomolecular Investigations in Bronze Age Greece*. Oxford.
- Juan-Tresserras, Jordi  
 1998 La cerveza prehistórica: investigaciones arqueobotánicas y experimentales. In *Genó: un poblado del Bronce Final en el Bajo Segre (Lleida)*, dir. J. L. Maya, J. L. M. González, F. Cuesta and J. L. Cachero, pp. 239-252. Universitat de Barcelona, Barcelone.  
 2000 La cerveza: un producto de consumo básico entre las comunidades ibéricas del NE peninsular. *SAGVNTVM Extra* 3:139-145.
- Katz, Solomon H. et Mary M. Voigt  
 1986 Bread and beer. *Expedition* 28(2):23.

Kavanagh, Thomas W

1994 Archaeological parameters for the beginnings of beer. *Brewing Techniques* 2(5):44-51.

Kawabata, Akiko, Naoaki Takase, Emako Miyoshi, Shigeru Sawayama, Toshiaki Kimura et Kenichi Kudo

1994 Microscopic Observation and X-Ray Diffractometry of Heat/Moisture-Treated Starch Granules. *Starch-Stärke* 46(12):463-469.

Kuijt, Ian

2009 What do we really know about food storage, surplus, and feasting in preagricultural communities? *Current Anthropology* 50(5):641-644.

Lang, Caroline, Joris Peters, Nadja Pöllath, Klaus Schmidt et Gisela Grupe

2013 Gazelle behaviour and human presence at early Neolithic Göbekli Tepe, south-east Anatolia. *World Archaeology* 45(3):410-429.

Liu, Li, Jiajing Wang, Danny Rosenberg, Hao Zhao, György Lengyel et Dani Nadel

2018 Fermented beverage and food storage in 13,000 y-old stone mortars at Raqefet Cave, Israel: Investigating Natufian ritual feasting. *Journal of Archaeological Science: Reports* 21:783-793.

Lu, Houyuan, Jianping Zhang, Kam-biu Liu, Naiqin Wu, Yumei Li, Kunshu Zhou, Maolin Ye, Tianyu Zhang, Haijiang Zhang et Xiaoyan Yang

2009 Earliest domestication of common millet (*Panicum miliaceum*) in East Asia extended to 10,000 years ago. *Proceedings of the National Academy of Sciences* 106(18):7367-7372.

Lugliè, Carlo

2009 *L'obsidienne néolithique en Méditerranée occidentale, L'homme et le précieux, matière minérales précieuses*. Dir. Hélène Moncel et François Fröhlich. Bar International Series 1934, [www.veprints.unica.it](http://www.veprints.unica.it), lu en octobre 2018

Macphail, R. I., M. A. Courty, J. Hather, J. Wattez, M. Ryder, N. Cameron et N. P. Branch

1997 The soil micromorphological evidence of domestic occupation and stabling activities. In *Arene Candide: a functional and environmental assessment of the Holocene sequence (Excavations Bernabò Brea-Cardini 1940-50)*. :53-88. Istituto Italiano di Paleontologia Umana, Roma

Maggi, Roberto et Elisabetta Starnini

1997 *Arene Candide: a functional and environmental assessment of the holocene sequence:(Excavations Bernabò Brea-Cardini 1940-50)* 5. Istituto Italiano di Paleontologia Umana, Roma.

Magny, Caroline

2009 Boire à Churcampa (Pérou) : de la production des boissons au sens de l'ivresse, Université de Paris, Nanterre, Lille.

- Maksoud, Salwa A., M. Nabil El Hadidi et Wafaa Mahrous Amer  
1994 Beer from the early dynasties (3500–3400 cal BC) of Upper Egypt, detected by archaeochemical methods. *Vegetation History and Archaeobotany* 3(4):219-224.
- Marsh, Erick et Jeffrey R. Ferguson  
2010 Introduction. In *Designing experimental research in archaeology: examining technology through production and use*, dir. J. R. Ferguson. University Press of Colorado, Boulder.
- McGovern, Patrick, Donald Glusker, Lawrence Exner et Mary Voigt  
1996 Neolithic resinated wine. *Nature* 381(6582):480.
- McGovern, Patrick, Donald Glusker, Lawrence Exner et Gretchen Hall  
2008 The chemical identification of resinated wine and a mixed fermented beverage in Bronze Age pottery vessels of Greece. *Archaeology meets Science, Biomolecular Investigations in Bronze Age*:169-218.
- McGovern, Patrick, Gretchen Hall et Armen Mirzoian  
2013 A biomolecular archaeological approach to ‘Nordic grog’. *Danish Journal of Archaeology* 2(2):112-131.
- McGovern, Patrick, Mindia Jalabadze, Stephen Batiuk, Michael P. Callahan, Karen E. Smith, Gretchen R. Hall, Eliso Kvavadze, David Maghradze, Nana Rusishvili et Laurent Bouby  
2017 Early Neolithic wine of Georgia in the South Caucasus. *Proceedings of the National Academy of Sciences* 114(48):E10309-E10318.
- McGovern, Patrick, Armen Mirzoian et Gretchen Hall  
2009 Ancient Egyptian herbal wines. *Proceedings of the National Academy of Sciences* 106(18):7361-7366.
- McGovern, Patrick, Anne P. Underhill, Hui Fang, Fengshi Luan, Gretchen R. Hall, Haiguang Yu, Chen-shan Wang, Fengshu Cai, Zhijun Zhao et Gary M. Feinman  
2005 Chemical identification and cultural implications of a mixed fermented beverage from late prehistoric China. *Asian Perspectives*:249-275.
- McGovern, Patrick, Juzhong Zhang, Jigen Tang, Zhiqing Zhang, Gretchen R. Hall, Robert A. Moreau, Alberto Nuñez, Eric D. Butrym, Michael P. Richards et Chen-shan Wang  
2004 Fermented beverages of pre-and proto-historic China. *Proceedings of the National Academy of Sciences of the United States of America* 101(51):17593-17598.
- Michel, Rudolph, Patrick McGovern et Virginia Badler  
1993 The first wine and beer: chemical detection of ancient fermented beverages. *Analytical chemistry* 65(8):408A-413A.

Munro, Natalie D. et Leore Grosman

2010 Early evidence (ca. 12,000 BP) for feasting at a burial cave in Israel. *Proceedings of the National Academy of Sciences* 107(35):15362-15366.

Nelson, Max

2005 *The barbarian's beverage: A history of beer in ancient Europe*. Routledge, Londres.

Nisbet, R.

1997 Arene Candide: charcoal remains and prehistoric woodland use. *Arene Candide: a functional and environmental assessment of the holocene sequence (excavations Bernabo Brea Cardini, 1940 1950)* :103-118. Istituto Italiano di Paleontologia Umana, Roma.

Özdoğan, Mehmet

1997 The beginning of Neolithic economies in southeastern Europe: An Anatolian perspective. *Journal of European Archaeology* 5(2):1-33.

Palmer, G. H.

1972 Morphology of starch granules in cereal grains and malts. *Journal of the Institute of Brewing* 78(4):326-332.

Pecci, Alessandra, Gianluca Giorgi, Laura Salvini et Miguel Ángel Cau Ontiveros

2013 Identifying wine markers in ceramics and plasters using gas chromatography–mass spectrometry. Experimental and archaeological materials. *Journal of Archaeological Science* 40(1):109-115.

Prychid, Christina J. et Paula J. Rudall

1999 Calcium oxalate crystals in monocotyledons: a review of their structure and systematics. *Annals of botany* 84(6):725-739.

Regert, Martine

2007 Elucidating pottery function using a multi-step analytical methodology combining infrared spectroscopy, mass spectrometry and chromatographic procedures. In *Theory and Practice of Archaeological Residue Analysis*. BAR International Series 1650.

Reynolds, Peter J.

1999 The nature of experiment in archaeology. *Experiment and design: archaeological studies in honour of John Coles*:156-162.

Rojo-Guerra, Manuel, Rafael Garrido-Pena et Iñigo García-Martínez-de-Lagrán

2006 *Un brindis con el pasado : la cerveza hace 4500 años en la Península Ibérica*. Universidad de Valladolid. Secretariado de Publicaciones e Intercambio Editorial, Valladolid.

Rojo-Guerra, Manuel, Rafael Garrido-Pena, Iñigo García-Martínez-de-Lagrán, Jordi Juan-Treserras et Juan Carlos Matamala

2006 Beer and Bell Beakers: Drinking Rituals in Copper Age Inner Iberia. *Proceedings of the Prehistoric Society* 72:243-265.

Rowley-Conwy, Peter

1997 The animal bones from Arene Candide. Final report. In *Arene Candide: a functional and environmental assessment of the Holocene sequence (Excavations Bernabò Brea–Cardini, 1940-50)*, :153-277. Dir. R. Maggi. Il Calamo, Roma.

2000 Milking caprines, hunting pigs: the Neolithic economy of Arene Candide in its West Mediterranean context. *Animal bones, human societies*, dir. P. Rowley-Conwy. Oxbow Books, Oxford.

2011 Westward ho! *Current Anthropology* 52(S4):S431-S451.

Samuel, Delwen

1996a Archaeology of ancient Egyptian beer. *Journal of the American Society of Brewing Chemists* 54(1):3-12.

1996b Investigation of ancient Egyptian baking and brewing methods by correlative microscopy. *Science* 273(5274):488.

Schmidt, Klaus

2005 Ritual centers” and the Neolithisation of Upper Mesopotamia. *Neo-lithics* 2(05):13-21.

2010 Göbekli Tepe—the Stone Age Sanctuaries. New results of ongoing excavations with a special focus on sculptures and high reliefs. *Documenta Praehistorica* 37:239-256.

2012 Anatolia. *A Companion to the Archaeology of the Ancient Near East*:144-160.

Sherratt, Andrew

1995 Alcohol and its alternatives: symbol and substance in pre-industrial cultures. *Consuming Habits*, :27-61. Routledge.

Smalley, John, Michael Blake, Sergio J. Chavez, Warren R. DeBoer, Mary W. Eubanks, Kristen J. Gremillion, M. Anne Katzenberg, Augusto Oyuela-Caycedo, Deborah Pearsall et Dolores R. Piperno

2003 Sweet Beginnings: Stalk Sugar and the Domestication of Maize 1. *Current Anthropology* 44(5):675-703.

Sondag, Francis et Orstom Bondy

1989 La chromatographie ionique. [www.horizon.documentation.ird.fr](http://www.horizon.documentation.ird.fr), repéré en février 2018

Stern, Ben, Carl Heron, Tory Tellefsen et Margaret Serpico

2008 New investigations into the Uluburun resin cargo. *Journal of Archaeological Science* 35(8) :2188-2203.

Strunz, Hugo et Ernest Nickel

2001 Strunz mineralogical tables. 9<sup>e</sup> édition, E. Schweizerbart, Stuttgart.



Testart, Alain

2012 *Avant l'histoire. L'évolution des sociétés, de Lascaux à Carnac*. NRF, Gallimard, Paris.

Tiné, Santo

1999a Statuine femminili, pintaderas e 'influenze balcaniche'. *Il Neolitico nella caverna delle Arene Candide : scavi 1972-1977*, dir. S. Tiné et D. Arobba, :319-328, Istituto internazionale di studi liguri, Bordighera.

1999b Transizione tra Neolitico Antico e Neolitico Medio: le ceramiche dello stile Pollera. Strato 13. *Il Neolitico nella caverna delle Arene Candide : scavi 1972-1977*, dir. S. Tiné, D. Arobba, :142-180. Istituto internazionale di studi liguri, Bordighera.

Tiné, Santo, Daniele Arobba, Istituto internazionale di studi liguri, Università di Genova, Istituto di scienze archeologiche et Istituto italiano archeologia sperimentale

1999 *Il Neolitico nella caverna delle Arene Candide : scavi 1972-1977*. Istituto internazionale di studi liguri, Bordighera.

Traverso, Antonella

1999 Neolitico Antico : strati 15-14. *Il Neolitico nella caverna delle Arene Candide : scavi 1972-1977*, dir. S. Tiné, D. Arobba, :110-140, Istituto internazionale di studi liguri, Bordighera.

Valamoti, Sultana Maria

2017 Brewing beer in wine country? First archaeobotanical indications for beer making in Early and Middle Bronze Age Greece. *Vegetation History and Archaeobotany*:1-15.

Valdez, Lidio M

2006 Maize beer production in Middle Horizon Peru. *Journal of Anthropological Research* 62(1):53-80.

Wang, Jiajing, Li Liu, Terry Ball, Linjie Yu, Yuanqing Li et Fulai Xing

2016 Revealing a 5,000-y-old beer recipe in China. *Proceedings of the National Academy of Sciences* 113(23):6444-6448.

Wang, Jiajing, Li Liu, Andreea Georgescu, Vivienne V Le, Madeleine H Ota, Silu Tang et Mahpiya Vanderbilt

2017 Identifying ancient beer brewing through starch analysis: A methodology. *Journal of Archaeological Science: Reports* 15:150-160.

Willcox, George

2002 Charred plant remains from a 10th millennium BP kitchen at Jerf el Ahmar (Syria). *Vegetation History and Archaeobotany* 11(1-2):55-60.

Zarnkow, Martin, Adelheid Otto et Berthold Einwag

2011 Interdisciplinary investigations into the brewing technology of the ancient Near East and the potential of the cold mashing process. *Liquid bread: beer and brewing in cross-*

*cultural perspective (The anthropology of food and nutrition)*. New York: Berghahn Books:47-54.

Zhang, Juzhong, Garman Harbottle, Changsui Wang et Zhaochen Kong  
1999 Oldest playable musical instruments found at Jiahu early Neolithic site in China. *Nature* 401(6751):366.

Zilhão, João  
2001 Radiocarbon evidence for maritime pioneer colonization at the origins of farming in west Mediterranean Europe. *Proceedings of the National Academy of Sciences* 98(24):14180-14185.

## Tableaux des données

Tableau IV Base de données d'extraction. US : unités stratigraphiques. RR : *reperto rilevato*, découverte dont le positionnement est enregistré dans un registre au numéro indiqué.

# échantillon	Typologie	Point d'échantillonnage	Décor présent/ type	Origine	# d'artéfact et unité stratigraphique (US)
Néolithique ancien					
1	Grand contenant ?	Fond	Pas de décor	N.D.	ACN 12-1 RR 767
2	Vase moyen	Fond	Pas de décor	N.D.	ACN 12-1 RR 517
3	Vase grand-moyen	Panse ou fond	Pas de décor	N500E209	ACN 12-1 US 320s
4	Vase grand ou moyen	Panse ou fond	Pas de décor	N501E207	ACN 12-1 US 320s
5	Vase à fond plat	Fond (coin)	Pas de décor	N501E203	ACN 12-1 (?) 370 CF
6	Vase moyen	Panse ou fond rond	Décor (deux lignes horizontales)	N501E209	ACN 12-1 US 320s
7	Vase à fond plat	Panse + fond	Pas de décor	N501E207	ACN 12-1 US 320s
8	Vase à fond plat	Fond + panse	Pas de décor	N499E207	ACN 12-1 US322
9	Vase grand ou moyen	Panse	Décor en impression	N.D.	ACN 12-1 RR674
10	Vase grand ou moyen	Panse ?	Pas de décor mais anse	N501E207	ACN 12-1 US320s
11	Grand vase	Panse carénée	Décor en impression	N.D.	ACN 12-1 RR 719
12	Grand contenant ?	Panse	Pas de décor	pulizia, sez. nord	ACN 12-1
13	Grand contenant ?	Panse	Pas de décor	pII sez nord	ACN 12-1
14	Vase avec poignée	Haut de panse	Pas de décor mais poignée	N501E207	ACN 12-1 US 395 ou 393 (erreur)
15	Vase moyen	Haut de panse	Pas décor mais lèvre courbée	N501E208Z772	ACN 12-1 US 303 RS
16	Vase moyen ou grand	Haut de panse	Pas de décor mais poignée	N.D.	ACN 12-1 RR529
17	?	Panse	Sans décor	N500E208	ACN 12-1 US 312

18	Vase moyen	Lèvre	Décor en impression en arêtes de poisson	N.D.	ACN 12-1 US370 RR 744
19	Vase moyen	Panse ?	Décor en impression en v inversé	N.D.	ACN 12-1 RR 773
20	Perdu				
21	Vase avec col	Col	Décor au pointillé	N.D.	ACN 12-1 US 708 ou 908 RR 918 ou 418
22	Grand vase	Haut de panse	Poignée ou anse	N.D.	ACN 12-1 US 330 RR 765
23	Vase moyen	Haut de panse	Décor en relief, cordelette	N.D.	ACN 12-1 RR 535
24	Vase moyen	Haut de panse	Décor en relief, cordelette	N5001E208 ?	ACN 12-1 US 320s
25	Vase moyen ?	Haut de panse	Décor en relief assez bas	N500E208	ACN 12-1US 312
26	Vase moyen ou grand	Haut de panse	Décor en relief, cordelette	N.D.	ACN 12-1 RS1011
27	Vase moyen ou grand	Panse	Pas de décor	N300E208	ACN 12-1US 320s
28	Vase moyen à fond plat	Fond	Pas de décor	N.D.	ACN 12-1 US330 RR817
29	Vase moyen	Panse	Pas de décor	N500E208	ACN 12-1 US 320s
30	Petit vase	Panse + fond	Pas de décor mais brunissage ?	N.D.	ACN 12-1 RR425
31	Vase moyen ou grand	Fond	Décor, lignes incisions	N.D.	ACN 12-1 US 320s RR 721
32	Vase moyen	Lèvre	Décor à l'engobe	N500E208	ACN 12-1 US 312
33	Vase moyen	Panse	Décor impression à la pointe	N499E107	ACN 12-1 US 311
34	Vase moyen	Panse	Décor par impression en V	N.D.	ACN 12-1 RS 1137
35	Vase moyen ou grand	Panse, haut	Décor en impression petite, anse	N.D.	ACN 12-1 RS 1113
36	Vase moyen	Panse ?	Sans décor	N500E207	ACN 12-1 US 312
37	Vase moyen	Panse ?	Décor en pied de poule	N.D.	ACN 12-1 RR 600
38	Vase moyen à paroi fine	Panse	Décor à impression à la pointe	N500E207	ACN 12-1 US 312 RR561
39	Vase moyen ou grand	Panse	Pas de décor	N502E217 ?	ACN 12-1 US 320s
40	Vase moyen	Panse, haut ?	Décor impression à l'ongle ou cardium	N502E208	ACN 12-1 US 30...? RS842?
41	Vase moyen	Lèvre	Pas de décor	N.D.	ACN 12-1 RR 794
42	Vase moyen, paroi droite	Panse	Pas de décor	N501E208Z772	ACN 12-1 US 320s

43	Vase moyen	Panse	Décor et poignée	N.D.	ACN 12-1 US 320s RR627
44	Vase grand ou moyen	Panse	Décor en relief et cordelette	N.D.	ANC 12-1 U320 RR480
45	Vase grand ou moyen	Panse, haut ?	Décor en relief et cordelette	N499E208	ACN 12-1 US 290
46	Vase grand ou moyen	Lèvre	Décor sur la lèvre, en crénelé	N.D.	ACN 12-1 US 320s RR 694
47	Vase grand ou moyen	Panse	Décor horizontal	N500E274 ou 204	ACN 12-1 US 312
48	Vase grand ou moyen	Panse, haut ?	Décor par impression	N.D.	ACN 12-1 US 328s RR 769
49	Vase grand embouchure étroite	Panse	Décor ligne impression	N.D.	ACN 12-1 US 320s RR620
50	Vase moyen ou grand	Panse	Sans décor	N501E208	ACN 12-1 US 312
51	Vase moyen	Panse	Sans décor	N500E208	ACN 12-1 US312
52	Vase moyen ou petit	Panse	Décor par incision ou graffi	N.D.	ACN 12-1 RS 1133
53	Perdu				
54	Vase moyen	Panse	Décor par incisions parallèle	N.D.	ACN 12-1 RR 692
55	Vase moyen ou grand	Panse	Décor ligne à impression avec pointe carrée	N501E208	ACN 12- 1US320s
56	Vase moyen avec anse	Panse	Pas de décor	N500E207	ACN 12-1 US 320
57	Vase moyen ou grand	Lèvre	Décor crénelé sur la lèvre	N.D.	ACN 12-1 RR 588
58	Vase moyen ou grand	Panse	Pas de décor	??	ACN 12-1 US 320s
59	Grand contenant avec anse	Lèvre	Crénelé	N.D.	ACN 12-1 RR 681
60	Grand contenant avec anse	Panse	Pas de décor	N500E209	ACN 12-1 US 308
61	Grand vase	Panse	Décor de ligne et de V	N502E208 et 501-208	ACN 12-1 US 320s et US 330 CP
62	Grand vase	Panse	Décor subtil	N500E209	ACN 12-1 US 312
63	Grand vase	Panse	Décor cunéiforme	N.D.	ACN 12-1 US 320s RR 722
64	Grand vase	Lèvre	Décor incision	N500E209	ACN 12-1 US 320s
Néolithique moyen					
65	Grand vase	Panse	Pas de décor	SEZ S 1-5	AC 97 US 5A
66	Petit vase	Fond	Pas de décor	Sez 1-5	AC 97 US 50
67	Grand vase	Panse	Anse	Sez 1-5	AC97 5D

68	Grand vase	Panse, haut ?	Anse et décor en cordon	N502E209Z5,21 8	ACN 11-1 US 232 RR276
69	Grand vase ?	Panse	Pas de décor	PVC 362 #nc	ACN 12-1
70	Vase moyen à fond plat	Fond	Pas de décor	S5	AC 02 US 5a1
71	Vase ?	Panse ?	Pas de décor	N501E207	ACN 11-2 US279
72	Bis	Bis	Bis	N501E207	ACN 11-2 US279
73	Vase moyen ?	Panse ?	Pas de décor	N502E208	ACN 11 US 281
74	Vase moyen	Panse	Pas de décor	N502E207	ACN11 US 267d
75	Vase moyen	Panse	Sans décor	Sez 1-5	AC 97 US 7d
76	Vase moyen	Panse	Sans décor	N.D.	AC 05 US 153
77	Vase moyen	Panse	Sans décor	N502E208	ACN 11-1 US 205
78	Vase moyen	Panse, bas avec fond	Sans décor	N502E208	ACN 11-1 US 205
79	Grand vase	Panse	Sans décor	N502E208	ACN 11-1 US 205
80	Grand vase	Panse	Sans décor	N501E207	ACN 11 US 205
81	Vase moyen	Panse, haut ou bas	Sans décor, présente une courbe	N501E207	ACN 11 US 205
82	Vase moyen	Panse	Sans décor	N501E207	ACN 11 US 205
83	Vase moyen	Panse, bas ou haut	Sans décor, présente une courbe	N501E207	ACN 11 US 205

Tableau V Données d'extraction (suite). Abrévi. : p. = poudre, r. = résidu, int. = intérieur, ext. = extérieur

# Échantillon	# de sac/illustration	Poudre/résidu	Photo	Note	Description
Néolithique ancien					
1		P.	3 sony, 4 iphone	Ai gardé la surface	
2		P.	2 photos sony 5 photo iphone comprenant un profil	Ai jeté la surface	
3		P.	Photo face et profil, avant/après	Ai gardé la surface	

4		P.	Photo face et profil, avant/après	Ai gardé la surface	Tesson épais (1 cm) avec surface interne noire (manque d'oxygène à la cuisson?) Pas de trace de suie à l'externe.
5		P.	Photo	Ai gardé la surface	Surface interne plus pâle que l'externe, mais pas de trace de brûlure.
6		P.	Photo des deux côtés	Ai jeté la surface	Deux lignes horizontales surface externe. Dégraissant grossier. Surface interne noire, ainsi que la matrice.
7		P.	Photo avec les deux appareils	Ai gardé la surface	Petit coin de fond ou panse légèrement carénée. Surfaces de couleur homogène
8		P.	Photo avec les deux appareils	Ai jeté la surface	Surface externe avec un peu de suie. Dégraissant grossier. Épais de 1 cm
9	01(1)	P.	Photo sur les deux surfaces	Ai gardé la surface	Tesson dans un ensemble reconstitué en montage. Photo avant après.
10		P.	Photo sur les deux surfaces	Ai gardé la surface	Tesson dans un ensemble reconstitué en montage. Photo avant après.
11		P.	Photo sur les deux surfaces	Ai jeté la surface	Tesson recollé à un autre, signes d'usure interne.
12	01(1)	P.	Photo sur les deux surfaces	Ai jeté la surface	Tesson simple. Surface externe plus foncée.
13	01(1)	P.	Photos sur les deux surfaces	Ai gardé la surface	Tesson simple. Surface externe plus foncée. Traces d'usure sur les deux côtés
14	202	P.	Photos sur les deux surfaces	Ai gardé la surface	Surfaces pâles mais pâte foncée. Dégraissant très grossier
15	202	P.	Photos sur les deux surfaces	Ai jeté la surface	Tesson plus mince (8mm), matrice foncée
16	279	P.	Photos sur les deux surfaces	Ai gardé la surface	Tesson de 8mm surface interne noire homogène, pâte grise
17	105 (i)	P.	Photos sur les deux surfaces	Ai jeté la surface	Tesson de 8mm surface interne noire homogène, pâte grise
18	076 (i)	P.	Photos sur les deux surfaces	Ai gardé la surface	Tesson simple de lèvres, surface interne grise et lisse, épaisseur de 7 mm surface externe noircie à la suie?
19	076 (i)	R.	Photos sur les deux surfaces	Ai jeté la surface	Tesson simple sans indice quant à la partie. Quelques traces jaune-blanc, surface interne noire lisse, externe rouge.
20	Perdu				
21		P.	Photo sur les deux surfaces	Ai jeté la surface	Tesson simple avec la matrice plus foncée
22	042 (i)	P.	Photos sur les deux surfaces	Ai gardé la surface	Tesson simple, très grossier et épais (11 mm). Traces jaune-blanc, dégraissant grossier, surface interne foncée

23	157 (i)	P.	Photos sur les deux surfaces	Ai jeté la surface	Tesson simple proche du bord, épais mais allant s'amincissant (de 13 mm à 8 mm)
24	045, p.5b	P.	Photos sur les deux surfaces	Ai gardé la surface	Tesson simple épais dégraissant grossier, traces de suie interne et externe
25	224 (i)	P.	Photos sur les deux surfaces	Ai jeté la surface	Tesson simple, noirci, sédiment en surface
26	93	P.	Photos sur les deux surfaces	Ai jeté la surface	Tesson simple, cuisson homogène, surface int plus pâle qu'externe.
27	185(i)	P.	Photos sur les deux surfaces	Ai gardé la surface	Tesson simple, noirci à l'intérieur et la matrice
28		P.	Photos sur les deux surfaces	Ai jeté la surface	Tesson simple, traces de suie externe, traces de brûlure? Interne
29	139	P.	Photos sur les deux surfaces	Ai gardé la surface	Tesson épais de 12 mm assez courbé, surface int marbrée noir et dépôt calcaire.
30	03 (i)	R.	Photo sur une surface interne	Gratté au scalpel	Tesson dans un ensemble reconstitué en montage. Photo avant.
31	295 (i)	P.	Photos sur les deux surfaces	Ai gardé la surface	Tesson simple, paroi épaisse 15 mm surface interne foncée
32	105 (i)	P.	Photos sur les deux surfaces	Ai gardé la surface	Tessons simples, mais appartenant à un ensemble monté, lèvre plus foncée que la panse. Mince (10-6 mm).
33	028(i)	P.	Photos sur les deux surfaces	Ai gardé la surface	Tesson simple, noire sur les deux surface, épais de 7 mm
34	074 (i)	P.	Photos sur les deux surfaces	Ai gardé la surface	Tesson petit, noir à l'intérieur. Épais de 10mm
35	019 (i)	P.	Photos sur les deux surfaces	Ai gardé la surface	Pâte saumon, traces de sédiment, dégraissant grossier. Ai choisi ce morceau, qui appartient à un ensemble non-monté, pour sa proximité avec le haut
36	234	P.	Photos sur les deux surfaces	Ai jeté la surface	Surface interne plus foncée, dans un ensemble non monté ayant des décors.
37	147 (i)	P.	Photos sur les deux surfaces	Ai jeté la surface	Légèrement plus foncé à l'intérieur, tesson solitaire
38	146	P.	Photos sur les deux surfaces	Ai gardé la surface	Noirci à l'intérieur, paroi externe lisse, épaisseur 7 mm, tesson solitaire
39	063 (i)	P.	Photos sur les deux surfaces	Ai gardé la surface	Tesson dans un ensemble non reconstitué, épais allant vers le mince
40	8(i)	P.	Photos sur les deux surfaces	Ai jeté et effacé le numéro	Petit tesson foncé sur les surfaces, matrice rouge, épais (10mm)
41	237	P.	Photos sur les deux surfaces	Ai gardé la surface	Tesson solitaire, de lèvre, de 10 à 7mm d'épaisseur. Noirci sur les deux surfaces



42	168(i)	P. + R.	Photos sur les deux surfaces	Ai gardé la surface	Tesson dans un montage. Résidu beige sur un autre tesson
43	119 (i)	P.	Photos sur les deux surfaces	Ai gardé la surface	Tesson dans un montage surface interne foncée (choisi)
44	011 (i)	P.	Photos sur les deux surfaces	Ai jeté la surface	Tesson dans un ensemble de trois + 1 paroi interne plus foncée
45	37	P.	Photos sur les deux surfaces	Ai gardé la surface	Tesson simple dans un sac contenant grande quantité. Surface interne noire, paroi de 13mm
46	171(i)	P.	Photos sur les deux surfaces	Ai gardé la surface	Tesson simple, pâte grossière mais surface externe lissée, interne plus foncée
47	125 (i)	P.	Photos sur les deux surfaces	Ai jeté la surface	Tesson simple en lien avec un autre, paroi très épaisse (14 mm), lisse noire à l'intérieur
48	239(i)	P.	Photos sur les deux surfaces	Ai gardé la surface	Tesson simple, paroi mince 7 mm pâte grise.
49	21 (i)	P.	Photos sur les deux surfaces	Ai gardé la surface	Tesson double, dans un ensemble. Surface externe lisse, interne granuleuse
50	170 (i)	P.	Photos sur les deux surfaces	Ai jeté la surface	Tesson simple avec la matrice et la surface intérieur noircie
51	18	P.	Photos sur les deux surfaces	Ai gardé la surface	Tesson simple dans un sac en contenant beaucoup. 7 mm d'épaisseur. Ai gratté un autre tesson pour l'oxalate (photo) et mis le tout dans le même sachet
52	12(i)	P.	Photos sur les deux surfaces	Ai gardé la surface	Tesson simple avec d'autres remontés. Très noirci interne. Mince, 6-7mm, surf. Ext lisse.
53	Perdu				
54	61(i)	P. + R.	Photos sur les deux surfaces	Ai gardé la surface	Tesson monté avec deux autres, surface interne noirci, 8 mm
55	73	P.	Photos sur les deux surfaces	Ai gardé la surface	Tesson simple avec d'autres montés, pate saumon, surfaces lisse et foncée, 7 mm
56	190(i)	P.	Photos sur les deux surfaces	Ai jeté la surface	Tesson simple d'un vase avec anse verticale, pâte avec dégraissant brillant, surface interne lisse
57	55=108= 134	P.	Photos sur les deux surfaces	Ai gardé la surface	Tesson simple, surface interne écaillée, pourrait être une lèvre de vase qui se ferme
58	149(i)	P. + R.	Photos sur les deux surfaces	Ai gardé la surface	Tesson simple dans un ensemble de beaucoup de tessons. Noirci à l'int. Saumon à l'ext. Épais de 12mm
59	16(i)	R.	Photos sur les deux surfaces	Gratté au scalpel à l'extérieur	Tesson simple d'un grand vase, paroi épaisse de 12 mm, surface altérée, mais noircie par traitement, pâte brune

60	16(i)	P.	Photos sur les deux surfaces	Ai gardé la surface	Tesson simple, surface altérée mais noire.
61	116	P. + R.	Photos sur les deux surfaces	Ai gardé la surface	Tesson simple et double (deux prélèvements) noir à l'intérieur
62	122	P.	Photos sur les deux surfaces	Ai jeté la surface	Tesson simple accompagnant bcp de tessons, pâte noire, paroi épaisse
63	142 (i)	P.	Photos sur les deux surfaces	Ai gardé la surface	Tesson avec un autre gros, pâte grise, surface noire et lisse, avec des stries. A déjà été échantillonné ? Épais 16mm
64	296 (i)	R.	Photo sur une surface externe.	Ai gratté sur la surface au scalpel	Tesson simple, noir homogène.
Néolithique moyen					
65		R.	Photos sur les deux surfaces	Ai gratté sur la surface au scalpel	Tesson dans un ensemble reconstitué en montage, 7 tessons. Photo après.
66		P.	Photos sur les deux surfaces	Ai gardé la surface	Tesson simple de fond, épais et plat
67		P.	Photos sur les deux surfaces	Ai gardé la surface	Tesson simple avec anse. Noirci à l'int. Traces jaunâtres. Suis passée au travers parce que l'échantillon était dans la partie mince
68	Sac 276	P.	Photos sur les deux surfaces	Ai gardé la surface	Tesson simple, de grande dimension, pâte à gros grain, ligne de démarcation à l'intérieur. Résidus ?
69	« pulizia sez.	P.	Photos sur les deux surfaces	Ai gardé la surface	Tesson simple dans une boîte (photo) traces jaunâtres sur le bout. Épais de 7-10mm. Plus foncé à l'intérieur.
70	Boîte	R.	Photo sur un surface interne	Ai gratté sur la surface au scalpel	Vase remonté, paroi mince, pâte noire.
71	Boîte 279	R.	Photos sur les deux surfaces	Ai gratté sur la surface au scalpel	Tesson seul avec d'autres, choisi pour ses résidus collés qui pourrait être de l'amidon
72	Bis	P.	Photos sur les deux surfaces	Ai jeté la surface	Tesson provenant de la même boîte que #71. Plus épais (10mm) et plus noirci à l'intérieur.
73	Boîte 281	P.	Photos sur les deux surfaces	Ai jeté la surface	Tesson dans une boîte, avec trace d'usure
74	Boîte 267	P.	Photos sur les deux surfaces	Ai gardé la surface	Tesson dans une boîte, avec résidus orangés. Paroi mince, 7 mm.
75		P.	Photos sur les deux surfaces	Ai gardé la surface	Tesson à pâte moyen fin mince (7 mm) avec résidus visibles
76	Sac 153	P.	Photos sur les deux surfaces	Ai jeté la surface	Tesson à pâte grossière, allant de mince à épais 5 à 12 mm, plus foncé à l'intérieur.

77	Ceramica c	R.	Photos sur les deux surfaces	Ai gratté sur la surface au scalpel	Tesson à pâte gris foncé. Une seule tache à prélever.
78	Ceramica c	R.	Photos sur les deux surfaces	Ai gratté sur la surface au scalpel	Tesson à pâte gris foncé une seule tache à prélever.
79	Ceramica c	P.	Photos sur les deux surfaces	Ai jeté la surface	Tesson épais (10 mm), plus foncé à l'intérieur.
80	Us 205	R.	Photos sur les deux surfaces	Ai gratté sur la surface au scalpel	Tesson épais présentant minces résidus en surface, couleur gris et orangé.
81	Us 205	R.	Photos sur les deux surfaces	Ai gratté sur la surface au scalpel	Tesson mince, plus foncé à l'interne, petit bout de résidu. 6mm
82	Us 205	R.	Photos sur les deux surfaces	Ai gratté sur la surface au scalpel	Tesson mince, 5 mm, résidus ponctuels
83	Us 205	R.	Photos sur les deux surfaces	Ai gratté sur la surface au scalpel	Tesson à pâte gris foncé. Blanc sur toute la surface interne.

Tableau VI Résultats des analyses chimiques des résidus archéologiques.

Nom d'échantillon	Area	IS	Ratio	Masse pesée (Canti)	Conc (uM)	Teneur en oxalate (%)	Teneur en Oxalate_Moy (%)
10a	ND	75646157	ND	157	ND	ND	ND
10b	ND	81389057	ND	158,3	ND	ND	ND
11a	ND	78384447	ND	159,3	ND	ND	ND
11b	ND	77003250	ND	162,9	ND	ND	ND
12a	ND	80091097	ND	160,8	ND	ND	ND
12b	ND	79205268	ND	161,3	ND	ND	ND
13a	ND	77974113	ND	158,5	ND	ND	ND
13b	ND	80753854	ND	157,7	ND	ND	ND
14a	ND	95658351	ND	158,8	ND	ND	ND
14b	ND	95299362	ND	161,6	ND	ND	ND
15a	ND	89700851	ND	163,1	ND	ND	ND
15b	ND	88533517	ND	162,2	ND	ND	ND
16a	ND	86162468	ND	157,4	ND	ND	ND
16b	ND	81387352	ND	158,8	ND	ND	ND
17a	ND	85366957	ND	161,1	ND	ND	ND
17b	ND	85116069	ND	163,4	ND	ND	ND

18a	ND	85042547	ND	158,4	ND	ND	ND
18b	ND	81470763	ND	159,9	ND	ND	ND
19a	ND	82319621	ND	158,4	ND	ND	ND
19b	ND	82147825	ND	158,1	ND	ND	ND
1a	ND	68513119	ND	154,4	ND	ND	ND
1b	ND	73399270	ND	161,1	ND	ND	ND
20	ND	70995042	ND	11,5	ND	ND	ND
21a	ND	73385792	ND	164,3	ND	ND	ND
21b	ND	74644907	ND	163,4	ND	ND	ND
22a	ND	85174613	ND	159,3	ND	ND	ND
22b	ND	86002290	ND	161,5	ND	ND	ND
23a	ND	74611825	ND	157,3	ND	ND	ND
23b	ND	74282878	ND	157,4	ND	ND	ND
24a	ND	86140518	ND	159,6	ND	ND	ND
24b	ND	80916249	ND	160	ND	ND	ND
25a	ND	76082988	ND	163	ND	ND	ND
25b	ND	70305869	ND	168,1	ND	ND	ND
26a	ND	75949539	ND	160,2	ND	ND	ND
26b	ND	77196773	ND	159,2	ND	ND	ND
27a	ND	71795473	ND	159,9	ND	ND	ND
27b	ND	36133	ND	159,9	ND	ND	ND
28a	ND	69157622	ND	156,5	ND	ND	ND
28b	ND	67761336	ND	158,2	ND	ND	ND
29a	ND	69939905	ND	159,1	ND	ND	ND
29b	ND	74935639	ND	162,4	ND	ND	ND
2a	ND	100022329	ND	155,3	ND	ND	ND
2b	ND	89430565	ND	153,4	ND	ND	ND
31a	ND	73977911	ND	163	ND	ND	ND
31b	ND	73486549	ND	162	ND	ND	ND
32a	ND	80581904	ND	164,9	ND	ND	ND
32b	ND	80384181	ND	158,5	ND	ND	ND
33a	ND	74598232	ND	156,1	ND	ND	ND
33b	ND	70336704	ND	160,8	ND	ND	ND
34a	ND	66644402	ND	160,9	ND	ND	ND
34b	ND	73361763	ND	165,7	ND	ND	ND
35a	ND	62597266	ND	157,6	ND	ND	ND
35b	ND	61515287	ND	164,4	ND	ND	ND
36a	ND	68894926	ND	164,1	ND	ND	ND
36b	ND	68467133	ND	165,5	ND	ND	ND
37a	ND	71084163	ND	163,7	ND	ND	ND
37b	ND	73320201	ND	161,1	ND	ND	ND

38a	ND	69724075	ND	157,8	ND	ND	ND
38b	ND	76470367	ND	159,1	ND	ND	ND
39a	ND	68089674	ND	157,8	ND	ND	ND
39b	ND	70029178	ND	159,1	ND	ND	ND
3a	ND	95649669	ND	154,9	ND	ND	ND
3b	ND	95354336	ND	155,5	ND	ND	ND
40a	ND	72818606	ND	157,5	ND	ND	ND
40b	ND	78327744	ND	160,1	ND	ND	ND
41a	ND	68145052	ND	160,4	ND	ND	ND
41b	ND	65768017	ND	160	ND	ND	ND
42a	ND	71122383	ND	163,7	ND	ND	ND
42b	ND	76506563	ND	161,9	ND	ND	ND
43a	ND	73583885	ND	157,5	ND	ND	ND
43b	ND	69704789	ND	155,9	ND	ND	ND
44a	ND	46728661	ND	162,3	ND	ND	ND
44b	ND	53700959	ND	162,1	ND	ND	ND
45a	ND	54349282	ND	160,1	ND	ND	ND
45b	ND	55134099	ND	163	ND	ND	ND
46a	ND	64230225	ND	159	ND	ND	ND
46b	ND	59590660	ND	164,1	ND	ND	ND
47a	ND	69004415	ND	161,7	ND	ND	ND
47b	ND	67808236	ND	164,2	ND	ND	ND
48a	ND	71756829	ND	162,2	ND	ND	ND
48b	ND	72139224	ND	167,4	ND	ND	ND
49a	ND	48044005	ND	159,5	ND	ND	ND
49b	ND	48063006	ND	155,8	ND	ND	ND
4a	ND	88121893	ND	154,9	ND	ND	ND
4b	ND	85411633	ND	155,5	ND	ND	ND
50a	ND	50768399	ND	166,2	ND	ND	ND
50b	ND	52431674	ND	168,8	ND	ND	ND
51a	ND	66031073	ND	159,7	ND	ND	ND
51b	ND	68351729	ND	161	ND	ND	ND
52a	ND	58746867	ND	161,7	ND	ND	ND
52b	ND	61849801	ND	165,4	ND	ND	ND
54a	ND	56510802	ND	165,3	ND	ND	ND
54b	ND	56902566	ND	170,8	ND	ND	ND
55a	ND	62868878	ND	165,1	ND	ND	ND
55b	ND	63846587	ND	160,3	ND	ND	ND
56a	ND	68643757	ND	171,1	ND	ND	ND
56b	ND	72591589	ND	170	ND	ND	ND
57a	ND	69689584	ND	162,4	ND	ND	ND

57b	ND	69516800	ND	165,7	ND	ND	ND
58a	ND	73416956	ND	166,1	ND	ND	ND
58b	ND	70391600	ND	169,9	ND	ND	ND
59	ND	68832104	ND	18,3	ND	ND	ND
5a	ND	83439954	ND	156,5	ND	ND	ND
5b	ND	89004826	ND	154,4	ND	ND	ND
60a	ND	69201700	ND	169,7	ND	ND	ND
60b	ND	66050524	ND	165,9	ND	ND	ND
61B1	ND	64181801	ND	162,7	ND	ND	ND
61B2	ND	54875115	ND	172	ND	ND	ND
62a	ND	56485961	ND	170,6	ND	ND	ND
62b	ND	70402347	ND	168,6	ND	ND	ND
64	ND	118935379	ND	16,6	ND	ND	ND
65	ND	49464512	ND	21,3	ND	ND	ND
69a	ND	52185835	ND	166,9	ND	ND	ND
69b	ND	49987409	ND	169,3	ND	ND	ND
6a	ND	85276530	ND	163,3	ND	ND	ND
6b	ND	79044200	ND	163,8	ND	ND	ND
<b>70</b>	<b>2091229</b>	<b>82035557</b>	<b>0,025</b>	<b>10,6</b>	<b>23,5</b>	<b>0,85</b>	<b>0,85</b>
72a	ND	57515384	ND	168,4	ND	ND	ND
72b	ND	60795146	ND	171,1	ND	ND	ND
73a	ND	41758040	ND	164,8	ND	ND	ND
73b	ND	34485986	ND	167,5	ND	ND	ND
75a	ND	54339754	ND	171,4	ND	ND	ND
75b	ND	41805157	ND	170,4	ND	ND	ND
7a	ND	80852333	ND	162,6	ND	ND	ND
7b	ND	82018069	ND	161,5	ND	ND	ND
8a	ND	91385305	ND	164,7	ND	ND	ND
8b	ND	86180486	ND	161,3	ND	ND	ND
9a	ND	75764323	ND	157,5	ND	ND	ND
9b	ND	77294537	ND	156,8	ND	ND	ND

Note	* Légende	ND : Non détecté		
	* Limite de détection	0,01%		
	* Les échantillons ont été analysés en duplicata, sauf des échantillons 20, 59, 64, 65 et 70 ont été analysés en une seule fois, en raison d'une faible quantité d'échantillon fournie			

Tableau VII Analyses chimiques des sédiments des Arene Candide.

Nom d'échantillon	US/Chrono approx.*	Area	IS	Ratio	Masse pesée (Canti)	Conc (uM)
258-a	US208	ND	44194013	ND	157.5	ND
258-b	5000-4700 BC	ND	43075528	ND	160.1	ND
271-a	US213	ND	49549087	ND	162.7	ND
271-b	5000-4700 BC	ND	45766158	ND	163.4	ND
279-a	US217	ND	48521422	ND	178.8	ND
279-b	5000-4700 BC	ND	45990545	ND	183.3	ND
283-a	US218	ND	45899741	ND	169.4	ND
283-b	5000-4700 BC	ND	44614438	ND	168.8	ND
302-a	US223	ND	52270073	ND	164.3	ND
302-b	5000-4700 BC	ND	49451675	ND	174.4	ND
312-a	US220	ND	47176643	ND	170.4	ND
312-b	5000-4700 BC	ND	47182641	ND	166.8	ND
320-a	US226a	ND	54177270	ND	177.9	ND
320-b	5000-4700 BC	ND	53867075	ND	181.2	ND
321-a	US226a	ND	54340370	ND	172.9	ND
321-b	5000-4700 BC	ND	52997248	ND	184.5	ND
342-a	US224	ND	55548973	ND	169.8	ND
342-b	5000-4700 BC	ND	54919623	ND	164.0	ND
370-a	US232	ND	47465087	ND	166.4	ND
370-b	5000-4700 BC	ND	47883965	ND	171.0	ND
411-a	US237	ND	47219198	ND	161.9	ND
411-b	5000-4700 BC	ND	41601462	ND	165.4	ND
454-a	US254	ND	39214779	ND	174.7	ND
454-b	5000-4700 BC	ND	42214029	ND	166.3	ND
505-a	US265	ND	39217344	ND	166.4	ND
505-b	5000-4700 BC	ND	40285706	ND	166.8	ND
514-a	US268	ND	46102544	ND	174.7	ND
514-b	5000-4700 BC	ND	42597549	ND	174.0	ND
541-a	US281	ND	44416147	ND	184.0	ND
541-b	5000-4700 BC	ND	42773561	ND	175.9	ND
581-a	US289	ND	42844779	ND	169.9	ND
581-b	5000-4700 BC	ND	46282680	ND	161.0	ND
640-a	US297	ND	44262558	ND	169.7	ND
640-b	5000-4700 BC	ND	43867695	ND	164.2	ND
663-a	US282	ND	41589504	ND	164.0	ND

663-b	5000-4700 BC	ND	41986853	ND	180.0	ND
691-a	US282c	ND	41962145	ND	179.1	ND
691-b	5000-4700 BC	ND	43838839	ND	167.0	ND
707-a	US300	ND	46229562	ND	172.2	ND
707-b	5250-5000 BC	ND	46982458	ND	165.0	ND
721-a	US298	ND	45217414	ND	175.6	ND
721-b	5250-5000 BC	ND	46916169	ND	174.4	ND
782-a	US303	ND	49459736	ND	165.0	ND
782-b	5250-5000 BC	ND	48119045	ND	172.9	ND
828-a	US306	ND	46355206	ND	172.4	ND
828-b	5450-5250 BC	ND	42851116	ND	181.6	ND
856-a	US308	ND	40538033	ND	181.0	ND
856-b	5450-5250 BC	ND	40262142	ND	183.0	ND
892-a	US310a	ND	38915217	ND	171.2	ND
892-b	5450-5250 BC	ND	38412624	ND	180.0	ND
913-a	US311	ND	41985338	ND	171.8	ND
913-b	5450-5250 BC	ND	40360746	ND	175.4	ND
923-a	US318	ND	42623923	ND	169.5	ND
923-b	5450-5250 BC	ND	43444383	ND	178.2	ND
950-a	US312	ND	39174423	ND	169.2	ND
950-b	5450-5250 BC	ND	41484575	ND	172.2	ND
1075-a	US320s	ND	40672582	ND	177.7	ND
1075-b	5650-5500 BC	ND	39316838	ND	181.1	ND
1131-a	US330	ND	39717829	ND	188.4	ND
1131-b	5780-5600 BC	ND	40083528	ND	180.3	ND
1191-a	US344e	ND	40903101	ND	182.8	ND
1191-b	5780-5600 BC	ND	40801596	ND	186.6	ND
1196-a	US347	ND	41696767	ND	192.3	ND
1196-b	5780-5600 BC	ND	42668124	ND	190.9	ND

Note		* Légende	ND : Non détecté	IS : Étalon interne
			US : Unité stratigraphique	* Source Chiara Panelli, comm perso
		* Limite de détection	0,01%	
		* Les échantillons ont été analysés en duplicata, quand la quantité fournie le permettait.		



