



HAL
open science

Etude pétrographique et isotopique des spéléothèmes du sud-ouest de la France formés en contexte archéologique : Contribution à la connaissance des paléoclimats régionaux du stade isotopique 5

Isabelle Couchoud

► To cite this version:

Isabelle Couchoud. Etude pétrographique et isotopique des spéléothèmes du sud-ouest de la France formés en contexte archéologique : Contribution à la connaissance des paléoclimats régionaux du stade isotopique 5. Sciences de l'Homme et Société. Université Sciences et Technologies - Bordeaux I, 2006. Français. NNT : . tel-00252039

HAL Id: tel-00252039

<https://theses.hal.science/tel-00252039v1>

Submitted on 12 Feb 2008

HAL is a multi-disciplinary open access archive for the deposit and dissemination of scientific research documents, whether they are published or not. The documents may come from teaching and research institutions in France or abroad, or from public or private research centers.

L'archive ouverte pluridisciplinaire **HAL**, est destinée au dépôt et à la diffusion de documents scientifiques de niveau recherche, publiés ou non, émanant des établissements d'enseignement et de recherche français ou étrangers, des laboratoires publics ou privés.

N° d'ordre : 3266

THÈSE

présentée à

l'Université Bordeaux 1

UFR des Sciences de la Terre et de la Mer

Ecole doctorale de Sciences du Vivant, Géosciences et
Sciences de l'Environnement

par **Isabelle COUCHOUD**

pour obtenir le grade de

DOCTEUR

Spécialité : **Préhistoire et Géologie du Quaternaire**

**Etude pétrographique et isotopique de spéléothèmes du
sud-ouest de la France formés en contexte archéologique**

**Contribution à la connaissance des paléoclimats régionaux du
stade isotopique 5**

Sous la direction de Jean-Pierre TEXIER et Dominique GENTY

Soutenue le 7 décembre 2006

Après avis des rapporteurs :

Mme Silvia FRISIA, Chercheuse au Musée de Trente (Italie)

M. Richard MAIRE, Directeur de Recherche au CNRS

Devant la commission d'examen constituée de :

M. Dominique GENTY, Chargé de Recherche au CNRS, UMR 1572 LSCE

M. Jacques JAUBERT, Professeur à l'Université Bordeaux 1, UMR 5199 PACEA

M. Richard MAIRE, Directeur de Recherche au CNRS, UMR 5185 ADES

Mme Maria Fernanda SANCHEZ GOÑI, Maître de Conférence EPHE, UMR 5805 EPOC

M. Jean-Pierre TEXIER, Directeur de Recherche au CNRS, UMR 5199 PACEA

Mme Hélène VALLADAS, Ingénieur au CEA, UMR 1572 LSCE

Etude pétrographique et isotopique de spéléothèmes du sud-ouest de la France formés en contexte archéologique. Contribution à la connaissance des paléoclimats régionaux du stade isotopique 5

Résumé :

Les spéléothèmes constituent une des rares archives continentales susceptibles de fournir des enregistrements à haute résolution de la variabilité climatique, datés de manière fiable. Cependant, ceux développés en contexte archéologique n'ont jamais fait l'objet d'études approfondies. L'objectif principal de ce travail est de tester leur potentiel informatif.

Des spéléothèmes du stade isotopique 5, formés en entrée de cavités et intercalés dans des séquences archéologiques (Coudoulous et Bourgeois-Delaunay), ont fait l'objet d'analyses radiochronologiques, pétrographiques, chimiques et isotopiques. L'utilisation de la méthode de datation U-Th par TIMS a permis d'améliorer le calage chronologique des épisodes de concrétionnement et d'affiner la chronostratigraphie des gisements. Un continuum de structures cristallines a été identifié et mis en relation avec les conditions de précipitation de la calcite et avec le signal du $\delta^{13}\text{C}$. Les variations du $\delta^{13}\text{C}$ et du $\delta^{18}\text{O}$ enregistrées par les spéléothèmes ont été analysées à haute résolution et comparées avec les enregistrements d'autres archives climatiques. Elles ont été principalement influencées par la température. Des événements climatiques de courte durée ont été mis en évidence et un enregistrement très détaillé a été obtenu pour le SIO 5e.

Cette étude démontre que les spéléothèmes d'entrées de grottes peuvent être exploités pour reconstituer les paléoenvironnements régionaux et pour préciser le cadre chronologique des occupations préhistoriques. Ils sont donc susceptibles de participer à la résolution des problèmes de corrélation de site à site et d'apporter des éléments de discussion aux thématiques traitant de l'influence de l'environnement sur les sociétés préhistoriques.

Mots-clés :

Spéléothème, stalagmite, paléoenvironnement, archive climatique continentale, haute résolution, isotopes stables, $\delta^{13}\text{C}$, $\delta^{18}\text{O}$, datation par TIMS, chronologie, stade isotopique 5, OIS 5, Dernier Interglaciaire, sud-ouest de la France, entrée de grotte, site archéologique, préhistoire, calcite, fabrique cristalline, géochimie, pétrographie.

Isotopic and petrographic study of speleothems from southwestern France formed in archaeological contexts. Contribution to the knowledge of the regional paleoclimates of Oxygen Isotope Stage 5

Abstract:

Speleothems are one of the rare terrestrial archives capable of providing high-resolution records of climate variability that can be reliably fixed within absolute chronological frameworks. However, those formed in archaeological contexts have never been the subject of thorough studies. The main purpose of this study is thus to test their informative potential.

Speleothems formed during isotopic stage 5 in cave entrances and intercalated in archaeological sequences (Coudoulous and Bourgeois-Delaunay) were the subject of radiometric, petrographical, chemical and isotopic analyses. The use of the U-Th dating method by TIMS improved the precision of the chronological framework of speleothem formational episodes and allowed to refine the chronostratigraphy of the sites. A continuum of crystalline structures was identified and was correlated to calcite conditions of precipitation and with the $\delta^{13}\text{C}$ signal. $\delta^{13}\text{C}$ and $\delta^{18}\text{O}$ variations recorded by speleothems were analysed at levels of high resolution and compared to other climate proxy-records. These isotopic signals were mainly influenced by temperature. Their analysis allowed for the identification of rapid-scale climatic events and provided a highly detailed record of OIS 5e.

This study demonstrates that speleothems from cave entrances can be used to infer regional paleoenvironmental conditions and to refine the chronological framework of prehistoric occupations. Thus, they are likely to contribute to the resolution of problems pertaining to correlations between sites and to bring new information to light that can contribute to the study of environmental influences on prehistoric societies.

Keywords:

Speleothem, stalagmite, paleoenvironment, continental climatic archive, high resolution, stable isotopes, $\delta^{13}\text{C}$, $\delta^{18}\text{O}$, TIMS dating, chronology, isotopic stage 5, OIS 5, Last Interglacial, southwestern France, cave entrance, archaeological site, prehistory, calcite, crystalline fabric, geochemistry, petrography.

Remerciements

Il m'est agréable d'exprimer ici ma reconnaissance à tous ceux qui, d'une manière ou d'une autre, ont contribué à l'aboutissement de ce travail.

En premier lieu, je tiens à exprimer ma profonde gratitude envers Jean-Pierre Texier qui m'a encadrée depuis mon DEA. Je lui suis extrêmement reconnaissante pour sa disponibilité, sa patience, son écoute, ses conseils avisés et son soutien en toutes circonstances.

Je remercie également très vivement Dominique Genty, qui a accepté « au pied levé » de s'engager dans la co-direction de cette thèse, à la suite d'une réorientation de mon sujet en fin de première année. Il m'a ainsi accordé sa confiance malgré la distance (géographique et thématique) entre nos laboratoires et a été pendant quatre ans mon interlocuteur privilégié. Je lui suis très reconnaissante de m'avoir fait bénéficier de ses compétences. Je lui dois également l'accès à des moyens financiers et matériels, par le biais de programmes de recherche, qui ont permis de réaliser de nombreuses analyses pour cette thèse.

Je souhaite ensuite faire part de ma gratitude envers les rapporteurs et membres du jury pour l'intérêt qu'ils ont accordé à ce travail en acceptant de le lire et de l'évaluer.

Silvia Frisia a accepté d'être rapporteur malgré un emploi du temps chargé l'empêchant de participer au jury de soutenance. Au cours de la préparation de ce mémoire, elle a toujours été disponible pour répondre à mes interrogations et me faire part de son opinion. Qu'elle trouve ici l'expression de ma sincère reconnaissance.

Richard Maire m'a fait l'honneur d'être rapporteur. Son avis m'est précieux tant pour son expérience que pour sa vision globale des multiples approches du milieu karstique. Je le remercie également de m'avoir accueillie au DYMSET pour discuter de pétrographie.

Je tiens à remercier Maria Fernanda Sanchez Goñi pour sa présence dans ce jury et pour toute l'aide qu'elle m'a apporté, sous forme de discussions enrichissantes, de relectures ou de conseils.

Hélène Valladas a accepté de prendre part à ce jury et je l'en remercie vivement. J'apprécie qu'elle ait pris sur son temps pour me faire part de son regard sur ce travail qui se situe à la croisée des disciplines.

Je remercie enfin Jacques Jaubert pour sa présence dans ce jury malgré les contraintes de son agenda. Je lui suis également reconnaissante de s'être intéressé avec enthousiasme à mon travail, de m'avoir offert l'opportunité d'étudier les spéléothèmes de Coudoulous et de m'avoir permis d'utiliser des documents inédits.

J'adresse ensuite mes plus vifs remerciements à André Debénath et Jean-Philip Brugal qui m'ont accueillie sur les gisements de Bourgeois-Delaunay et Coudoulous II et m'ont fourni une partie du matériel faisant l'objet de cette étude ; ils ont, de plus, mis à ma disposition les données qui m'étaient nécessaires, dont des documents inédits (rapports de fouille).

Je remercie également Bertrand Kervazo pour toutes nos discussions autour de la géologie de Coudoulous, Marcel Jeannet et Yves Quinif pour toutes les informations qu'ils m'ont procurées sur la microfaune et les datations de ce site.

La réalisation de cette thèse a été rendue possible grâce à la contribution d'un grand nombre de personnes qui m'ont permis d'obtenir des données analytiques, d'accéder à des équipements et de me former à certaines techniques. J'aimerais leur exprimer ici ma reconnaissance. Bassam Ghaleb m'a accueillie et encadrée lors d'un stage de datation au GEOTOP. Je le remercie chaleureusement pour la patience et la gentillesse dont il a fait

preuve alors que son emploi du temps « explosait » et pour les datations qu'il a réalisées. Je remercie par la même occasion Roberto Macchiarelli de m'avoir invité à participer au programme TNT grâce auquel ce stage et des datations ont pu être financées. Karine Charlier et Bruno Malaizé m'ont permis d'utiliser le spectromètre de masse du DGO. Je les remercie pour leur aide et leur apprentissage. Ce spectromètre étant malheureusement tombé en panne durablement, je remercie vivement Dominique Blamart (LSCE) d'avoir bien voulu prendre le relais et assurer les dosages isotopiques suivants, ainsi que Fatima Manssouri pour sa gentillesse et son efficacité. Mes remerciements vont également à Eric Lebraud (ICMCB) qui m'a permis de réaliser très rapidement des analyses par XRD, à Rémy Pichon (Univ. Paris VI) qui a aimablement accepté d'effectuer quelques analyses MEB, à Gérard Laveau (DGO) pour ses tentatives d'analyses par ICP-SAAF, à Nicolas Caillon (LSCE) qui m'a permis d'obtenir rapidement des résultats d'analyse par ICP-AES et à Hélène Rebaubier qui m'a encadrée pour la phase de préparation chimique de cette analyse, à Mohssine El Graoui, Arnaud Lenoble et Bernard Martin qui m'ont formée et aidée à la préparation de lames minces et à Mabs Gilmour (Open Univ.) qui a réalisé de nombreuses datations TIMS.

L'équipe de l'IPGQ m'a accueillie cordialement et a mis à ma disposition les moyens nécessaires à la réalisation de cette thèse. Merci à tous ceux qui m'ont fait partager leur expérience, qui ont donné de leur temps, de leur énergie et de leur patience pour m'aider. Merci en particulier à Eric Pubert pour son indéfectible bonne humeur et pour avoir toujours répondu aimablement et efficacement à mes innombrables sollicitations, à Michèle Charuel, Geneviève Rauber et Sylvie Djian pour leur gentillesse et leur efficacité, et à mes collègues doctorants ou ex-doctorants avec qui j'ai traversé ces années. Ils m'ont aidée sans compter, encouragée, et m'ont offert de bons moments : Anne, Anne-Laure, Bruno, Emilie, Frédéric, Jean-Baptiste, Loïc, William.

En parallèle de ma thèse, j'ai continué, dans la mesure du possible, de m'intéresser à la géoarchéologie. Je souhaite donc remercier ici ceux qui m'ont accordé leur confiance en m'intégrant à leur équipe scientifique lors de fouilles programmées : Bruno Maureille, Alan Mann, Harold Dibble, Shannon McPherron, Deborah Olszewski, Marie Soressi, Alain Turq, Cédric Beauval. Ces expériences ont toutes été très enrichissantes et je suis particulièrement reconnaissante envers Jean-Pierre Texier, Paul Goldberg, Arnaud Lenoble et Jen Smith pour m'avoir fait bénéficier de leur expérience, sur le terrain ou derrière le microscope.

Je souhaite également remercier toutes les personnes que je n'ai pas encore citées mais qui ont néanmoins répondu à mes interrogations, m'ont conseillée, se sont rendues disponibles pour m'aider ou m'ont simplement soutenue dans cette entreprise de longue haleine. Je pense en particulier à Pierre Guibert, William Banks, Bruce Railsback, Norbert Aujoulat, Jean-François Tournepiche, Marie-Françoise Diot, Jean-Philippe Alibert, ... que ceux que j'oublie me pardonnent.

À Clément, ma famille et mes amis, qui ont fait preuve de beaucoup de patience et de résignation et qui m'ont donné le courage de mener ce travail à son terme.

Table des Matières

Introduction.....	15
Etat des connaissances	19
1. Généralités	21
2. Les spéléothèmes utiles aux études paléoenvironnementales	22
3. Répartition spatiale.....	23
4. Préservation	24
5. Taux de croissance	25
5.1. Conditions associées à la présence/absence de concrétionnements	25
5.2. Formation des spéléothèmes	26
5.3. Fréquence et vitesse de concrétionnement	27
5.4. Cas particuliers de concrétionnement.....	28
6. Datation.....	29
7. Pétrographie.....	32
8. La luminescence	36
9. Les pollens.....	38
10. Les éléments traces et mineurs.....	39
11. Les isotopes du strontium et de l'uranium	42
12. Les isotopes stables de l'oxygène et du carbone.....	43
12.1. Les isotopes stables : généralités.....	43
12.2. Les isotopes stables de l'oxygène et du carbone dans la calcite	44
❖ Oxygène.....	44
❖ Carbone	45
12.3. Les isotopes stables de l'oxygène et du carbone dans l'aragonite, la dolomite et la calcite magnésienne.....	45
❖ Aragonite	45
❖ Dolomite.....	46
❖ Calcite magnésienne	46
12.4. Les isotopes stables de l'oxygène et du carbone dans la biosphère	46
❖ Oxygène.....	46
❖ Carbone	46
12.5. Les isotopes stables de l'oxygène dans l'hydrosphère et dans l'atmosphère.....	48
❖ Atmosphère	48
❖ Hydrosphère.....	48
12.6. Les isotopes stables de l'oxygène et du carbone dans les spéléothèmes.....	50
❖ Oxygène.....	50
❖ Carbone	51
12.7. Interprétation paléoenvironnementale des isotopes stables dans les spéléothèmes : limites et incertitudes	54
❖ Oxygène.....	54
❖ Carbone	56
❖ Oxygène et Carbone.....	56

12.8. Identification des perturbations du signal isotopique.....	58
13. Autres informations ponctuellement fournies par les spéléothèmes.....	61
13.1. Tectonique et sismicité.....	61
13.2. Datation d'éléments piégés et des événements associés.....	61
13.3. Paléomagnétisme.....	63
14. Conclusion.....	64
Présentation des sites.....	67
1. La Chaise de Vouthon.....	69
1.1. Localisation et cadre géomorphologique.....	69
1.2. Historique.....	70
1.3. Stratigraphie de la grotte Bourgeois-Delaunay.....	71
1.4. Processus de formation du site.....	72
1.5. Les pollens.....	73
1.6. La faune.....	74
1.7. Les industries lithiques.....	74
1.8. Les restes humains.....	74
1.9. Chronologie.....	75
1.10. Synthèse des études antérieures sur la grotte Bourgeois-Delaunay.....	76
2. Coudoulous.....	77
2.1. Localisation et cadre géomorphologique.....	77
2.2. Historique.....	78
2.3. Coudoulous I.....	81
2.3.1. Stratigraphie et processus de formation du site (B. Kervazo).....	81
2.3.2. Faune.....	82
❖ <i>Microfaune (M. Jeannet)</i>	82
❖ <i>Grands mammifères (J.P. Brugal)</i>	82
2.3.3. Industrie lithique (J. Jaubert et V. Mourre).....	83
2.3.4. Chronologie (Y. Quinif, C. Falguères et J.J. Bahain).....	83
2.3.5. Synthèse.....	86
2.4. Coudoulous II.....	88
2.4.1. La cavité.....	88
2.4.2. Stratigraphie et processus de formation du site (B. Kervazo et J.P. Brugal).....	88
2.4.3. Anthracologie et Palynologie (I. Thery-Parisot ; M. Girard, B. Thi Mai et J. Renaud-Miskovsky).....	90
2.4.4. Faune.....	91
❖ <i>Microfaune et avifaune (M. Jeannet ; A. Louchart)</i>	91
❖ <i>Grands mammifères (J.P. Brugal et S. Costamagno)</i>	92
2.4.5. Industrie, présence humaine (J. Jaubert).....	92
2.4.6. Chronologie (Y. Quinif).....	92
2.4.7. Synthèse.....	94
Matériel et Méthodes.....	95
1. Prélèvements sur les sites étudiés.....	97
1.1. La Chaise de Vouthon : grotte Bourgeois-Delaunay.....	97
1.2. Coudoulous.....	99
2. Préparation des spéléothèmes.....	102
3. Analyse descriptive.....	102

3.1. Schéma de croissance des spéléothèmes	102
3.2. Fabrique cristalline	103
3.2.1. Généralités	103
3.2.2. Terminologie	103
3.2.3. L'étude détaillée des fabriques : le cas de BDinf.....	108
4. Analyse minéralogique des spéléothèmes.....	110
4.1. Prélèvement des échantillons	110
4.2. Analyse minéralogique de poudres par diffraction des rayons X.....	110
5. Analyse chimique des spéléothèmes.....	112
5.1. Prélèvement des échantillons	112
5.2. Analyse de solutions en ICP-AES.....	112
6. Analyse des isotopes stables dans les spéléothèmes	114
6.1. Prélèvement des échantillons	114
6.2. Vérification des conditions d'équilibre isotopique lors de la précipitation : le test de Hendy	114
6.3. Les profils isotopiques.....	114
6.4. Analyse des isotopes stables par spectrométrie de masse	114
7. Datations	118
7.1. Prélèvement des échantillons	118
7.2. Datation par $^{230}\text{Th}/^{234}\text{U}$ en TIMS	118
7.2.1. Datation par les déséquilibres radioactifs dans les séries de l'uranium.....	118
7.2.2. Intérêts du TIMS	120
7.2.3. Principes de fonctionnement du spectromètre de masse à ionisation thermique	121
7.2.4. Mode opératoire	121
Résultats	127
1. Le plancher inférieur de la grotte Bourgeois-Delaunay : BDinf.....	129
1.1. Constitution du spéléothème	129
1.1.1. Morphologie. Schéma de croissance.....	129
1.1.2. Texture. Fabrique cristalline	132
❖ À l'échelle macroscopique.....	132
❖ À l'échelle microscopique.....	135
1.2. Cadre chronologique de la croissance de BDinf : le MIS 5e	140
1.3. Dosages des isotopes stables	142
1.3.1. Vérification des conditions d'équilibre isotopique lors de la précipitation : le test de Hendy	142
1.3.2. Le signal isotopique de l'oxygène et du carbone enregistré au cours de la croissance du spéléothème	143
2. Le plancher supérieur de la grotte Bourgeois-Delaunay : BDsup.....	147
2.1. Constitution du spéléothème	147
2.1.1. Morphologie. Schéma de croissance.....	147
2.1.2. Texture. Fabrique cristalline	148
2.2. Cadre chronologique de la croissance de BDsup : le MIS 5a	152
2.3. Dosage des isotopes stables de BDsup.....	153
2.3.1. Test de Hendy et autres tests de l'influence des processus cinétiques sur le fractionnement isotopique	153
2.3.2. Le signal isotopique de l'oxygène et du carbone enregistré au cours de la croissance de BDsup	155

3. La stalagmite de Coudoulous II : Cou2	159
3.1. Constitution du spéléothème	159
3.1.1. Morphologie. Schéma de croissance	159
3.1.2. Texture. Fabrique cristalline	160
3.2. Cadre chronologique de la croissance de Cou2 : le MIS 5b-5a	166
3.3. Dosage des isotopes stables de Cou2	167
3.3.1. Test de Hendy	167
3.3.2. Variation des rapports isotopiques au cours du temps	167
4. La stalagmite du plancher supérieur de Coudoulous I : Cou1	171
4.1. Constitution du spéléothème	171
4.1.1. Morphologie. Schéma de croissance	171
4.1.2. Texture. Fabrique cristalline	171
❖ À l'échelle macroscopique.....	171
❖ À l'échelle microscopique.....	171
4.1.3. Nature minéralogique primitive de Cou1 : analyses complémentaires	178
❖ Analyses de poudres par DRX	178
❖ Analyses de solutions par ICP-AES.....	180
➤ Discussion des résultats d'analyse par ICP-AES : le Mg	180
➤ Discussion des résultats d'analyse par ICP-AES : le Sr	185
❖ Conclusions sur la nature cristalline primitive de Cou1	188
4.2. Cadre chronologique de la croissance de Cou1 : le MIS 5d-5c	189
4.3. Dosage des isotopes stables de Cou1	190
4.3.1. Test de Hendy	190
4.3.2. Le signal isotopique de l'oxygène et du carbone enregistré au cours de la croissance de Cou1	191
5. Tableaux de synthèse.....	195
Discussion	199
I. Analyse des spéléothèmes de l'OIS 5 des grottes Bourgeois-Delaunay, Coudoulous 1 et Coudoulous 2.....	201
1. Préambule.....	201
2. Signification du signal isotopique des spéléothèmes	202
3. Analyse individuelle approfondie des spéléothèmes	204
3.1. BDinf.....	204
3.1.1. Construction du modèle d'âge	204
3.1.2. Relations entre texture, rapports isotopiques et vitesse de croissance.....	207
3.1.3. Conclusions sur les conditions de précipitation de BDinf.....	211
3.1.4. Interprétation paléoenvironnementale des variations isotopiques de BDinf au cours du temps	212
3.2. BDsup.....	216
3.2.1. Construction du modèle d'âge	216
3.2.2. Conditions de précipitation.....	217
3.2.3. Interprétation paléoenvironnementale des variations isotopiques de BDsup au cours du temps	218
3.3. Cou2	220
3.3.1. Construction du modèle d'âge	220
3.3.2. Conditions de précipitation et interprétation du signal isotopique de Cou2.....	221
❖ Morphologie	221

❖ <i>Textures</i>	221
❖ <i>Interprétation paléoenvironnementale des relations texture-vitesse de croissance-isotopes stables</i>	222
❖ <i>Conclusions</i>	227
3.4. Cou1	229
3.4.1. Construction du modèle d'âge	229
3.4.2. Conditions de précipitation	234
❖ <i>Textures et morphologie</i>	234
❖ <i>Interprétation paléoenvironnementale des relations texture-isotopes stables</i>	235
❖ <i>Conclusions</i>	239
4. Comparaison des spéléothèmes	240
4.1. Evolution des textures en fonction des conditions de précipitation	240
4.2. Evolution des rapports isotopiques en fonction des textures	244
4.2.1. Evolution du $\delta^{13}\text{C}$ en fonction des textures	244
4.2.2. Evolution du $\delta^{18}\text{O}$ en fonction des textures	246
4.3. Variations des rapports isotopiques au cours du temps.....	248
4.4. Synthèse.....	250
II. Comparaison du signal isotopique des spéléothèmes de Bourgeois-Delaunay et Coudoulous avec les enregistrements d'autres archives paléoclimatiques	253
1. Préambule	253
2. L'enregistrement isotopique de BDinf : une archive paléoclimatique à haute résolution du Dernier Interglaciaire	255
2.1. Introduction	255
2.2. Problématique du Dernier Interglaciaire	255
2.3. Comparaison de l'enregistrement de BDinf avec d'autres archives paléoclimatiques du Dernier Interglaciaire	257
2.3.1. Un événement froid au cours de la transition OIS 6-5 : le HE11 ?.....	259
2.3.2. Variabilité climatique au cours du Dernier Interglaciaire.....	262
2.3.3. Inertie de l'activité végétale et pédologique à la suite de changements de température.....	265
2.3.4. Conclusions.....	265
3. Discussion des enregistrements et des périodes de croissance des spéléothèmes de Bourgeois-Delaunay et de Coudoulous par rapport à d'autres archives paléoclimatiques	267
3.1. Comparaison avec les enregistrements des pollens et du $\delta^{18}\text{O}$ planctonique et benthique de la carotte MD95-2042	269
3.2. Comparaison avec les signaux de température et de précipitations fournis par les séquences polliniques des lacs des Echets (Ain) et du Bouchet (Haute-Loire).....	272
3.3. Comparaison avec les signaux de température et de précipitations fournis par des séquences polliniques de la Grande Pile (Vosges)	274
3.4. Comparaison avec les enregistrements de δD et $\delta^{18}\text{O}$ fournis par les carottes de glace polaires.	277
3.5. Comparaison avec les signaux isotopiques d'autres stalagmites	280
3.6. Le cas de BDsup.....	282
3.7. Conclusions	284

III. Apport de l'analyse des spéléothèmes aux études archéologiques	287
1. Limites inhérentes à l'analyse d'un site préhistorique	287
1.1. Les processus sédimentaires et diagénétiques.....	287
1.2. La résolution temporelle.....	288
1.3. Les datations.....	288
1.4. Conclusion.....	289
2. Bourgeois-Delaunay.....	291
2.1. Les données paléoenvironnementales et chronologiques fournies par l'analyse du remplissage du site.....	291
2.2. Apport de l'étude des spéléothèmes à l'échelle du site.....	293
3. Coudoulous 1.....	295
3.1. Les données paléoenvironnementales et chronologiques fournies par l'analyse du remplissage du site.....	295
3.2. Apport de l'étude des spéléothèmes à l'échelle du site.....	295
4. Coudoulous 2.....	298
4.1. Les données paléoenvironnementales et chronologiques fournies par l'analyse du remplissage du site.....	298
4.2. Apport de l'étude des spéléothèmes à l'échelle du site.....	298
5. Généralisation et élargissement.....	301
5.1. Apport des études de spéléothèmes formés en contexte archéologique.....	301
5.2. Apport de l'analyse des spéléothèmes en général.....	302
 Conclusions et Perspectives	 305
 Bibliographie	 311
 Liste des Figures.....	 335
 Liste des Tableaux.....	 339
 Liste des Annexes	 340
 Annexes.....	 341

Introduction

Introduction

L'évolution du climat est actuellement l'une des préoccupations majeures des milieux scientifiques et politiques. En effet, ses fluctuations ont souvent eu une influence importante, voire déterminante, sur le cours des civilisations. En ce qui concerne l'archéologie préhistorique, les changements paléoclimatiques, dans leur expression régionale, ont probablement eu des implications sur les évolutions culturelles, les migrations, les changements de mode de subsistance, etc.

Les archives continentales du climat semblent les mieux à même de mettre en évidence les spécificités régionales. Cependant, pour la plupart d'entre elles (*e.g.* archives lacustres et de tourbières, séquences géologiques), les possibilités d'établir des chronologies fiables sur de longues périodes manquent. De plus, les taux de sédimentation sont très variables et des hiatus sédimentaires importants peuvent s'intercaler dans les séquences. Enfin, ces archives sont soumises aux processus érosifs de surface et des perturbations post-dépositionnelles peuvent affecter la représentativité et la fiabilité des informations paléoclimatiques délivrées (bioturbation, pédogenèse, lessivages, altérations chimiques, etc.).

L'accès aux archives sédimentaires marines et aux archives glaciologiques a permis d'obtenir des enregistrements plus continus et plus longs, souvent à plus haute résolution. Néanmoins, le problème du calage chronologique des enregistrements persiste au-delà des limites de la datation par le ^{14}C pour les archives marines et au-delà des limites du comptage des lamines annuelles de la glace pour les archives polaires. Outre le fait que ces enregistrements ne reflètent pas nécessairement l'évolution des différents paléoenvironnements terrestres avec leurs spécificités, l'absence de cadre chronologique fiable et précis rend les corrélations délicates et empêche l'identification de différences de durée ou de *timing* dans les expressions régionales d'événements climatiques donnés (transitions, événements climatiques abrupts, périodes froides ou tempérées, etc.).

Au cours des deux dernières décennies, l'utilisation des spéléothèmes en tant qu'archive climatique a fait l'objet d'un intérêt grandissant. En effet, ces concrétions carbonatées de grotte, en particulier les stalagmites, présentent plusieurs avantages :

- dans l'endokarst, elles sont protégées de la plupart des facteurs érosifs et sont peu sensibles à la plupart des processus post-dépositionnels ;
- elles peuvent être datées directement par des méthodes radiométriques, notamment par Th/U jusqu'à environ 500 ka ;
- elles peuvent fournir des informations à très haute résolution temporelle, puisque leurs lamines peuvent se déposer saisonnièrement ;
- les mécanismes de croissance des spéléothèmes sont sensibles aux conditions de surface, contrôlées par les fluctuations climatiques et enregistrent aussi bien les changements à long terme qu'à court terme.

Une attention toute particulière a été portée aux variations des rapports isotopiques du carbone et de l'oxygène ($\delta^{13}\text{C}$ et $\delta^{18}\text{O}$) enregistrées dans les spéléothèmes au cours de leur croissance. En effet, ces rapports isotopiques fluctuent notamment en fonction de la température, des précipitations (quantité, origine, cheminement, etc.) et de la végétation (type, densité). Même s'ils ne procurent pas, pour l'instant, de données quantitatives du climat (température, pluviosité), les spéléothèmes constituent l'un des rares supports susceptibles de fournir des informations sur la variabilité régionale du climat avec une haute résolution temporelle et ceci dans un cadre chronologique dont la précision et la fiabilité sont comparables, voire supérieures à celles obtenues en milieu marin.

Tandis qu'il est reconnu que les spéléothèmes de l'endokarst relativement profond constituent généralement de bonnes archives paléoclimatiques, les spéléothèmes formés

dans les entrées de grotte sont peu étudiés car leur contexte géochimique et sédimentaire est considéré comme défavorable. Pourtant, les entrées de grotte constituent un lieu privilégié pour les occupations préhistoriques et il n'est pas rare d'y observer des spéléothèmes intercalés dans les remplissages sédimentaires. Ceux-ci sont fréquemment utilisés pour caler chronologiquement les vestiges ou les niveaux archéologiques, en particulier lorsque leur âge se situe au-delà des limites d'application de la méthode radiocarbone. Parfois, l'analyse de leur contenu pollinique fournit des informations sommaires sur les paléoenvironnements. Mais, jusqu'à présent, les enregistrements isotopiques des spéléothèmes d'entrée de grotte, et qui plus est des spéléothèmes inclus dans le remplissage sédimentaire des sites archéologiques, n'ont jamais été étudiés de manière approfondie, d'une part, parce que cette approche était encore relativement méconnue des préhistoriens et, d'autre part, par suite de la présomption de perturbations du signal isotopique et de problèmes analytiques (*e.g.* processus cinétiques de fractionnement isotopique, pollutions, discontinuités de croissance, diagenèse, etc.).

Il semblait néanmoins nécessaire de tester véritablement le potentiel de ces spéléothèmes formés en contexte archéologique. En effet, certains sont relativement propres (*i.e.* non pollués par des particules détritiques), non altérés et présentent des textures tout à fait comparables à celles qui se développent dans les spéléothèmes de milieux plus protégés. Ce type de matériel pourrait donc être apte à délivrer des enregistrements isotopiques interprétables en termes de paléoenvironnements, ce qui pourrait permettre d'évaluer directement le cadre chrono-climatique des occupations préhistoriques et ainsi de faciliter les corrélations entre sites.

Dans cette perspective, quatre spéléothèmes ont été collectés dans trois séquences préhistoriques du sud-ouest de la France, localisées en entrée de grotte : grotte Bourgeois-Delaunay (La Chaise de Vouthon, Charente), grottes de Coudoulous 1 et Coudoulous 2 (Tour de Faure, Lot). Ces différents sites ont livré des témoignages d'occupation du Paléolithique moyen et supérieur et l'un d'eux (La Chaise), des restes squelettiques de néandertaliens.

Ce mémoire commence par un bilan des connaissances concernant les potentialités des spéléothèmes en tant qu'archives paléoenvironnementales. Puis, les sites archéologiques sont présentés, en insistant plus particulièrement sur les données d'ordre paléoenvironnemental et chronologique fournies par les diverses approches disciplinaires. Ensuite, le matériel et les méthodes employées dans le cadre de ce travail sont exposés, ainsi que les résultats obtenus à partir d'analyses pétrographiques, isotopiques et chronologiques des échantillons. La discussion, qui constitue la dernière partie de ce mémoire, s'organise enfin autour de trois principaux axes :

- le premier concerne les variations pétrographiques et isotopiques de chacun des spéléothèmes au cours du temps ; celles-ci sont discutées et interprétées en termes de variations des conditions de croissance et de variations paléoenvironnementales (Chapitre I de la « Discussion ») ;
- le deuxième s'intéresse à la comparaison des données paléoenvironnementales délivrées par ces spéléothèmes avec celles fournies par d'autres archives paléoclimatiques contemporaines, de natures et d'origines diverses (Chapitre II de la « Discussion ») ;
- le troisième revient sur l'apport de cette étude de spéléothèmes à la connaissance des paléoenvironnements et de la chronologie des sites dont ils sont issus et, plus généralement, souligne les apports de ce type d'approche pour les études archéologiques (Chapitre III de la « Discussion »).

Etat des connaissances

Les spéléothèmes : archives paléo-environnementales

1. Généralités

« Spéléothème » : du grec « *speleion* », caverne et « *thema* », objet. Ce terme général désigne les concrétions karstiques (Figure 1), telles que les stalagmites, stalactites, fistuleuses, planchers, etc. (Moore, 1952). Il s'agit donc de dépôts chimiques liés à l'hydrologie de la cavité (percolations et écoulements). Ils présentent une très grande variété de formes (Hill et Forti, 1997), leur masse étant essentiellement constituée de carbonates de calcium et le plus souvent de calcite (90 % des concrétionnements endokarstiques ; Maire, 1990).

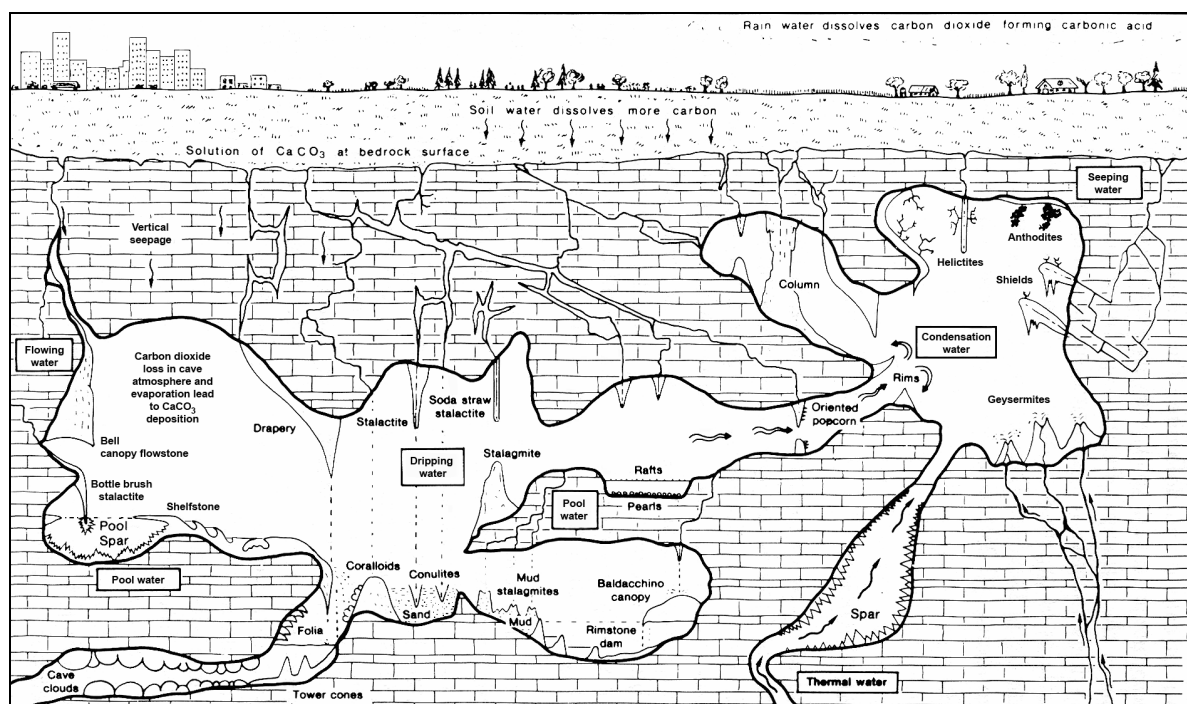


Figure 1. Les principales formes de concrétionnement dans les grottes (d'après Hill et Forti, 1986).

Le « Karst » est un terme allemand désignant une région calcaire de Slovénie, le « *Kras* », où se développe un paysage marqué par la dissolution de la roche, tant en surface qu'en profondeur. Cela se traduit par un enfouissement total ou partiel du réseau hydrographique à l'intérieur des cavités naturelles. Ces dernières sont parfois pénétrables par l'Homme qui se fait alors spéléologue. Le mot karst est devenu un nom commun générique pour désigner des terrains présentant des phénomènes similaires à ceux décrits dans le Karst slovène.

De très nombreux auteurs se sont intéressés au karst sous diverses approches : processus de formation des systèmes karstiques, modelé, signification paléoenvironnementale, répartition spatiale, évolution, remplissage sédimentaire, etc. Ne sont cités ici que quelques ouvrages de référence : Choppy, 1985 ; Ford et Williams, 1989 ; Klimchouk *et al.*, 2000 ; Maire, 1990 ; Nicod, 1972 ; Salomon, 2000 ; White, 1988.

Dans cette première partie seront présentées les raisons pour lesquelles les spéléothèmes, qui se forment dans ce milieu karstique si particulier, constituent des objets d'études aux multiples avantages pour la reconstitution des paléoenvironnements.

2. Les spéléothèmes utiles aux études paléoenvironnementales

Pour que des spéléothèmes aient un intérêt dans l'étude des paléoenvironnements ou des paléoclimats, ils doivent contenir un axe chronologique définissable et, plus particulièrement, une microstratigraphie de lamines déposées séquentiellement (White, 2004). Les spéléothèmes dont la croissance a été très irrégulière et discontinue ou qui ont subi des dissolutions et des re-précipitations sont moins adaptés à la conservation d'enregistrements climatiques. Ceux qui ont le plus d'intérêt pour les études paléoclimatiques sont les stalagmites et les planchers.

Les stalactites, bien qu'elles présentent également une structure laminée, sont beaucoup moins appropriées. En effet, l'eau qui alimente les stalactites s'écoule à la fois à travers un canal central et sous forme de film d'eau sur les parois externes (Figure 2). La séquence chronologique est donc difficile à définir.

Les planchers se forment sur les murs et au sol des cavités. Ils sont constitués de lamines plus ou moins parallèles, les séquences de dépôts sont donc aisément déchiffrables. Cependant, à cause des variations de l'écoulement d'eau, l'épaisseur des planchers varie souvent beaucoup d'un endroit à l'autre du dépôt. De plus, de par leur morphologie et leur position, ils sont plus sensibles aux pollutions par des particules détritiques.

Les stalagmites contiennent généralement les axes chronologiques les plus lisibles et une stratigraphie à plus haute résolution que celle des planchers. Les stalagmites cylindriques (ou parfois coniques), les plus intéressantes pour ce type d'étude, montrent une stratigraphie constituée de la superposition de lamines convexes (Figure 2), de sorte que l'axe de la stalagmite représente également un axe chronologique cohérent (White, *op. cit.*).

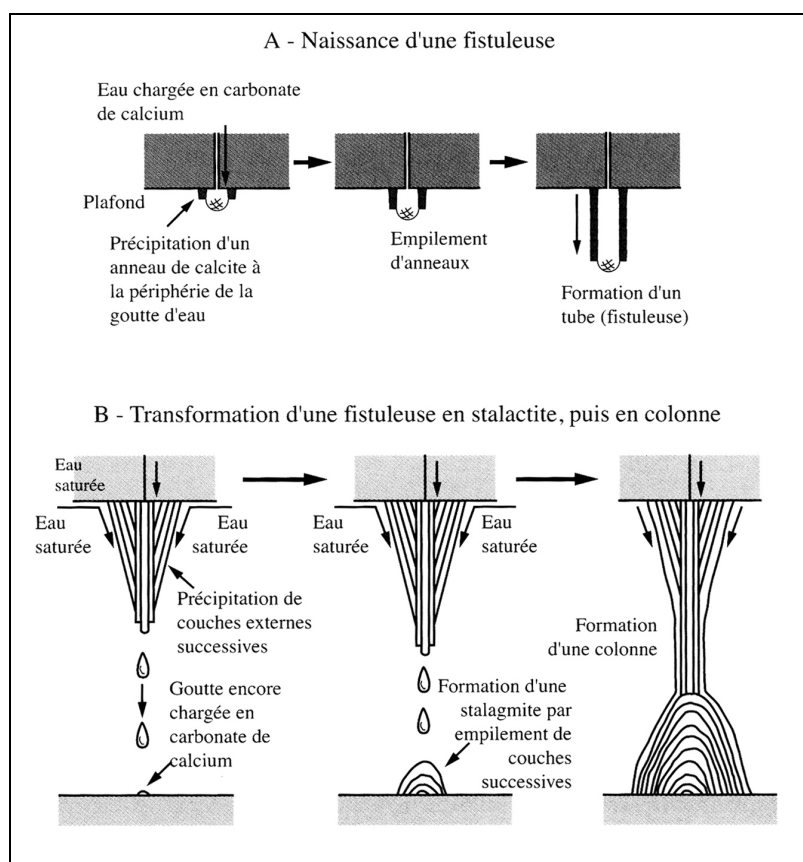


Figure 2. Mode de croissance des fistuleuses, stalactites, stalagmites et colonnes (d'après Gilly, 1995).

3. Répartition spatiale

Les zones susceptibles d'abriter des spéléothèmes, c'est à dire les zones karstiques, sont très largement réparties à la surface de la planète (Figure 3). On estime qu'elles représentent environ 20 % des terres émergées (Gvozdetskii, 1967). En effet, leur formation est possible dès lors que quatre éléments sont réunis :

- une roche très soluble ;
- une porosité développée (primaire ou de fissure) ;
- de l'eau libre ;
- un dénivelé entre la zone d'absorption de l'eau et le niveau de base.

Les régions carbonatées sont les plus propices à la karstification du fait de la forte solubilité de ces roches dans les eaux naturelles. Divers facteurs favorisent la dissolution des carbonates :

- l'augmentation de l'agressivité de l'eau : par l'incorporation de davantage de CO₂ dissout, biogénique ou atmosphérique ; par l'agitation ou la turbulence de l'écoulement ; par la pollution ; par le mélange des eaux (Bögli, 1964 *in* Salomon, 2000) ;
- le temps et la surface de contact entre l'eau et la roche carbonatée ; la fracturation d'un calcaire (par détente, tectonique) le rend plus sensible à la karstification, l'eau pouvant cheminer par de multiples voies (Maire, 1990 ; Vandycke et Quinif, 1999) ;
- l'abondance de l'eau disponible et surtout son renouvellement ; c'est ce dernier facteur qui est le principal facteur de la karstification (Salomon, *op. cit.* ; Maire, *op. cit.*).

Les spéléothèmes se forment par précipitation de carbonate de calcium due au dégazage du CO₂ de l'eau d'infiltration. Globalement, ils peuvent donc se développer dans les cavités où de l'eau s'infiltré. Ainsi, les concrétionnements ne sont absents qu'aux hautes latitudes et altitudes, où l'eau est gelée en permanence, dans les régions très arides et dans les cavités surmontées par des couches imperméables (*e.g.* grotte de Rouffignac). Les spéléothèmes ont donc une très large répartition spatiale sur les continents.

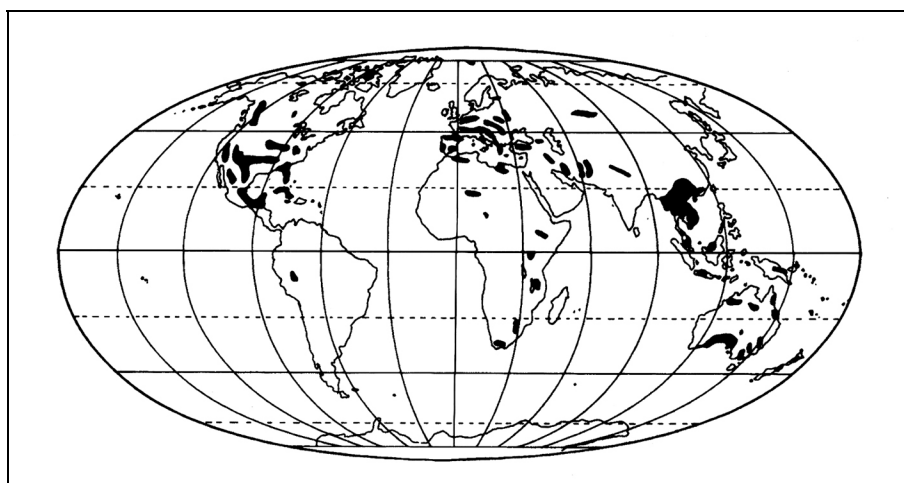


Figure 3. Distribution simplifiée des zones karstiques dans le monde, sources potentielles d'informations paléoclimatiques à partir des spéléothèmes (d'après Bradley, 1999).

4. Préservation

Les spéléothèmes, comme l'ensemble des sédiments endokarstiques, constituent les archives du karst (Figure 4). Ils témoignent de son évolution (conditions dynamiques de dépôt vadose/noyé ; variations climatiques ; phénomènes tectoniques ; épisodes de sédimentation/érosion ; variations du niveau de base ; etc.) et de celle de l'environnement. De plus, ces sédiments contiennent parfois des fossiles ou des vestiges d'activités humaines ou animales. Mais ce qui les rend particulièrement intéressants est le fait que, contrairement aux sédiments de surface, ils sont généralement protégés de la plupart des facteurs érosifs et des actions anthropiques (Maire et Pomel, 1994 ; Quinif *et al.*, 1994).

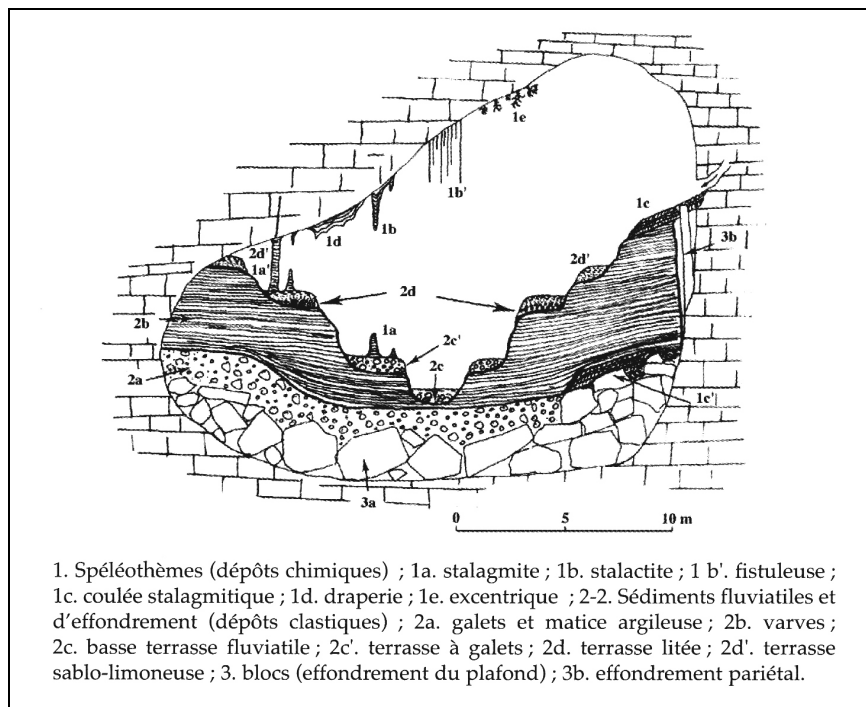


Figure 4. Les sédiments endokarstiques (d'après Maire et Pomel, 1994).

5. Taux de croissance

Les limites géographiques à la formation des spéléothèmes, telles que nous les avons évoquées plus haut, évoluent au cours du temps et notamment au cours des cycles climatiques. Lors des alternances de périodes glaciaires et interglaciaires caractéristiques du Quaternaire, de vastes régions ont été englacées puis déglacées, immergées puis émergées, les circulations atmosphériques et océaniques ont fluctué, influençant le régime des précipitations et les températures. Par conséquent, la présence/absence de spéléothèmes, leur fréquence ou leur vitesse de croissance peuvent être associées à des facteurs climatiques pour une région donnée.

5.1. Conditions associées à la présence/absence de concrétionnements

Dans les régions côtières de faible altitude, des grottes qui se sont formées durant des périodes de bas niveau marin associées aux épisodes glaciaires, sont immergées durant les périodes interglaciaires. Des spéléothèmes peuvent se développer alors que le niveau marin est bas et s'interrompt lorsqu'il remonte. La datation de ces spéléothèmes permet de connaître leur période de croissance et donc la chronologie des fluctuations du niveau marin (e.g. Bard *et al.*, 2002 ; Gascoyne *et al.*, 1979 ; Harmon *et al.*, 1978a ; Lundberg et Ford, 1994).

De même, puisque la croissance des spéléothèmes dépend de l'alimentation en eau, des interruptions de croissance peuvent résulter d'une augmentation de l'aridité en surface (e.g. Bar-Matthews et Ayalon, 2002 ; Fleitmann *et al.*, 2002) ou du blocage des eaux d'infiltration par un pergélisol (e.g. Lauriol *et al.*, 1997 ; Spötl et Mangini, 2002 ; Spötl *et al.*, 2002 ; Figure 5).

Enfin, la proximité d'un glacier peut provoquer l'ennoïement du karst et donc l'arrêt temporaire du concrétionnement (e.g. Bar-Matthews et Ayalon, 2002 ; Lauritzen, 1995 ; Lauritzen *et al.*, 1990 ; Quinif et Maire, 1998 ; Figure 5).

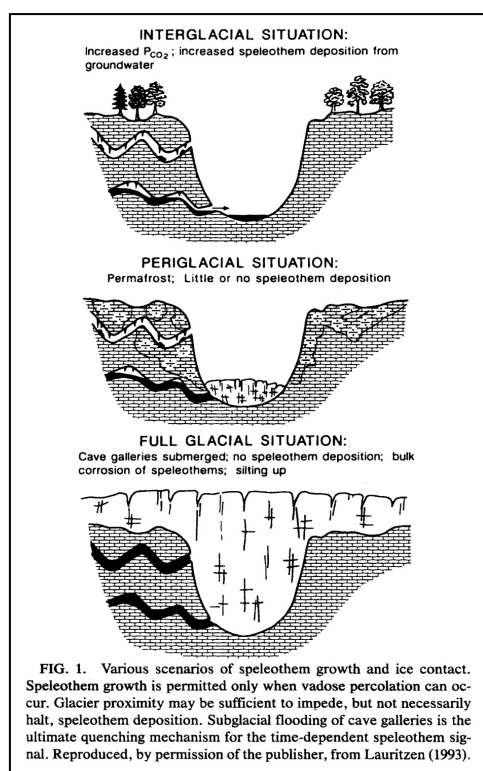


Figure 5. Relations entre la croissance des spéléothèmes et la présence d'un pergélisol ou la proximité d'un glacier (d'après Lauritzen, 1995).

Dans ces diverses situations, la datation des spéléothèmes permet de caler dans le temps les épisodes favorables à leur croissance, c'est à dire les périodes où des percolations en milieu vadose peuvent se produire. Toutefois, les résultats de ces datations doivent être répliqués sur plusieurs spéléothèmes afin d'éviter les particularismes locaux (e.g. fissure d'alimentation du spéléothème qui se bouche ; déplacement de l'alimentation ; inondation partielle et submersion du spéléothème ; etc.).

En-dehors de ces cas extrêmes, marqués par l'absence de concrétionnement, les fluctuations du climat peuvent s'exprimer à travers la fréquence des spéléothèmes et leur vitesse de croissance.

Rappelons tout d'abord les processus qui conduisent classiquement à la formation des spéléothèmes.

5.2. Formation des spéléothèmes

Pour constituer les stalagmites et les planchers, une série d'échanges chimiques se succèdent depuis les pluies en surface jusqu'au concrétionnement dans la cavité.

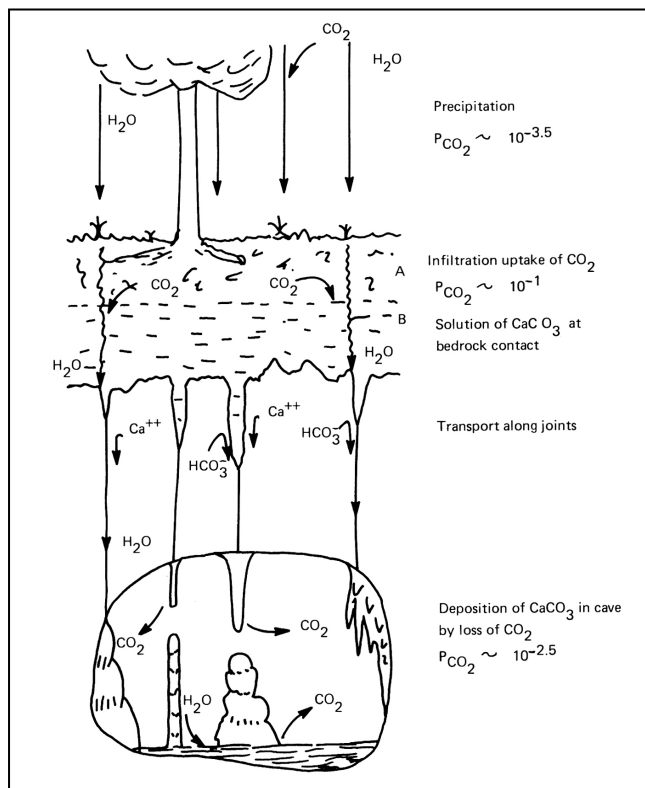
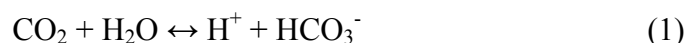


Figure 6. Les échanges chimiques classiques conduisant à la précipitation de calcite des spéléothèmes (d'après Holland *et al.*, 1964, modifié par White, 2004).

Les eaux de pluie s'infiltrent d'abord dans le sol, où elles se chargent en gaz carbonique (1), lequel a été dégagé dans l'atmosphère du sol par la respiration des racines et des micro-organismes et par la décomposition de la matière organique (Figure 6). L'atmosphère du sol peut atteindre une concentration en CO₂ de 10 % dont la plupart est diffusée vers l'atmosphère (White, 1988). La présence de CO₂ dissout rend l'eau plus agressive vis à vis du calcaire. Le CO₂ est très soluble dans l'eau pure, cette solubilité obéissant à la loi de Henry selon laquelle elle augmente à mesure

que la température décroît et/ou que la pression s'élève (White, *op. cit.*). Ces eaux acides percolent jusqu'au contact avec le substratum. Le calcaire est dissous (2) jusqu'à ce que l'eau approche de l'équilibre. Si le temps de résidence au contact du substratum est suffisant, l'eau qui s'infiltré à travers les fissures du calcaire est plus ou moins saturée en carbonates dissous et peu de dissolution supplémentaire se produit au cours du cheminement. Lorsque l'eau parvient au toit d'une cavité, elle n'est plus en équilibre avec l'environnement local. En effet, la pression partielle du CO₂ du sol étant très élevée par rapport à celle de l'atmosphère, celle du CO₂ de l'eau est également élevée. Dans les grottes, la pression partielle du CO₂ est généralement supérieure à celle de l'atmosphère (en moyenne 10 fois supérieure, à titre indicatif ; en réalité, elle est très variable d'une cavité à l'autre, au sein d'une même cavité et d'une saison à l'autre ; Maire, 1990), mais inférieure à celle de l'eau d'infiltration (Ford et Williams, 1989 ; White, 2004 ; Figure 6). Ainsi, l'eau s'égouttant au plafond de la cavité, giclant sur le sol ou s'écoulant sur les parois dégage du CO₂ et devient sursaturée en carbonates. Un rééquilibrage s'ensuit, qui se traduit par la précipitation de calcite (2). Dans certaines conditions, l'évaporation peut également intervenir dans la précipitation de carbonate de calcium (*e.g.* zone ventilée de la cavité ; faible hygrométrie).



Le taux de croissance des stalagmites peut varier d'au moins deux ordres de grandeurs (en général entre 0,01 et 1,0 mm/an) en fonction de facteurs tels que la température, la

concentration en Ca^{2+} des eaux de percolation (Dreybrodt, 1980, 1981), la concentration en carbonate dissout, le rapport entre la pression partielle du CO_2 de l'eau de percolation et celle du CO_2 de l'atmosphère de la grotte, l'épaisseur du film d'eau à partir duquel le CO_2 dégaze et la vitesse d'alimentation en eau (White, *op. cit.*).

Dreybrodt (*op. cit.*) a montré que plus le débit de l'eau est fort, plus la croissance de la calcite est rapide. En revanche, si l'écoulement devient quasi-continu, alors le dégazage de CO_2 n'a pas le temps de se faire au niveau du point d'alimentation et la croissance en hauteur ralentit ; le dégazage se fait sur les côtés et le spéléothème s'élargit. Pour cet auteur, le facteur primordial qui conditionne la croissance des spéléothèmes est le degré de minéralisation ($[\text{Ca}^{2+}]$), or celui-ci est directement lié à la capacité de l'eau à dissoudre le carbonate de calcium elle-même dépendante de la P_{CO_2} dans l'eau du sol. Ainsi, l'activité des plantes et des micro-organismes du sol au-dessus de la cavité, en déterminant la production de CO_2 biogénique, influence directement le taux de croissance des spéléothèmes (Baker *et al.*, 1998 ; Genty *et al.*, 2001b).

5.3. Fréquence et vitesse de concrétionnement

La fréquence de concrétionnement à une période donnée, comme le taux de croissance, varient en fonction de paramètres environnementaux. En effet, le concrétionnement est principalement déterminé par la production biogénique de CO_2 dans le sol et l'alimentation en eau (*cf. supra*). Or la température contrôle l'activité microbienne et la respiration racinaire dans le sol. Par conséquent, il existe une relation entre la P_{CO_2} des eaux du sol et la température moyenne annuelle (Drake, 1980 ; Drake et Wigley, 1975). La P_{CO_2} du sol est également dépendante de l'humidité disponible (Brook *et al.*, 1983) et du type de couverture végétale (*i.e.* valeurs plus hautes sous les terrains boisés que sous les prairies ; Gunn et Trudgill, 1982). Ces observations fournissent les bases de l'interprétation paléoenvironnementale de la fréquence de croissance des spéléothèmes. Durant les périodes froides, la production de CO_2 du sol est plus limitée du fait d'une végétation plus éparse, de températures plus basses et d'une plus faible disponibilité en eau. Dans ces conditions, la croissance des spéléothèmes est plus lente, voire cesse. Au contraire, durant les périodes tempérées, l'activité biologique est accrue, produisant davantage de CO_2 , et l'alimentation en eau augmente, le tout résultant en un concrétionnement plus intense.

Des compilations de datations réalisées sur des spéléothèmes d'une région donnée ont donc été effectuées afin de cerner les épisodes favorables à leur croissance. Ainsi, Gordon *et al.* (1989) ont appliqué une technique de représentation sous forme de « courbe de fréquence cumulative à erreur distribuée » (Gordon et Smart, 1984) à 341 âges Th/U pour des spéléothèmes du Royaume Uni. Les courbes obtenues montrent des pics dont les âges sont interprétés comme la meilleure estimation de l'âge des périodes interglaciaires et interstadias. Aux hautes latitudes ou altitudes, les âges des spéléothèmes sont groupés sur les périodes tempérées, puisque ces régions sont soumises aux avancées et retraits des glaciers et du pergélisol (Gascoyne, 1992 ; Harmon *et al.*, 1977 ; Lauritzen, 1993 ; Maire, 1990 ; [Figure 7](#)). Les données des régions plus méridionales sont plus étalées dans le temps et moins contrastées entre les périodes stadias et interstadias (Baker *et al.*, 1996b ; Baker *et al.*, 1993b ; Gascoyne et Ford, 1984 ; Hennig *et al.*, 1983 ; Onac et Lauritzen, 1996). Dans les régions arides, ce type d'étude permet de cerner le timing des épisodes pluvieux et d'évaluer leur importance en termes de précipitation efficace (Ayliffe *et al.*, 1997 ; Vaks *et al.*, 2003).

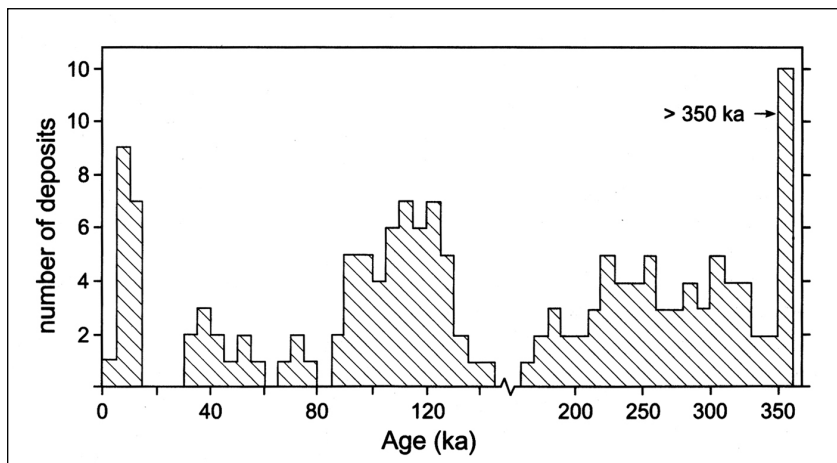


Figure 7. Histogramme réalisé à partir d'environ 180 datations par Th/U sur des spéléothèmes du nord de l'Angleterre (d'après Gascoyne et Ford, 1984).

La formation de spéléothèmes est associée à des conditions tempérées interglaciaires ou interstadias, durant lesquelles les mouvements d'eau n'étaient pas entravés

par des températures inférieures à 0°C. Aucun échantillon n'a été daté entre ~140 et ~165 ka ni entre ~15 et ~30 ka, indiquant des conditions glaciaires à ces périodes (Gascoyne et Ford, 1984).

5.4. Cas particuliers de concrétionnement

Il existe des cas où le concrétionnement n'est pas inféodé à la production de CO₂ biogénique puisqu'il se produit sans qu'il y ait de sol en surface. Cela peut se produire par exemple en montagne, en altitude, sous de la roche nue. Le taux de croissance des spéléothèmes est en général beaucoup plus faible dans ce contexte, cependant leur présence démontre que d'autres processus peuvent permettre l'enrichissement en CO₂ de l'eau d'infiltration.

Ainsi, Dreybrodt (1982) propose une hypothèse pour expliquer la modeste croissance des spéléothèmes en l'absence de sources de CO₂ biogénique : si l'eau d'infiltration est en équilibre avec le CO₂ atmosphérique à une température proche du point de gel de l'eau, en percolant vers la grotte, l'eau va se réchauffer et cette légère augmentation de température est suffisante pour sursaturer l'eau et provoquer le dépôt de calcite. Dreybrodt estime le taux maximum de croissance à 10 µm/an.

Maire (1990) ajoute que l'eau doit arriver dans l'atmosphère des cavités « sous forme diffuse, par suintement fissural » : en effet, la P_{CO₂} du milieu fissuré - milieu confiné, quoique faible, est toujours plus importante que celle des cavités.

Par ailleurs, en haute altitude, des spéléothèmes peuvent se développer pendant les périodes où de l'eau liquide est disponible (*i.e.* non gelée) grâce à la présence de pyrite dans le calcaire encaissant qui, sous des conditions oxydantes, peut se transformer en acide sulfurique (H₂SO₄). L'acide dissout le calcaire, produisant du CO₂ et permettant la formation de solutions sursaturées en carbonate et la précipitation de calcite (Holzkämper *et al.*, 2004 ; Maire, *op. cit.*). De plus, il apparaît que les conditions de précipitation sont favorisées lorsque le rapport Mg/Ca ou SO₄/Ca de l'eau de percolation est important, c'est à dire en présence de l'association gypse-calcaire, calcaire-dolomie ou calcaire-pyrite dans l'encaissant (Atkinson *et al.*, 1983).

6. Datation

Un des principaux intérêts des spéléothèmes pour l'étude des paléoenvironnements est qu'ils peuvent être datés par différentes méthodes. Celles-ci peuvent être divisées en trois catégories : absolues, relatives ou par marqueurs (*i.e.* un signal caractéristique est identifié et daté indépendamment dans d'autres types de dépôts). Elles sont ici passées rapidement en revue :

➤ *Comptage de lamines :*

Tout d'abord, les spéléothèmes se forment par l'accumulation de lamines de croissance annuelles (*e.g.* Baker *et al.*, 1998 ; Baker *et al.*, 1993a ; Broecker *et al.*, 1960 ; Genty, 1993 ; Genty *et al.*, 1994a ; Genty *et al.*, 1997c ; Genty *et al.*, 1994b). Dans certains cas, il est possible de dénombrer ces lamines et donc, comme pour les varves des sédiments sub-aquatiques ou les cernes des arbres, de dater les différentes parties d'une concrétion ou les événements enregistrés pendant sa croissance, de manière relative sur les spéléothèmes anciens et absolue sur les spéléothèmes actifs.

➤ $^{230}\text{Th}/^{234}\text{U}$ par comptage alpha, TIMS ou ICP-MS (*cf.* le chapitre « Matériel et Méthodes ») :

Ces techniques de datation absolue peuvent fournir de bons résultats, précis et fiables. La qualité de la mesure dépend de la quantité d'uranium dans l'échantillon, de sa pureté (en cas de pollution, l'échantillon peut contenir du ^{230}Th initial et être ainsi artificiellement « vieilli ») et de l'absence de dissolution et recristallisation (afin de conserver un système géochimique fermé). Les âges limites varient entre 350 et 500 ka selon la technique utilisée et la qualité du matériau daté (Chen *et al.*, 1992 ; Harmon *et al.*, 1975 ; Li *et al.*, 1989 ; Luo *et al.*, 1997 ; Quinif et Maire, 1998 ; Thompson *et al.*, 1974 ; White, 2004).

➤ $^{231}\text{Pa}/^{238}\text{U}$:

Cette méthode donne des âges avec un large intervalle d'erreur ; cependant sa combinaison avec la méthode $^{230}\text{Th}/^{234}\text{U}$ constitue un bon test du comportement en système fermé de l'échantillon car la diagenèse conduit souvent à des âges discordants (Cheng *et al.*, 1998 ; Edwards *et al.*, 1997). La limite d'application de cette méthode se situe aux alentours de 250 ka.

➤ $^{234}\text{U}/^{238}\text{U}$:

L'équilibre entre la désintégration de ^{234}U et sa production à partir de ^{238}U est atteint en 1,25 à 1,5 millions d'années. Cependant, le rapport $^{234}\text{U}/^{238}\text{U}$ peut varier considérablement dans les eaux d'alimentation d'un spéléothème. Les rapports publiés pour des spéléothèmes de différentes régions du monde s'échelonnent entre <1 à >20. Le rapport $^{234}\text{U}/^{238}\text{U}$ peut seulement être calculé directement pour les échantillons présentant aussi un déséquilibre de ^{230}Th (*i.e.* d'âge inférieur à 600 ka). Si tous les échantillons récents d'un même spéléothème, d'une grotte ou d'une zone karstique fournissent le même rapport $^{230}\text{Th}/^{234}\text{U}$ initial calculé, la méthode $^{234}\text{U}/^{238}\text{U}$ peut raisonnablement être appliquée pour estimer l'âge des échantillons les plus anciens. Les résultats obtenus avec cette méthode doivent toujours être interprétés avec précaution (Ford, 1997).

➤ $^{206}\text{Pb}/^{238}\text{U}$:

Cette méthode est habituellement utilisée pour des échelles de temps de l'ordre du million d'années mais elle présente des problèmes liés à la mobilité du plomb dans l'environnement karstique (Dorale *et al.*, 2002 ; Lundberg *et al.*, 2000). Toutefois, de récents travaux ont montré que sous certaines conditions, notamment un rapport U/Pb élevé, des âges

concordants entre les méthodes $^{206}\text{Pb}/^{238}\text{U}$ et $^{230}\text{Th}/^{234}\text{U}$ pouvaient être obtenus sur des spéléothèmes aussi récents que 200 ka (Cliff *et al.*, 2005 ; Richards *et al.*, 1996).

➤ *Excès de $^{210}\text{Pb}/^{222}\text{Rn}$:*

Il est issu de la désintégration rapide du ^{222}Rn présent en grande quantité dans les eaux karstiques. Sa demie vie est de 21,4 ans, ce qui permet de l'utiliser pour dater des spéléothèmes âgés d'une centaine d'années (Baskaran et Iliffe, 1993).

➤ *Excès de $^{226}\text{Ra}/^{230}\text{Th}$:*

Cette méthode a rarement été appliquée aux spéléothèmes ; elle s'applique à des sédiments de quelques centaines d'années à 7 ka (la demie vie du ^{226}Ra étant de 1600 ans). Elle est ainsi complémentaire à la méthode de datation par $^{230}\text{Th}/^{234}\text{U}$, qui n'est précise sur des échantillons jeunes que si la concentration initiale en uranium est suffisante, et à la méthode par ^{210}Pb , adaptée entre 0 et 100 ans (Eikenberg *et al.*, 2001 ; Pons-Branchu, 2001). Dernièrement, la méthode $^{226}\text{Ra}-^{210}\text{Pb}$ a été appliquée à la datation d'un spéléothème récent (moins de 100 ans) précipité à partir d'eaux thermales (Condomines et Rihs, 2006).

➤ *^{14}C par comptage alpha ou AMS :*

Cette méthode peut être performante à condition que la calibration et les corrections nécessaires puissent être effectuées (pour la proportion de carbone mort incorporé au niveau de l'encaissant et les variations du ^{14}C atmosphérique) (Genty et Massault, 1997, 1999 ; Genty *et al.*, 1999 ; Goslar *et al.*, 2000 ; Hennig *et al.*, 1983). Elle permet de dater des échantillons plus jeunes que 50 ka.

➤ *Thermoluminescence (TL) et Résonance Paramagnétique Electronique (RPE ou Electron Spin Resonance, ESR) :*

Ces méthodes dosimétriques ont le potentiel de s'appliquer à un intervalle de temps plus large que les séries de l'uranium, jusqu'à 1 million d'années ou plus. Elles reposent sur l'estimation de la dose accumulée dans les cristaux de calcite depuis leur cristallisation, à la suite de leur exposition 1) aux rayonnements cosmiques et 2) aux rayonnements émis par les radioéléments naturels (famille de l'uranium 238 et du thorium 232 et potassium 40) contenus au sein de la formation carbonatée et dans le sédiment environnant (Valladas et Mercier, 2005). La principale source d'incertitude réside dans l'estimation de la dose annuelle de rayonnement. Jusqu'à présent, la TL a été peu appliquée aux spéléothèmes, contrairement à la RPE. Quelques comparaisons entre dates TL et $^{230}\text{Th}/^{234}\text{U}$ ont montré une faible concordance (Goslar et Hercman, 1988 ; Hennig *et al.*, 1980 ; Hercman et Lauritzen, 1996). Les comparaisons entre dates RPE et $^{230}\text{Th}/^{234}\text{U}$ sont plus fréquentes et donnent des résultats variables (Falguères et Bahain, 2002 ; Goslar et Hercman, *op. cit.* ; Hennig *et al.*, *op. cit.* ; Hercman et Lauritzen, *op. cit.* ; Smart *et al.*, 1988). Il semble que les erreurs à une déviation standard pour les derniers 300 ka soient d'environ $\pm 15\%$ (Ford, 1997).

➤ *Inversions magnétiques :*

La détermination des orientations magnétiques le long de l'axe de croissance des spéléothèmes combinée à des datations $^{230}\text{Th}/^{234}\text{U}$ permet de compiler les données et de construire une courbe des variations séculaires du paléomagnétisme pour une région donnée. En principe, cela doit ensuite permettre de dater des spéléothèmes en identifiant des événements caractéristiques dans leur enregistrement paléomagnétique et en les comparant à la courbe de référence (Latham *et al.*, 1989 ; Latham *et al.*, 1979, 1986 ; Latham *et al.*, 1982). Cependant, cette approche est difficile à mettre en œuvre et a été peu suivie car il y a peu de magnétite dans les spéléothèmes et le signal est extrêmement faible.

➤ *Racémisation des acides aminés :*

Une tentative de datation par cette méthode a été réalisée par Lauritzen *et al.* (1994). Il en ressort qu'en calibrant le taux d'épimérisation avec des datations Th/U, il est possible de l'extrapoler, dans le même spéléothème, pour des périodes antérieures aux limites de la méthode Th/U. Les âges ainsi estimés apparaissent concordants avec les données du paléomagnétisme du spéléothème.

Finalement, hormis les méthodes $^{230}\text{Th}/^{234}\text{U}$, $^{231}\text{Pa}/^{238}\text{U}$ et ^{14}C , les autres n'ont jusqu'ici pas donné de résultats convaincants. La méthode $^{230}\text{Th}/^{234}\text{U}$ est une méthode particulièrement efficace dès lors que les échantillons sont bien choisis (relativement propres). Elle donne des âges calendaires et permet de dater avec une haute précision (1 à 3 % d'incertitude à 2σ) des échantillons de quelques dizaines d'années à environ 500 ka.

7. Pétrographie

La pétrographie des spéléothèmes est contrôlée par divers facteurs hydrologiques, chimiques, biologiques et physiques. Aussi, l'étude de la pétrographie est un préalable important pour mieux connaître les conditions de précipitation des spéléothèmes, en particulier lorsqu'on souhaite interpréter l'enregistrement isotopique de spéléothèmes anciens en termes de variations paléoenvironnementales.

À l'échelle macroscopique, il est possible d'observer la teinte de l'échantillon, quelques caractéristiques de la lamination (présence/absence, régularité, épaisseur, rythmicité, couleur,...) et d'avoir une première idée de la texture du spéléothème. Toutefois, les caractères visibles à l'œil nu peuvent avoir diverses origines et, afin de les identifier, une étude de lames minces sous microscope est nécessaire.

➤ La teinte

La teinte d'un spéléothème peut être due à des impuretés piégées dans le réseau cristallin (acides humiques (Lauritzen *et al.*, 1986 ; White, 1981), argiles, charbons (Perrette *et al.*, 1997), etc.). Mais plus généralement, la teinte des spéléothèmes dépend de la densité de microporosités : les pores intracristallins et intercristallins multiplient les faces de réflexion de la lumière incidente et augmentent ainsi la proportion de lumière réfléchie (Genty *et al.*, 1997a). Les spéléothèmes présentent donc une calcite globalement claire et opaque macroscopiquement lorsque la microporosité est importante et sombre et compacte lorsqu'elle est faible. Ainsi, la texture contrôle la teinte perçue à l'œil nu.

➤ La texture

Concernant la définition des fabriques, il n'existe pas de réels consensus sur la terminologie à adopter. Les terminologies proposées s'appuient toujours, en premier lieu, sur la morphologie et l'arrangement des cristaux dans l'espace, mais d'autres paramètres sont parfois pris en considération, qui varient selon l'expérience et la sensibilité de l'auteur (*e.g.* Folk, 1965 ; Folk et Assereto, 1976 ; Gonzales *et al.*, 1992, 1993a ; Hill et Forti, 1997 ; Kendall, 1993 ; Kendall et Broughton, 1978). Elles ne seront pas exposées ici en détail, en revanche, la terminologie retenue dans le cadre de ce travail est présentée dans le chapitre « Matériel et Méthodes ».

Seule l'observation à l'échelle microscopique permet de préciser le type de fabrique cristalline, chacune correspondant à des conditions de précipitation particulières, tandis que plusieurs peuvent être confondues macroscopiquement. Par exemple, les fabriques « palissadiques » ne font référence qu'à la disposition en palissade des cristaux, alors que cette disposition se retrouve dans différentes fabriques.

➤ La lamination

L'observation de lames minces permet également de préciser la nature de la lamination. Celle-ci peut en effet avoir une apparence semblable à l'échelle macroscopique tout en ayant différentes origines. Ainsi, les alternances de lamines peuvent être dues à :

- la précipitation alternée de minéraux différents ;
- des variations de porosité inter/intra-cristalline ;
- des variations de densité des inclusions (détritiques ou fluides) ;
- des surfaces d'assèchement/d'inondation périodique ou des discontinuités de croissance plus durables.

○ La précipitation alternée de minéraux différents (*e.g.* aragonite/calcite) reflète généralement des variations saisonnières du débit des égouttements et par conséquent de la sursaturation de la solution et de sa concentration en certains éléments chimiques favorisant la précipitation d'un minéral au détriment de l'autre. Par exemple, dans certaines situations, l'augmentation saisonnière de l'évaporation, en concentrant la solution, peut entraîner une augmentation suffisante du rapport Mg^{2+}/Ca^{2+} pour provoquer la précipitation d'aragonite tandis que de la calcite précipite lorsque le débit est suffisant (*cf. infra* ; Denniston *et al.*, 2000a ; Railsback *et al.*, 1994).

○ Les variations de porosité intercrystalline sont très fréquemment à l'origine de la lamination. Elles induisent une alternance de lamines claires et opaques (car poreuses) et de lamines sombres et translucides (car compactes). Celles-ci seront dénommées dans la suite de ce travail respectivement WPL (pour *white porous laminae*) et DCL (pour *dark compact laminae*) en suivant la terminologie de Genty (1993). Ces termes ne seront pas traduits ici pour éviter les confusions. Ces différences texturales reflètent encore des variations des conditions de précipitation. Les lamines poreuses ont un taux d'accrétion rapide (c'est cette rapidité qui nuit au bon équilibre de l'édifice cristallin et induit une forte porosité) tandis que les lamines compactes se forment lentement (le réseau cristallin présente donc moins de défauts). Le taux d'accrétion dépend de l'efficacité chimique des solutions, c'est à dire de leur sursaturation et de leur concentration en Ca^{2+} (Dreybrodt, 1980 ; Genty *et al.*, 2001b), et de la vitesse de dégazage. L'activité biopédologique favorise la concentration en Ca^{2+} et en HCO_3^- des solutions (*cf. supra*). Au contraire, une pluviosité importante tend à diluer les infiltrations et à diminuer leur efficacité chimique. Ainsi, les DCL se forment souvent durant les épisodes humides et/ou à partir d'eaux qui se sont infiltrées alors que l'activité biologique du sol était moins active (*i.e.* automne-hiver) et qui sont de ce fait moins minéralisées. Quant aux WPL, elles se forment souvent dans des environnements plus secs et/ou à partir d'eaux qui se sont infiltrées alors que l'activité biologique du sol était plus active (*i.e.* printemps-été) et qui sont de ce fait plus minéralisées et plus sursaturées (*e.g.* Genty, 1993, 1994 ; Genty *et al.*, 1997c ; Genty et Quinif, 1996 ; Niggemann *et al.*, 2003). Sur la base de ces corrélations, il est tentant d'attribuer la précipitation des lamines compactes à la mauvaise saison et celle des lamines poreuses à la saison estivale. Cependant, cette attribution des types de lamines à une saison n'est pas toujours vraie car elle dépend du temps de résidence des solutions dans la zone karstique avant d'atteindre la cavité. Par exemple, si la pluviosité est faible l'été, il se peut que les solutions restent stockées dans le karst. Ces eaux efficaces chimiquement ne seront chassées qu'à l'automne par des pluies plus abondantes, précipitant alors des lamines poreuses (Baker *et al.*, 1997a ; Genty *et al.*, 1997c). Sous nos climats aux saisons contrastées, chaque doublet de lamine est souvent annuel. Toutefois, si l'efficacité chimique et le débit des percolations ne change pas suffisamment au cours de l'année, leur fréquence peut être supra-annuelle (alors liée à des événements climatiques particuliers). Au contraire, des doublets infra-annuels peuvent également apparaître en plus de l'alternance annuelle classique, au gré d'événements climatiques prononcés, si le taux de croissance est suffisamment rapide pour les enregistrer. Enfin, à l'échelle macroscopique, si l'un des types de lamines est plus développé que l'autre, la section polie prend globalement son apparence. Par exemple, si le rapport des épaisseurs des WPL/DCL augmente, la calcite semble plus claire à l'œil nu. On parle alors de WPC pour *white porous calcite*. Dans le cas contraire, il s'agit de DCC (*dark compact calcite*). Comme pour les lamines (*cf. supra*), cette terminologie de texture (d'après Genty *et al.*, 1997a) sera réutilisée dans la suite de ce travail et n'est donc pas traduite pour éviter les confusions.

○ L'apparition régulière de niveaux riches en inclusions peut également constituer une sorte de lamination. Ces inclusions peuvent être des poussières, déposées à la saison sèche en surface du spéléothème, ou produites saisonnièrement (*e.g.* par une activité anthropique). Il peut également s'agir d'apport saisonnier par les percolations (*e.g.* argiles issues de l'érosion des sols ou matière organique produite par l'activité végétale en surface). Parfois, il s'agit de bulles de gaz ou d'eau.

○ Enfin, dans certains cas, une pseudo-lamination peut apparaître lorsque le spéléothème est régulièrement noyé par exemple. Une fine couche d'argile de décantation est alors piégée dans la calcite lorsque les eaux se retirent et que la croissance reprend (Dorale *et al.*, 2005). Inversement, si le spéléothème est régulièrement asséché, les surfaces d'arrêt de croissance, plus ou moins polluées, peuvent avoir l'apparence de lamines macroscopiquement.

➤ **La minéralogie**

La nature minéralogique des spéléothèmes n'est pas toujours identifiable à l'œil nu bien qu'elle varie le plus souvent entre le pôle calcite et le pôle aragonite, en passant par la calcite magnésienne.

La présence d'aragonite dans les stalagmites peut indiquer une diminution de la vitesse d'égouttement, une évaporation importante et/ou la présence en quantité de Mg^{2+} dans l'eau (car le Mg inhibe la cristallisation de la calcite mais n'affecte pas celle de l'aragonite ; Bischoff, 1968 ; Cabrol, 1978 ; Fernández-Díaz *et al.*, 1996). Ainsi, l'aragonite cristallise souvent dans les grottes creusées dans un encaissant dolomitique ou de calcite magnésienne et où règne une certaine aridité. Le paramètre d'aridité est associé à des égouttements lents qui favorisent l'augmentation de la sursaturation de la solution à travers un dégazage prolongé. Il peut être associé également de l'évaporation qui augmente encore la sursaturation de la solution. Celle-ci augmente en retour le taux de précipitation de la calcite et accélère le retrait du Ca^{2+} de la solution. Tandis que la concentration en Ca^{2+} diminue, le Mg^{2+} est concentré dans la solution restante et la précipitation d'aragonite est favorisée (Bar-Matthews *et al.*, 1991 ; Bischoff, *op. cit.* ; Deleuze et Brantley, 1997 ; Denniston *et al.*, 2000a ; Fernández-Díaz *et al.*, *op. cit.* ; Frisia *et al.*, 2002 ; Gonzales et Lohmann, 1988 ; Railsback *et al.*, 1994). Dans les cavités karstiques, un rapport molaire de Mg/Ca supérieur à 1 est nécessaire pour précipiter de l'aragonite (Frisia *et al.*, *op. cit.* ; Gonzales et Lohmann, *op. cit.*).

La présence de particules détritiques (argiles) favorise également la nucléation de l'aragonite (Craig *et al.*, 1984), c'est pourquoi on la retrouve fréquemment sur les discontinuités de croissance polluées des spéléothèmes.

Son identification est donc un préalable à l'étude du signal isotopique du C et de l'O dans les spéléothèmes car l'aragonite précipite souvent dans des conditions de déséquilibre isotopique. Si l'évaporation ne joue pas de rôle significatif dans la précipitation de l'aragonite, le signal du $\delta^{18}O$ peut être essentiellement contrôlé par les facteurs de fractionnement. En revanche, l'aragonite semble systématiquement enrichie en ^{13}C sous l'influence de processus cinétiques (dégazage prolongé) et la complexité du phénomène empêche d'appliquer une simple translation pour obtenir un enregistrement de l'évolution de la végétation (Frisia *et al.*, 2002 ; O'Neil *et al.*, 1969 ; Rubinson et Clayton, 1969 ; Tarutani *et al.*, 1969 ; Turner, 1982 ; Verheyden, 2001).

➤ **Les recristallisations**

La diagenèse peut se manifester par des recristallisations des spéléothèmes. Cela n'est pas très fréquent avec les échantillons les plus récents, puisqu'ils sont relativement protégés des

agents d'altération dans le milieu endokarstique. Cependant, les spéléothèmes soumis pendant une période prolongée à l'action d'eaux sous-saturées, dans un environnement phréatique et/ou un remplissage silto-argileux, sont susceptibles d'être affectés. De même, des recristallisations sont souvent observées dans les spéléothèmes initialement constitués d'aragonite (minéral métastable) mais aussi, plus rarement, dans les spéléothèmes de calcite faiblement magnésienne (Frisia, 1996 ; Railsback *et al.*, 2002). Il est important d'identifier les échantillons recristallisés afin d'en éviter l'analyse. En effet, leur système cristallin s'étant ouvert, de l'uranium a pu être exporté et ils ne peuvent plus être datés par les méthodes radiochronologiques (Dabous et Osmond, 2000 ; Frisia *et al.*, *op. cit.* ; Railsback *et al.*, *op. cit.*). De plus, on ne connaît pas bien l'influence de la recristallisation sur le signal isotopique du C et de l'O, mais elle pourrait l'homogénéiser (Verheyden, 2001).

Les recristallisations peuvent se manifester par un changement de minéralogie (*e.g.* aragonite transformée en calcite), une augmentation de la taille des cristaux, une modification de la fabrique cristalline (*e.g.* fibres d'aragonite transformée en calcite colonnaire ou en mosaïque) et par l'effacement de la lamination primitive (Cabrol, 1978 ; Folk et Assereto, 1976 ; Frisia, *op. cit.* ; Gonzales *et al.*, 1993b ; Hill et Forti, 1997 ; Maire, 1990 ; Railsback *et al.*, *op. cit.*). Parfois des fantômes des cristaux sont encore perceptibles dans le cristal secondaire et permettent d'identifier la nature primitive du spéléothème. Sous certaines conditions également, le remplacement minéralogique se fait en respectant les limites cristallines du minéral primitif (remplacement dit « mimétique » ; Frisia, 1996). Si aucun de ces indices ne persiste, alors seules des analyses géochimiques et isotopiques peuvent permettre d'identifier les recristallisations (Frisia *et al.*, 2002 ; Railsback *et al.*, *op. cit.*).

8. La luminescence

L'absorption d'une énergie d'excitation par un atome conduit à élever les électrons d'un état de repos à un état d'excitation. Lorsque ces électrons reviennent à un niveau plus bas, ils émettent de la lumière. Si cette émission se produit seulement pendant l'excitation, elle est appelée « fluorescence » tandis que si elle se produit plus tard (quelques secondes ou minutes après l'excitation), elle est appelée « phosphorescence » (Shopov, 2004a). En fonction de la source d'excitation, il existe différents types de luminescence. La méthode d'excitation la plus simple et efficace, qui est aussi généralement celle employée pour les spéléothèmes, est l'irradiation par de la lumière ultraviolette (UV), produisant de la « photoluminescence ». La couleur de la luminescence varie avec le type de centres de luminescence, tandis que son intensité est fonction de la concentration en centres de luminescence (Shopov, *op. cit.*). L'origine de la luminescence dans les spéléothèmes est variable. Ainsi, Shopov (*op. cit.*) liste 6 types de luminescences dans les spéléothèmes en fonction du type de centres de luminescence et de leur incorporation dans le minéral. Parmi ceux-ci, le plus courant pour des minéraux formés à des températures de grottes normales, est la luminescence des molécules, des ions ou radicaux adsorbés sur les cristaux. Ces molécules peuvent être organiques ou inorganiques. C'est la luminescence d'origine organique qui constitue un outil important pour les études paléoenvironnementales. Dans cette optique, avant d'interpréter l'enregistrement de luminescence d'un spéléothème, il est donc nécessaire de s'assurer que toute sa luminescence est bien due aux molécules organiques (Shopov, 1997, 2004a). Si tel est le cas, la luminescence des spéléothèmes peut renseigner sur de nombreux phénomènes et paramètres environnementaux : activité solaire, insolation, paléosols et végétation, taux de croissance annuel, paléotempérature, etc. (Shopov, 2004b ; Shopov *et al.*, 2004).

Les molécules organiques présentes dans les spéléothèmes sont principalement des acides humiques et fulviques (White et Brennan, 1989), sous forme de sels de calcium (Shopov, 2004a). Leur identification s'est d'abord inscrite dans le débat concernant l'origine de la couleur des spéléothèmes. Selon une opinion communément admise, les couleurs jaune et brun orangé des spéléothèmes ont longtemps été attribuées à la présence d'oxydes et d'hydroxydes de fer, jusqu'à ce que Gascoyne (1977) suggère qu'elles sont dues à des substances organiques provenant des sols sus-jacents. Cette hypothèse a été vérifiée peu de temps après par des mesures spectrométriques (White, 1981) et par l'extraction chimique de matière humique des spéléothèmes (Lauritzen *et al.*, 1986). Les substances humiques induisent également une certaine phosphorescence des spéléothèmes (White, 1986). Ces dernières sont un mélange de structures moléculaires qui varient d'un échantillon à l'autre. Il apparaît que l'acide fulvique a généralement l'intensité de luminescence la plus forte (White, 2004 ; White et Brennan, 1989). La caractérisation des acides organiques des spéléothèmes et des eaux de percolation montre que les composés luminescents proviennent du sol sus-jacent et que leurs propriétés sont influencées par divers facteurs, en particulier le type de sol, la végétation et le climat (Baker et Genty, 1999 ; McGarry et Baker, 2000).

A l'échelle microscopique, sur section polie, l'intensité de luminescence montre une structure laminée (non visible à l'œil nu) parallèle aux lamines de croissance, lorsque ces dernières existent (Shopov et Dermendjiev, 1990). Des lamines de luminescence forte alternent avec des lamines de luminescence faible. Leur épaisseur est comparable à celle des lamines de croissance. Il a été établi que, comme ces dernières, les bandes luminescentes représentent un enregistrement saisonnier (une alternance par année) (Baker *et al.*, 1993a ; Shopov *et al.*, 1994). Leur dénombrement peut ainsi s'avérer utile pour mesurer le taux de croissance annuel des spéléothèmes ou pour leur datation (en particulier si le

concrétionnement est toujours actif) dans les cas où les lamines de croissance ne sont pas visibles.

L'intensité de luminescence se corrèle notamment avec l'excès de précipitation et le taux de dégradation dans les sols sus-jacents (Baker *et al.*, 1999 ; Charman *et al.*, 2001). Les lamines aux intensités les plus fortes se formeraient donc à partir des eaux d'automne et d'hiver, alors que la quantité de précipitations efficaces augmente, lessivant davantage de matière organique (Baker *et al.*, 1996a ; Baker *et al.*, 1997a ; Genty *et al.*, 1997a ; White, 2004). De plus, leur formation semble généralement coïncider avec la précipitation des lamines de calcite sombre compacte (Genty *et al.*, *op. cit.*). Toutefois, ces eaux sont parfois stockées dans l'aquifère pendant plusieurs mois avant d'alimenter la formation des spéléothèmes, ce qui peut décaler la saison de précipitation des lamines les plus luminescentes (Baker *et al.*, 2000).

9. Les pollens

Une des limitations majeures associées à l'étude des séquences polliniques continentales est le fait qu'elles ne peuvent être datées de manière fiable que jusqu'à environ 40 ka par le ^{14}C . Au-delà de cette limite, les enregistrements polliniques continus et bien datés sont rares. Ils sont plus généralement placés dans un cadre chronologique par comparaison, de séquences ou d'événements, avec d'autres dépôts ou calés par rapport aux paramètres orbitaux (« *orbital tuning* ») (e.g. Frogley *et al.*, 1999 ; Kukla *et al.*, 1997 ; Sánchez Goñi *et al.*, 2000 ; Turon *et al.*, 2003 ; Tzedakis *et al.*, 1997 ; Woillard, 1979). Parfois des couches de téphras permettent des datations radiométriques et fournissent ainsi quelques points de contrôle chronologique (e.g. Magri et Sadori, 1999 ; Pilcher, 2002 ; Reille et De Beaulieu, 1995 ; Tzedakis *et al.*, 1997).

Les spéléothèmes peuvent être datés avec précision jusqu'à environ 500 ka grâce aux méthodes Th/U et plusieurs études ont démontré que l'on pouvait extraire des pollens en quantité suffisante pour permettre une reconstruction de la paléovégétation (Bastin, 1978, 1982, 1990 ; Bastin et Quinif, 1993 ; Burney *et al.*, 1994 ; Lauritzen *et al.*, 1990 ; Paquereau, 1976). Dans certains sites, les spéléothèmes peuvent donc constituer une source de données polliniques de fort potentiel procurant des enregistrements terrestres précisément datés pour des périodes sous-étudiées jusqu'à présent (McGarry et Caseldine, 2004).

Toutefois, un certain nombre de questions relatives au mode de transport de ces pollens jusque dans les spéléothèmes, à leur représentativité par rapport à la végétation de surface, à leur conservation différentielle et aux biais liés à la préparation des échantillons sont toujours discutées (Genty *et al.*, 2001c ; McGarry et Caseldine, 2004). Quelques expérimentations ont fourni des résultats hétérogènes (Bui-Thi Mai et Girard, 1988 ; Burney et Burney, 1993 ; Genty *et al.*, *op. cit.*). Si des progrès ont été réalisés en termes d'échantillonnage, de préparation et de compréhension de la taphonomie, les grains de pollens des spéléothèmes doivent cependant être interprétés avec précaution, en particulier s'ils proviennent de portions polluées par des particules détritiques (apportées par une rivière, lors d'une inondation ; Genty *et al.*, *op. cit.*). Par ailleurs, leur concentration dans les spéléothèmes varie généralement entre 0 et 10 grains par gramme de calcite, jusqu'à (exceptionnellement) quelques dizaines de grains par gramme lorsque les spéléothèmes se sont formés près des entrées en présence de forts courants d'air (McGarry et Caseldine, 2004). La question est alors de savoir si la destruction par acidolyse du spéléothème est justifiée pour un rendement si faible (et aléatoire) et donc une interprétation très délicate.

10. Les éléments traces et mineurs

Tous les spéléothèmes, quelle que soit leur composition minérale principale, contiennent des constituants mineurs (0,1–1%), traces (< 0,1%) et ultra-traces (\leq ppm) (Christian, 1994), généralement désignés sous le nom d'« impuretés ». Ces constituants peuvent exister sous différentes formes : éléments, ions simples ou complexes, composés organiques ou inorganiques. Dans le cadre de ce chapitre, seuls les éléments métalliques transportés sous forme ionique (en solution) dans les eaux d'alimentation des spéléothèmes seront traités.

La présence d'éléments traces et mineurs dans les eaux d'alimentation peut influencer la précipitation en modifiant la cristallographie et la composition des spéléothèmes. Les éléments les plus fréquemment incorporés dans la structure minérale des spéléothèmes sont le Sr et le Mg, mais on rencontre aussi occasionnellement Ba, Fe, Ni, Cu, Mn, Ra, etc.

Sr^{2+} , Ba^{2+} ou Ra^{2+} ont des rayons ioniques supérieurs à celui du Ca^{2+} . Ils seront donc plus solubles dans des cristaux de maille orthorhombique tels que ceux de l'aragonite (Speer, 1983). Le Mg^{2+} , comme Co^{2+} , Fe^{2+} , Mn^{2+} , Cu^{2+} , Zn^{2+} et Cd^{2+} , a un rayon ionique plus petit que le Ca^{2+} et est donc plus soluble dans les carbonates rhomboédriques tels que la calcite (Reeder, 1983).

La présence de Mg^{2+} est cependant un facteur favorable à la précipitation d'aragonite car cet élément inhibe la nucléation de la calcite (Bischoff, 1968 ; Bischoff et Fyfe, 1968 ; Cabrol, 1978 ; Deleuze et Brantley, 1997 ; Fernández-Díaz *et al.*, 1996 ; Hill et Forti, 1997 ; Paquette et Reeder, 1995) et retarde sa croissance (Burton et Walter, 1987 ; Mucci et Morse, 1983). Aussi, il est possible que l'incorporation de surface de Mg^{2+} contrôle pour partie la fabrication des cristaux de calcite (Folk, 1974 ; Frisia *et al.*, 2000). Dans le cas d'une concentration importante de Mg^{2+} dans la solution, liée par exemple à de l'évaporation (*N.B.* : Mg^{2+} n'est alors plus considéré comme un élément trace), la forme et la composition du spéléothème changent, depuis la calcite vers la calcite magnésienne, puis l'aragonite en aiguilles, jusqu'au mondmilch d'hydromagnésite, huntite ou magnésite (Bar-Matthews *et al.*, 1991 ; James, 1997 ; Railsback *et al.*, 1994).

Par ailleurs, la composition en éléments traces d'un cristal peut renseigner sur les paramètres environnementaux au moment de sa formation : température, intensité des précipitations, nature de l'encaissant, cheminement de l'eau à travers le karst, etc.

Le rapport d'un élément trace au calcium en solution est lié au même rapport dans une phase solide homogène par un coefficient de partage ou de distribution (K_D). Par exemple pour le Mg : $K_D = (\text{Mg}/\text{Ca})_{\text{calcite}}/(\text{Mg}/\text{Ca})_{\text{solution}}$.

Il apparaît que le coefficient de distribution du Mg varie avec la température, contrairement à celui du Sr, qui varie principalement avec la vitesse de croissance du cristal (Burton et Walter, 1991 ; Huang et Fairchild, 2001 ; Lorens, 1981 ; Morse et Bender, 1990 ; Mucci, 1987 ; Tesoriero et Pankow, 1996). Ainsi, en théorie, les paléotempératures de précipitation pourraient être calculées à partir du contenu en Mg de la calcite des spéléothèmes. Toutefois, cela impliquerait que la concentration en Mg^{2+} des eaux d'alimentation reste constante, ce qui, en réalité, est rarement le cas. Il a donc été proposé d'utiliser les variations du rapport Mg/Sr dans les spéléothèmes comme paléothermomètre (Gascoyne, 1983 ; Schwarcz *et al.*, 1982). Mais là encore, cette application n'est valide que si les processus qui alimentent l'eau en Mg et Sr sont identiques. L'importance du système hydrochimique en addition aux processus à l'interface eau/calcite, a été soulignée par diverses études. Ainsi, les variations de concentration de l'eau en éléments traces peuvent être liées : au temps de résidence de l'eau d'infiltration dans le karst (fonction notamment de l'intensité des précipitations, *i.e.* du taux de recharge ou de la quantité de précipitations efficaces) ; à la précipitation de calcite dans des poches d'air de la zone vadose, au cours du cheminement de l'eau, en amont du spéléothème (*prior calcite precipitation*, favorisée lors des épisodes

de sécheresse ou de faibles écoulements) ; à une dissolution préférentielle de Mg et de Sr par rapport au Ca (Banner *et al.*, 1996 ; Bar-Matthews *et al.*, 1991 ; Fairchild *et al.*, 2000 ; Gonzales et Lohmann, 1988 ; Huang *et al.*, 2001 ; McMillan *et al.*, 2005 ; Musgrove et Banner, 2004 ; Roberts *et al.*, 1998 ; Roberts *et al.*, 1999 ; Verheyden *et al.*, 2000). Concernant ce dernier point, il est lié notamment à la différence de solubilité de la calcite et de la dolomite (la calcite se dissout plus rapidement). Ainsi, si l'eau traverse des niveaux de dolomite et de calcite, un temps de résidence plus long permet une plus forte dissolution de la dolomite et donc un enrichissement de l'eau en Mg^{2+} . Dans le détail, la dissolution affecte d'abord la calcite et la dolomite, mais à une vitesse beaucoup plus lente pour la dolomite. Cependant (si le temps de résidence de l'eau est suffisant), alors que la saturation de l'eau par rapport à la calcite est atteinte, la dissolution de la dolomite se poursuit (*incongruent dolomite dissolution*). Ainsi, la concentration en Mg^{2+} augmente tandis que la concentration en Ca^{2+} est maintenue constante par la précipitation de calcite. Parallèlement, le rapport Sr/Ca diminue car la dolomite contient généralement moins de Sr que la calcite. Cette dissolution se poursuit jusqu'à ce que la saturation par rapport à la dolomite soit atteinte (Fairchild *et al.*, 2000 ; Hellstrom et McCulloch, 2000 ; Roberts *et al.*, 1998). Le temps de contact de l'eau avec la roche peut varier également en fonction de son itinéraire. Celui-ci dépend de la profondeur de la cavité et de la nature du système de drainage. Des travaux ont montré que la structure de drainage de la zone non saturée du karst est hiérarchisée et peut se diviser en deux systèmes : un système transmissif et un système capacitif (Delannoy *et al.*, 1999 ; Destombes *et al.*, 1997 ; Perrette, 1998). L'importance de chacun sur le drainage des eaux météoriques varie notamment en fonction de la quantité de précipitations efficaces (*i.e.* lorsque le système de microfissures est saturé, les conduits plus larges prennent en charge l'excédent d'eau et l'évacuent plus rapidement). La vitesse de circulation dans ces deux systèmes étant radicalement différente, le contenu en éléments traces des eaux issues de chacun sera également différent, et par conséquent, des spéléothèmes contemporains alimentés par ces sources enregistreront des informations différentes. De même, un spéléothème alimenté par des eaux empruntant plus ou moins l'un des deux systèmes enregistrera des variations saisonnières de concentration en éléments traces. Ces études démontrent l'importance du temps de résidence et du cheminement de l'eau dans la zone vadose du karst sur la concentration en éléments traces. Toutefois, des processus de surface peuvent également intervenir sur la composition chimique des eaux d'infiltration et donc sur celle des spéléothèmes.

Ainsi, l'activité biologique, en enrichissant le sol en CO_2 , pourrait augmenter le lessivage des cations du sol (Hellstrom et McCulloch, 2000). L'intensité des précipitations influence également le taux d'érosion du sol et par conséquent la concentration des eaux d'infiltration en éléments traces. Par exemple, à Soreq (Israël), les concentrations en Sr, Ba et U atteignent des valeurs minimales durant les épisodes les plus humides reflétant ainsi une augmentation de l'altération des sols, tandis que durant les périodes plus froides et sèches, les concentrations en éléments traces sont plus fortes (Ayalon *et al.*, 1999 ; Bar-Matthews *et al.*, 1999). En outre, à Soreq, cet enrichissement durant les périodes froides et sèches reflète pour partie une augmentation de la contribution des sources exogènes, telles que les poussières éoliennes et les embruns marins (Ayalon *et al.*, *op. cit.* ; Bar-Matthews *et al.*, *op. cit.*). L'importance des sources exogènes a également été soulignée lors de l'étude d'une stalagmite de Tasmanie qui présente une distribution bimodale du Sr. Celle-ci est expliquée par des changements rapides de direction des vents forts dominants, qui contrôlent la contribution en Sr par des poussières terrestres déposées au-dessus de la grotte, en supplément à la source locale, le calcaire encaissant (Goede, 1994 ; Goede *et al.*, 1998).

Par ailleurs, les spéléothèmes présentent des variations en éléments traces (Sr, Mg, H, F, P, Na) à cyclicité annuelle, en plus des variations sub-annuelles et à plus long terme. Cette cyclicité peut permettre de calculer le taux de croissance (voire de dater le début de croissance) des spéléothèmes en l'absence de lamines visibles (Fairchild *et al.*, 2001 ;

Huang *et al.*, 2001 ; Kuczumow *et al.*, 2003). L'origine de cette saisonnalité est variable selon l'élément considéré. Les deux principaux facteurs (plus ou moins liés) contrôlant l'incorporation des éléments traces sont : 1) la concentration de la solution (variable en fonction de la contribution des sources et du taux de recharge) et 2) la disponibilité en eau ou la quantité de précipitations efficaces (la concentration en éléments traces augmente dans la solution lorsque le climat est plus sec). D'autres paramètres peuvent intervenir, tels que la vitesse de croissance (qui affecte principalement Sr et Na) et la température de précipitation (surtout pour Mg). Dans ce cadre, le P semble constituer un élément prometteur en tant que proxy des températures saisonnières. En effet, puisqu'il est un élément nutritif des plantes, il est lié au cycle annuel de température via la croissance et la décomposition de la végétation (Fairchild *et al.*, 2001 ; Huang *et al.*, 2001). Davantage de données de terrain et expérimentales seraient toutefois nécessaires pour mieux cerner les modalités de son incorporation dans la calcite.

11. Les isotopes du strontium et de l'uranium

Des formations rocheuses différentes ont généralement des valeurs de $^{87}\text{Sr}/^{86}\text{Sr}$ distinctes, ce qui fait de ce rapport isotopique un traceur efficace des sources de Sr. Le ^{87}Sr est produit par la désintégration du ^{87}Rb en 5.10^{10} ans. Le rapport $^{87}\text{Sr}/^{86}\text{Sr}$ d'un minéral dépend donc des rapports $^{87}\text{Sr}/^{86}\text{Sr}$ et $^{87}\text{Rb}/^{87}\text{Sr}$ initiaux ainsi que de son âge. Parce que les isotopes du Sr ne sont pas fractionnés par des processus naturels, les variations du rapport $^{87}\text{Sr}/^{86}\text{Sr}$ au sein d'un système hydrologique peuvent renseigner sur les sources de Sr, sur les différents processus de mélange et sur les taux d'érosion (*cf.* références dans Verheyden, 2001).

De la même manière, les isotopes de l'uranium ne sont *a priori* pas fractionnés par les processus naturels tels que la précipitation de la calcite et, si de tels fractionnements existaient, ils seraient compensés lors de l'analyse par normalisation avec le rapport naturel $^{238}\text{U}/^{235}\text{U}$ (Hellstrom et McCulloch, 2000). Le $\delta^{234}\text{U}_{(T)}$ (\Leftrightarrow $^{234}\text{U}/^{238}\text{U}$) des spéléothèmes reflète donc celui des eaux d'alimentation et peut être utilisé comme indicateur paléoenvironnemental.

Ainsi, des variations de $^{87}\text{Sr}/^{86}\text{Sr}$ et de $^{234}\text{U}/^{238}\text{U}$ mesurées dans des spéléothèmes de Soreq ont été attribuées à des différences de taux d'altération de l'encaissant carbonaté en liaison avec l'intensité des précipitations (Ayalon *et al.*, 1999 ; Bar-Matthews *et al.*, 1999). Durant la dernière glaciation, période froide et sèche, les rapports $^{87}\text{Sr}/^{86}\text{Sr}$ et $^{234}\text{U}/^{238}\text{U}$ sont plus élevés. Ils reflètent une contribution relative plus importante de sources exogènes de Sr (embruns marins, poussières terrestres éoliennes) et une plus grande proportion relative d'uranium provenant du lessivage des particules du sol. Au contraire, durant l'Holocène, période plus chaude et humide, les rapports isotopiques du Sr et de l'U diminuent, témoignant d'une augmentation de l'altération de l'encaissant dolomitique et de sa contribution relative aux apports de Sr et d'U (Ayalon *et al.*, *op. cit.* ; Bar-Matthews *et al.*, *op. cit.* ; Kaufman *et al.*, 1998).

D'autres auteurs ont interprétés des changements de $^{234}\text{U}/^{238}\text{U}$ dans les spéléothèmes en termes de changements hydrologiques. Par exemple, les variations de $^{234}\text{U}/^{238}\text{U}$ observées dans un spéléothème de Nouvelle Zélande, sont influencées de manière prédominante par les changements de taux de précipitations efficaces au-dessus de la cavité et par la nature du cheminement de l'eau (Hellstrom et McCulloch, 2000). De même pour le $^{87}\text{Sr}/^{86}\text{Sr}$, il apparaît dans des spéléothèmes de la Barbade que les variations de ce rapport renseignent sur le taux de recharge du karst et le cheminement de l'eau. Ainsi, les rapports $^{87}\text{Sr}/^{86}\text{Sr}$ diminuent lors des périodes de fortes précipitations, ce qui peut être associé à une circulation plus rapide de l'eau dans les conduits et donc à une durée d'interaction entre l'eau et l'encaissant plus courte (Banner *et al.*, 1996). Les variations de $^{87}\text{Sr}/^{86}\text{Sr}$ mesurées dans de la calcite secondaire d'horizons de loess et de paléosols en Chine indiquent également l'intensité de l'altération chimique associée à la Mousson d'été en Asie de l'Est (Yang *et al.*, 2000).

En complément à l'étude des variations de concentration en Sr dans les eaux de percolation, le $^{87}\text{Sr}/^{86}\text{Sr}$ peut permettre d'identifier des changements de sources. L'exemple des spéléothèmes de Soreq a déjà été cité plus haut (Ayalon *et al.*, *op. cit.* ; Bar-Matthews *et al.*, *op. cit.*). Dans des spéléothèmes de la Barbade, Banner *et al.* (1996) suspectent que le changement de $^{87}\text{Sr}/^{86}\text{Sr}$ durant les périodes sèches est dû pour partie à l'accumulation accrue de sels d'embruns marins, dont le $^{87}\text{Sr}/^{86}\text{Sr}$ est élevé. L'analyse des rapports isotopiques du Sr a également permis de mettre en évidence des changements de direction des vents forts dominants qui contrôlent l'apport de poussières terrestres au-dessus d'une cavité de Tasmanie (Goede, 1994 ; Goede *et al.*, 1998).

12. Les isotopes stables de l'oxygène et du carbone

12.1. Les isotopes stables : généralités

Les isotopes sont des éléments chimiques de même numéro atomique (et donc de même nom et de même position dans la classification de Mendeleïev), mais qui diffèrent par leur masse atomique A. C'est à dire qu'ils possèdent le même nombre de protons (Z) mais des nombres différents de neutrons (N), or $A = N + Z$.

Ainsi, l'oxygène a trois isotopes stables naturels, en proportions très différentes : ^{16}O (99,763 %), ^{17}O (0,0375 %) et ^{18}O (0,1995 %), dont les masses atomiques respectives sont 16, 17 et 18.

Le carbone a deux isotopes stables, ^{12}C (98,89 %) et ^{13}C (1,11 %) et un isotope radioactif, le ^{14}C , dont la demie vie de 5730 ± 40 ans en fait un outil de datation jusqu'à environ 50 ka B.P.

La composition isotopique des éléments légers dans les composés naturels montre des variations. Ces variations étant extrêmement faibles, elles sont exprimées en ‰ par rapport à une valeur standard. Par exemple, pour l'oxygène :

$$\delta^{18}\text{O} (\text{‰}) = \frac{(^{18}\text{O}/^{16}\text{O})_{\text{échantillon}} - (^{18}\text{O}/^{16}\text{O})_{\text{standard}}}{(^{18}\text{O}/^{16}\text{O})_{\text{standard}}} * 1000$$

La valeur de δ représente donc l'écart relatif par rapport au standard (*i.e.* $\delta = 0$ est par définition la valeur du standard).

Le standard utilisé pour mesurer la composition isotopique de l'oxygène de l'eau est le SMOW (*Standard Mean Ocean Water* ; Craig, 1961b). L'IAEA (*International Atomic Energy Agency*) fournit un équivalent calibré grâce à ce standard, appelé VSMOW (pour *Vienna SMOW*). Pour mesurer la composition isotopique de l'oxygène et du carbone dans la calcite, le standard utilisé est le PDB (*Peedee Belemnite* : il s'agit de rostrés de bélemnites issus de la formation crétacée de Peedee, en Caroline du Sud ; Craig, 1957). Cette formation étant aujourd'hui épuisée, l'IAEA fournit un standard calibré par rapport au PDB appelé NBS19 (*National Bureau of Standards*). Le SMOW peut également être utilisé pour l'oxygène de la calcite, grâce à ces équations de conversion (Coplen *et al.*, 1983) :

$$\delta^{18}\text{O}_c(\text{SMOW}) = 1,03091 \cdot \delta^{18}\text{O}_c(\text{PDB}) + 30,91$$

$$\delta^{18}\text{O}_c(\text{PDB}) = 0,97002 \cdot \delta^{18}\text{O}_c(\text{SMOW}) - 29,98$$

Les différences de composition isotopique sont dues au phénomène de fractionnement isotopique associé aux processus physiques (*e.g.* changement d'état) ou chimiques. Le fractionnement isotopique est lui-même lié aux propriétés physiques et chimiques des isotopes. Ainsi, l'énergie des molécules varie en fonction de l'énergie de vibration de chaque isotope qui est inversement proportionnel au carré de sa masse. Les isotopes les plus légers ont donc une énergie de vibration plus forte. Par conséquent, les liens entre isotopes légers (*e.g.* $^{16}\text{O}-^{16}\text{O}$) sont plus faibles qu'entre isotopes lourds (*e.g.* $^{18}\text{O}-^{18}\text{O}$) et les molécules contenant des isotopes légers seront donc plus réactives que celles avec des isotopes lourds. Les isotopes légers vont se concentrer préférentiellement dans la phase la moins dense, c'est à dire dans la phase gazeuse plutôt que dans la phase liquide ou dans la

phase liquide plutôt que dans la phase solide (Allègre et Michard, 1973 ; Faure, 1977 ; Hoefs, 1997).

Le fractionnement isotopique peut se produire dans deux situations :

- sous des conditions d'équilibre isotopique, par échanges d'isotopes. Ces échanges sont comparables aux réactions d'équilibre chimique. Par exemple, pour la cristallisation de la calcite dans l'eau à l'équilibre : $\text{H}_2^{18}\text{O} + 1/3\text{CaC}^{16}\text{O}_3 \leftrightarrow \text{H}_2^{16}\text{O} + 1/3\text{CaC}^{18}\text{O}_3$;
- sous l'influence de processus cinétiques. Ceux-ci dépendent des différences de vitesse de réaction des molécules et sont associés à des processus incomplets et unidirectionnels tels que l'évaporation, les réactions de dissociation, de diffusion et les réactions à médiation biologique (*e.g.* la photosynthèse).

Le facteur de fractionnement α est défini par le rapport entre les rapports isotopiques de deux composés chimiques :

$$\alpha_{A-B} = R_A/R_B$$

avec $R = (^{18}\text{O}/^{16}\text{O})$ et A et B, les deux composés chimiques.

Il existe une relation entre les valeurs de α et δ . Pour des différences de δ inférieures à 20 entre deux composés, elle s'exprime comme suit (Friedman et O'Neil, 1977) :

$$\Delta_{A-B} = \delta_A - \delta_B \approx 1000 * \ln \alpha_{A-B}$$

L'approximation suivante est plus facile d'utilisation :

$$\Delta_{A-B} = \delta_A - \delta_B \approx 1000(\alpha-1)$$

Les facteurs de fractionnement dépendent de la température mais sont généralement indépendants vis à vis de la pression (Urey, 1947). Ils peuvent ainsi être employés comme géothermomètres. Si la réaction d'échange isotopique entre deux phases minérales a lieu en équilibre isotopique, le facteur de fractionnement peut être considéré comme une fonction linéaire de $1/T$ à basses températures (0–200°C) (Criss, 1991).

12.2. Les isotopes stables de l'oxygène et du carbone dans la calcite

❖ *Oxygène*

La composition isotopique de l'oxygène dans le carbonate de calcium déposé en équilibre avec le fluide précipitant dépend : 1) du $\delta^{18}\text{O}$ du fluide précipitant et 2) du fractionnement de l'oxygène entre l'eau et le carbonate de calcium, contrôlé par la température de précipitation. Le coefficient de fractionnement entre l'eau et la calcite est d'environ 1,0285 à 25°C et varie d'environ -0,00022/°C entre 10 et 25°C (Kim et O'Neil, 1997 ; [Tableau 1](#)). Ce coefficient est donné pour des solutions diluées de CaCO_3 , proches des conditions naturelles.

Toutefois, les valeurs de α sélectionnées par Kim et O'Neil (1997) comme étant les plus proches de l'équilibre révèlent une variation équivalente à une incertitude de 2°C sur la reconstruction de température. Il convient donc d'employer cette formule avec précaution, d'autant que plusieurs auteurs ont noté une dépendance du coefficient de fractionnement à la concentration initiale et au pH de la solution et, peut-être, à la vitesse de précipitation (Kim et O'Neil, 1997 ; Tarutani *et al.*, 1969 ; Usdowski et Hoefs, 1993).

Auteurs	intervalle de température	$1000\ln\alpha$	α (à 25°C)	$d\alpha/dT$ (‰/°C)
O'Neil <i>et al.</i> , 1969	0–500°C	$2,78 * 10^6 * T^{-2} - 3,39$ (avec T en °K)	1,02831	-0,247
Friedman et O'Neil, 1977	0–500°C	$2,78 * 10^6 * T^{-2} - 2,89$ (avec T en °K)	1,02882	-0,228
Tarutani <i>et al.</i> , 1969	0–25°C	28,1 (à 25°C) et 33,7 (à 0°C)	1,02850	-0,231
Kim et O'Neil, 1997	10–40°C	$18,03 * 10^3 * T^{-1} - 32,42$ (avec T en °K)	1,02846	-0,221

Tableau 1. Coefficient de fractionnement isotopique de l'oxygène entre l'eau et la calcite d'après divers auteurs.

❖ Carbone

La composition isotopique du carbone dans le carbonate de calcium inorganique déposé en équilibre avec le fluide précipitant dépend : 1) du $\delta^{13}\text{C}$ des espèces de carbonate présentes dans l'eau (le carbone inorganique dissout ou DIC), représentées par l'acide carbonique H_2CO_3 , l'ion bicarbonate HCO_3^- et l'ion carbonate CO_3^{2-} , et 2) du fractionnement entre le DIC et le carbonate de calcium. La composition isotopique du DIC est déterminée par la quantité et la composition de chaque espèce présente. Le fractionnement isotopique à l'équilibre du carbone dans le système $\text{CO}_2\text{-H}_2\text{O-CaCO}_3$ est beaucoup moins sensible à la température que celui de l'oxygène. Sur la base d'une compilation de données, Emrich *et al.* (1970) proposent :

$$1000\ln\alpha = 10,0 \text{ soit } \alpha = 1,010 \text{ à } 25^\circ\text{C} \text{ et } d\alpha/dT = -0,06 \text{ ‰/}^\circ\text{C} \text{ entre } 0 \text{ et } 25^\circ\text{C}.$$

Dulinski et Rozanski (1990) présentent des résultats semblables par une approche théorique. Pour Deines *et al.* (1974), l'impact de la température est encore plus faible :

$$1000\ln\alpha_{\text{calcite-HCO}_3^-} = 0,095 * 10^6 * T^{-2} + 0,90 \text{ (avec T en Kelvin),}$$

soit $\alpha = 1,002$ à 25°C et $d\alpha/dT = -0,008 \text{ ‰/}^\circ\text{C}$ entre 0 et 25°C .

Turner (1982) suggère que le fractionnement entre calcite et HCO_3^- est influencé par la vitesse de précipitation. Toutefois, d'autres auteurs ne confirment pas cette observation (Emrich *et al.*, 1970 ; Romanek *et al.*, 1992 ; Rubinson et Clayton, 1969).

12.3. Les isotopes stables de l'oxygène et du carbone dans l'aragonite, la dolomite et la calcite magnésienne

❖ Aragonite

Un calcul basé sur les fréquences de vibration observées prévoit un enrichissement en ^{18}O et en ^{13}C de l'aragonite par rapport à la calcite de quelques dixièmes de ‰ (O'Neil *et al.*, 1969). Pour l'oxygène, cela implique un léger fractionnement entre l'aragonite et la calcite avec un enrichissement en ^{18}O de l'aragonite égal à 0,6 ‰ par rapport à la calcite déposée dans des conditions équivalentes (Tarutani *et al.*, 1969).

Pour le carbone, des fractionnements ($1000\ln\alpha$) aragonite-calcite égaux à +1,8 et +1,4 ont été observés expérimentalement par Rubinson et Clayton (1969) et Turner (1982) respectivement (*i.e.* un enrichissement en ^{13}C de l'aragonite par rapport à la calcite égal à 1,8 ‰ et 1,4 ‰). Les calculs théoriques donnent cependant un fractionnement de +0,9 (Rubinson et Clayton, *op. cit.*).

❖ *Dolomite*

Pour l'oxygène, un fractionnement dolomite-calcite ($1000\ln\alpha$) de +4 à +7 à 25°C a été estimé par extrapolation à partir d'expériences à haute température (O'Neil et Epstein, 1966). Ces valeurs sont probablement valides pour les sédiments qui contiennent de la dolomite primaire en équilibre avec de la calcite syngénétique mais semblent trop hautes pour la dolomite secondaire en équilibre isotopique avec la calcite (Verheyden, 2001). Pour ce dernier cas, un fractionnement dolomite-calcite de +3,2 a été observé par McKenzie (1981).

Pour le carbone, d'après des données issues de calcite et de dolomite métamorphiques coexistantes, la dolomite serait enrichie d'environ 2,5 ‰ en ^{13}C par rapport à la calcite (*i.e.* fractionnement dolomite-calcite ($1000\ln\alpha$) de +2,5 ; Sheppard et Schwarcz, 1970).

❖ *Calcite magnésienne*

Le ^{18}O se concentre dans la calcite magnésienne par rapport à la calcite pure précipitée sous des conditions équivalentes, selon une proportion égale à 0,06 ‰ par mole-% de MgCO_3 dans la calcite (Tarutani *et al.*, 1969).

12.4. Les isotopes stables de l'oxygène et du carbone dans la biosphère

❖ *Oxygène*

La végétation participe au fractionnement de l'oxygène des eaux de pluie essentiellement par le biais de l'évapotranspiration et, plus indirectement, de l'évaporation. Ainsi, une partie des précipitations est interceptée par la canopée où elle s'évapore et l'eau restante qui atteindra finalement le sol est enrichie en ^{18}O . Parallèlement, l'intensité de l'évaporation dépend de la densité de végétation : lorsque la couverture végétale est moins développée, l'évaporation directe peut produire un fractionnement cinétique plus important (Gat, 1996). Par ailleurs, le prélèvement d'eau du sol par les racines ne semble pas fractionner l'oxygène, les changements de végétation n'affectent donc pas directement le $\delta^{18}\text{O}$ de l'eau du sol. En revanche, une couverture végétale dense peut entraîner une réduction de la recharge d'été en liaison avec une évapotranspiration importante. Le $\delta^{18}\text{O}$ des eaux du sol se rapproche alors de celui des précipitations d'hiver (Yonge *et al.*, 1985).

❖ *Carbone*

Lors de la photosynthèse, le fractionnement du carbone du CO_2 atmosphérique dépend du processus employé par la plante pour fixer le carbone (O'Leary, 1981).

Le parcours photosynthétique le plus commun et le plus primitif est le parcours C3 ou cycle de Calvin qui produit des molécules d'acide à 3 atomes de carbone. La composition isotopique des plantes C3 varie entre -23 et -35 ‰ avec une moyenne autour de -27 ‰ (PDB) (Cerling *et al.*, 1993 ; Deines, 1980 ; Smith et Epstein, 1971). Presque tous les arbres, la plupart des arbustes, des herbes et des pelouses de saison froide utilisent le parcours C3. Ces plantes sont mieux adaptées aux saisons de croissance plus fraîches et plus humides (Ode et Tieszen, 1980 ; [Figure 8](#)).

Le parcours photosynthétique C4 ou cycle de Hatch-Slack produit des acides à 4 atomes de carbone. Le $\delta^{13}\text{C}$ des plantes C4 varie entre -10 et -14 ‰ avec une moyenne autour de -13

‰ pour les plantes modernes (Cerling *et al.*, 1993 ; Smith et Epstein, 1971). Les plantes C4 se trouvent dans une vingtaine de familles adaptées notamment aux fortes luminosités et au stress hydrique ; les plus abondantes sont les herbes et joncs de saison chaude. L'écosystème global actuel comporte une part importante de plantes C4, surtout dans les savanes tropicales, les prairies tempérées et les brousses de semi désert (Cerling *et al.*, *op. cit.*). Les plantes C4 ont évolué pour tirer avantage de conditions environnementales chaudes et sèches (Ode et Tieszen, 1980). Le pourcentage de plantes C4 pour une région est bien corrélé aux températures minimales durant la saison de croissance (*i.e.* lorsque les températures minimales augmentent, le pourcentage de plantes C4 augmentent ; Pearcy et Ehleringer, 1984 ; Teeri et Stowe, 1976). Dans les environnements tropicaux, où les variations saisonnières de température sont faibles, les plantes C4 dominent dans les sites chauds à basse altitude. Elles déclinent au profit des plantes C3 lorsque l'altitude augmente et la température diminue (Rundel, 1980 ; Tieszen *et al.*, 1979). De manière générale, elles déclinent aussi lorsque la latitude augmente (Amundson *et al.*, 1997). Les plantes C4 tirent également profit d'une diminution des précipitations totales et d'une augmentation de leur saisonnalité (Pack *et al.*, 2003). Par ailleurs, la photosynthèse des plantes C4 est favorisée par rapport à celle des C3 lorsque la concentration de CO₂ dans l'atmosphère est plus basse. Ce paramètre pourrait expliquer l'expansion de la biomasse des plantes C4 au Néogène (Cerling *et al.*, 1997 ; Cerling *et al.*, 1993 ; Cole et Monger, 1994 ; Ding et Yang, 2000 ; Quade et Cerling, 1995).

Le troisième parcours photosynthétique, CAM (pour *crassulean acid metabolism*) combine les caractéristiques des deux types de métabolisme précédents. Il en résulte donc des $\delta^{13}\text{C}$ intermédiaires. Les plantes CAM sont adaptées aux conditions de stress hydrique et de CO₂ et incluent beaucoup de succulentes (Cerling *et al.*, 1993).

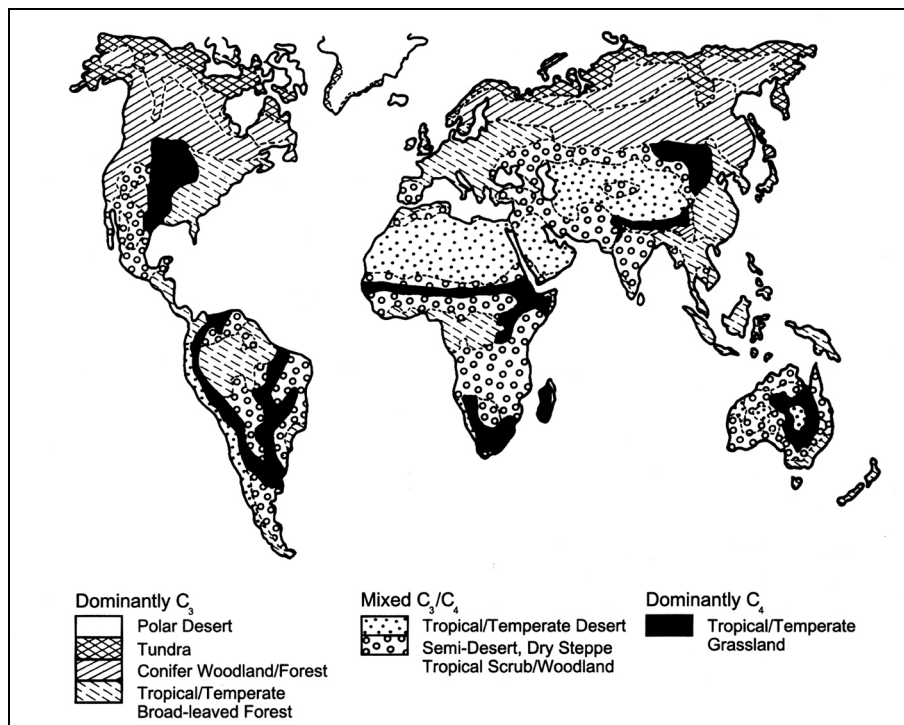


Figure 8. Distribution des écosystèmes majeurs dominés par la végétation de type C3 ou C4 (d'après Cerling et Quade, 1993).

12.5. Les isotopes stables de l'oxygène dans l'hydrosphère et dans l'atmosphère

❖ *Atmosphère*

L'oxygène atmosphérique a une composition isotopique assez constante avec un $\delta^{18}\text{O}$ de 23,5 ‰. Puisque le facteur de fractionnement pour l'échange d'isotopes d'oxygène entre l'eau et l'oxygène est quasiment égal à 1, l'oxygène atmosphérique n'est pas en équilibre avec l'hydrosphère mais est fortement enrichi en ^{18}O . Cet enrichissement, appelé « effet de Dole », est probablement d'origine biologique, dû au prélèvement préférentiel de ^{16}O par la respiration des plantes et des animaux (Faure, 1977).

Le CO_2 atmosphérique a une valeur de $\delta^{18}\text{O}$ égale à 41 ‰. Le facteur de fractionnement pour l'échange d'isotopes d'oxygène entre le CO_2 et l'eau liquide à 25°C étant de 1,0407, cela indique qu'il est approximativement en équilibre isotopique avec l'océan mais pas avec l'oxygène atmosphérique (Faure, *op. cit.*).

❖ *Hydrosphère*

Les pressions de vapeur à saturation des différentes molécules isotopiques d'eau sont inversement proportionnelles à leurs masses. Ainsi, $^1\text{H}^1\text{H}^{16}\text{O}$ a une pression de vapeur supérieure à celle de $^1\text{H}^2\text{H}^{16}\text{O}$, $^1\text{H}^1\text{H}^{18}\text{O}$ ou $^1\text{H}^2\text{H}^{18}\text{O}$ par exemple. Pour cette raison, la vapeur d'eau formée par évaporation d'eau liquide est enrichie en ^{16}O et en ^1H tandis que l'eau restante est enrichie en ^{18}O et ^2H (Faure, 1977). Le coefficient de fractionnement (α) de l'oxygène entre l'eau liquide et la vapeur est de 1,0092 à 25°C (Craig et Gordon, 1965).

Puisque, par définition, l'océan actuel a une valeur de $\delta^{18}\text{O} = 0$ ‰ SMOW, la vapeur d'eau et la pluie associée auront des valeurs de $\delta^{18}\text{O}$ négatives. La condensation de l'eau en équilibre avec la vapeur d'eau et son départ consécutif du nuage peut être décrit par le modèle de distillation de Rayleigh (Dansgaard, 1964 ; Figure 9) :

$$\delta^{18}\text{O} = ((\delta^{18}\text{O})_0 + 1000) f^{(\alpha-1)} - 1000$$

où le $\delta^{18}\text{O}$ est celui de la vapeur restante et le $\delta^{18}\text{O}_0$ celui de la vapeur avant que la condensation ne commence ; f est la fraction de vapeur restante et α est le coefficient de fractionnement isotopique (=1,0092 à 25°C).

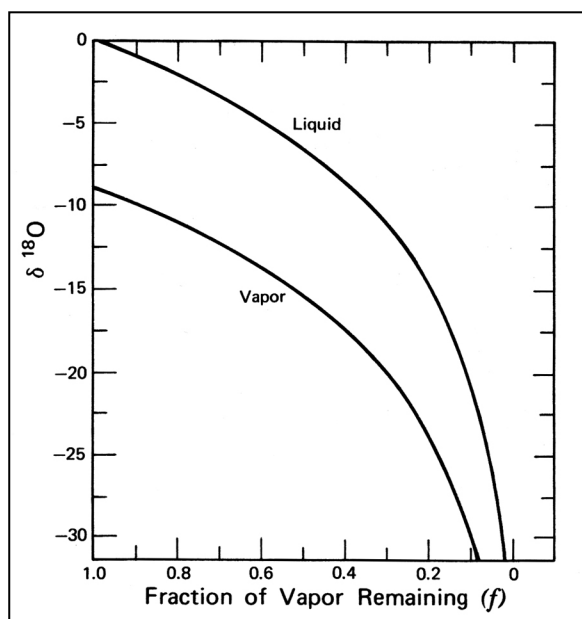


Figure 9. Fractionnement des isotopes de l'oxygène durant la condensation de vapeur d'eau à 25°C, selon le modèle de distillation de Rayleigh.

La valeur initiale du $\delta^{18}\text{O}$ de la vapeur est supposée égale à -9,2 ‰. La première condensation en équilibre avec cette vapeur a un $\delta^{18}\text{O} = 0$. Le retrait immédiat de cette condensation du nuage sans ré-évaporation ni échange isotopique enrichit continuellement la vapeur restante en ^{16}O . La condensation qui se forme subséquemment en équilibre avec cette vapeur acquiert également des valeurs de $\delta^{18}\text{O}$ négatives (Faure, 1977).

Ce modèle montre que le $\delta^{18}\text{O}$ de la vapeur restante diminue (*i.e.* est enrichi en ^{16}O) quand la condensation progresse et, en parallèle, le $\delta^{18}\text{O}$ des précipitations diminue également (Figure 9).

Le fractionnement isotopique lors de l'évaporation de l'eau des océans et lors de la condensation consécutive de la vapeur des nuages se traduit par un appauvrissement des eaux douces en ^{18}O et ^2H par rapport à l'eau de mer. Sur la base d'un grand nombre d'analyses d'eaux météoriques collectées à différentes latitudes, Craig (1961a) a montré qu'il existait une relation linéaire entre le $\delta^{18}\text{O}$ et le δD de ces échantillons, appelée *Global Meteoric Waterline* (GMWL) :

$$\delta\text{D} = 8\delta^{18}\text{O} + 10$$

En réalité, ni le coefficient 8 ni l'excès de deutérium 10 (défini par $d = \delta\text{D} - 8\delta^{18}\text{O}$, Dansgaard, 1964) ne sont constants puisque les deux dépendent des processus climatiques locaux. Pour la station IAEA de Vienne par exemple, le GMWL est :

$$\delta\text{D} = 7,07\delta^{18}\text{O} - 1,38$$

avec un coefficient de corrélation R^2 de 0,961 (Rozanski *et al.*, 1993).

La composition isotopique des précipitations est liée à un ensemble de paramètres environnementaux qui caractérisent non seulement la région source de la vapeur d'eau mais aussi son cheminement jusqu'à l'emplacement des précipitations. Ainsi, divers facteurs interviennent sur la **composition isotopique des précipitations** :

- L'**effet de latitude** est associé au cheminement vers les pôles de nuages de plus en plus appauvris en ^{18}O (et en ^2H) au fur et à mesure des précipitations. Il est équivalent à environ -0,18 ‰ par degré de latitude dans l'hémisphère nord (Rozanski *et al.*, 1993).
- L'**effet d'altitude** est lié au déplacement des nuages vers des régions plus élevées. Il varie généralement entre -0,15 ‰ et -0,50 ‰ par 100 m (Clark et Fritz, 1997 ; Bortolami *et al.*, 1979).
- L'**effet de continentalité** caractérise l'appauvrissement des nuages en ^{18}O tandis qu'ils progressent dans l'intérieur des terres. Il est de l'ordre de -2,5 ‰ par 1000 km au long d'un transect de la marge européenne de basse altitude (Rozanski *et al.*, 1993). Mais au-dessus d'une marge continentale de haut relief, l'évolution du $\delta^{18}\text{O}$ des précipitations peut être beaucoup plus forte (jusqu'à -5 ‰ en 200 km d'après Yonge *et al.*, 1989).
- L'**effet de masse** est associé à la quantité de précipitations, avec des valeurs de $\delta^{18}\text{O}$ plus basses durant la saison ou la période pluvieuse (Dansgaard, 1964 ; Bar-Matthews *et al.*, 1999). Sous les basses latitudes, il s'agit d'un effet majeur. Il peut également intervenir sous des latitudes plus hautes lors d'événements pluvieux importants, tels que des orages d'été (Van den Driessche, 2001, dans Verheyden, 2001).
- La **température de surface** est impliquée dans les variations saisonnières de $\delta^{18}\text{O}$ des précipitations, en particulier sous les latitudes moyennes à hautes. La température est liée à l'humidité de l'air et contrôle donc la pluviosité à partir des masses d'air lors de leur déplacement vers les pôles. La corrélation du $\delta^{18}\text{O}$ des pluies avec la température de l'air de surface ou mieux, avec la température à la base du nuage, est due à l'équilibration rapide des gouttes d'eau qui tombent avec l'air environnant (Gat, 1996 ; Rozanski *et al.*, 1993).
- L'**effet de température océanique** représente le fractionnement entre la phase liquide et gazeuse à la source de l'humidité atmosphérique (Dorale *et al.*, 2002).
- Les changements saisonniers de **région source** et de **trajectoire** des masses d'air contrôlent également les variations saisonnières de $\delta^{18}\text{O}$. En Europe, l'Oscillation

Nord Atlantique (NAO) constitue une source majeure de variabilité interannuelle. Elle est liée aux changements de température de la mer de surface (SST) et d'hygrométrie atmosphérique. Quant au mode oscillatoire des pressions atmosphériques autour de l'Islande et des Açores, il contrôle le système des vents zonaux et méridionaux, qui en retour influencent les trajectoires des précipitations européennes (Verheyden, 2001).

Les changements climatiques à **plus long terme** font intervenir d'autres paramètres sur la composition isotopique des précipitations. Ainsi, Dansgaard (1964) a montré qu'à l'échelle globale, une relation linéaire forte existait entre le $\delta^{18}\text{O}$ des précipitations annuelles moyennes (MAP) et la **température** annuelle de l'air moyenne (MAT) :

$$\delta^{18}\text{O} = 0,695 \cdot T_{\text{annuelle}} - 13,6 \text{ ‰ SMOW}$$

En réalité, cette relation change selon la région. Le coefficient de corrélation est plus fort pour les régions de haute latitude avec par exemple, pour le Groenland, une valeur de $d\delta^{18}\text{O}_p/dT$ moderne égale à $0,67 \text{ ‰/°C}$ (Johnsen *et al.*, 1989). Pour les régions de latitudes moyennes ne subissant pas de fortes moussons ou un climat méditerranéen marqué, cette corrélation présente une pente moins forte. Ainsi, l'étude de Rozanski *et al.* (1993) basée sur les données du réseau de l'IAEA révèle un $d\delta^{18}\text{O}_p/dT$ moyen de $0,58 \text{ ‰/°C}$ pour les sites continentaux non polaires.

Cette corrélation entre $\delta^{18}\text{O}_p$ et température est globalement applicable à travers tout l'Holocène, avec toutefois quelques réserves dues au fait que cette moyenne masque une variabilité spécifique au site (Fricke et O'Neil, 1999), qu'elle peut être influencée par l'effet de masse et qu'elle a pu être décalée par le passé. Il est probable que la pente de cette corrélation ait varié à travers le temps et que différentes localités aient subi des variations différentes, en particulier avant l'Holocène. Des changements fondamentaux de la saisonnalité des précipitations ou de leur source sont des causes possibles de ces variations de $d\delta^{18}\text{O}_p/dT$ (Jouzel *et al.*, 1997 ; Jouzel *et al.*, 2000 ; Rozanski *et al.*, 1993).

En supplément à ces variations locales de $\delta^{18}\text{O}_p$ qui dépendent de la température, il faut considérer l'évolution de la composition isotopique de l'eau de mer à travers chaque cycle glaciaire-interglaciaire, en rapport avec l'évolution du volume de glace globale. L'**effet de glace** est responsable des changements observés dans les enregistrements isotopiques océaniques entre période glaciaire et interglaciaire (Shackleton et Opdycke, 1973). Durant les périodes glaciaires, la glace (appauvrie en ^{18}O) s'accumule sur les continents et aux pôles, ce qui entraîne une augmentation du $\delta^{18}\text{O}$ des océans. Fairbanks (1989) a calculé que lors du dernier maximum glaciaire, la composition isotopique de l'océan était supérieure à celle d'aujourd'hui de $1,2 \text{ ‰}$.

12.6. Les isotopes stables de l'oxygène et du carbone dans les spéléothèmes

❖ *Oxygène*

La composition isotopique de l'oxygène dans un spéléothème de calcite déposée à l'équilibre dépend :

- du $\delta^{18}\text{O}$ initial de la solution qui alimente la croissance du spéléothème ;
- du fractionnement isotopique de l'oxygène entre l'eau et la calcite précipitée.

Plusieurs études ont montré que le $\delta^{18}\text{O}$ des eaux d'égouttement dans la plupart des grottes est relativement constant et avoisine la moyenne annuelle du $\delta^{18}\text{O}$ des pluies locales (pondérée par la quantité de pluie ; *e.g.* Yonge *et al.*, 1985). Cela est lié au mélange des eaux de pluie dans une zone de stockage temporaire du karst (temps de résidence de l'ordre de quelques mois à plusieurs années), avant qu'elles n'atteignent la cavité. Cependant, dans

les grottes peu profondes et/ou rapidement atteintes par les eaux de percolations du fait d'une grande perméabilité, des variations saisonnières peuvent être observées (Bar-Matthews *et al.*, 1996).

La composition isotopique des eaux d'égouttement suit donc généralement la LMWL (*Local Meteoric Waterline*; Caballero *et al.*, 1996 ; Rozanski et Dulinski, 1987). Les variations spatiales et temporelles de la composition isotopique des précipitations actuelles sont bien connues et dépendent de plusieurs facteurs, tels que la température, la quantité de précipitations, la latitude, l'altitude, la continentalité, la source et la trajectoire des masses d'air (*cf.* § 12.5). Pour l'étude des spéléothèmes, les effets de latitude, altitude et continentalité sont considérés comme constants. En revanche, l'effet de glace doit être pris en considération durant les périodes de glaciation ou de transition entre épisodes climatiques majeurs. Ainsi, durant les épisodes de stabilisation du volume de glace global, le $\delta^{18}\text{O}$ des eaux de pluie est principalement contrôlé par la température de surface et l'effet de masse.

Pour l'Holocène et pour les régions de latitudes moyennes, on considère une corrélation linéaire moyenne entre le $\delta^{18}\text{O}$ des précipitations annuelles moyennes ($\delta^{18}\text{O}_{\text{MAP}}$) et la température annuelle de l'air moyenne (MAT) égale à 0,58 ‰/°C (Rozanski *et al.*, 1993). Cela signifie que pour une augmentation de température de 1°C, le $\delta^{18}\text{O}$ des eaux d'égouttement et de la calcite précipitée augmenterait de 0,58 ‰.

D'autre part, le fractionnement à l'équilibre des isotopes de l'oxygène au moment de la précipitation de la calcite est fonction de la température de réaction (*cf.* § 12.2), c'est à dire de la température des eaux d'alimentation, équivalente dans les grottes naturelles à la température de l'air dans la cavité. Dans les grottes suffisamment confinées (peu ventilées) et peu profondes (profondeur supérieure à 11 mètres jusqu'à quelques centaines de mètres ; Moore et Sullivan, 1978), la température de l'air est stable et reflète la température moyenne annuelle de surface (Wigley et Brown, 1976). La dépendance du coefficient de fractionnement à la température, déterminée expérimentalement, est égale à $\sim -0,24$ ‰/°C (O'Neil *et al.*, 1969 ; *cf.* § 12.2). Cela signifie que le fractionnement est plus important aux basses températures qu'aux hautes : pour une augmentation de température de la cavité de 1°C, le $\delta^{18}\text{O}$ de la calcite diminuerait de 0,24 ‰.

La combinaison de ces deux effets contradictoires de la température sur le fractionnement des isotopes de l'oxygène conduirait, en théorie, à une variation du $\delta^{18}\text{O}$ de la calcite égale à 0,34 ‰ (= 0,58 ‰ - 0,24 ‰) pour une augmentation de température de 1°C.

Toutefois, d'autres processus peuvent intervenir sur le signal isotopique de l'oxygène, tout au long du parcours de l'eau jusqu'à la précipitation de la calcite et, en réalité, des incertitudes pèsent sur la composition isotopique initiale des eaux d'alimentation. Ces paramètres supplémentaires, mais dont la prise en compte est importante pour une bonne interprétation des variations du $\delta^{18}\text{O}$ dans les spéléothèmes, sont présentés dans le chapitre suivant (§ 12.7).

❖ *Carbone*

La composition isotopique du carbone dans un spéléothème de calcite déposée à l'équilibre dépend :

- du $\delta^{13}\text{C}$ initial du carbone inorganique dissout (DIC) dans les eaux d'alimentation ;
- du fractionnement isotopique du carbone entre l'eau et la calcite lors de la précipitation.

Le DIC des eaux d'alimentation des spéléothèmes provient de trois sources :

- le CO_2 atmosphérique ($\delta^{13}\text{C} = -7$ ‰),

- le calcaire dans lequel la cavité est creusée ($\delta^{13}\text{C}$ entre -5 et +2 ‰),
- le CO_2 du sol produit par la décomposition de la matière organique et la respiration racinaire (son $\delta^{13}\text{C}$ dépend du type de végétation (*cf. infra*) : $\delta^{13}\text{C}$ autour de -23 ‰ pour une végétation de type C3 et autour de -13 ‰ pour une de type C4).

Le CO_2 du sol est dissout dans les eaux d'infiltration, qui deviennent agressives vis à vis du calcaire sous-jacent (§ 5.2). Deux modèles décrivent ensuite l'enrichissement en carbonate de calcium des eaux de percolation dans le sol et le calcaire encaissant (Drake, 1983 ; McDermott, 2004 ; Salomons et Mook, 1986) :

- dans le modèle de système ouvert, un échange continu se produit entre l'eau d'infiltration et le réservoir infini de CO_2 du sol. Cela conduit à une augmentation régulière du contenu en bicarbonate (HCO_3^-) d'origine pédologique, alors que l'eau se charge en solutés dans la zone insaturée. Ce bicarbonate porte principalement la signature isotopique du CO_2 du sol puisque le HCO_3^- issu de la dissolution du calcaire est en quelque sorte « noyé » par cet apport. Dans ces conditions, le $\delta^{13}\text{C}$ des espèces dissoutes reflète essentiellement la composition du CO_2 du sol car l'empreinte isotopique du carbonate de l'encaissant est beaucoup plus faible ;
- dans le modèle de système fermé, les eaux de percolations sont isolées du réservoir de CO_2 du sol dès que la dissolution du carbonate commence. L'étendue de la dissolution du calcaire est donc limitée par le réservoir fini de CO_2 . Dans ces conditions, la composition isotopique du calcaire encaissant influence la composition isotopique du DIC (selon l'équation classique de la dissolution du carbonate de calcium, 50% du carbone provient du CO_2 et 50% provient du carbonate dissout).

En pratique, la plupart des systèmes naturels sont partiellement ouverts. Genty et Massault (1997) ont estimé que le carbone d'un spéléothème était dû pour environ 85 % à la contribution du CO_2 du sol et pour 15 % à la contamination par du carbone mort (carbone ancien, ne contenant plus de ^{14}C , provenant soit de l'encaissant, soit de matière organique ancienne ; Genty *et al.*, 2001a).

Le fractionnement isotopique du carbone n'est que très peu dépendant de la température, contrairement à celui de l'oxygène ($da/dT = -0,06 \text{ ‰/}^\circ\text{C}$ entre 0 et 25°C d'après Emrich *et al.*, 1970 ; § 12.2). Aussi, les variations de $\delta^{13}\text{C}$ de la calcite vont refléter essentiellement les changements de $\delta^{13}\text{C}$ du DIC. Ces derniers sont enfin contrôlés par la contribution relative des trois sources énoncées plus haut, qui est fonction (Schwarcz, 1986) :

- du taux de production de CO_2 dans le sol au-dessus de la cavité, variant avec le climat ;
- de l'épaisseur de la zone de sol au-dessus de la cavité, fonction des vitesses relatives d'érosion et de formation du sol ; les processus d'érosion du sol peuvent être contrôlés par le climat (*e.g.* déflation, glaciation) ;
- de la nature de la végétation au-dessus de la cavité : le degré d'enrichissement en ^{13}C de la matière organique produite par cette végétation dépend du cycle photosynthétique utilisé (*cf.* § 12.4).

Le CO_2 du sol en équilibre avec une végétation de type C3 présente un $\delta^{13}\text{C}$ compris entre -26 et -20 ‰, tandis que celui en équilibre avec une végétation de type C4 est beaucoup plus enrichi, présentant un $\delta^{13}\text{C}$ compris entre -16 et -10 ‰. Ces différences sont préservées dans les intervalles de $\delta^{13}\text{C}$ des carbonates déposés en équilibre avec ces CO_2 dissous. Ainsi, en considérant un facteur de fractionnement de 10,0 (*cf.* § 12.2) et en l'absence de

contamination par du carbone mort¹, la calcite des spéléothèmes doit présenter un $\delta^{13}\text{C}$ compris entre -16 et -10 ‰ sous une végétation de type C3 et entre -6 et 0 ‰ sous une végétation de type C4 (Cerling, 1984 ; Deines, 1980). La contamination par du carbone mort (issu de la dissolution de l'encaissant), enrichit ces valeurs puisque le $\delta^{13}\text{C}$ du calcaire est proche de 0 ‰.

Dans les régions arides, des changements de grande ampleur des valeurs de $\delta^{13}\text{C}$ dans la calcite des spéléothèmes sont généralement attribués à des changements de végétation conduits par le climat (*e.g.* Bar-Matthews *et al.*, 1997 ; Denniston *et al.*, 2000b ; Dorale *et al.*, 1992). Les données provenant de l'étude du $\delta^{13}\text{C}$ des carbonates pédogéniques supportent ces interprétations (*e.g.* Cerling, 1984 ; Ding et Yang, 2000 ; Nordt *et al.*, 2002 ; Quade et Cerling, 1995). Dans les zones tempérées, les plantes de type C3 sont prédominantes et dans certaines régions telles que l'Europe de l'ouest, il semble que les plantes de type C4 n'ont jamais existé pendant le Quaternaire, à l'exception de plantes implantées récemment par l'Homme, telles que le maïs (Dorale *et al.*, 2002 ; Verheyden *et al.*, 1999). Les fluctuations de $\delta^{13}\text{C}$ du DIC doivent donc être attribuées à d'autres facteurs (*cf. supra*).

Des changements importants du taux de production de CO_2 dans le sol peuvent induire des variations de $\delta^{13}\text{C}$ dans les spéléothèmes sous-jacents. Ces changements dépendent de l'activité biologique du sol, elle-même directement liée au climat. Ainsi, pendant les épisodes climatiques cléments, la production de CO_2 biogénique ($\delta^{13}\text{C}$ entre -26 et -20 ‰ pour une végétation de type C3) est favorisée et le $\delta^{13}\text{C}$ du DIC et des spéléothèmes est plus léger. Au contraire, pendant les épisodes de dégradation climatique, la proportion de CO_2 atmosphérique ($\delta^{13}\text{C} = -7$ ‰) par rapport au CO_2 biogénique augmente dans les eaux d'infiltration et le $\delta^{13}\text{C}$ des spéléothèmes est plus lourd (Baldini *et al.*, 2005 ; Cerling, 1984 ; Genty *et al.*, 2003 ; Genty *et al.*, 2005b). En termes de paysage, cela s'exprime par une P_{CO_2} du sol dépendante de la couverture végétale, avec une production de CO_2 plus forte sous les terrains boisés que sous les prairies (Gunn et Trudgill, 1982).

Enfin, le dernier facteur qui influe sur la contribution des différentes sources de DIC est l'épaisseur du sol au-dessus de la cavité. Un sol plus mince est plus rapidement traversé par les précipitations qui n'ont pas le temps de s'équilibrer avec le CO_2 du sol. La proportion de CO_2 atmosphérique dissous est donc plus importante par rapport au CO_2 biogénique (le $\delta^{13}\text{C}$ est plus enrichi). Ce cas peut se présenter par exemple à la suite d'une érosion par des précipitations abondantes ou liée à une déforestation, à l'avancée d'un glacier, à de la déflation, etc. (Bar-Matthews *et al.*, 1997 ; Wurth *et al.*, 2004). En outre, à épaisseur de sol constante, un $\delta^{13}\text{C}$ plus élevé peut également signifier un équilibre incomplet entre le CO_2 du sol et les eaux d'infiltration mais associé cette fois à des précipitations intenses rendant plus court le temps de contact entre l'eau et le gaz du sol (Bar-Matthews *et al.*, 1997, 2000). Un temps de résidence court de l'eau dans le sol, donc une équilibration incomplète, peut être encore lié à une infiltration très rapide à travers des macroporosités et conduites du sol (*soil piping*) ou à une couverture de sol immature sur un karst bien développé, avec de nombreuses fissures (Baker *et al.*, 1997b).

Les principaux facteurs déterminant la composition isotopique du DIC ont été présentés. Ils sont tous plus ou moins contrôlés par le climat. Dans les régions où des changements de proportion des plantes C3 et C4 peuvent être vérifiés de manière indépendante (*e.g.* à partir de pollens ou de matière organique : Amundson *et al.*, 1997 ; Pack *et al.*, 2003 ; Yang et Ding, 2005), il semble que l'interprétation des variations du $\delta^{13}\text{C}$ des spéléothèmes soit

¹ L'absence de contamination n'est pas réaliste puisque le Ca^{2+} nécessaire à la précipitation de calcite est issu de la dissolution de l'encaissant, qui produit nécessairement du carbone mort (*cf. supra*).

relativement directe. Dans les régions tempérées où les plantes C4 sont absentes, cette interprétation semble plus délicate. Cependant, quelle que soit la région, il existe plusieurs autres processus qui peuvent intervenir et modifier la signature isotopique du carbone, entre la mise en solution du CO₂ dans les eaux d'infiltration et la précipitation de la calcite dans la cavité. Ces processus sont présentés dans le chapitre suivant.

12.7. Interprétation paléoenvironnementale des isotopes stables dans les spéléothèmes : limites et incertitudes

❖ Oxygène

Bien qu'une corrélation théorique de +0,34 ‰/°C ait été calculée entre le δ¹⁸O de la calcite et la température (*cf.* § 12.6), en réalité, la valeur et même le signe de cette relation ne sont pas évidents. La principale incertitude vient de la grande variabilité de la relation entre le δ¹⁸O des précipitations et la température de surface, selon les sites et au cours du temps. Ainsi, en fonction de la valeur de la pente et du signe de la corrélation δ¹⁸O_{MAP-MAT} (↔ dδ¹⁸O_p/dT), la corrélation δ¹⁸O_{calcite}-MAT (↔ dδ¹⁸O_{calcite}/dT) sera négative, positive ou égale à zéro. Ce dernier cas nécessiterait que la variation avec la température du δ¹⁸O_p annule celle du δ¹⁸O_{calcite}, ce qui semble rare dans la littérature (McDermott, 2004). Si la pente de la relation δ¹⁸O_{MAP-MAT} est supérieure à +0,24 ‰/°C, alors la pente de la relation δ¹⁸O_{calcite}-MAT est positive, ce qui signifie que des valeurs plus positives de δ¹⁸O_{calcite} indiquent des températures plus douces (*e.g.* Burns *et al.*, 2001 ; Dorale *et al.*, 1992 ; Goede, 1994 ; Lauritzen, 1995 ; McDermott *et al.*, 1999 ; Onac *et al.*, 2002 ; Williams *et al.*, 1999). Inversement, si la pente de la relation δ¹⁸O_{MAP-MAT} est inférieure à +0,24 ‰/°C, la pente de la relation δ¹⁸O_{calcite}-MAT est négative et des valeurs plus positives de δ¹⁸O_{calcite} indiquent des températures plus basses (*e.g.* Frumkin *et al.*, 1999 ; Gascoyne, 1992 ; Harmon *et al.*, 1978b ; Hellstrom *et al.*, 1998 ; Hendy et Wilson, 1968 ; Linge *et al.*, 2001 ; Talma et Vogel, 1992).

Cela illustre la difficulté à interpréter sans ambiguïté les variations de δ¹⁸O de la calcite en termes de température, à différentes échelles de temps. Par exemple, durant les périodes où les changements de température sont faibles et où les transitions climatiques de premier ordre (transitions glaciaire/interglaciaire) n'apparaissent pas, ou lorsque, sur des échelles millénaires, la relation δ¹⁸O_{calcite}-MAT change, influencée par divers effets déterminant le δ¹⁸O_p (effet de glace, de masse, de saisonnalité, source et trajectoire des masses d'air).

Cette difficulté a conduit à redéfinir les attentes vis à vis du δ¹⁸O de la calcite des spéléothèmes : après avoir envisagé que le δ¹⁸O_{calcite} fournisse des estimations quantitatives des paléotempératures (Duplessy *et al.*, 1971 ; Duplessy *et al.*, 1972 ; Ford et Williams, 1989 ; Gascoyne *et al.*, 1980), il est aujourd'hui davantage utilisé pour obtenir un contrôle chronologique précis sur le timing des variations majeures de δ¹⁸O_p. Celles-ci peuvent être interprétées en termes de changement de mode de circulation atmosphérique (*e.g.* Burns *et al.*, 2001 ; McDermott *et al.*, 2001 ; Wang *et al.*, 2001), de changement du δ¹⁸O des sources de vapeur (*e.g.* Bar-Matthews *et al.*, 1999) ou de changement climatique de premier ordre tel que les événements de Dansgaard-Oeschger, de Heinrich ou les terminaisons de glaciations (*e.g.* Drysdale *et al.*, 2005 ; Genty *et al.*, 2003 ; Spötl et Mangini, 2002).

L'interprétation des variations de δ¹⁸O_{calcite} nécessite donc la prise en considération d'autres informations telles que les variations de vitesse de croissance, d'épaisseur des lamines de croissance, de pétrographie de la stalagmite, de δ¹³C ou de concentration en éléments traces (McDermott, 2004 ; Verheyden, 2001). Pour connaître le sens de la relation entre le δ¹⁸O_{calcite} et la température, il est également utile de comparer les tendances de

l'enregistrement du $\delta^{18}\text{O}_{\text{calcite}}$ avec des événements climatiques bien documentés enregistrés non loin du site.

Le problème de la méconnaissance du $\delta^{18}\text{O}_p$ peut être contourné dans certains cas, lorsqu'il est possible d'accéder directement à l'eau à partir de laquelle la calcite a précipité. Cette eau se trouve parfois piégée au moment de la précipitation de la calcite sous forme d'inclusions fluides dans le spéléothème (Harmon *et al.*, 1979 ; Schwarcz *et al.*, 1976). Toute la difficulté réside dans le fait d'extraire cette eau sans la fractionner pour l'analyser (Yonge, 1982). Des travaux récents ont surmonté ces difficultés techniques. Les données isotopiques ainsi obtenues permettent la reconstruction de paléotempératures dans les cas où il est démontré que la calcite s'est déposée en équilibre isotopique avec les eaux d'égouttement (Dennis *et al.*, 2001 ; Genty *et al.*, 2002 ; Matthews *et al.*, 2000 ; Rowe *et al.*, 1998-1999). De plus, les données des inclusions fluides peuvent être utilisées pour reconstruire la variabilité spatiale et temporelle du $\delta^{18}\text{O}$ des eaux de pluies et, dans le futur, ces données pourront être utilisées pour tester la validité des modèles de circulation générale (GCM) qui incorporent les « isotopes de l'eau » dans leurs cycles hydrologiques (Matthews *et al.*, 2000 ; McDermott, 2004). Toutefois, il faut signaler que le $\delta^{18}\text{O}$ des inclusions fluides n'est pas toujours considéré comme un indicateur fiable de la composition isotopique initiale des eaux d'alimentation car les inclusions fluides pourraient subir des échanges isotopiques post-dépositionnels de l'oxygène avec les carbonates (Rozanski et Dulinski, 1987 ; Schwarcz *et al.*, 1976). La situation est moins ambiguë avec l'hydrogène puisque l'eau piégée ne peut pas subir d'échanges post-dépositionnels (il n'y a pas de réservoir d'hydrogène dans les carbonates environnants). Par ailleurs, il est rare que les inclusions contiennent assez d'eau pour permettre une mesure directe du $\delta^{18}\text{O}$, tandis que de très petites quantités d'eau suffisent pour réaliser une mesure du δD . Aussi, l'analyse alternative des isotopes de l'hydrogène comme proxy du $\delta^{18}\text{O}$ est généralement pratiquée. La corrélation entre la composition isotopique de l'hydrogène et de l'oxygène dans les eaux météoriques est représentée par la GMWL (*Global Meteoric Water Line* ; Craig, 1961a ; cf. 12.5) :

$$\delta\text{D} = 8\delta^{18}\text{O} + 10$$

En réalité, l'excès de deutérium ($d = \delta\text{D} - 8\delta^{18}\text{O}$) et la pente (dans une moindre mesure) varient selon la localité et les travaux portant sur la mesure du δD dans les inclusions fluides des spéléothèmes tendent à utiliser la LMWL (*Local Meteoric Water Line*) actuelle comme relation entre δD et $\delta^{18}\text{O}$.

Toutefois, dans le passé, cette relation a pu évoluer également. Dans une étude de spéléothèmes de Soreq Cave (Israël), Matthews *et al.* (2000) calculent le $\delta^{18}\text{O}$ des inclusions fluides grâce à une approche alternative, à partir : (1) du $\delta^{18}\text{O}$ du carbonate coexistant et (2) d'estimations de température indépendantes. Ils utilisent ensuite les valeurs de δD mesurées dans ces inclusions fluides pour suggérer que les périodes de maximum glaciaire, telles que le LGM (*Last Glacial Maximum*), pourraient être caractérisées par un remplacement dans la région est-méditerranéenne de la relation MMWL (*Mediterranean Meteoric Water Line*) par la GMWL.

Dans une autre étude de spéléothèmes d'Israël, McGarry *et al.* (2004) calculent le $\delta^{18}\text{O}$ des inclusions fluides à partir (1) du $\delta^{18}\text{O}$ du carbonate contenant l'inclusion, (2) du δD mesuré des inclusions fluides et (3) d'un intervalle de température imposé par les relations GMWL et MMWL actuelles. L'analyse révèle des changements de paléotempératures de surface à travers les derniers 140 ka qui montrent de fortes similitudes avec ceux des températures marines déterminées à partir des alkénones pour l'est de la Méditerranée. Elle indique également que la relation entre $\delta^{18}\text{O}$ et δD pour les eaux météoriques de la région, qui suit actuellement et a suivi durant le dernier interglaciaire la MMWL, a varié vers la GMWL durant la dernière glaciation (McGarry *et al.*, *op. cit.*).

De prochains développements concernant l'extraction des inclusions fluides et les techniques de mesure permettront vraisemblablement d'étayer les interprétations des rapports isotopiques de l'oxygène dans les spéléothèmes.

Enfin, d'après Beck *et al.* (2005), il semble que le pH ait un effet sur le fractionnement isotopique de l'oxygène entre les ions carbonates et bicarbonates et l'eau. Cet effet se traduit par des compositions isotopiques plus légères lorsque le pH est plus haut (par exemple, lorsque la P_{CO_2} de l'atmosphère de la cavité est plus basse) et il pourrait ainsi renforcer la variation liée aux précipitations hivernales appauvries en ^{18}O (Fairchild *et al.*, 2006).

❖ Carbone

Outre le problème décrit plus haut d'une équilibration incomplète entre les eaux d'infiltration et le CO_2 biogénique du sol, le $\delta^{13}C$ du DIC peut encore être modifié au cours du cheminement de l'eau jusqu'à la cavité. Dans ce court chapitre, seuls sont présentés les processus qui peuvent n'affecter que le $\delta^{13}C$ de la solution, sans modifier le $\delta^{18}O$.

Si le CO_2 de la solution dégaze dans la zone vadose, avant d'atteindre la cavité, de la calcite précipite et la solution restante est enrichie en ^{13}C (Bar-Matthews *et al.*, 1991 ; Gonzales et Lohmann, 1988). Ce processus peut être simplement lié à des différences de pression partielle de CO_2 dans les poches d'air rencontrées au cours du parcours de l'eau (Baker *et al.*, 1997b). Dans ce cas, seul le $\delta^{13}C$ de la solution restante est enrichi. Toutefois, il est très souvent associé à de l'évaporation dans la zone épikarstique qui entraîne alors un enrichissement à la fois du $\delta^{13}C$ et du $\delta^{18}O$ dans la solution restante (*cf. infra*).

Si, au contraire, l'eau devient sous-saturée vis à vis de la calcite (*i.e.* si la P_{CO_2} de la solution augmente) et dissout le calcaire encaissant, elle s'enrichit encore en ^{13}C (Genty et Massault, 1997).

❖ Oxygène et Carbone

Il existe de nombreux biais qui peuvent intervenir à la fois sur le signal isotopique de l'oxygène et sur celui du carbone et qu'il faudra tenter d'identifier avant toute interprétation paléoclimatique :

- 1) L'évaporation affectant les eaux météoriques, lors de leur chute ou pendant leur passage dans le sol ou dans la zone épikarstique, entraîne un enrichissement en ^{18}O des eaux de percolations, en liaison avec un prélèvement préférentiel de $H_2^{16}O$ (Craig *et al.*, 1963). Ce phénomène est particulièrement important dans les régions arides à semi-arides, donnant lieu à des variations saisonnières de $\delta^{18}O$ significatives (de l'ordre de 3 ‰ à Soreq, Israël ; Bar-Matthews *et al.*, 1996). De même, lorsque l'évaporation a lieu dans la cavité, lors de la précipitation de la calcite, l'eau (et donc la calcite) est enrichie en ^{18}O . La calcite précipitée ainsi hors des conditions d'équilibre isotopique ne permet pas de reconstruire les paléotempératures (Fornaciari *et al.*, 1968 ; Hendy, 1971). Indirectement, l'évaporation peut également augmenter le $\delta^{13}C$ de la calcite. En effet, en augmentant la sursaturation de la solution, elle induit une précipitation de calcite à travers un dégazage plus rapide de CO_2 . Si cela se produit en amont de la cavité sur le parcours de l'eau, on parle de « *prior calcite precipitation* » (Baker *et al.*, 1997b ; Bar-Matthews *et al.*, 1991 ; McMillan *et al.*, 2005). L'eau alimentant le spéléothème sera donc déjà fractionnée,

enrichie en ^{13}C . Si cela se produit dans la cavité, au moment de la précipitation en surface du spéléothème, on observera une covariation entre $\delta^{18}\text{O}$ et $\delta^{13}\text{C}$, tous deux enrichis (Fornaca-Rinaldi *et al.*, 1968 ; Hendy, 1971).

- 2) Une précipitation de calcite trop rapide (due à une forte sursaturation et/ou à un dégazage rapide) peut au contraire induire une diminution du fractionnement isotopique entre la calcite et le réservoir de HCO_3^- en solution (Clark et Lauriol, 1992 ; McCrea, 1950). Ainsi, les valeurs de $\delta^{13}\text{C}$ et de $\delta^{18}\text{O}$ de la calcite approchent celle du HCO_3^- (l), ce qui se traduit par un appauvrissement de la calcite en ^{13}C et un enrichissement en ^{18}O (Mickler *et al.*, 2004).
- 3) La composition isotopique des spéléothèmes peut être biaisée si la précipitation est interrompue pendant l'année, en raison d'une saison sèche par exemple (Railsback *et al.*, 1994). Les paramètres qui contrôlent la composition isotopique des spéléothèmes peuvent également présenter des changements saisonniers (Bar-Matthews *et al.*, 1996 ; Railsback *et al.*, *op. cit.*) : évaporation accrue pendant la saison sèche dans le sol, la zone épikarstique ou la cavité, ventilation de la cavité accentuée à certaines saisons, etc.
- 4) Les changements de cristallographie sont souvent associés à des changements de composition isotopique (Dickson, 1991 ; Frisia *et al.*, 2000 ; Frisia *et al.*, 2005b ; McDermott *et al.*, 1999 ; Tarutani *et al.*, 1969). Toutefois, le fait que la cristallographie contrôle la composition isotopique de la calcite est discuté. Elle pourrait être elle-même contrôlée, au même titre que la composition isotopique, par les paramètres environnementaux, hydrologiques, chimiques ou les conditions de dépôt.
- 5) Des micro-organismes (bactéries, algues, champignons) pourraient jouer un rôle actif dans la précipitation de certains spéléothèmes (Adolphe et Maréchal, 1977 ; Cacchio *et al.*, 2004 ; Gradziński, 2003 ; Jones, 2001 ; Jones et Kahle, 1993 ; Le Métayer-Levrel *et al.*, 1997). Ils pourraient influencer le $\delta^{18}\text{O}$ de la calcite en prélevant préférentiellement le ^{16}O pour leur métabolisme (Gradziński, 2003) et pourraient également être à l'origine de variations du $\delta^{13}\text{C}$ (Cacchio *et al.*, 2004). Il n'y a cependant pas d'arguments décisifs concernant la participation des micro-organismes dans la formation des stalagmites et leur influence sur la composition isotopique de la calcite.
- 6) Enfin, la diagenèse peut affecter la composition isotopique initiale des spéléothèmes, en particulier à travers les processus de recristallisation (Folk et Assereto, 1976 ; Frisia, 1996 ; Maire, 1990 ; Railsback *et al.*, 2002). Ceux-ci affectent souvent les spéléothèmes constitués initialement d'aragonite (métastable aux températures de surface). A cause de l'ouverture du système cristallin, il est peu vraisemblable que les variations au cours du temps de la chimie d'origine puissent être retrouvées. En effet, des espèces sont perdues en quantité variable (^{13}C , ^{18}O , U, Sr, Ba) tandis que du Mg peut être gagné et des inclusions d'aragonite peuvent être conservées dans la calcite secondaire (Fairchild *et al.*, 2006). La diagenèse se produit principalement lorsque les spéléothèmes restent de façon prolongée dans un environnement phréatique ou dans un remplissage argileux (Verheyden, 2001).

12.8. Identification des perturbations du signal isotopique

Afin d'éviter l'analyse et l'interprétation erronée des variations des isotopes stables enregistrées par un spéléothème, il faut tout d'abord s'assurer qu'il ne présente pas de signes de diagenèse (dissolution, recristallisation, remplacement mimétique). Ensuite, les conditions du fractionnement isotopique lors de la précipitation doivent être évaluées (*i.e.* fractionnement à l'équilibre isotopique ou influencé par des processus cinétiques).

Parmi les processus énoncés précédemment, ceux qui interviennent pendant la précipitation du spéléothème engendrent un dépôt hors des conditions d'équilibre isotopique. Quant aux processus post-dépositionnels, ils sont détectables le plus souvent par des analyses pétrographiques ou, si nécessaire, géochimiques (*e.g.* Frisia, 1996 ; Railsback *et al.*, 2002).

Les conditions d'équilibre isotopique sont maintenues seulement si le dégazage du CO₂ est suffisamment lent et qu'il n'y a pas d'évaporation, de sorte que le fractionnement isotopique entre les phases aqueuses et solides ne soient fonction que de la température. Ces conditions existent dans les parties des cavités éloignées des ouvertures, où la circulation d'air est minimale et où la pression partielle de CO₂ et l'hygrométrie sont fortes toute l'année (Hendy, 1971 ; Schwarcz, 1986).

Au niveau de la calcite d'une lamine de croissance, elles s'expriment par un changement progressif du $\delta^{13}\text{C}$ depuis l'apex de la stalagmite vers les flancs, lié à l'effet de réservoir (*i.e.* quantité limitée de bicarbonate en solution) tandis que le $\delta^{18}\text{O}$ est constant, du fait de la relativement grande quantité d'eau disponible (Lauritzen et Lundberg, 1999). En réalité, tandis que le film d'eau s'amincit en s'éloignant de l'apex, il devient plus sensible à l'évaporation.

Si le dégazage à partir de la solution est trop rapide (*i.e.* plus de la moitié du bicarbonate en solution est converti en CO₂ et CaCO₃ en $2 \cdot 10^3$ sec., d'après Hendy, 1971), alors il y a fractionnement cinétique des isotopes de l'oxygène et du carbone, ce qui se traduit par un enrichissement simultané en ¹⁸O et en ¹³C dans la calcite précipitée. Une covariation du $\delta^{18}\text{O}$ et du $\delta^{13}\text{C}$ le long d'une même lamine du spéléothème témoignera donc de l'influence des processus cinétiques sur la précipitation (Duplessy *et al.*, 1971).

Si de l'évaporation affecte la solution, la précipitation de calcite va se poursuivre même après que la pression partielle du CO₂ en solution a atteint celle de l'atmosphère de la cavité. En surface du spéléothème, la calcite précipitée s'enrichit progressivement en ¹⁸O mais le $\delta^{13}\text{C}$ reste près de l'équilibre isotopique avec le CO₂ de l'atmosphère de la cavité (Hendy, 1971).

A priori indépendants, processus cinétiques et évaporation sont néanmoins fréquemment associés : l'évaporation intervient souvent dans les entrées de grotte, où l'hygrométrie est faible, ainsi que la P_{CO₂} du fait d'une ventilation importante ; de même, si l'évaporation engendre une forte sursaturation, la précipitation en sera accélérée à travers un dégazage plus rapide, hors équilibre isotopique (Fornaca-Rinaldi *et al.*, 1968).

En résumé, pour savoir si les conditions d'équilibre isotopique ont été maintenues entre les eaux d'égouttement et la calcite d'un spéléothème, le test de Hendy (1971) est appliqué. Celui-ci recommande de vérifier qu'il n'y a pas :

- de covariation entre $\delta^{13}\text{C}$ et $\delta^{18}\text{O}$ le long d'une même lamine de croissance ;
- d'enrichissement en ¹⁸O le long d'une même lamine de croissance, depuis l'apex vers les flancs de la stalagmite.

En pratique, toutefois, ce test présente des limites qui le rendent insuffisant pour formuler une conclusion catégorique. Ainsi, dans bien des cas, il est très difficile d'être sûr que les prélèvements pour les dosages isotopiques ont bien été réalisés dans une seule lamine. En effet, les lames sont parfois fines et/ou non visibles à l'œil nu. De plus, du fait de la morphologie de la stalagmite, les lames sont plus épaisses dans l'axe de croissance que sur les côtés et, en utilisant la même mèche, il se peut que de la calcite provenant de plusieurs lames soit prélevées sur les côtés. Enfin, le prélèvement est généralement effectué sur une section polie de la stalagmite passant par l'axe de croissance et puisque les lames recoupent obliquement ce plan, plusieurs peuvent être traversées par la mèche lors de l'échantillonnage. Du fait de ces imprécisions, un résultat négatif à ce test n'indiquera pas nécessairement un fractionnement cinétique ou une évaporation (Lauritzen et Lundberg, 1999).

De plus, même en présence d'un fractionnement cinétique le long d'une lamine dans une stalagmite, la partie axiale (échantillonnée pour les profils isotopiques) peut s'être déposée en équilibre isotopique avec l'eau d'égouttement (puisque c'est la zone d'impact des gouttes d'eau (apex de la stalagmite), il y a moins de risques d'évaporation ; Duplessy *et al.*, 1971 ; Spötl et Mangini, 2002 ; Talma et Vogel, 1992).

Par ailleurs, malgré des conditions favorables à une précipitation de calcite en équilibre isotopique avec l'eau, des processus de déséquilibre importants peuvent opérer (Mickler *et al.*, 2004). Il semble en définitive que les spéléothèmes déposés en parfait équilibre isotopique sont rares. Mickler *et al.* (2006) ont compilé 165 enregistrements isotopiques publiés de spéléothèmes ayant une répartition globale et ont trouvé que la plupart d'entre eux montraient une covariation positive entre $\delta^{13}\text{C}$ et $\delta^{18}\text{O}$. La température n'est donc pas le seul contrôle du fractionnement isotopique. Cependant, comme l'intérêt initial pour la détermination de paléotempératures précises s'est réorienté vers la documentation de tendances climatiques, l'interprétation d'enregistrements isotopiques provenant de spéléothèmes montrant des covariations est devenue plus courante (Fairchild *et al.*, 2006 ; Genty *et al.*, 2006).

En cas de covariations entre $\delta^{13}\text{C}$ et $\delta^{18}\text{O}$ au cours du temps, il faut également être attentif à leur origine. En effet, elles ne sont pas toujours purement cinétiques mais peuvent être contrôlées par des paramètres climatiques (*e.g.* Genty *et al.*, *op. cit.* ; Genty *et al.*, 2003 ; Hellstrom *et al.*, 1998 ; Plagnes *et al.*, 2002). Par exemple, dans les régions où l'effet de masse est fort, une réduction des précipitations conduit à des valeurs de $\delta^{18}\text{O}$ plus positives, lesquelles peuvent être ensuite accentuées par de l'évaporation dans la cavité en corrélation avec le $\delta^{13}\text{C}$ (Fleitmann *et al.*, 2004). Inversement, des $\delta^{13}\text{C}$ et $\delta^{18}\text{O}$ inhabituellement bas caractérisent les périodes pluviales en Israël durant l'intervalle 178–152 ka (Ayalon *et al.*, 2002).

Quand bien même il peut être vérifié que la calcite s'est déposée en équilibre isotopique avec l'eau d'égouttement, sans fractionnement cinétique ni évaporation, il reste des incertitudes concernant l'équilibration et les fractionnements isotopiques du DIC et de l'oxygène dans la solution avant qu'elle n'atteigne le plafond de la cavité.

Finalement, la méthode apparaissant comme la plus rigoureuse pour identifier les processus de déséquilibre isotopique consiste à répliquer les profils isotopiques sur différents spéléothèmes contemporains de la même cavité. L'avantage de ce test est qu'il permet non seulement d'identifier les processus cinétiques mais également les altérations du signal isotopique de la solution dans la zone vadose, en amont de la cavité (*e.g.* enrichissement en ^{18}O ou en ^{13}C par évaporation et *prior calcite precipitation* ; Denniston *et al.*, 1999). Des

eaux distinctes dans l'espace s'infiltrent à différentes vitesses, suivent des cheminements différents, ont des temps de résidence, des pressions partielles de CO₂ et des concentrations en ions dissous différents. Dans la cavité, le CO₂ dégaze et la calcite précipite à différentes vitesses sous les divers égouttements. Ainsi, une réplication n'est possible entre des spéléothèmes distincts que si les processus cinétiques dans la cavité et les processus de la zone vadose ont affecté les égouttements exactement de la même manière. Si tel est le cas, cela suggère que les processus cinétiques dans la cavité et dans la zone vadose ne sont pas importants et que les signaux isotopiques peuvent être interprétés comme des enregistrements environnementaux primaires (Dorale *et al.*, 2002 ; Genty *et al.*, 2006). Dans le cas contraire, la réplication des enregistrements isotopiques fournit un test pour ces processus additionnels.

13. Autres informations ponctuellement fournies par les spéléothèmes

Les spéléothèmes peuvent faire l'objet d'un grand nombre d'autres études que celles abordées jusqu'ici. Il s'agit généralement d'approches plus marginales ou dont le potentiel de succès est soumis à un grand nombre de facteurs extérieurs. Elles sont présentées dans ce chapitre, qui ne se prétend pas exhaustif.

13.1. Tectonique et sismicité

Les bris et déplacements de concrétions ont souvent été attribués à de l'activité sismique. Toutefois, des tests en laboratoire et des observations de terrains consécutives à des séismes ont montré que les concrétions étaient plutôt résistantes et que seules les plus fines (fistuleuses, stalagmites allongées) subissaient des dégâts cosismiques (Gilli, 2005). Ces dernières constituent donc un outil intéressant pour l'étude de la paléosismicité d'une région puisque il est possible de dater les événements à partir de la calcite. De plus, ces marques sont protégées de l'érosion dans l'endokarst. Cependant, l'hypothèse d'une origine sismique n'est validée que sur la base d'une analyse systématique des anomalies à l'échelle régionale (Dubois et Grellet, 1997).

Les autres facteurs pouvant expliquer les anomalies de croissance et les cassures des concrétions sont variés : gravité, vandalisme, passage d'animaux, subsidence, décompression, fluage et compaction de sédiments, intrusion de glace dans le réseau karstique, tectonique et glacio-tectonique (Forti, 1997 ; Gilli, 2005). Le nombre de ces facteurs, leur juxtaposition dans les cavités et la ressemblance de leurs effets sur les concrétions rendent finalement assez délicate l'interprétation des cassures et anomalies.

13.2. Datation d'éléments piégés et des événements associés

Lors de leur croissance, les spéléothèmes peuvent incorporer des éléments de différentes origines. En datant la calcite qui les contient, un âge pourra être attribué à leur dépôt et parfois à l'événement qui leur est associé.

➤ *Eruptions volcaniques :*

En fonction de la puissance de l'éruption et des courants atmosphériques, les cendres volcaniques peuvent parcourir des distances très variables. L'étude géochimique de ces particules peut permettre de déterminer leur origine (Juvigne et Gewalt, 1988). Les spéléothèmes enregistrent également les variations de concentration atmosphérique en aérosols sulfatés émis par l'activité volcanique (Frisia *et al.*, 2005c) ou anthropique (Frisia *et al.*, 2005a). Les pics ainsi identifiés d'activité volcanique explosive sont souvent associés à des refroidissements climatiques (Briffa *et al.*, 2004 ; Davi *et al.*, 2003 ; Frisia *et al.*, 2005c ; Stuiver *et al.*, 1995).

➤ *Inondations :*

Des particules d'argiles sont mises en suspension lors de l'inondation de la cavité et constituent des revêtements en surface des spéléothèmes submergés lors du retrait des eaux. Cette fine couche argileuse représentant l'événement peut être préservée dans la calcite alors que la croissance du spéléothème reprend. Les stalagmites dont la croissance est

continue pendant de longues périodes peuvent ainsi contenir un enregistrement détaillé des rythmes d'inondations (Dorale *et al.*, 2005).

➤ *Déforestation, agriculture et pâturage :*

Les déforestations peuvent avoir diverses origines, notamment le climat (fort refroidissement ou sécheresse durable), les incendies naturels ou provoqués (*e.g.* essartage) ou le déboisement pour le chauffage, la construction, la fabrication de charbon ou la libération d'espace de pâture. Elles sont généralement suivies d'une déstabilisation du sol et d'une érosion accentuée. De même, l'agriculture et le surpâturage ont tendance à augmenter l'érosion des sols. Les particules fines sont emportées en suspension dans les eaux de ruissellement ou sont lessivées par les percolations vers les vides hypogés. Ainsi, les spéléothèmes peuvent être davantage pollués par de fines particules détritiques en période de déstabilisation du sol (Jeannin *et al.*, 2005). Dans une stalagmite du Vercors (Choranche), la pression humaine sur le milieu entre 1300 et 1900 environ a été mise en évidence par l'étude des inclusions d'argile et de charbon ainsi que des caractéristiques de la fabrique cristalline (Perrette, 2000 ; Perrette *et al.*, 1997). Cette pression consistait en des défrichements par essartage déstabilisant le sol, de l'activité charbonnière et le fonctionnement de forges à canons et d'autres industries écoulant le charbon produit.

➤ *Fréquentation de la cavité par les hommes :*

Des charbons et composés organiques provenant de la combustion de bois dans des foyers à l'intérieur de la cavité, peuvent être redéposés en surface de spéléothèmes (Gradziński *et al.*, 2003). Dans la mesure où ces particules sont déposées secondairement sur les spéléothèmes, il n'est pas possible d'associer une lamine de ces dépôts à un événement d'occupation de la cavité, ni d'être sûr de leur âge (à moins de pouvoir dater directement les charbons par ^{14}C). En revanche, la suie produite par des foyers ou des torches se dépose directement par voie aérienne et lorsqu'elle est retrouvée dans des spéléothèmes (ou sur les parois recouvertes de calcite), elle témoigne d'un épisode de fréquentation (Brochier, 1997 ; Genty *et al.*, 1997b). Des particules de manganèse ont également été retrouvées dans des spéléothèmes, vraisemblablement déposées lors de la réalisation d'œuvres pariétales par les hommes préhistoriques (stalagmite de la grotte de Villars, Genty *et al.*, 1997b).

➤ *Vestiges archéologiques ou paléontologiques :*

Lorsqu'il ne s'agit plus seulement de particules témoignant indirectement d'une activité humaine ou animale mais de vestiges, les concrétionnements servent encore souvent à leur attribuer un âge. Si les vestiges sont piégés dans un spéléothème en cours de formation, la datation de la calcite de part et d'autre des objets permet de cerner avec une grande fiabilité l'âge du dépôt (Blackwell et Schwarcz, 1986 ; Schwarcz *et al.*, 1979). Cette méthode est d'autant plus appréciable qu'elle n'est pas destructive pour l'objet daté et que la datation Th/U par TIMS peut s'appliquer sur de petites quantités de matières, jusqu'à environ 500 ka. En revanche, lorsque les vestiges ne sont pas en contact direct avec les concrétionnements mais sont intercalés entre eux (souvent, il s'agit de planchers stalagmitiques), les couches archéologiques ou les vestiges ne pourront être datés que de manière relative, par rapport à l'âge des spéléothèmes (Blackwell *et al.*, 1983 ; Falguères *et al.*, 2004 ; Genty *et al.*, 2005a). Cette approche peut néanmoins donner des résultats très satisfaisants, d'autant qu'elle est parfois la seule applicable ou la plus fiable. Enfin, en datant des concrétions formées sur des remplissages sédimentaires obstruant l'accès à des vestiges archéologiques ou à des représentations pariétales, un âge minimum peut être donné à la fréquentation de la cavité (*e.g.* grotte Cussac (non publié) ; grotte Chauvet, Genty *et al.*, 2005a).

13.3. Paléomagnétisme

Les spéléothèmes peuvent contenir en petite quantité des grains de magnétite, commune dans tous les environnements, ou d'autres minéraux magnétiques plus rares. Lorsqu'ils se déposent, ces grains s'orientent (en déclinaison et inclinaison) vers les pôles magnétiques terrestres. Dans les spéléothèmes, cette position est ensuite préservée par la croissance cristalline (Latham *et al.*, 1979). Les spéléothèmes qui contiennent suffisamment de matériel pour être mesuré par magnétométrie sont les plus « sales » (*i.e.* riches en particules détritiques ; Ford, 1997). En principe, le paléomagnétisme des spéléothèmes, associé à des datations Th/U, pourrait maintenant être utilisé pour étudier le comportement du champ magnétique terrestre de manière détaillée durant les derniers 500 ka (Ford, *op. cit.*). Cependant, cette méthode présente des inconvénients (Latham *et al.*, 1989) :

- la résolution peut varier au cours de l'enregistrement avec la vitesse de croissance du spéléothème, elle dépend également de l'épaisseur de l'échantillon ;
- les âges et les taux de croissance calculés dépendent de la qualité des datations Th/U (problèmes associés aux pollutions par des détritiques, à la pauvreté en uranium, etc.) ;
- en général, il n'est pas possible d'avoir des enregistrements continus très longs.

Par exemple, les tests réalisés à la grotte de Villars sur un carottage de plancher et une stalagmite montrent qu'un signal n'est détectable qu'à proximité des dépôts argileux, donc dans les zones les moins propices à des datations Th/U de qualité (D. Genty, comm. pers.).

En revanche, contrairement à la plupart des dépôts sédimentaires, les stalagmites ne semblent pas être sujettes à des « erreurs » dépositionnelles et post-dépositionnelles. Cette méthode semble donc complémentaire à l'utilisation de séquences sédimentaires pour l'étude des variations séculaires du paléomagnétisme (Latham *et al.*, *op. cit.*).

Enfin, l'enregistrement du paléomagnétisme d'un spéléothème peut permettre de le dater s'il est possible d'identifier des événements caractéristiques et de les comparer à une courbe de référence régionale datée par Th/U (Latham *et al.*, 1986 ; Latham *et al.*, 1982 ; *cf. supra*, § 6).

14. Conclusion

L'eau est soumise au cours de son cycle à un ensemble de processus qui modifient son état et sa composition sous l'influence de facteurs appartenant au système climatique (Figure 10 ; Figure 11). Les spéléothèmes constituent une étape dans ce cycle. À l'instant où ils se forment, ils enregistrent les signaux environnementaux et climatiques contenus sous forme isotopique, chimique ou particulaire dans la solution.

Ainsi, les spéléothèmes constituent l'une des meilleures archives paléoenvironnementales terrestres. En effet :

- ils sont largement répartis sur les continents ;
- ils sont souvent bien préservés par le milieu endokarstique ;
- ils peuvent être datés précisément par des méthodes radiométriques, jusqu'à environ 500 ka (par la série de l'uranium) ;
- ils fournissent une grande variété d'enregistrements paléoenvironnementaux témoignant de fluctuations à long terme comme à court terme : isotopes stables de l'oxygène et du carbone, pétrographie, éléments traces et mineurs, pollens, matière organique, champ magnétique.
- ils permettent d'aborder les variations paléoenvironnementales avec une très haute résolution temporelle pouvant aller jusqu'à l'échelle saisonnière grâce aux lamines de croissance visibles et luminescentes ;
- dans certains cas, ils peuvent être utilisés pour dater indirectement des événements sismiques, des vestiges archéologiques, des épisodes sédimentaires ou karstiques, etc.

Les spéléothèmes procurent donc des informations précieuses pour mieux connaître les paléoenvironnements continentaux à l'échelle régionale et à haute résolution temporelle. Ceux-ci permettent notamment d'améliorer nos connaissances des conditions de vie des populations préhistoriques. Par ailleurs, ils constituent des tests aux modèles climatiques de circulation générale et peuvent permettre la mise en relief des diachronismes entre les différentes composantes du système climatique. De même, ils peuvent être utilisés pour améliorer le calage chronologique des événements climatiques enregistrés par les carottes marines, au-delà de la limite de datation par le ^{14}C , et par les carottes de glace, au delà des limites du comptage des lamines annuelles, ainsi que de tous les autres enregistrements qui dépendent de ces chronologies.

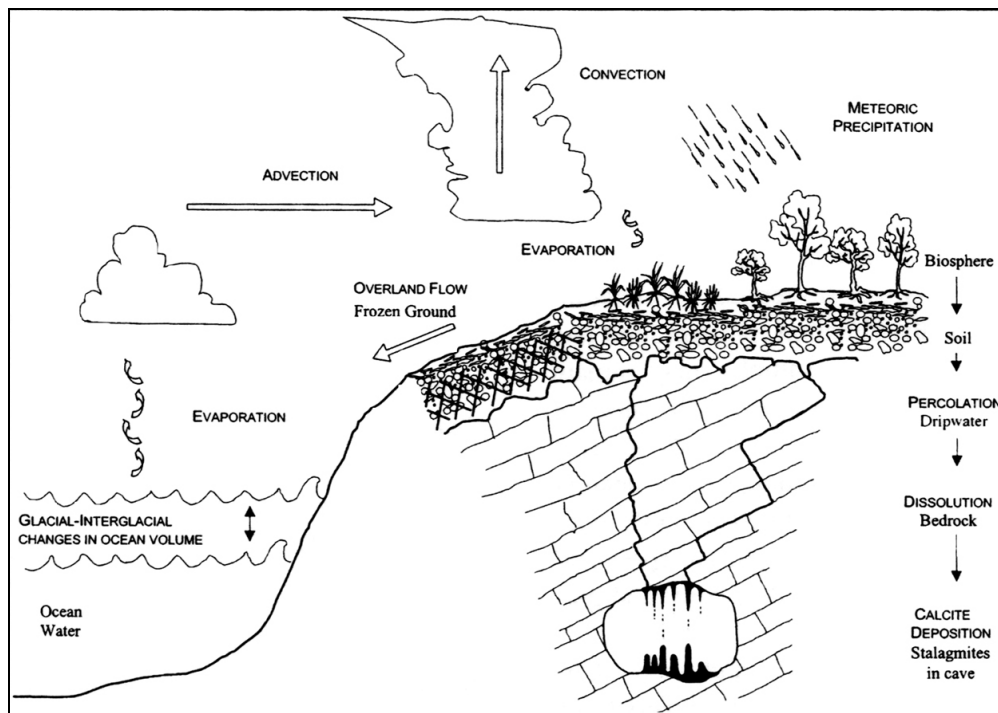


Figure 10. Les spéléothèmes et le cycle météorique (d'après Lauritzen et Lundberg, 1999).

L'advection conduit l'eau sur des distances variables et la convection change son altitude et, ainsi, le site de formation de la pluie. L'eau de pluie circule à travers la biosphère et y est modifiée. Elle peut percoler dans le sol, s'évaporer ou ruisseler (le ruissellement peut être forcé par un substrat gelé). Les eaux de percolation prélèvent du CO_2 et du CaCO_3 sur leur parcours vers la grotte, par différents cheminements. Enfin, les spéléothèmes se déposent sous la relativement faible P_{CO_2} de la cavité et enregistrent diverses signatures environnementales (Lauritzen et Lundberg, *op. cit.*).

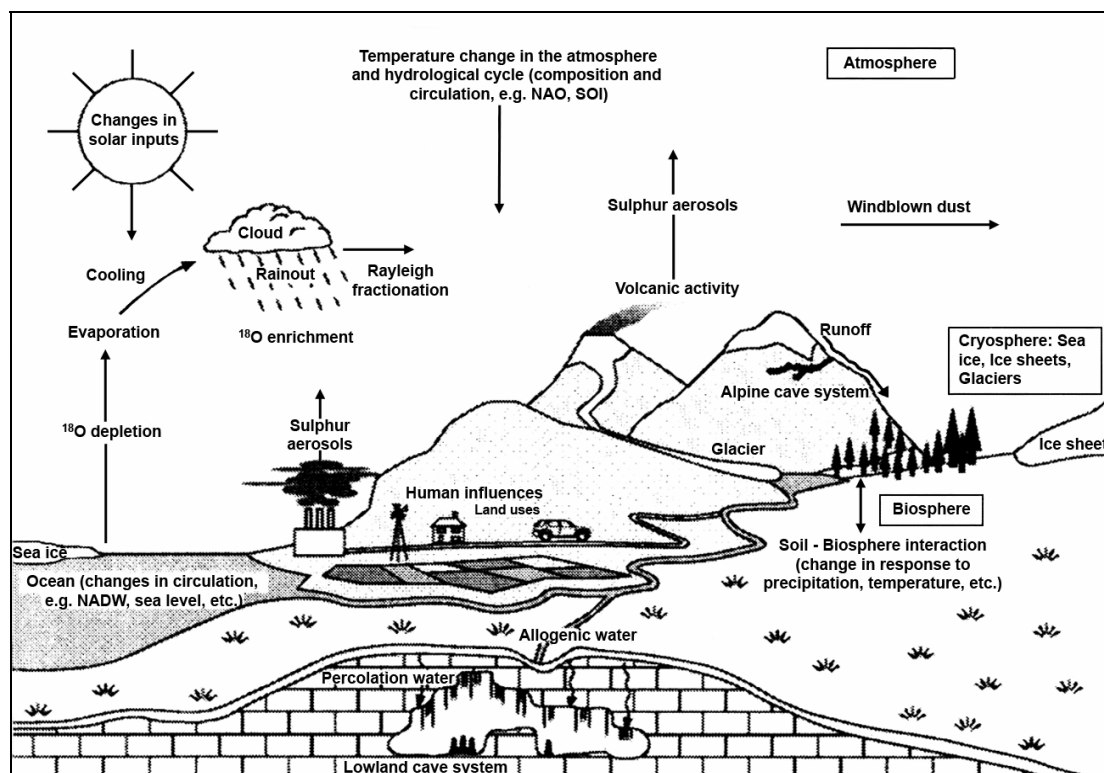


Figure 11. Relations entre les spéléothèmes et les agents extérieurs du système climatique (d'après Fairchild *et al.*, 2006, adapté de Houghton *et al.*, 2001).

Présentation des Sites

Présentation des sites archéologiques

1. La Chaise de Vouthon

1.1. Localisation et cadre géomorphologique

Les grottes de La Chaise sont localisées près de Montbron, en Charente, sur la commune de la Chaise de Vouthon (Coordonnées : 45°40'16''N, 0°26'58''E ; sur Lambert II étendu : X=452,9, Y=2076,3 ; altitude : 100 m).

Les paysages charentais montrent des reliefs modestes mais variés, en étroite liaison avec la nature du sous-sol et ses accidents. Un domaine jurassique et un domaine crétacé s'opposent et cela se traduit par exemple par une différence de karstification : dans les terrains jurassiques, affectés de phénomènes karstiques importants, le type dominant est la grotte, alors que dans les terrains crétacés se développent des abris plus ou moins vastes (Debénath, 1974). Les dépôts tertiaires sont essentiellement d'origine continentale et rapportés au Sidérolithique, à l'exception de quelques dépôts marins et côtiers (Floc'h *et al.*, 1985).



Figure 12. Localisation des sites étudiés.

La grotte de Villars, dont les spéléothèmes d'endokarst profond sont étudiés depuis une dizaine d'années, se situe non loin.

Le bassin versant de la Charente limite le Bassin Aquitain dans sa zone la plus septentrionale et s'appuie sur le Massif Central et sur les plateaux du détroit du Poitou. Dans le secteur amont du réseau hydrographique de la Charente, se trouvent la Tardoire et son affluent le Bandiat. Ces rivières ont un caractère faiblement torrentiel ; une grande partie de leurs eaux se perdent dans la région karstique de la Rochefoucauld pour resurgir aux

sources de la Touvre, plus à l'ouest (Floc'h *et al.*, 1985 ; Tournepiche, 1998). Les phénomènes de karstification qui ont affecté certaines régions charentaises, notamment celle de la Rochefoucauld, ont eu une grande importance au Quaternaire : la multiplicité des grottes et abris a favorisé les implantations humaines. Non loin de la Rochefoucauld, les grottes de La Chaise appartiennent à un vaste réseau karstique dont plusieurs cavités s'ouvrent sur la rive gauche de la Tardoire. Ce réseau se développe dans un promontoire de calcaires dolomitiques du Jurassique moyen (Bajocien) qui domine le niveau d'étiage de la Tardoire d'une quinzaine de mètres seulement. Limité par des falaises, il est constitué de deux horizons de lithologie distincte : l'horizon supérieur est cristallin, très compact et résistant, tandis que l'horizon inférieur est plus poreux, plus tendre, sableux, gélif et soluble (David et Guillien, 1953b). Les cavités se sont ouvertes entre ces deux strates de dureté

différente. Sous le château de La Chaise, les trois cavités ayant livré du matériel archéologique sont désignées par le nom de leurs premiers fouilleurs : abris Duport, Bourgeois-Delaunay (Figure 13 ; Figure 14) et Suard.



Figure 13. Vue depuis l'intérieur de la grotte Bourgeois-Delaunay.

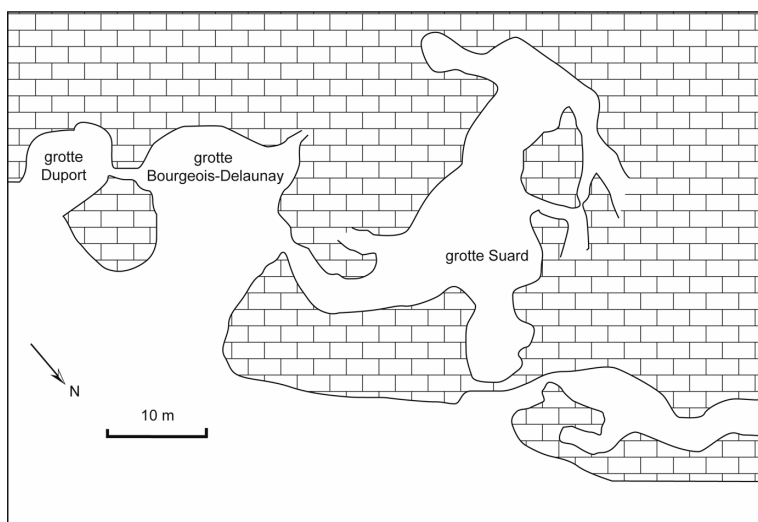


Figure 14. Plan des cavités de La Chaise de Vouthon (Debénath, 1974)

1.2. Historique

La grotte Bourgeois-Delaunay a été fouillée dès 1850 par J. Fermond mais ce n'est qu'en 1865 que les abbés Bourgeois et Delaunay en donnent une première description stratigraphique (Bourgeois et Delaunay, 1865). En 1945, suite à des dommages irréparables, une fouille systématique est entreprise, dirigée par le Professeur J. Piveteau. Au cours des campagnes de fouilles de P. David, jusqu'en 1961, plusieurs fossiles humains sont mis au jour (David, 1952 ; David et Bordes, 1950 ; David et Piveteau, 1953). A. Debénath reprend des fouilles qui s'échelonnent de 1967 à 1983. Ses travaux sont partiellement publiés dans le cadre de sa thèse d'état (Debénath, 1974). Entre 1967 et 1974, d'autres restes humains sont découverts dans la grotte Bourgeois-Delaunay (Debénath, 1967, 1968 ; Debénath et Piveteau, 1969).

1.3. Stratigraphie de la grotte Bourgeois-Delaunay

Les premières stratigraphies ont été établies lors des fouilles de David à La Chaise (David, 1957 ; David et Guillien, 1953a). Les nouvelles fouilles entreprises par A. Debénath ont pour but d'établir les rapports exacts entre les stratigraphies des grottes Bourgeois-Delaunay et Suard (que nous dénommerons désormais respectivement « BD » et « GS », par commodité). Ces fouilles se révéleront intéressantes à plusieurs titres (géologique, culturel, anthropologique, paléontologique,...). L'étude sédimentologique du gisement permet d'établir, en accord avec la paléontologie, que le remplissage de GS est antérieur à celui de BD (Debénath, 1965). A l'intérieur de BD, les fouilles sont reprises au niveau du sommet de la couche 8 de P. David, les fouilles anciennes s'étant arrêtées sur le premier plancher stalagmitique (couche 7). De ce fait, la nouvelle stratigraphie proposée par A. Debénath ne traite pas des couches 1 à 6 mises au jour précédemment. Sur la coupe frontale située dans la partie centrale de l'abri, il relève la stratigraphie la plus complète (Debénath, 1974, p. 142-143 ; [Figure 15](#) ; [Figure 16](#)) :

- 7 : Premier plancher stalagmitique, discontinu, fracturé ; épaisseur moyenne inférieure à 0,1 m.
- 8 : Couche subdivisée en quatre niveaux (argilo-sableux rouge puis jaune ; contenant des éléments calcaires altérés ; sous le plancher) ; épaisseur totale de 0,45 m.
- 8' : Couche archéologique, caractérisée par sa forte teneur en oxydes de manganèse, appelée autrefois à tort « foyer moustérien » ; épaisseur maximale de 0,15 m.
- 9 : Couche argilo-sableuse renfermant quelques éléments calcaires arrondis, très altérés, parfois encroûtés de manganèse ; épaisseur totale entre 0,2 et 0,4 m.
- 9' : Mince niveau blanchâtre, pulvérulent, présentant parfois un aspect varvé et renfermant quelques rares éléments d'industrie ; épaisseur maximale de 0,15 m.
- 10 : Couche argileuse brune appelée anciennement « couche jaune moustérienne » ; renferme quelques rares cailloux très altérés ; caractérisée par sa faune abondante dans laquelle l'ours domine largement les autres espèces ; épaisseur moyenne : 0,3 m.
- 11 : Second plancher stalagmitique ; épaisseur moyenne : 0,15 m.
- 12 : Gros blocs d'effondrement, souvent très altérés et parfois encroûtés de manganèse.
- 13 : Puissant dépôt (plus de 8 m) constitué de lits de sables et d'argiles, beaucoup plus rarement de galets de petites dimensions (maximum : 2 à 3 cm) ; présente quelques intercalations de manganèse ; repose sur du calcaire dont on ne peut dire s'il s'agit du substratum ou d'un bloc d'effondrement.

Les spéléothèmes échantillonnés dans le cadre de cette étude proviennent des deux planchers stalagmitiques (couches 7 et 11).

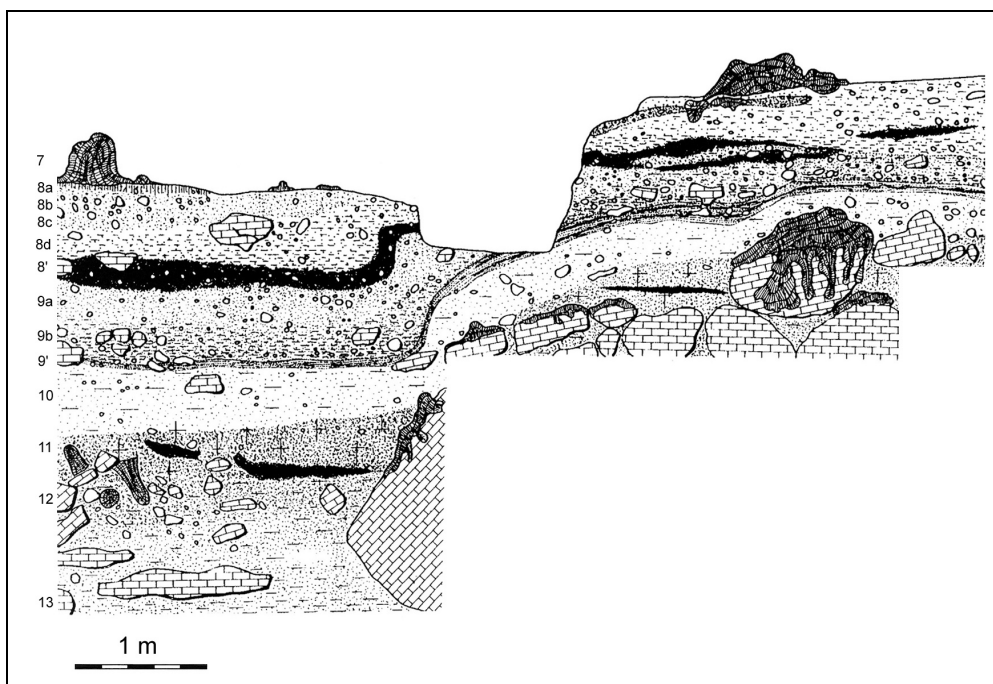


Figure 15. Stratigraphie de l'abri Bourgeois-Delaunay (Debénath, 1974).

Les deux spéléothèmes faisant l'objet de cette étude (BDinf et BDsup) appartiennent aux planchers inférieur (couche 11) et supérieur (couche 7).

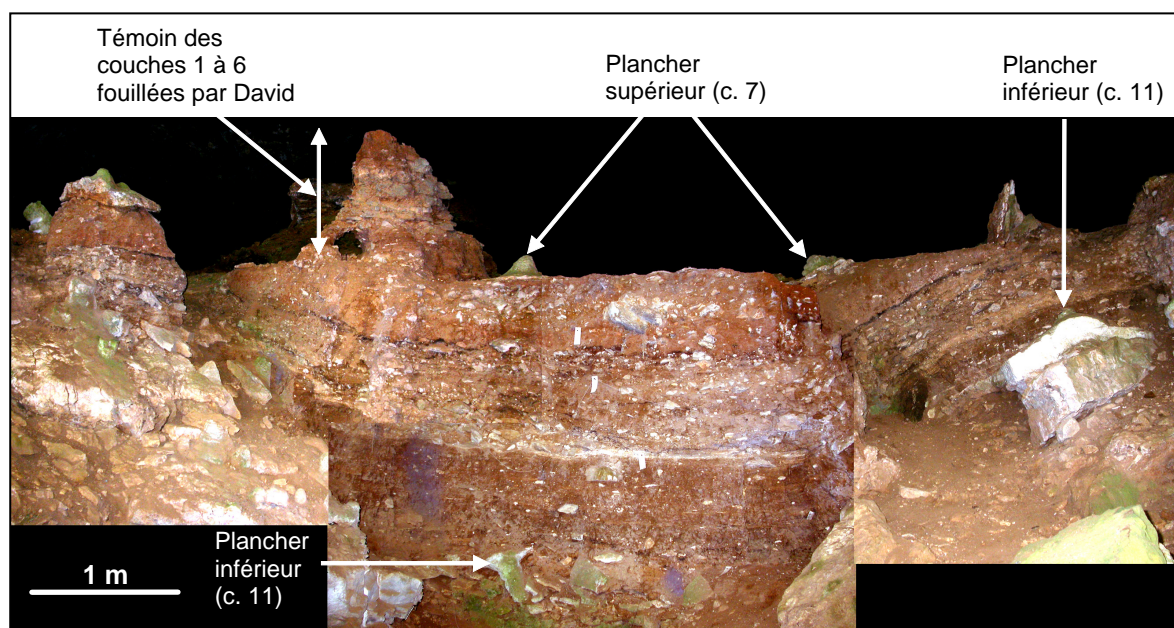


Figure 16. Coupe principale de l'abri Bourgeois-Delaunay.

1.4. Processus de formation du site

En 1999, P. Bertran publie une nouvelle étude du remplissage à partir d'une approche micromorphologique, en complément des études sédimentologiques précédemment effectuées (Debénath, 1974). Celle-ci vise à mieux comprendre les principaux mécanismes de mise en place des sédiments dans la grotte Bourgeois-Delaunay.

D'après cette étude, un lac karstique devait exister pendant la formation de la couche 13 et s'assèche à partir de la couche 12, en association avec une importante phase d'effondrement qui marque peut-être l'ouverture de la grotte sur l'extérieur. Le reste du remplissage est essentiellement constitué par du colluvionnement (ruissellement et glissement en masse), associé à de l'éboulisation. Des phases de concrétionnement s'intercalent (planchers stalagmitiques). Des phénomènes chimiques et biochimiques caractéristiques d'un milieu saturé en eau se manifestent au cours du remplissage.

La couche 9 et les dépôts sus-jacents présentent des éléments qui témoignent de l'existence d'un climat périglaciaire, dont l'impact devient de plus en plus marqué dans la partie supérieure de la séquence, en particulier dans les niveaux aurignaciens (couche 2). Cependant, ce climat périglaciaire a été interrompu au moins à deux reprises pour laisser place à un climat plus tempéré et humide, lors de la formation des planchers stalagmitiques supérieurs et inférieurs (couches 7 et 11).

Il reste cependant de nombreuses questions en suspens concernant le remplissage de BD. Ainsi, quelles sont les principales sources sédimentaires (endokarst, extérieur, ...), et surtout, quelle est leur participation respective ? Cette dernière évolue-t-elle au cours du temps et/ou selon le locus considéré ? De nombreux galets et graviers de roches endogènes ont été retrouvés lors des fouilles. Si l'on peut penser que certains parmi les plus gros, sont d'origine anthropique, quelle est l'origine des autres ? Ont-ils simplement été apportés lors d'inondations du site par la Tardoire ou proviennent-ils du décolmatage de fissures ou conduits karstiques ? Dans BD, les processus physiques liés au karst se manifestent notamment par l'affaissement et la déformation de l'ensemble des couches. Cette déformation est vraisemblablement liée à un phénomène de soutirage qui a pu se produire lors d'une phase humide pendant laquelle le réseau karstique aurait été particulièrement actif. Lors des fouilles d'A. Debénath, le toit de la nappe phréatique associée à la Tardoire battait au fond du sondage effectué dans la partie centrale de BD, dans les sédiments de la couche 13 (Debénath, 1974, p. 196). Puis une perte s'est ouverte à l'amont et a dévié les eaux de la Tardoire (Debénath, comm. pers., 2002). Cela démontre que le karst de la Rochefoucauld continue d'évoluer et que des modifications hydrologiques importantes peuvent se produire très rapidement. Par ailleurs, de nouvelles communications entre BD, GS et d'autres salles en arrière ont été explorées. Ces salles, de grandes dimensions, présentent également des remplissages importants (Debénath, comm. pers., 2005). Dans quelle mesure ceux-ci diffèrent-ils du remplissage de BD ? Cette cavité fait partie intégrante d'un réseau karstique complexe et l'on peut envisager que, par le biais de remaniements (coulées de boue, ravinement, ruissellement, processus fluviaux), certaines cavités aient participé à son remplissage et inversement. Si le milieu endokarstique autorise généralement une bonne conservation des dépôts et des vestiges archéologiques, il s'avère que les processus dynamiques génèrent parfois une certaine complexité des remplissages (interstratifications, alternances érosion/sédimentation, colmatage/décolmatage, influence de l'exokarst, etc.). Tant que ces questions ne seront pas résolues, la nature et l'origine des unités stratigraphiques définies seront incertaines et par conséquent, la signification des ensembles archéologiques et leur intégrité seront soumises à caution.

1.5. Les pollens

L'étude de la flore, conduite par M.M. Paquereau, a permis d'apporter de nouveaux indices concernant les paléoenvironnements de La Chaise (Debénath, 1974 ; Paquereau, 1976, 1979). Ceux-ci sont présentés dans le tableau de synthèse ([Tableau 3](#)).

1.6. La faune

Dans sa thèse d'état, Debénath (1974) présente les résultats (provisoires) de l'étude de la faune de BD. L'ours est l'espèce la mieux représentée dans plusieurs niveaux (jusqu'à 70% des ossements de la couche 10). La cavité a plutôt été occupée alternativement par les hommes et les ours (David et Prat, 1965, *in* Debénath, 1974 ; Armand, 1998). Les Herbivores ont pu être apportés par l'Homme ou par l'Hyène.

D. Armand étudie les restes fauniques des niveaux 8 à 10 de BD (Armand, 1997, 1998). Les espèces représentées sont nombreuses (6 de Carnivores et 14 d'Herbivores). Certaines, telles qu'*Equus hydruntinus*, le Mégacéros ou le Daim, sont considérées comme des marqueurs tempérés. En outre, les animaux de milieu steppique sont les mieux représentés suivis par ceux de milieu boisé. Les animaux témoins de conditions plus froides sont rares. Le *Bos primigenius* aux côtés du Bison implique une certaine humidité (Armand, 1998). L'auteur conclut que les niveaux 8 à 10 semblent s'être déposés sous des conditions peu rigoureuses, plutôt au début du Würm ancien (stade 5) ; la présence du Renne indiquerait une oscillation plus froide au sein du stade 5.

1.7. Les industries lithiques

Debénath (1974) présente les résultats de l'analyse des industries lithiques recueillies lors de ses propres fouilles et de celles de David (cette dernière série constitue le seul témoignage pour les couches 2 à 6, entièrement fouillées). Par la suite, A. Delagnes (1992) étudie les industries lithiques des couches 8 à 10 de BD. Parmi ses résultats, on retiendra que l'industrie de BD peut être rattachée au Moustérien typique. Les modes de production sont identiques pour l'ensemble des couches, ainsi que la gestion de l'outillage ; la représentation des différents groupes d'outils varie peu. Ces cavités ont sans doute été des lieux d'habitat, les hommes réalisaient et consommaient sur place leur production.

A ces travaux sur le matériel en silex s'ajoute l'étude récente de K. Matilla du matériel sur galets de La Chaise (Matilla, 2001, 2002, 2004). Ce dernier représente en effet une part importante des industries (46,5% à GS ; 32 % à BD ; Matilla, 2004). K. Matilla (*op. cit.*) note une différence de comportement techno-économique entre BD et GS : « les méthodes de débitage sont moins figées dans un système prédéfini » à BD qu'à GS. « Plusieurs analyses permettent d'argumenter l'idée d'une évolution des cultures à l'origine de ce changement » qui semble se situer pendant l'interglaciaire « Riss-Würm ». L'environnement, le mode d'occupation du site, l'accessibilité des matières premières ne paraissent pas être les facteurs déterminants pour provoquer les différences de gestion observées entre les deux abris (Matilla, *op. cit.*).

1.8. Les restes humains

Des restes appartenant à un enfant aurignacien ont été mis au jour par David en 1955 dans la grotte Duport (Bouvier *et al.*, 1969 ; David, 1957 ; David et Duport, 1955).

Dans la grotte Suard, les fouilles David et Debénath ont permis la découverte de 52 restes osseux. Ils appartiennent à plusieurs adultes et enfants aux caractères néandertaliens associés à un grand nombre de traits archaïques (Piveteau, 1970). Ainsi, il est établi que dès le « Riss » (~ stade isotopique 6), la différenciation néandertalienne était en cours.

Les restes humains provenant de BD correspondent à 23 restes appartenant à des adultes et des enfants (nombre minimum d'individus (NMI) = 5, dont un adolescent et deux jeunes). « Du point de vue morphologique, ces fossiles se rattachent indiscutablement aux

Néandertaliens, desquels ils ne se différencient parfois que bien peu. Certains os sont si spécialisés dans le sens des Néandertaliens qu'en l'absence de données chronologiques et stratigraphiques, il aurait été difficile d'envisager un âge pré-würmien pour ces fossiles » (Condemi, 2001). Ces fossiles, découverts dans un faible espace (11m²), ne sont pas associés à une quelconque industrie. Un certain nombre de restes osseux de BD se trouvaient entre les blocs de la couche 12, d'autres reposaient sur ces blocs, d'autres encore étaient scellés dans le plancher stalagmitique (épais d'environ 15 cm) de la couche 11.

1.9. Chronologie

En se basant sur les résultats de son analyse sédimentologique, ainsi que sur les informations d'ordre paléoclimatique fournies par l'étude des restes fauniques et des pollens, Debénath (1974) propose une chronostratigraphie pour les gisements de La Chaise (Tableau 2). Celle-ci est ensuite confirmée par des datations radiométriques sur les planchers stalagmitiques (Blackwell *et al.*, 1983 ; Schwarcz et Debénath, 1979). Ces datations sont réalisées par ²³⁰Th/²³⁴U en spectrométrie alpha et les incertitudes sont calculées à 1σ.

Bourgeois-Delaunay	Grotte Suard	Chronostratigraphie (Debénath, 1974)	Datations radiométriques		
			Age (ka)	Méthode	Auteur
2		Würm III			
3		Interstade Würm II- Würm III			
4		Würm II			
5					
6					
7 (plancher supérieur)		Interstade Würm II- Würm I	90 ± 6 à 101 ± 12	²³⁰ Th/ ²³⁴ U comptage alpha	Blackwell <i>et al.</i> , 1983
			(stalagmites sur le plancher datées jusqu'à 58 ± 7)		
			106 ± 10		Schwarcz et Debénath, 1979
8		Würm I			
8'					
9					
9'					
10					
11 (plancher inférieur)	Plancher supérieur	Interglaciaire Riss-Würm	115 ± 8 151 ± 15	²³⁰ Th/ ²³⁴ U comptage alpha	Blackwell <i>et al.</i> , 1983
			123 ± 17 à 153 ± 25		
12	48	Riss III			
	49				
	50				
	51				
	52				
	53				
	Plancher inférieur	Interstade Riss II- Riss III			
13	54	Riss II			

Tableau 2. Chronologie des gisements de La Chaise de Vouthon.

1.10. Synthèse des études antérieures sur la grotte Bourgeois-Delaunay

Unité stratigraphique (Debénath, 1974)	Géologie (Bertran, 1999)	Flore (Paquereau dans Debénath, 1974 ; Paquereau, 1976, 1979)	Faune (Debénath, 1974 ; Armand, 1997, 1998)	Industrie (Debénath, 1974 ; Delagnes, 1992 ; Matilla, 2004)	Néandertaliens (Conde, 2001)	Chronostratigraphie (Debénath, 1974)	Datations Th/U (Schwarcz et Debénath, 1979 ; Blackwell <i>et al.</i> , 1983)
2	Colluvionnement, coulées de boue, gélifraction, impact du gel de plus en plus marqué vers le haut de la séquence	<i>Pas de données</i>	Milieu ouvert, froid (?)	Aurignacien typique		Würm III	
3			<i>Pas de données</i>	<i>Pas de données</i>		Interstade Würm II-III	
4			Milieu ouvert (?)			Würm II	
5			<i>Pas de données</i>				
6			?	Moustérien ?			
7	Concrétionnement : spéléothème	Tempéré et humide	<i>Pas de données</i>	<i>Pas de données</i>		Interstade Würm I-II	90 ± 6 à 101 ± 12 ka (et stalagmites jusqu'à 58 ± 7 ; 1983). 106 ± 10 ka (1979).
8	Colluvionnement, coulées de boue, gélifraction	<i>Pas de données</i>	Faunes de milieu steppique dominant, suivies par celles de milieu boisé ; faunes de conditions plus froides sont rares	Moustérien typique		Würm I	
8'		Détérioration mais toujours humide					
9		Identique à la couche 10					
9'		Succession d'oscillations : frais et humide à la base ; amélioration en remontant (plus humide ?)					
10							
11	Concrétionnement : spéléothème	Tempéré assez humide, stade de forêt dense, optimum climatique	<i>Pas de données</i>	<i>Pas de données</i>	23 restes (NMI = 5) : entre les blocs de la couche 12, sur ces blocs ou scellés à la base du plancher stalagmitique	Interglaciaire Riss-Würm	- ~115 ± 8 à 151 ± 15 ka (1983) - 153 ± 25 à 123 ± 17 ka (1979)
12	Effondrement majeur (ouverture de la grotte/recul de la falaise ?), assèchement du lac karstique	Très rigoureux et steppique				Riss III	
13	Lac karstique, crues	Très froid et sec, steppique, à l'exception d'une passée plus humide et plus douce				Riss II ?	

Tableau 3. Synthèse des informations d'ordre paléoenvironnemental, chronologique, « culturel » et anthropologique pour chaque couche d'après les diverses approches disciplinaires.

2. Coudoulous

2.1. Localisation et cadre géomorphologique

Le gisement de Coudoulous est situé au centre du Quercy, région du sud-ouest de la France caractérisée par ses paysages calcaires de plateaux (les Causses) entaillés d'est en ouest de vallées dont la végétation contraste avec l'aridité des plateaux (Figure 17 ; Figure 18). Le Quercy appartient à la bordure orientale du Bassin Aquitain où se développe une puissante assise de calcaires karstifiés du Jurassique moyen et supérieur.

L'ensemble des cavités regroupées sous le nom de Coudoulous s'ouvre sur le plateau qui domine la confluence du Lot avec son principal tributaire de la rive droite, le Célé (Figure 18 ; Figure 19).

Le gisement de Coudoulous est situé sur la commune de Tour-de-Faure, au lieu-dit « La Bouygue » (coordonnées : 44°28'50'' N, 1°39'46'' E ; sur Lambert II étendu : X = 546,3 et Y = 1942,4). L'altitude du plateau à hauteur du gisement est de 280 m, soit 150 m au-dessus du lit actuel du Célé.

D'après la carte géologique (Astruc, 1992), le gisement s'ouvre dans les calcaires micritiques du Callovien (?), qui constituent un ensemble homogène, épais de 50 m, formé de bancs métriques. Au-dessus apparaissent les calcaires oolithiques de l'Oxfordien, dits de "St-Géry", disposés en strates d'épaisseurs variables, généralement d'ordre métrique. Le passage entre les deux formations est progressif (Kervazo *in* Jaubert *et al.*, en prép.).

Une rendzine — rendosol — nappe ce substratum, sur une épaisseur de 20 à 30 cm en moyenne.

Le karst de Coudoulous, aujourd'hui perché, relève de ce que Astruc (*op. cit.*) a dénommé les cavités héritées du paléokarst éocène, à l'image de Pech-Merle situé à proximité et à une altitude voisine. Durant le Quaternaire, ces cavités entièrement colmatées ont vu leur remplissage être partiellement vidangé ou soutiré. Elles ont parfois été « réutilisées » par des systèmes karstiques récents. Les coupoles et cheminées décapitées localement par la karstification ont autorisé la pénétration des sédiments de surface dans le réseau.



Figure 17. Localisation des sites étudiés.

La grotte de Villars, dont les spéléothèmes d'endokarst profond sont étudiés depuis une dizaine d'années, se situe dans la même région.

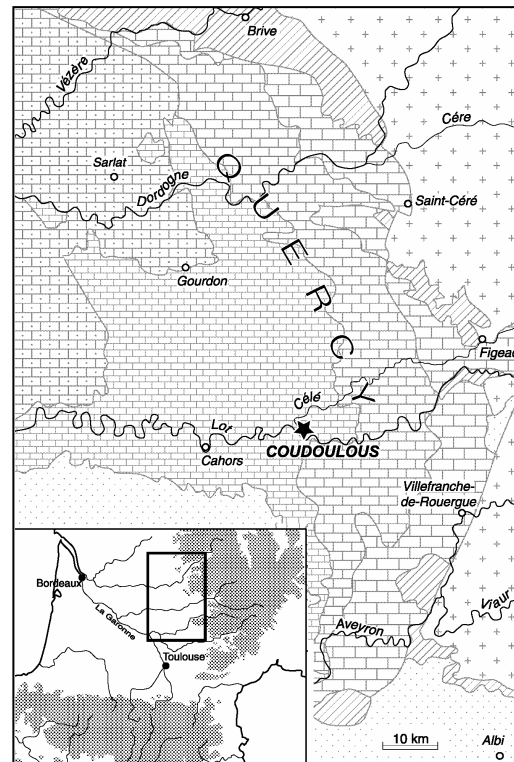


Figure 18. Localisation de Coudoulous en Quercy (d'après Jaubert *et al.*, 2005).



Figure 19. Vue de la confluence Lot et Célé, des causses et escarpements et de l'emplacement du site (cliché J. Jaubert).

2.2. Historique

Pour cette partie, nous nous appuyons sur les textes réunis par l'inventeur, G. Maury (Maury, 1993). En 1954, le Groupe Spéléologique du Quercy découvre de grandes salles (Grotte de Coudoulous) remarquables par la profusion de concrétions. Cette découverte incite le propriétaire, G. Cabessut, à entreprendre des travaux pour permettre l'accès de la grotte aux visiteurs. Ceux-ci conduiront à la découverte, en 1955, de « la Petite Grotte » ou Coudoulous II, puis en 1956, d'une nouvelle salle épidermique dont la voûte est effondrée (Coudoulous III). En 1966, le remplissage de Coudoulous I Nord est mis au jour sur 3 à 4

mètres de hauteur, tandis qu'en face un vide apparaît, entre plafond et remplissage (Coudoulous I Sud). Les travaux ont donc recoupé une ancienne cavité dont le plafond subsiste du côté droit. Au-delà, la tranchée s'enfonce vers l'intérieur du plateau dans le calcaire massif sans jamais atteindre la grotte à aménager.

A proximité, d'autres affleurements de cailloutis, d'autres cavités ou d'anciens fonds argileux de grotte où pointent des concrétions indiquent la présence d'un paléokarst décapité dont ne subsistent que des cavités résiduelles, plus ou moins détruites par l'érosion.

Le gisement archéologique de Coudoulous est identifié en 1966 par G. Maury et signalé aux autorités en 1970. Il ne fera l'objet de fouilles que plus tard : de 1978 à 1980, J. Clottes et E. Bonifay dirigent trois campagnes. A l'issue de ces travaux, J. Clottes estime disposer de suffisamment d'éléments pour mener à bien une étude générale et « gèle » toute nouvelle intervention jusqu'au terme d'une publication d'ensemble.

Ces fouilles ont concerné trois *loci* (Figure 21) :

- Coudoulous I (aven ouvert sur une salle ou une galerie, de 15 à 20 m de diamètre)

Le principal gisement, avec une stratigraphie de 6 m de puissance environ, est composé d'un très riche niveau du Paléolithique moyen (couche 4), précédé d'une séquence attribuée au « Mindel-Riss » et au début du « Riss ». Un plancher stalagmitique marque la base de la séquence fossilifère.

- Coudoulous II (grotte)

La grotte a fait l'objet d'un sondage destiné à apprécier son potentiel archéologique. Il s'agit essentiellement d'un gisement paléontologique mais la présence humaine est attestée par quelques artefacts. Plusieurs formations stalagmitiques s'intercalent dans le remplissage : couche 2 dans la partie supérieure, couche 4-5 dans la partie médiane et couche 8 vers la base.

- Coudoulous III (poche karstique)

Ce locus, assez pauvre en vestiges archéologiques, n'a pas été étudié ; seule sa stratigraphie a été relevée (9 m de hauteur).

Plus tard, en 1993, J. Jaubert relance les recherches archéologiques sur le site. A partir de l'année suivante, il se concentre sur Coudoulous I tandis que J.P. Brugal reprend la fouille du gisement paléontologique de Coudoulous II, et ce jusqu'en 2003, avec seulement une interruption en 2000 (Figure 20).



Figure 20. Vue générale du chantier de Coudoulous (cliché J. Jaubert).

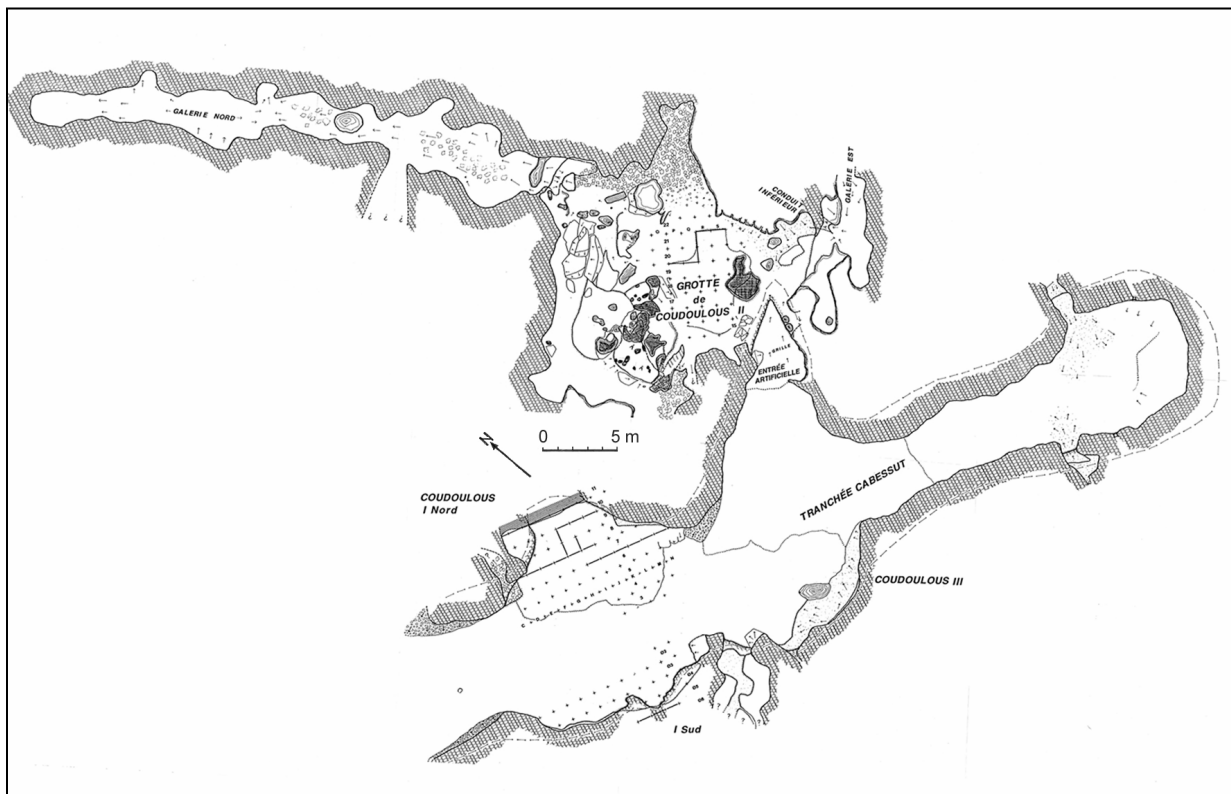


Figure 21. Plan des trois cavités de Coudoulous et emplacement des fouilles (dessin J. Jaubert).

2.3. Coudoulous I

2.3.1. Stratigraphie et processus de formation du site (B. Kervazo)

Les principaux résultats de l'étude de B. Kervazo concernant les processus de formation et la lithostratigraphie du remplissage de Coudoulous I sont présentés ici (Tableau 7 ; Figure 22 ; Jaubert *et al.*, en prép. ; Jaubert *et al.*, 2002 ; Jaubert *et al.*, 2000 ; Jaubert *et al.*, 2005). La description des différentes unités lithostratigraphiques est synthétisée sous forme de tableau en Annexe 1.

La séquence de Coudoulous I a été essentiellement alimentée par (Kervazo *in* Jaubert *et al.*, en prép.) :

- les parois de la salle, qui ont libéré des calcaires anguleux et des spéléothèmes ;
- le versant, qui a notamment fourni les argiles rubéfiées des sols du plateau et les calcaires aux formes adoucies du lapiaz.

Les événements qui se sont succédés peuvent être résumés ainsi :

- 1) Façonnage de la grotte en régime noyé (forme en cloche et état de surface des parois).
- 2) Dépôt d'argiles anciennes par décantation en contexte de karst profond (unité stratigraphique « US » 10) ; édification de vieilles concrétions en système vadose.
- 3) Formation de plusieurs générations de concrétions dont la répartition et l'évolution traduisent un assèchement progressif de la salle (de bas en haut, 8g, 8e, 8c, 8a et 7inf.).
- 4) Alternance puis cessation complète de ces phases de concrétionnement au profit de formations clastiques qui témoignent du démantèlement de l'encaissant et d'arrivées détritiques depuis le plateau (US 7). Edification d'un cône à partir d'une ouverture du toit au sud-est de la salle. Apparition des premiers vestiges archéologiques témoignant de l'ouverture de la cavité (US 8d).
- 5) À différents moments, tassements, rejeux et gélivation secondaire. Des déformations par soutirage témoignent d'un rééquilibrage des étages karstiques sous-jacents.
- 6) Solifluxion dans les seules formations qui comportent suffisamment de fraction fine (7a' et 6a). Développement possible d'un névé dans l'ouverture de l'aven ou d'un bouchon de glace à l'intérieur de la séquence (7a-b).
- 7) Démantèlement des strates actif au nord : traduit l'ouverture du toit dans ce secteur ? (5b). Un nouveau soutirage au sud (début de 5a).
- 8) Chutes gravitaires et/ou coulées sèches (5a et 3).
- 9) Interstratification du complexe 4 : témoigne de l'arrivée massive de constituants extérieurs dans la salle et d'intenses perturbations occasionnées par la fonction de piège que les hommes ont fait jouer à l'aven.
- 10) Ralentissement de la sédimentation détritique (US 3) suivi d'un arrêt au profit d'une sédimentation biochimique (plancher supérieur d'où provient la stalagmite prélevée dans le cadre de cette étude, « Cou1 »).
- 11) Eboulisation et surtout solifluxion (US 2 et 1), accompagnée de cryoturbation près des parois. Le colmatage de l'aven est presque total ; les parois sont stabilisées par le concrétionnement ; des apports éoliens ont développé la matrice.
- 12) Pédogenèse récente au sommet de la séquence sur une profondeur d'ordre métrique et derniers colluvionnements de sols.

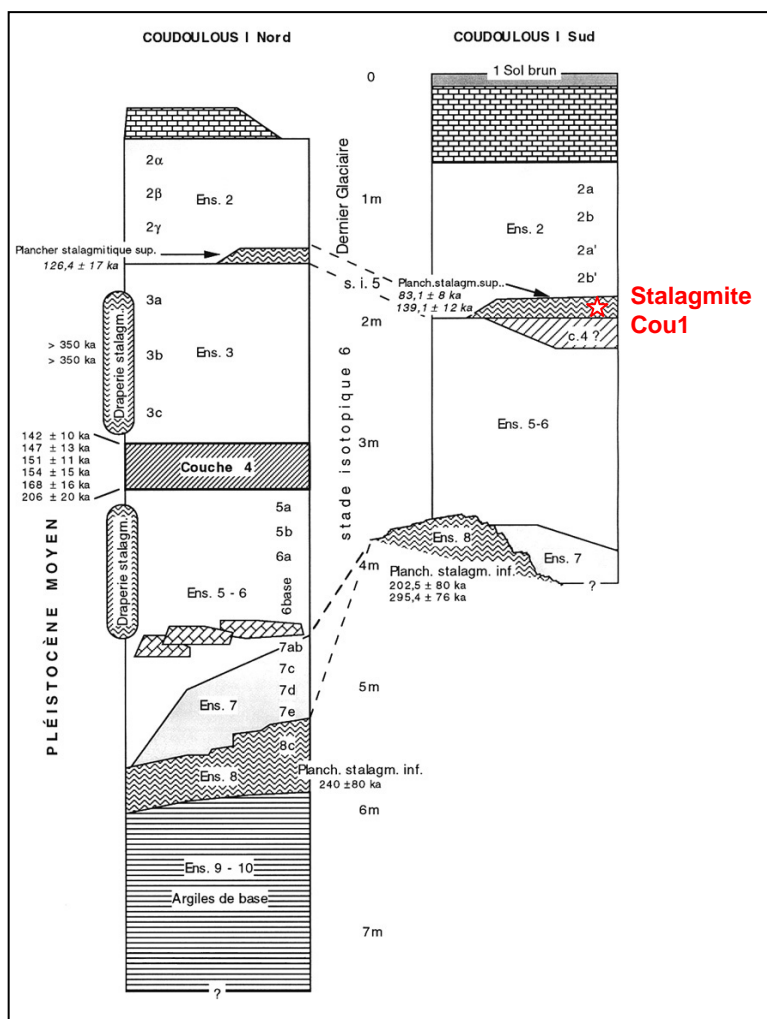


Figure 22. Log stratigraphique schématique de Coudoulous I Nord et Sud (d'après Jaubert *et al.*, 2002).

La stalagmite Cou1, prélevée dans le cadre de cette étude, provient du plancher stalagmitique supérieur, dans la coupe sud.

2.3.2. Faune

➤ Microfaune (M. Jeannet)

La microfaune de Coudoulous est en cours d'étude par M. Jeannet. L'origine de ces vestiges peut être très variable en fonction de la nature et du comportement de l'espèce considérée. Par ailleurs, les caractéristiques géomorphologiques du site ont joué un rôle primordial sur le remplissage de la cavité et les processus associés ne sont pas sans conséquence sur la distribution de la microfaune. Ainsi, tous les niveaux présentent des associations plus ou moins paradoxales de taxons susceptibles de limiter l'appréciation des variations climatiques (Jeannet *in* Jaubert *et al.*, 2005). Les interprétations climatiques de la microfaune proposées le plus récemment par M. Jeannet (*in* Jaubert *et al.*, en prép.) sont présentées dans le [Tableau 7](#).

➤ Grands mammifères (J.P. Brugal)

Les principales observations, à ce jour, de J.P. Brugal à propos de la grande faune de Coudoulous sont synthétisées ci-dessous et dans le [Tableau 7](#).

La nature des restes, la très forte fragmentation et la grande proportion d'individus immatures posent de réels problèmes de détermination taxinomique. Un premier bilan est proposé pour les ensembles 8 à 4, les autres étant stériles (Brugal *in* Jaubert *et al.*, 2005) :

Les caractères de la faune permettent de rapporter les ensembles 8 à 5 à la fin du Pléistocène moyen. « L'existence de restes juvéniles d'ours ou de lions prouve une utilisation de la cavité comme lieu de reproduction et de protection (tanières), voire d'hibernation pour les ours. ». « Les Canidés dominant et désignent ici une espèce prédatrice et nécrophage (...). L'hypothèse d'un fonctionnement de l'aven comme piège pour les Herbivores apparaît la plus probable. L'intervention humaine sur ces stocks est très faible, voire nulle » (Brugal, *op. cit.*).

La couche 4 au contraire, démontre une action anthropique importante. Le Bison des steppes constitue 98% de l'assemblage, soit plusieurs centaines d'individus. Divers éléments témoignent d'une acquisition saisonnière, récurrente, par rabattage des troupeaux vers ce piège naturel (Brugal et David, 1993).

2.3.3. Industrie lithique (J. Jaubert et V. Mourre)

L'étude de l'industrie lithique est conduite par J. Jaubert et V. Mourre. Dans les couches 8d à 5a, un peu plus d'une centaine de vestiges lithiques ont été mis au jour (Jaubert *et al.*, 2005). Les roches utilisées sont strictement locales et de qualité diverse (Jaubert, 1995). Ces vestiges sont attribuables à un Paléolithique ancien dont l'âge supposé doit se situer dans le Pléistocène moyen, entre 200 et 400 ka. L'extrême simplicité des schémas de production caractérise l'assemblage et peut être interprétée comme la marque d'un investissement technologique minimum, signant une présence humaine discrète (Jaubert, *op. cit.*).

Dans la couche 4, l'approvisionnement en matière première est strictement local. L'industrie de la couche 4 associe plusieurs schémas de production du Paléolithique moyen adaptés aux propriétés des matières premières (nature et forme des blocs disponibles ; Jaubert et Mourre, 1996).

2.3.4. Chronologie (Y. Quinif, C. Falguères et J.J. Bahain)

Une quinzaine de datations radiométriques par $^{230}\text{Th}/^{234}\text{U}$ en comptage alpha ont été réalisées pour Coudoulous I sur des spéléothèmes, par Y. Quinif au CERAK de l'Université de Mons (Quinif *in* Jaubert et Brugal, 1993 ; Jaubert *et al.*, 1994 ; Jaubert et Quinif, 1993). Les résultats sont inégaux à cause de problèmes liés à la méthode ou aux échantillons (pauvres en uranium, altérés, pollués). Le plancher stalagmitique supérieur donne des dates plutôt cohérentes du Dernier Interglaciaire. Tandis que l'ensemble 8 correspond à différentes générations de formations carbonatées beaucoup plus anciennes et dont l'âge est incertain. Les âges considérés comme fiables ou plausibles en fonction des rapports isotopiques $^{230}\text{Th}/^{232}\text{Th}$ et de la concordance stratigraphique sont présentés dans le [Tableau 5](#) (Quinif *in* Jaubert *et al.*, 2005). Les âges sont calculés à 1σ , c'est à dire qu'il y a 68% de chances que l'âge vrai se trouve entre l'âge calculé plus l'incertitude et l'âge calculé moins l'incertitude.

Par ailleurs des dates ont été obtenues par les méthodes ESR et Th/U combinées sur 5 esquilles osseuses et trois dents de bison de la couche 4 ([Tableau 6](#) ; Falguères et Bahain *in* Jaubert *et al.*, *op. cit.*). La combinaison des données ESR et Th/U permet de déterminer le type d'incorporation de l'uranium dans les échantillons (Grün *et al.*, 1988 ; Grün *et al.*, 1999). Les résultats indiquent que les échantillons ont subi des modifications chimiques qui ne permettent pas d'obtenir des âges fiables. Cependant, l'auteur considère qu'avec beaucoup de précautions, l'ensemble des âges proposés pour la couche 4 suggère qu'elle s'est déposée à la fin du MIS 6 (Falguères, 1997).

Finalement, les données concernant la chronologie de chaque unité stratigraphique sont synthétisées dans le [Tableau 4](#). Lorsque l'on ne dispose pas de datations absolues pour certaines unités, des attributions chronologiques sont proposées, à titre indicatif, en fonction de la lithostratigraphie (Kervazo *in* Jaubert *et al.*, en prép.).

Unité stratigraphique	Attribution chronologique	« Méthode » : - Datation absolue : technique / matériau - Indice de la lithostratigraphie
1	MIS 1	<i>Position et pédogenèse</i>
2	MIS 2 à 4	<i>Phénomènes périglaciaires, composante éolienne, situation en fin de séquence</i>
Plancher supérieur	MIS 5 : Au nord : 126,4 [+19,8/-16,3] ka Au sud : 83,1 [+8,7/-7,8] ka ; 139,1 [+12,9/-11,4] ka	Th/U comptage alpha (1σ) / spéléothème
3	MIS 6 ?	<i>Des épisodes rigoureux (3 à 7)</i>
4	Ossements : entre 137 ± 21 et 151 ± 23 ka Dents : entre 140 ± 21 et 209 ± 32 ka Événement interstadaire tel celui du MIS 6.5	ESR et Th/U (1σ) combinées / 5 esquilles osseuses et 3 dents <i>Episode relativement clément (lapiaz sous couvert végétal, pédogenèse). Ambiance steppique indiquée par les bisons</i>
5	MIS 6 ?	<i>Des épisodes rigoureux (3 à 7)</i>
6		
7		
Plancher inférieur : 8c	MIS 7 ou 9 ? Au nord : 229,5 p ; deux âges > 350 ka Au sud : 202,5 [+76,3/-38,9] ; 295,4 [+80,8/-43,6] ka	Th/U comptage alpha (1σ) / spéléothème
8d		<i>Ouverture du karst</i>
Plancher 8e	Interglaciaire antérieur à 400 ka	Th/U comptage alpha (1σ) / spéléothème
Plancher 8g		
9		<i>Remaniement des argiles karstiques</i>
10	Tertiaire ?	<i>Décantation d'argiles karstiques</i>

Tableau 4. Attribution chronologique des unités stratigraphiques de Coudoulous I en fonction des dates radiométriques ([Tableau 5](#) ; [Tableau 6](#)) et des indices de la lithostratigraphie (Kervazo *in* Jaubert *et al.*, en prép.).

Date	Locus	Carré	Formation	Ech.	[U] ppm	$^{234}\text{U}/^{238}\text{U}$	$^{230}\text{Th}/^{234}\text{U}$	$^{230}\text{Th}/^{232}\text{Th}$	$[\text{}^{234}\text{U}/^{238}\text{U}]_{t=0}$	Âge (ka)	+1 σ	-1 σ
1993	Sud	GAE5	Plancher sup.	sup.	0,020 \pm 0,001	1,201 \pm 0,072	0,545 \pm 0,034	2,6 \pm 0,2	1,254	83,1	+8,7	-7,8
1994	Sud	GAE5	Plancher sup.	inf.	0,084 \pm 0,001	1,089 \pm 0,022	0,733 \pm 0,029	13,8 \pm 2,0	1,132	139,1	+12,9	-11,4
1995	Nord	K10	Plancher sup.	COU-5434B	0,047 \pm 0,002	1,267 \pm 0,080	0,711 \pm 0,05	21,0 \pm 4,7	1,380	126,4	+19,8	-16,3
1993	Sud	KAE2	Plancher inf. 8	7A (sup.)	0,119 \pm 0,007	0,976 \pm 0,068	0,841 \pm 0,055	39,2 \pm 5,9	0,958	202,5	+7,6	-38,9
1992	Nord	K5	Plancher inf. 8c	COU-4376	0,054 \pm 0,001	1,032 \pm 0,036	0,887 \pm 0,053	7,6 \pm 1,1	1,061	229,5	+77,8	-42,4
1993	Sud	KAE2	Plancher inf. 8	7B(inf.)	0,125 \pm 0,002	1,021 \pm 0,023	0,940 \pm 0,028	35,2 \pm 4,7	1,048	295,4	+80,8	-43,6

Tableau 5. Datations des planchers stalagmitiques de Coudoulous I considérées comme fiables ou plausibles (Quinif *in* Jaubert *et al.*, 2005).

Echantillon	Nature	$^{234}\text{U}/^{238}\text{U}$	$^{230}\text{Th}/^{232}\text{Th}$	$^{230}\text{Th}/^{234}\text{U}$	Âge U/Th (ka)	U ppm	Âge U/Th (ka)	Âge ESR EU (ka)	Âge ESR LU (ka)	Âge U/Th-ESR	Âge ESR EUIC (ka)
COUI9502	Os	1,197 \pm 0,032	49	0,765 \pm 0,029	147 +13/-12	12,17	126 +10/-9	132	187	137	113 \pm 17
COUI9503	Os	1,165 \pm 0,028	50	0,770 \pm 0,022	151 +11/-10	16,47	145 +13/-12	138	210	138	124 \pm 19
COUI9501	Os	1,229 \pm 0,044	> 100	0,076 \pm 0,030	154 +15/-13	14,40	142 +13/-11	146	216	149	128 \pm 19
COUI9505	Os	1,271 \pm 0,040	> 100	0,882 \pm 0,029	168 +16/-14	24,50	165 +16/-13	145	233	145	131 \pm 20
COUI9504	Os	1,241 \pm 0,020	> 100	0,889 \pm 0,027	206 +20/-17	19,19	179 +15/-13	151	233	151	132 \pm 20
		Âge U/Th (ka)									
		Email	Dentine	Cément							
COUI1999	Dent	115 \pm 9/-8	> 450	284 \pm 56/-37				175	263	209	
COUI9903	Dent	122 \pm 11/-10	nc	322 \pm ind./-80				134	195	140	
COUI9902	Dent	130 \pm 9/-8	192 \pm 16/-14					153	215	167	

Tableau 6. Datation par les méthodes ESR et Th/U combinées d'os et de dents de la couche 4 de Coudoulous I (Falguères et Bahain *in* Jaubert *et al.*, 2005).

2.3.5. Synthèse

Dans le [Tableau 7](#) sont regroupés les éléments d'information d'ordre génétique, paléoenvironnemental ou chronologique fournis par l'étude du remplissage et du matériel archéologique de Coudoulous I.

Tableau 7. Synthèse des informations concernant le contexte géodynamique, climatique, animal et anthropique à Coudoulous I associées aux éléments de chronologie disponibles.

Colonne « Datation ou attribution chronologique » : regroupe les dates obtenues par des méthodes radiométriques et les indications chronologiques que certaines disciplines peuvent délivrer (*cf.* texte).

Colonne « Indications paléoclimatiques » : indications fournies par l'étude de la microfaune, de la faune ou de la géologie.

Unité stratigraphique	Dynamique sédimentaire (d'après Kervazo)	Type de fréquentation humaine et animale (d'après Jaubert et Brugal)	Indications paléoclimatiques		Datation ou attribution chronologique
			Microfaune (d'après Jeannet)	Faune (F) (d'après Brugal) Géologie (G) (d'après Kervazo)	
1	Colmatage final, pédogenèse	Aucune	Absente	Amélioration jusqu'au climat actuel (G)	MIS 1
2	Colluvionnement, éboulisation sporadique, apports éoliens, solifluxion			Périglacière (G)	MIS 2 à 4
Plancher supérieur	Concrétionnement			Tempéré humide (G)	MIS 5 : Au nord : 126,4 [+19,8/-16,3] ka ; Au sud : 83,1 [+8,7/-7,8] ; 139,1 [+12,9/-11,4] ka. (Th/U, 1σ ; d'après Quinif)
3	Eboulisation, coulées sèches, gel secondaire			Froid (G)	MIS 6 ?
4	Eboulisation, apport de sédiments du plateau, bioturbation, tassement, altération chimique	Plusieurs centaines de bisons : acquisition saisonnière par rabattage de troupeaux vers ce piège naturel ; exploitation des carcasses par l'Homme	Phase la plus continentale : températures basses et amplitudes maximales ; l'enneigement devait perdurer plus de 3 mois par an	Continental, steppique (F) ; Intermédiaire, steppique (G)	Ossements : entre 137 ± 21 et 151 ± 23 ka. Dents : entre 140 ± 21 et 209 ± 32 ka. (ESR – Th/U combinées, 1σ ; d'après Falguères et Bahain)
5	Agrandissement de l'ouverture de l'aven. Edification d'un cône d'éboulis plus ou moins ouvert, par passées (ruissellement et infiltrations) ; coulées sèches ; solifluxion ; cryoclastisme	Matériel peu abondant, de type comparable à celui de 7 ; action humaine toujours discrète	Recrudescence du froid ; intense pluviosité	Froid	MIS 6
X 6			Radoucissement caractérisé par l'influence océanique		
7sup		Plusieurs milliers de restes ; lieu de reproduction et de prédation pour les Carnivores, d'hibernation pour les ours ; piège pour les Herbivores, consommés par les Carnassiers et occasionnellement par les Hommes	Net refroidissement	Transition	MIS 6-7
7moy 7inf	Fin du concrétionnement ; éboulisation gravitaire (colmatage par infiltration de matrice terreuse)				
8a	Concrétionnement biochimique, égouttements	Occupation par quelques rapaces (apport de microfaune) Premiers artefacts	Température élevée ; fort taux d'humidité	Tempéré, humide (G)	?
8b	Eboulisation, petites coulées boueuses, sédimentation (bio-)chimique			?	?
8c	Concrétionnement important. Les égouttements principaux sont périphériques ; corrosion, évaporation			Chaud à tempéré, humide, durablement (G)	MIS 7 ou 9 ? Au nord : 229,5 [+77,8/-42,4] ; deux âges > 350 ka. Au sud : 202,5 [+76,3/-38,9] ; 295,4 [+80,8/-43,6] ka. (Th/U, 1σ ; d'après Quinif)
8d	Effondrement (soutirage ?), ouverture du toit			?	?
8g-e 8e 8g	Concrétionnement polyphasé important en ambiance de karst interne mais évolution des conditions aérologiques (ouverture ?)			Chaud à tempéré, humide, durablement (G)	Interglacière antérieure à 400 ka (Th/U, 1σ ; d'après Quinif)
9	Remaniement des argiles (soutirage, coulées boueuses)			Chaud (G)	?
10	Décantation d'argiles anciennes en karst interne				Tertiaire ?

2.4. Coudoulous II

2.4.1. La cavité

La salle qui renferme le remplissage étudié est accessible par une entrée artificielle (Figure 23). Une galerie nord conduit à un réseau inférieur (Figure 21). Une deuxième galerie part de l'entrée vers l'est et se poursuit par une série de salles sans remplissage détritique important. Au départ de cette galerie, un petit cône s'est formé sous une trémie et est alimenté par l'horizon humique du sol actuel. En outre, un conduit dirigé vers le bas (conduit inférieur) mène à un vide créé par l'effondrement d'un très gros pilier stalagmitique et de blocs.

Le toit de la salle a une épaisseur de l'ordre de 3 m et est creusé de coupoles de dissolution (1 à 2 m de diamètre) façonnées en régime noyé. Elles indiquent donc une karstification très ancienne. Elles peuvent être coalescentes et s'aligner, trahissant la présence de diaclases. L'une de ces diaclases est à l'origine de l'introduction dans la cavité des sédiments de la séquence étudiée (Kervazo et Brugal *in* Brugal, 2000).

Par ailleurs, la salle se caractérise par un concrétionnement très abondant avec stalactites et colonnes dont le diamètre va du centimètre à plusieurs mètres et dont certaines s'alignent. Les piliers et stalactites importantes sont systématiquement cassés ou décollés du plafond, témoignant soit de soutirages soit de tassements et réajustements du remplissage. Certaines cassures sont anciennes et d'autres très récentes. La cavité est toujours active : après des pluies prolongées, de très nombreux égouttements apparaissent, certaines zones deviennent



très humides et toutes les concrétions fonctionnent alors (Kervazo et Brugal, *op. cit.*). On remarque enfin quelques racines qui pénètrent dans la grotte.

Figure 23. Vue de l'entrée artificielle de la cavité Coudoulous II (cliché J.P. Brugal).

2.4.2. Stratigraphie et processus de formation du site (B. Kervazo et J.P. Brugal)

Les résultats de l'étude géologique du remplissage conduite par B. Kervazo et J.P. Brugal sont synthétisés ici (Brugal, 2000, 2002). La zone étudiée correspond à la partie est de la salle. La faune et les sédiments qui s'y sont accumulés ont pénétré depuis le nord du secteur fouillé : la voûte remonte alors doucement et est trouée par une diaclase d'orientation NO-SE. Le remplissage détritique forme un dôme qui colmate presque entièrement la salle.

En l'état actuel des travaux, le remplissage de la cavité peut être subdivisé en quatre ensembles d'importance inégale (Figure 24) :

- ensemble supérieur : comprend la couche 4 jusqu'au sommet de la séquence ;

- ensemble moyen : limité par deux phases de concrétionnement, il regroupe les couches 5 à 8 ;
- ensemble inférieur : correspond à la couche 9 ;
- ensemble basal : formé des dépôts les plus anciens jusqu'à la couche 10.

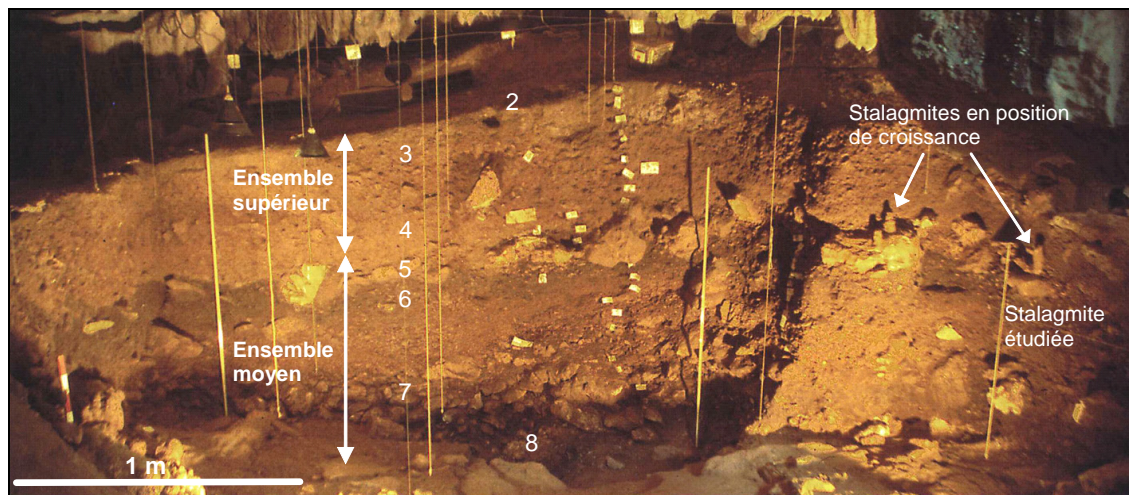


Figure 24. Coupe principale du remplissage de Coudoulous II (photo extraite de Brugal, 2000, complétée).

Le spéléothème prélevé dans le cadre de cette étude provient de la couche 5 (Figure 24).

Selon Kervazo et Brugal (*op. cit.*), la mise en place de la séquence peut être résumée comme suit (pour une description plus complète, cf. Annexe 2) :

- ❖ **L'ensemble basal** (jusqu'à la couche 10) se met en place alors que la salle est en milieu karstique interne.
 - Couches 12, 11 et 10 : dépôt d'argiles par des alluvionnements calmes.
 - Un vieux et épais plancher entre les couches 11 et 10 témoigne de plusieurs phases de concrétionnement.

Ce dernier pourrait correspondre au plancher 8 de Coudoulous I tandis que la couche 10, alluviale, ne se serait pas déposée à Coudoulous I, qui était peut-être déjà ouvert.

- ❖ **L'ensemble inférieur** (couche 9) trahit l'ouverture de cette partie du réseau (restes fauniques). Néanmoins cette ouverture semble éloignée ou de petites dimensions (pas d'apports extérieurs dans les sédiments).
- ❖ **L'ensemble moyen** (couches 5 à 8) est largement mis en place par les processus gravitaires, il marque le début de l'accrétion du cône. Il révèle un démantèlement du plafond au niveau de la diaclase qui autorise une introduction massive des sols du plateau dans la salle. La distribution des dépôts s'explique, au moins en partie, par le jeu des soutirages et des érosions.
 - Couche 8 : concrétionnement polyphasé par écoulements laminaires et égouttements.
 - Couches 7c, 7inf, 7b, 7a2, 7a1 : mise en place gravitaire de blocs issus du démantèlement de l'encaissant et du lapiaz de surface ; arrivée de formations externes dans la salle ; approvisionnement variable en fraction fine, depuis l'extérieur ; arrêts prolongés de la sédimentation détritique marqués par des concrétionnements
 - Couche 6 : couche repère noirâtre qui semble résulter de l'introduction de l'horizon organique du sol du plateau dans la cavité par des mécanismes gravitaires ; stabilisation de l'ouverture de la salle, vraisemblablement consécutive au développement d'un sol sur le causse.

- Couche 5 : démantèlement du massif calcaire ; des égouttements et ruissellements induisent la formation de stalagmites sur les blocs et d'un plancher latéralement.
- ❖ **L'ensemble supérieur** (couche 4d jusqu'au sommet) rejoint l'ouverture du plafond et bouche ainsi la diaclase. Il se caractérise par une fragmentation des calcaires qui peut être rapportée au cryoclastisme. La cryoturbation, dont l'action est antérieure au dépôt de la couche 3, a profondément pénétré les dépôts.
 - Couche 4d : processus gravitaires et action du gel secondaire ; petites coulées sèches.
 - Couche 4c : annonce une évolution de la dynamique sédimentaire : reprise du démantèlement et début de colmatage.
 - Couches 4b, 4b', 4a, 4a', 3b' : variations dans l'approvisionnement en matrice par rapport à la fraction grossière. La cryoturbation est le processus post-dépositionnel le plus important.
 - Couche 3 : deux stocks sédimentaires (le sol du plateau et des éléments apportés par le vent) alimentent des dépôts par ruissellement, éboulisation et coulées boueuses.
 - Couche 2 : mince plancher stalagmitique discontinu associé à des égouttements ponctuels, éventuellement accompagnés de ruissellement localisé.
 - Couche 1 : arrivées sporadiques gravitaires depuis l'extérieur ou depuis le plafond (e.g. faune, stalactites) ; remobilisations possibles du toit de la couche 4.

Le **Tableau 8** présente les informations d'ordre paléoenvironnemental qui peuvent être extraites de l'étude géologique de la séquence de Coudoulous II.

Ensemble	Unité stratigraphique	Informations paléoenvironnementales
	1	
Ensemble supérieur	2	Conditions clémentes : plancher stalagmitique.
	3	Aridification possible si la fraction limoneuse est d'origine éolienne.
	4	Episode froid : cryoclastisme, cryoturbation.
Ensemble moyen	5	Conditions relativement clémentes et humides : plancher stalagmitique.
	6	Episode clément : activité biologique, abondance de matière organique héritée, état d'altération des cailloux,...
	7	Episode tempéré : forte activité biologique ; fraction fine attestant de sols évolués sur le causse ; croissance de stalagmites.
	8	
Ensemble inférieur	9	Ouverture du réseau sur l'extérieur.
Ensemble basal	10	<i>Ambiance de karst interne.</i>
	Plancher basal	
	11	
	12	

Tableau 8. Informations paléoenvironnementales déduites de l'étude géologique du remplissage de Coudoulous II (d'après Kervazo et Brugal *in* Brugal, 2000, 2002).

2.4.3. Anthracologie et Palynologie (I. Thery-Parisot ; M. Girard, B. Thi Mai et J. Renaud-Miskovsky)

Les charbons de bois présents dans le remplissage ont été étudiés par I. Thery-Parisot (*in* Brugal, 2000). Il sont essentiellement concentrés dans les niveaux 6 et 7 mais leur origine, anthropique ou naturelle, reste incertaine en l'absence de témoins directs (foyers par exemple). Par ailleurs, divers éléments permettent de supposer une perturbation verticale des charbons depuis la couche 7a2 qui serait la couche de dépôt originelle. D'un point de vue paléoécologique, « la composition floristique de l'assemblage est cohérente (...) et peut

définir une formation mésophile de charmaie-chênaie » (64,5% de Charme). « La présence du Charme, qui supporte très mal la sécheresse estivale, indique que si les températures moyennes étaient proches des températures actuelles, en revanche, la pluviométrie moyenne annuelle était plus importante ou au moins différemment répartie tout au long de l'année. Il semble donc que le plateau de Coudoulous n'était pas soumis, à cette époque, aux influences méditerranéennes comme il l'est actuellement mais à des influences océaniques plus marquées ». L'auteur favorise l'hypothèse d'un rattachement de cet assemblage anthracologique au MIS 5.

L'étude palynologique est en cours (Girard, Thi Mai et Renaud-Miskovsky dans Brugal, *op. cit.*). Parmi les premiers résultats, on retiendra les informations suivantes :

- Plancher stalagmitique 8 et couche 9 : quasiment stériles.
- Couche 7c : pollens particulièrement abondants au sommet, leur nombre diminue vers la base ; la fréquence pollinique des arbres est très basse (2,4%) et il ne s'agit que de taxons qui supportent le froid ; le tapis herbacé est essentiellement constitué de composées et de graminées auxquelles s'ajoutent quelques steppiques.
- Couche 6 : strate arborée également pauvre (2-3%).
- Couches 7a1 et 7a2 : légère augmentation de la strate arborée (6 à 12%) ; quelques pollens d'arbustes (aulne, noisetier) et de grands arbres (chêne, tilleul, orme, charme, etc.) apparaissent ; les composées dominent toujours la strate herbacée.

La présence de pollens d'essences mésothermophiles dans les niveaux 7a1 et 7a2 est problématique au vu des pourcentages de pollens arboréens : sont-ils représentatifs d'un épisode climatique de type interstade ou sont-ils liés à des phénomènes post-dépôtionnels ? Dans le premier cas, ces résultats seraient convergents avec ceux de l'étude anthracologique.

2.4.4. Faune

➤ Microfaune et avifaune (M. Jeannet ; A. Louchart)

Les vestiges de petits mammifères sont peu abondants et souvent mal conservés dans le remplissage de Coudoulous II. Cependant, la présence de quelques espèces étant de bons marqueurs climatiques ou chronologiques apporte des éléments de réflexion. Les données paléoenvironnementales issues de l'étude de M. Jeannet (*in* Brugal, 2000, 2002), sont présentées dans le tableau de synthèse (Tableau 10). Par ailleurs, on retiendra que la couche 9 a livré des restes caractéristiques permettant de la situer dans une phase finale de l'avant-dernière glaciation (MIS 6), contemporaine de la couche 4 de Coudoulous I (couche à bisons).

Quelques informations paléoenvironnementales sont extraites également de l'étude des restes d'oiseaux par A. Louchart (*in* Brugal, 2000) (Tableau 10). Coudoulous II a livré au moins 12 taxons différents provenant en grande partie de la couche 4. Les processus post-dépôtionnels ont fortement affecté les vestiges. Cependant, l'avifaune des différentes couches de Coudoulous II paraît qualitativement homogène.

➤ **Grands mammifères (J.P. Brugal et S. Costamagno)**

Plusieurs milliers d'ossements proviennent du remplissage de Coudoulous II. Cependant, il faut souligner que la zone de fouille se situe en marge du cône d'éboulis alimenté en grande partie par des éléments extérieurs. Dans cet emplacement périphérique, le matériel peut avoir subi des phénomènes de transport et d'étalement et les représentations taxinomiques et anatomiques peuvent être biaisées (Brugal, 2000).

Un gradient dans la fréquentation de la cavité par les carnivores apparaît. L'origine des assemblages est naturelle, provenant d'animaux piégés dans ce karst à composante verticale (Costamagno, 1999). La cavité n'a pas servi de repaire de carnivores. On note que la couche 6 est caractérisée par la dominance des restes de Chevreuil, suggérant un climat tempéré, tandis que la couche 9 a livré une association faunique évoquant un climat froid et un milieu ouvert (Brugal, 2002).

Selon la structure des associations fauniques, la succession climatique suivante peut être proposée :

- ensemble supérieur froid à frais ;
- ensemble moyen globalement tempéré avec possibilité de récurrence fraîche ;
- ensemble inférieur froid.

Les données biochronologiques permettent de situer la séquence de Coudoulous II entre une période froide de l'avant-dernier glaciaire telle que le MIS 6 (couche 9) et le début du dernier glaciaire (OIS 4 ou 3 ; Brugal, *op. cit.*).

2.4.5. Industrie, présence humaine (J. Jaubert)

Le remplissage est extrêmement pauvre en vestiges lithiques : un peu plus d'une centaine de pièces ont été décrites au total. Cependant, toutes les unités sédimentaires ont livré au moins quelques artefacts. Les plus riches sont les couches 4, 6 et 7.

Pour expliquer la présence de cette série lithique, deux principales hypothèses sont habituellement évoquées (Jaubert, *in* Brugal, 2000) :

- soit les hommes ont fréquenté les abords de l'aven et quelques pièces ont été entraînées par les colluvions : des vestiges anthropiques se trouvent alors mélangés avec les restes d'un piège à faune sans qu'aucune relation ne les lie,
- soit les hommes étaient attirés par cet aven piège et son potentiel en nourriture carnée : le matériel lithique résulte d'abandons suite à quelque activité à des fins alimentaires.

Quoi qu'il en soit, l'auteur souligne que les associations d'artefacts et de vestiges osseux d'origine naturelle se répètent tout au long de la séquence. Par ailleurs, si l'étude taphonomique des restes osseux montre que leur accumulation est d'origine naturelle (*cf. supra*), divers indices témoignent de l'action de l'homme sur les ossements, en particulier dans l'ensemble moyen (Brugal, *op.cit.*).

2.4.6. Chronologie (Y. Quinif)

Vingt sept datations Th/U ont été réalisées à partir des spéléothèmes du remplissage de Coudoulous II. Comme celles de Coudoulous I, elles ont été effectuées par spectrométrie alpha au CERAK de Mons par Y. Quinif. Les résultats sont inégaux à cause de problèmes liés à la méthode ou aux échantillons. En particulier, les rapports $^{230}\text{Th}/^{232}\text{Th}$ s'avèrent généralement trop faibles et indiquent des contaminations des spéléothèmes, rendant les

âges calculés non fiables (cf. *infra*, « Matériel et Méthodes, Datation par les séries de l'uranium »).

Trois échantillons issus des couches 6 et 5 semblent toutefois se distinguer par une meilleure fiabilité de leur datation. L'erreur sur l'âge est importante à cause du faible rendement en thorium couplé à des teneurs très basses en uranium. Cependant, ils garantissent l'appartenance du plancher moyen au MIS 5 (Quinif *in* Brugal, 2000 ; [Tableau 9](#)). Les âges dont la fiabilité est faible, essentiellement à cause de problèmes de contaminations, ont également été reportés dans le [Tableau 9](#) mais pas ceux considérés comme très peu fiables.

Couche	Carré	Ech.	[U] ppm	$^{234}\text{U}/^{238}\text{U}$	$^{230}\text{Th}/^{234}\text{U}$	$^{230}\text{Th}/^{232}\text{Th}$	$[^{234}\text{U}/^{238}\text{U}]_{t=0}$	Âge (ka) erreur à 1σ
2	O20	surface (1993)	0,069 ±0,003	1,175 ±0,067	0,307 ±0,041	4,7 ±1,6	1,196	39,4 [+6,7/-6,3]
2	ouest	5751	0,062 ±0,002	1,055 ±0,047	0,167 ±0,020	3,0 ±0,8	1,058	19,7 [+2,7/-2,6]
2	V19	6114-1	0,070 ±0,002	1,067 ±0,043	0,153 ±0,016	3,1 ±0,6	1,070	18,0 [+2,0/-2,0]
2	V19	6114-2	0,067 ±0,002	1,053 ±0,033	0,328 ±0,032	8 ±3	1,059	42,9 [+5,3/-5,0]
5	?	c5ab	0,049 ±0,004	1,201 ±0,124	0,572 ±0,046	14 ±1,6	1,258	89, 2 [+13,4/-11,2]
5	Q21	5750	0,045 ±0,001	1,087 ±0,042	0,727 ±0,068	4,1 ±0,9	1,128	136,8 [+31,2/-23,5]
5	ouest	5753	0,047 ±0,001	1,085 ±0,032	0,779 ±0,038	13,6 ±3,2	1,132	158,4 [+21/-17]
6	Q20	5754	0,055 ±0,002	0,998 ±0,060	0,645 ±0,090	371	0,997	112,3 [+35/-25]
8	T19	6610	0,078 ±0,001	1,071 ±0,009	0,935 ±0,027	144 ±121	1,151	270,5 [+42,5/-30,3]

Tableau 9. Résultats analytiques des datations Th/U en comptage alpha sur les planchers stalagmitiques de Coudoulous II considérées comme fiables ou plausibles (Quinif *in* Brugal, 2000, en prép.).

2.4.7. Synthèse

Unité stratigraphique	Dynamique sédimentaire	Indications paléoclimatiques et chronologiques			Datation ou attribution chronologique	
		Microfaune (M) Avifaune (Av) Anthracologie (An)	Faune	Géologie		
1	Ebouilisation, reprise des sols du plateau ; concrétionnement		Froid à frais	Amélioration jusqu'au climat actuel	MIS 1 ? (G)	
2	Concrétionnement			Clément	MIS 3 ? Datations peu fiables de 18 ±2 à 43 ±5 ka	
3	Ruissellement, ébouilisation, coulées sèches, apports éoliens			Aridification (?), froid	MIS 4 ? (G, M, Av)	
4a 4b	Ebouilisation ; quelques coulées sèches ; coulées boueuses ; reprise des sols du plateau ; cryoturbations importantes	Milieu ouvert ; climat assez frais avec au moins des étés doux (Av)		Froid		
4c	Prolonge 4d mais début de colmatage par infiltration					
4d	Ebouilisation, gel secondaire, coulées sèches. Phase de concrétionnement au toit	Rigoureux (M)		Froid mais amélioration au toit		
5	Démantèlement des parois d'origine dynamique, puis concrétionnement important	Recrudescence du froid	Globalement tempéré avec possibilité de récurrences fraîches (couche 6 : milieu tempéré)	Humide et tempéré	MIS 5 89,2 [+13,4/-11,2] ka ; 158,4 [+21/-17] ka.	
6	Concrétionnement sur un cône stabilisé puis glissement de sol organique du plateau	Composantes de milieu ouvert et de milieu boisé ; indication d'étés doux (Av)		Tempéré	MIS 5 112,3 [+35/-25] ka.	
7a	Ebouilisation des parois et d'éléments du plateau ; ruissellement ; concrétionnement ponctuel	Mélange de formes würmiennes et ancestrales : correspondrait à une phase du Würm ancien (M)		Tempéré	- hypothèse courte (privilegiée à ce jour) : MIS 5	
7inf (O) 7b (E)	Effondrement d'une partie du toit ; introduction de sol du plateau ; intercalation de phases d'arrêt de la sédimentation détritique au profit du concrétionnement	7a2 : Charmaie-chênaie, climat tempéré avec influence océanique plus marquée qu'aujourd'hui ; rattachée à l'optimum climatique du MIS 5 (dernier interglaciaire) (An)		Phases tempérées humides		
7c	Reprise de la sédimentation détritique marquant l'ouverture du toit au niveau de la diacase : introduction d'éléments du plateau témoignant d'une forte activité biologique	Composantes de milieu ouvert et de milieu forestier (Av)		Tempéré humide	- hypothèse longue : MIS 5 à 7 ou antérieur ?	
8	Concrétionnement important, polyphasé	Appartiendrait au dernier interglaciaire (M)		Tempéré humide		
9	Reprise <i>pro parte</i> de la couche 10 (coulées boueuses ? transport fluvial ?) Ouverture du réseau sur l'extérieur (plus loin) Mince plancher entre 9 et 10	Recrudescence du froid (M)		Froid et milieu ouvert	Tempéré, humide	MIS 6 ? (M)
10	Sédimentation d'origine alluviale				?	?
Plancher basal	Plusieurs générations de concrétions			Clément, humide	Contemporain de l'ensemble 8 de Coudoulous I ?	
11 12	Alluvionnements, décantation, remaniement d'argiles karstiques			?	?	

Tableau 10. Synthèse des informations d'ordre paléoenvironnemental et chronologique pour chaque couche d'après les diverses approches disciplinaires.

Géologie d'après Kervazo. Microfaune d'après Jeannet. Avifaune d'après Louchart. Anthracologie d'après Thery-Parisot. Faune d'après Brugal et Costamagno. Datations Th/U par spectrométrie alpha sur les spléothèmes d'après Quinif. Toutes ces contributions sont extraites de Brugal (dir.), 2000, 2002, en prép.

Matériel et Méthodes

Matériel et Méthodes

Dans ce chapitre, les spéléothèmes faisant l'objet de cette étude sont présentés ainsi que les différentes étapes de leur analyse, la méthodologie et les moyens techniques utilisés.

1. Prélèvements sur les sites étudiés

1.1. La Chaise de Vouthon : grotte Bourgeois-Delaunay

➤ Spéléothèmes

Les planchers stalagmitiques de la grotte Bourgeois-Delaunay, datés de l'OIS 5, ont été échantillonnés (Figure 25). Pour une meilleure précision des résultats, des stalagmites ont été prélevées, puisqu'elles constituent une dilatation localisée de la séquence enregistrée par les concrétionnement.

Ces échantillons ont été nommés :

- « BDinf » pour la stalagmite prélevée au niveau du plancher inférieur (couche 11) ;
- « BDsup » pour celle du niveau supérieur (couche 7).

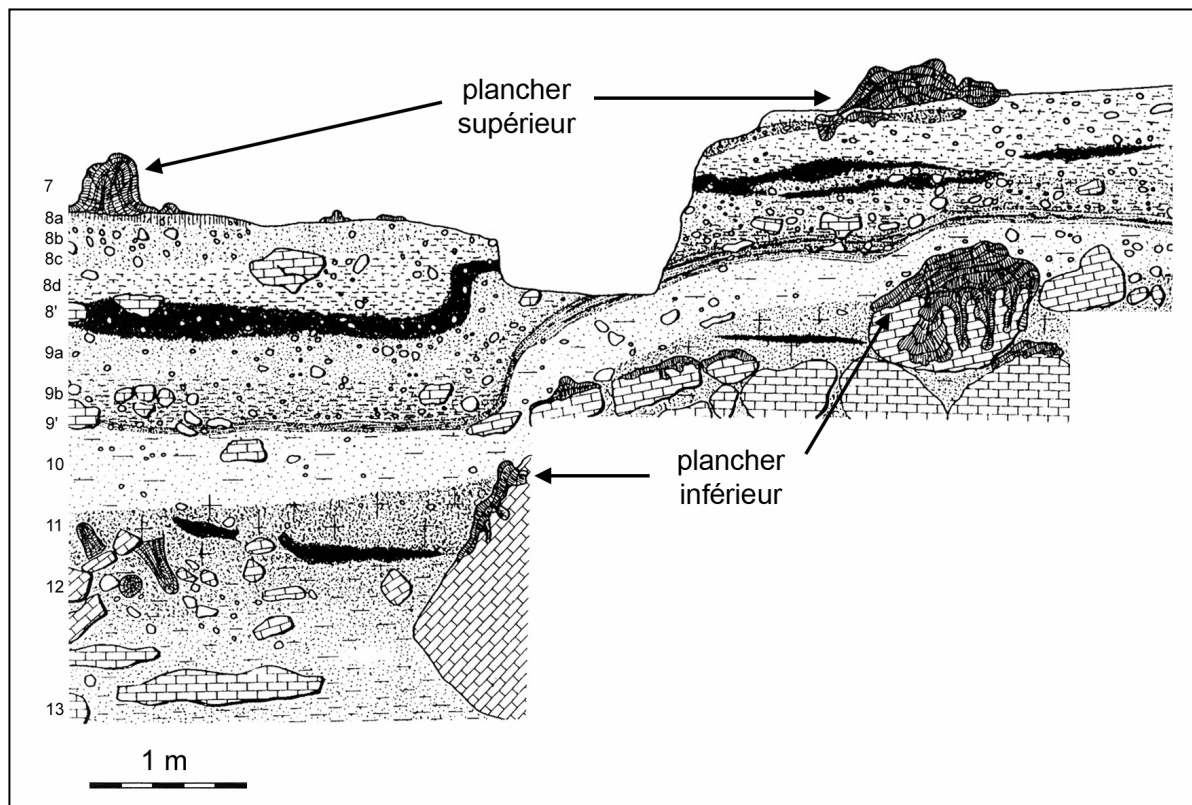


Figure 25. Stratigraphie de l'abri Bourgeois-Delaunay (d'après Debénath, 1974) et emplacement des spéléothèmes échantillonnés.

➤ *Calcite actuelle ou récente*

En vue de comparaisons, des échantillons de calcite actuelle ou récente ont été recherchés. Les percolations étant aujourd'hui relativement limitées dans l'abri Bourgeois-Delaunay, il n'a pas été possible de récupérer de la calcite actuelle précipitée sur une lame de verre. Des extrémités de fistuleuses actives et suffisamment éloignées du porche d'entrée (*i.e.* de 15 à 20 m, de manière à se rapprocher des conditions qui ont présidé à la formation des stalagmites étudiées) n'ont pu être prélevées que dans la grotte Suard et dans l'entrée du couloir menant à la grotte Bourgeois-Delaunay. En complément, les petites stalagmites se trouvant sous ces fistuleuses actives ont été échantillonnées.

Au fond de l'abri Bourgeois-Delaunay, une fistuleuse a également été récoltée car son aspect était « frais » (blanche, propre, bien cristallisée, lèvres terminales non émoussées) mais celle-ci n'était pas active au moment de notre passage. L'emplacement des prélèvements est indiqué sur la [Figure 26](#).

➤ *Eau d'égouttement*

De l'eau de percolation n'a pu être prélevée que sous les fistuleuses actives de la grotte Suard, la grotte Bourgeois-Delaunay étant asséchée. Cependant, la vitesse d'égouttement étant encore très lente, l'eau perlant à l'extrémité de plusieurs fistuleuses d'un secteur donné a été collectée afin d'éviter les phénomènes de fractionnement liés à l'évaporation.

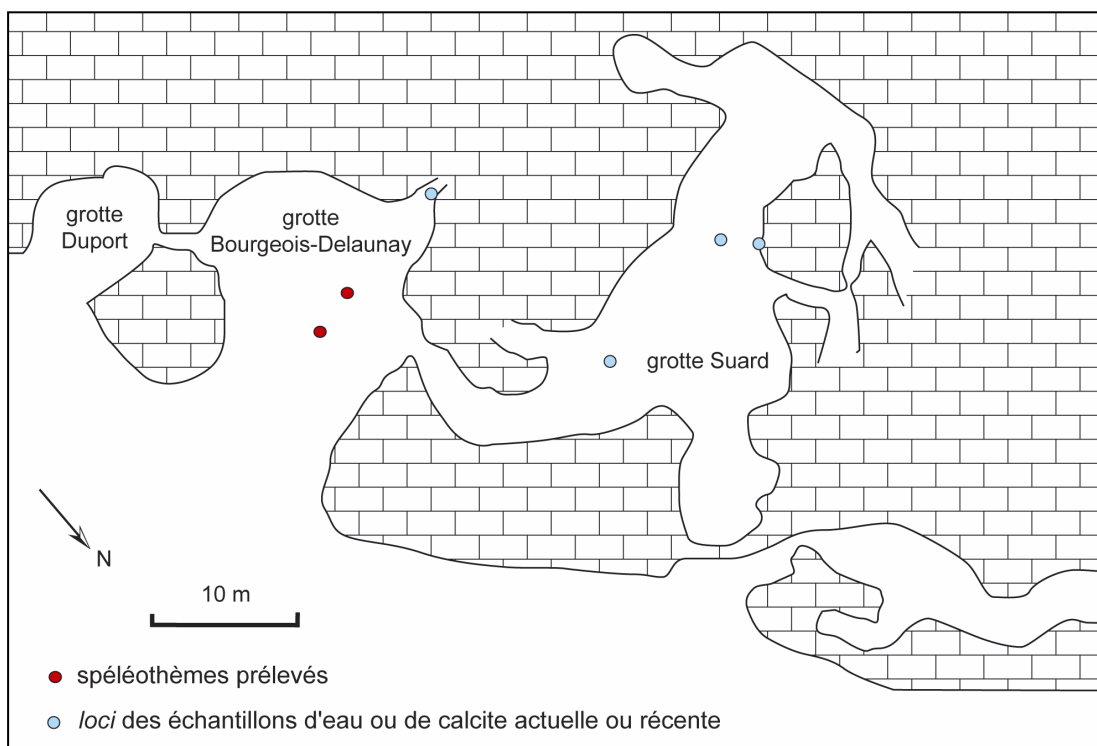


Figure 26. Plan simplifié des grottes de La Chaise (d'après Debénath, 1974) et emplacement des échantillonnages.

1.2. Coudoulous

➤ *Spéléothèmes*

Deux échantillons ont été prélevés à Coudoulous (Figure 27). Ils proviennent de niveaux stalagmitiques déjà attribués à l'OIS 5 par des datations antérieures et comprennent :

- à Coudoulous I Sud, un fragment basculé du plancher supérieur sur lequel deux stalagmites coalescentes se sont développées (entre les couches 2 et 3) : « Cou1 » (Figure 28 ; Figure 29),
- dans la grotte de Coudoulous II, une petite stalagmite en position de croissance appartenant à la couche 5 : « Cou2 » (Figure 30).

Le spéléothème de Coudoulous I se trouvait dans le remplissage caillouteux de l'aven et il n'était plus protégé que par un vestige de toit rocheux persistant du côté sud (Figure 29). Quant au spéléothème de Coudoulous II, il était pris dans les colluvions du remplissage, mais était à quelques mètres de l'ouverture de l'aven et n'a pas subi d'influence directe de l'extérieur.

➤ *Eau d'égouttement*

Des prélèvements d'eau d'égouttement ont été réalisés dans la grotte Coudoulous II, lors d'une pluie soutenue d'avril, alors que le débit était de l'ordre de 20 à 60 gouttes/minute.

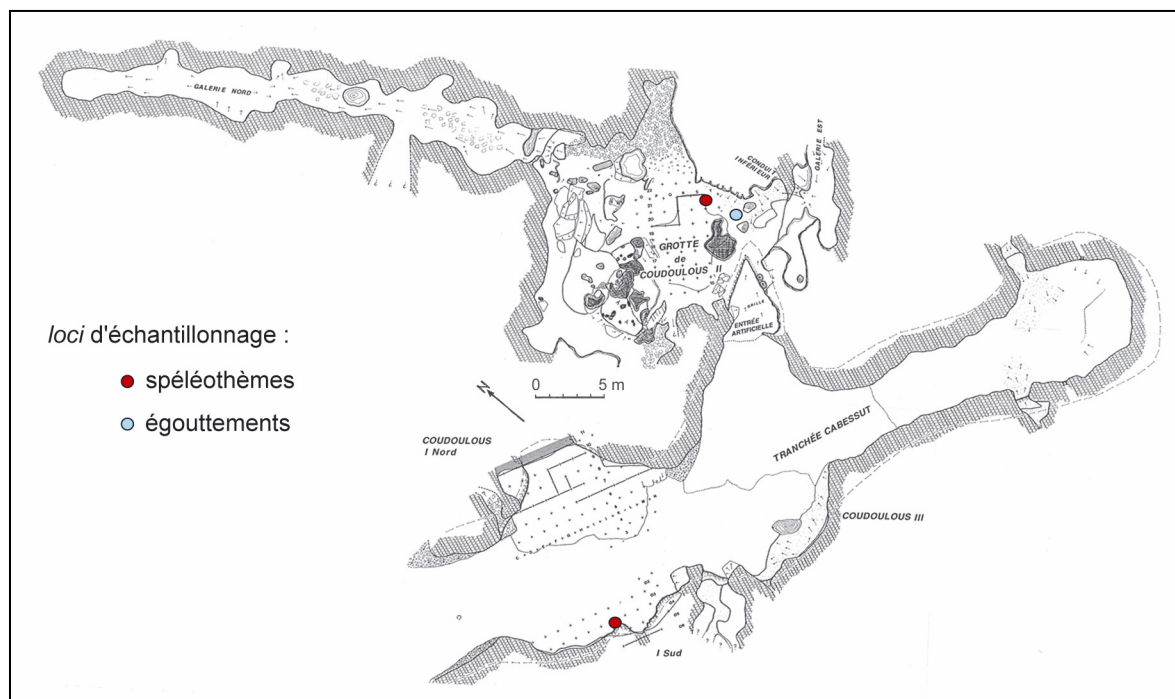


Figure 27. Plan simplifié du site de Coudoulous (d'après Jaubert *et al.*, en prép.) et emplacement des échantillonnages.

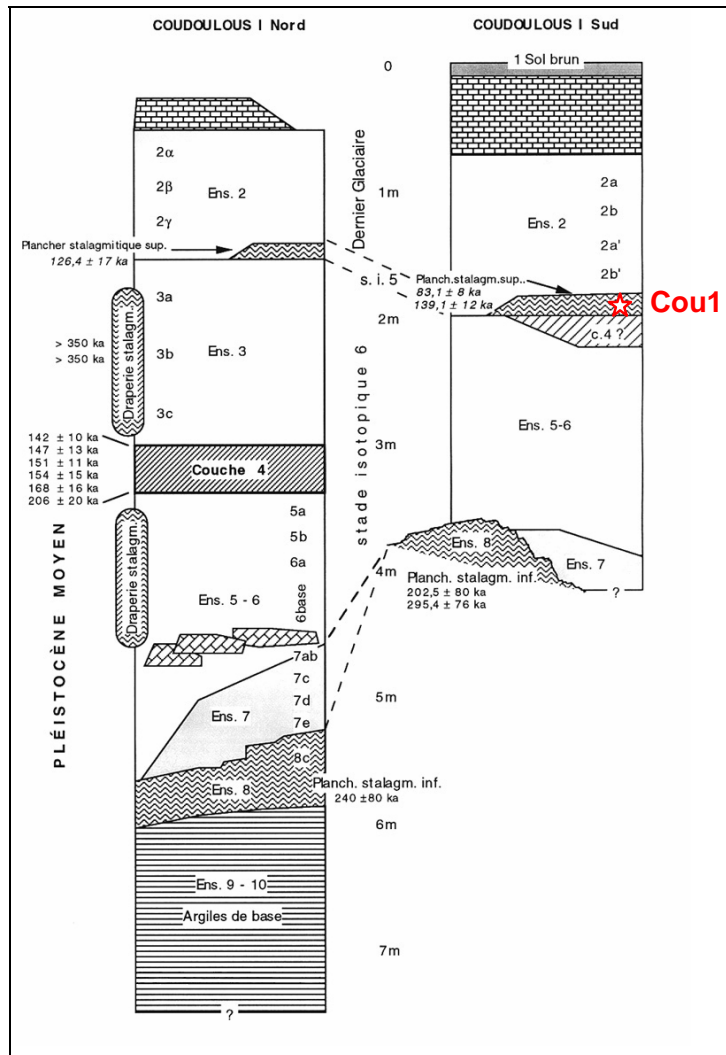


Figure 28. Stratigraphie de Coudoulous I et emplacement du spéléothème échantillonné (d'après Jaubert *et al.*, 2002).

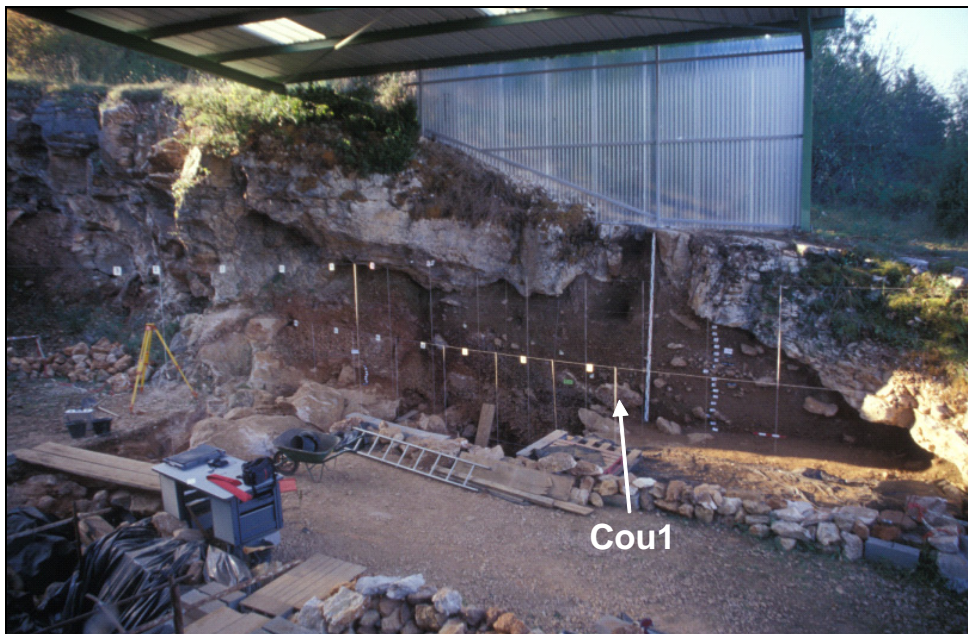


Figure 29. Photo de Coudoulous I Sud et emplacement du spéléothème échantillonné (cliché J. Jaubert).

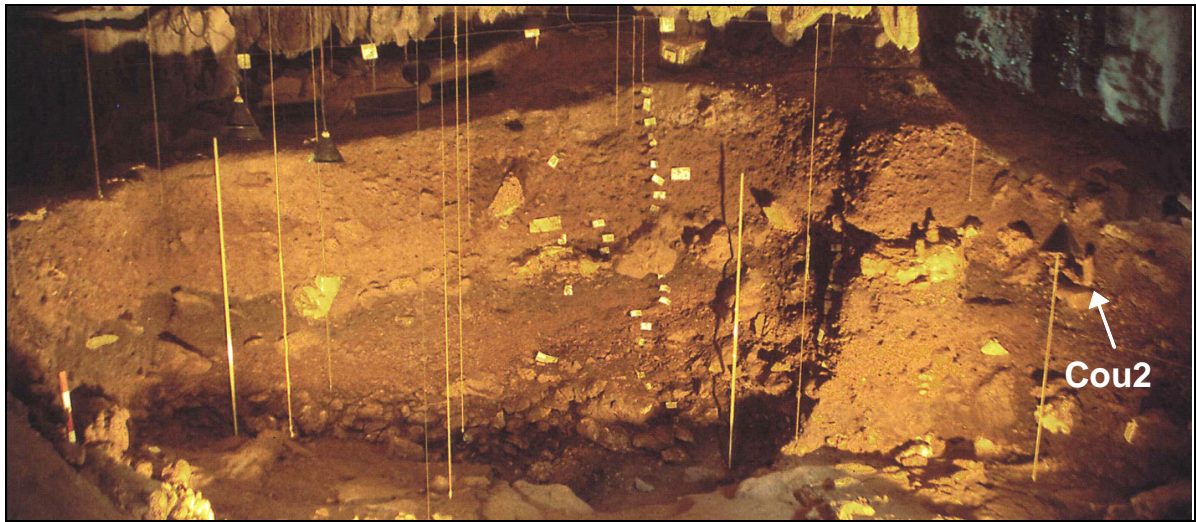


Figure 30. Photo de la coupe principale de Coudoulous II et emplacement du spéléothème échantillonné (cliché J.P. Brugal, 2000).

2. Préparation des spéléothèmes

Chaque stalagmite a été sciée dans sa hauteur, selon un plan passant par l'axe de croissance. Une moitié a été conservée comme référence et l'autre moitié a servi pour l'étude. Le plan de section de cette dernière a été poli de manière à rendre plus lisible la structure interne de la stalagmite. Pour cela, un tour a été utilisé, sur le plateau duquel ont été placés des disques abrasifs de carborundum (carbure de silicium), autocollants ou magnétiques. La stalagmite est polie sur ces disques dont le grain est de plus en plus fin (d'abord 180, puis 320, 600, 800 et 1000). Enfin, pour éliminer les micro-rayures parasites et donner l'éclat définitif à la section polie, on utilise une suspension d'alumine dont le grain moyen est de 0,5 μm , déposée sur un disque en tissu de type PALF.

3. Analyse descriptive

3.1. Schéma de croissance des spéléothèmes

La section polie des stalagmites permet d'analyser leur structure interne. Celle-ci est illustrée par un schéma de croissance, c'est à dire la représentation de quelques lamines (les plus marquées et continues) et, surtout, des discontinuités de croissance. Ces dernières sont généralement soulignées par une lamine blanche ou brune, plus ou moins chargée de particules détritiques (argiles à sables, matière organique). Elles sont parfois suivies par un changement de fabrique cristalline (*cf. infra*). Ces discontinuités correspondent à un arrêt du concrétionnement plus ou moins long, associé ou non à une phase de dépôt détritique et/ou à une dissolution superficielle ; elles peuvent être suivies par un changement d'axe de croissance du spéléothème. Le schéma de croissance permet de mettre en évidence ces variations et, par la suite, d'échantillonner de manière pertinente.

Dans la plupart des cas, les discontinuités ont une signification climatique et il faut remarquer que la reprise des égouttements se fait souvent exactement au même endroit plusieurs milliers d'années après l'arrêt de croissance. Elles indiquent que les conditions environnementales ont passé un seuil (de température, d'humidité, de concentration des solutés, ...). Ces seuils sont propres à chaque région, voire à chaque cavité, et sont relatifs à la sensibilité d'une zone (ou d'une cavité) aux variations climatiques. En identifiant les discontinuités, on pourra dater ces seuils et délimiter des « chronozones » : unités de temps définies pour une région donnée par des changements climatiques cohérents et synchrones.

Cependant, il arrive également, plus rarement, que les discontinuités soient le fait de facteurs locaux, ponctuels ou accidentels, sans rapport direct avec le climat. Ceux-ci peuvent être liés au fonctionnement du système karstique (*e.g.* fissure qui se bouche ; immersion temporaire du spéléothème ; pollution par des sédiments détritiques lors d'une coulée de boue, d'un éboulement, etc.), à la fréquentation humaine et animale (*e.g.* spéléothèmes cassés ; surfaces émoussées par les passages répétés ; dépôt de particules détritiques ou organiques (poussières, micro-charbons, guano)) ou encore aux conséquences d'incendies en surface ou de séismes. La liste de ces cas particuliers est encore longue et il est important de ne pas les sous-estimer, notamment lorsque, comme dans cette étude, les spéléothèmes se sont développés dans des entrées de grottes, qui de par leur situation à l'interface exo/endokarst, constituent des milieux complexes, fréquentés par la faune et les Hommes.

3.2. Fabrique cristalline

3.2.1. Généralités

La fabrique cristalline peut changer au cours de la croissance du spéléothème mais aussi latéralement (par rapport à l'axe de croissance), pour une même période. Celle-ci reflète dans une certaine mesure les conditions hydrologiques et chimiques qui prévalent au moment de la précipitation de la calcite. Elle apporte donc des informations complémentaires lors de l'analyse et de l'interprétation des variations des rapports des isotopes stables. Par ailleurs, son étude permet d'éviter l'analyse d'échantillons recristallisés (ayant subi une diagenèse), dont le signal isotopique d'origine a pu être altéré. Elle permet également, dans certains cas, d'identifier les changements de minéralogie des carbonates, ce qui est primordial dans la mesure où le signal isotopique du carbone et de l'oxygène diffère selon le carbonate précipité. Les spéléothèmes les plus couramment étudiés sont constitués de calcite faiblement magnésienne, pour laquelle on connaît bien les coefficients de fractionnement isotopique et on parvient généralement à interpréter les variations du $\delta^{13}\text{C}$ et du $\delta^{18}\text{O}$ lorsqu'elle a précipité à l'équilibre isotopique.

La fabrique cristalline peut, dans un premier temps, être approchée macroscopiquement (à l'œil nu et sous loupe binoculaire) sur la section polie des spéléothèmes. Toutefois, l'observation de lames minces au microscope polarisant reste le meilleur moyen de décrire la fabrique. En effet, à cette échelle d'observation, la géométrie des cristaux et leur structure ou organisation apparaît. De plus, elle permet de préciser la nature des discontinuités et de repérer celles, mineures, qui n'avaient pas été perçues macroscopiquement. Des lames minces de grand format (6,8 x 14 cm) ont été fabriquées à l'IPGQ pour obtenir une meilleure lisibilité de l'organisation dans l'espace des structures cristallines. La méthode de fabrication est adaptée de Guilloré (1980). En complément, parce que des doutes ont persisté concernant la nature d'une fabrique cristalline particulière (échantillons de Coudoulous), quelques observations au MEB ont été réalisées à Orsay (Université Paris Sud).

3.2.2. Terminologie

Étant donné le faible nombre d'études pétrographiques consacrées aux spéléothèmes et l'absence de consensus sur la terminologie des fabriques cristallines de la calcite dans la littérature, une synthèse est ici proposée, adaptée et complétée en fonction de ma propre expérience (Tableau 11 ; Figure 31). Les conditions de précipitation de chacune de ces fabriques sont également mentionnées ainsi que leurs relations avec les isotopes stables, lorsque celles-ci ont été étudiées. À ce titre, les travaux de Frisia *et al.* (2000) constituent une référence bibliographique majeure sur laquelle cette synthèse s'est largement appuyée (les cases grisées du tableau ont été complétées d'après cette référence). Quoiqu'il en soit, on gardera à l'esprit que les études de cas prenant en considération à la fois les facteurs environnementaux, les isotopes stables et les fabriques cristallines sont rares et par conséquent, que ces données ne sont pas statistiquement significatives.

Description macroscopique		Palissadique					Enchevêtrement de cristaux branchus	Saccharoïde / grenu
Fabrique		Columnnaire	Columnnaire allongée	Trapue	Microcristalline	Columnnaire ouverte	Dendritique	En mosaïque
Caractéristiques morphologiques et structurales	Dimension des cristaux	$L : l \leq 6$	$L : l \geq 6$	$2 \leq L : l < 6$	Cristallites : $5 < L < 50 \mu\text{m}$ et $l < 4 \mu\text{m}$	$L : l \geq 6$	Polycristaux : $L > 100 \mu\text{m}$; $l : \sim 10 \mu\text{m}$	Quelconque
	Morphologie et arrangement des cristaux	Bords droits. Excroissances latérales fréquentes	Bords droits à plus irréguliers. Excroissances latérales fréquentes	Bords droits à plus irréguliers	Croissance par domaines de même orientation, perpendiculaires ou non à la surface de croissance. Cristallites allongés le long de l'axe c	Cristaux à bords droits et à structure interne apparente, constituée « d'aiguilles » rectilignes parallèles Allongement le long de l'axe c, \pm perpendiculaire au substrat	Cristaux branchus	Cristaux engrenés et très biréfringents
	Extinction*	Uniforme		Uniforme	Par domaines aux limites interpénétrées	Uniforme	Composite	Uniforme
	Porosité	Faible ou localisée et de grandes dimensions (micro-gours, vacuoles, etc.)	Faible porosité inter-cristalline	Variable	Forte porosité inter-cristalline (surtout dans les lamines blanches opaques)	Forte porosité intra-cristalline, au niveau des lamines poreuses	Forte porosité inter- et intra-cristalline	Faible ou localisée et de grandes dimensions (vacuoles, etc.)
	Lamines	Peu visibles	Visibilité variable	Bien visibles	Fines ; lamines sombres riches en impuretés	Épaisseur inégale : lam. poreuses >> lam. compactes	Peu visibles	Sans lamination
	Conditions de précipitation	Egouttement soutenu et constant	Débit plus fort que pour la fabrique columnnaire	Débit variable	Débit moyen élevé mais avec de fortes fluctuations	Débit variable avec périodes sèches (saisonniers ?)	Débit très variable avec périodes sèches prolongées	?
	Degré de sursaturation faible et assez constant. Impuretés négligeables	Degré de sursaturation faible et assez constant. $Mg/Ca(\text{eau}) > 0,3$. Impuretés négligeables	Sursaturation ? probablement faible. Impuretés variables	Sursaturation faible. Apport périodique d'inhibiteurs de croissance (impuretés)	Sursaturation variable, forte durant les périodes à débit lent	Sursaturation très forte durant les périodes à débit lent	Typique des recristallisations diagénétiques	
Isotopes stables	Calcite précipitée à ou près de l'équilibre isotopique		?	Calcite précipitée à ou près de l'équilibre isotopique	Enrichissement variable en ^{13}C + léger enrichissement en ^{18}O parfois (dégazage prolongé du CO_2 , parfois accompagné d'évaporation)	Fort enrichissement en ^{13}C + léger enrichissement en ^{18}O parfois (dégazage prolongé du CO_2 , parfois accompagné d'évaporation)	?	
							Echanges isotopiques probables au moment de la diagenèse	

Tableau 11. Terminologie adoptée pour la description des fabriques cristallines de la calcite dans les spéléothèmes.

Chaque fabrique est définie par sa morphologie et associée à certaines conditions de précipitation, hydrologiques, chimiques et isotopiques. Cases ombrées : d'après Frisia *et al.* (2000) ; * : extinction des cristaux en lame mince au microscope polarisant.

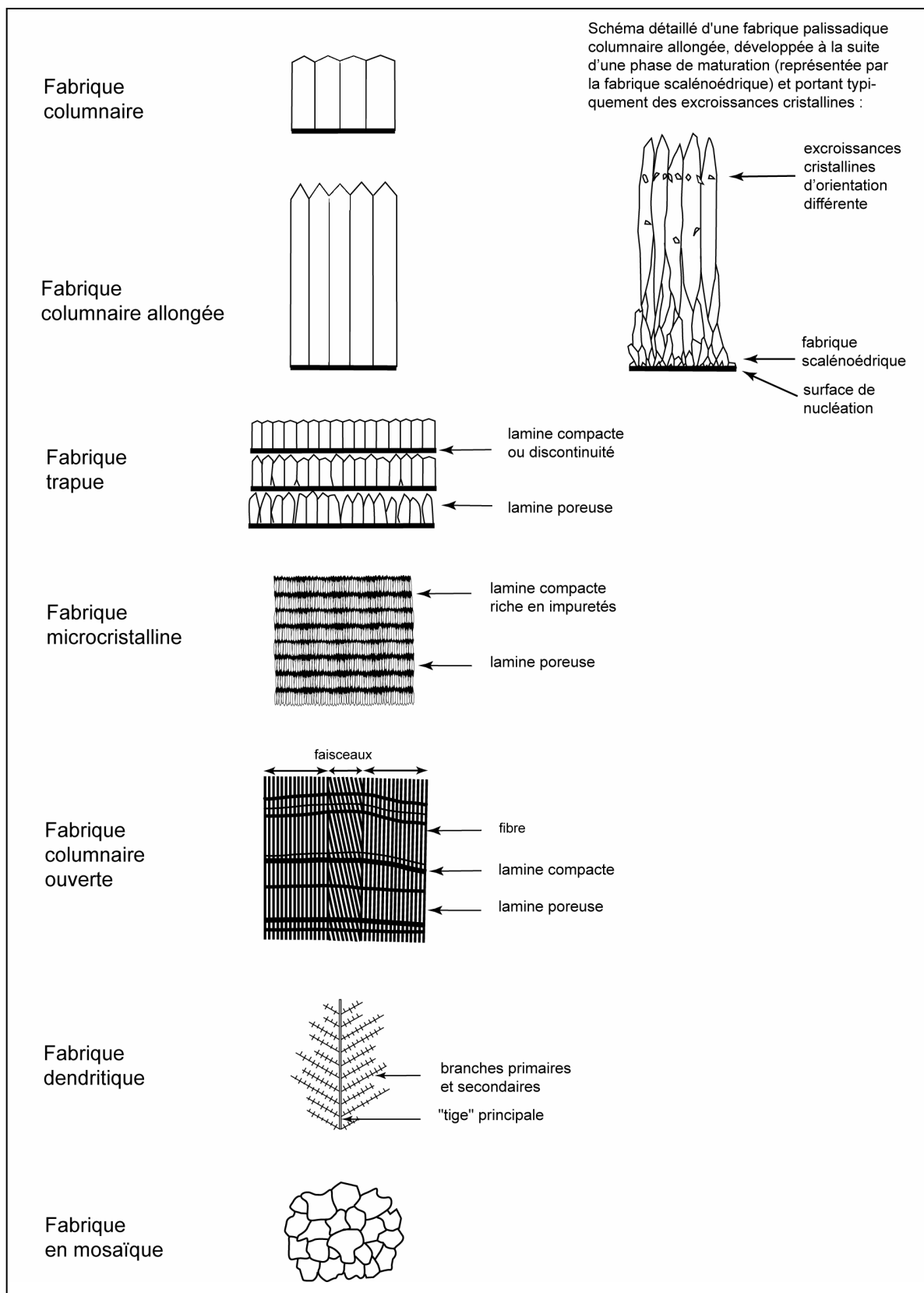


Figure 31. Représentation schématique des principales fabriques cristallines de la calcite dans les spéléothèmes.

La construction de ce tableau appelle quelques commentaires. Tout d'abord, les cristaux étant des volumes, il est évident que leur morphologie apparente en plan diffère selon l'angle d'observation. Il peut donc être utile de rappeler que, pour l'identification des morphologies cristallines sur une section de spéléothème (au microscope comme à l'œil nu), le meilleur plan d'observation est perpendiculaire à la stratification (*i.e.* passant par l'axe de croissance).

La première approche de la texture d'un spéléothème se fait généralement à l'œil nu, sur un échantillon brut ou une section polie. Elle permet de se faire une première idée de la morphologie et de l'arrangement des cristaux et du potentiel du spéléothème en fonction de l'objectif recherché. Ainsi, les fabriques décrites dans ce tableau peuvent être divisées en trois faciès visibles à l'œil nu : **palissadique**, **enchevêtré** et **saccharoïde**. Il apparaît que chacun de ces faciès témoigne de conditions de formation différentes.

➤ Les fabriques « palissadiques »

Le terme « **palissadique** » a été beaucoup utilisé dans la littérature, généralement comme synonyme de colonnaire. Il s'avère que les cristaux peuvent être rangés en palissade dans diverses fabriques et que l'utilisation la plus adaptée de « palissadique » semble être en tant que terme générique, pratique à l'échelle d'observation macroscopique. Il regroupe les fabriques « colonnaire », « colonnaire allongée », « colonnaire ouverte », « trapue » et « microcristalline ».

La fabrique « **colonnaire** » se distingue de la fabrique « **colonnaire allongée** » essentiellement par des cristaux plus géométriques (aux bords plus réguliers) et plus courts.

La fabrique « **trapue** » a été introduite pour palier un manque concernant des cristaux courts dont la forme est moins régulière que dans la fabrique colonnaire. De plus, cette fabrique peut être associée à une porosité intercristalline importante et les lamines sont généralement bien visibles. Il semble que cette fabrique soit typique des spéléothèmes de tunnels artificiels.

L'appellation de fabrique « **microcristalline** » est empruntée à Frisia *et al.* (2000). Bien que le terme « microcristalline » ne fasse référence qu'à la dimension des cristallites et non à la morphologie et/ou à l'organisation des cristaux, il s'agit d'un type de fabrique palissadique dont les cristaux n'ont pu se développer à cause de l'apport par les eaux d'alimentation d'inhibiteurs de croissance (particules détritiques et colloïdales). Ainsi, elle est principalement caractérisée par sa haute densité de défauts cristallins, visibles au microscope électronique. De plus, elle est fréquente dans les spéléothèmes finement laminés, avec des lamines sombres riches en impuretés (Frisia *et al.*, *op. cit.*).

La fabrique « **colonnaire ouverte** » a été définie suite à l'observation (dans les échantillons de Coudoulous) d'une texture particulière ne correspondant pas aux types de fabriques proposés (Tableau 11 ; Figure 31). Dans cette fabrique, les cristaux se présentent comme des faisceaux de cristallites en forme d'aiguilles parallèles. L'extinction en lumière polarisée est uniforme pour chaque faisceau. Les cristallites sont distincts au niveau des lamines poreuses, très épaisses, et sont fusionnés au niveau des lamines compactes. En réalité, ces cristallites « en aiguilles » sont des empilements de rhomboèdres. Il semble qu'ils constituent une sorte de « squelette » pour le cristal colonnaire. En effet, si leur épaisseur augmente, la porosité qui les sépare (au niveau des lamines poreuses) est moins importante. Cette variation s'inscrit dans un continuum dont la forme finale est le cristal colonnaire « classique », c'est à dire compact.

Les échantillons de Coudoulous 1 ont montré des faciès de transition entre cette fabrique et la fabrique dendritique. Parmi les fabriques palissadiques, il s'agit probablement de celle qui se forme dans les conditions de plus fort déséquilibre.

L'installation d'une fabrique palissadique peut être précédée d'une phase de maturation représentée par une fabrique « **scalénoédrique** ». Selon Gonzales (1992), celle-ci pourrait être produite par le phénomène de croissance compétitive qui intervient sur une surface de nucléation. Cette dernière peut être de différentes sortes : surface d'initiation d'un concrétionnement, discontinuité de croissance d'un spéléothème soulignée par des particules détritiques, lit de micrite ou de microsparite, etc. La croissance compétitive conduirait à la sélection des cristaux dont l'axe d'allongement est perpendiculaire au substrat (cristaux palissadiques) au détriment des autres dont la croissance cesse, faute de place (cristaux scalénoédriques). Cependant, cette hypothèse est contestée par d'autres auteurs, en particulier Kendall (1993).

➤ **La fabrique dendritique**

Cette fabrique s'identifie parfois à l'œil nu par son aspect blanc, extrêmement poreux et friable, et sa structure enchevêtrée de fins cristaux branchus.

La calcite **dendritique** est plus généralement connue dans les pisolithes de grottes, dans les gaines de cyanobactéries ou d'algues ou dans les travertins de sources chaudes. La cyanobactérie *Geitleria* semble gouverner la formation de cette forme cristalline dans les gaines calcitées. Concernant les pisolithes et les travertins de sources chaudes, il n'a pas été possible de démontrer que des processus biologiques étaient à l'origine de la calcite dendritique mais cette hypothèse est envisagée (Jones et Kahle, 1993). Dans les spéléothèmes, la fabrique « dendritique » a été plus particulièrement étudiée par Frisia et collaborateurs (Frisia *et al.*, 2000 ; Frisia *et al.*, 2005 ; McDermott *et al.*, 1999). Elle ne semble alors pas être d'origine biologique mais témoigne plutôt d'une précipitation dans des conditions de déséquilibre liées à un dégazage prolongé associé à une vitesse de percolation très lente durant les périodes sèches (Frisia *et al.*, 2000).

➤ **La fabrique en mosaïque**

A l'œil nu, la calcite en mosaïque présente une texture grenue à micro-grenue, « saccharoïde ».

Les cristaux, sans forme particulière (allongement, orientation préférentielle, géométrie, etc.) sont engrenés les uns aux autres. Il s'agit dans la plupart des cas d'une texture acquise suite à une recristallisation. Des fantômes de la texture primitive peuvent parfois être distingués en lumière naturelle. On trouve souvent cette fabrique dans le canal central des stalactites, dans les porosités ou les joints intercrystallins. Toutefois, lors de l'observation d'échantillons en lame mince, des confusions sont possibles avec une fabrique palissadique vue en section transversale par rapport à l'axe d'allongement.

➤ **Remarque concernant la fabrique « fibreuse »**

A propos de la fabrique « **fibreuse** », le choix a ici été fait, en suivant Kendall (1993), de restreindre l'application de ce terme à la description de cristaux qui ressemblent en forme et en flexibilité aux fibres d'origine animale et végétale. Ce choix est en opposition avec celui de certains auteurs qui appellent « fabrique fibreuse » la fabrique « colonnaire allongée ». Par ailleurs, lorsque des fibres disposées en gerbes ou de manière aléatoire sont présentes dans les spéléothèmes, elles sont généralement constituées d'aragonite ou de calcite secondaire (*i.e.* diagénétique, de remplacement de l'aragonite). Celles-ci n'ont donc pas été

traitées dans le tableau, limité aux formes de la calcite primaire. On retiendra toutefois que la formation de ces amas ou gerbes d'aiguilles d'aragonite est favorisée par divers facteurs : présence de particules détritiques ou colloïdales sur la surface de croissance, concentration Mg^{2+}/Ca^{2+} élevée dans les eaux d'alimentation, forte évaporation ou vitesse de percolation lente (e.g. Bischoff, 1968 ; Craig *et al.*, 1984 ; Frisia *et al.*, 2002 ; Railsback *et al.*, 1994). Quant à la forme fibreuse de la calcite en grotte, la lublinite, elle est composée d'un agrégat microcristallin de fines aiguilles et se rencontre dans les mondmilchs (Hill et Forti, 1997). Enfin, les fibres de calcite sont fréquentes dans les porosités des sols, des calcarénites, des calcrètes ou des coraux et ont alors une disposition « tangentielle » ou « aléatoire » (Jones et Kahle, 1993). Elles sont souvent associées à des spores algaires et/ou fongiques. Les exemples modernes sont généralement localisés sous des climats tropicaux ou des régions caractérisées par de forts taux d'évaporation (Jones et Kahle, *op.cit.*).

3.2.3. L'étude détaillée des fabriques : le cas de BDinf

Le spéléothème BDinf a fait l'objet d'une approche spécifique, plus détaillée que les autres spéléothèmes. Ceci pour différentes raisons :

- la croissance de BDinf a couvert un intervalle de temps assez important (~ 10 ka) ;
- sa section polie est de grandes dimensions,
- elle présente de nombreuses variations de faciès alors que du point de vue de la terminologie, BDinf n'est constitué que de fabrique colonnaire compacte ;
- il semble que la précipitation ait eu lieu dans des conditions proches de l'équilibre isotopique.

Ainsi, il semblait intéressant de tenter une mise en relation de la texture de BDinf, selon une approche détaillée, et des autres informations que ce spéléothème fournissait (*i.e.* taux de croissance, rapports isotopiques).

Trois caractères ont été employés pour définir plus précisément les changements de texture sur la section polie :

- la teinte, caractérisée par les termes de « sombre », « laiteuse » et « blanche ».
- la porosité intercristalline **visible à l'œil nu** et organisée en lamines, caractérisant les zones « poreuses » et « compactes » en fonction de son importance.
- la macroporosité vacuolaire : de dimension supérieure à l'épaisseur des lamines, son organisation est variable.

❖ Teinte/densité

La teinte est essentiellement fonction de la densité de microporosité intercristalline (non visible à l'œil nu ou très peu) : les zones les plus compactes sont plus translucides, ce qui leur confère une teinte plus sombre que les zones poreuses, plus opaques, qui apparaissent blanches macroscopiquement (les pores multiplient les faces de réflexion de la lumière incidente et augmentent ainsi la proportion de lumière réfléchié ; Genty *et al.*, 1997). La microporosité s'exprime essentiellement dans les matériaux laminés : la lamination des spéléothèmes correspond le plus souvent à l'alternance de lamines blanches poreuses et de lamines sombres compactes. C'est la proportion respective de ces deux types de lamines qui va donner macroscopiquement une fabrique à dominante blanche ou sombre même si ces lamines ne sont pas visibles à l'œil nu (Figure 48).

❖ Porosité intercrystalline visible à l'œil nu

Des lamines plus épaisses, dont la porosité intercrystalline est visible à l'œil nu, apparaissent avec une fréquence variable quelle que soit la teinte dominante de la calcite (Figure 48 ; Figure 49).

Diverses études sur l'actuel ont démontré que les lamines saisonnières blanches poreuses précipitaient plus rapidement que les lamines sombres compactes, en liaison avec une concentration en Ca^{2+} et en HCO_3^- plus forte ou un dégazage plus rapide (Dreybrodt, 1980, 1981 ; Genty, 1992, 1993 ; Genty et Quinif, 1996). La précipitation rapide produit une cristallisation imparfaite et de nombreux vides intercrystallins persistent. Ainsi, ces lamines poreuses épaisses pourraient correspondre à des événements paléoenvironnementaux particuliers. Leur présence/absence est signifiée par les termes « poreux » ou « compact » adjoints au qualificatif de teinte du spéléothème.

❖ Zones vacuolaires

Elles sont de deux types :

- situées dans l'axe de croissance, dans la zone d'impact de la goutte ;
- situées sur les parties les plus externes de la stalagmite, dans des zones où la pente est faible.

Les vacuoles localisées dans l'axe de croissance sont fréquentes dans les stalagmites. Dans BDinf, elles se présentent ainsi :

- Les plus grandes (de l'ordre de quelques millimètres à 2 cm) sont situées précisément au niveau du point d'impact des gouttes et l'eau y est piégée. Le pourtour de ces vacuoles est boursoufflé et tapissé d'extrémités cristallines très fines (comme dans une géode ou un gour). Autour de ces « puits », la calcite est très compacte (Figure 50).
- Les plus petites (de l'ordre du millimètre) sont disposées plus largement (jusqu'à quelques centimètres) autour du point d'impact de la goutte. Leur pourtour est de forme quelconque et elles ne contiennent pas de terminaisons cristallines automorphes. Elles se développent souvent à l'emplacement de la porosité intercrystalline des lamines poreuses (Figure 48).

Tandis que les premières sont associées à une calcite compacte, les secondes sont donc préférentiellement localisées dans des niveaux où la porosité intercrystalline est importante.

Les vacuoles situées dans les parties les plus latérales de la stalagmite et dans le plancher apparaissent alors que la pente est faible. Elles se situent au sein d'une calcite globalement blanche et poreuse et mesurent de quelques millimètres à 1 cm de largeur. Leurs bordures sont accidentées, définies par les terminaisons euédriques des cristaux colonnaires. Ces vacuoles se développent en forme de lentilles entre des lamines dont les ondulations se décalent progressivement au cours du temps (Figure 51). Elles correspondent vraisemblablement à des « mini-gours » (Genty, 1992 ; Quinif *et al.*, 1994) où l'eau s'accumule au cours de son écoulement le long de la stalagmite et sur le plancher. Les terminaisons automorphes des cristaux dans ces vacuoles s'expliquent par la forte épaisseur du film d'eau.

4. Analyse minéralogique des spéléothèmes

Une première approche de la minéralogie des spéléothèmes se fait à travers l'étude des fabriques cristallines. Toutefois, des doutes peuvent subsister quant à la nature minéralogique de certains cristaux. Pour pallier à ces incertitudes, des analyses au diffractomètre à rayons X (DRX) ont été effectuées sur quelques échantillons.

4.1. Prélèvement des échantillons

Environ 100 mg de poudre ont été prélevés par abrasion à l'aide d'une petite scie circulaire diamantée. La poudre est ensuite broyée dans un mortier pour que la taille des grains soit homogène et inférieure à 100 μm .

Les zones concernées sont : (1) des surfaces de discontinuité (des cristaux en aiguilles, vraisemblablement d'aragonite ayant été repérés) ; (2) des plages de fabrique uniforme. Ces dernières présentent, dans certains cas, des fabriques problématiques et dans d'autres, des fabriques typiques de la calcite. L'analyse en diffractométrie permettra de préciser leur cristallographie et les échantillons typiques seront utilisés comme éléments de comparaison.

4.2. Analyse minéralogique de poudres par diffraction des rayons X

Les rayons X sont une onde électromagnétique. Lorsqu'ils rencontrent le nuage électronique des atomes, ils sont diffusés dans toutes les directions de l'espace (diffusion Rayleigh) en gardant la même longueur d'onde. Les rayons X diffusés par chacun des atomes rencontrés interfèrent entre eux. Si les atomes sont ordonnés (*i.e.* placés à intervalles réguliers, ce qui caractérise les cristaux), les interférences vont être constructives dans certaines directions (les ondes s'additionnent) et destructives dans d'autres (les ondes s'annulent). Ces interférences d'ondes diffusées forment le phénomène de diffraction.

La diffractométrie X permet de mesurer les distances entre les plans réticulaires des cristaux et ainsi d'identifier leur nature. Elle est basée sur le fait que des réflexions en phase (interférences constructives) des rayons X de longueur d'onde λ (fixée), interviennent pour une certaine incidence, de valeur angulaire θ , de ces rayons sur des plans réticulaires espacés d'une distance d . La relation entre ces paramètres s'exprime par la loi de Bragg :

$$n\lambda = 2d\sin(\theta) \text{ où } n \text{ est un nombre entier (Figure 32).}$$

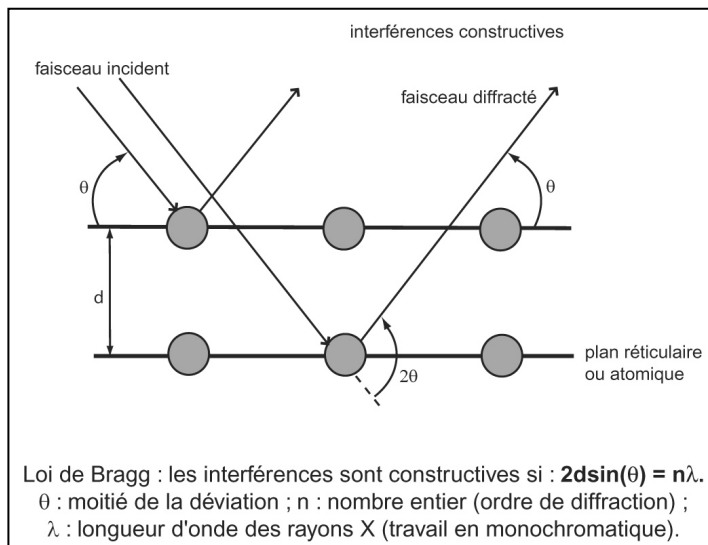


Figure 32. Loi de Bragg.

Nous avons utilisé le diffractomètre en géométrie Bragg-Brentano (Figure 33) de l'ICMCB (CNRS, Université Bordeaux 1).

L'échantillon est plan : une épaisseur régulière de poudre est déposée sur une plaque support. L'échantillon « idéal » est constitué par un très grand nombre de cristaux micrométriques (monocristaux) d'orientation parfaitement aléatoire. Les réflexions collectées par le détecteur sont celles des plans réticulaires parallèles à la surface de l'échantillon. Ainsi, lorsque l'échantillon se présente sous l'angle d'incidence θ , la fente du détecteur se trouve en 2θ par rapport à la direction incidente. Le détecteur balaie avec une vitesse angulaire constante ($0,1^\circ/\text{sec.}$) l'intervalle des valeurs de 2θ entre 5° et 80° .

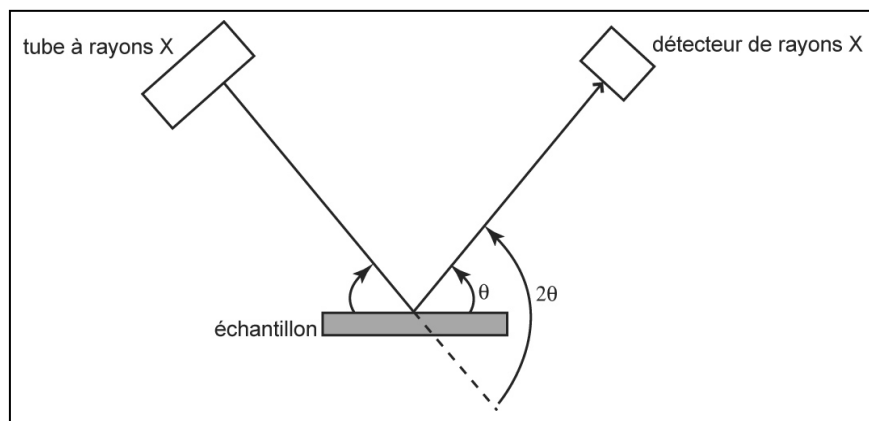


Figure 33. Montage de Bragg-Brentano.

Le spectre de diffraction de la poudre est représenté dans un diffractogramme où $y =$ intensité des raies et $x =$ angle 2θ . Les raies de diffraction sur ces diagrammes sont caractérisées par leur position, leur intensité et leur forme. La position des raies (valeur de 2θ) dépend, selon la loi de Bragg, de la longueur d'onde utilisée et des paramètres de la maille cristalline (dont dépend d , la distance entre les plans réticulaires). L'intensité des raies fait intervenir essentiellement les positions atomiques et la nature des atomes (structure cristalline). La forme des raies a une origine plus complexe puisqu'elle est liée (1) à la distribution de la longueur d'onde du faisceau incident, (2) au système de diffraction utilisé et (3) à la nature de l'échantillon.

À partir des paramètres exprimés sur le diffractogramme, il est possible de déterminer la nature minéralogique et cristallographique de la poudre utilisée. Pour cela, on utilise un logiciel (Diffract+®) qui permet de comparer le diffractogramme obtenu avec ceux d'une base de données (Figure 34). Celle-ci est alimentée par des diffractogrammes théoriques ou expérimentaux, obtenus sur des matériaux naturels ou synthétiques.

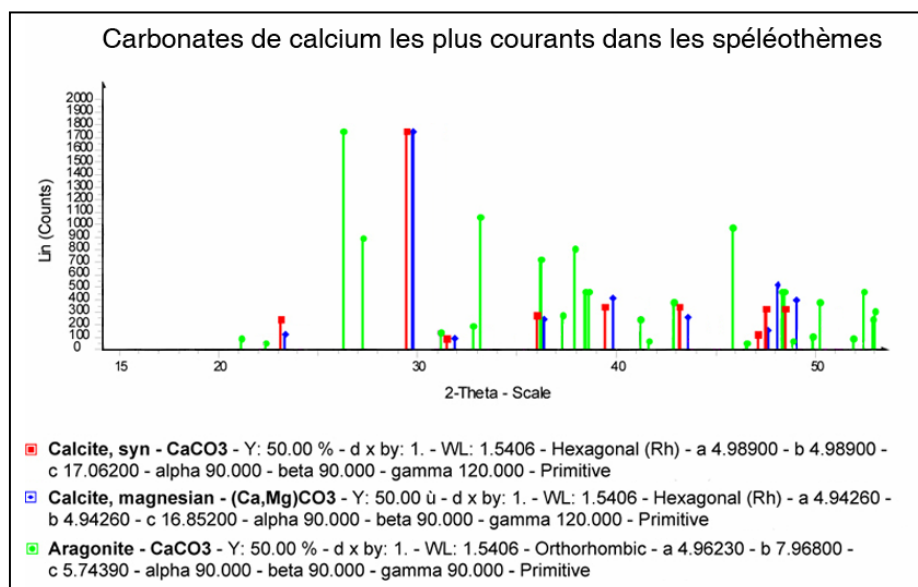


Figure 34. Diffractogrammes (issus de la base de données) des espèces de carbonates les plus fréquentes dans les spéléothèmes.

5. Analyse chimique des spéléothèmes

Le contenu en éléments traces et mineurs dans les spéléothèmes peut renseigner sur la nature primaire du minéral précipité et sur ses conditions de formation (température, cheminement de l'eau, pluviosité, participation des sols de surface ou de l'encaissant ; *e.g.* Ayalon *et al.*, 1999 ; Baldini *et al.*, 2002 ; Banner *et al.*, 1996 ; Bar-Matthews *et al.*, 1999 ; Bar-Matthews *et al.*, 1991 ; Fairchild *et al.*, 2000 ; Huang *et al.*, 2001 ; Railsback *et al.*, 1994 ; Verheyden, 2001) mais aussi sur son histoire post-dépositionnelle (recristallisation par la diagenèse, ouverture du système cristallin ; *e.g.* Frisia *et al.*, 2002 ; Railsback *et al.*, 2002).

Le Sr et le Mg sont les éléments les plus souvent utilisés dans cette optique. Ils ont été dosés par ICP-AES (*Inductively Coupled Plasma Atomic Emission Spectrometry*) dans quelques échantillons, en complément de l'analyse minéralogique et microscopique (analyse réalisée au LSCE, laboratoire CEA/CNRS de Gif sur Yvette).

5.1. Prélèvement des échantillons

Les échantillons analysés par DRX ont été réutilisés (N=6) et quatre échantillons supplémentaires ont été prélevés de manière identique, c'est à dire sous forme de poudre produite par abrasion avec une scie circulaire diamantée. Entre chaque prélèvement, pour éviter les pollutions d'un échantillon à l'autre, la scie est nettoyée à l'acide chlorhydrique, rincée et séchée et le plan de travail est nettoyé.

5.2. Analyse de solutions en ICP-AES

Avant d'être analysés par ICP-AES, les échantillons doivent être préparés de manière à obtenir environ 0,5 mL de solution contenant environ 40 ppm de Ca^{2+} .

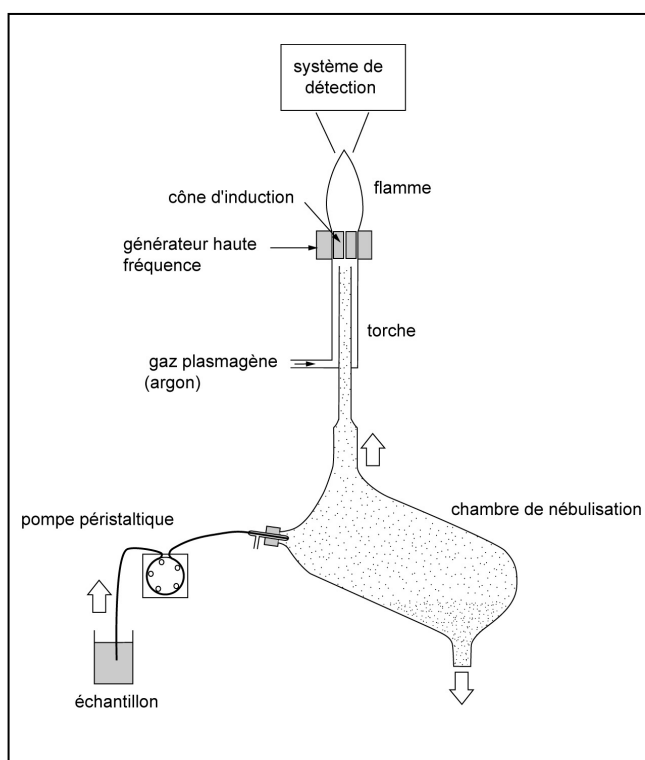


Figure 35. Schéma simplifié d'un ICP-AES

La spectrométrie d'émission atomique à source plasma (ICP-AES) permet le dosage de nombreux éléments dans toutes les solutions pouvant être nébulisées (*e.g.* Lecourbe et Lener, 1998).

Dans un ICP-AES, le système d'introduction de l'échantillon est constitué d'une pompe péristaltique qui entraîne la solution jusqu'au nébuliseur, situé à l'entrée de la chambre de nébulisation. Dans celle-ci, la solution est transformée en aérosol dont les gouttelettes mesurent quelques microns.

Les plus petites sont dirigées par un gaz vecteur (de l'argon) vers une torche à plasma. Un plasma est un gaz partiellement ionisé mais électriquement neutre. Un générateur haute fréquence est utilisé pour créer un champ magnétique qui ionise le gaz plasmagène (argon). Les ions entrent en collision avec le mélange entrant (gaz vecteur + échantillon) et forment alors un plasma. Ce plasma émet un spectre de raies caractéristique de sa composition. Un système de détection optique (*e.g.* Bienvenu et Arnal, 2004) capte le spectre qui est ensuite analysé par le système d'acquisition. L'appareil utilisé dispose d'un détecteur optique CCD Vista Pro à mesures simultanées. La précision instrumentale est de l'ordre de $\pm 1\%$ (en déviation standard relative : σ sur 16 répliques / moyenne x 100).

6. Analyse des isotopes stables dans les spéléothèmes

6.1. Prélèvement des échantillons

Les échantillons sont prélevés selon l'axe de croissance du spéléothème, sur toute sa hauteur. Grâce au schéma de croissance réalisé précédemment, on tente de rester toujours au plus près du point d'impact de la goutte à l'origine du concrétionnement. Les prélèvements de calcite se font à l'aide d'une micro-perceuse manuelle. Les mèches utilisées mesurent de 0,3 à 0,6 mm de diamètre. La poudre de calcite produite par le forage de chaque trou, de 2 à 5 mm de profondeur, est récupérée. Puis, pour éviter les pollutions, la mèche est débarrassée des carbonates résiduels dans une solution d'acide chlorhydrique, rincée et séchée, et la surface polie de la stalagmite est nettoyée avant le forage suivant. Selon les cas, les prélèvements sont faits tous les 2,5 à 5 mm (distance entre les lamines affectées par les prélèvements).

Par ailleurs, des prélèvements sont également effectués le long d'un certain nombre de lamines de croissance réparties sur la hauteur du spéléothème. Cela permet de tester si la calcite s'est déposée dans des conditions proches de l'équilibre isotopique (test de Hendy).

6.2. Vérification des conditions d'équilibre isotopique lors de la précipitation : le test de Hendy

Le test de Hendy (Hendy, 1971 ; Hendy et Wilson, 1968) est appliqué en routine à tous les spéléothèmes dont on souhaite interpréter l'enregistrement isotopique en termes de variations paléoclimatiques quantifiées (en particulier pour déterminer les paléotempératures à partir du $\delta^{18}\text{O}$ de la calcite et de l'eau). Théoriquement, il permet de s'assurer que la précipitation de la calcite s'est déroulée dans des conditions proches de l'équilibre isotopique avec le film d'eau et avec le CO_2 de l'atmosphère de la cavité (pour une discussion autour de ce test, cf. § 12.8. du chapitre « Etat des connaissances »). En pratique, il consiste à vérifier l'absence de covariation du $\delta^{13}\text{C}$ et du $\delta^{18}\text{O}$ ainsi que l'absence d'enrichissement significatif du $\delta^{18}\text{O}$ le long des lamines, de part et d'autre de l'axe de croissance. En effet, si la précipitation se fait à l'équilibre isotopique, sans l'intervention de processus cinétiques ou d'évaporation, le $\delta^{18}\text{O}$ reste stable au cours du cheminement de l'eau sur le spéléothème tandis que le $\delta^{13}\text{C}$ s'enrichit progressivement, depuis l'apex vers les flancs.

6.3. Les profils isotopiques

Les dosages isotopiques réalisés à partir des échantillons prélevés le long de l'axe de croissance des spéléothèmes sont situés dans un cadre chronologique grâce aux datations Th/U (cf. *infra*). Les modèles d'âge sont construits par interpolation linéaire entre les points datés.

6.4. Analyse des isotopes stables par spectrométrie de masse

Le principe est de séparer les ions en fonction de leur rapport masse/charge grâce à l'association d'un champ électrique et d'un champ magnétique, suivant la relation fondamentale :

$$m/z = r^2 B^2 / 2V \quad (1)$$

où m est la masse de l'ion, z la charge de l'ion, r le rayon de déviation, B le champ magnétique et V la tension d'accélération.

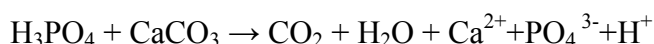
Un spectromètre de masse comporte essentiellement un système d'introduction de l'échantillon, une source où l'échantillon est ionisé, un analyseur qui sépare les masses en leur attribuant des trajectoires spatialement distinctes et enfin un système de collection-amplification qui reçoit et amplifie le signal (courant d'ions) et détermine la quantité d'ions d'une même masse (Figure 36).

Les analyses isotopiques ont été réalisées au DGO (Université Bordeaux 1) et au LSCE (CEA/CNRS, Gif sur Yvette). Si les techniques de mesure sont identiques, le mode de préparation du gaz (CO_2) à mesurer diffère quelque peu. Nous avons pris soin par ailleurs de vérifier que les résultats obtenus pour un échantillon donné étaient semblables quelle que soit la technique utilisée. Néanmoins, le protocole opératoire de chaque laboratoire est décrit ci-dessous.

➤ au Département de Géologie et Océanographie de l'Université Bordeaux 1 :

50 à 100 μg de calcite sont pesés puis déposés dans le culot d'un vial (flacon à fond conique). Celui-ci est fermé à l'aide d'un bouchon à vis dont le centre, perforé, est colmaté par un septum en plastique souple qui assure l'étanchéité du flacon. Ce dernier est à usage unique puisqu'il sera percé par l'aiguille de la ligne de préparation (MULTIPREP ; *cf. infra*). Les échantillons sont placés dans un bac thermostaté à 90°C à raison de 4 échantillons par ligne plus un standard, le tout sur dix lignes. Le standard sert à vérifier la reproductibilité de l'appareil et à calibrer le spectromètre de masse. Le standard employé est le NBS 19 (*National Bureau of Standards*), lui-même calibré par rapport au standard historique international PDB (*Pee Dee Belemnite*) : $\delta^{13}\text{C}(\text{NBS 19}) = 1,95 \text{ ‰}$ et $\delta^{18}\text{O}(\text{NBS 19}) = -2,20 \text{ ‰}$.

Pour chaque échantillon, une aiguille double perce le septum et apporte quelques gouttes d'acide orthophosphorique à 102 % (Figure 36). La réaction de dissolution suivante s'ensuit :



Le CO_2 produit est capté et analysé par le spectromètre de masse (*cf. infra*). Pour les analyses de carbonates, les résultats sont exprimés en ‰ VPDB et la précision externe de l'appareil est $\leq 0,05 \text{ ‰}$ pour le $\delta^{13}\text{C}$ et $\leq 0,07 \text{ ‰}$ pour le $\delta^{18}\text{O}$, pour 15 échantillons consécutifs.

➤ au Laboratoire des Sciences du Climat et de l'Environnement de Gif sur Yvette :

80 à 100 μg de calcite sont pesés et déposés dans des petits plots en inox, couverts d'une bille. L'ensemble des échantillons et des standards sont ainsi disposés dans un carrousel. Chaque *run* comporte 11 standards internes et 22 échantillons. L'ordre de passage au spectromètre de masse est le suivant : 4 standards, 11 échantillons, 3 standards, 11 échantillons et 4 standards. Le standard interne utilisé est le Margo, calibré par rapport au NBS 19.

Lorsque le vide est établi dans l'appareil, les godets tombent successivement, toutes les 30 minutes environ, dans un bain d'acide orthophosphorique thermostaté à 90°C . Le CO_2 produit par la réaction de dissolution de la calcite est capté puis traité dans le spectromètre de masse de manière identique à celle du DGO (*cf. infra*).

Au LSCE, la reproductibilité des mesures du spectromètre est de $\pm 0,05 \text{ ‰}$ pour le $\delta^{13}\text{C}$ et de $\pm 0,08 \text{ ‰}$ pour le $\delta^{18}\text{O}$.

La différence entre le protocole d'attaque acide utilisé au DGO et au LSCE réside dans le fait qu'au LSCE, l'échantillon tombe dans un réacteur d'acide, ce dernier est donc commun à tous les échantillons.

La première méthode présente l'avantage d'une analyse « en vase clos » de chaque échantillon. Cependant, elle nécessite une maintenance soutenue et les problèmes techniques ne sont pas rares.

La seconde méthode est moins sujette aux problèmes de mise en route. Cependant, le fait de dissoudre les échantillons dans un bain commun d'acide peut entraîner un « effet mémoire ». En effet, chaque réaction de dissolution des carbonates produit de l'eau qui se fixe sur l'acide et entraîne ainsi une légère dérive de sa composition isotopique. Cette dérive dépend également de la composition isotopique du matériel analysé : si les valeurs isotopiques sont proches de celles des carbonates communs ($^{18}\text{O} = 2 \pm 2$), alors la dérive est minime.

Une correction est donc appliquée quels que soient les échantillons analysés et leur composition isotopique, d'une part pour se caler sur le NBS 19 et d'autre part pour prendre en considération l'effet mémoire. Cette dernière correction tient compte des valeurs des standards internes ainsi que de la masse de chaque échantillon.

Dans tous les cas et quelle que soit la méthode, les échantillons dont les mesures semblent douteuses sont repassés pour être confirmés ou éliminés.

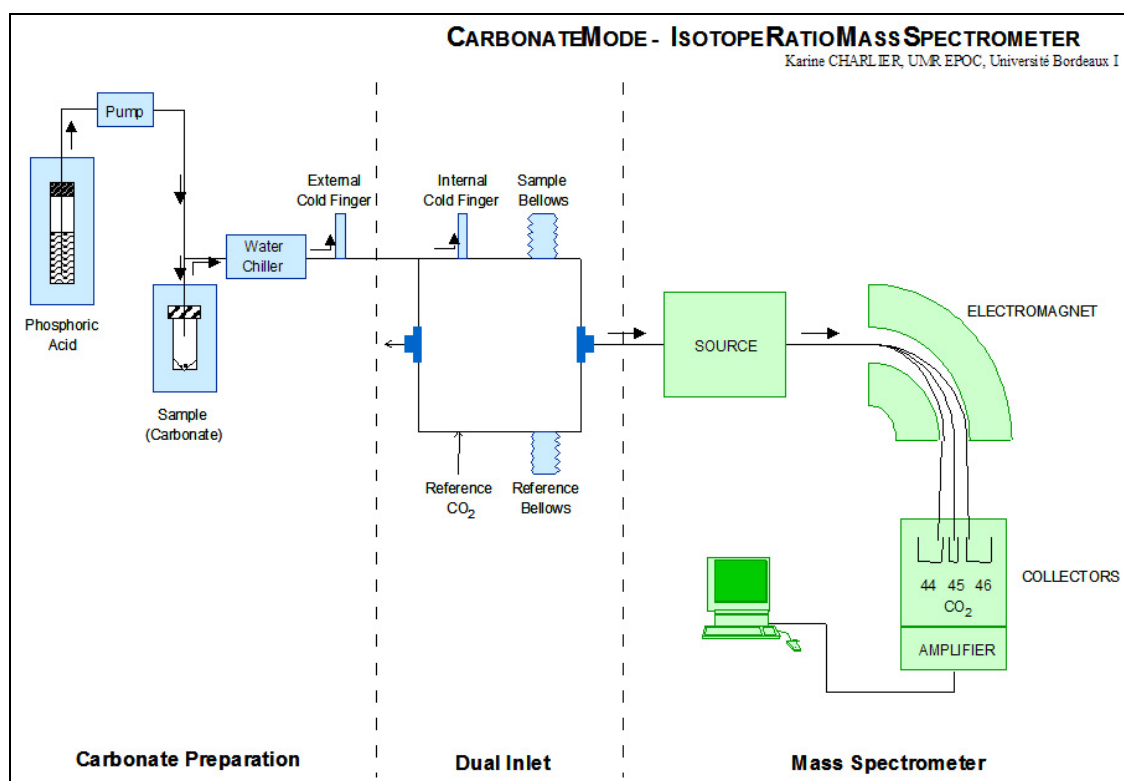


Figure 36. Principes de fonctionnement du spectromètre de masse à triple collection.

➤ Analyse du CO₂ par le spectromètre de masse :

Le spectromètre utilisé dans les deux laboratoires est un Micromass Optima à triple collection. Le CO₂ produit lors de la réaction de dissolution des carbonates est purifié par passage sur un piège à -90°C pour éliminer toute trace de vapeur d'eau (Figure 36). Puis, le CO₂ est acheminé vers le spectromètre de masse grâce à deux doigts froids (à -180°C). Le CO₂ pénètre alors dans la chambre d'ionisation. Les ions formés dans cette source en sortent, après accélération, à travers une fente et sont envoyés dans l'analyseur où ils sont soumis à un champ magnétique constant et à une tension d'accélération. Selon la relation (1), les ions de masse différente suivent des trajectoires différentes pour être collectés dans trois cages de Faraday (une pour chaque masse de CO₂). Après avoir amplifié le signal on peut connaître la proportion des différentes masses, c'est à dire des différents ions. Pour l'analyse isotopique de l'oxygène et du carbone, trois masses sont prises en compte :

- la masse 44 : $^{12}\text{C}^{16}\text{O}^{16}\text{O}$
- la masse 45 : $^{13}\text{C}^{16}\text{O}^{16}\text{O} + ^{12}\text{C}^{16}\text{O}^{17}\text{O}$
- la masse 46 : $^{12}\text{C}^{16}\text{O}^{18}\text{O} + ^{12}\text{C}^{17}\text{O}^{17}\text{O} + ^{13}\text{C}^{16}\text{O}^{17}\text{O}$

Malgré la faible abondance du ¹⁷O, on tient compte de sa contribution principalement à la masse 45 en appliquant la correction de Craig pour calculer le δ¹³C et le δ¹⁸O à partir des rapports de masses 45/44 et 46/44 respectivement :

$$\delta^{13}\text{C} = 1,0676 * \delta(45/44) - 0,0338 * \delta^{18}\text{O}$$

$$\delta^{18}\text{O} = 1,0010 * \delta(46/44) - 0,0021 * \delta^{13}\text{C}$$

7. Datations

7.1. Prélèvement des échantillons

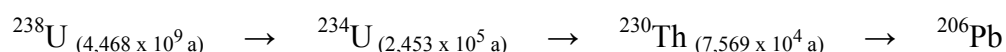
Les prélèvements de calcite en vue de datation sont effectués à l'aide d'une petite scie circulaire diamantée. Pour réaliser les datations par la méthode du $^{230}\text{Th}/^{234}\text{U}$ par TIMS (*cf. infra*), 1 à 3 g de calcite sont nécessaires, selon la concentration d'uranium. On prélève en restreignant autant que possible l'intervalle de temps couvert par l'échantillon, c'est à dire que l'échantillon est peu épais et allongé transversalement, suivant la forme d'un faisceau de lamines de croissance.

Les échantillons sont prélevés à proximité de l'axe de croissance, à la base et au sommet de chaque spéléothème, puis de part et d'autre des discontinuités identifiées et, dans certains cas, des datations intermédiaires sont réalisées afin d'affiner l'évaluation du taux de croissance.

7.2. Datation par $^{230}\text{Th}/^{234}\text{U}$ en TIMS

7.2.1. Datation par les déséquilibres radioactifs dans les séries de l'uranium

Les radioéléments naturels se répartissent en trois familles : celles de l'uranium 238, de l'uranium 235 et du thorium 232. Une famille radioactive représente une succession de désintégrations radioactives. À l'origine de la famille se trouve un élément père qui se désintègre en un élément fils, lui-même radioactif qui se désintègre en un autre élément fils, et ainsi de suite, jusqu'à ce que l'on obtienne un élément ou un isotope stable (respectivement, plomb 206, 207 et 208). Dans la famille de ^{238}U , les éléments fils à la plus longue demie vie sont ^{234}U et ^{230}Th . Cette série de désintégrations, en ne considérant que les éléments qui nous intéressent et leur demie vie respective, est la suivante :



L'absence d'équilibre isotopique au sein d'une même famille est à la base de la datation des systèmes récents.

La datation par Th/U des spéléothèmes est possible à cause du fractionnement extrême entre le Th et l'U des eaux du sol. En effet, le thorium est très peu soluble et s'adsorbe facilement sur les minéraux. De ce fait, il est très peu présent dans les eaux souterraines. L'uranium, au contraire, est très soluble sous forme d'ion uranyle (UO_2^{2+}) ou de divers complexes carbonate-uranyle (Gascoyne, 1992a ; Langmuir, 1978 *in* Dorale *et al.*, 2004). Dans le cas d'un système chimiquement clos et où la cristallisation du carbonate se fait à partir d'une solution aqueuse contenant uniquement de l'uranium, le carbonate est dépourvu de thorium au moment de sa précipitation : $^{230}\text{Th}/^{234}\text{U} = 0$. Le rapport fils/père augmente avec le temps jusqu'à atteindre la valeur limite de 1, lorsque l'équilibre séculaire est atteint. Cela prend environ 500 000 ans et constitue la limite d'application de cette méthode de datation. Le rapport $^{230}\text{Th}/^{234}\text{U}$ permet donc de dater en mesurant la production de ^{230}Th par la désintégration de ^{234}U . Cependant, ^{234}U et ^{238}U sont rarement à l'équilibre séculaire dans les eaux naturelles. Ces dernières sont souvent enrichies en ^{234}U et les eaux de surface et souterraines ont alors un rapport $^{234}\text{U}/^{238}\text{U} > 1$ (Fleischer et Raabe, 1975). Aussi, il faut prendre en compte le ^{230}Th provenant de l'excès de ^{234}U . On mesure donc les rapports d'activité $^{230}\text{Th}/^{234}\text{U}$ et $^{234}\text{U}/^{238}\text{U}$ et une feuille de calcul itératif Excel® permet d'estimer l'âge de l'échantillon (Isabello, 2004).

La méthode de datation $^{230}\text{Th}/^{234}\text{U}$ peut s'appliquer à tout système carbonaté fermé. Néanmoins, lors de leur cristallisation, les carbonates peuvent renfermer une fraction détritique et ainsi piéger une certaine quantité de ^{230}Th . Ceci entraîne un vieillissement apparent de l'échantillon. Il est donc important d'estimer la part de la contamination détritique afin de corriger l'âge. Parce que le ^{232}Th est non radiogénique et est chimiquement équivalent au ^{230}Th , il est utilisé comme traceur de la présence initiale de ^{230}Th dans le spéléothème. Dans certains cas, relativement inhabituels, la présence de ^{230}Th initial peut causer une déviation par rapport à l'âge vrai beaucoup plus grande que l'erreur analytique. Cela peut être le cas avec des échantillons très récents, avec une faible concentration en uranium, une forte composante hydrogénée (Lin *et al.*, 1996), un fort contenu détritique ou une combinaison de ces facteurs. Par ailleurs, la sensibilité de l'erreur sur l'âge à la concentration initiale en ^{230}Th diminue quand l'âge de l'échantillon augmente (Dorale *et al.*, 2004). Avec la spectrométrie alpha, on estime généralement qu'une correction est nécessaire lorsque $^{230}\text{Th}/^{232}\text{Th} < 20$ (Schwarcz, 1986). Cette règle a toutefois des limites (Dorale *et al.*, *op. cit.*). De plus, la correction d'âge s'appuie sur les rapports $^{230}\text{Th}/^{232}\text{Th}$ et $^{234}\text{U}/^{232}\text{Th}$ de la phase détritique mais ces derniers sont souvent mal connus et ils varient de ce fait selon les hypothèses. Enfin, l'utilisation de la spectrométrie de masse a augmenté la précision des mesures isotopiques et le seuil de $^{230}\text{Th}/^{232}\text{Th} < 20$ ne reflète plus la relation entre les corrections pour le ^{230}Th initial et l'ordre de grandeur des erreurs analytiques (Dorale *et al.*, *op. cit.*).

Les premières applications de cette méthode de datation se sont essentiellement concentrées sur les coraux, en utilisant les techniques de comptage alpha qui devaient devenir le standard durant trois décennies (Barnes *et al.*, 1956). Ces datations fournissaient des estimations du timing des variations du niveau marin (*e.g.* Broecker *et al.*, 1968). L'utilisation en routine de cette technique sur les spéléothèmes est apparue dans les années 1970, en donnant accès à une nouvelle source d'informations paléoenvironnementales (Ford *et al.*, 1972 ; Harmon *et al.*, 1975 ; Thompson *et al.*, 1974 in Dorale *et al.*, 2004). Les capacités des datations ont progressé à la fin des années 1980 avec le développement de la technique de mesure par TIMS (*Thermal Ionization Mass Spectrometry* : spectrométrie de masse à ionisation thermique ; Chen *et al.*, 1986 ; Edwards *et al.*, 1987). Li *et al.* (1989) ont réalisé les premières mesures Th/U par TIMS sur des spéléothèmes.

À la fin des années 1990, de nouvelles avancées ont eu lieu dans la mesure des isotopes de l'uranium et du thorium, notamment par ICP-MS (*Inductively Coupled Plasma Mass Spectrometry* ; Hellstrom, 2003 ; Luo *et al.*, 1997). Un autre progrès récent a été le développement de techniques TIMS pour mesurer le ^{231}Pa (Pickett *et al.*, 1994) et l'application de ces méthodes à la datation des carbonates (Edwards *et al.*, 1997). L'utilité de la datation par le ^{231}Pa réside dans le fait que, combiné avec la datation par le ^{230}Th , il constitue un test de la concordance des âges et du fonctionnement en système fermé (Cheng *et al.*, 1998). Il permet également de tester les hypothèses faites sur les rapports $^{230}\text{Th}/^{232}\text{Th}$ et $^{234}\text{U}/^{232}\text{Th}$ de la phase détritique en vue de corriger des dates Th/U (*cf. supra*). En appliquant ces méthodes aux matériaux appropriés, on peut donc obtenir des âges « vrais » relativement précis sur les 500 derniers milliers d'années. Elles promettent de placer la chronologie d'un large éventail d'événements de la fin du Quaternaire sur une échelle de temps calendaire et fiable. Le nombre considérable de dates ^{230}Th publiées sur les spéléothèmes démontre que des échantillons bien choisis de spéléothèmes sont quasiment les candidats idéaux pour les datations ^{230}Th (Gascoyne, 1992b ; Schwarcz, 1986).

7.2.2. Intérêts du TIMS

La méthode de datation par Th/U en spectrométrie de masse à ionisation thermique présente plusieurs avantages, notamment sur la méthode par ^{14}C d'une part et sur celle par Th/U en comptage alpha d'autre part.

❖ Avantages de la datation par Th/U par rapport à la datation par le ^{14}C :

- Les âges Th/U sont considérés comme équivalents à des âges calendaires, du fait d'une bonne correspondance entre les âges Th/U des coraux et les enregistrements dendrochronologiques (Bard *et al.*, 1990).
- Les problèmes liés à la présence de carbone mort introduit dans l'eau d'infiltration lors de la dissolution du calcaire encaissant sont évités (Burns *et al.*, 2003 ; Genty *et al.*, 2001 ; Genty et Massault, 1997 ; Genty *et al.*, 1999).
- La méthode par Th/U ne nécessite pas de calibration, contrairement à la méthode par ^{14}C . Pour cette dernière, il faut corriger les variations au cours du temps de l'activité initiale de l'atmosphère. Cela nécessite l'établissement de courbes de calibration mais il est difficile d'établir des courbes précises qui couvrent toute la période de datation du ^{14}C (Bard *et al.*, 2004 ; van der Plicht *et al.*, 2004). Une large déviation apparaît notamment entre 35 et 45 ka entre les échelles de temps ^{14}C et absolue (Goslar *et al.*, 2000) ;
- Enfin, la méthode par Th/U permet de dater des échantillons jusqu'à environ 400 ka en comptage alpha voire 600 ka en TIMS ou ICPMS (Dorale *et al.*, 2004), tandis que le ^{14}C ne permet pas d'aller au-delà d'environ 50 ka.

❖ Avantages du « TIMS » par rapport à la spectrométrie alpha :

- Si toutes les sources d'erreur sont minimisées, le TIMS permet de réduire notablement les incertitudes liées aux mesures (environ 1/7 des incertitudes liées au comptage alpha ; Edwards *et al.*, 1987 ; Li *et al.*, 1989). En effet, les erreurs analytiques sont liées au comptage statistique : l'erreur est inversement proportionnelle à la racine carrée du nombre de coups :

$$2\sigma = 2/\sqrt{(\text{nombre de coups})}$$

Ainsi, une précision à 2% nécessite au moins 10^4 coups, tandis qu'une précision à 2‰ nécessite au moins 10^6 coups. À cause de leur demie vie relativement longue, compter le nombre de désintégrations (*i.e.* spectrométrie alpha) est environ 10^4 fois moins efficace pour mesurer les abondances en ^{234}U et ^{230}Th que le TIMS, pour des échantillons de même taille (Chen *et al.*, 1992).

- Une conséquence du point précédent est que la masse de l'échantillon nécessaire à l'analyse par TIMS est réduite : de 0,3 à 3g en fonction de la teneur en uranium, soit environ 10 fois moins que pour l'analyse par comptage alpha, à teneur en U égale (Edwards *et al.*, 1987).
- Une autre conséquence au fait de dénombrer les isotopes au lieu de compter les désintégrations est que le temps d'acquisition est plus court (Chen *et al.*, 1986).

7.2.3. Principes de fonctionnement du spectromètre de masse à ionisation thermique

La spectrométrie de masse est une technique qui vise à analyser la matière en fonction de la masse de ses constituants. Le spectromètre de masse à ionisation thermique (TIMS) permet la production d'ions atomiques ou moléculaires par chauffage de la surface du filament où est déposé l'échantillon.

Un spectromètre est composé de trois éléments fondamentaux : la source, où s'effectue l'ionisation, le secteur magnétique et le détecteur.

La source produit des ions positifs et négatifs quasiment mono-énergétiques (~0,2 eV). Pour l'uranium et le thorium, des ions positifs sont utilisés, car ils sont plus stables et sont produits en plus grande quantité (Isabello, 2004). Après l'ionisation, les ions sont accélérés par des champs électriques à l'aide d'une optique de focalisation qui guide les ions vers la fente source.

Le secteur magnétique permet la séparation des ions et dirige ensuite chaque faisceau à la fente du collecteur. La qualité du vide dans le spectromètre est primordiale car l'analyse se base sur les trajectoires des ions. Il doit être compris entre 10^{-6} et 10^{-7} Pa, sinon le faisceau d'ions se disperse par des collisions avec les molécules de l'air.

Le détecteur, constitué d'une cage de Faraday, se situe derrière la fente du collecteur. Il accepte un des ions du faisceau à un instant donné. Le passage des ions à travers une résistance produit un courant électrique. La différence de potentiel qui en résulte est proportionnelle à l'intensité du faisceau d'ions incidents. Cependant, dans le cas des isotopes ^{234}U et ^{230}Th , le bruit du détecteur Faraday devient significatif par rapport au signal. On utilise alors un compteur Daly qui enregistre l'arrivée des ions individuellement (Isabello, *op. cit.*).

7.2.4. Mode opératoire

Les analyses ont été réalisées dans deux laboratoires : à l'Open University (Angleterre) par M. Gilmour et au GEOTOP de l'Université du Québec à Montréal par B. Ghaleb.

La première étape consiste à purifier les échantillons. En effet, l'uranium et le thorium sont très peu abondants dans les spéléothèmes. Par ailleurs, les énergies produites par les désintégrations de ^{234}U et du ^{230}Th sont difficilement dissociables. Cela implique de les séparer chimiquement avant l'analyse pour obtenir une bonne différenciation. Ces opérations s'effectuent en salle blanche de manière à limiter les risques de contamination (Figure 37 ; Figure 38 ; Figure 39 ; Figure 40 ; Figure 41).

Les échantillons sont dissous dans de l'acide nitrique. Puis un traceur constitué de ^{229}Th - ^{236}U (isotopes artificiels) est introduit. Celui-ci permet d'estimer le rendement de l'extraction chimique de l'uranium et du thorium. Les fractions d'uranium et de thorium sont séparées selon les techniques standards (Edwards *et al.*, 1987). Ces deux éléments sont d'abord co-précipités avec du fer de manière à les séparer des autres éléments majeurs, notamment du calcium. Les précipités sont dissous et la solution est purifiée par une série de passages dans des colonnes d'échange des anions, grâce à des résines constituées de polymères organiques synthétiques. Ces résines permettent de fixer certains éléments, suivant leurs propriétés et leur conditionnement. Les échantillons d'uranium et de thorium sont ensuite déposés sur des filaments de rhénium (Re) recouverts de graphite et sont analysés avec un spectromètre de masse de type Finnigan MAT62 (à l'Open University) et de type VG sector (au GEOTOP). Le premier est équipé avec un quadropole potentiel et un multiplicateur d'électrons secondaires (SEM), le deuxième avec un filtre électrostatique de

10 cm et un détecteur Daly compteur d'ions. Les erreurs sont propagées depuis le comptage statistique et les incertitudes sur la composition isotopique du traceur.

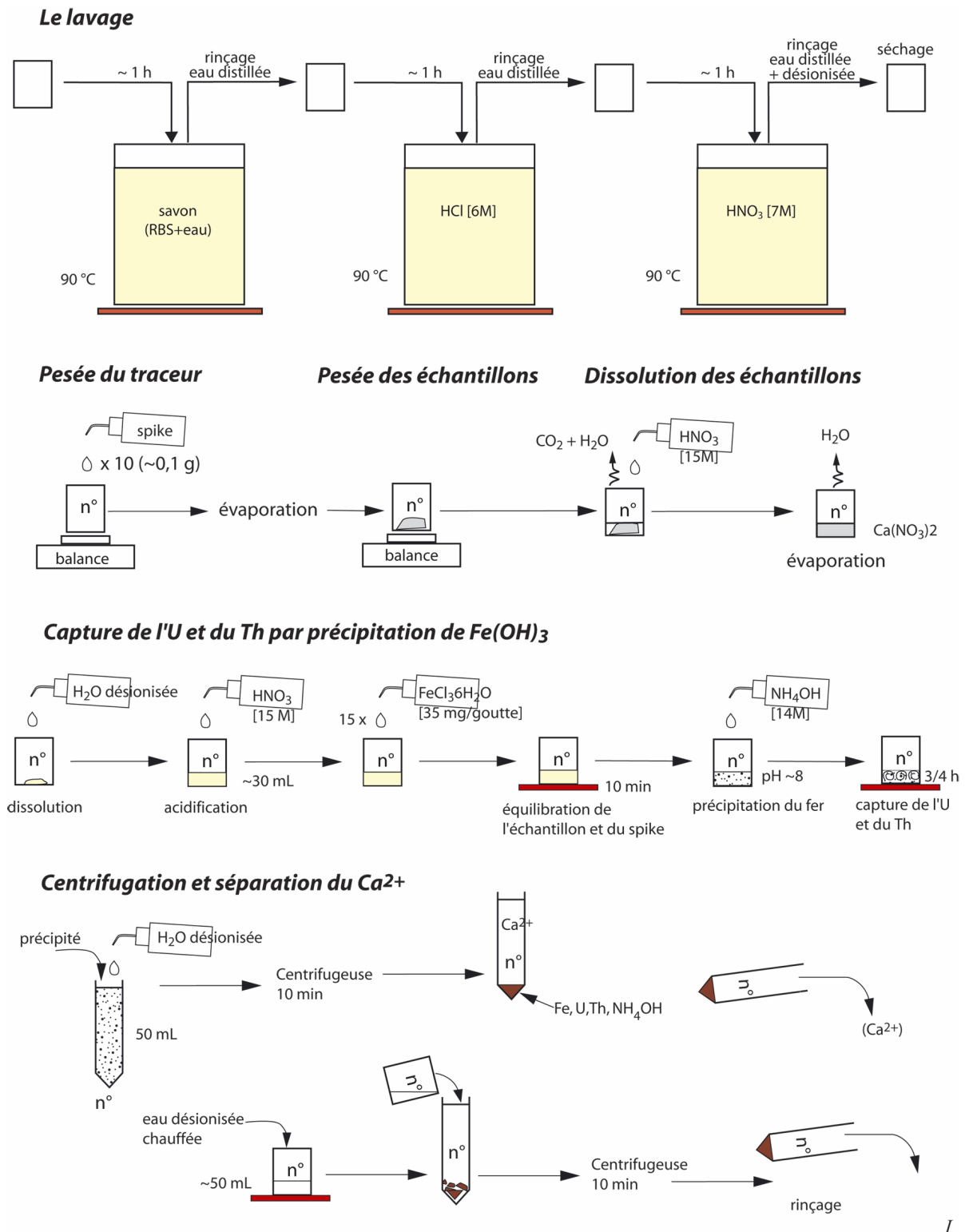
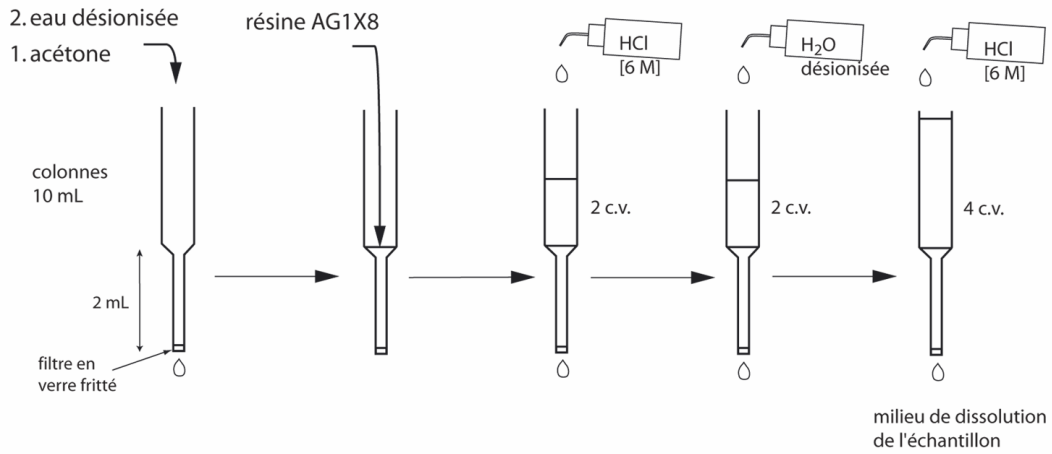


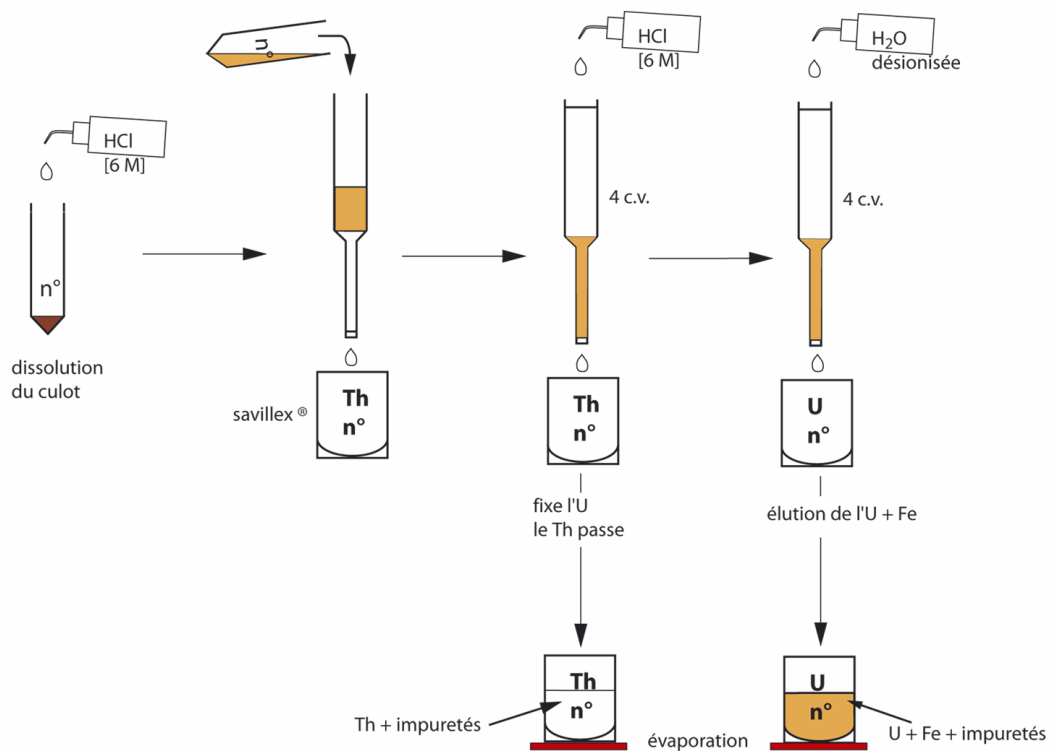
Figure 37. Extraction chimique de l'uranium et du thorium des échantillons de calcite (I).

Colonnes chromatographiques

1. a. Conditionnement de la résine AG1X8 pour U et Th



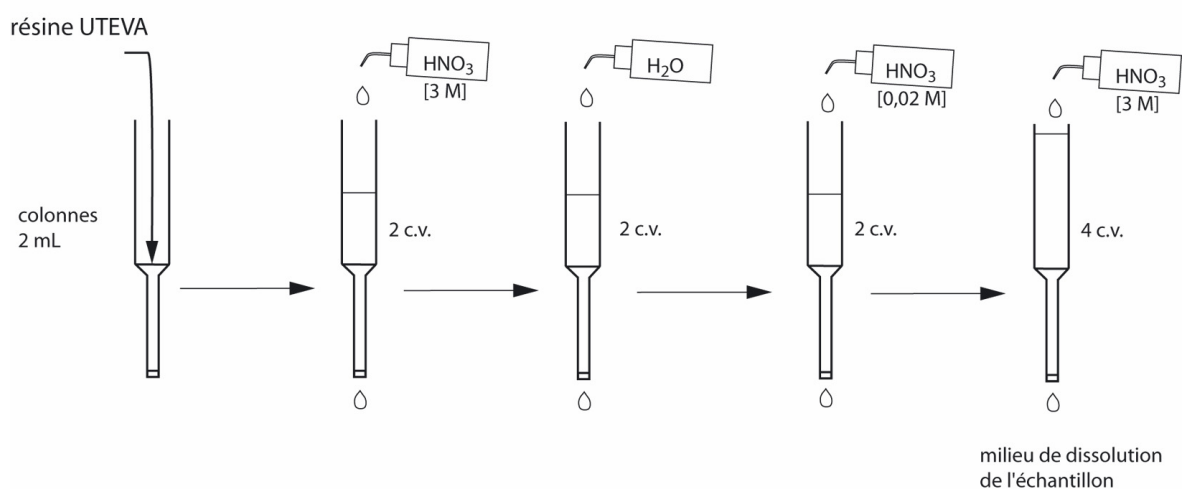
1. b. Séparation du Th et de l'U



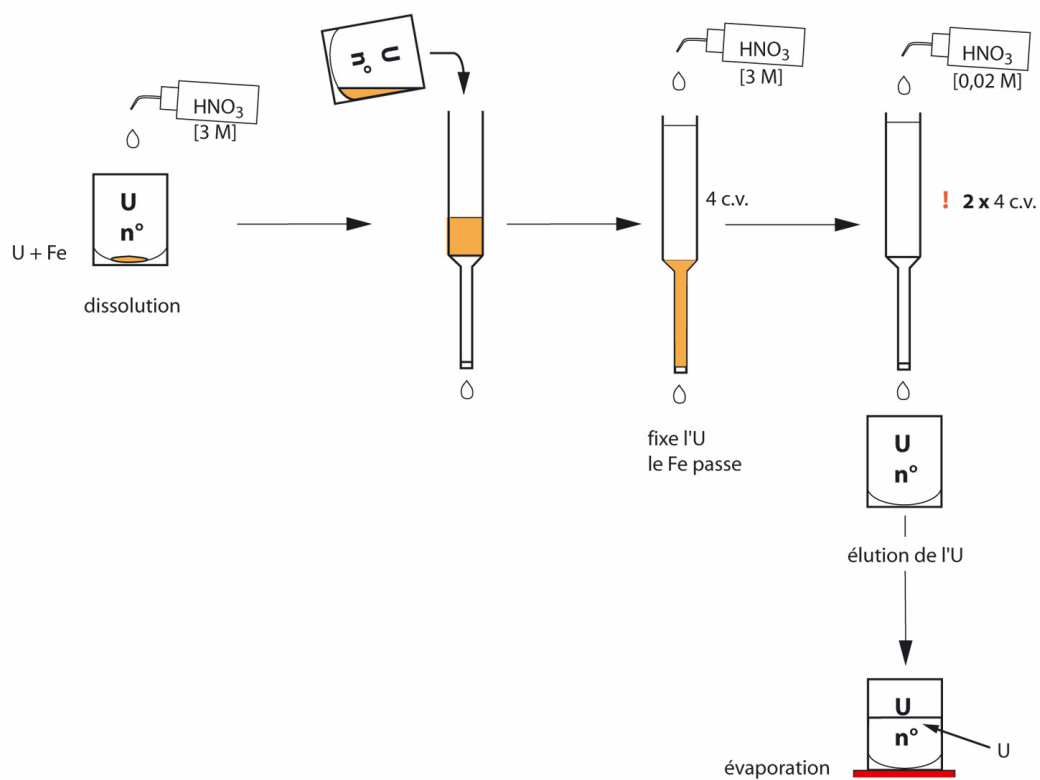
II

Figure 38. Extraction chimique de l'uranium et du thorium des échantillons de calcite (II).

2. a. Conditionnement de la résine UTEVA pour l'U



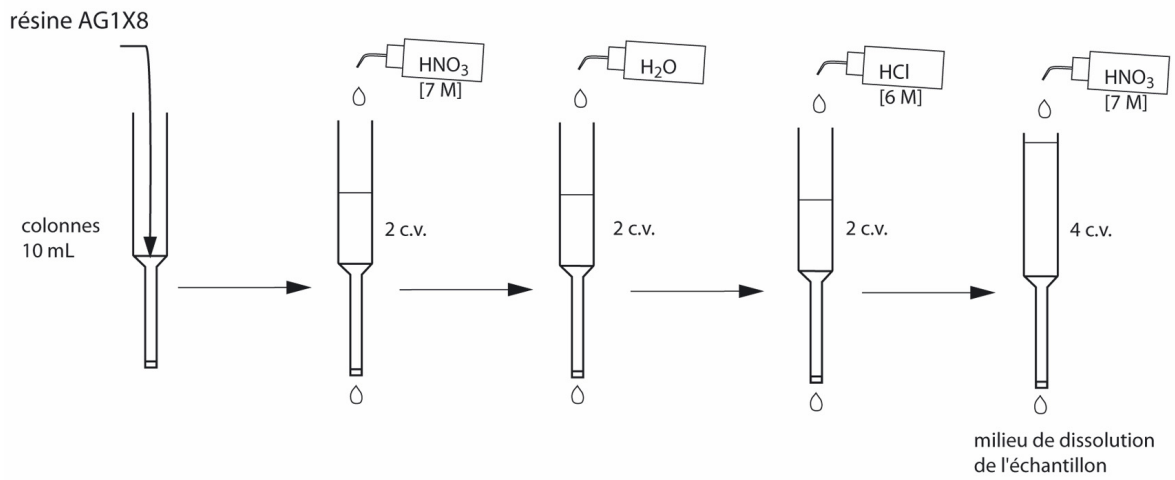
2. b. Purification de l'Uranium



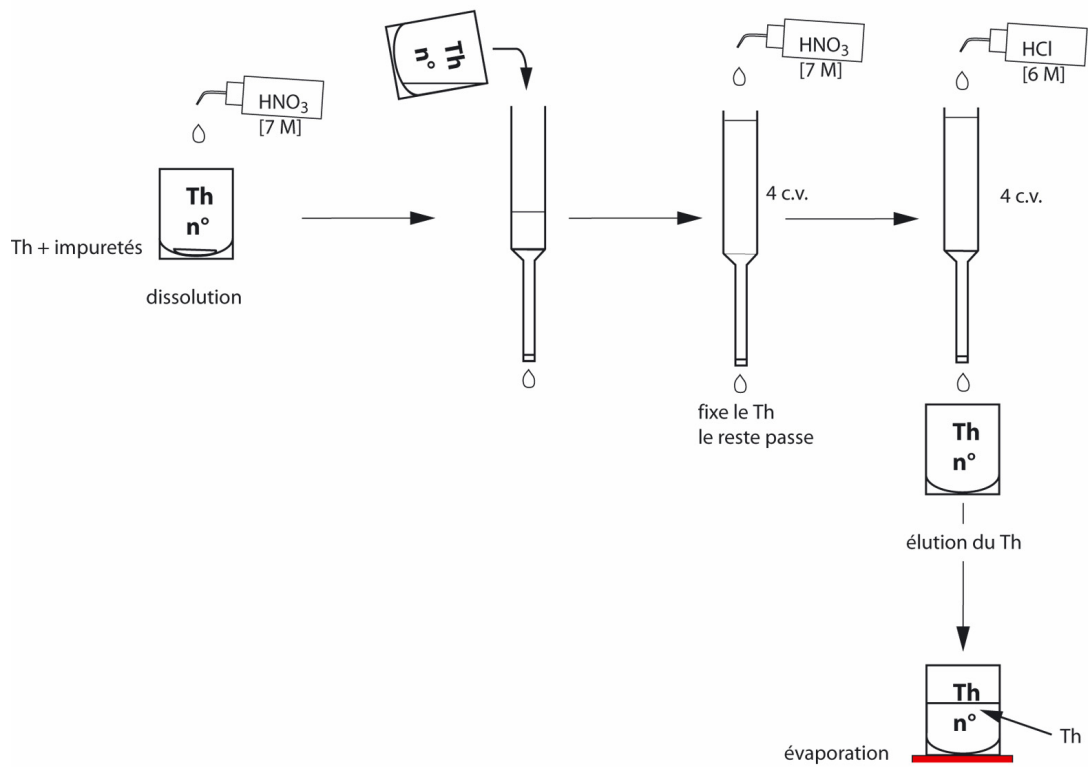
III

Figure 39. Extraction chimique de l'uranium et du thorium des échantillons de calcite (III).

3. a. Conditionnement de la résine AG1X8 pour le Th



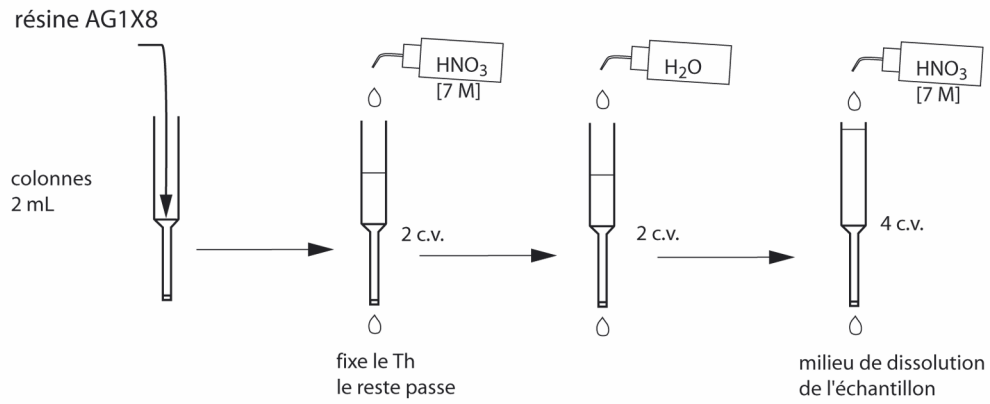
3. b. Purification du Thorium



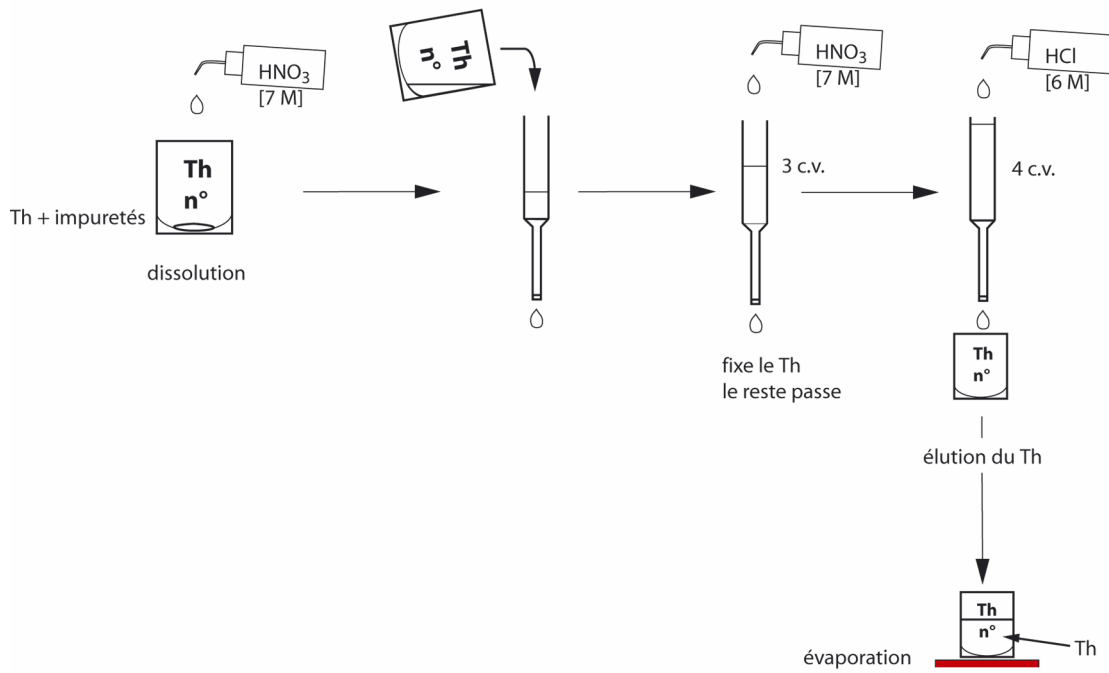
IV

Figure 40. Extraction chimique de l'uranium et du thorium des échantillons de calcite (IV).

3. c. Conditionnement de la résine AG1X8 : deuxième colonne du Th



3. d. Purification finale du Thorium



V

Figure 41. Extraction chimique de l'uranium et du thorium des échantillons de calcite (V).

Résultats

Résultats

1. Le plancher inférieur de la grotte Bourgeois-Delaunay : BDinf

1.1. Constitution du spéléothème

1.1.1. Morphologie. Schéma de croissance

➤ **BDinf :**

Il s'agit d'une large stalagmite développée au sein du plancher inférieur de la grotte Bourgeois-Delaunay. Elle mesure environ 28 cm de largeur à la base pour 40 cm de hauteur (Figure 42 ; Figure 43). Elle présente trois discontinuités très nettes, à :

- 3 cm de la base (D1), beige foncé, contenant très peu de détritiques, suivie de l'apparition d'un axe de croissance.
- 35 cm de la base (D2), beige clair, sans détritiques, suivie d'un changement d'axe de croissance.
- 51 cm de la base (D3), beige plus ou moins foncé, très fine et suivie d'un changement d'axe de croissance.

Sous la discontinuité D1, il n'est pas possible de définir un axe de croissance (les quelques lamines visibles sont planes) tandis qu'au-dessus, les lamines deviennent convexes, typiques du développement d'une stalagmite. Aussi, le fragment basal (sous D1) pourrait correspondre à un fragment de plancher stalagmitique.

Entre les deux dernières discontinuités, D2 et D3, l'alimentation semble double et le taux de croissance de la stalagmite varie au profit de la partie droite d'abord (sur la section polie) puis de la partie gauche, avant la dernière discontinuité. Celle-ci marque l'arrêt de l'alimentation de la partie gauche tandis que la partie droite reprend son développement.

Le sommet de la stalagmite est émoussé (Figure 44). La morphologie des lamines de croissance recoupées par cette surface d'érosion laisse penser que plusieurs centimètres d'épaisseur de calcite ont disparu (entre 2 et 5 cm) (Figure 43 ; Figure 45). La stalagmite ne présente pas de croûte d'altération : la calcite est saine jusqu'à quelques micromètres de la surface émoussée (Figure 45). Cette surface est lissée, toutes les aspérités cristallines ont été polies.



Figure 42. Section polie de la stalagmite **BDinf** et du fragment contigu de plancher **BDinf2**.

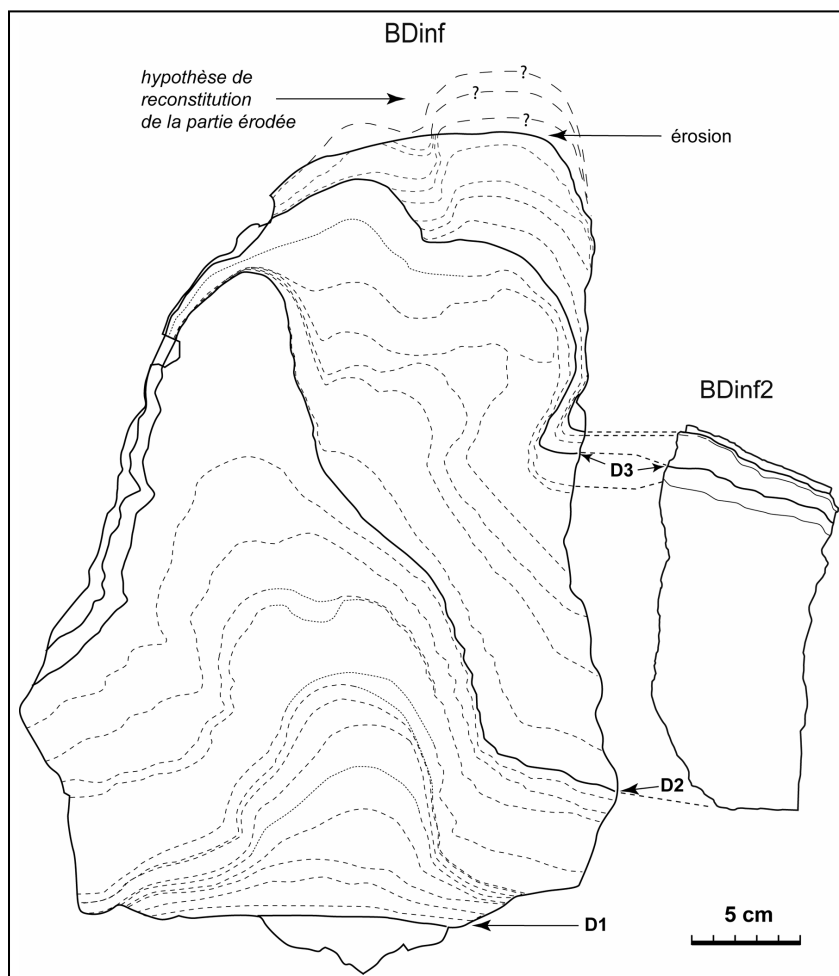


Figure 43. Schéma de la stratigraphie de **BDinf** et **BDinf 2**.
D1, D2, D3 : discontinuités.

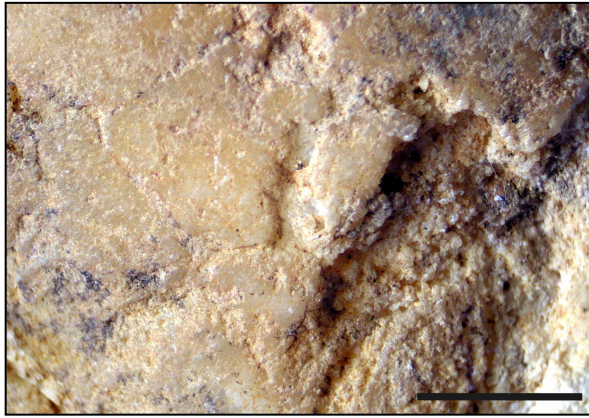
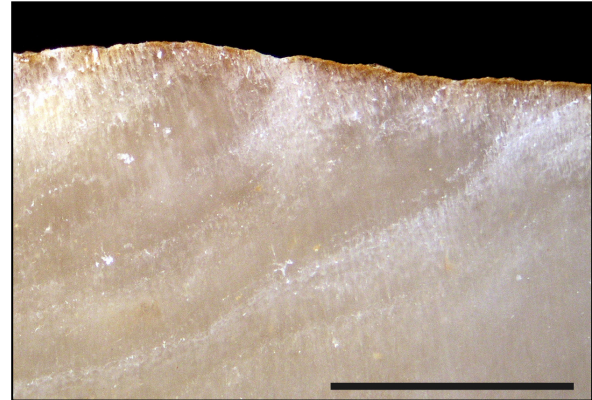


Figure 44. Surface supérieure émoussée de BDinf.
Les aspérités cristallines ont été émoussées sur les reliefs mais sont encore présentes dans les creux (à droite). Loupe binoculaire ; l'échelle représente 5 mm.

Figure 45. Section polie de BDinf au niveau de la surface d'érosion supérieure.

Les lamines sont recoupées par l'érosion mais la calcite est parfaitement saine jusqu'à moins d'un millimètre de la surface. Loupe binoculaire ; l'échelle représente 5 mm.



➤ **BDinf2 :**

Il s'agit d'un fragment du plancher contigu à la stalagmite BDinf. Il correspond au développement latéral de la partie de stalagmite située entre la deuxième discontinuité (à partir de la base) et le sommet (Figure 42 ; Figure 43). Il mesure 17 cm de hauteur et présente 4 discontinuités plus ou moins soulignées de brun par des particules détritiques :

- à 14 cm de la base du fragment, la première discontinuité est très fine et peu colorée. Elle correspond sur la stalagmite BDinf à une très fine discontinuité blanche, passant latéralement à une lamine blanche poreuse qui finit par se fondre dans la calcite compacte sur la gauche de la section polie ;
- à 15 cm de la base du fragment, la deuxième discontinuité est très marquée, soulignée de brun sur une épaisseur d'environ 1 mm. Elle correspond à la troisième discontinuité de BDinf, laquelle est davantage marquée sur la partie gauche de la section polie que sur la partie droite, où la croissance reprend (*cf. supra*) ;
- à 16,5 cm de la base, la troisième discontinuité est très fine et blanche. Il n'est pas possible de définir son équivalent sur la partie contiguë de la section polie de BDinf du fait de la faible épaisseur des lamines, sub-verticales dans cette zone périphérique ;
- à 16,8 cm de la base, la quatrième et dernière discontinuité, beige et poreuse, mesure environ 0,5 mm d'épaisseur. Elle ne se retrouve que très localement dans la partie contiguë de BDinf. Ailleurs, cette dernière « écaille » de calcite s'est vraisemblablement détachée lors du prélèvement et/ou du sciage de la stalagmite.

1.1.2. Texture. Fabrique cristalline

➤ *À l'échelle macroscopique*

Globalement, BDinf présente une calcite compacte, plus ou moins translucide, peu teintée. Trois caractères ont été employés pour définir plus précisément les changements de texture (cf. « Matériel et Méthodes ») :

- la teinte, caractérisée par les termes de « sombre », « laiteuse » et « blanche » ;
- la porosité intercristalline **visible à l'œil nu** et organisée en lamines, caractérisant les zones « poreuses » et « compactes » en fonction de son importance ;
- la macroporosité vacuolaire : de dimension supérieure à l'épaisseur des lamines.

Il est bien entendu que ces critères présentent une part d'arbitraire puisqu'ils sont utilisés pour apprécier des variables continues et non quantifiables. Ils peuvent néanmoins être utiles pour définir de manière relative la texture macroscopique du spéléothème et pour mieux comprendre les facteurs qui la gouvernent.

Les textures, telles que définies par ces trois caractères, se répartissent ainsi sur la section polie de BDinf et BDinf2 (Figure 46) :

- au long de l'axe de croissance, la texture dominante est sombre et compacte, parfois vacuolaire ;
- latéralement, à mesure que l'on s'éloigne de l'axe de croissance, la texture dominante devient plus blanche et poreuse ; lorsque la pente est suffisamment adoucie, des mini-gours se forment (Figure 51 ; Figure 47). Ceux-ci sont plus ou moins comblés par des cristaux columnaires automorphes à forte porosité intercristalline dont les terminaisons sont libres. Lorsque le gour se ferme par recouvrement, il reste souvent une vacuole au toit ;
- la texture devient cependant majoritairement sombre dans la partie supérieure de BDinf1 et BDinf2, même dans les parties latérales ;
- certaines zones sombres, dans l'axe de croissance de la stalagmite, présentent des intercalations de lamines épaisses poreuses (Figure 49). Celles-ci peuvent être la signature d'événements paléoclimatiques ponctuels ayant occasionnés une croissance accélérée, intercalés au sein d'une période à croissance plus lente.

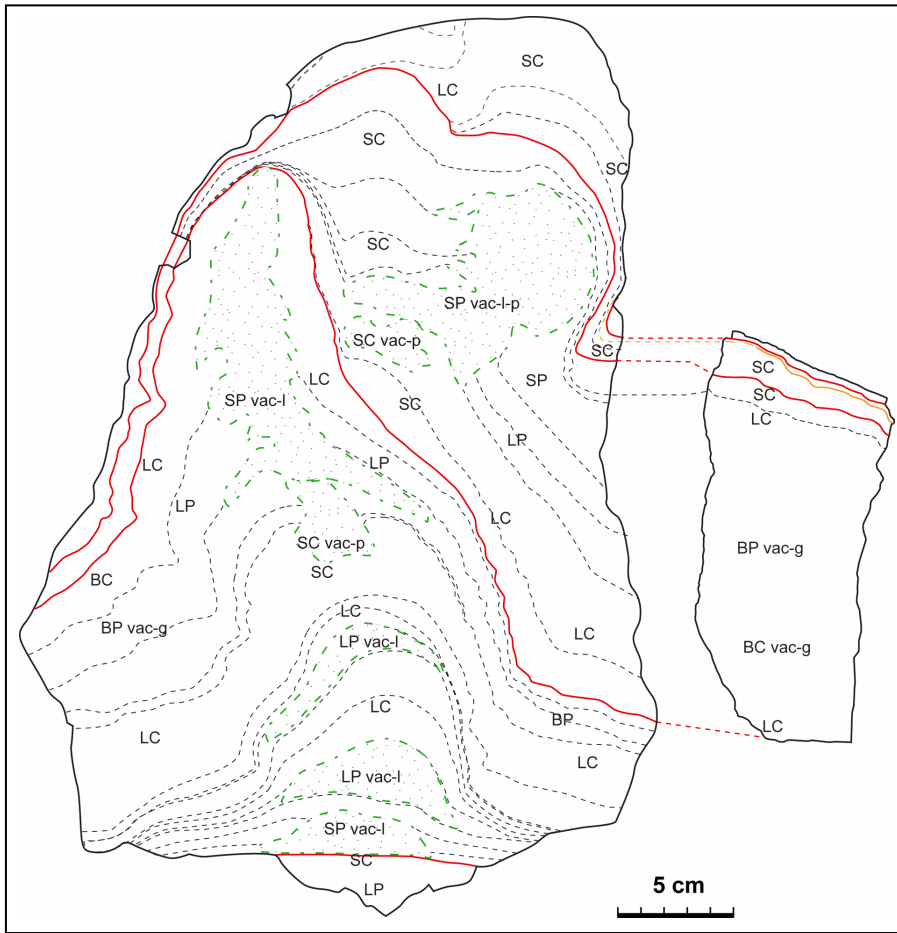


Figure 46. Schéma de croissance et textures de BDinf et BDinf2.

S : sombre ; L : laiteux ; B : blanc ; P : poreux ; C : compact ; vac-g : vacuaire lié à la présence de mini-gours ; vac-p : vacuaire lié à la présence de petits puits aux parois boursouflées dans la zone d'impact des gouttes (Figure 50) ; vac-l : vacuaires lié aux porosités intercrystallines (*i.e.* de lamines poreuses) élargies dans la zone axiale (Figure 48). Les zones pointillées sont les zones où la porosité est la plus développée sur BDinf.



Figure 47. Distribution sur la section polie du plancher BDinf2 des lentilles de cristaux colonnaires associées à une forte porosité intercrystalline et interprétées comme des mini-gours.

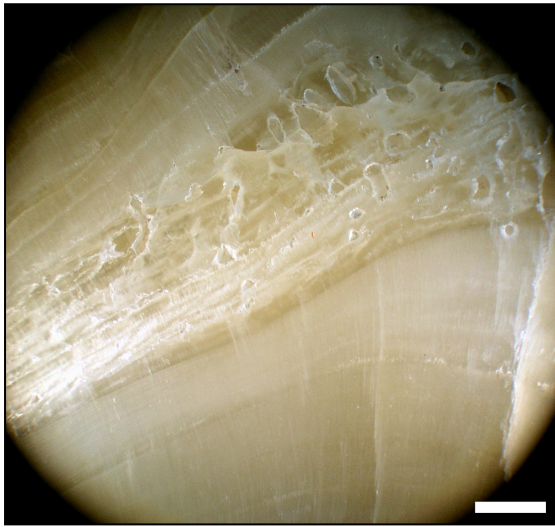


Figure 48. Transition entre texture laiteuse compacte et laiteuse poreuse à vacuoles.

En bas et en haut de la photo, la calcite est compacte et la lamination n'est quasiment pas discernable, pourtant, la teinte laiteuse indique l'existence d'une microporosité. Au milieu de la photo, la calcite est toujours de teinte laiteuse mais la lamination est visible à l'œil nu ; la texture est alors dite « laiteuse poreuse ». De plus, cette zone présente des vacuoles de plus grande dimension, alignées sur les lamines (« vac-l » dans la Figure 46). Loupe binoculaire ; l'échelle représente 5 mm.

Figure 49. Intercalation de lamines à porosité intercrystalline visible à l'œil nu au sein d'une calcite à dominante sombre.

Ce type de lamines témoigne d'une précipitation rapide et apparaît quel que soit le type de texture environnant. Elles correspondent probablement à des événements climatiques particuliers. D'après la terminologie définie dans le chapitre « Matériel et Méthodes », cette zone est donc de type « sombre poreux ». Loupe binoculaire ; l'échelle représente 5 mm.

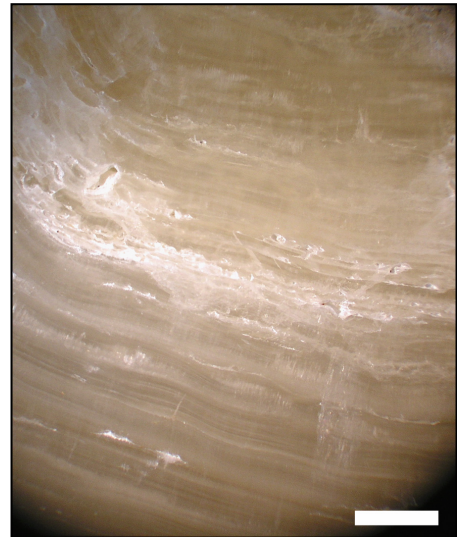
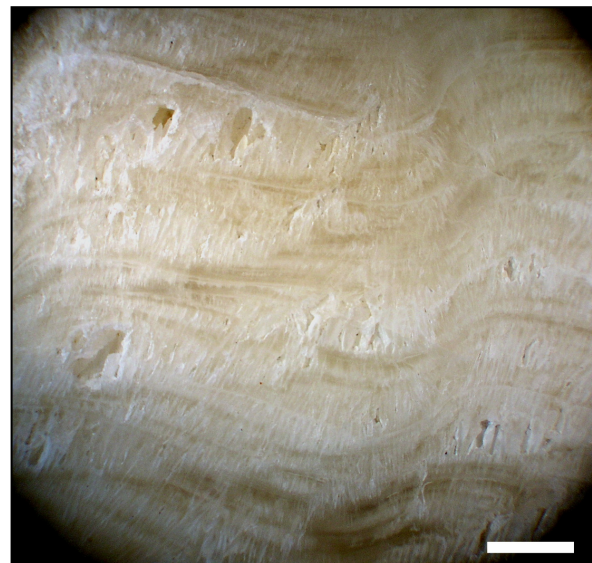


Figure 50. Vacuole située dans l'axe de croissance, probablement due au piégeage d'eau.

Ces vacuoles de grande taille, allongées dans l'axe de croissance, aux parois boursouflées ou au relief adouci, se forment typiquement sous l'impact des gouttes alimentant la formation de certaines stalagmites. Elles piègent de l'eau tandis que l'effet de « splash » favorise la précipitation autour d'elles. Loupe binoculaire ; l'échelle représente 5 mm.

Figure 51. Texture blanche poreuse à mini-gours se développant latéralement par rapport à la stalagmite de BDinf, à l'approche du plancher.

La formation des mini-gours, plus ou moins comblés par les cristaux colonnaires à forte porosité intercrystallines, et leur recouvrement progressif donne naissance à une structure lenticulaire, en vaguelettes. Loupe binoculaire ; l'échelle représente 5 mm.



➤ À l'échelle microscopique

❖ Observations générales

BDinf est essentiellement constitué de calcite colonnaire allongée à fibreuse, avec des cristaux pouvant mesurer jusqu'à 1 mm de largeur et 1 cm ou plus de hauteur (Figure 52).

Les zones sombres et compactes à l'œil nu sont très homogènes en lame mince, à l'exception de la zone axiale où des vacuoles apparaissent localement. Celles-ci font souvent autour de 1 mm de diamètre mais sont parfois plus grandes. Elles sont vraisemblablement liées à la stagnation d'eau dans la zone d'impact des gouttes.

Les zones plus blanches à l'œil nu sont dues à la présence en plus grand nombre de lamines poreuses. En lame mince, celles-ci sont constituées par des microporosités intercristallines organisée en bandes (Figure 55 ; Figure 56). Bien que la porosité apparaisse très peu développée en lame mince, elle est suffisante pour induire des changements de teinte macroscopiquement.

BDinf2 est constitué de calcite colonnaire allongée, avec des cristaux plus fins vers le sommet. Les vacuoles associées aux mini-gours décrits plus hauts sont de grande taille et caractérisées par des bords dentelés, constitués des extrémités euédriques des cristaux colonnaires (Figure 59 ; Figure 62).

Sous la base des mini-gours, se distingue souvent un niveau de petits cristaux d'orientation différente des cristaux colonnaires (Figure 59). Il s'agit de petites excroissances latérales comparables à celles observées au MEB par Genty (1992). Des petites excroissances cristallines ont été observées également sous loupe binoculaire (Figure 61), au niveau des terminaisons des cristaux colonnaires dans un mini-gour. Ces excroissances pourraient être mises en relation avec des stades de stagnation de l'eau dans les mini-gours en cours de formation.

❖ Les discontinuités :

Certaines discontinuités, non teintées macroscopiquement, ne présente en effet que très peu de particules détritiques en lame mince. Ces particules sont parfois diffuses sur la surface de croissance (Figure 52) ou groupées sous forme de petits amas qui servent alors de substrat au développement de bouquets d'aiguilles d'aragonite (Figure 53).

D'autres discontinuités, soulignées de brun macroscopiquement, correspondent effectivement à un dépôt plus continu de particules détritiques sur la surface de croissance (argiles, oxydes, matière organique). Elles portent également des aiguilles d'aragonite en plus grand nombre (Figure 57).

Dans tous les cas de discontinuité, les sommets des cristaux présentent généralement une forme cristalline géométrique (euédrique ou tronquée), qui témoigne de l'absence d'altération associée à l'interruption de croissance et probablement aussi de son intervention rapide et courte.

Lorsque la surface de croissance n'est pas recouverte par un dépôt continu de particules détritiques, la précipitation des cristaux colonnaires reprend directement, en respectant les surfaces cristallines et les axes de croissance des cristaux sous-jacents (cristaux continus et plages d'extinction uniformes de part et d'autre de la discontinuité en LP ; Figure 52). Au contraire, lorsque la croissance reprend après un dépôt de particules détritiques plus important, des cristaux d'apparence « scalénoédrique » (*i.e.* aux faces triangulaires) précipitent d'abord, puis la fabrique redevient colonnaire (Figure 57). Les cristaux « scalénoédriques » sont typiques de l'initiation d'une précipitation de calcite colonnaire

sur une nouvelle surface de croissance. Leur absence (lorsque la cristallisation colonnaire reprend en continuité optique avec les cristaux précédant l'interruption de croissance) signifie que la surface de précipitation n'était pas entièrement couverte par des particules détritiques et donc que les bases de nucléation qu'elle portait ont pu être utilisées (ceci exige moins d'énergie que de former de nouvelles bases de nucléation).

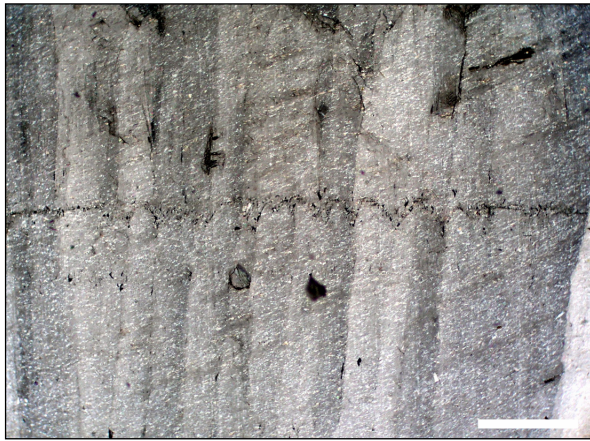


Figure 52. Fabrique colonnaire allongée compacte de BDinf2 et fine discontinuité de croissance.

Celle-ci est légèrement soulignée de noir (il s'agit probablement de microporosités dans la structure cristalline, telles des inclusions fluides) mais la surface de croissance n'est pas altérée à en juger par les extrémités euédriques des cristaux et par la continuité des surfaces cristallines et des teintes d'extinction après la discontinuité. Lame mince, lumière polarisée (LP) ; l'échelle représente 500 μm .

Figure 53. Aiguilles d'aragonite développées sur des particules détritiques au niveau d'une fine discontinuité de croissance de BDinf.

Lame mince, LP ; l'échelle représente 100 μm .

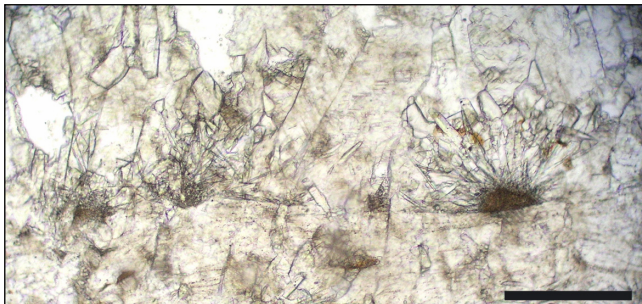


Figure 54. Amas de particules argileuses au niveau d'une discontinuité de croissance de BDinf, coiffés d'aiguilles d'aragonite puis de calcite d'apparence scalénoédrique précédant la reprise de la cristallisation colonnaire.

Lame mince, LN en haut, LP en bas ; l'échelle représente 200 μm .

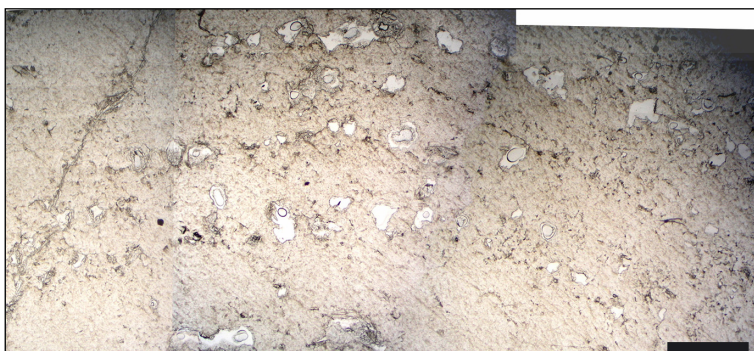
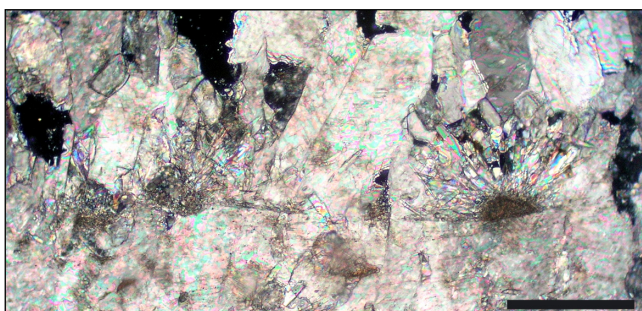


Figure 55. Lamines poreuses dans la zone axiale de la stalagmite BDinf.

Ces alignements de microporosités constituent les lamines blanches poreuses vues à l'œil nu. Lame mince, LN. L'échelle représente 1 mm.



Figure 56. Fabrique colonnaire allongée de BDinf2.

Cette fabrique est globalement compacte. Toutefois, trois « lamines poreuses » sont visibles ici (alignements de microporosité intercrystallines), responsables des fines lamines blanches vues à l'œil nu. lame mince, LP ; l'échelle représente 500 μm .

Figure 57. Discontinuité (D2) interrompant la croissance des cristaux colonnaires de BDinf2.

D'après la morphologie euédrique des extrémités cristallines, l'arrêt de croissance est intervenu rapidement et la discontinuité n'est pas associée à de l'érosion. Cependant, elle est soulignée par des particules détritiques et des aiguilles d'aragonite se sont développées en amas. Quatre stades de croissance antérieurs sont soulignés également par de très fins dépôts de détritiques. Ils pourraient annoncer la discontinuité majeure à venir. Suite à celle-ci, la cristallisation reprend d'abord sous forme de cristaux d'apparence scalénoédrique puis de cristaux colonnaires. Ces derniers sont généralement en continuité optique (même extinction) avec ceux précédant la discontinuité, ce qui pourrait signifier que la discontinuité n'est pas suffisamment épaisse pour masquer toute la surface de nucléation précédente. lame mince, LP ; l'échelle représente 1 mm.

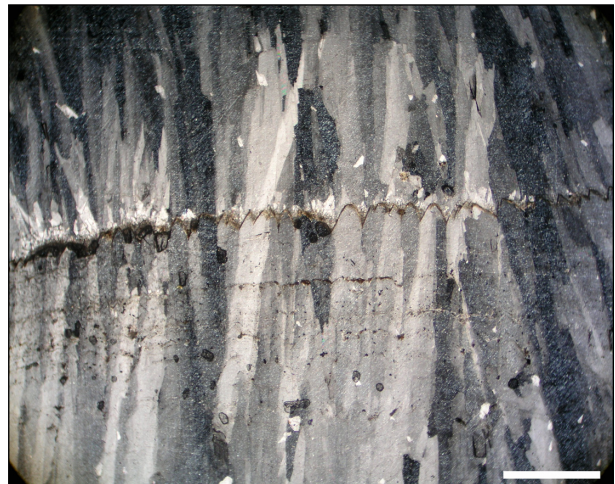
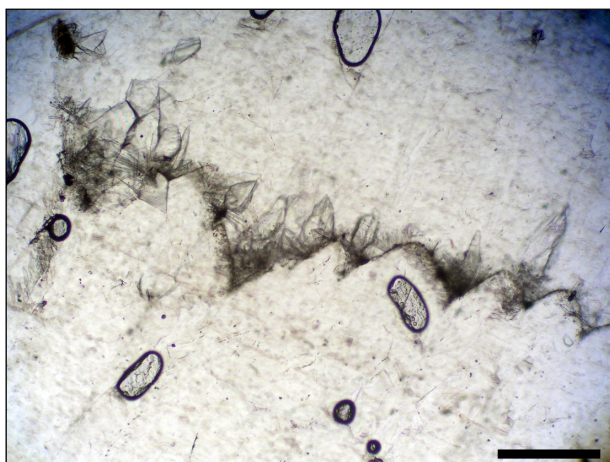


Figure 58. Dernière discontinuité de croissance dans BDinf2.

La surface de croissance est recouverte d'un fin dépôt de particules détritiques et des bouquets d'aiguilles d'aragonite se sont développés sur des petits amas de détritiques. Suite à cette discontinuité, la précipitation reprend avec une série de cristaux de calcite scalénoédrique. lame mince, LN ; l'échelle représente 200 μm .



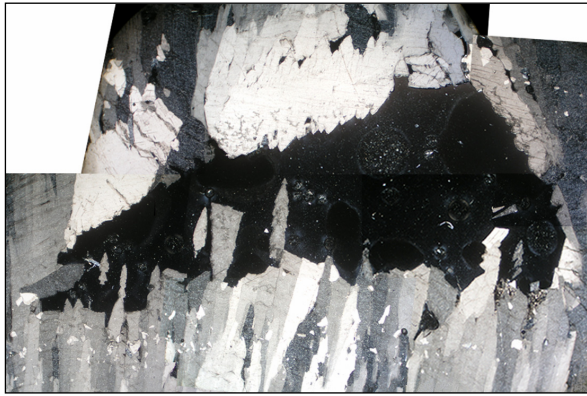


Figure 59. Mini-gour au sein des cristaux columnaires allongés de BDinf2.

Remarquer les excroissances cristallines plus ou moins alignées sous la vacuole. lame mince, LP ; le mini-gour mesure 1,2 cm de longueur.

Figure 60. Mini-gour sur la section polie de BDinf2.
Comme sur les lames minces, on remarque les cristaux columnaires aux terminaisons euédriques qui ont cessé leur croissance dans la lumière de la vacuole. Loupe binoculaire ; l'échelle représente 5 mm.

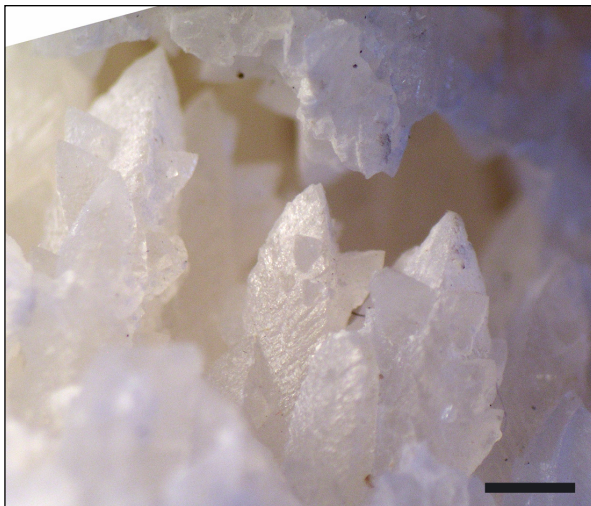
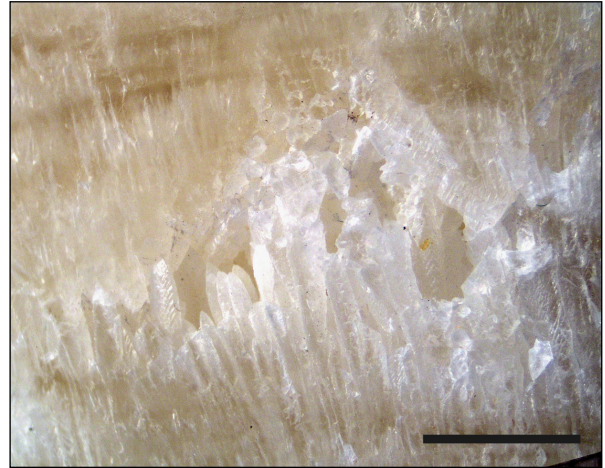


Figure 61. Terminaisons des cristaux columnaires dans la lumière d'un mini-gour.

On remarque les nombreuses excroissances cristallines latérales, vraisemblablement du même type que celles vues en lame mince (Figure 59). Loupe binoculaire ; l'échelle représente 1 mm.

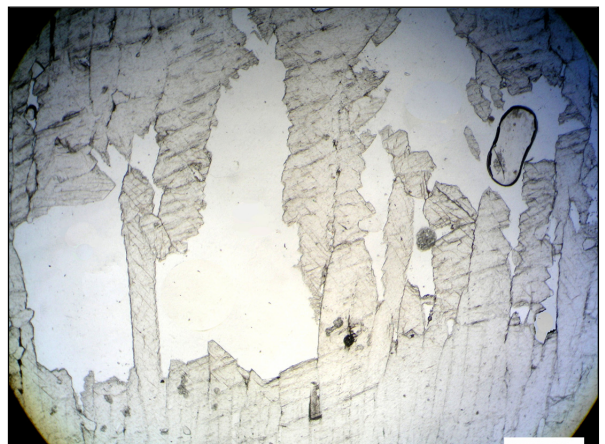


Figure 62. Mini-gour au sein des cristaux columnaires allongés de BDinf2.
Lame mince, LN à gauche, LP à droite ; l'échelle représente 1 mm.

1.2. Cadre chronologique de la croissance de BDinf : le MIS 5e

Dix-sept datations $^{230}\text{Th}/^{234}\text{U}$ par TIMS ont été réalisées sur BDinf (dont trois sont des doubles : E2, G2 et H2). L'emplacement des échantillons datés est représenté sur la Figure 63. Tous les résultats sont présentés dans le Tableau 12 et dans la Figure 64, y compris les datations qui seront écartées par la suite en raison de problèmes analytiques.

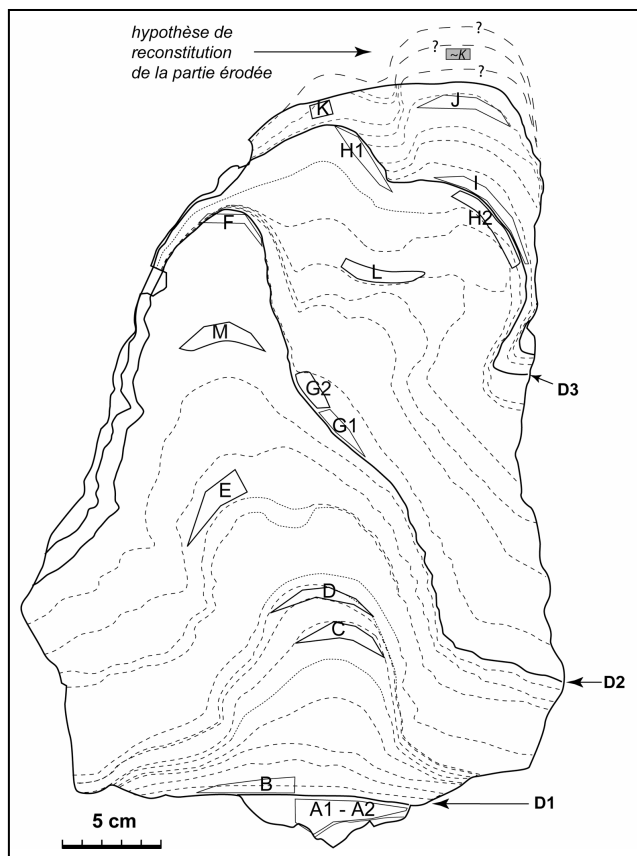


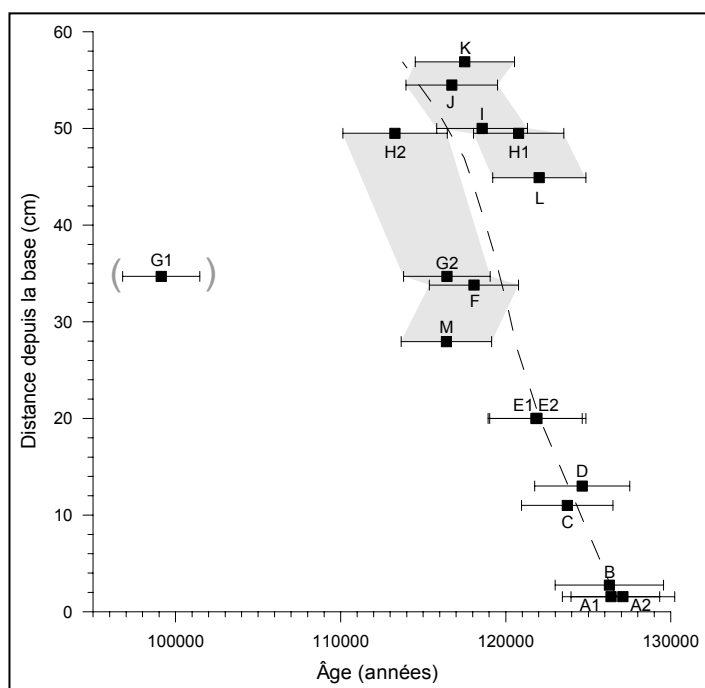
Figure 63. Emplacement des échantillons pour les datations Th/U sur la section polie de BDinf.

D1 à D3 : discontinuités.

A à K : échantillons pour les datations Th/U.

Figure 64. Âge des échantillons de BDinf en fonction de leur distance depuis la base de la stalagmite.

Toutes les datations effectuées sur BDinf sont représentées (barres d'erreur à 2σ), y compris celles qui seront éliminées de la discussion en raison de problèmes analytiques. Les zones grisées englobent deux ensembles de datations distribuées anormalement de part et d'autre d'une courbe de croissance moyenne cohérente (en pointillés). La date de G1 est entre parenthèses car en inversion chronologique.



Théoriquement, pour compenser la contribution de ^{230}Th terrigène qui pourrait décaler les âges vrais vers des âges plus anciens, une correction détritique doit être appliquée. Cette correction a été appliquée avec l'hypothèse d'un rapport d'activité du $^{230}\text{Th}/^{232}\text{Th}$ de la fraction détritique égal à 0,63, équivalent à celui utilisé pour la datation des spéléothèmes de la grotte de Villars, située non loin (à 40 km de La Chaise). Toutefois, cette correction n'a ici que peu d'impact sur les âges calculés, les modifiant généralement seulement de quelques dizaines d'années, ce qui est bien inférieur aux incertitudes. Le pourcentage d'erreur sur l'âge à 2σ varie entre 2,2% et 2,8% (Figure 64 ; Tableau 12). Ce taux est relativement élevé pour des datations $^{230}\text{Th}/^{234}\text{U}$ par TIMS en comparaison avec d'autres travaux réalisés sur des spéléothèmes. Cela est principalement dû à la pauvreté du spéléothème en uranium (entre 0,17 et 0,60 ppm de ^{238}U).

Les résultats montrent que la stalagmite **BDinf s'est formée entre 127 ± 3 ka et 117 ± 3 ka**, soit au cours du **MIS 5e**.

La date de G1 est à rejeter car elle présente une nette inversion chronologique. La raison de cette inversion ne semble pas liée à l'échantillon. En effet, une ouverture géochimique du système cristallin est peu probable au vu de la pétrographie (fabrique compacte ne présentant pas de recristallisations). De plus, une forte pollution par des détritiques n'est pas vraisemblable au regard de la grande pureté de la calcite observée en lame mince et de la précision de l'échantillonnage, effectué en retrait par rapport à la discontinuité D2. L'hypothèse la plus envisageable pour expliquer cette inversion est donc un problème analytique non identifié.

Toutefois, d'autres dates seront probablement à écarter pour la constitution du modèle d'âge de BDinf. En effet, deux ensembles se distinguent, en contradiction avec la stratigraphie du spéléothème : les dates de M, F et G2 sont plus récentes alors que ces échantillons sont plus bas stratigraphiquement. Inversement, les dates de L, H1, I, J et K constituent un deuxième ensemble cohérent avec des âges plus anciens alors que ces échantillons sont plus hauts stratigraphiquement. Quant à H2, il devrait, par sa position, appartenir au deuxième ensemble mais son âge est plus récent et le rapproche du premier. Si la raison de ces anomalies n'est pas connue, on constate toutefois que ces deux ensembles de dates se situent de part et d'autre d'une courbe de croissance moyenne cohérente (Figure 64).

Nom échantillon	Distance de la base (cm)	^{238}U (ppm)	Erreur à 2σ	$^{234}\text{U}/^{238}\text{U}$	Erreur à 2σ	$^{230}\text{Th}/^{232}\text{Th}$	Erreur à 2σ	$^{230}\text{Th}/^{234}\text{U}$	Erreur à 2σ	Âge non corrigé (ans/2005)	+ erreur à 2σ	- erreur à 2σ	% erreur à 2σ	Âge corrigé (ans/2005)
A1	1,55	0,6086	0,0020	1,1157	0,0080	306	9	0,6976	0,0081	126527	2949	2900	2,3	126377
A2	1,55	0,4749	0,0014	1,1167	0,0078	651	19	0,6996	0,0086	127165	3143	3087	2,5	127095
B	2,75	0,2935	0,0007	1,1073	0,0077	1046	31	0,6962	0,0090	126320	3276	3215	2,6	126276
C	11	0,2443	0,0007	1,1036	0,0081	4781	135	0,6881	0,0077	123736	2771	2727	2,2	123726
D	13	0,1761	0,0004	1,1056	0,0075	780	22	0,6912	0,0080	124695	2879	2832	2,3	124636
E1	20	0,4373	0,0011	1,0767	0,0076	6240	178	0,6798	0,0079	121832	2805	2759	2,3	121825
E2	20	0,4033	0,0013	1,0685	0,0083	6866	200	0,6793	0,0083	121895	2963	2914	2,4	121888
M	27,95	0,2684	0,0008	1,0716	0,0094	674	20	0,6624	0,0080	116474	2744	2701	2,4	116408
F	33,8	0,3627	0,0010	1,0838	0,0069	16387	475	0,6686	0,0080	118077	2698	2657	2,3	118074
G1	34,7	0,3101	0,0008	1,0737	0,0073	1676	51	0,6020	0,0082	99154	2333	2302	2,4	99130
G2	34,7	0,2730	0,0006	1,0672	0,0072	2503	72	0,6620	0,0078	116453	2624	2587	2,2	116435
L	44,9	0,3805	0,0022	1,0632	0,0100	2773	53	0,6807	0,0076	122029	2822	2727	2,3	122029
H1	49,5	0,3017	0,0007	1,0645	0,0067	692	20	0,6757	0,0078	120848	2732	2690	2,3	120782
H2	49,5	0,2066	0,0020	1,0906	0,0297	507	10	0,6551	0,0079	113293	3166	2987	2,8	113293
I	50	0,2873	0,0007	1,0616	0,0074	12322	357	0,6683	0,0080	118570	2752	2708	2,3	118567
J	54,5	0,3343	0,0008	1,0699	0,0072	6204	182	0,6631	0,0082	116735	2772	2728	2,4	116728
K	56,9	0,2944	0,0017	1,0606	0,0139	405	12	0,6652	0,0082	117633	3006	2943	2,6	117523

Tableau 12. Résultats des datations $^{230}\text{Th}/^{234}\text{U}$ par TIMS des échantillons de BDinf.

Toutes les datations réalisées sont présentées, y compris celles qui seront exclues par la suite en raison de problèmes analytiques.

1.3. Dosages des isotopes stables

1.3.1. Vérification des conditions d'équilibre isotopique lors de la précipitation : le test de Hendy

Sur les lamines testées (Figure 66), l'amplitude de variation du $\delta^{18}\text{O}$ est inférieure à 0,4 ‰ (Figure 65). Celle-ci est bien inférieure au seuil de 0,8 ‰ défini par Gascoyne (1992) comme la tolérance maximum de variation du $\delta^{18}\text{O}$ le long d'une même lamine.

On peut noter que, même si l'amplitude de variation du $\delta^{18}\text{O}$ est faible, ses variations se corrélaient positivement avec celles du $\delta^{13}\text{C}$ sur la plupart des lamines. Cela pourrait être le signe d'une précipitation hors des conditions d'équilibre isotopique, légèrement influencée par des processus cinétiques et de l'évaporation.

Toutefois, il convient de rester prudent dans l'interprétation de ces faibles variations du fait de la difficulté d'application de ce test sur cette stalagmite : les lamines sont très fines et difficiles à suivre latéralement et l'emplacement de l'axe de croissance n'est pas précisément identifiable.

Pour preuve, dans le détail, diverses anomalies apparaissent. Ainsi, la lamine située à 53,7 cm de la base présente un léger problème au niveau du $\delta^{18}\text{O}$: soit le deuxième point depuis l'axe est trop positif, soit le troisième point est trop négatif.

De même, on remarque que les lamines situées à 4,7 cm et à 49 cm de la base présentent des valeurs isotopiques plus négatives latéralement que sur l'axe de croissance (*i.e.* à $D = 0$ cm). Cela s'explique vraisemblablement par une mauvaise appréciation, au niveau de ces lamines, de la position de l'axe de croissance de la stalagmite lors de l'échantillonnage du fait de sa largeur et de sa structure complexe. Ainsi, les valeurs isotopiques les plus négatives sur ces lamines se situent probablement sur le véritable point de chute des gouttes. Cela démontre par ailleurs que, dans cette stalagmite, des écarts involontaires entre le véritable axe de croissance du spéléothème et l'emplacement de l'échantillonnage pour le profil isotopique n'auront pas d'incidence majeure sur les données puisque ici les différences de $\delta^{18}\text{O}$ et de $\delta^{13}\text{C}$ sont inférieures à 0,2 ‰.

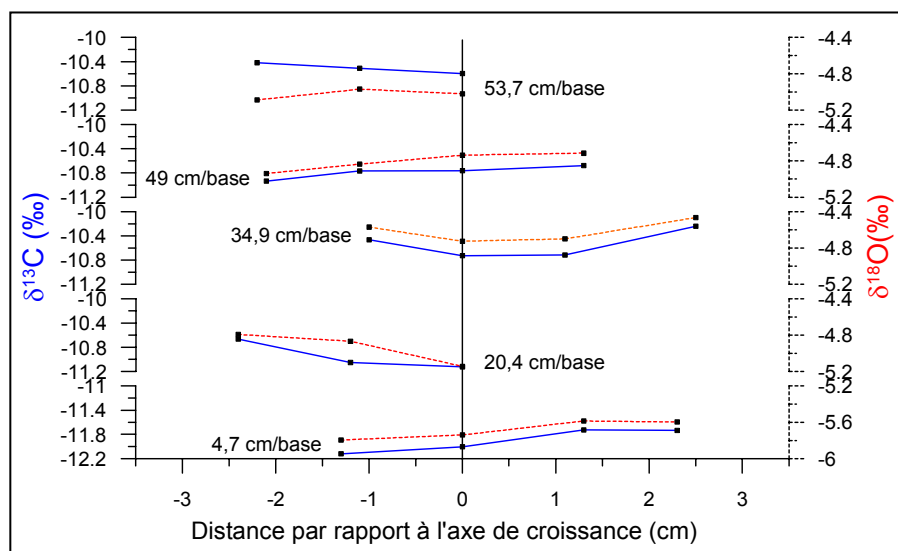


Figure 65. Test de Hendy sur BDInf.

Evolution des rapports isotopiques le long de différentes lamines.

1.3.2. Le signal isotopique de l'oxygène et du carbone enregistré au cours de la croissance du spéléothème

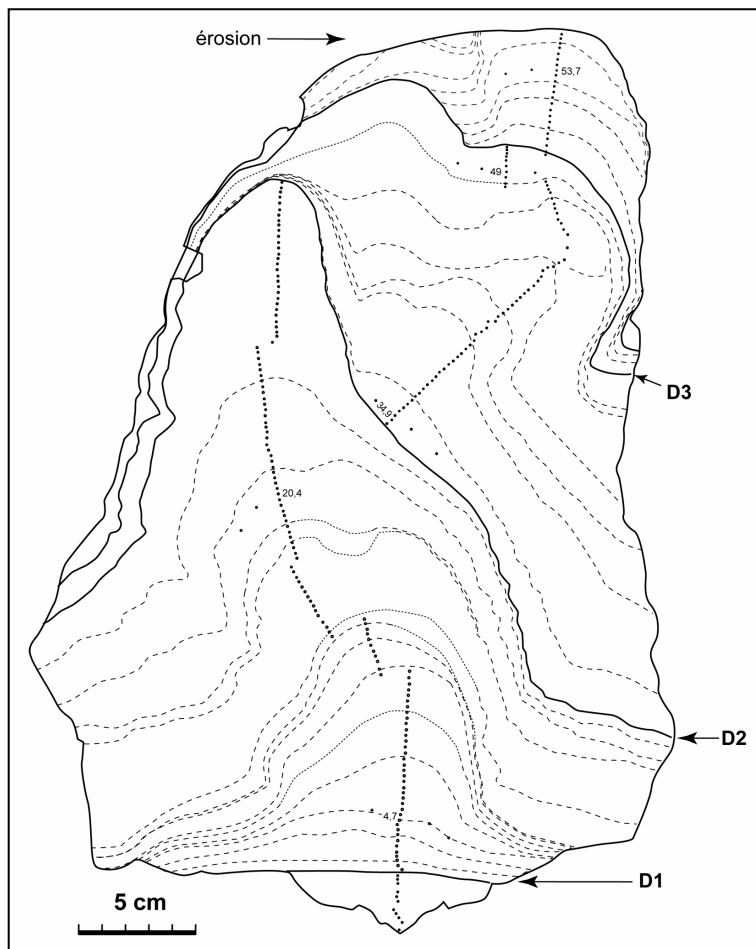


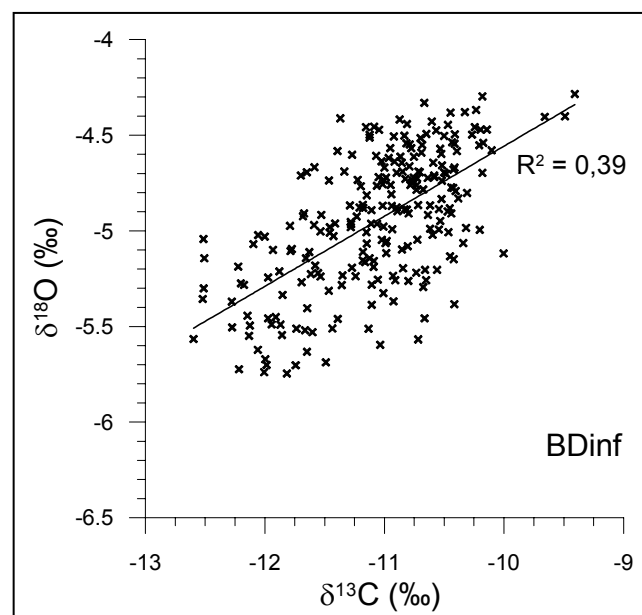
Figure 66. Emplacement des séries de prélèvements pour le dosage des isotopes stables sur la section polie de BDinf.

Les lamines échantillonnées pour le test de Hendy sont celles accompagnées d'un nombre, qui correspond à leur distance depuis la base en cm.

D1 à D3 : discontinuités.

Figure 67. Diagramme $\delta^{18}\text{O}$ - $\delta^{13}\text{C}$ des dosages de BDinf.

Les rapports des isotopes stables mesurés au long de l'axe de croissance de BDinf se situent entre -9,4 ‰ et -12,6 ‰ pour le $\delta^{13}\text{C}$ et entre -4,3 ‰ et -5,7 ‰ pour le $\delta^{18}\text{O}$ (Figure 67). Ces valeurs montrent ainsi une amplitude de variation qui paraît relativement réduite. Le diagramme $\delta^{18}\text{O}$ - $\delta^{13}\text{C}$ de ces dosages témoigne également d'une légère covariation positive entre les valeurs ($R^2=0,39$; Figure 67).



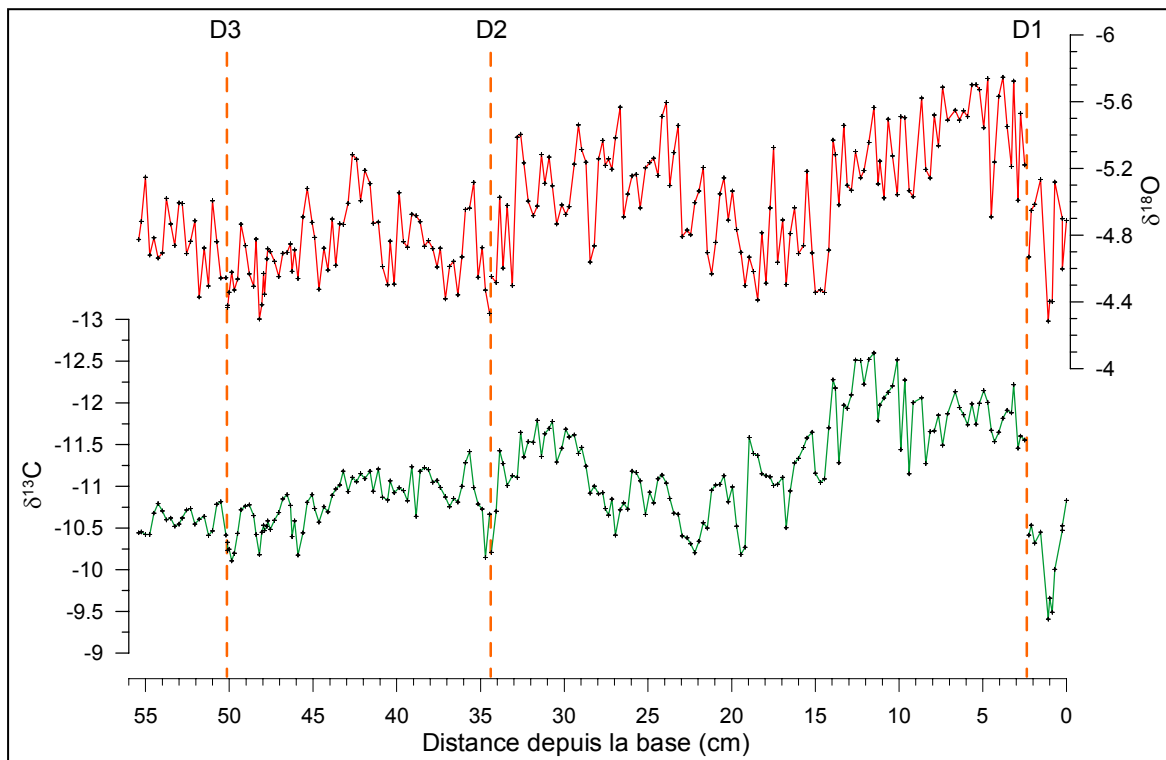


Figure 68. Variation des rapports isotopiques enregistrés le long de l'axe de croissance de BDinf.
D1, D2, D3 : discontinuités.

Les courbes de variation du $\delta^{18}\text{O}$ et du $\delta^{13}\text{C}$ au cours de la croissance du spéléothème (Figure 68) montrent une certaine ressemblance qui confirme la covariation observée dans le diagramme $\delta^{18}\text{O}-\delta^{13}\text{C}$.

Ces courbes présentent, depuis la base vers le sommet de la stalagmite :

- Une période de diminution majeure des rapports isotopiques, de $\sim -2\text{‰}$ pour le $\delta^{13}\text{C}$ et de $\sim -1,2\text{‰}$ pour le $\delta^{18}\text{O}$ (*N.B.* : l'axe des valeurs des rapports isotopiques est inversé sur la figure, donc ici les courbes « montent »), entre 0 et $\sim 2,5$ cm, limitée par la première discontinuité de croissance (D1).
- La discontinuité D1 est suivie d'une période de minimum qui se termine vers ~ 14 cm.
- Les courbes montrent alors un enrichissement, progressif pour le $\delta^{13}\text{C}$ et abrupt pour le $\delta^{18}\text{O}$.
- Vers ~ 20 cm, la tendance s'inverse et les deux rapports isotopiques diminuent, progressivement pour le $\delta^{13}\text{C}$ et de manière plus abrupte pour le $\delta^{18}\text{O}$. Cette deuxième période de minimum des valeurs se termine vers ~ 33 cm.
- Le $\delta^{18}\text{O}$ et le $\delta^{13}\text{C}$ s'enrichissent pendant une courte période, *i.e.* jusqu'à 34,5 cm où se situe la deuxième discontinuité de croissance (D2).
- Juste après cette dernière, pendant 1,5 cm, les rapports s'allègent de nouveau.
- Jusqu'à $\sim 45,5$ cm, les rapports tendent globalement vers des valeurs plus négatives mais tandis que le $\delta^{13}\text{C}$ est relativement stable, le $\delta^{18}\text{O}$ montre plusieurs variations abruptes.
- Entre 45,5 et 50,5 cm, c'est à dire jusqu'à la troisième discontinuité (D3), les rapports tendent à augmenter de nouveau.
- Pendant les 5 derniers centimètres, le $\delta^{13}\text{C}$ s'allège très légèrement et se stabilise autour de $-10,6\text{‰}$, tandis que le $\delta^{18}\text{O}$ montre une dernière tendance irrégulière à l'allègement.

Ces variations montrent que, si les tendances globales se ressemblent, les signaux du $\delta^{18}\text{O}$ et du $\delta^{13}\text{C}$ présentent néanmoins des caractères distinctifs récurrents. Ainsi, les variations enregistrées par le $\delta^{13}\text{C}$ sont, toutes proportions gardées, moins abruptes et l'amplitude des fluctuations de second ordre est moins grande que dans le signal du $\delta^{18}\text{O}$. De plus, bien qu'il semble que le timing¹ des inversions de tendance soit le même dans les deux signaux isotopiques, le $\delta^{13}\text{C}$ atteint les valeurs minimales et maximales propres à une période plus tardivement que le $\delta^{18}\text{O}$, les variations du $\delta^{13}\text{C}$ étant plus progressives. Par exemple, après la première discontinuité, le $\delta^{18}\text{O}$ atteint des valeurs minimales à seulement ~3 cm de la base tandis que le $\delta^{13}\text{C}$ ne les atteint qu'à ~10 cm. Ensuite, alors que le début de l'augmentation des valeurs est synchrone dans les deux signaux, à ~14 cm, le $\delta^{18}\text{O}$ atteint directement la valeur maximale de la période en gagnant environ 1 ‰ en quelques millimètres tandis que le $\delta^{13}\text{C}$ s'enrichit progressivement pour n'atteindre sa valeur maximale qu'à ~19,5 cm. On pourrait continuer cette démonstration avec les deux périodes suivantes de diminution des valeurs, pour lesquelles le déclenchement de la tendance à la diminution est synchrone dans les deux signaux mais le niveau des valeurs minimales est atteint beaucoup plus tôt par le signal du $\delta^{18}\text{O}$ que par celui du $\delta^{13}\text{C}$.

Concernant les discontinuités de croissance, on constate que les signaux isotopiques ne se comportent pas de la même manière vis-à-vis de la première, d'une part, et des deuxième et troisième, d'autre part. En effet, la première discontinuité (D1), à environ 2,5 cm de la base, est précédée par des valeurs très positives et est suivie par des valeurs très négatives, relativement au reste de l'enregistrement. L'amplitude entre les valeurs qui précèdent et qui suivent cette discontinuité est d'environ 1,2 ‰ pour le $\delta^{13}\text{C}$ et 0,6 ‰ pour le $\delta^{18}\text{O}$. Au contraire, les discontinuités D2 et D3 se situent au sein d'un pic positif des valeurs, plus marqué pour D2 que pour D3. C'est à dire qu'elles sont précédées par une augmentation des valeurs et suivies par une diminution, le niveau initial et final étant sensiblement le même.

¹ Timing : anglicisme désignant la répartition dans le temps des événements.

Résultats

2. Le plancher supérieur de la grotte Bourgeois-Delaunay : BDsup

2.1. Constitution du spéléothème

2.1.1. Morphologie. Schéma de croissance



BDsup fait partie d'un groupement de stalagmites développées au sein du plancher supérieur. Le spéléothème a une morphologie particulière, trapue, liée à plusieurs décalages de son axe de croissance (Figure 69 ; Figure 70). Ce dernier n'est pas toujours aisément identifiable car BDsup se développe parfois autant horizontalement que verticalement, son mode de précipitation apparaissant ainsi de type intermédiaire entre plancher et stalagmite.

Figure 69. Section polie de BDsup.

L'échantillon étudié mesure 21,5 cm de hauteur pour 20 cm environ de largeur. Il ne présente pas de discontinuité de croissance (Figure 70). L'axe de croissance de la stalagmite manque dans la partie basale. Après environ 4 cm, il se décale une première fois et la croissance prend place au niveau de la première inflexion (Figure 70). Après environ 4 cm de dépôt supplémentaire, un deuxième égouttement se met à fonctionner ; il induit une précipitation rapide au niveau de la deuxième inflexion. La précipitation continue au niveau du premier égouttement mais moins rapidement et l'épaisseur de la deuxième stalagmite rattrape finalement celle de la première. Cette deuxième stalagmite, en position centrale sur l'échantillon, est celle dont l'axe de croissance est resté stable le plus longtemps (pendant 14 cm). Puis, un nouveau décalage (2,5 cm latéralement) affecte la deuxième stalagmite seulement. Celle-ci se développe encore sur au moins 7 cm. Le sommet de BDsup est érodé (ce qui semble être le cas de toutes les stalagmites de La Chaise) ; d'après la morphologie des lamines, il semble que 2 cm environ de calcite aient disparu (Figure 75).

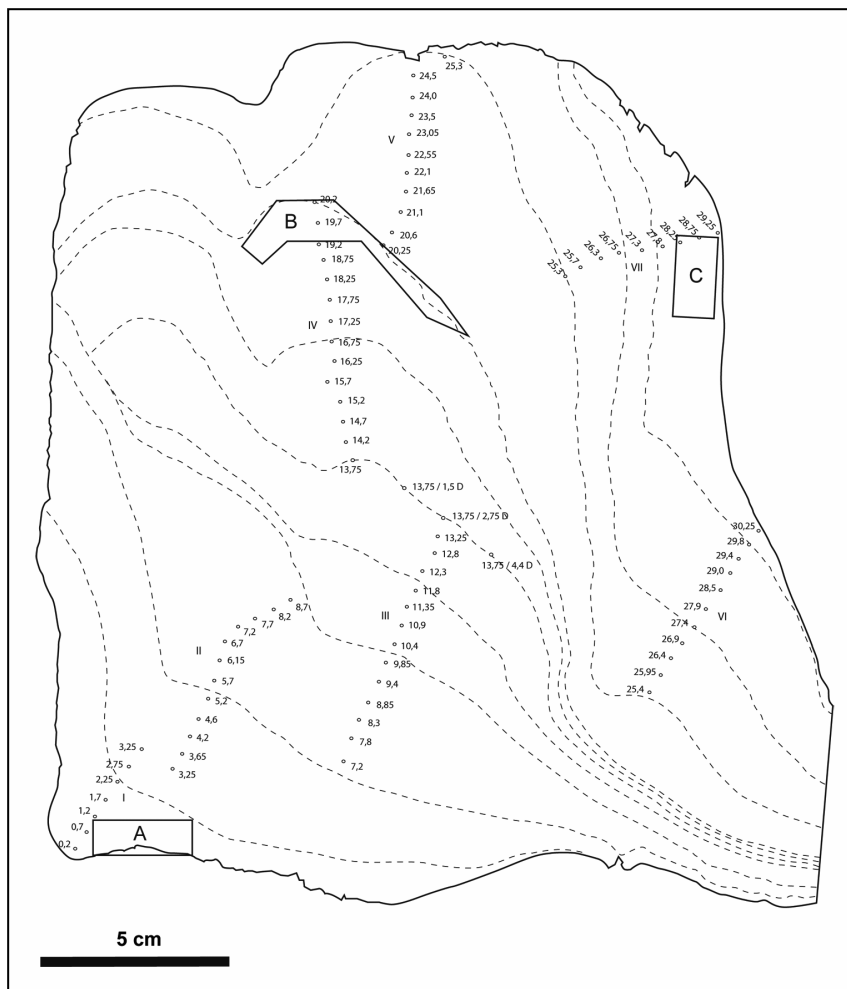


Figure 70. Schéma de la section polie de BDSup.

Stratigraphie, séries de prélèvements pour les dosages d'isotopes stables (numérotées de I à VI, à chaque changement d'axe) et emplacement des échantillons pour les datations (A, B et C). Les nombres placés à côté de chaque prélèvement pour les dosages isotopiques correspondent à la distance en millimètres entre la base du spéléothème et l'échantillon.

2.1.2. Texture. Fabrique cristalline

Macroscopiquement, BDSup est de teinte blanche à laiteuse (Figure 69). Le spéléothème est globalement compact, même lorsque les lamines blanches poreuses sont bien développées, et il est parfois plus translucide lorsque ces lamines ne sont plus visibles à l'œil nu. La lamination est particulièrement bien développée dans la deuxième stalagmite, où les lamines blanches, relativement plus épaisses qu'ailleurs, semblent être organisées en faisceaux avec une certaine périodicité (Figure 71). Le nombre d'alternances visibles sur ce spéléothème n'a pas été dénombré précisément, du fait de la complexité de sa stratigraphie et du caractère plus ou moins compact de la calcite qui rend difficile le comptage. Les datations Th/U permettront de confirmer le caractère probablement annuel de ces alternances et donc le taux de croissance très rapide de ce spéléothème.

Comme BDInf, ce spéléothème est constitué de calcite colonnaire allongée, perpendiculaire à la surface de croissance (Figure 72). La dimension des cristaux est de l'ordre de 5 mm à 1 cm de hauteur pour 100 µm à 0,5 mm de largeur.

Dans les zones latérales par rapport à l'axe de croissance des stalagmites de BDSup, de nombreux stades d'arrêt de croissance sont marqués par les terminaisons, euédriques ou plus ou moins tronquées, des cristaux colonnaires en cours de formation (Figure 72). Diverses observations montrent que ces stades ne doivent pas être assimilés à de véritables discontinuités de croissance mais plutôt à des événements de courte durée :

- ces surfaces ne sont pas ou très peu associées à un dépôt de particules détritiques ; les cristaux sous-jacents ne sont pas érodés ;
- elles sont très rapprochées : on ne distingue généralement qu'une ou deux alternances lamines poreuse/compacte entre deux de ces surfaces ;
- elles sont parfois très peu marquées et discontinues.

Ces stades d'arrêt de croissance pourraient ainsi correspondre à des assèchements saisonniers du spéléothème, soit progressifs (*i.e.* les terminaisons euédriques seraient liées au ralentissement de la précipitation), soit rapides (*i.e.* terminaisons tronquées) avant la reprise d'un débit suffisant pour la précipitation des cristaux colonnaires. Macroscopiquement, ces stades d'arrêt de croissance apparaissent comme des lamines blanches et sont donc très difficiles à distinguer des lamines poreuses. Toutefois, on remarque que les zones où les lamines blanches opaques sont les plus nettes sont en réalité celles où ces surfaces d'arrêt de croissance sont les plus fréquentes. Au contraire, dans les zones les plus translucides (plus sombres), seules sont présentes les lamines à fine porosité intercrystalline (visibles en lame mince).

Au pied du spéléothème, développé à la manière d'un plancher, apparaissent des mini-gours (Figure 73) : des vides lenticulaires de 2 à 3 cm de largeur pour 1 cm de hauteur environ se sont formés entre de grands cristaux colonnaires. L'extrémité supérieure de ces cristaux est libre, dans la lumière de la vacuole, et de morphologie euédrique. La présence de ces mini-gours témoigne en revanche d'une grande disponibilité en eau. Les zones où l'on trouve ces mini-gours sont dépourvues de stades d'arrêt de croissance marqués dans les cristaux colonnaires et inversement.

De grandes vacuoles sont présentes dans la zone d'égouttement, allongées le long de l'axe de croissance, et mesurent jusqu'à 5 mm de diamètre (Figure 75 ; Figure 76). Elles correspondent vraisemblablement à des puits de piégeage de l'eau au niveau du point d'impact des gouttes.

Les lamines poreuses y sont également plus développées (comme parfois à proximité des mini-gours : Figure 73), avec des porosités qui s'élargissent, voire se fusionnent pour former des vacuoles (Figure 74 ; Figure 75).



Figure 71. Alternances de lamines sombres et claires dans la stalagmite centrale de BDsup.

Il semble qu'une lamine sombre plus épaisse apparaît périodiquement délimitant des ensembles de lamines d'épaisseur comparable. Il n'a pas été possible de définir précisément le nombre d'alternances dans chaque ensemble. Loupe binoculaire ; l'échelle représente 1 cm.

Figure 72. Fabrication columnaire allongée et surfaces d'arrêt de croissance dans une partie latérale d'une stalagmite de BDsup.

Les nombreuses lignes sub-horizontales correspondent à des surfaces constituées par les terminaisons des cristaux colonnaires. Celles-ci sont parfois discontinues et ne sont pas (ou très peu) couvertes de particules détritiques. Les terminaisons des cristaux colonnaires sont plus ou moins euédriques ou « tronquées » (*i.e.* planes). Entre deux de ces surfaces, on distingue souvent une lamine poreuse (alignements de porosités intercrystallines allongées). Ces surfaces pourraient correspondre à des assèchements saisonniers du spéléothème. Une phase de croissance ralentie, sous un film d'eau moins épais, précède parfois ces assèchements et se traduit par un rétrécissement des cristaux et par des extrémités euédriques. Au contraire, les terminaisons planes se forment lorsque l'épaisseur du film d'eau est quasiment nulle.

Lame mince, LN en haut, LP en bas ; l'échelle représente 500 µm.

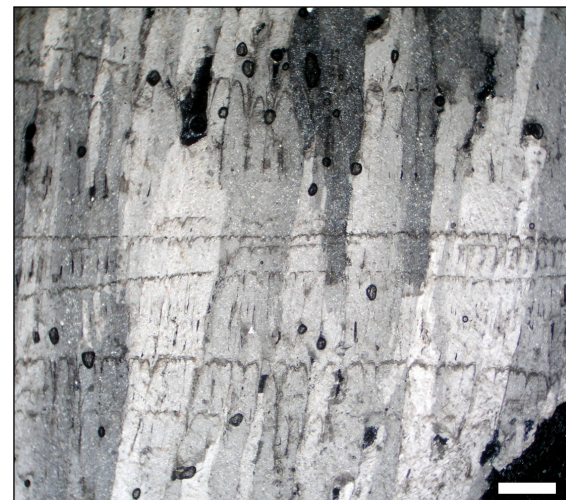
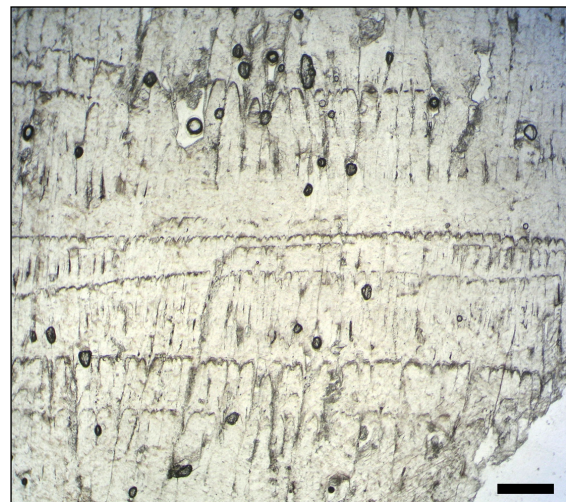




Figure 73. Mini-gour au sein des cristaux columnaires de BDsup.

Sous le mini-gour, on remarque un alignement de porosités de tailles variables. Il s'agit d'une lamine poreuse dont certaines porosités intercrystallines ont été élargies et parfois fusionnées (e.g. la porosité la plus à droite). Lamé mince, LN à gauche, LP à droite. L'échelle représente 500 μm .

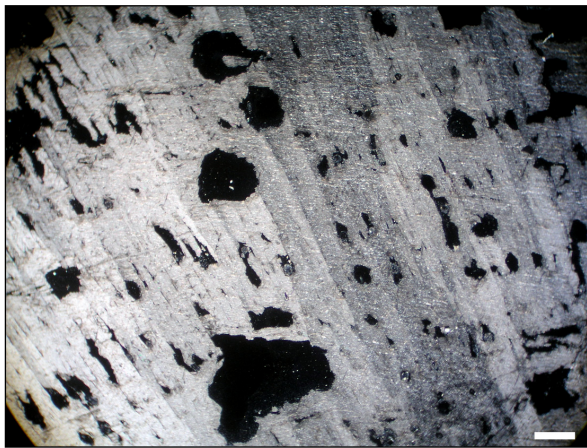


Figure 74. Lames poreuses dans la zone axiale de la stalagmite supérieure de BDsup.

Les porosités intercrystallines sont de plus grande taille qu'ailleurs dans le spéléothème. Les vacuoles (plus grandes) sont fréquentes dans la zone d'impact des gouttes (Figure 75). Lamé mince, LN à gauche, LP à droite. L'échelle représente 500 μm .

Figure 75. Sommet érodé de BDsup et porosité développée dans la zone axiale.

D'après la morphologie des lames tronquées par l'érosion, environ 2 cm de calcite ont disparu. La porosité vacuolaire est très développée dans la zone d'impact des gouttes et les lames poreuses montrent également des porosités élargies (Figure 74). Loupe binoculaire ; l'échelle représente 5 mm.

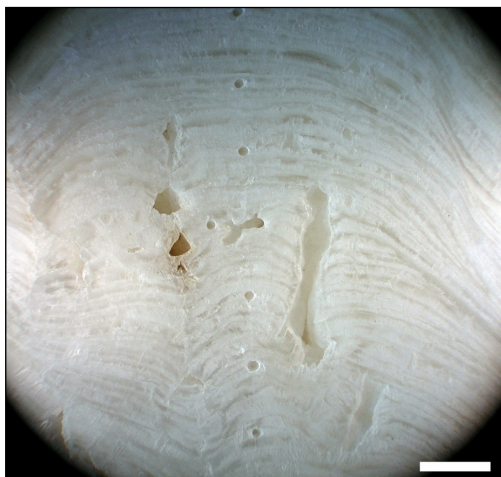


Figure 76. Vacuoles allongées dans l'axe de croissance de la stalagmite centrale de BDsup.

Ces vacuoles sont typiques des puits de piégeage de l'eau au niveau du point d'impact des gouttes. On remarque la lamination bien développée dans cette partie de BDsup. Les petits trous régulièrement espacés sont les emplacements des prélèvements de poudre pour le dosage des isotopes stables. Loupe binoculaire ; l'échelle représente 5 mm.

2.2. Cadre chronologique de la croissance de BDsup : le MIS 5a

Trois datations $^{230}\text{Th}/^{234}\text{U}$ par TIMS ont été réalisées sur BDsup (Figure 70 ; Tableau 13 ; Figure 77).

Comme pour les autres spéléothèmes (*cf. supra* BDinf), une correction détritique a été appliquée avec l'hypothèse d'un rapport d'activité du $^{230}\text{Th}/^{232}\text{Th}$ de la fraction détritique égal à 0,63. Là encore, on constate que cette correction n'a que peu d'impact sur les âges calculés, les modifiant généralement seulement de quelques dizaines d'années, ce qui est bien inférieur aux incertitudes. Le pourcentage d'erreur sur l'âge à 2σ varie entre 1,8 % et 2,8 % (Tableau 13 ; Figure 77). Ce taux est relativement élevé pour des datations $^{230}\text{Th}/^{234}\text{U}$ par TIMS en comparaison avec d'autres travaux réalisés sur des spéléothèmes. Cela est principalement dû à la pauvreté du spéléothème en uranium (entre 315 et 368 ppb de ^{238}U).

Les résultats montrent que le spéléothème BDsup s'est formé en quelques centaines d'années **autour de 78 ka**, soit au cours du **MIS 5a**. Il est difficile de donner précisément l'intervalle de croissance car les dates A et B sont en inversion chronologique si on considère leurs âges médians. De plus, sur ce spéléothème, l'écart maximal entre les âges médians est égal à 396 ans (dates B et C) alors que les incertitudes sur ces dates sont de 1416 et 2236 ans à 2σ .

Nom échantillon	Distance de la base (cm)	^{238}U (ppm)	Erreur à 2σ	$^{234}\text{U}/^{238}\text{U}$	Erreur à 2σ	$^{230}\text{Th}/^{232}\text{Th}$	Erreur à 2σ	$^{230}\text{Th}/^{234}\text{U}$	Erreur à 2σ	Âge non corrigé (années/2005)	+ erreur à 2σ	- erreur à 2σ	% erreur à 2σ	Âge corrigé (années/2005)
A	0,7	0,3682	0,0013	1,0881	0,0088	1497	44	0,51481	0,00627	78008	1463	1451	1,9	77985
B	19,7	0,3151	0,0015	1,1074	0,0111	2682	49	0,51785	0,00964	78179	2236	2181	2,8	78156
C	28,75	0,3653	0,0009	1,0843	0,0072	4662	135	0,51354	0,00613	77767	1416	1405	1,8	77760

Tableau 13. Résultats des datations $^{230}\text{Th}/^{234}\text{U}$ par TIMS des échantillons de BDsup.

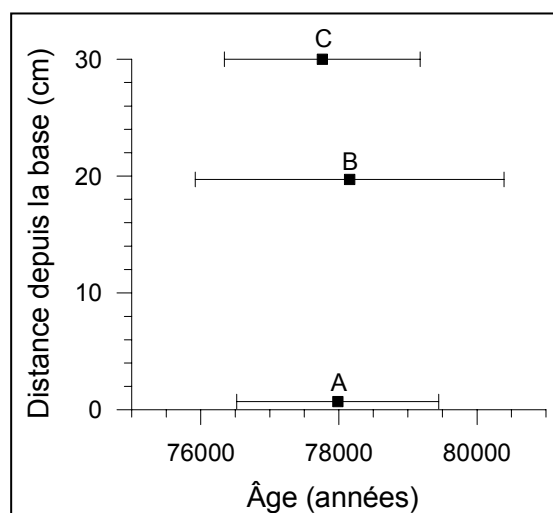


Figure 77. Âges des échantillons de BDsup (datations $^{230}\text{Th}/^{234}\text{U}$ par TIMS) en fonction de leur distance depuis la base.

2.3. Dosage des isotopes stables de BDsup

Du fait de la stratigraphie complexe du spéléothème BDsup, les prélèvements pour le dosage des isotopes stables au cours de la croissance ont dû être adaptés (Figure 70). Lorsque l'axe de croissance était manquant sur la section polie (e.g. à la base de BDsup) ou lorsqu'il était indéfini (e.g. jusqu'à 13 cm de la base environ), les prélèvements ont été effectués sur les parties les plus dilatées. L'objectif était d'être aussi proche que possible de la vitesse de croissance maximum qui, dans les stalagmites, se situe habituellement dans l'axe de croissance. Quant au sommet du spéléothème, puisque quelques centimètres ont été érodés, les prélèvements ont été effectués latéralement (série VII, Figure 70), sur les flancs de la dernière partie de BDsup, développée en stalagmite. Cette série de prélèvements a été doublée par une autre série située près du pied de la stalagmite (série VI, Figure 70), dans la zone d'inflexion. Ceci doit permettre de mesurer l'impact des processus cinétiques dans cette zone éloignée d'une quinzaine de centimètres de la zone d'alimentation en eau (i.e. apex de la stalagmite). Les résultats de cette comparaison permettront également de discuter la validité des données isotopiques fournies par les prélèvements des 13 premiers centimètres, effectués dans le même type de configuration (i.e. zone d'inflexion, croissance intermédiaire entre stalagmite et plancher).

2.3.1. Test de Hendy et autres tests de l'influence des processus cinétiques sur le fractionnement isotopique

Parce que du fait de la stratigraphie complexe de BDsup, des prélèvements ont été réalisés à distance des points d'alimentation directe en eau, il est important de vérifier dans quelle mesure les processus de fractionnement cinétique ont pu influencer la précipitation. Dans ce spéléothème où l'axe de croissance n'est pas toujours identifiable, seule une lamine a été testée selon la méthode de Hendy (i.e. depuis l'axe de croissance vers les côtés ; Figure 78). Ailleurs, on comparera les rapports isotopiques enregistrés dans des couples d'échantillons, situés sur la même lamine, aux extrémités de deux séries successives de prélèvements (séries déplacées de manière à suivre les zones les plus dilatées et les décalages de l'axe de croissance ; Figure 70).

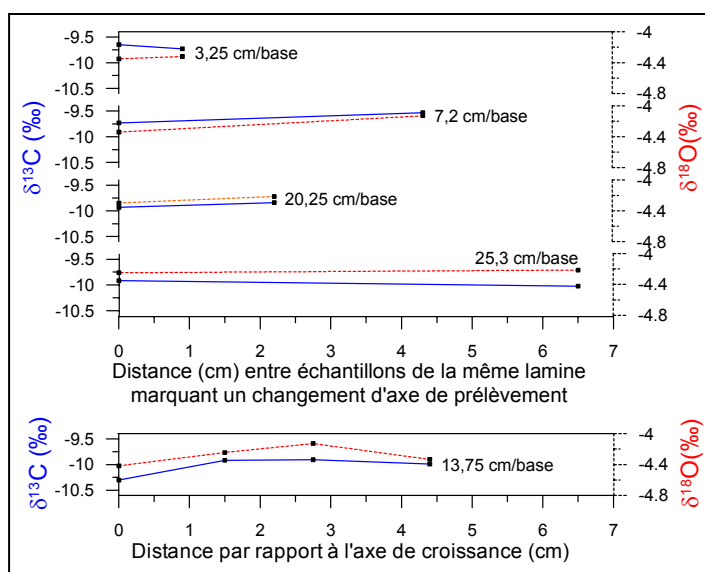


Figure 78. Test des conditions de fractionnement isotopique lors du dépôt de BDsup.

La lamine testée, située à 13,75 cm de la base du spéléothème, montre une amplitude maximale de variation de 0,4 ‰ pour le $\delta^{13}\text{C}$ et de 0,3 ‰ pour le $\delta^{18}\text{O}$. Cependant, les valeurs les plus positives ne sont pas celles de l'échantillon le plus latéral, comme le voudrait la logique. Les valeurs du $\delta^{18}\text{O}$ et du $\delta^{13}\text{C}$ sont covariantes, devenant plus positives pendant les trois premiers centimètres puis diminuant dans le dernier échantillon.

Cette covariation associée à un enrichissement en isotopes lourds au cours des trois premiers centimètres depuis l'axe de croissance (supposé) témoigne en faveur de l'influence de l'évaporation et de processus cinétiques. Dans ce cas, les valeurs plus négatives du dernier échantillon seraient dues à une erreur de prélèvement. Toutefois, cette conclusion serait sans doute hâtive étant donné :

- la faible amplitude de variation considérée, ici largement inférieure au seuil de 0,8 ‰ défini par Gascoyne (1992) comme la tolérance maximum de variation du $\delta^{18}\text{O}$ le long d'une même lamine ;
- la difficulté d'application de ce test sur ce spéléothème, dont les lamines sont très fines et dont l'axe de croissance n'est pas précisément identifiable (croissance latérale et verticale, à mi-chemin entre le mode de précipitation d'un plancher et d'une stalagmite).
- le fait que les autres lamines testées ne confirment pas l'influence de processus cinétiques et/ou d'évaporation sur le fractionnement isotopique.

En effet, les doublets de dosages réalisés sur les quatre autres lamines ne montrent pas d'écarts significatifs : les écarts maximaux sont de 0,2 ‰, pour la lamine à 7,2 cm de la base ; les autres doublets montrent des écarts inférieurs à 0,1 ‰ pour le $\delta^{18}\text{O}$ comme pour le $\delta^{13}\text{C}$. Par ailleurs, ce test le long de lamines marquant un changement d'axe de croissance montre qu'il n'y a pas de variation isotopique entre les échantillons alors que la zone d'alimentation est décalée. Cette observation soutient l'idée que l'axe de croissance s'est décalé très rapidement, au cours de la précipitation d'une seule lamine (c'est à dire vraisemblablement en moins d'un an), sans interruption de croissance.

Enfin, le dernier test réalisé sur ce spéléothème concerne les deux séries parallèles de prélèvements (VI et VII) réalisées sur les flancs de BDsup à environ 15 cm et 7 cm de la zone d'alimentation (Figure 70). Parce que la partie sommitale de BDsup a été érodée, des prélèvements ont été effectués latéralement. La comparaison des signaux isotopiques enregistrés dans ces deux séries parallèles (Figure 79) doit permettre de déterminer si les processus cinétiques exercent une influence notable sur le fractionnement isotopique dans ce spéléothème et donc si ces prélèvements latéraux peuvent être utilisés pour remplacer la partie érodée.

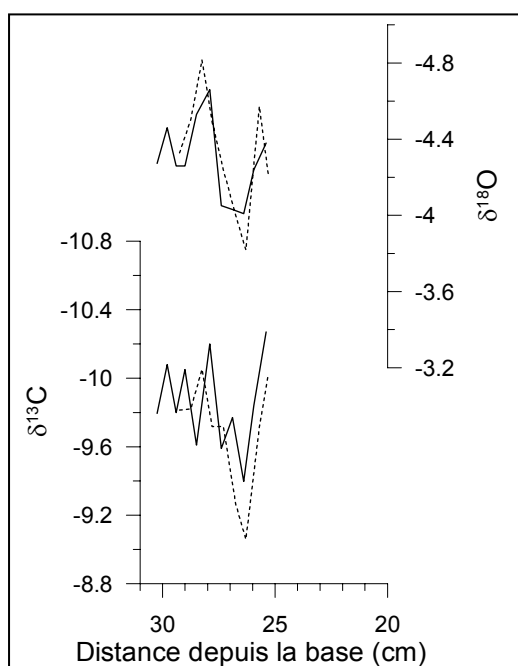


Figure 79. Comparaison des enregistrements des séries parallèles de prélèvements (VI et VII) effectuées sur les flancs de BDsup.

Ligne pointillée : série VII à ~7 cm de l'apex. Ligne continue : série VI à ~15 cm de l'apex.

Il s'avère que la morphologie des enregistrements de chacune des séries est très semblable malgré l'éloignement de la zone d'alimentation et les imprécisions sur l'évaluation de la distance de chaque point par rapport à la base (Figure 79). Seul le point à ~26,3 cm de la base présente des valeurs différentes. Cet échantillon a été dosé trois et quatre fois pour les séries VI et VII respectivement (Tableau 14) et les valeurs représentées dans la Figure 79 sont les valeurs moyennes à l'issue de ces dosages (ces valeurs

moyennes seront également utilisées pour tracer les profils isotopiques complets de BDsup).

Prélèvement	$\delta^{13}\text{C}$	$\delta^{18}\text{O}$
à 26,4 cm depuis la base, série VI	-9,59	-3,79
	-9,11	-4,02
	-9,49	-4,22
<i>valeur moyenne</i>	-9,40	-4,01
à 26,3 cm depuis la base, série VII	-9,00	-3,08
	-8,86	-3,75
	-9,44	-4,55
	-8,94	-3,90
<i>valeur moyenne</i>	-9,06	-3,82

Tableau 14. Résultats des dosages successifs réalisés à partir de deux échantillons de poudre de calcite, sub-contemporains.

La raison pour laquelle ces résultats sont si inégaux (alors qu'issus de la même poudre) reste inconnue. Leur valeur moyenne est utilisée dans la [Figure 79](#) précédente.

Les données des dosages successifs présentées dans le [Tableau 14](#) montrent que les écarts peuvent être très importants d'un dosage à l'autre (jusqu'à 0,6 ‰ pour le $\delta^{13}\text{C}$ et 1,5 ‰ pour le $\delta^{18}\text{O}$). Tous les dosages ayant été réalisés à partir du même échantillon de poudre de calcite, il est difficile de comprendre la raison pour laquelle cet échantillon est si difficile à doser. Ce cas de figure s'est en fait présenté à de nombreuses reprises sur l'ensemble des spéléothèmes. La solution adoptée a toujours été soit l'exclusion d'un échantillon nettement erroné soit la prise en compte de la valeur moyenne des différents dosages.

Par ailleurs, il est étonnant de constater que c'est dans la série VII, la plus proche de l'apex (à ~7 cm), que le pic à ~26,3 cm de la base montre les valeurs les plus positives, et non dans la série prélevée près du pied de la stalagmite (VI), où l'on s'attendait à observer des valeurs plus enrichies dues à l'influence de fractionnement cinétique et d'évaporation. Il serait intéressant d'accroître la résolution d'échantillonnage à proximité pour mieux comprendre la mise en place de cet événement isotopique.

Quoi qu'il en soit, ce dernier test démontre que l'influence des processus cinétiques et de l'évaporation sur le fractionnement isotopique lors de la précipitation de BDsup est négligeable. Ainsi, le fait de n'avoir pas pu réaliser un profil isotopique continu, le long d'un axe de croissance bien identifié (comme classiquement dans les stalagmites), ne devrait pas nuire à la qualité de l'enregistrement.

2.3.2. Le signal isotopique de l'oxygène et du carbone enregistré au cours de la croissance de BDsup

Les échantillons retenus pour reconstituer l'évolution des signaux isotopiques enregistrés par BDsup au cours de sa croissance sont représentés dans la [Figure 80](#).

Il s'agit toujours des échantillons prélevés dans les zones où le taux de croissance était le plus rapide (d'après la morphologie des lamines) de manière à obtenir une meilleure résolution temporelle. De plus, puisque l'échantillonnage est à intervalle régulier, il est souhaitable que les taux de croissance soient comparables pour que la représentation des variations des signaux isotopiques au cours du temps, par interpolation linéaire, soit proche de la réalité. Dans le cas des deux séries de prélèvements latéraux, la série la plus éloignée de l'apex (à ~15 cm) a été retenue car : 1) le taux de croissance de cette zone est supérieur à celui de la zone à ~7 cm de l'apex ; 2) elle n'a pas enregistré l'anomalie positive à ~26,3 cm alors que sa résolution temporelle est meilleure, cet enregistrement paraît donc plus fiable ;

3) les différents tests n'ont pas démontré une influence notable des processus cinétiques ou de l'évaporation sur la précipitation de ce spéléothème (*cf. supra*).

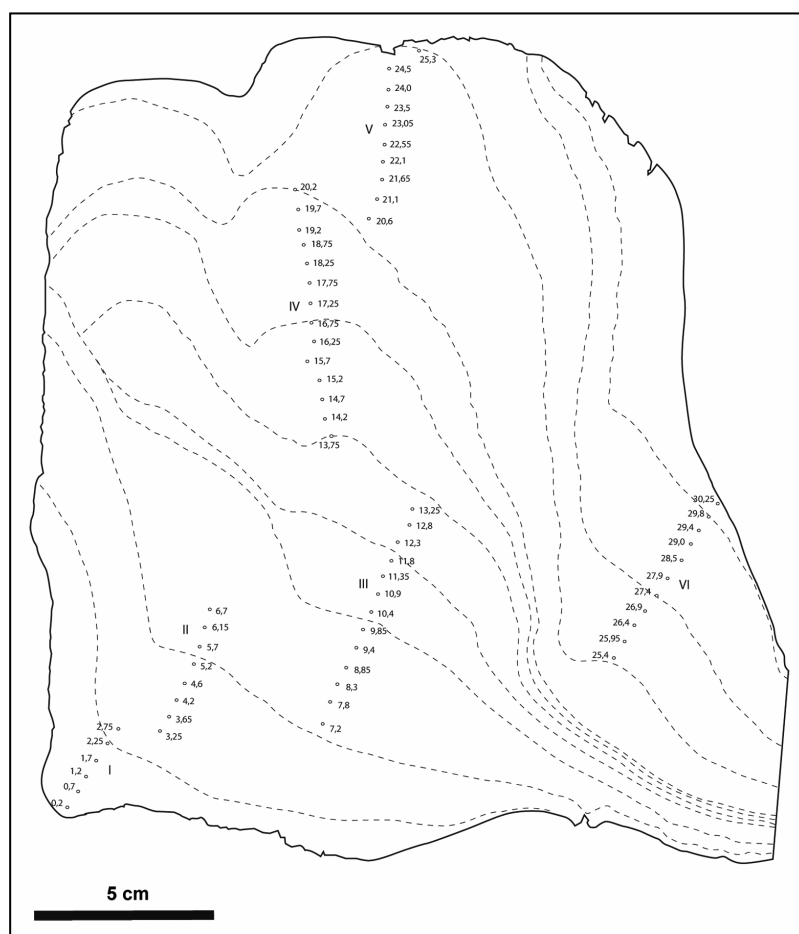


Figure 80. Situation sur la section polie de BDsup des échantillons utilisés pour la réalisation du profil isotopique. Les séries de prélèvements sont numérotées de I à VI, à chaque changement d'axe. Les nombres correspondent à la distance en millimètres de l'échantillon par rapport à la base du spéléothème.

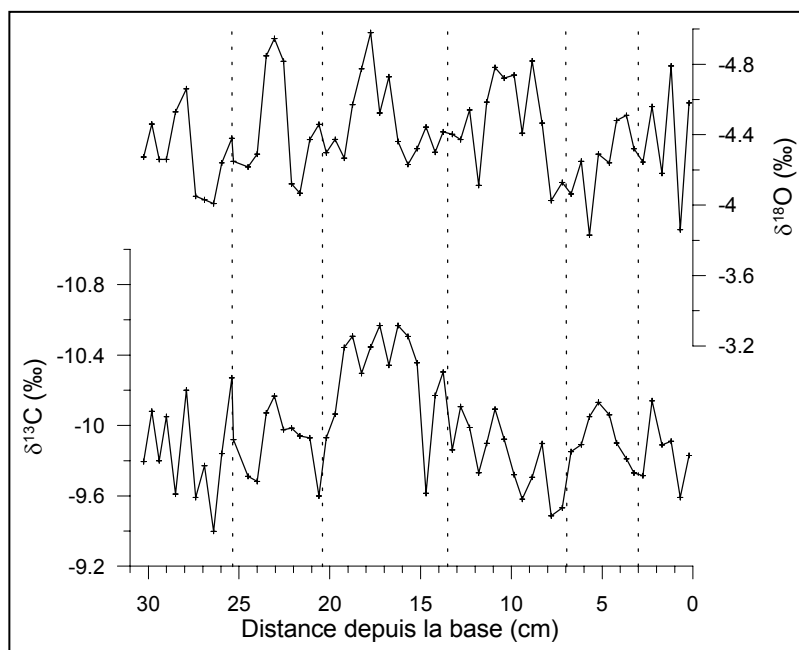


Figure 81. Variations des isotopes stables de l'oxygène et du carbone enregistrées au cours de la croissance du spéléothème BDsup. Les lignes verticales pointillées représentent les changements d'axe de prélèvement.

Finalement, d'après la morphologie des courbes présentées dans la [Figure 81](#), il ne semble pas que les décalages répétés de l'axe d'échantillonnage induisent des variations isotopiques qui aillent à l'encontre des tendances précédant ces décalages.

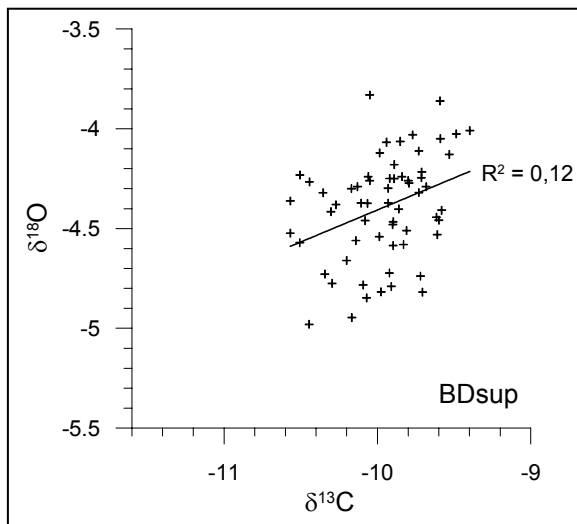


Figure 82. Diagramme $\delta^{18}\text{O}$ - $\delta^{13}\text{C}$ des dosages de BDsup.

Les rapports des isotopes stables mesurés sur BDsup se situent entre -10,6 ‰ et -9,4 ‰ pour le $\delta^{13}\text{C}$ et entre -3,8 ‰ et -5,0 ‰ pour le $\delta^{18}\text{O}$ (Figure 82). Ces amplitudes paraissent réduites (inférieures à celles de BDinf, notamment pour le $\delta^{13}\text{C}$).

Pour décrire les courbes de variations du $\delta^{18}\text{O}$ et du $\delta^{13}\text{C}$ enregistrées au cours de la croissance du spéléothème, une lecture semi-interprétative des tendances est proposée. L'objectif est de rendre plus lisibles les fluctuations qui caractérisent le signal du $\delta^{18}\text{O}$ et du $\delta^{13}\text{C}$ en lissant les variations de second ordre. Parce que cette lecture est subjective, une autre méthode, mathématique cette fois, a été appliquée aux courbes pour les lisser et faire apparaître leurs tendances. Il s'agit d'une moyenne mobile (*i.e.* de proche en proche) par groupe de trois points. Les résultats graphiques de ces deux approches sont présentés dans la Figure 83. On constate qu'ils sont globalement assez semblables. Quelques différences apparaissent lorsque les données d'origine présentent de fortes fluctuations (par exemple, dans la première partie de la courbe pour le $\delta^{18}\text{O}$ ou dans la dernière partie de la courbe pour le $\delta^{13}\text{C}$). De même, alors que la courbe obtenue par lissage mathématique montre que le pic de $\delta^{18}\text{O}$ le plus négatif est situé à ~23 cm de la base, la méthode intuitive propose que les valeurs les plus négatives ont été atteintes vers ~18 cm car le fait que ce pic soit entouré par des valeurs plus négatives que le suivant (à ~23 cm) est pris en compte. Enfin, les amplitudes de variations des événements qui semblent caractéristiques sont préservées sur les courbes semi-interprétatives tandis qu'elles sont lissées sur les courbes moyennées. Pour le $\delta^{18}\text{O}$ en particulier, la courbe intuitive montre une succession de fluctuations dont les ressemblances sont plus lisibles.

L'enregistrement isotopique de BDsup est donc décrit en s'appuyant principalement sur les courbes de tendances semi-interprétatives (Figure 83) :

- Le $\delta^{18}\text{O}$ et le $\delta^{13}\text{C}$ présentent une tendance globale vers des valeurs plus négatives jusqu'à environ 19 cm de la base, puis une tendance globale vers des valeurs plus positives jusqu'à la fin de la croissance de BDsup.
- Le $\delta^{18}\text{O}$ montre des allègements abrupts et rapides (en 1 à 2 cm) et des enrichissements progressifs (en 4 à 7 cm) toutefois marqués à environ mi-parcours par un événement positif court et abrupt. Deux périodes présentent ce schéma pendant la première phase d'allègement global. Puis, deux autres périodes présentent un schéma voisin, dans lequel l'intervalle précédant l'événement intermédiaire est plus court et ce dernier est moins marqué.
- Le $\delta^{13}\text{C}$ montre un enregistrement instable mais il faut noter que cette impression est liée à une échelle verticale très dilatée. Finalement, ses variations s'inscrivent dans des tendances plus progressives, dans les deux sens (enrichissement ou allègement). On remarque toutefois que la période dont les valeurs sont les plus négatives de l'enregistrement, située entre 15 et 20 cm, débute et se termine par des variations de

forte amplitude. Le point le plus positif, à $\sim 26,4$ cm, apparaît également dans le cadre d'une variation abrupte.

- Comme cela a déjà été observé dans BDinf, le timing des inversions de tendances est synchrone dans les deux signaux isotopiques mais, tandis que la variation qui s'ensuit est abrupte dans le signal du $\delta^{18}\text{O}$ elle est plus progressive dans le signal du $\delta^{13}\text{C}$.
- Seul le pic de valeurs marquant l'inversion de la tendance globale des signaux isotopiques, situé autour de 18 cm de la base, ne semble pas répondre à ce principe : le pic de $\delta^{18}\text{O}$ est abrupt et situé entre ~ 16 et ~ 19 cm ; il correspond à la partie sommitale, durable et stable, du pic de $\delta^{13}\text{C}$ qui commence vers ~ 15 cm et se termine vers ~ 20 cm.

Le fait que les tendances globales des deux signaux isotopiques soient parallèles explique la très légère covariation positive du nuage de points de la Figure 82 ($R^2 = 0,12$). Cependant, comme dans BDinf, on constate que le $\delta^{18}\text{O}$ et le $\delta^{13}\text{C}$ ne réagissent pas exactement de la même manière aux facteurs de contrôle.

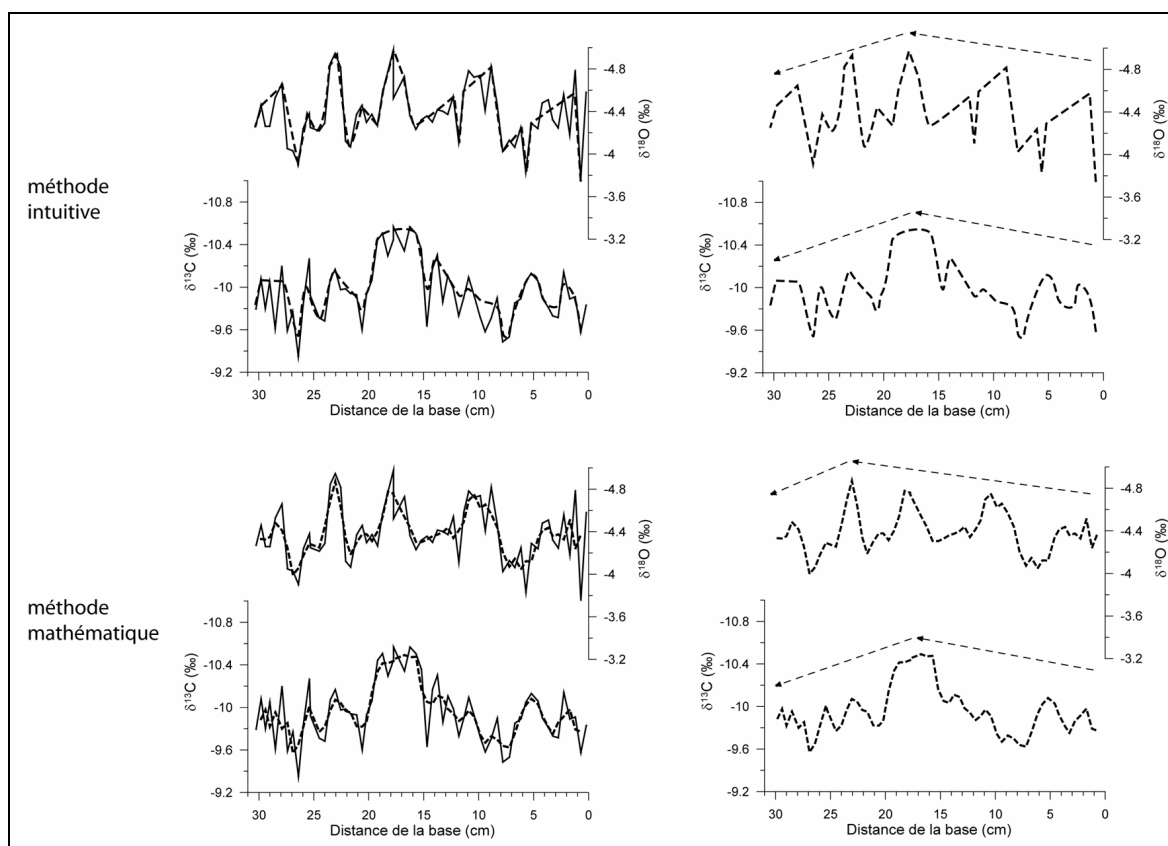


Figure 83. Représentation schématique des tendances enregistrées par le $\delta^{18}\text{O}$ et le $\delta^{13}\text{C}$ de BDsup.

Les signaux isotopiques sont en ligne continue ; les tendances sont représentées en pointillés. Les flèches représentent les tendances globales. En haut, les tendances du signal isotopique sont tracées de manière intuitive et semi-interprétative. En bas, les signaux isotopiques sont lissés par la méthode de la moyenne mobile, par lot de 3 points. À droite, les signaux isotopiques ont été enlevés pour une meilleure lisibilité des tracés de tendances.

Résultats

3. La stalagmite de Coudoulous II : Cou2

3.1. Constitution du spéléothème

3.1.1. Morphologie. Schéma de croissance

Cou2 est une stalagmite régulière, en forme de chandelle, développée sur un bloc (Figure 84). Elle mesure 20 cm de hauteur pour 6 cm de diamètre moyen.

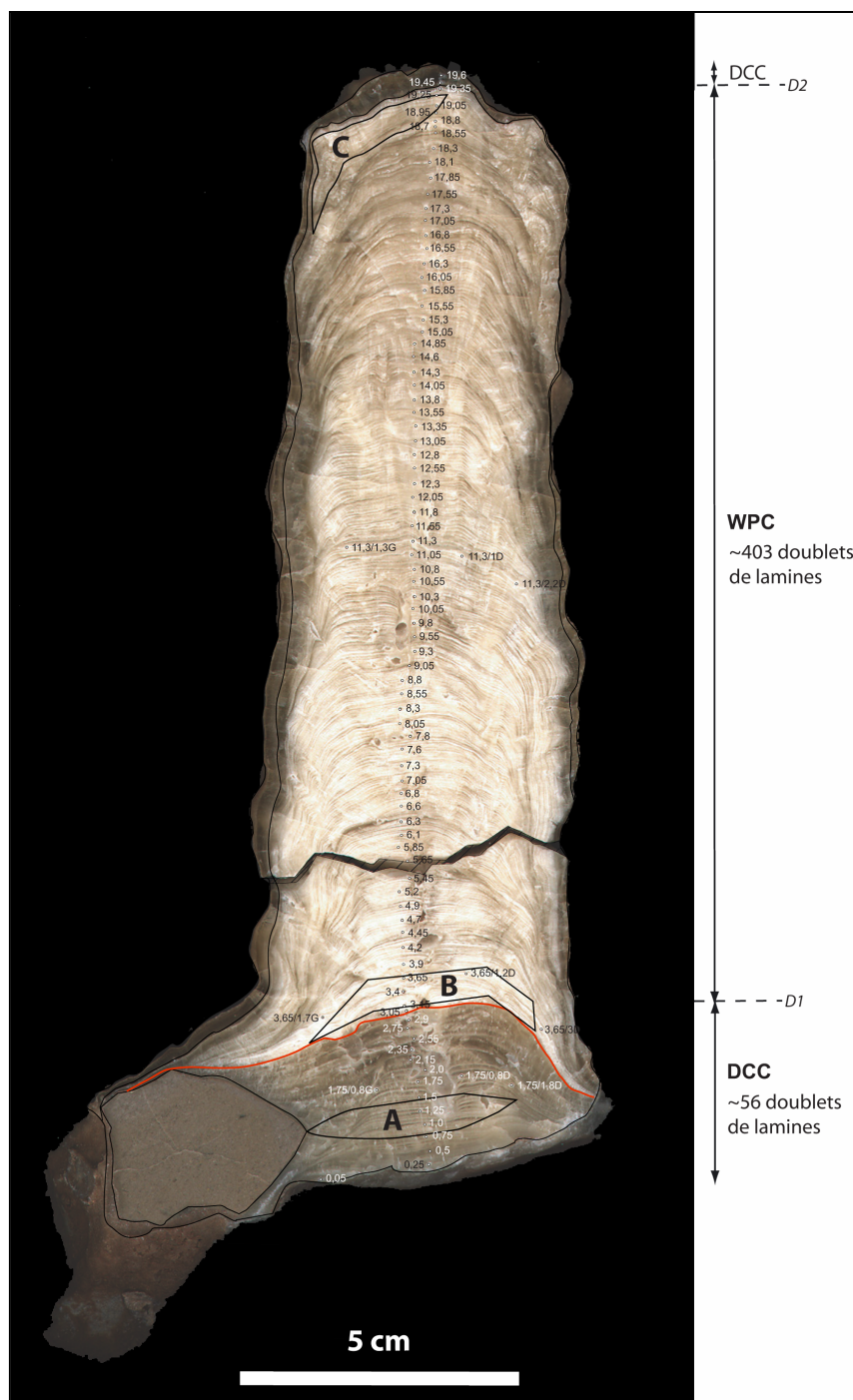


Figure 84. Section polie de Cou2 et emplacement des prélèvements pour les datations (A, B et C) et pour les dosages du $\delta^{18}\text{O}$ et du $\delta^{13}\text{C}$.

Les nombres correspondent à la distance en millimètres de l'échantillon par rapport à la base du spéléothème. D1 et D2 : discontinuités de texture. DCC : *dark compact calcite*. WPC : *white porous calcite*.

Elle présente une discontinuité de texture à 3 cm de sa base (D1). Celle-ci n'est pas soulignée par des particules détritiques et ne correspond pas à une discordance dans la géométrie de dépôt des lamines (Figure 89). Elle ne semble donc pas être associée à un hiatus dans la précipitation ni à de l'érosion. Ce changement de texture cristalline pourrait donc marquer une modification rapide des conditions de précipitation.

Une deuxième discontinuité de texture apparaît à 19,4 cm de la base (D2), soit quelques millimètres avant l'arrêt de croissance de Cou2. Celle-ci est soulignée par un liseré brun de particules détritiques et/ou de matière organiques. De plus, il apparaît en lame mince que la calcite sous-jacente a subi une altération et une légère érosion (Figure 97). Cette discontinuité est donc associée à un hiatus.

3.1.2. *Texture. Fabrication cristalline*

Cou2 montre des faciès radicalement différents de part et d'autre des discontinuités énoncées ci-dessus (Figure 84 ; Figure 85).

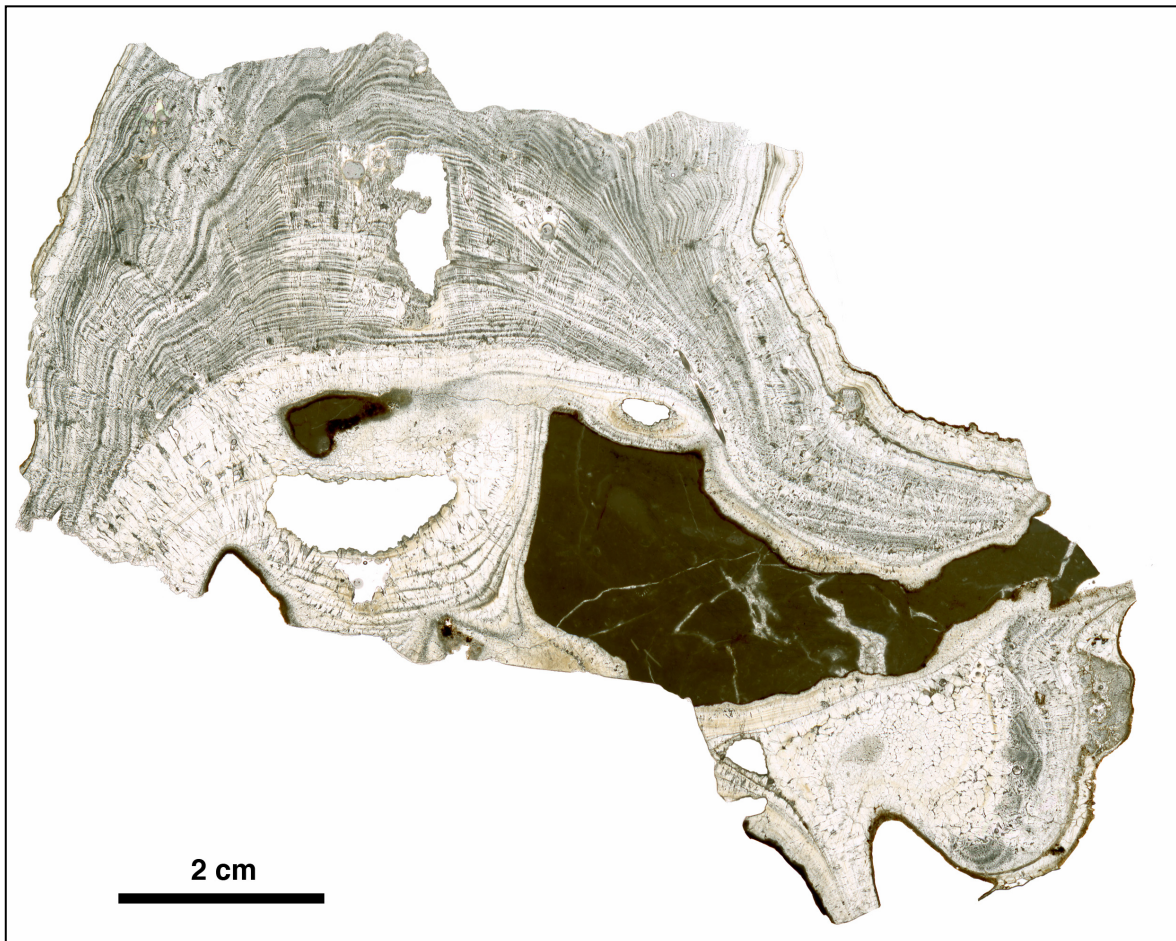


Figure 85. Lame mince réalisée sur la base de Cou2.

La partie basale est compacte et translucide ; peu de lamines peuvent être distinguées ; de grands cristaux columnaires apparaissent sur la gauche. La masse noire en bas à droite est un bloc de calcaire englobé par la croissance du spéléothème. La partie supérieure est laminée régulièrement ; de grands cristaux composés de fibres parallèles sont visibles à droite et à gauche de la vacuole principale.

La partie basale (3 premiers centimètres), de couleur brun clair, est composée de calcite compacte et translucide (*dark compact calcite*, DCC ; [Figure 86](#)). A l'œil nu, on observe une alternance de lamines blanches (poreuses) très fines et de lamines sombres (compactes) très fines à épaisses (jusqu'à 1,5 mm). Au microscope, la fabrique cristalline est de type colonnaire compacte ([Figure 87](#)). Les cristaux sont de grandes dimensions : leur hauteur couvre pratiquement la hauteur de cette partie basale, soit 3 cm, et ils mesurent jusqu'à 1 mm de largeur. Les lamines blanches visibles à l'œil nu sont dues à des alignements de microporosités ([Figure 88](#)). Entre celles-ci, on distingue à plus fort grossissement des alignements de microporosités encore plus fines et éparées qui s'intercalent en nombre variable ([Figure 88](#)). Ces dernières pourraient correspondre aux lamines « poreuses » des doublets annuels classiques. Aussi, les alternances de lamines sombres et claires perceptibles à l'œil nu ne sont probablement pas annuelles. De plus, des lamines brunes diffuses et plus ou moins continues apparaissent régulièrement mais ne sont pas nécessairement associées aux alignements de microporosités ([Figure 88](#)). Elles sont parfois simplement prises dans la masse compacte et leur trajectoire rectiligne suggère qu'elles suivent des plans de clivage de la calcite ([Figure 87](#)). Si tel est le cas, elles pourraient être apparues postérieurement à la précipitation (migration d'un front d'oxydation ?).

La transition avec la partie suivante se fait progressivement au niveau cristallin bien que la discontinuité D1 paraisse abrupte à l'œil nu ([Figure 89](#) ; [Figure 90](#) ; [Figure 91](#) ; [Figure 92](#))

La partie intermédiaire, qui est la plus importante (16,5 cm), est blanche et opaque (*white porous calcite*, WPC). La lamination est très bien développée et les lamines blanches poreuses dominant largement ([Figure 84](#) ; [Figure 85](#) ; [Figure 93](#)). L'épaisseur (~0,5 mm en moyenne par doublet) et la régularité de la lamination laisse supposer qu'il s'agit de lamines saisonnières. Les alternances lamine claire/lamine sombre semblent s'organiser en faisceaux de 8 à 14 doublets¹, délimités par un ou deux doublets dont la lamine sombre est plus développée. Nous avons dénombré environ 410 alternances de lamines dans cette partie.

La fabrique cristalline observée au microscope est particulière ([Figure 94](#) ; [Figure 95](#)) :

- les cristaux peuvent être de grandes dimensions (~0,5 cm de largeur et plusieurs centimètres de hauteur) et leurs bords sont relativement réguliers et rectilignes, semblables à ceux de cristaux colonnaires ;
- leur axe d'allongement est perpendiculaire à la surface de croissance ;
- les cristaux sont constitués par des sortes de faisceaux de cristallites parallèles en forme d'aiguille, dont l'extinction est uniforme ;
- les lamines poreuses, épaisses, sont dues à la grande porosité entre chaque « aiguille » parallèle, tandis que les lamines compactes, fines, sont constituées par les niveaux où ces cristallites en aiguilles s'élargissent et se rejoignent.

Pour définir cette fabrique cristalline, le terme de « colonnaire ouverte » sera utilisé (*cf.* § 3.2 dans « Matériel et Méthodes »).

Dans l'ensemble de la partie intermédiaire de Cou2 (WPC), cette fabrique montre de légères variations de faciès en fonction notamment de l'importance de la porosité entre les cristallites en aiguilles, qui semble elle-même liée à l'épaisseur de ces cristallites ([Figure 94](#) ; [Figure 95](#) ; [Figure 96](#)).

Le sommet de cette partie à WPC est altéré et érodé sur une faible épaisseur (< ~1 mm). La discontinuité D2, soulignée de brun, précède la dernière phase de précipitation.

¹ Le dénombrement des lamines a été réalisé à partir des sections polies scannées à très haute résolution, d'une part, par traitement d'image (comptage des pics dans un profil en niveaux de gris avec les logiciels libres de droits NIH et ImageJ) et, d'autre part, directement à l'œil nu sur des images à fort grossissement et au contraste travaillé (méthode qui s'est avérée plus juste mais très consommatrice en temps).

La partie terminale (2 derniers millimètres) est de même nature que la base de Cou2, constituée de calcite translucide, sombre et compacte (DCC). Sa fabrique cristalline est également colonnaire à colonnaire allongée, comme la partie basale, constituée de cristaux dont la hauteur couvre l'épaisseur de cette partie terminale, soit environ 2 mm (Figure 97). En revanche, elle présente plusieurs interruptions de croissance cristalline, soulignées de particules détritiques.

Ce spéléothème ne montre donc de traces d'altération que dans sa partie terminale, à partir de la deuxième discontinuité, qui est également polluée par des particules détritiques et/ou organiques (Figure 97). Des pollutions n'ont pas été détectées dans la partie de Cou2 à WPC. Quant à la partie basale à DCC, il n'est pas sûr qu'elle ait été polluée lors de sa précipitation car les lamines brunes vues en lame mince sont de nature et d'origine non identifiées (Figure 88).

Une porosité vacuolaire est présente, principalement située dans l'axe de croissance. Il s'agit de vacuoles allongées et plus ou moins interconnectées le long de l'axe, à l'emplacement du point de chute des gouttes, et mesurant jusqu'à 5 mm de diamètre (Figure 85 ; Figure 86 ; Figure 93).

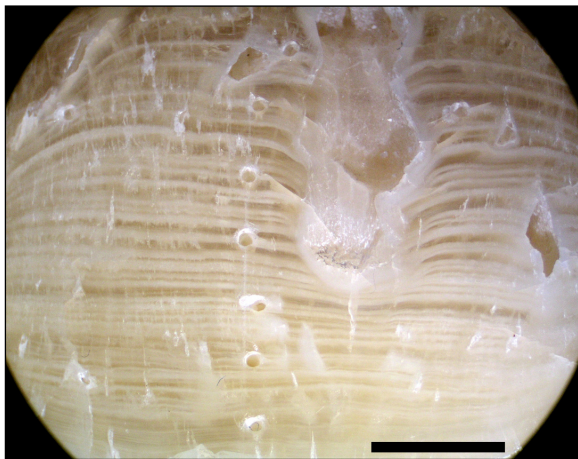


Figure 86. Faciès compact translucide de la partie basale de Cou2 (DCC).

Les lamines ne sont probablement pas annuelles (*cf.* texte). Les vacuoles sont dans l'axe de croissance, dans la zone d'impact des gouttes. Loupe binoculaire ; l'échelle représente 5 mm.

Figure 87. Cristaux columnaires dans la partie basale de Cou2 (DCC).

Lame mince observée en lumière polarisée. L'échelle représente 1 mm.

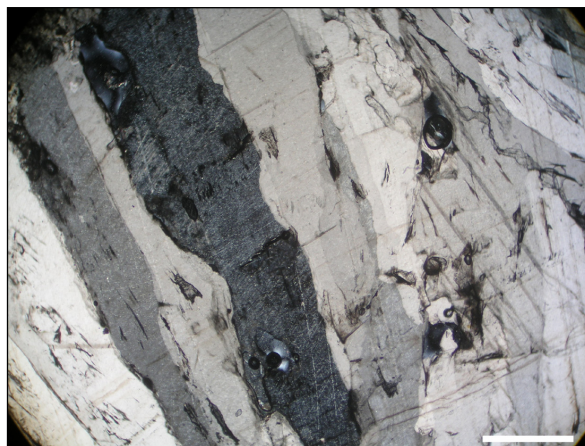


Figure 88. Alignements de microporosités et lamines brunes dans la calcite sombre compacte à la base de Cou2.

Lame mince, lumière naturelle. L'échelle représente 500 μm .

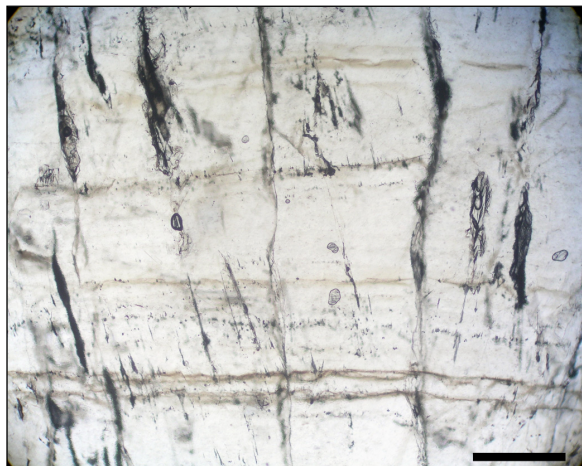


Figure 89. Discontinuité de texture à ~3 cm de la base de Cou2 (D1).

La transition est abrupte entre DCC et WPC, sans érosion ni dépôt de particules détritiques. Loupe binoculaire : l'échelle représente 5 mm.

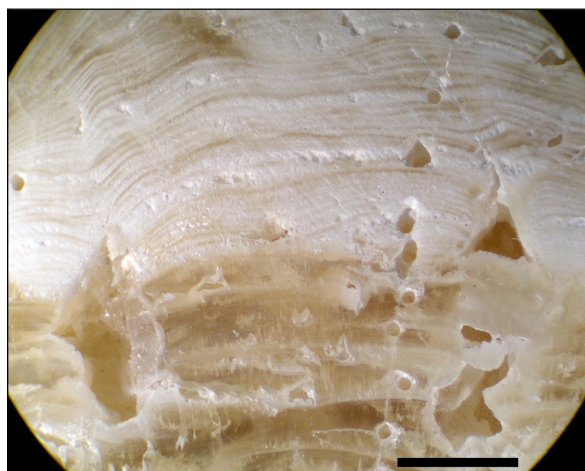
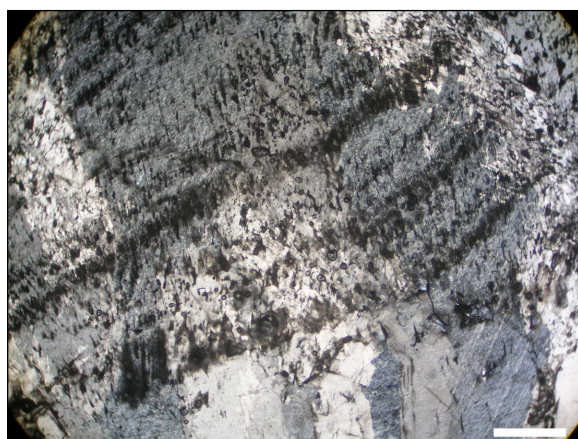


Figure 90. Discontinuité de texture à ~3 cm de la base de Cou2 (D1).

La transition entre la calcite colonnaire compacte à la base et la calcite laminée colonnaire ouverte au dessus est rapide mais progresse lamine après lamine.



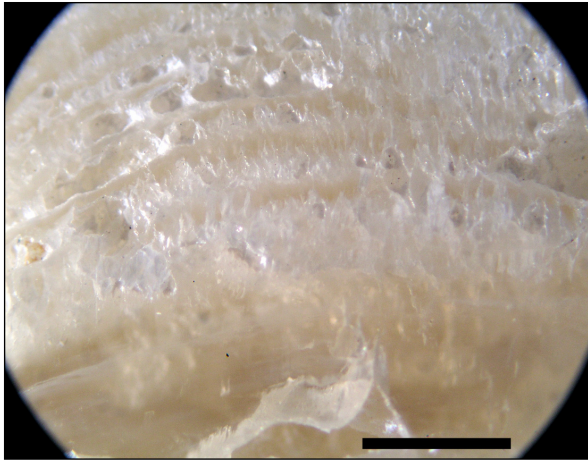


Figure 91. Transition progressive à l'échelle cristalline entre la DCC et la WPC, au niveau de la discontinuité de texture à ~3 cm de la base de Cou2.

Loupe binoculaire ; l'échelle représente 1 mm.

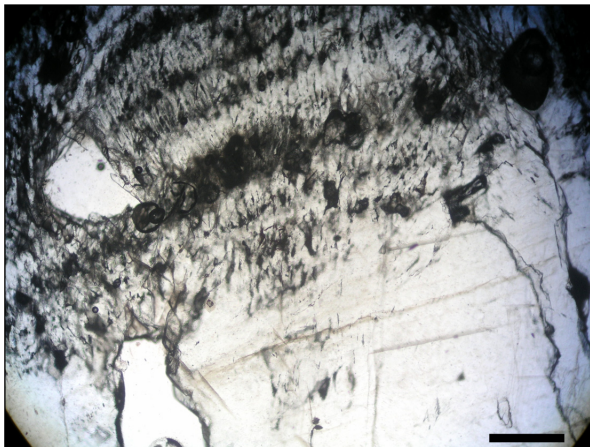


Figure 92. Transition progressive à l'échelle cristalline entre la DCC et la WPC laminée, au niveau de la discontinuité de texture à ~3 cm de la base de Cou2.

Lame mince, lumière naturelle ; l'échelle représente 500 μm .

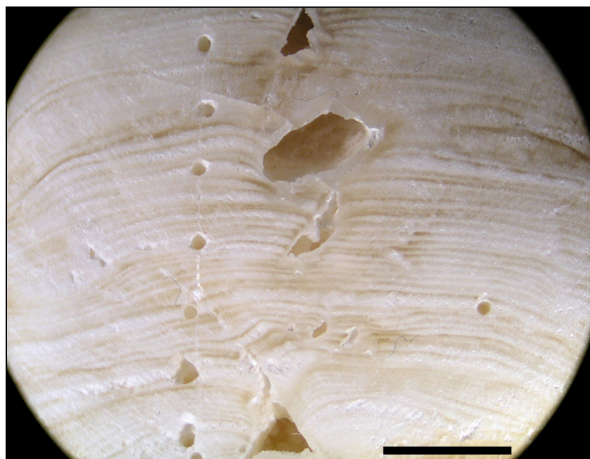


Figure 93. Faciès laminé de la calcite blanche poreuse de Cou2 (WPC).

Loupe binoculaire ; l'échelle représente 5 mm.

Figure 94. Fabrication columnaire ouverte de la partie à WPC de Cou2.

Les cristallites en aiguilles sont parallèles au sein de chaque faisceau qui correspond à un cristal colonnaire (extinction uniforme en LP). Lame mince, lumière naturelle ; l'échelle représente 1 mm.



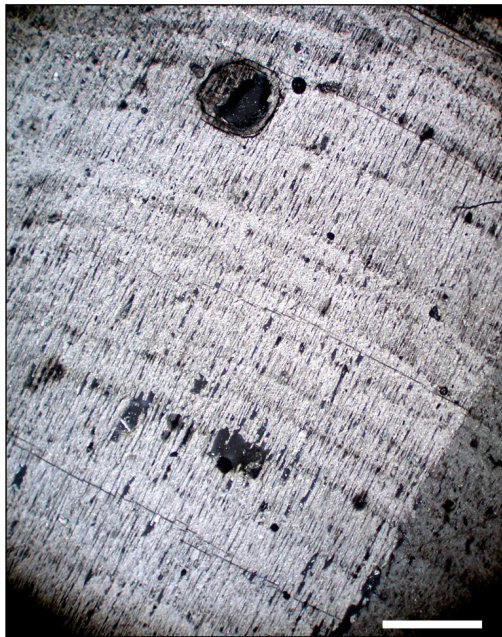


Figure 95. Fabrique colonnaire ouverte dans la partie à WPC de Cou2.

Il s'agit ici d'un cristal colonnaire de grandes dimensions, à porosité intra-cristalline plus réduite que dans la Figure 94. Son axe d'allongement, comme celui des cristallites en aiguilles qui le constituent, est perpendiculaire à la surface de croissance. lame mince, lumière polarisée ; l'échelle représente 1 mm.

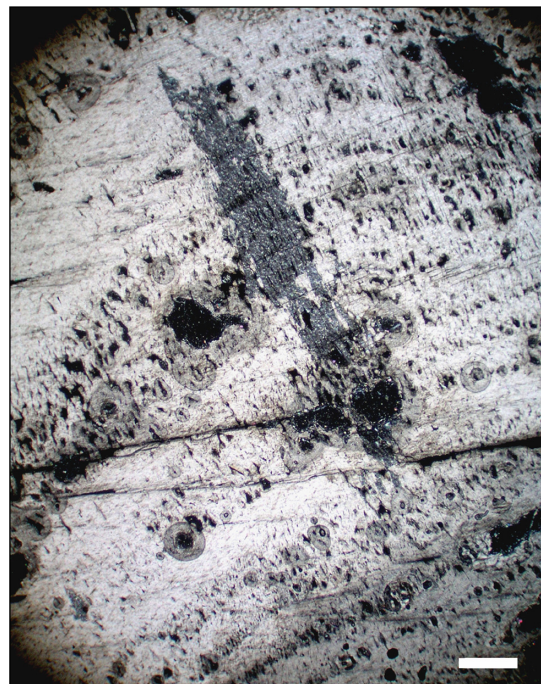


Figure 96. Alternances de lamines poreuses et compactes dans la WPC de Cou2 et variations des faciès cristallins.

Au centre de la photo, les lamines poreuses sont bien développées et les cristallites en aiguilles parallèles qui caractérisent la fabrique colonnaire ouverte sont clairement apparents. Au-dessus et en dessous, les lamines poreuses se font plus discrètes et la fabrique est plus compacte. lame mince, lumière polarisée ; l'échelle représente 500 μm .

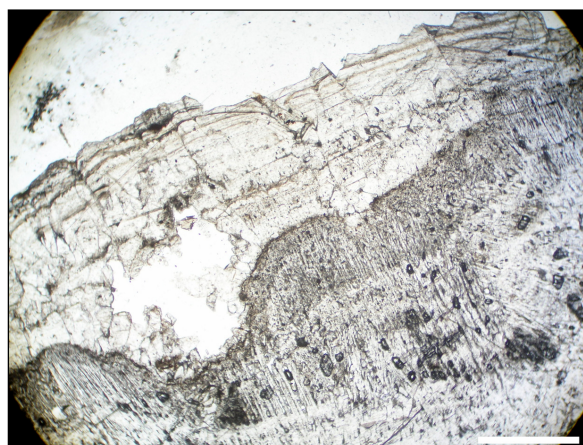
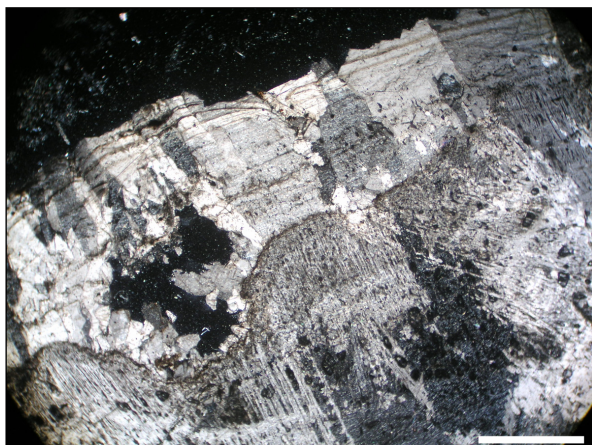


Figure 97. Discontinuité supérieure de Cou2, entre la partie à WPC et la croûte terminale à DCC.

Cette discontinuité est associée à une altération et une érosion de la calcite sous-jacente et à un liseré brun de particules détritiques ou de matière organique. lame mince, lumière polarisée à droite, lumière naturelle à gauche ; l'échelle représente 1 mm.

3.2. Cadre chronologique de la croissance de Cou2 : le MIS 5b-5a

Trois datations $^{230}\text{Th}/^{234}\text{U}$ par TIMS ont été réalisées sur Cou2. L'emplacement des échantillons datés est représenté sur la Figure 84 et les résultats sont exposés dans le Tableau 15 et dans la Figure 98.

Nom échantillon	Distance de la base (cm)	^{238}U (ppm)	Erreur à 2σ	$(^{234}\text{U}/^{238}\text{U})$	Erreur à 2σ	$(^{230}\text{Th}/^{232}\text{Th})$	Erreur à 2σ	$(^{230}\text{Th}/^{234}\text{U})$	Erreur à 2σ	Âge non corrigé (années /2005)	+ erreur à 2σ	- erreur à 2σ	% erreur à 2σ	Âge corrigé (années /2005)
A	1,3	0,0544	0,0003	1,0714	0,0180	433,3	11,5	0,58027	0,01737	93202	4778	4531	4,8	93106
B	3,4	0,0382	0,0002	1,0750	0,0104	419,2	6,6	0,52004	0,00824	78963	1942	1899	2,4	78888
C	19,1	0,0456	0,0002	1,0681	0,0092	205,8	4,1	0,53741	0,01052	82956	2553	2483	3,0	82782

Tableau 15. Résultats des datations $^{230}\text{Th}/^{234}\text{U}$ par TIMS des échantillons de Cou2.

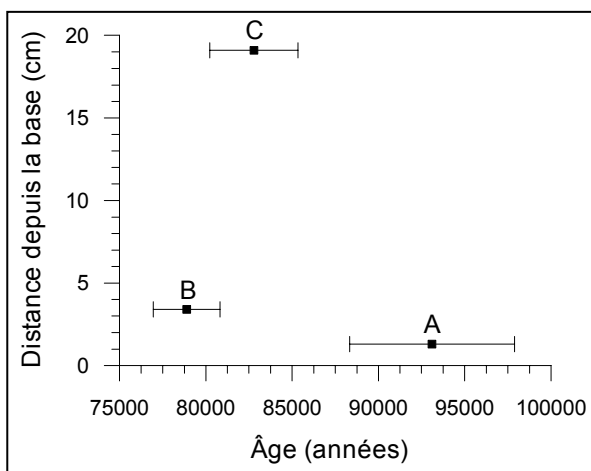


Figure 98. Âge des échantillons de Cou2 (datation $^{230}\text{Th}/^{234}\text{U}$ par TIMS) en fonction de leur distance depuis la base.

Comme pour les autres spéléothèmes (*cf. supra* BDinf), une correction détritique a été appliquée avec l'hypothèse d'un rapport d'activité du $^{230}\text{Th}/^{232}\text{Th}$ de la fraction détritique égal à 0,63. On constate que cette correction n'a qu'un impact négligeable sur les âges calculés, les modifiant seulement de

quelques dizaines d'années, ce qui est bien inférieur aux incertitudes. Le pourcentage d'erreur sur l'âge à 2σ varie entre 2,4 % et 4,8 % (Tableau 15 ; Figure 98). Ce taux est relativement élevé pour des datations $^{230}\text{Th}/^{234}\text{U}$ par TIMS en comparaison avec d'autres travaux réalisés sur des spéléothèmes. Cela est principalement dû à la pauvreté du spéléothème en uranium (entre 38 et 54 ppb de ^{238}U).

Les datations réalisées à la base (échantillon B) et au sommet (échantillon C) de la partie à WPC donnent des âges médians en inversion chronologique mais il faut prendre en considération les incertitudes à 2σ qui se chevauchent. Les âges vrais sont donc probablement très proches. Dans ce cas, la partie à WPC de la stalagmite Cou2 se serait formée en quelques centaines d'années, **autour de 80 ka**, soit au cours du **MIS 5a**. Cela serait cohérent avec l'hypothèse proposée plus haut selon laquelle les alternances de lamines seraient annuelles.

La partie basale à DCC donne une date unique beaucoup plus ancienne, à $93,2 \pm 4,8$ ka, soit au cours du MIS 5b. Il n'a pas été possible d'obtenir une deuxième datation sur cette partie faute de calcite en quantité suffisante sur la moitié de stalagmite utilisée pour l'échantillonnage. La date fournie par l'échantillon A présente des incertitudes très larges et l'échantillon est trop épais par rapport à l'épaisseur de la partie basale de Cou2 (DCC). Par conséquent, cet âge est probablement très approximatif et il ne sera pas possible de l'exploiter pleinement pour définir l'intervalle de croissance de Cou2 et le modèle d'âge de ses enregistrements. Néanmoins, parce que cet âge dans la partie à DCC est plus ancien d'environ 13 ka que l'âge de l'échantillon B situé à la base de la partie à WPC et parce qu'il n'y pas de hiatus entre ces deux parties, il montre que le taux de croissance de la partie

constituée de calcite colonnaire compacte (DCC) était vraisemblablement très lent comparé à celui de la partie constituée de calcite laminée colonnaire ouverte (WPC). Enfin, aucune datation n'a été effectuée dans la partie terminale. Ces quelques millimètres de DCC séparés de la WPC antérieure par une discontinuité érosive peuvent s'être développés à la fin du MIS 5a comme beaucoup plus tard. De plus, bien que peu épaisse, cette partie comporte des discontinuités internes et des particules détritiques. Tout cela conduit à ne pas la prendre en considération pour la reconstitution du profil isotopique de Cou2.

3.3. Dosage des isotopes stables de Cou2

3.3.1. Test de Hendy

Les lamines testées se situent à 1,75 cm de la base dans la partie à DCC et à 3,65 cm et 11,3 cm de la base dans la partie à WPC (Figure 99).

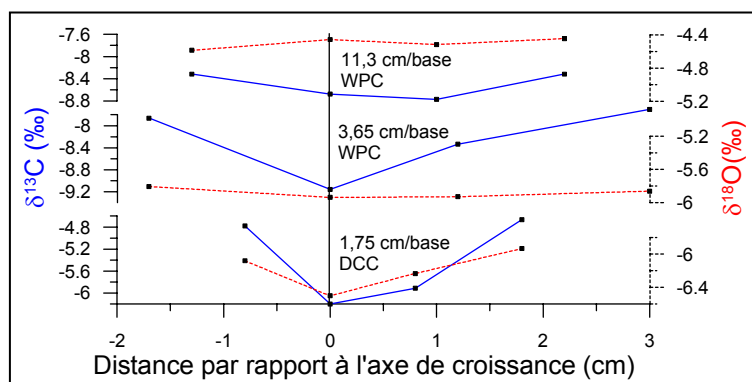


Figure 99. Test de Hendy sur Cou2. Evolution des rapports isotopiques le long de différentes lamines, situées dans la partie à calcite sombre compacte (DCC) et dans la partie à calcite laminée blanche poreuse (WPC).

La première série de prélèvements (dans la partie à DCC) a été réalisée le long d'une lamine blanche dont l'épaisseur est bien inférieure au diamètre de la mèche de la foreuse. Les séries suivantes ont été échantillonnées dans des lamines blanches poreuses bien marquées de la partie à WPC. Ces lamines étant plus épaisses, les échantillons devraient être plus homogènes.

Les résultats de la première lamine testée montrent clairement que les valeurs du $\delta^{18}\text{O}$ et du $\delta^{13}\text{C}$ covarient en devenant plus positives vers les côtés de la stalagmite (Figure 99). Cela traduit une précipitation hors des conditions d'équilibre isotopique, sous l'influence de processus cinétiques et d'évaporation (Hendy, 1971).

Les lamines suivantes, situées dans la partie laminée à WPC, montrent des résultats plus ambigus : les valeurs du $\delta^{18}\text{O}$ restent assez stables tandis que celles du $\delta^{13}\text{C}$ s'enrichissent vers les côtés, de manière plus prononcée dans la lamine à 3,65 cm de la base. Le fractionnement isotopique du carbone pourrait donc avoir été influencé par des processus cinétiques sans l'intervention d'évaporation.

3.3.2. Variation des rapports isotopiques au cours du temps

Les valeurs du $\delta^{13}\text{C}$ et du $\delta^{18}\text{O}$ enregistrées au cours de la croissance de Cou2 varient respectivement entre -4,9 ‰ et -9,6 ‰ et entre -4,5 ‰ et -6,9 ‰ (Figure 100). Toutefois, on constate que les valeurs du $\delta^{13}\text{C}$ sont très différentes entre les parties à DCC et à WPC : entre -4,9 ‰ et -8,1 ‰ dans la DCC et entre -7,3 ‰ et -9,6 ‰ dans la WPC (Figure 100 ; Figure 101).

Les rapports isotopiques semblent avoir des évolutions complètement différentes dans chacune de ces deux parties : tandis que le $\delta^{18}\text{O}$ est plutôt stable dans la partie à DCC (amplitude de variation inférieure ou égale à 1 ‰), il présente de nombreuses fluctuations abruptes et de grande amplitude dans la partie à WPC (jusqu'à 2,5 ‰) ; au contraire, le $\delta^{13}\text{C}$ montre une forte diminution de ses valeurs depuis la base vers le haut de la partie à DCC (amplitude de 3,2 ‰) puis, pendant toute la partie à WPC, ses variations sont de plus faible amplitude (jusqu'à ~2 ‰) autour d'une valeur moyenne constante (~-8,7 ‰). Concernant la partie terminale de Cou2 (DCC ; [Figure 84](#)), seuls deux échantillons ont été prélevés et leurs rapports isotopiques se situent dans la variabilité de la calcite blanche poreuse (cercles dans la [Figure 100](#) ; [Figure 101](#)).

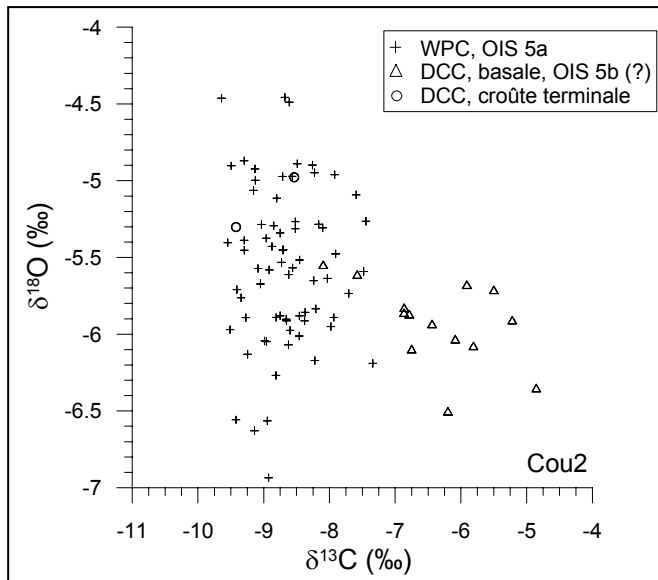


Figure 100. Diagramme $\delta^{13}\text{C}$ - $\delta^{18}\text{O}$ des dosages de Cou2.

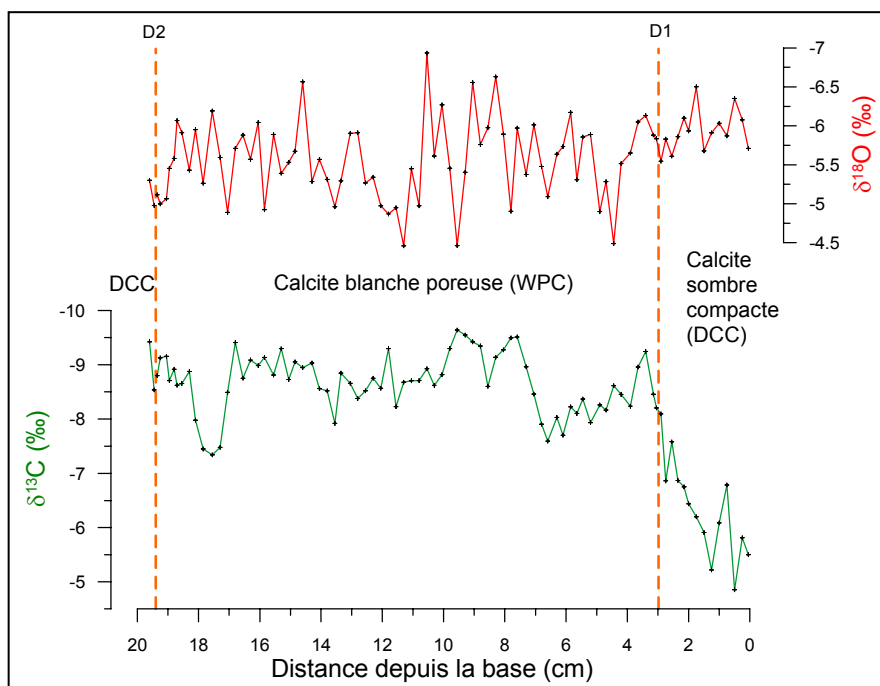


Figure 101. Variations des rapports isotopiques de l'oxygène et du carbone enregistrés au cours de la croissance de Cou2.

Les lignes verticales représentent les discontinuités de texture, D1 et D2.

Par ailleurs, on remarque que contrairement à ce qui a pu être observé dans les spéléothèmes précédents, les nuages de points par texture dans le diagramme $\delta^{13}\text{C}$ - $\delta^{18}\text{O}$ ne montrent pas de covariation positive ([Figure 102](#)). Le nuage de points des dosages réalisés dans la DCC semble présenter une légère covariation négative ($R^2 = 0,27$). Cependant, celle-ci n'est en réalité due qu'à deux points en particulier, dont les valeurs de $\delta^{13}\text{C}$ sont plus négatives que pour le reste du groupe (*i.e.* plus semblables à celles de la WPC ; [Figure 102](#)). Si on les exclut du calcul du coefficient de détermination des dosages de la DCC, le R^2 n'est plus que de 0,026.

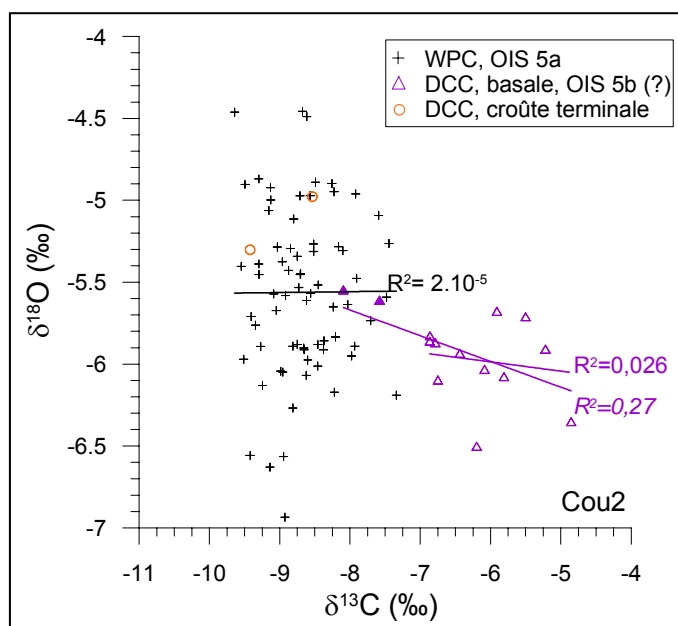


Figure 102. Diagramme $\delta^{18}\text{O}$ - $\delta^{13}\text{C}$ des dosages de Cou2, par texture.

Les triangles représentent les dosages des échantillons provenant de la DCC basale. 2 échantillons situés près de la discontinuité avec la WPC se distinguent par leur valeurs (*cf.* texte); ils sont représentés par des triangles pleins. Les coefficients de détermination R^2 sont donnés pour chaque nuage de points. Concernant la DCC basale, les R^2 sont donnés, d'une part, pour l'ensemble des dosages (R^2 en italique) et, d'autre part, pour l'ensemble moins les deux dosages distingués précédemment.

Enfin, le profil des variations isotopiques enregistrées au cours de la croissance de Cou2 peut être décrit comme suit (Figure 101 ; Figure 103) :

- D'abord, le $\delta^{13}\text{C}$ montre une diminution abrupte de ses valeurs (amplitude maximale de $\sim 3,2$ ‰), à travers les 3 cm de DCC, tandis que le $\delta^{18}\text{O}$ est relativement stable.
- Durant les quelques millimètres qui suivent, le $\delta^{13}\text{C}$ continue sa diminution, jusqu'à atteindre un minimum à $-9,2$ ‰. Parallèlement, le $\delta^{18}\text{O}$ diminue également légèrement.
- Le $\delta^{13}\text{C}$ augmente ensuite progressivement, jusqu'à $6,6$ cm, pour atteindre un maximum à $-7,6$ ‰. Dans le même temps, le $\delta^{18}\text{O}$ fluctue de manière complètement différente : il atteint un premier maximum ($-4,5$ ‰) à $4,45$ cm puis diminue à travers plusieurs oscillations successives jusqu'à $5,8$ cm ($-6,2$ ‰) et enfin ré-augmente légèrement jusqu'à $6,6$ cm ($-5,1$ ‰).
- Le $\delta^{13}\text{C}$ montre ensuite une diminution abrupte jusqu'à $-9,5$ ‰ à $7,6$ cm, suivie d'une petite oscillation avant un retour à cette même valeur à $9,3$ cm. Pendant ce temps, le $\delta^{18}\text{O}$ enregistre une oscillation de grande amplitude, passant de $-4,9$ ‰ à $-6,6$ ‰ pour finir à $-4,3$ ‰.
- Les valeurs du $\delta^{13}\text{C}$ augmentent ensuite progressivement, à travers de petites oscillations, jusqu'à $13,55$ cm ($-7,9$ ‰). Le $\delta^{18}\text{O}$, au contraire, continue d'enregistrer des fluctuations de grande amplitude : un minimum à $10,6$ cm ($-6,7$ ‰), un maximum à $11,3$ cm ($-4,5$ ‰), un autre pic négatif à $12,8$ cm ($-5,9$ ‰), pour finir par un petit pic positif, comme pour le $\delta^{13}\text{C}$, à $13,55$ cm ($-5,0$ ‰).
- Puis la tendance du $\delta^{13}\text{C}$ s'inverse, ses valeurs deviennent plus négatives en quelques millimètres et se stabilisent autour de -9 ‰ (en fait, avec une très légère tendance à la diminution). Cette période s'achève à $16,8$ cm ($-9,4$ ‰). Le $\delta^{18}\text{O}$ commence également cette période par une diminution rapide, jusqu'à $14,6$ cm ($-6,6$ ‰). Puis il ré-augmente et montre jusqu'à la fin de son enregistrement une série d'oscillations entre $-4,9$ ‰ et $-6,2$ ‰. Les derniers millimètres avant la croûte de DCC semblent montrer une courte stabilisation autour de -5 ‰.
- La fin de l'enregistrement du $\delta^{13}\text{C}$ n'est pas si simple car après la période stable autour de -9 ‰, une forte augmentation des valeurs est enregistrée en quelques millimètres ($-7,5$ ‰ à $17,3$ cm). Ce maximum est maintenu jusqu'à $17,9$ cm et suivi par une nouvelle diminution abrupte pendant 4 millimètres (jusqu'à $-8,8$ ‰). Le $\delta^{13}\text{C}$

diminue ensuite légèrement jusqu'à ~19 cm (-9,2 ‰) puis ré-augmente à -8,8 ‰ juste avant la discontinuité (D2 à 19,4 cm).

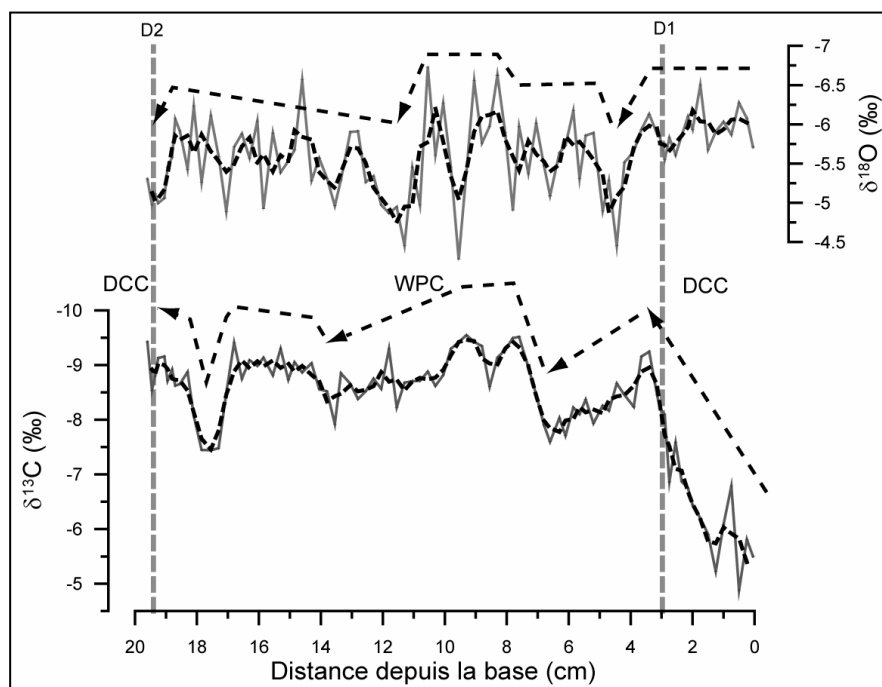


Figure 103. Variations des rapports isotopiques enregistrés au cours de la croissance de Cou2, moyennes mobiles et tendances générales de ces variations.

La moyenne mobile des profils isotopiques (ligne pointillée) est réalisée par groupe de 3 points (même méthode que pour BDsup, cf. supra : BDsup, § 3.2). Les tendances générales (lecture semi-interprétative) sont représentées par des flèches tiretées.

Les moyennes mobiles et les tendances générales des variations des rapports isotopiques représentées dans la Figure 103 visent à rendre plus lisibles les fluctuations caractéristiques du signal isotopique en lissant les fluctuations de second ordre (cf. supra : BDsup § 3.2.). La représentation des tendances générales est subjective quoique basée sur la lecture des variations fortement lissées, c'est pourquoi elle peut être dite « semi-interprétative ».

On constate que le mode de variation du $\delta^{13}\text{C}$ présente une caractéristique qui se reproduit : les phases de diminution des valeurs sont abruptes tandis que les augmentations sont généralement plus progressives. Ce schéma a déjà été observé auparavant, mais pour le $\delta^{18}\text{O}$ de BDsup. Les signaux du $\delta^{13}\text{C}$ de BDsup et BDinf présentaient des tendances plus progressives dans les deux sens. Quant au $\delta^{18}\text{O}$, comme précédemment observé dans les autres spéléothèmes, il montre des fluctuations plus nombreuses et plus abruptes que le $\delta^{13}\text{C}$.

Résultats

4. La stalagmite du plancher supérieur de Coudoulous I : Cou1

4.1. Constitution du spéléothème

4.1.1. Morphologie. Schéma de croissance

Le spéléothème Cou1 est constitué de deux stalagmites accolées qui appartiennent au plancher supérieur, développé sur un substrat à forte pente (surface d'éboulis à $\sim 30^\circ$). Seule la stalagmite à droite sur la section polie a été étudiée (Figure 104). D'après les lamines de croissance, la stalagmite de droite a débuté sa formation avant sa voisine, puis les deux stalagmites ont poussé de manière contemporaine et, enfin, la stalagmite de gauche a poursuivi sa croissance après l'arrêt de celle de droite.

La stalagmite étudiée mesure environ 10 cm de diamètre pour 24,5 cm de hauteur. Sa morphologie globale est assez régulière, en chandelle. Elle s'est développée en discontinuité avec le plancher sous-jacent. Cette discontinuité n'est apparemment pas associée à de l'érosion mais est seulement soulignée de brun par des particules détritiques. Au moins 4 discontinuités majeures interrompent la croissance de la stalagmite, à 6 cm, 9,9 cm, 13,8 cm et 26,7 cm de la base. Elles sont de même type, c'est à dire soulignées de brun par des particules détritiques et associées à une fabrique plus compacte et sombre, l'ensemble mesurant de 0,5 mm à 1,5 mm d'épaisseur, et ne sont pas associées à de l'érosion. La troisième discontinuité, à 12,2 cm, paraît dédoublée (Figure 107). À plusieurs reprises, l'axe de croissance a subi de légers décalages, généralement de l'ordre de quelques millimètres à 1,5 cm. La seule exception concerne la dernière phase de précipitation, après la 4^e discontinuité majeure, où la croissance ne reprend que latéralement, sur une épaisseur maximale de 7 mm (Figure 106).

4.1.2. Texture. Fabrique cristalline

4.1.2.1. À l'échelle macroscopique

La stalagmite a un aspect général blanc et poreux (Figure 104). Elle présente une lamination fine et régulière la plupart du temps. Toutefois, de nombreuses zones blanches, crayeuses (*i.e.* très poreuses et friables), interrompent la lamination (Figure 105). Ces zones sont de petites dimensions (quelques millimètres de largeur et de hauteur) dans la moitié supérieure du spéléothème et sont plus étendues dans la moitié inférieure, avant la discontinuité D4. Par ailleurs, au sommet de Cou1, les « lamines » ne sont plus parallèles entre elles mais sont biseautées, en lentilles (Figure 106).

4.1.2.2. À l'échelle microscopique

L'observation au microscope confirme que la fabrique générale est extrêmement poreuse.

Plusieurs fabriques apparaissent mais deux sont dominantes :

- La première est de type colonnaire ouverte, c'est à dire assez semblable à ce qui constitue la WPC de Cou2 (*cf. supra*). Elle présente des cristaux de grandes

dimensions (~ 0,5 cm de largeur et jusqu'à plusieurs centimètres de hauteur), définis par une extinction uniforme. Ces cristaux sont constitués par des sortes de faisceaux de cristallites en aiguilles parallèles, mesurant environ 10 μm d'épaisseur (Figure 108). Ces cristallites sont bien individualisés au niveau des lamines poreuses et sont soudés au niveau des lamines compactes. Leur orientation n'est pas toujours strictement perpendiculaire aux lamines de croissance, chaque faisceau ayant sa propre obliquité. La lamination la plus régulière apparaît dans cette fabrique.



Figure 104. Section polie du spéléothème Cou1.

Quelques lamines de croissance sont soulignées en noir, les discontinuités sont en rouge. A à E : emplacements des échantillons pour les datations. Les points dans la zone axiale situent les prélèvements pour le dosage des isotopes stables.

- La deuxième fabrique largement représentée est la fabrique dendritique. Les cristallites sont peu épais ($\sim 10 \mu\text{m}$), courts et buissonnants (Figure 111). On observe souvent un angle de 60° entre les branches. Les zones blanches crayeuses visibles à l'œil nu sur la section polie de Cou1 sont constituées par cette fabrique dendritique, où la lamination s'interrompt (Figure 110). De plus, cette fabrique se trouve également dans les lentilles observées au sommet de la stalagmite, dont les « parois » sont constituées de microsparite compacte (Figure 114).

Le spéléothème présente généralement l'une de ces deux fabriques ou des formes de transition entre elles (par exemple, des faisceaux de cristallites en aiguilles avec des excroissances latérales plus ou moins abondantes, comme une ébauche de structure en échafaudage ; Figure 111 ; Figure 112 ; Figure 113). La moitié inférieure du spéléothème (avant la discontinuité D4) est majoritairement constituée par la fabrique dendritique tandis que la moitié supérieure est majoritairement constituée par la fabrique colonnaire ouverte. La lamination est mieux marquée dans les zones de fabrique colonnaire ouverte bien développée (*e.g.* Figure 108) que dans les zones où la cristallisation est plus « désorganisée » (*i.e.* fabrique dendritique et formes de transition).

Au sommet de la stalagmite, la lamination devient irrégulière et discontinue : les « lamines » compactes constituent alors des sortes de murailles délimitant des lentilles poreuses au sein desquelles les cristallites ont des orientations entrecroisées (Figure 114). Ces derniers semblent également constituer une calcite dendritique bien qu'ils soient plus trapus et moins branchus que dans le reste de la stalagmite. Quant aux lamines compactes, elles sont constituées de microsparite et sont teintées de brun par des oxydes, des argiles ou de la matière organique diffuse (pas de particules identifiables). En lumière polarisée, on constate que cette zone du spéléothème est souvent recristallisée : les teintes de polarisation révèlent une fabrique en mosaïque qui se surimpose aux structures observées en lumière naturelle (Figure 115).

Enfin, après chacune des discontinuités majeures, soulignées par des particules détritiques, la recristallisation reprend d'abord sous forme de cristaux d'apparence « scalénoédrique » (*i.e.* aux angles très aigus et aux faces plus ou moins triangulaires ; ils illustrent la phase de croissance compétitive). Ceux-ci sont suivis d'une ou deux séries de cristaux colonnaires compacts, puis de cristaux dendritiques ou colonnaires ouverts (Figure 109). Cette dernière transition est rapide et les plages d'extinction des cristaux dendritiques ou colonnaires ouverts prolongent celles des cristaux colonnaires compacts sous-jacents.

Ponctuellement durant la croissance du spéléothème et plus particulièrement dans la moitié supérieure, des passées compactes épaisses se sont développées, se démarquant de la forte porosité ambiante. Il s'agit, comme dans Cou2, de zones où la porosité de la fabrique colonnaire diminue. Généralement, des liserés diffus, plus ou moins épais, de couleur brune, se distinguent dans ces passées compactes. Leur distribution semble aléatoire puisqu'ils ne sont pas associés particulièrement à un type de lamine, poreuse ou compacte. (Figure 116). Leur nature n'a pas pu être déterminée en lame mince.

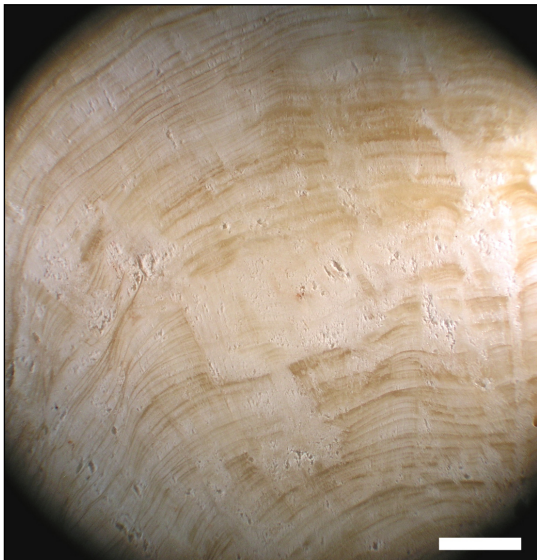


Figure 105. Lamination de Cou1 interrompue par des domaines de texture crayeuse.

Ces derniers présentent une fabrique dendritique visible en lame mince tandis que les zones laminées sont constituées par une fabrique colonnaire ouverte (Figure 110). Loupe binoculaire ; l'échelle représente 5 mm.

Figure 106. Lamination irrégulière, en lentilles, au sommet de Cou1.

Ces lentilles sont définies par des parois compactes microcristallines tandis que leur cœur est de fabrique dendritique (Figure 113 ; Figure 114). Cette structure n'est présente qu'au sommet de Cou1, de part et d'autre de la discontinuité D5 (en brun sur la photo).

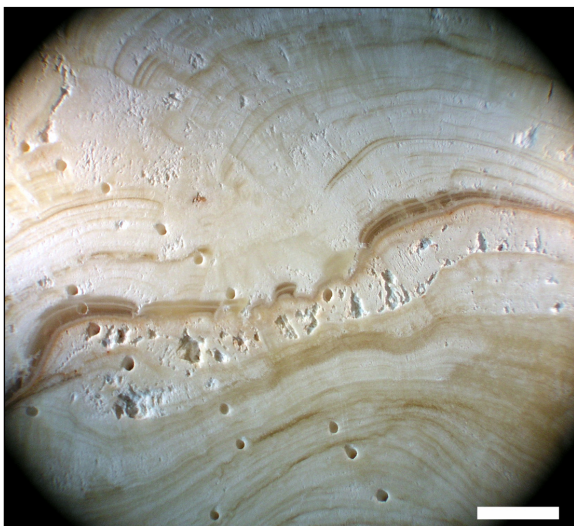
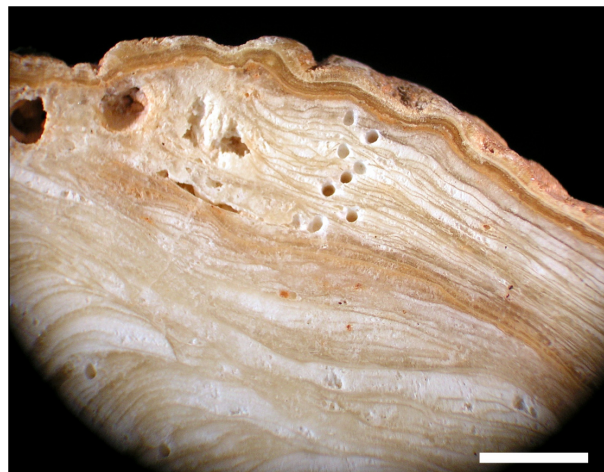


Figure 107. Discontinuité de croissance suivie d'une précipitation de calcite sombre compacte.

Cette discontinuité (D3) semble dédoublée. La partie intermédiaire est de texture poreuse, friable ; il s'agit de calcite dendritique. La discontinuité est brune, légèrement teintée par des particules détritiques. La croissance reprend avec une calcite sombre compacte qui disparaît très vite au profit de la calcite blanche poreuse, laminée (colonnaire ouverte) ou homogène (domaine dendritique ; Figure 105). En lame mince, cette structure est illustrée par la Figure 109.

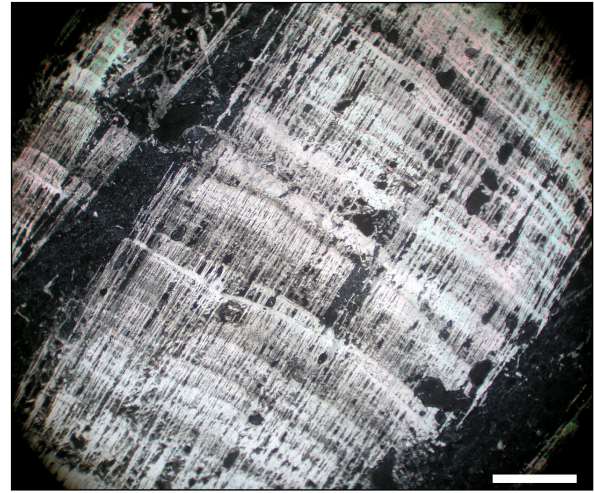
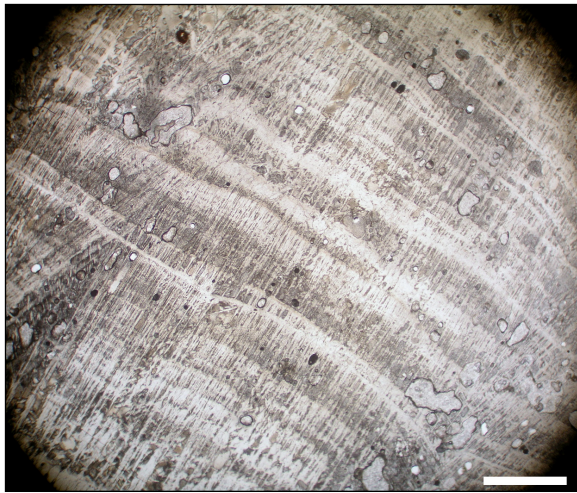


Figure 108. Fabrique laminée colonnaire ouverte de Cou1.

Les cristallites sont en forme d'aiguilles parallèles entre elles et perpendiculaires à la surface de croissance. Ils sont groupés au sein de grands cristaux colonnaires d'extinction uniforme. Ils s'épaississent et se soudent au niveau des lamines compactes. On remarque que la calcite n'est pas très pure mais teintée de brun par des pollutions organo-détritiques (?). lame mince ; lumière naturelle à gauche, lumière polarisée à droite ; le trait blanc représente 1 mm.

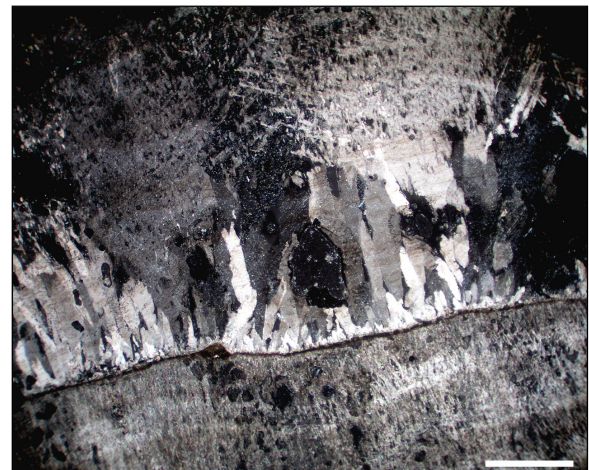
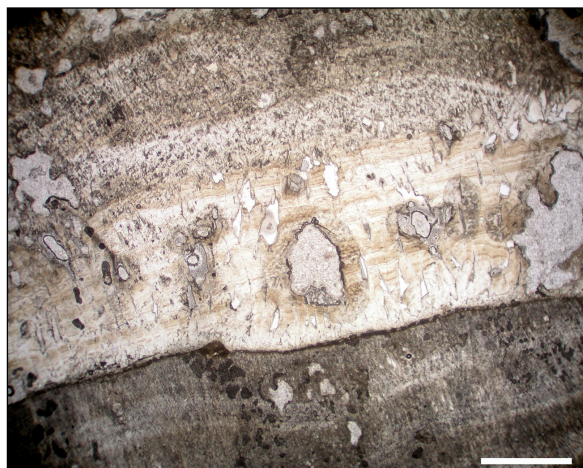


Figure 109. Discontinuité dans la stalagmite Cou1.

Celle-ci est soulignée de brun par des particules détritiques. La croissance cristalline reprend avec une première série de cristaux d'apparence « scalénoédrique », puis des cristaux colonnaires compacts qui se transforment progressivement en cristaux dendritiques. lame mince ; lumière naturelle à gauche, lumière polarisée à droite ; le trait blanc représente 1 mm.

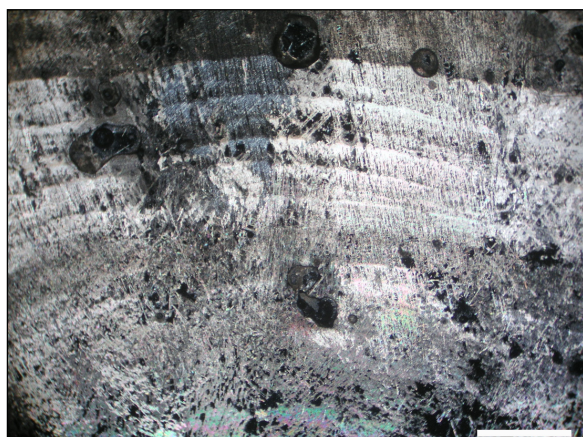


Figure 110. Lamination interrompue par des zones de calcite dendritique dans Cou1.

La lamination est bien définie dans les zones à fabrique colonnaire ouverte (faisceaux de cristallites en aiguilles parallèles). On remarque le caractère progressif et aléatoire des transitions entre cette fabrique et la fabrique dendritique (cristaux branchus). lame mince ; LP ; l'échelle représente 1 mm.

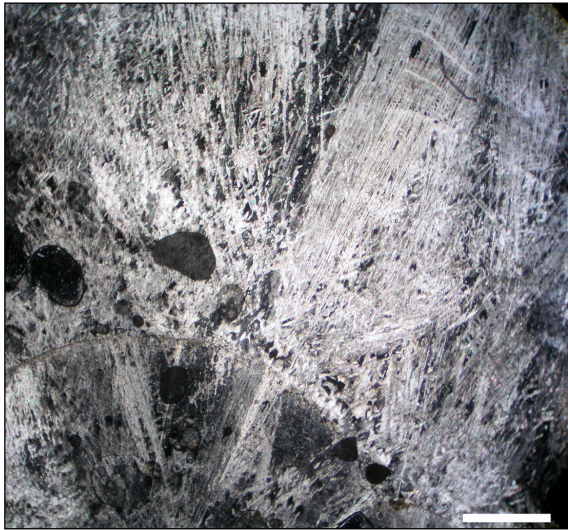


Figure 111. Formes de transition entre fabrique dendritique et colonnaire ouverte.

On remarque que les deux types de structure cristalline sont intimement liés (cf. légende de la [Figure 112](#)). Une discontinuité est visible dans la moitié inférieure de la photo. Lame mince ; LP ; l'échelle représente 1 mm.

Figure 112. Formes de transition entre fabrique dendritique et colonnaire ouverte.

Les deux types de fabrique sont plus ou moins confondus. On distingue toujours des faisceaux de cristallites en forme d'aiguilles parallèles, d'extinction uniforme et à travers lesquels une lamination est encore visible. Mais de nombreuses excroissances latérales se développent sur ces cristallites, orientées à $\sim 60^\circ$ de l'axe d'allongement des aiguilles principales (structure « en échafaudage ») ; elles sont particulièrement visibles dans les zones éteintes (en haut à gauche par exemple). Lame mince ; LP ; l'échelle représente 1 mm.

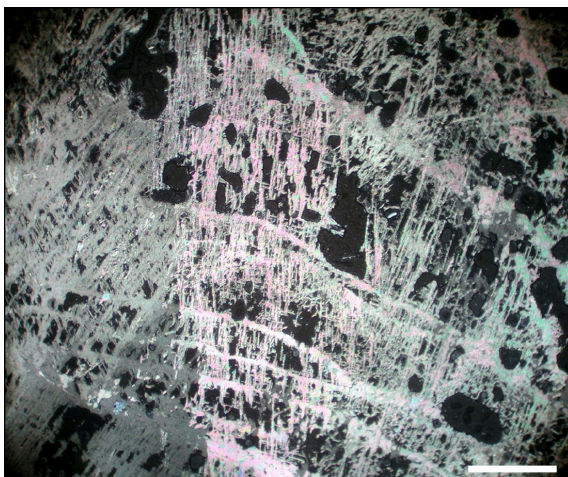


Figure 113. Lamines discontinues, en forme de lentilles, au sommet de Cou1.

Les lentilles sont définies par de fines parois de calcite compacte. La fabrique est dendritique mais on distingue encore des cristallites en forme de longues aiguilles disposées parallèlement entre elles au sein d'une même zone d'extinction. Ce faciès semble donc être un intermédiaire entre la fabrique colonnaire ouverte ([Figure 108](#)) et les lentilles de fabrique dendritique indépendantes les unes des autres qui existent tout à fait au sommet de Cou1 ([Figure 114](#), [Figure 115](#)). Lame mince ; LP ; l'échelle représente 1 mm.

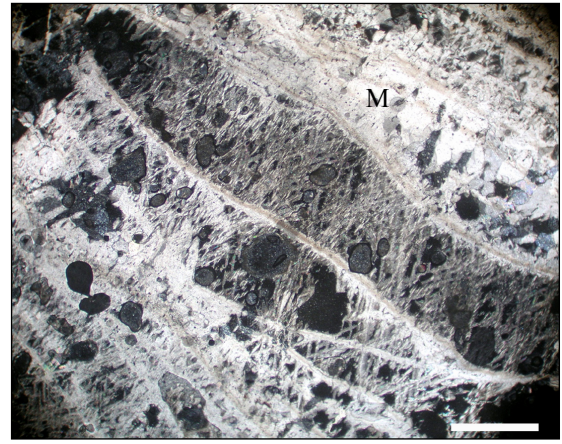
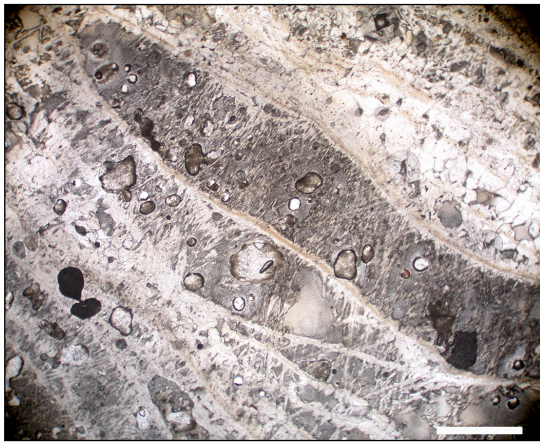


Figure 114. Lamines discontinues, en forme de lentilles, au sommet de Cou1.

Les parois de ces lentilles sont constituées de calcite compacte teintée de brun. L'intérieur des lentilles est très poreux, occupé par de la calcite dendritique ou parfois par de la calcite en mosaïque (M). lame mince ; lumière naturelle à gauche, lumière polarisée à droite ; l'échelle représente 1 mm.

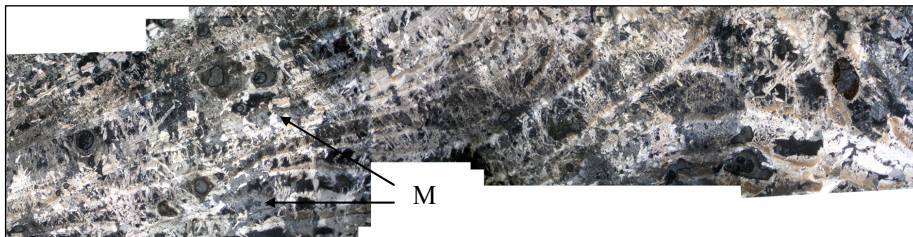
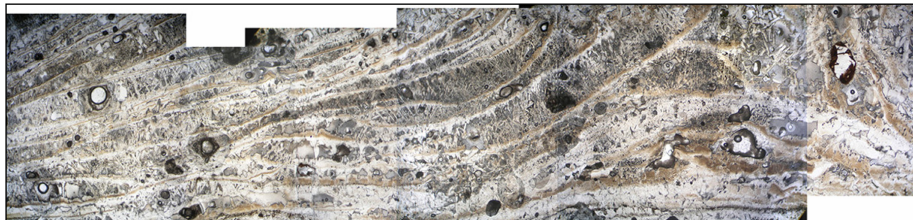


Figure 115.

Structures en lentilles au sommet de Cou1.

On remarque en lumière polarisée que de la calcite en mosaïque (M) se surimpose aux structures visibles en lumière naturelle, témoignant de sa nature diagénétique. lame mince ; LN au-dessus, LP en dessous ; le montage couvre environ 2 cm de longueur.

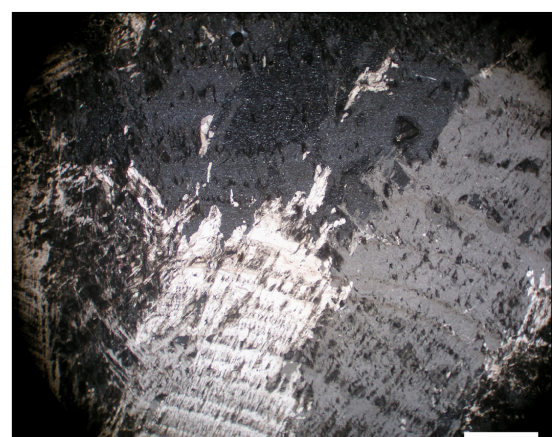
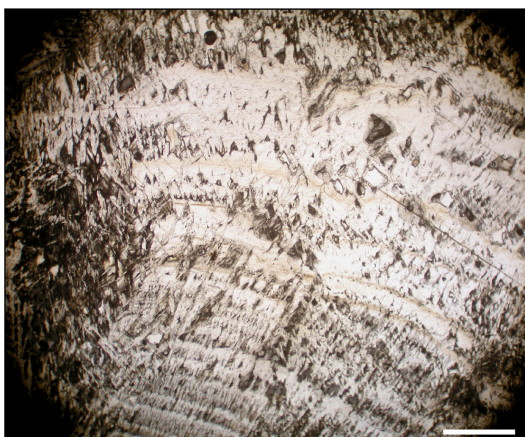


Figure 116. Transition entre une fabrique colonnaire ouverte (en bas) et une fabrique colonnaire compacte (en haut).

La transition est progressive ; on voit en lumière polarisée que les limites entre les cristaux sont accidentées. Le même type de faciès a été observé dans Cou2 (*cf. supra*). Des lamines brunes de nature indéterminée (oxydes ? matière organique ? argiles ?) apparaissent en lumière naturelle dans la partie compacte ; elles ne semblent pas être associées préférentiellement à un type de lamine texturale. lame mince ; LN à gauche et LP à droite ; l'échelle représente 500 µm.

4.1.3. Nature minéralogique primitive de Cou1 : analyses complémentaires

La fabrique cristalline complexe de Cou1 signe une précipitation dans des conditions de déséquilibre (thermodynamique, hydrologique, chimique et isotopique ; Frisia *et al.*, 2000). De plus, cette fabrique est très poreuse et Cou1 a séjourné longtemps dans un remplissage détritique d'aven peu protégé des percolations par les vestiges de toit de la cavité. Une circulation de fluides associée à une diagenèse peut donc être envisagée. Des plages de recristallisation ont d'ailleurs été observées mais elles se limitent à la partie sommitale du spéléothème (*cf. supra*). Dans ces conditions, on peut se demander si le spéléothème Cou1 n'a pas pu précipiter, au moins partiellement, sous forme d'aragonite, transformée postérieurement en calcite. Pour répondre à cette interrogation, qui a des implications pour la lecture des signaux isotopiques, des analyses complémentaires de la minéralogie et de la chimie de Cou1 ont été effectuées.

➤ Analyses de poudres par DRX

Trois échantillons ont été prélevés dans l'axe de croissance de la stalagmite Cou1 pour analyser leur minéralogie par diffractométrie des rayons X (Figure 117). Des prélèvements ont également été réalisés sur les autres spéléothèmes (BDinf et Cou2), à titre de comparaison (Figure 118).

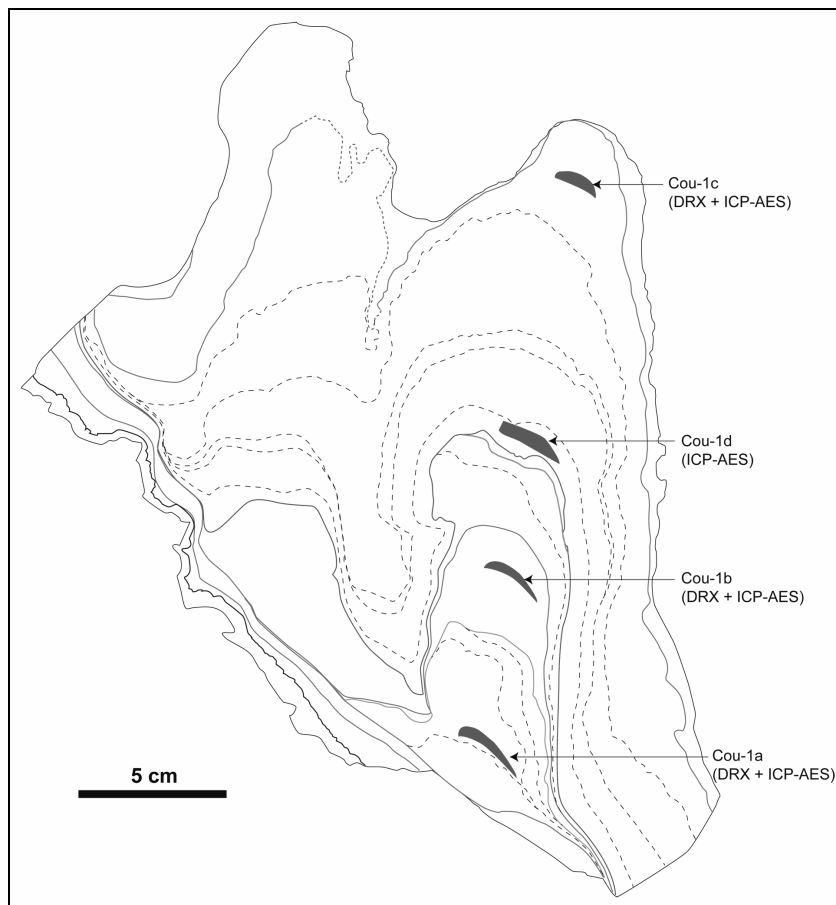


Figure 117. Emplacement des prélèvements sur Cou1 pour les analyses par DRX et ICP-AES.

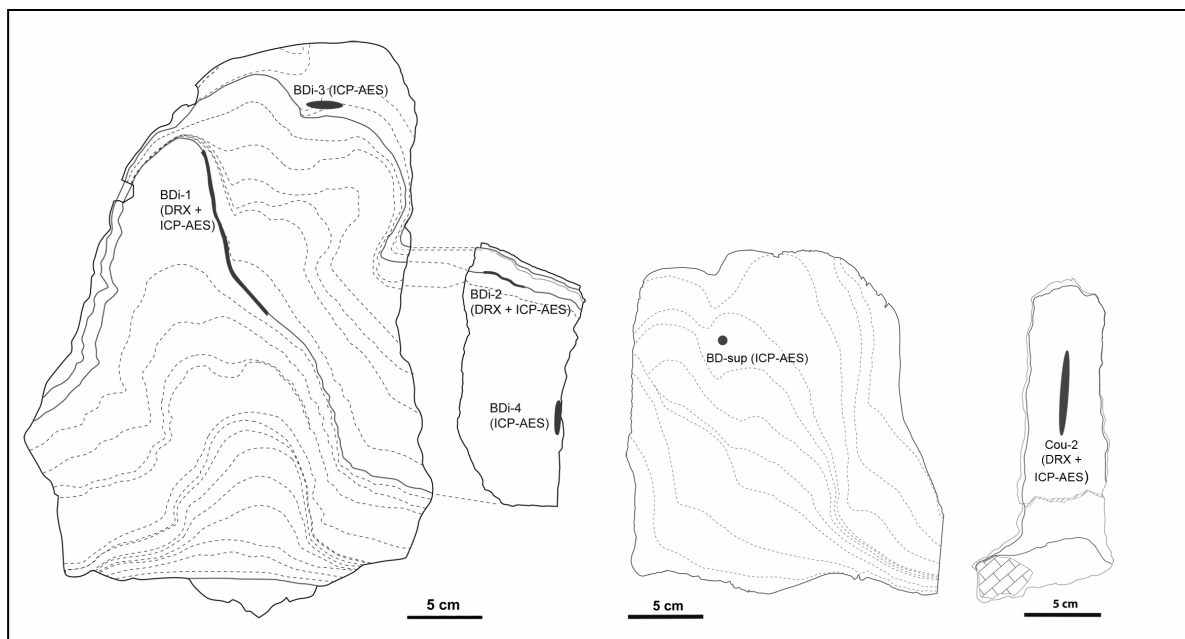


Figure 118. Schéma des sections polies des spéléothèmes BDIinf, BDI-sup et Cou2 et emplacement des prélèvements pour les analyses par DRX et ICP-AES.

Les six échantillons prélevés sur les différents spéléothèmes fournissent le même diffractogramme¹ (Figure 119). Comparé aux diffractogrammes disponibles dans la base de données et plus particulièrement à ceux des carbonates, il s'avère que la maille cristalline correspondante est celle de la calcite.

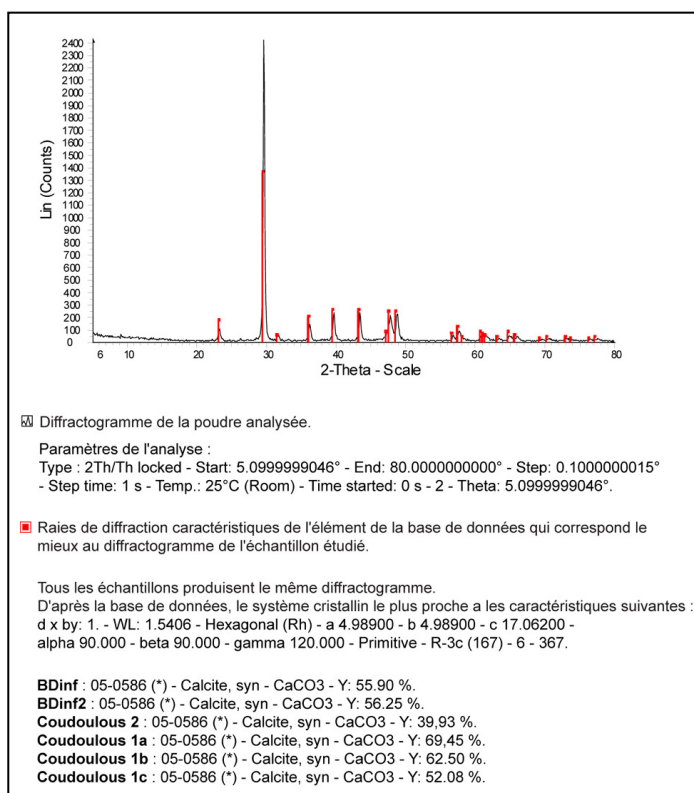


Figure 119. Résultats de l'analyse des poudres par DRX.

La fabrication particulière de Cou1, n'est donc constituée, aujourd'hui, que de calcite, comme les autres spéléothèmes. Mais peut-on envisager un remplacement diagenétique d'une aragonite primitive par de la calcite secondaire ? Cette hypothèse a été testée en analysant les rapports Sr/Ca et Mg/Ca de la calcite.

¹ Certains échantillons de BDIinf ont été prélevés sur des discontinuités car des bouquets d'aragonite y avaient été observés en lame mince (cf. supra, chapitre sur BDIinf). On remarque que ceux-ci n'ont pas une empreinte minéralogique détectable en DRX, probablement parce que la proportion d'aragonite par rapport à la calcite environnante est négligeable.

➤ *Analyses de solutions par ICP-AES*

Dix échantillons, prélevés sur tous les spéléothèmes, ont été analysés de manière à pouvoir comparer les données de Cou1 (Figure 117 ; Figure 118).

échantillon	Mg/Ca (mol/mol)		Sr/Ca (mol/mol)	
	Série 1	Série 2	Série 1	Série 2
BDi1	0,0413	0,0412	5,24E-05	5,00E-05
BDi2	0,0330	0,0330	4,41E-05	4,15E-05
BDi3	0,0230	0,0229	3,12E-05	2,59E-05
BDi4	0,0242	0,0242	3,21E-05	3,15E-05
BDsup	0,0168	0,0168	4,26E-05	4,10E-05
Cou1a	0,00050	0,00049	2,95E-05	2,85E-05
Cou1b	0,00046	0,00045	3,33E-05	3,29E-05
Cou1c	0,00054	0,00054	3,03E-05	2,97E-05
Cou1d	0,00042	rejeté	3,41E-05	rejeté
Cou2	0,00036	0,00035	2,72E-05	2,54E-05

Tableau 16. Résultats des dosages du Mg et du Sr par ICP-AES.

Deux séries de solutions ont été préparées à partir de chaque échantillon pour doubler la mesure (Tableau 16). La cohérence entre les doublets est globalement satisfaisante. Seul l'échantillon Cou1d n'a pas pu être doublé, vraisemblablement à cause d'une pollution lors de la préparation de la solution.

Concernant les rapports Mg/Ca, on peut remarquer que les échantillons provenant de la grotte Bourgeois-Delaunay sont beaucoup plus riches en Mg (de $16,8 \cdot 10^{-3}$ à $41,3 \cdot 10^{-3}$ mol/mol) que ceux provenant de Coudoulous (de $0,4 \cdot 10^{-3}$ à $0,5 \cdot 10^{-3}$ mol/mol). De plus, entre les plus basses et les plus hautes valeurs des rapports Mg/Ca, il existe un facteur de 2,45 à Bourgeois-Delaunay contre 1,5 à Coudoulous.

Les valeurs des rapports Sr/Ca sont beaucoup plus faibles et plus homogènes entre les deux sites : de $2,7 \cdot 10^{-5}$ à $3,4 \cdot 10^{-5}$ pour Coudoulous et de $3,1 \cdot 10^{-5}$ à $5,2 \cdot 10^{-5}$ à Bourgeois-Delaunay.

❖ **Discussion des résultats d'analyse par ICP-AES : le Mg**

- **Mg/Ca des spéléothèmes de Bourgeois-Delaunay**

Les rapports Mg/Ca obtenus sur les spéléothèmes de Bourgeois-Delaunay (compris entre $16,8 \cdot 10^{-3}$ et $41,3 \cdot 10^{-3}$) sont comparables à ceux publiés pour des portions de calcite primaire dans deux stalagmites de la grotte de Clamouse (fig. 11 dans Frisia *et al.*, 2002). En revanche, ils sont largement supérieurs à ceux obtenus sur de la calcite faiblement magnésienne, naturelle ou expérimentale, dans laquelle les valeurs varient entre $1 \cdot 10^{-3}$ et $3,2 \cdot 10^{-3}$ (Huang *et al.*, 2001) ou entre $0,4 \cdot 10^{-3}$ et $1,4 \cdot 10^{-3}$ (Huang et Fairchild, 2001).

La grotte de Clamouse est localisée dans le sud-est de la France, dans un environnement géologique constitué de dolomite partiellement dédolomitisée et de calcaire. Les grottes de La Chaise se sont également développées dans des calcaires dolomitiques. La richesse en Mg du milieu explique la présence de rapports Mg/Ca relativement élevés dans les spéléothèmes calcitiques de ces deux sites. Toutefois, selon les auteurs, la calcite dite magnésienne présente un pourcentage molaire de MgCO_3 (mol % MgCO_3) entre 2 et 12 (Hill et Forti, 1997) ou entre 5 et 15 (Foucault et Raoult, 1995). La teneur de BDinf en

MgCO₃ allant de 1,7 à 4,1 mol %, elle se situe donc à la limite inférieure de la définition de la calcite magnésienne.

- Mg/Ca des spéléothèmes de Coudoulous

Les rapports Mg/Ca des spéléothèmes de Coudoulous (compris entre $0,4 \cdot 10^{-3}$ et $0,5 \cdot 10^{-3}$), sont très proches de ceux issus de portions de calcite en mosaïque, calcite de remplacement d'une aragonite originelle, dans les deux mêmes stalagmites de Clamouse (*cf. supra* ; Frisia *et al.*, *op. cit.*). Ils sont également comparables aux rapports obtenus sous des conditions expérimentales analogues au karst sur de la calcite faiblement magnésienne (Huang et Fairchild, *op. cit.*), variant entre $0,4 \cdot 10^{-3}$ et $1,4 \cdot 10^{-3}$.

A Clamouse, l'aragonite ne s'est formée que dans les galeries creusées dans les parties dolomitiques de l'encaissant. En effet, on sait que la présence de Mg²⁺ dans les eaux d'alimentation est un facteur favorable à la précipitation d'aragonite car il inhibe la nucléation de la calcite (Bischoff, 1968 ; Bischoff et Fyfe, 1968 ; Deleuze et Brantley, 1997) et retarde sa croissance (Burton et Walter, 1987).

A Coudoulous, la roche mère est constituée de calcaires micritiques, faiblement magnésiens, contrairement à Clamouse. Il est donc peu probable qu'une précipitation primaire d'aragonite ait été favorisée à Coudoulous par la richesse de l'encaissant en Mg. Toutefois, la concentration élevée en Mg²⁺ des eaux d'alimentation n'est pas une condition *sine qua non* pour que de l'aragonite se forme (Frisia *et al.*, 2002). De faibles vitesses d'égouttement et l'augmentation corrélative de la sursaturation (à travers un dégazage prolongé ; Dreybrodt, 1988), ainsi que la présence d'impuretés, telles que le Mg, sont des conditions connues pour conduire à des formes cristallines de déséquilibre (Frisia *et al.*, 2000). L'évaporation, de la même manière qu'un faible débit, favorise l'augmentation du rapport Mg²⁺/Ca²⁺ de la solution et ainsi la formation d'aragonite (Railsback *et al.*, 1994).

Etant donné l'aspect complexe des fabriques de Cou1, on peut s'interroger sur l'existence d'une aragonite primaire qui aurait été remplacée par de la calcite secondaire. Si tel était le cas, la calcite secondaire aurait pu garder l'empreinte du minéral précurseur en héritant du rapport Mg/Ca de l'aragonite (Frisia *et al.*, 2002 ; Railsback *et al.*, 1994).

Cependant, les rapports Mg/Ca de Cou2 et Cou1 sont très proches (Tableau 16) alors que les fabriques de Cou1 et Cou2 sont différentes (plus complexes à Cou1). Cou2 apparaît légèrement plus pauvre en Mg que Cou1 (de 0,00006 à 0,00018) mais dans une proportion sensiblement équivalente à l'écart le plus grand existant entre les échantillons de Cou1 (=0,00012). De plus, Cou2 n'est représenté que par un seul échantillon, tandis qu'il y en a quatre pour Cou1 : celui de Cou2 a été prélevé sur une large zone, le long de l'axe de croissance, et donne une valeur « moyenne » tandis que ceux de Cou1 ont été prélevés sur des secteurs bien délimités (Figure 117 ; Figure 118). Cette faible différence entre les rapports Mg/Ca de Cou2 et Cou1 pourrait également être due à une évaporation plus accentuée à Cou1, qui aurait davantage concentré le Mg dans la solution. Quelle que soit la raison de ce léger enrichissement apparent en Mg de Cou1, il peut être considéré comme négligeable tandis que les fabriques de Cou1 et Cou2 sont elles bien distinctes.

- Mg²⁺/Ca²⁺ théorique de l'eau d'alimentation des spéléothèmes

A partir des valeurs disponibles, il est possible de calculer approximativement les rapports Mg²⁺/Ca²⁺ que l'eau aurait dû avoir pour précipiter de l'aragonite ou de la calcite, et de voir si ces rapports étaient probables. Le rapport « élément trace/calcium » en solution est lié au rapport « élément trace/calcium » dans une phase solide homogène par un coefficient de partage D. Pour le Mg par exemple :

$$D_{\text{Mg}} = (\text{Mg/Ca})_{\text{calcite}} / (\text{Mg/Ca})_{\text{solution}}$$

Ce partage intervient pendant la précipitation et dépend d'un ensemble de facteurs tels que la température, la vitesse de précipitation, l'emplacement dans le réseau cristallin de l'élément trace et de diverses caractéristiques de la composition de l'eau (Gascoyne, 1983 ; Huang et Fairchild, 2001 ; Huang *et al.*, 2001 ; Morse et Bender, 1990).

La valeur du coefficient de partage qui a prévalu lors de la précipitation ne peut pas être connue précisément. Cependant, l'ordre de grandeur du rapport Mg^{2+}/Ca^{2+} des solutions suffit pour des comparaisons avec les valeurs publiées. Or le D_{Mg} et le D_{Sr} étant très inférieurs à 1, leur variation sous l'influence des conditions de précipitation est faible et ne modifie pas (ou très peu) l'ordre de grandeur du Mg^{2+}/Ca^{2+} calculé des solutions.

Ainsi, par exemple, le D_{Mg} varie avec la température. Huang et Fairchild (2001), ont établi sous des conditions expérimentales analogues au karst que le D_{Mg} pour la calcite et pour une température de 15°C est de $0,019 \pm 0,003$. Ils évaluent que la sensibilité du D_{Mg} à la température dans les eaux karstiques à faibles tensions ioniques correspond à une augmentation de 0,0006 par °C entre 6,6 et 15°C. En prenant une température moyenne annuelle équivalente à l'actuel, de ~12°C en Charente et dans le Lot, on obtient pour la calcite un D_{Mg} de 0,0172. Pour une température de 8°C (choisie arbitrairement), le D_{Mg} serait de 0,0148. Il s'avère que ces légères différences n'affectent pas l'ordre de grandeur des résultats pour le Mg^{2+}/Ca^{2+} des solutions (Tableau 17).

Pour l'aragonite, Brand et Veizer (1983) ont calculé des D_{Mg} à partir d'ooïdes marins. Ils obtiennent des D_{Mg} compris entre 0,6 et $4,8 \cdot 10^{-3}$. Leur valeur moyenne, de 0,002, sera retenue ici.

Ces valeurs montrent qu'il est plus « facile » d'incorporer du Mg dans de la calcite que dans de l'aragonite, même lorsque le Mg^{2+}/Ca^{2+} de l'eau est faible. Si la présence de Mg^{2+} en solution favorise la précipitation d'aragonite en inhibant la nucléation de la calcite (*cf. supra*), il est néanmoins très peu incorporé dans l'aragonite.

Pour calculer les rapports Mg^{2+}/Ca^{2+} des solutions qui alimentaient les spéléothèmes, les rapports Mg/Ca mesurés sont donc divisés par les coefficients de partage du Mg pour de l'aragonite et pour de la calcite (Tableau 17).

échantillon	Mg^{2+}/Ca^{2+} (w) <i>calcite</i>		Mg^{2+}/Ca^{2+} (w) <i>calcite</i>		Mg^{2+}/Ca^{2+} (w) <i>aragonite</i>	
	$D_{Mg} =$ 0,0172 (à 12°C)		$D_{Mg} =$ 0,0148 (à 8°C)		$D_{Mg} = 0,002$ (à ~25°C : varie avec la T° ?)	
BDi1		2,40		2,78		20,60
BDi2		1,92		2,23		16,51
BDi3		1,34		1,55		11,48
BDi4		1,41		1,64		12,12
BDsup		0,98		1,14		8,40
Cou1a		0,03		0,03		0,25
Cou1b		0,03		0,03		0,23
Cou1c		0,03		0,04		0,27
Cou1d		0,02		0,03		0,21
Cou2		0,02		0,02		0,18

Tableau 17. Mg^{2+}/Ca^{2+} théoriques des eaux de percolation (w) alimentant les spéléothèmes, dans le cas d'une cristallisation primaire de calcite ou d'aragonite.

- **Mg²⁺/Ca²⁺ théorique des eaux qui ont alimenté les spéléothèmes de Coudoulous**

À Coudoulous, les rapports Mg/Ca des spéléothèmes sont faibles comparés à ceux de Bourgeois-Delaunay. Si la précipitation d'origine s'est faite sous forme d'aragonite, ils impliquent un rapport Mg²⁺/Ca²⁺ des eaux d'alimentation compris entre 0,18 et 0,25. Si la précipitation d'origine s'est faite sous forme de calcite, à une température proche de l'actuelle, le rapport Mg²⁺/Ca²⁺ des eaux devait être entre 0,02 et 0,03. L'impact d'une température plus basse que l'actuelle (par exemple, 8°C) a été testée, mais les rapports restent quasiment inchangés (Tableau 17).

Ces résultats concernant le rapport Mg²⁺/Ca²⁺ théorique des eaux d'alimentation sont comparés à ceux recensés par Railsback *et al.* (2002), provenant de grottes du monde entier. Il apparaît que les rapports entre 0,18 et 0,25 sont communs, tandis que les rapports entre 0,02 et 0,03 semblent plus rares. Toutefois, on trouve des valeurs de cet ordre de grandeur dans les grottes de Jamaïque (à ~23°C) et de Vancouver Island (à ~7°) (Gascoyne, 1983), ainsi que dans diverses grottes européennes où l'eau alimente la formation de calcite (Tableau 18). De plus, si les rapports Mg²⁺/Ca²⁺ autour de 0,2 sont communs, il semble qu'ils sont généralement associées à la précipitation de calcite et non d'aragonite (*e.g.* Fairchild *et al.*, 2000 ; Frisia *et al.*, 2000 ; Gascoyne, 1983 ; Tableau 18). Il apparaît en effet que la précipitation d'aragonite nécessite des eaux douces relativement riches en Mg²⁺, présentant un rapport Mg²⁺/Ca²⁺ généralement supérieur à 1,0 (*e.g.* Bar-Matthews *et al.*, 1991 ; Frisia *et al.*, 2002 ; Gonzales et Lohmann, 1988). Cette pauvreté en Mg²⁺ dans la solution alimentant les spéléothèmes de Coudoulous est probablement liée, d'une part, à la pauvreté de l'encaissant en magnésium et, d'autre part, au temps de résidence de l'eau extrêmement court (actuellement à Cou2, son ordre de grandeur est inférieur à un jour).

- **Mg²⁺/Ca²⁺ théorique des eaux qui ont alimenté les spéléothèmes de Bourgeois-Delaunay**

Concernant les spéléothèmes de Bourgeois-Delaunay, le calcul du rapport Mg²⁺/Ca²⁺ des eaux d'alimentation (Tableau 17) soutient que, sans aucun doute, la précipitation primaire s'est faite sous forme de calcite. En effet, les valeurs calculées avec le coefficient de partage de l'aragonite sont beaucoup trop grandes par rapport aux valeurs recensées de par le monde (fig. 10 de Railsback *et al.*, 2002), tandis que celles obtenues avec le coefficient de partage de la calcite sont communes.

Toutefois, on note que les valeurs de Mg/Ca de BDi1 et de BDi2 se démarquent des autres en étant légèrement plus élevées. Dans leurs cas, le rapport Mg²⁺/Ca²⁺ calculé de l'eau (à 2,40 et 1,92) se situe dans la frange supérieure des valeurs recensées par Railsback *et al.* (*op. cit.*). Il se trouve que ces deux échantillons ont été prélevés sur des discontinuités de BDinf. En lame mince, ces discontinuités correspondent à un arrêt du concrétionnement, légèrement souligné par le dépôt de particules détritiques. Elles sont vraisemblablement liées à un ralentissement des percolations, favorisant l'évaporation et donc la concentration du film d'eau à la surface du spéléothème en Mg²⁺ (Bar-Matthews *et al.*, 1991 ; Railsback *et al.*, 1994).

Enfin, les données des spéléothèmes de Bourgeois-Delaunay corroborent les observations de Frisia *et al.* (2000) selon lesquelles, dans les spéléothèmes alpins, les fabriques colonnaires allongées ou fibreuses sont associées à des eaux dont le rapport Mg²⁺/Ca²⁺ est supérieur à 0,3 : ici, pour les échantillons prélevés hors des discontinuités, les Mg²⁺/Ca²⁺ calculés des eaux d'alimentation se situeraient entre 1 et 1,5 (Tableau 17).

Nature de l'échantillon	Echantillons	Mg/Ca (mol/mol)	Mg ²⁺ /Ca ²⁺ (eau)			
			aragonite	calcite		
Calcite colonnaire compacte, allongée à fibreuse (BDi1 et BDi2 prélevés sur des discontinuités de croissance)	BDi1	0,0412	DMg = 0,002 (Brand et Veizer, 1983)	20,60	DMg = 0,0172 (à 12°C ; Huang et Fairchild, 2001).	2,40
	BDi2	0,0330		16,51		1,92
	BDi3	0,0230		11,48		1,34
	BDi4	0,0242		12,12		1,41
	BDsup	0,0168		8,40		0,98
Calcite dendritique et colonnaire ouverte	Cou1a	0,0005	DMg = 0,0178 (à 13°C ; Huang et Fairchild, 2001).	0,25		0,03
	Cou1b	0,0005		0,23		0,03
	Cou1c	0,0005		0,27		0,03
	Cou1d	0,0004		0,21		0,02
Calcite colonnaire ouverte	Cou2	0,0004		0,18		0,02
Références. Contexte.	Nature du concrétionnement	Mg/Ca				Mg ²⁺ /Ca ²⁺ (eau)
Fairchild et al., 2000						
Ernesto cave (It.) : environnement calcaire	calcite					0,07 à 0,12
Clamouse (Fr.) : environnement dolomitique partiellement dédolomitisé	calcite					0,12 à 1,15
Frisia et al., 2002						
Clamouse : environnement dolomitique partiellement dédolomitisé	calcite	0,011 à 0,075				0,29 à 2,06
	calcite en mosaïque de remplacement d'aragonite	0,0032 à 0,0001				
Frisia et al., 2000						
Grotta della Lovara (It.) : calcaire	calcite : tuf					0,04
Grotta del Calgeron (It.) : dolomite	calcite : tuf ; dendritique ; colonnaire ; fibreuse					0,19 à 0,35
Grotta di Ernesto (It.) : calcaire	calcite : microcristalline ; colonnaire					0,13 à 0,20
Crag Cave (Ir.) : calcaire	calcite : colonnaire					0,11
grottes des Alpes italiennes et Clamouse (Fr.) ; dolomite et calcaire	calcite : fibreuse	0,018 à 0,036				> 0,3
Gascoyne, 1983						
Cascade cave, Vancouver Island (Ca.) : calcaire (?) ; T° entre 6,9 et 7,8°C	calcite	0,00067 à 0,00358				0,032 à 0,211
Jamaican caves : calcaire (?) ; T° entre 22,6 et 24,1°C	calcite	0,00145 à 0,03675				0,036 à 0,869
Huang et Fairchild, 2001						
Expérimentation : solutions à faibles tensions ioniques et faibles rapports Mg/Ca et Sr/Ca ; T° = 15°C	calcite	0,00047				0,025 (fixé pour l'expérience)
Railsback et al., 2002						
Wadi Sannur Cavern (NE Egypt)	aragonite recristallisée en calcite	0,0045 à 0,0093				
Verheyden et al., 2000						
Père Noël (Belg.) : calcaire, quelques bancs dolomités	calcite	0,0047 à 0,0256				0,062 à 1,118

Tableau 18. Quelques valeurs publiées de Mg/Ca dans les spéléothèmes ou dans les eaux de percolation, comparées à celles obtenues pour les spéléothèmes de Bourgeois-Delaunay et Coudoulous.
La nature du concrétionnement et celle de l'encaissant sont précisées lorsque cela est possible.

❖ Discussion des résultats d'analyse par ICP-AES : le Sr

Les rapports Sr/Ca mesurés dans les spéléothèmes sont présentés dans le [Tableau 16](#). Les rapports Sr/Ca à Coudoulous et à Bourgeois-Delaunay ne sont pas significativement différents, toutefois, ils sont légèrement plus faibles à Coudoulous. Cela peut être lié à la différence de temps de résidence de l'eau dans le karst au-dessus de la grotte ou au contact du sol sus-jacent (*e.g.* Musgrove et Banner, 2004 ; Verheyden *et al.*, 2000). En effet, le temps de résidence de l'eau au dessus de la cavité de Coudoulous est très court (< 1 jour), tandis qu'à Bourgeois-Delaunay il pourrait être, d'après les observations actuelles, de l'ordre d'un à deux mois. En outre, le fait que les spéléothèmes de Coudoulous soient d'une richesse en Sr comparable à ceux de Bourgeois-Delaunay soutient l'hypothèse selon laquelle ils ont précipités sous forme de calcite et non d'aragonite. En effet, l'incorporation de Sr a tendance à former des carbonates orthorhombiques (Speer, 1983) et l'aragonite s'avère enrichie en Sr par rapport à la calcite (Bar-Matthews *et al.*, 1991 ; Railsback *et al.*, 1994 ; [Tableau 20](#)). Les rapports Sr/Ca mesurés dans ces spéléothèmes sont de même ordre de grandeur que ceux mentionnés dans la littérature pour des spéléothèmes de calcite ([Tableau 20](#)).

Enfin, on remarque que BDi1 et BDi2 ont des rapports Sr/Ca légèrement supérieurs aux autres. Ces deux échantillons ont été prélevés le long de discontinuités de croissance. On peut penser que cet enrichissement en Sr a la même origine que leur enrichissement en Mg discuté plus haut : au niveau des discontinuités, les percolations ont dû ralentir, favorisant l'évaporation et la concentration des éléments traces et mineurs dans le film d'eau en surface du spéléothème (Bar-Matthews *et al.*, *op.cit.* ; Railsback *et al.*, *op.cit.*). En lame mince, les discontinuités de croissance sont localement soulignées par des dépôts de particules détritiques qui portent fréquemment de petits bouquets d'aiguilles d'aragonite. Ces cristaux ne représentent qu'une fraction négligeable d'aragonite puisqu'ils n'ont pas été détectés en DRX (*cf. supra*). Toutefois, leur formation n'est pas étonnante si on considère que la solution était enrichie en Mg^{2+} (inhibiteur de la nucléation et de la croissance de la calcite ; Bischoff, 1968 ; Bischoff et Fyfe, 1968), enrichie en Sr^{2+} (favorisant la formation de carbonates orthorhombiques ; Speer, 1983) et que la surface de croissance présentait des particules détritiques (favorisant la précipitation d'aragonite ; Craig *et al.*, 1984).

En procédant comme pour le Mg (*cf. supra*), une approximation du rapport Sr^{2+}/Ca^{2+} dans les eaux de percolation peut être proposée. Les D_{Sr} utilisés sont ceux mesurés par Huang et Fairchild (2001) à partir de calcite précipitée sous des conditions expérimentales analogues au karst. Ils trouvent que les D_{Sr} se situent dans l'intervalle entre 0,057 et 0,078 mais supposent néanmoins que ces valeurs sont un peu plus basses que dans les grottes naturelles. De plus, leurs valeurs de D_{Sr} montrent une faible corrélation positive avec la vitesse de précipitation. Le Sr^{2+}/Ca^{2+} des eaux a été calculé à partir de ces deux valeurs de D_{Sr} ([Tableau 19](#)) mais on retiendra que les Sr^{2+}/Ca^{2+} calculés avec $D_{Sr} = 0,078$ sont probablement plus proches de la réalité. De plus, cela est cohérent avec la valeur de 0,073 calculée pour le D_{Sr} de la calcite par Rimstidt *et al.* (1998), à partir de valeurs expérimentales de D_{Sr} sélectionnées dans la littérature. Ces données de $Sr^{2+}/Ca^{2+}_{(eau)}$ calculées sont finalement comparables à celles produites par d'autres auteurs pour des eaux alimentant des spéléothèmes de calcite ([Tableau 20](#)).

Echantillons	Sr/Ca	Sr²⁺/Ca²⁺ (eau)	Sr²⁺/Ca²⁺ (eau)
	(mol/mol)	<i>Dsr = 0,057</i>	<i>Dsr = 0,078</i>
BDi1	5,1E-05	9,0E-04	6,6E-04
BDi2	4,3E-05	7,5E-04	5,5E-04
BDi3	2,9E-05	5,0E-04	3,7E-04
BDi4	3,2E-05	5,6E-04	4,1E-04
BDsup	4,2E-05	7,3E-04	5,4E-04
Cou1a	2,9E-05	5,1E-04	3,7E-04
Cou1b	3,3E-05	5,8E-04	4,2E-04
Cou1c	3,0E-05	5,3E-04	3,8E-04
Cou1d	3,4E-05	6,0E-04	4,4E-04
Cou2	2,6E-05	4,6E-04	3,4E-04

Tableau 19. Sr/Ca des spéléothèmes et Sr²⁺/Ca²⁺ théorique des eaux d'alimentation calculés avec les coefficients de partage eau douce-calcite mesurés par Huang et Fairchild (2001).

Nature de l'échantillon	Echantillons	Sr/Ca	Sr ²⁺ /Ca ²⁺ (eau)	Sr ²⁺ /Ca ²⁺ (eau)
		(mol/mol)	Dsr = 0,057	Dsr = 0,078
Calcite colonnaire compacte, allongée à fibreuse (BDi1 et BDi2 prélevés sur des discontinuités de croissance)	BDi1	5,1E-05	9,0E-04	6,6E-04
	BDi2	4,3E-05	7,5E-04	5,5E-04
	BDi3	2,9E-05	5,0E-04	3,7E-04
	BDi4	3,2E-05	5,6E-04	4,1E-04
	BDsup	4,2E-05	7,3E-04	5,4E-04
Calcite dendritique et colonnaire ouverte	Cou1a	2,9E-05	5,1E-04	3,7E-04
	Cou1b	3,3E-05	5,8E-04	4,2E-04
	Cou1c	3,0E-05	5,3E-04	3,8E-04
	Cou1d	3,4E-05	6,0E-04	4,4E-04
Calcite colonnaire ouverte	Cou2	2,6E-05	4,6E-04	3,4E-04
Références. Contexte.	Nature du concrétionnement	Sr/Ca	Sr ²⁺ /Ca ²⁺ (eau)	
Bar Matthews <i>et al.</i>, 1991				
Soreq cave (Isr.) : dolomite avec bancs calcaires	aragonite	9,14.10 ⁻⁴ à 1,44.10 ⁻³		
	calcite faiblement magnésienne	0 à 1,37.10 ⁻⁴		
Fairchild <i>et al.</i> 2000				
Ernesto cave (It.) : calcaire				5,0.10 ⁻⁴ à 3,0.10 ⁻⁴
Grotte de Clamouse (Fr.) : dolomite partiellement dédolomitisé				1,1.10 ⁻⁴ à 9,0.10 ⁻⁴
Gascoyne, 1983				
Cascade cave, Vancouver Island (Ca.) : calcaire (?) ; T° de l'eau entre 6,9 et 7,8°C	calcite	3,3.10 ⁻⁵ à 6,4.10 ⁻⁵		2,1.10 ⁻⁴ à 3,5.10 ⁻⁴
Jamaican caves : calcaire (?) ; T° de l'eau entre 22,6 et 24,1°C	calcite	2,2.10 ⁻⁵ à 6,2.10 ⁻⁵		3,0.10 ⁻³ à 6,4.10 ⁻⁵
Huang et Fairchild, 2001				
Expérimentation : solutions à faibles tensions ioniques et faibles rapports Mg/Ca et Sr/Ca ; T° = 15°C	calcite	2,4.10 ⁻⁵		2,3.10 ⁻⁴ (fixé pour l'expérience)
Railsback <i>et al.</i>, 2002				
Wadi Sannur Cavern (NE Egypt)	aragonite recristallisée en calcite	6,05.10 ⁻⁴ à 7,88.10 ⁻⁴		
Verheyden <i>et al.</i>, 2000				
Grotte du Père Noël (Belg.) : calcaire, quelques bancs dolomités	calcite	9.10 ⁻⁵ à 31.10 ⁻⁵		9,8.10 ⁻⁴ à 44,6.10 ⁻⁴

Tableau 20. Quelques valeurs publiées de Sr/Ca dans les spéléothèmes ou dans les eaux de percolation, comparées à celles obtenues pour les spéléothèmes de Bourgeois-Delaunay et Coudoulous.

La nature du concrétionnement et celle de l'encaissant sont précisées lorsque cela est possible.

➤ *Conclusions sur la nature cristalline primitive de Cou1*

Des fabriques particulières ont été vues en lame mince dans les spéléothèmes de Coudoulous. Certaines formes cristallines en aiguilles ou fibreuses pouvaient suggérer une précipitation primitive d'aragonite dans Cou1. Ceci était d'autant plus envisageable que Cou1 s'est développé dans un contexte propice à l'évaporation et est relativement pollué par des particules détritiques.

Cependant, l'analyse par DRX a montré que les spéléothèmes n'étaient constitués que de calcite. Les diffractogrammes ne montraient aucune ébauche de pic qui puisse être associée à une aragonite résiduelle. Le remplacement complet d'une aragonite primaire par de la calcite secondaire, de manière mimétique, a été envisagé. Toutefois, le dosage du Sr/Ca et du Mg/Ca dans ces spéléothèmes et leur comparaison avec les valeurs proposées dans la littérature amènent à favoriser l'hypothèse d'une précipitation primaire sous forme de calcite pour l'ensemble des spéléothèmes, y compris Cou1.

Finalement, les fabriques particulières de Cou1 appartiennent bien à un continuum de variations de faciès entre fabrique dendritique et fabrique colonnaire ouverte de la calcite.

Il est intéressant de revenir sur l'origine des doutes concernant la nature cristalline de Cou1, qui ont conduit à effectuer cette vérification par des analyses complémentaires. Tout d'abord, l'observation au microscope optique a ses limites, liées aux capacités techniques de l'appareil (grossissement, netteté, luminosité) mais aussi aux imperfections de la lame mince (micro-bulles, petits arrachements, épaisseur irrégulière et/ou trop importante). De plus, chaque spéléothème est unique et la variété des formes cristallines est immense. L'expérience de l'observateur apparaît donc dans ce domaine comme un avantage décisif, en particulier lorsqu'il s'agit de distinguer des structures très voisines. Dans le cas du spéléothème Cou1, ses fabriques problématiques ont été soumises à la sagacité de 5 autres personnes, dont 4 étudient régulièrement les spéléothèmes (observation directe au microscope ou par le biais de photos numériques). Toutefois, ces observateurs avertis ont émis des avis divergents, confirmant la difficulté de lecture de cet échantillon. La confusion entre ces fabriques et celle de l'aragonite fibreuse semble donc aisée, en particulier au microscope optique. Cela est probablement le fait de leur rareté. En effet, la fabrique dendritique a été relativement peu décrite. Certains travaux concernent les formes de calcite dendritique se développant au niveau de sources d'eaux chaudes (Guo et Riding, 1992 ; Jones et Renaut, 1995). Les travaux les plus récents et les plus complets concernant la forme qui se développe en domaine karstique classique sont ceux de Borsato *et al.*, 2005 ; Frisia *et al.*, 2000 ; Frisia *et al.*, 2005 ; Jones et Kahle, 1993. Dans ce contexte, la calcite dendritique est constituée par des polycristaux buissonnants, résultant de l'empilement mal arrangé de cristallites rhomboédriques (Frisia *et al.*, 2000). De même, la fabrique colonnaire ouverte est très peu décrite dans la littérature (évoquée seulement dans Frisia *et al.*, 2005).

Cet exemple démontre la nécessité d'aborder la constitution des spéléothèmes par des méthodes variées, en particulier lorsque ces derniers présentent des fabriques peu communes et sont destinés aux études paléoenvironnementales.

4.2. Cadre chronologique de la croissance de Cou1 : le MIS 5d-5c

Cinq datations $^{230}\text{Th}/^{234}\text{U}$ par TIMS ont été réalisées sur Cou1, à la base, au sommet et à proximité des discontinuités (Figure 121). Les résultats sont présentés dans le Tableau 21 et dans la Figure 120.

Comme pour les autres spéléothèmes (*cf. supra* BDinf), une correction détritique a été appliquée avec l'hypothèse d'un rapport d'activité du $^{230}\text{Th}/^{232}\text{Th}$ de la fraction détritique égal à 0,63. On constate que cette correction a un impact plus important sur les âges calculés que pour les spéléothèmes précédents, les modifiant de 400 ans (échantillon C) à 1700 ans (échantillons A et E). Cela est probablement lié au fait que la calcite de Cou1 est moins pure que celle des autres spéléothèmes (pollutions détritiques) et par conséquent la proportion de ^{232}Th est plus importante. Cependant, dans tous les cas, les modifications induites par les corrections détritiques sont inférieures aux incertitudes, variant entre 2,3 et 4,9 ka, ce qui représente un pourcentage d'erreur sur l'âge à 2σ variant entre 2,3 % et 4,7 % (Tableau 21 ; Figure 120). Ces taux sont relativement élevés pour des datations $^{230}\text{Th}/^{234}\text{U}$ par TIMS en comparaison avec d'autres travaux réalisés sur des spéléothèmes. Cela peut être attribué à la grande pauvreté du spéléothème en uranium (entre 32 et 69 ppb de ^{238}U).

Les résultats montrent que la stalagmite Cou1 s'est formée en ~ 13 ka, entre 110 ± 4 ka et 97 ± 2 ka, soit au cours du MIS 5d à 5c. Les incertitudes étant assez importantes, il sera difficile de tracer une courbe de croissance fiable. Par ailleurs, la date de l'échantillon C est anormale (90,5 ka), clairement en-dehors de l'intervalle donné par les autres datations, et devra être rejetée (Figure 120).

Nom échantillon	Distance de la base (cm)	^{238}U (ppm)	Erreur à 2σ	$^{234}\text{U}/^{238}\text{U}$	Erreur à 2σ	$^{230}\text{Th}/^{232}\text{Th}$	Erreur à 2σ	$^{230}\text{Th}/^{234}\text{U}$	Erreur à 2σ	Âge non corrigé (années/2005)	+ erreur à 2σ	- erreur à 2σ	% erreur à 2σ	Âge corrigé (années/2005)
A	0,6	0,0510	0,0002	1,0641	0,0057	25,7	0,6	0,64916	0,01357	112185	4208	4040	3,8	110453
B	5,3	0,0317	0,0001	1,0798	0,0148	36,8	0,9	0,63359	0,01616	107282	4989	4728	4,7	106114
C	12,5	0,0421	0,0002	1,0586	0,0193	105,9	3,1	0,57030	0,01789	90909	4821	4566	5,3	90543
D	14,3	0,0616	0,0004	1,0799	0,0202	66,6	1,0	0,62708	0,01384	105448	4373	4146	4,2	104808
E	25,9	0,0691	0,0004	1,1059	0,0087	24,0	0,3	0,60463	0,00822	98880	2289	2232	2,4	97187

Tableau 21. Résultats des datations $^{230}\text{Th}/^{234}\text{U}$ par TIMS des échantillons de Cou1.

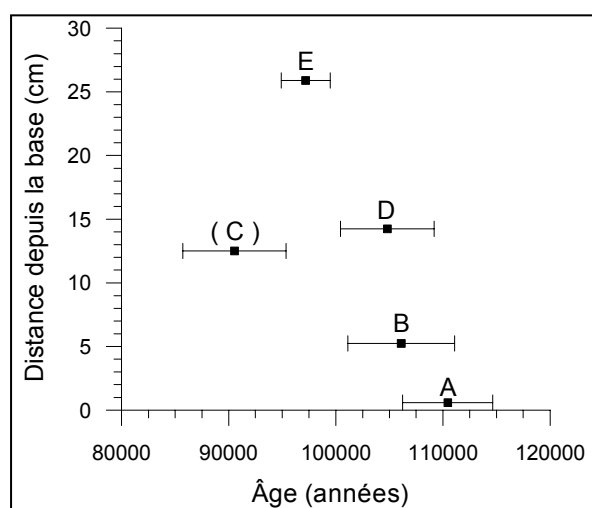


Figure 120. Âge des échantillons de Cou1 (datations $^{230}\text{Th}/^{234}\text{U}$ par TIMS) en fonction de leur distance depuis la base de la stalagmite. C est entre parenthèses car son âge est anormal.

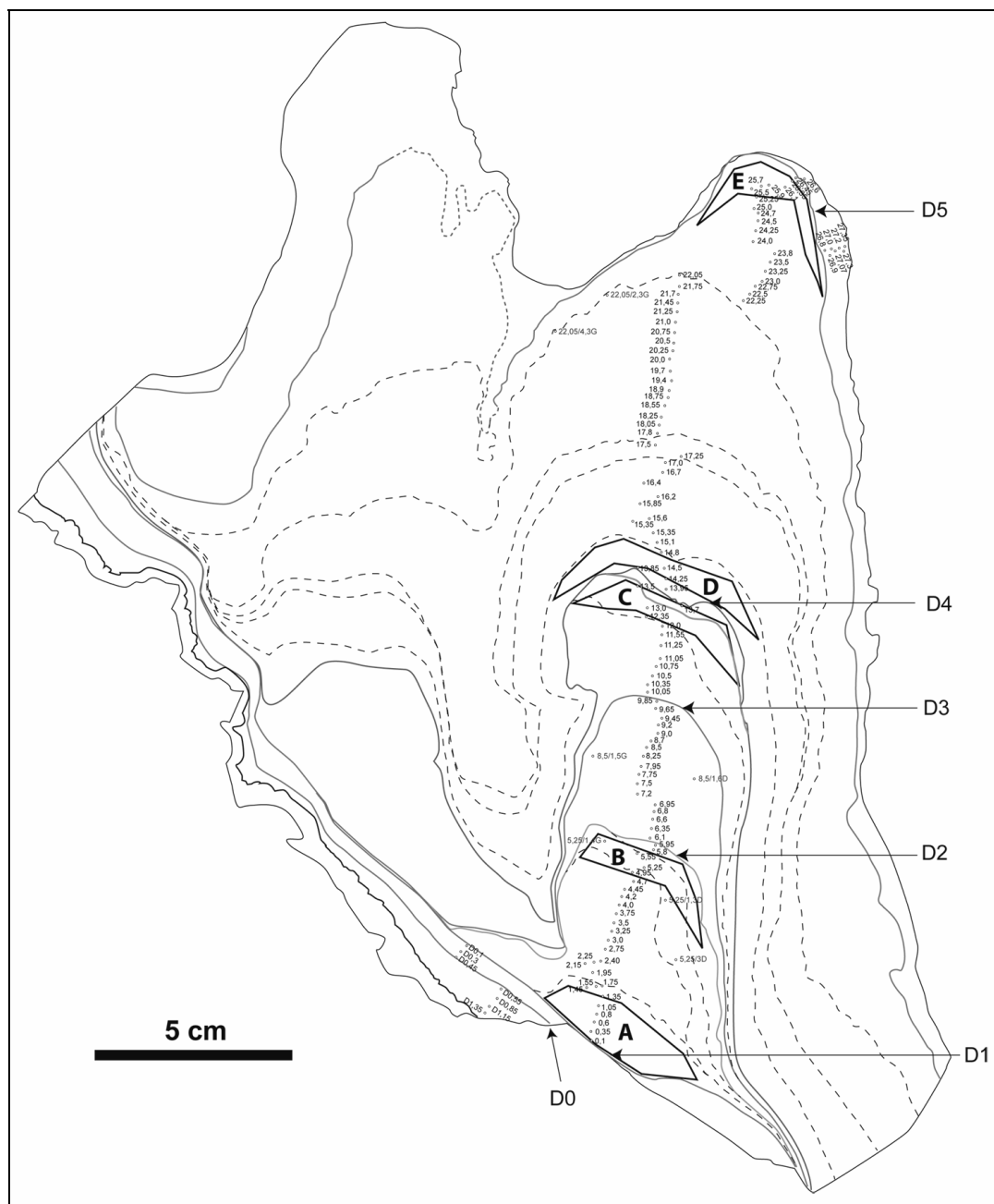


Figure 121. Schéma de la section polie de Cou1.

D0 à D5 : discontinuités de croissance. A à E : emplacements des échantillons pour les datations. Les points accompagnés d'un nombre correspondent à l'emplacement des échantillons pour le dosage des isotopes stables et à leur distance depuis la base de la stalagmite.

4.3. Dosage des isotopes stables de Cou1

4.3.1. Test de Hendy

Trois lamines ont été testées dans la stalagmite Cou1, à 5,25, 8,5 et 22,05 cm de la base. Les résultats sont irréguliers d'une lamine à l'autre (Figure 122).

Dans la première lamine, l'échantillon situé à ~1,5 cm à gauche de l'axe de croissance présente un $\delta^{13}\text{C}$ trop négatif. Cette anomalie ne peut pas s'expliquer par un processus naturel de fractionnement isotopique. Elle est donc vraisemblablement due à un problème d'échantillonnage, lié à la difficulté de suivre les lamines et à l'inclinaison de celles-ci,

inconnue sous la surface polie (*i.e.* lors du prélèvement, la mèche a pu traverser la lamine visée et de la calcite d'une lamine adjacente a pu être prélevée). Hormis cet échantillon, les amplitudes de variation du $\delta^{18}\text{O}$ et du $\delta^{13}\text{C}$ le long de cette lamine sont peu importantes, de l'ordre de 0,4 ‰ pour le $\delta^{13}\text{C}$ et de 0,1 ‰ pour le $\delta^{18}\text{O}$.

La deuxième lamine montre également des variations de faible amplitude, de l'ordre de 0,4 ‰ pour le $\delta^{13}\text{C}$ et de 0,3 ‰ pour le $\delta^{18}\text{O}$, mais les valeurs covarient, dans le sens d'un léger enrichissement vers les côtés. Ces caractéristiques pourraient refléter l'influence de l'évaporation sur le fractionnement isotopique.

La troisième lamine montre un net enrichissement en $\delta^{13}\text{C}$ en s'éloignant de l'axe de croissance ($\sim +1,0$ ‰) tandis que le $\delta^{18}\text{O}$ reste stable (+0,1 ‰). D'après ce résultat, il semble que les processus cinétiques aient influencé le fractionnement sans que l'évaporation ne joue de rôle sensible dans les rapports isotopiques.

Sur la base de ces résultats hétérogènes, il est vraisemblable que la précipitation n'ait pas eu lieu dans des conditions d'équilibre isotopique mais il est difficile de préciser quels processus ont préférentiellement influencé le fractionnement.

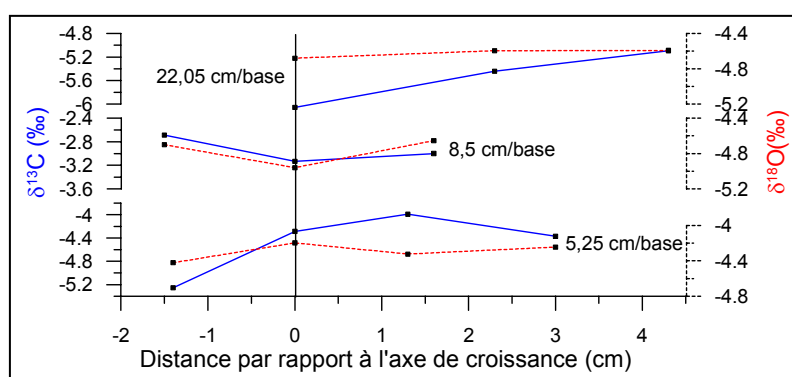
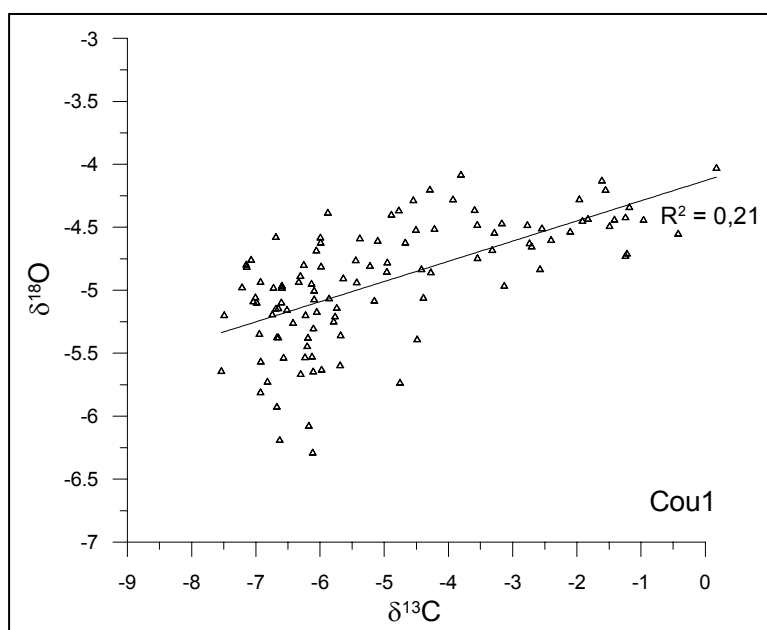


Figure 122. Test de Hendy sur Cou1.

Evolution des rapports isotopiques le long de différentes lamines. Ce test vise à évaluer les conditions de fractionnement isotopique lors de la précipitation de Cou1.

4.3.2. Le signal isotopique de l'oxygène et du carbone enregistré au cours de la croissance de Cou1

Les valeurs du $\delta^{13}\text{C}$ varient entre 0,3 ‰ et -7,8 ‰ et celles du $\delta^{18}\text{O}$ entre -3,5 ‰ et -6,3 ‰ (Figure 123). On remarque que les valeurs du $\delta^{13}\text{C}$ dans Cou1 sont beaucoup plus positives que dans les autres spéléothèmes.



Par ailleurs, l'amplitude de variation du $\delta^{13}\text{C}$ est beaucoup plus importante que pour les autres spéléothèmes et celle du $\delta^{18}\text{O}$ est un peu plus importante seulement. Ces valeurs de $\delta^{13}\text{C}$ et de $\delta^{18}\text{O}$ covarient légèrement ($R^2 = 0,21$)

Figure 123. Diagramme $\delta^{13}\text{C}$ - $\delta^{18}\text{O}$ des dosages de Cou1.

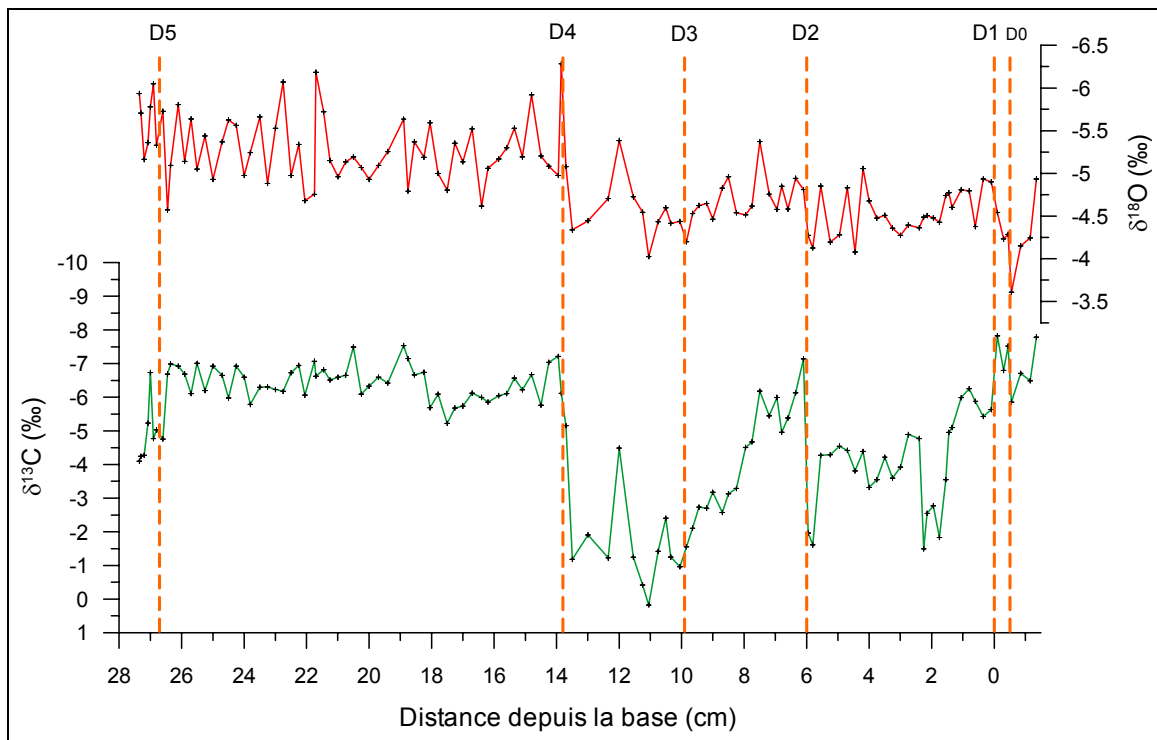


Figure 124. Variations des rapports isotopiques de l'oxygène et du carbone enregistrées au cours de la croissance de Cou1.

Les lignes verticales représentent les discontinuités de croissance. D1 sépare la stalagmite Cou1 du plancher à sa base, dans lequel une autre discontinuité est présente (D0).

Le signal isotopique de l'oxygène et du carbone enregistré au cours de la croissance de Cou1 montre deux parties distinctes de part et d'autre de la quatrième discontinuité de la stalagmite (D4) :

- le signal du $\delta^{18}\text{O}$ est plus positif sous cette discontinuité qu'au-dessus ;
- le signal du $\delta^{13}\text{C}$ est également plus positif, en moyenne, sous la discontinuité D4 mais surtout il présente des fluctuations abruptes dans cette partie qui contrastent avec un signal plutôt stable dans la partie supérieure.

Le $\delta^{13}\text{C}$ montre un premier pic positif abrupt ($\sim +3,5$ ‰) vers 2 cm, entre les deux premières discontinuités de la stalagmite. Un deuxième pic positif abrupt, très court, apparaît juste avant la deuxième discontinuité, à ~ 6 cm. Cette dernière est suivie par un pic négatif plus durable (pendant ~ 2 cm). Entre les discontinuités D2 et D3, les valeurs s'enrichissent progressivement et D3 ne semble pas avoir d'impact direct sur cette tendance. Entre D3 et D4, les valeurs restent très positives (autour de $-1,2$ ‰ en moyenne, il s'agit des valeurs les plus positives de l'enregistrement) seulement interrompues par un point dont le $\delta^{13}\text{C}$ est plus négatif (à 12 cm). Juste avant D4, le $\delta^{13}\text{C}$ s'appauvrit brusquement (-4 ‰).

Suite à la discontinuité D4, l'amplitude de variation du signal du $\delta^{13}\text{C}$ n'est plus que de $2,8$ ‰. Entre 14 et 17,4 cm, le signal montre une légère tendance à l'enrichissement, suivie d'un allègement entre 17,4 et 19 cm. Jusqu'à D5, la tendance globale est relativement stable malgré une série de petites fluctuations. Une très légère tendance à l'enrichissement est peut être présente entre 17,4 et 22,8 cm (amplitude de $1,8$ ‰ entre ces deux points).

Les dosages des échantillons prélevés après D5 ou avant D1 sont sujets à caution. En effet, aucune date n'est disponible pour ces parties et il n'est donc pas certain que leur précipitation se soit produite en continuité avec le reste de Cou1 (bien que cela soit

probable). La calcite située sous D1 s'est déposée sous forme de plancher, c'est à dire sous un film d'eau qui avait déjà parcouru une distance inconnue. De plus, ce plancher est très mince, riche en particules détritiques et comporte une discontinuité majeure (D0). Il est donc difficile de savoir à quoi se rapportent véritablement les rapports isotopiques mesurés ici.

De même, la calcite déposée après D5 n'est pas datée et s'est développée latéralement au sommet de la stalagmite. Cette position est assez étonnante pour une précipitation sous de l'eau d'égouttement. D'autres processus de précipitation pourraient être envisagés (eau de condensation, bactéries, *splash*, etc. ?). Cette partie est également riche en particules détritiques et montre en lame mince une fabrique dendritique en lentilles partiellement recristallisée (Figure 115). Tous ces éléments incitent donc à la prudence quant à l'interprétation de ses dosages. Par la suite, les échantillons de ces deux parties problématiques seront donc retirés de la discussion.

5. Tableaux de synthèse

Tableau 22. Fiches synthétiques résumant les caractéristiques principales de chaque spéléothème.

BDinf		
Morphologie	<p>Stalagmite large ($l \cdot h = 28 \cdot 40$ cm) développée dans un plancher stalagmitique syngénétique.</p> <p>Forme d'abord conique puis cylindrique (de part et d'autre de D2).</p> <p>Sommet érodé sur 2 à 5 cm et émoussé.</p>	
Discontinuités	<p>Trois discontinuités de croissance à 3, 35 et 51 cm de la base : très fines, ne contiennent que très peu de détritiques, non associées à de l'érosion.</p> <p>Deux sont suivies par un changement d'axe de croissance.</p>	
Texture	<p>Calcite compacte colonnaire allongée.</p> <p>Teinte variable : brun clair translucide à laiteuse en fonction de la densité de la microporosité.</p>	
Âge	<p>127 ± 3 à 117 ± 3 ka (MIS 5e).</p>	
Test de Hendy	<p>Des fluctuations mineures (problèmes analytiques, d'échantillonnage, ou fractionnements cinétiques/évaporation ?) => précipitation près de l'équilibre isotopique.</p>	
Caractéristiques majeures du signal isotopique	<p>Légère covariation positive entre les valeurs de $\delta^{18}\text{O}$ et de $\delta^{13}\text{C}$.</p> <p>$\delta^{18}\text{O}$: entre -4,3 ‰ et -5,7 ‰. $\delta^{13}\text{C}$: entre -9,4 ‰ et -12,6 ‰.</p> <p>Trois périodes aux rapports isotopiques plus négatifs (dont deux principales entre D1 et D2) alternent avec quatre périodes aux rapports isotopiques plus positifs (dont la plus marquée et abrupte est la première, avant D1 ; la plus durable est la deuxième).</p> <p>D1 est seulement suivie par un fort et abrupt allègement isotopique, tandis que D2 et D3 sont d'abord précédées par un enrichissement puis suivies par un allègement isotopique abrupt (<i>i.e.</i> retour à l'état initial).</p>	

BDsup		
Morphologie	<p>Intermédiaire entre plancher et stalagmite (l*h = 20* 21,5 cm).</p> <p>Succession de décalages rapides de l'axe de croissance, séparés par une seule lamine ⇔ décalages probablement en moins d'un an. Sommet érodé sur ~2 cm et émoussé.</p>	
Discontinuités	<p>Pas de discontinuité de croissance majeure ; seulement des stades d'arrêt de croissance saisonniers (probablement) sur les parties latérales, visibles en lame mince (à l'œil nu, peuvent être confondus avec des lamines blanches).</p>	
Texture	<p>Calcite compacte colonnaire. Teinte laiteuse, plus ou moins translucide. Fine lamination (alternances lamines sombres/clairées probablement annuelles).</p>	
Âge	<p>Autour de $78 \pm 2,5$ ka (MIS 5a) ; vraisemblablement formé en quelques centaines d'années.</p>	
Test de Hendy	<p>Des fluctuations négligeables => précipitation près de l'équilibre isotopique.</p>	
Caractéristiques majeures du signal isotopique	<p>Très légère covariation positive entre les valeurs de $\delta^{18}\text{O}$ et de $\delta^{13}\text{C}$.</p> <p>$\delta^{18}\text{O}$: entre -3,75 ‰ et -5,0 ‰. $\delta^{13}\text{C}$: entre -9,1 ‰ et -10,6 ‰.</p> <p>Tendance globale vers des valeurs plus négatives des rapports isotopiques environ jusqu'au milieu de l'enregistrement puis tendance vers des valeurs plus positives.</p> <p>Les fluctuations du signal du $\delta^{18}\text{O}$ sont en dent de scie : allègements abrupts et rapides puis enrichissements progressifs interrompus par un événement positif abrupt.</p> <p>Les fluctuations du signal du $\delta^{13}\text{C}$ sont plus progressives, dans les deux sens.</p>	

Cou2		
Morphologie	Stalagmite en forme de chandelle (1*h = 6*20 cm), développée sur un bloc.	
Discontinuités	<ul style="list-style-type: none"> - la principale (D1), à 3 cm de la base, n'est pas associée à de l'érosion ni à une interruption de croissance : discontinuité de texture. - la deuxième (D2), quelques millimètres avant l'arrêt de croissance de Cou2, est associée à un hiatus (légère érosion et altération ; dépôt de particules détritiques) : discontinuité de texture et de croissance. 	
Texture	<p>Sous D1, calcite compacte colonnaire, brun clair, translucide (DCC).</p> <p>Entre D1 et D2, calcite laminée poreuse de fabrication colonnaire ouverte (variations de faciès cristallin en fonction de la porosité) ; lamination nette (alternances de lamines probablement annuelles) ; teinte blanche à laiteuse (WPC).</p> <p>Après D2, calcite compacte colonnaire, brun clair, translucide (DCC).</p>	
Âge	<p>Autour de $80 \pm 2,5$ ka pour la partie à WPC (vraisemblablement formée en quelques centaines d'années ; MIS 5a).</p> <p>Une date à 93 ± 5 ka pour la partie basale à DCC mais non fiable.</p>	
Test de Hendy	<p>Précipitation hors des conditions d'équilibre pour la partie basale à DCC.</p> <p>Dans la partie à WPC, le $\delta^{13}\text{C}$ s'enrichit vers les côtés de Cou2 mais le $\delta^{18}\text{O}$ reste ~stable : précipitation probablement sous l'influence de processus cinétiques mais pas/peu d'évaporation.</p>	
Caractéristiques majeures du signal isotopique	<p>Pas de covariation entre les valeurs de $\delta^{18}\text{O}$ et de $\delta^{13}\text{C}$.</p> <p>DCC basale : $\delta^{18}\text{O}$ entre -5,5 ‰ et -6,5 ‰ ; $\delta^{13}\text{C}$ entre -4,9 ‰ et -8,1 ‰.</p> <p>WPC : $\delta^{18}\text{O}$ entre -4,3 ‰ et -6,7 ‰ ; $\delta^{13}\text{C}$ entre -7,2 ‰ et -9,7 ‰.</p> <p>Signal du $\delta^{18}\text{O}$: stable dans la DCC ; plusieurs fluctuations abruptes de grande amplitude dans la WPC.</p> <p>Signal du $\delta^{13}\text{C}$: allègement fort mais progressif dans la DCC. Plusieurs fluctuations de plus faible amplitude dans la WPC ; les deux premières sont en dent de scie : allègement rapide/enrichissement progressif.</p>	

Cou1		
Morphologie	<p>Stalagmite en chandelle (l*h = 10*24 cm) accolée à une autre, coalescente.</p> <p>Incluse dans un plancher stalagmitique syngénétique.</p> <p>Croissance sur un substrat très incliné.</p>	
Discontinuités de croissance principales	<p>Six discontinuités de croissance, non associées à de l'érosion mais soulignées par des particules détritiques.</p> <p>La seconde (D1) sépare la stalagmite d'un plancher basal.</p>	
Texture	<p>Macroscopiquement : calcite blanche poreuse, à lamination souvent interrompue par des petits secteurs crayeux (friables, non laminés, poreux), plus étendus dans la moitié inférieure (sous D4).</p> <p>Microscopiquement : calcite dendritique (= secteurs crayeux ; dominante dans la moitié inférieure) et calcite colonnaire ouverte (= zones laminées ; dominante dans la moitié supérieure) + différents faciès de transition entre ces deux fabriques-types.</p> <p>Localement : niveaux colonnaires compacts (en particulier après chaque discontinuité) ; lentilles dendritiques à fines parois compactes (microsparite ; au sommet de Cou1, avant et après D5) ; calcite en mosaïque de recristallisation (après D5).</p>	
Âge	<p>110 ± 4 à 97 ± 2 ka (MIS 5d-5c).</p>	
Test de Hendy	<p>Résultats hétérogènes mais la précipitation a très probablement été influencée par des processus cinétiques et/ou de l'évaporation.</p>	
Caractéristiques majeures du signal isotopique	<p>Légère covariation entre les valeurs de $\delta^{18}\text{O}$ et de $\delta^{13}\text{C}$.</p> <p>Les tendances des signaux isotopiques changent de part et d'autre de D4 (sépare la moitié inférieure du spéléothème, Cou1inf, de la moitié supérieure, Cou1sup) :</p> <ul style="list-style-type: none"> - Cou1inf : $\delta^{13}\text{C}$ entre 0,2 ‰ et -7,1 ‰ ; $\delta^{18}\text{O}$ entre -4,0 ‰ et -5,4 ‰. - Cou1sup : $\delta^{13}\text{C}$ entre -4,7 ‰ et -7,5 ‰ ; $\delta^{18}\text{O}$ entre -4,6 ‰ et -6,3 ‰. - Signal plus négatif, en moyenne, pour les deux isotopes, après D4 ; - $\delta^{13}\text{C}$ beaucoup plus instable avant D4 qu'après (4 pics positifs de forte amplitude). <p>$\delta^{13}\text{C}$: beaucoup plus positif que dans les autres spéléothèmes et amplitude de variation plus importante.</p> <p>Deux discontinuités (D2 et D4) sont précédées par des valeurs très positives du $\delta^{13}\text{C}$ et suivies par un fort allègement.</p>	

Discussion

Discussion

I. Analyse des spéléothèmes de l'OIS 5 des grottes Bourgeois-Delaunay, Coudoulous 1 et Coudoulous 2

1. *Préambule*

Les spéléothèmes faisant l'objet de cette étude se sont développés en entrée de grotte, en alternance avec des remplissages détritiques et des occupations préhistoriques. En tant qu'objets d'étude du signal isotopique à des fins paléoclimatiques, ces spéléothèmes ne présentent donc pas les caractéristiques idéales : ils contiennent des discontinuités de croissance, quelques pollutions détritiques et leur précipitation ne s'est pas toujours réalisée près des conditions d'équilibre isotopique. Afin d'interpréter correctement leur enregistrement isotopique, il sera donc nécessaire de prendre en considération autant de paramètres que possible pouvant renseigner sur les spécificités de chaque spéléothème et sur la signification des variations des rapports isotopiques au cours de leur croissance.

Ainsi, ce chapitre de la « Discussion » présentera d'abord un bref rappel de la signification théoriquement associée aux variations des isotopes stables dans des spéléothèmes endokarstiques développés dans des conditions proches de l'équilibre isotopique (*cf.* chapitre Etat des connaissances), puis celle plus particulièrement adaptée aux spéléothèmes de la région grâce aux études réalisées dans la grotte de Villars (Dordogne). C'est cette dernière approche qui sera retenue comme référence (pour les spéléothèmes formés dans des conditions proches de l'équilibre isotopique).

Une fois posé le mode d'interprétation de référence du signal isotopique, les spéléothèmes seront analysés individuellement de manière approfondie. Tous les éléments pouvant renseigner sur leurs conditions de croissance seront pris en considération (contexte géomorphologique et hydrologique, structure, texture, taux de croissance, conditions isotopiques de précipitation) et on s'intéressera à leurs relations avec les isotopes stables. Cette approche globale permettra de proposer une interprétation paléoenvironnementale du signal isotopique adaptée à chaque spéléothème.

Enfin, les données fournies par les spéléothèmes seront comparées (enregistrement isotopique, texture, période de croissance, conditions de précipitation) de manière à mieux cerner les paramètres qui contrôlent la précipitation et l'enregistrement isotopique de chacun. Cette dernière étape permettra de préciser la signification paléoenvironnementale des signaux isotopiques de ces spéléothèmes avant, dans les chapitres suivants, d'élargir la discussion, à d'autres archives climatiques et aux séquences archéologiques.

2. Signification du signal isotopique des spéléothèmes

Le $\delta^{18}\text{O}$ de la calcite des spéléothèmes dépend, d'une part, de la température de précipitation de la calcite (-0,24 ‰/°C d'après Kim et O'Neil, 1997 ; O'Neil *et al.*, 1969) qui reflète la température moyenne annuelle de surface et, d'autre part, du $\delta^{18}\text{O}$ de l'eau d'infiltration. Ce dernier est généralement égal au $\delta^{18}\text{O}$ moyen annuel des pluies au-dessus de la grotte (pondéré par la quantité d'eau ou éventuellement corrigé par un effet d'évapotranspiration) qui est lui-même lié (Dansgaard, 1954) : 1) à la distance entre la source d'évaporation (océan) et la grotte étudiée ; 2) aux variations de $\delta^{18}\text{O}$ de la source (pour l'océan, le $\delta^{18}\text{O}$ varie de 1 à 2 ‰ entre période glaciaire et interglaciaire) ; 3) à la température de condensation des nuages ; 4) à la pluviométrie (effet de masse : plus la quantité de pluie augmente et plus le $\delta^{18}\text{O}$ des pluies et donc de la calcite, diminuent). Jusqu'à présent, l'interprétation des variations du $\delta^{18}\text{O}$ de la calcite est essentiellement associée aux variations du $\delta^{18}\text{O}$ de l'eau de pluie. L'effet dominant reconnu dans la variation du $\delta^{18}\text{O}$ de l'eau de pluie est essentiellement l'effet de masse, comme à Soreq cave (Bar-Matthews *et al.*, 2003) ou en Asie du sud-est (Wang *et al.*, 2001 ; Yuan *et al.*, 2004). Le seul exemple où cela n'est pas le cas est celui d'un spéléothème d'altitude en Autriche où le $\delta^{18}\text{O}$ semble varier principalement en fonction de la température de surface (Spötl et Mangini, 2002).

Quant au $\delta^{13}\text{C}$, il peut refléter le type de plantes présentes au-dessus de la cavité (proportion de plantes C3 ou C4 : Amundson *et al.*, 1997 ; Dorale *et al.*, 1992) et/ou la productivité de CO_2 du sol (*e.g.* Gascoyne, 1992 ; Hellstrom *et al.*, 1998). Il n'y a aucun indice de la présence à l'état naturel de plantes de type C4 en Europe de l'ouest. Cette première possibilité est donc à écarter pour les spéléothèmes étudiés ici. Dans la région, des travaux antérieurs sur les spéléothèmes ont permis d'établir que des valeurs de $\delta^{13}\text{C}$ plus positives étaient liées à des conditions de péjoration climatique. Elles se traduisent par plusieurs phénomènes dont le principal pour le $\delta^{13}\text{C}$ est probablement une diminution de la production de CO_2 biogénique du sol (Genty *et al.*, 2003 ; Genty *et al.*, 2005b ; Genty *et al.*, 1994b). Celle-ci peut être due à divers facteurs, plus ou moins liés, tels que le ralentissement de l'activité des micro-organismes du sol, la diminution de la respiration racinaire, la diminution de l'activité photosynthétique de la végétation, la détérioration de l'horizon organique du sol, une sécheresse/inondation, une baisse de température, etc. D'autres facteurs peuvent aussi intervenir, dans le même sens, sur les valeurs en $\delta^{13}\text{C}$: 1) en particulier en période sèche ou de faibles écoulements, la « *prior calcite precipitation* » (*i.e.* de la calcite précipite dans des vides de la zone non saturée avant d'atteindre la grotte ; Baker *et al.*, 1997b) due à un dégazage dans la zone non saturée du karst va entraîner un enrichissement en ^{13}C des eaux qui vont parvenir dans la grotte et alimenter la croissance du spéléothème ; 2) au contraire, en période très humide, un temps de résidence trop court dans le sol au-dessus de la cavité ne permettra pas à l'eau de s'équilibrer avec le CO_2 du sol. Il restera une composante de CO_2 atmosphérique dans l'eau de percolation et les valeurs de $\delta^{13}\text{C}$ seront donc enrichies.

La grotte de Villars n'est distante que d'une quarantaine de kilomètres à vol d'oiseau de la grotte Bourgeois-Delaunay et d'une centaine de Coudoulous. Des travaux sur les spéléothèmes de Villars ont permis de bien comprendre le sens des variations des isotopes stables : lorsque le climat s'améliore (période interglaciaire, événements de Dansgaard-Oeschger, Bølling-Allerød), le $\delta^{18}\text{O}$ et le $\delta^{13}\text{C}$ de la calcite diminuent fortement. Inversement, en période de dégradation climatique (période glaciaire, événements de Heinrich, Younger Dryas), le $\delta^{13}\text{C}$ et le $\delta^{18}\text{O}$ augmentent (Genty *et al.*, 2003 ; Genty *et al.*, 2005b).

La végétation et le sol surmontant les grottes de Villars et de Bourgeois-Delaunay sont très semblables (forêt de feuillus tempérés, dominée par les chênes et les charmes). De plus, elles sont creusées dans la même formation géologique (calcaires bajociens) et la température moyenne annuelle est très proche (entre ~ 11 et $\sim 12^{\circ}\text{C}$). La cavité de Bourgeois-Delaunay s'ouvre vers l'Est, à 100 m au-dessus du niveau de la mer, sur un large vallon tandis que celle de Villars s'ouvre sur le versant nord-ouest d'un massif, à 170 m d'altitude. Le contexte est un peu différent à Coudoulous, où le sol est plus mince, de type rendzine (rendosol), et la végétation moins dense, plus arbustive, avec une cohabitation de chênes, de buis et de résineux. La formation géologique diffère (calcaires micritiques et oolithiques callovo-oxfordiens) et la température moyenne annuelle est peut-être légèrement plus élevée (du fait de l'orientation vers l'Ouest et de la situation au toit d'un causse).

3. Analyse individuelle approfondie des spéléothèmes

3.1. BDinf

3.1.1. Construction du modèle d'âge

➤ Méthode employée :

Avant toute chose, le modèle d'âge du spéléothème doit être construit de sorte à pouvoir calculer des taux de croissance et caler dans le temps l'enregistrement isotopique. Théoriquement, un modèle d'âge se construit par interpolation linéaire entre des points datés. Parce que la structure de cette stalagmite est relativement complexe (discontinuités, changements d'axe de croissance), il est préférable de disposer d'un grand nombre de datations. Cependant, plusieurs datations parmi celles réalisées ont donné des résultats anormaux (*e.g.* G1) ou contradictoires (*i.e.* deux ensembles de dates inconciliables dans la moitié supérieure de la stalagmite ; *cf.* chapitre « Résultats »). Pour établir une courbe de croissance cohérente à travers ces datations, il est donc nécessaire de sélectionner les points qui semblent les plus pertinents et de prendre en compte les marges d'incertitudes à 2σ . Ces points pourront correspondre soit à des points datés, soit à des points de construction dont l'âge et l'emplacement sont donnés par l'interpolation entre deux datations proches.

Sur certains segments du spéléothème, de multiples possibilités se présentent au vu des datations disponibles parce que les marges d'incertitudes sont assez importantes. Différents indices concernant la fiabilité de la datation ou la vitesse de croissance du spéléothème sont donc recherchés. Finalement, l'hypothèse de modèle d'âge retenue sera basée sur le meilleur compromis entre ces paramètres : 1) la prise en compte d'un maximum de datations ; 2) la fiabilité des datations retenues ; 3) la cohérence entre taux de croissance et pétrographie.

➤ Sélection des points datés :

Les échantillons A1 et A2 ont été prélevés au même endroit, à la base de la stalagmite, sous la discontinuité basale D1 (Figure 125). Ils donnent des âges sensiblement équivalents, dans l'intervalle d'incertitudes (Tableau 23). Cependant, pour établir le modèle d'âge, il ne faut qu'une seule date pour un niveau donné. Ici, les paramètres chimiques et isotopiques des deux datations s'équilibrent assez bien (*cf.* « Résultats ») et il n'y a pas de raison évidente de délaisser l'une des ces dates au profit de l'autre. Aussi, pour le modèle d'âge, un point moyen entre A1 et A2 daté de 126,7 ka sera retenu (Tableau 24 ; Figure 126).

La date B ne pose pas de problème particulier, elle s'intègre parfaitement à la courbe de croissance moyenne que l'on pourrait tracer au travers de l'ensemble des datations (Figure 126).

Au niveau des dates C et D en revanche, il existe une légère inversion de l'âge médian, qui pourrait être traitée de la même manière que pour A et B, en retenant le point moyen. Toutefois, on constate que l'utilisation de ce point moyen donnerait à la courbe de croissance une pente très proche de celle entre ce point et le point E (Figure 126). Or, les textures sont très différentes entre ces deux segments (*cf.* « Résultats », Figure 46 ; Figure 125) : la calcite est laiteuse plus ou moins poreuse entre B et D tandis qu'elle est sombre compacte entre D et E. Généralement, l'importance de la porosité intercrystalline au niveau des lamines saisonnières dépend de la vitesse de précipitation : plus la calcite est poreuse (*i.e.* blanche à l'œil nu), plus la précipitation est rapide. Ainsi, le segment entre B et D devrait présenter un taux de croissance plus élevé que celui entre D et E. Pour cette raison, entre les âges de C et D, celui de D sera retenu, puisqu'il est plus ancien pour un point situé plus loin de la base (Tableau 24 ; Figure 126).

Deux datations ont été réalisées à partir de l'échantillon E et ont donné deux âges quasiment identiques, en bonne cohérence avec les âges précédents et avec la courbe de croissance moyenne globale. L'âge moyen de E1 et E2 sera donc conservé (Tableau 24 ; Figure 126).

Ensuite, le choix des points datés devient plus compliqué car deux ensembles de dates se dégagent de façon anormale d'après la stratigraphie de BDinf : les dates de F, G2, M et H2 d'une part et les dates de L, H1, I, J et K d'autre part (cf. « Résultats », Figure 64). Parce que la raison de cette distribution est inconnue, il semble plus raisonnable de considérer que la courbe de croissance réelle se situe quelque part entre ces deux ensembles, plutôt que d'en choisir un au détriment de l'autre.

Dans cette approche globale de toutes les datations restantes, M, G2 et H2 sont les plus problématiques. En effet, la prise en compte de leurs âges plus récents impliquerait, d'une part, l'exclusion de datations donnant des âges plus anciens telles que L et H1 et, d'autre part, pour pouvoir considérer les datations I, J et K, des taux de croissance extrêmement rapides en contradiction avec la texture du spéléothème dans cette partie (globalement compacte). Ces trois datations seront donc exclues.

Les âges médians de F et L ne peuvent pas non plus être utilisés pour la construction du modèle d'âge : celui de F est trop récent tandis que celui de L est trop ancien. Cependant, leurs marges d'incertitudes à 2σ se recouvrent et la courbe de croissance doit passer entre ces deux dates. On pourrait utiliser un point de construction moyen, situé à égale distance entre eux. Mais il paraît plus opportun de nuancer ici encore le choix des points de construction du modèle d'âge à l'aide des caractéristiques de la section polie de BDinf (Figure 125). Ainsi, le point F se situe juste avant la discontinuité D2, à la fin d'un segment de BDinf de texture sombre poreuse. Suite à cette discontinuité, la texture est sombre compacte, pratiquement jusqu'à L. Cette discontinuité pourrait donc bien être suivie par un léger ralentissement de la vitesse de précipitation. Aussi, de façon à respecter, au moins de manière relative, le léger changement de taux de croissance de part et d'autre du point F, on choisit d'attribuer à F un âge égal à son âge médian plus l'incertitude à 2σ et à L un âge égal à son âge médian moins l'incertitude à 2σ (Tableau 24 ; Figure 126).

Ensuite, l'âge médian de H1 est un peu trop vieux par rapport à la courbe de croissance construite jusqu'ici et par rapport aux points suivants (Figure 126). De plus, l'écart entre les âges médians de H1 et I semble trop important au vu de la qualité de la discontinuité qui les sépare (il s'agit de D3, la moins marquée ; elle correspond visiblement à un changement du point d'alimentation principal mais il est peu vraisemblable qu'elle se soit accompagnée d'un arrêt de précipitation durable). Le point H1 ne sera donc pas utilisé pour construire le modèle d'âge, même s'il recouvre vraisemblablement par ses incertitudes la courbe de croissance de BDinf.

Les trois âges restants, I, J et K, sont très proches. J et K présentent une petite inversion de leur âge médian (116,7 et 117,5 ka respectivement ; Tableau 23). Au niveau de la section polie de BDinf, rien n'indique un changement du taux de croissance au cours de cette dernière phase de précipitation (Figure 125) : les trois échantillons se situent dans le même type de texture, sombre compacte, identique à la texture précédant la discontinuité D3. Aussi, il paraît plus objectif d'utiliser une courbe de croissance à pente constante depuis le point de construction de L, à travers les dates de H1, I, J et K. Le dernier point de construction sera donc le point moyen entre J et K. Il permet de prendre en compte ces deux âges médians en légère inversion tout en faisant passer la courbe de croissance quasiment par l'âge médian de I (Tableau 24 ; Figure 126).

Le choix du modèle d'âge argumenté ici est discutable. De nombreuses autres hypothèses pouvaient être envisagées mais elles présentaient toutes davantage d'incertitudes (*i.e.* elles excluent plus de datations et/ou se corrélaient moins bien avec la stratigraphie et la texture de BDinf).

Nom échantillon	Distance de la base	+ erreur à 2σ	- erreur à 2σ	Âge corrigé (années/2005)
A1	1,55	2949	2900	126377
A2	1,55	3143	3087	127095
B	2,75	3276	3215	126276
C	11	2771	2727	123726
D	13	2879	2832	124636
E1	20	2805	2759	121825
E2	20	2963	2914	121888
M	27,95	2744	2701	116408
F	33,8	2698	2657	118074
G2	34,7	2625	2587	116435
L	44,9	2822	2727	122029
H1	49,5	2732	2690	120782
H2	49,5	3166	2987	113293
I	50	2752	2708	118567
J	54,5	2772	2728	116728
K	56,9	3006	2943	117524

Tableau 23. Rappel des résultats des datations de BDinf.

La datation de G1 a été exclue car anormale (cf. chapitre « Résultats »).

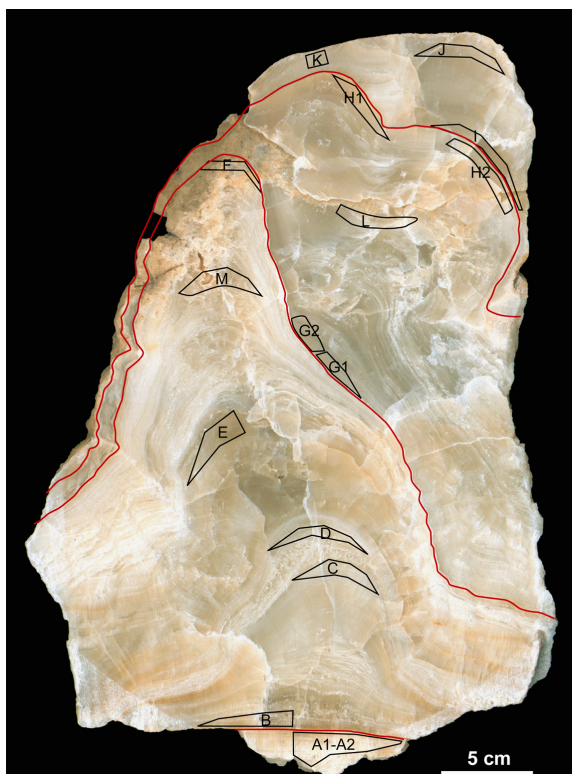


Figure 125. Section polie de BDinf et emplacement des datations.

Point de construction	A1-A2	B	D	E1-E2	F+2σ err	L-2σ err	J-K
Distance à la base (cm)	1,55	2,75	13	20	33,8	44,9	55,7
Âge (années)	126736	126276	124636	121857	120772	119302	117126

Tableau 24. Points de contrôle retenus pour l'établissement du modèle d'âge de BDinf.

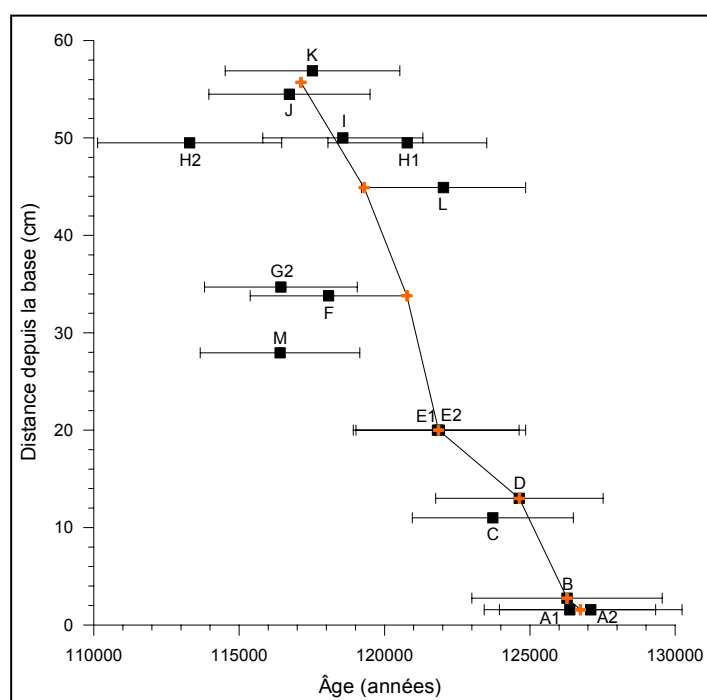


Figure 126. Datations $^{230}\text{Th}/^{234}\text{U}$ par TIMS de BDinf et courbe de croissance établie sur la base d'une sélection de points de construction.

La datation G1 n'est pas représentée car elle était anormale et a été rejetée (cf. « Résultats »). Les croix orange représentent les points de construction sélectionnés, présentés dans le [Tableau 24](#).

3.1.2. Relations entre texture, rapports isotopiques et vitesse de croissance

La texture de la calcite à l'emplacement de chaque prélèvement pour les dosages des isotopes stables a été relevée tout au long de l'axe de croissance de BDinf. La [Figure 127](#) et la [Figure 128](#) représentent le nombre d'échantillons présentant l'une des quatre textures traversées par valeur de $\delta^{13}\text{C}$ et de $\delta^{18}\text{O}$ (par classe de 0,05 ‰).

On observe une certaine gradation des textures en fonction des rapports isotopiques associés : depuis les valeurs de $\delta^{13}\text{C}$ et de $\delta^{18}\text{O}$ les plus positives vers les plus négatives, on rencontre préférentiellement d'abord la calcite sombre compacte, puis la calcite sombre poreuse, puis la laiteuse compacte et enfin la laiteuse poreuse. Cette dernière texture semble plus ubiquiste que les autres puisqu'on la trouve également associée à des valeurs plus positives. En réalité, si on regarde plus particulièrement quels sont les échantillons de texture laiteuse poreuse dont les valeurs de $\delta^{13}\text{C}$ et de $\delta^{18}\text{O}$ sont trop positives par rapport à ce que la répartition générale des textures laisse attendre, on s'aperçoit qu'ils proviennent du fragment basal de BDinf, sous la première discontinuité D1 (8 échantillons désignés par une flèche noire dans la [Figure 127](#) et la [Figure 128](#)). Or, celui-ci présente au moins deux caractères qui permettent de penser qu'il a précipité sous forme de plancher et non de stalagmite (cf. « Résultats ») : 1) une texture laiteuse poreuse associée à une structure à mini-gours similaire à celle décrite dans les parties latérales de BDinf ; 2) les lamines ne montrent pas de convexité évoquant la forme d'une stalagmite. Ainsi, les isotopes semblent confirmer cette différence de mode de précipitation entre le fragment basal, sous D1, et le reste de BDinf. En effet, à tous autres paramètres identiques, une calcite précipitée sous forme de plancher peut être enrichie isotopiquement par rapport à la calcite précipitée dans l'axe de croissance d'une stalagmite, du fait de l'enrichissement progressif du film d'eau qui alimente le plancher au cours de son cheminement depuis sa source, par précipitation de calcite et éventuellement par évaporation. La texture de ce fragment de plancher à la base de BDinf n'est pas forcément celle qui serait apparue dans l'axe de croissance de la stalagmite (cf. [Figure 46](#) du chapitre « Résultats » : certaines zones latérales de BDinf sont de texture LP tandis que la zone axiale synchrone est SP). La relation entre rapports isotopiques et textures dans ce fragment n'est donc pas comparable à celle observée dans le reste de BDinf, pour lequel les dosages isotopiques ont été réalisés dans la zone axiale de croissance d'une stalagmite.

Cela souligne finalement un changement de la source d'alimentation de BDinf au niveau de D1 dont l'importance est inconnue : 1) il peut s'agir d'un décalage de l'axe de croissance de BDinf de quelques centimètres, le fragment basal de BDinf aurait alors été prélevé latéralement par rapport à l'axe de croissance d'une stalagmite ; 2) il peut s'agir d'une transition radicale entre un plancher de grandes dimensions et l'apparition d'une zone de percolation générant une nouvelle stalagmite. Dans la mesure où BDinf montre plusieurs changements d'axe de croissance, où certaines de ses parties latérales sont de même texture que le fragment basal et où le diamètre de cette stalagmite est important puisqu'elle s'est développée en continuité avec un plancher, la première hypothèse est privilégiée.

Si l'on revient aux figures [127](#) et [128](#) en retirant les échantillons problématiques issus du fragment basal de BDinf, la corrélation entre textures et isotopes est plus claire et peut se résumer ainsi : plus la calcite est compacte, plus les rapports isotopiques qu'elle a enregistré sont positifs, et inversement ([Tableau 25](#)).

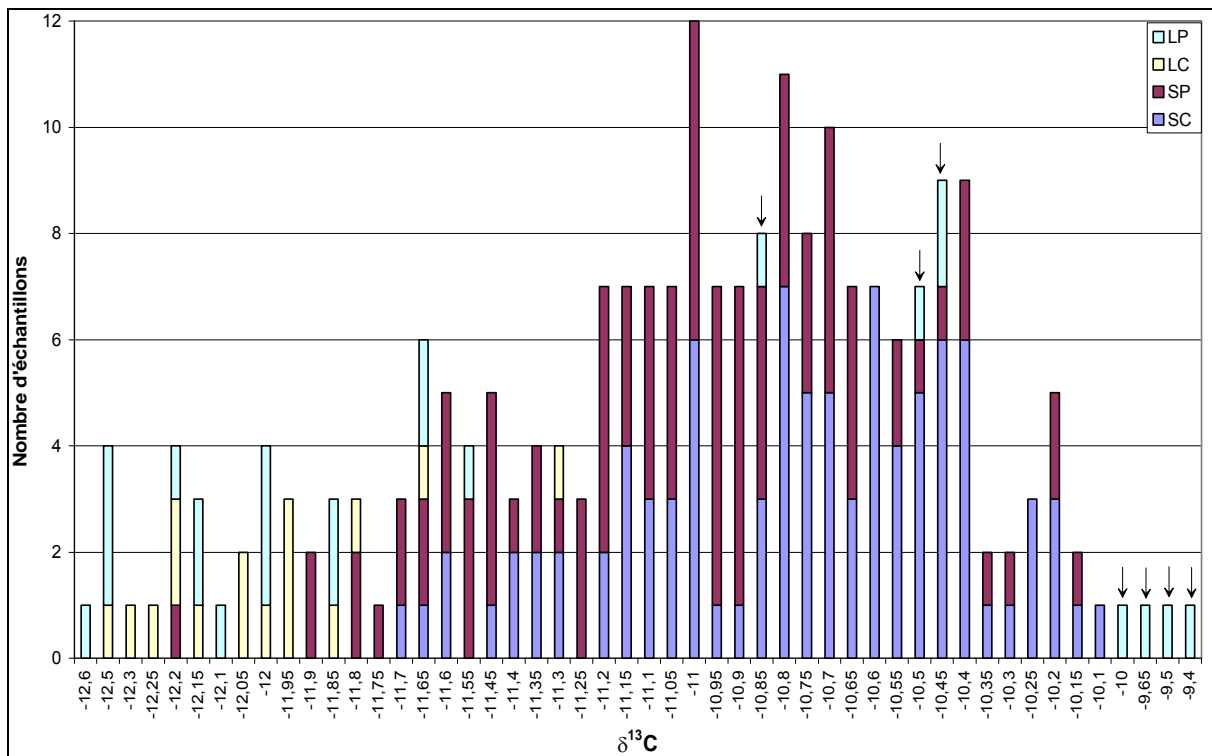


Figure 127. Répartition des textures de BDinf par valeur de $\delta^{13}C$.

↓ : échantillons provenant du fragment basal de BDinf, sous la première discontinuité, de texture LP et dont les rapports isotopiques sont plus positifs que les autres échantillons de même texture (cf. texte). LP : laiteux poreux. LC : laiteux compact. SP : sombre poreux. SC : sombre compact.

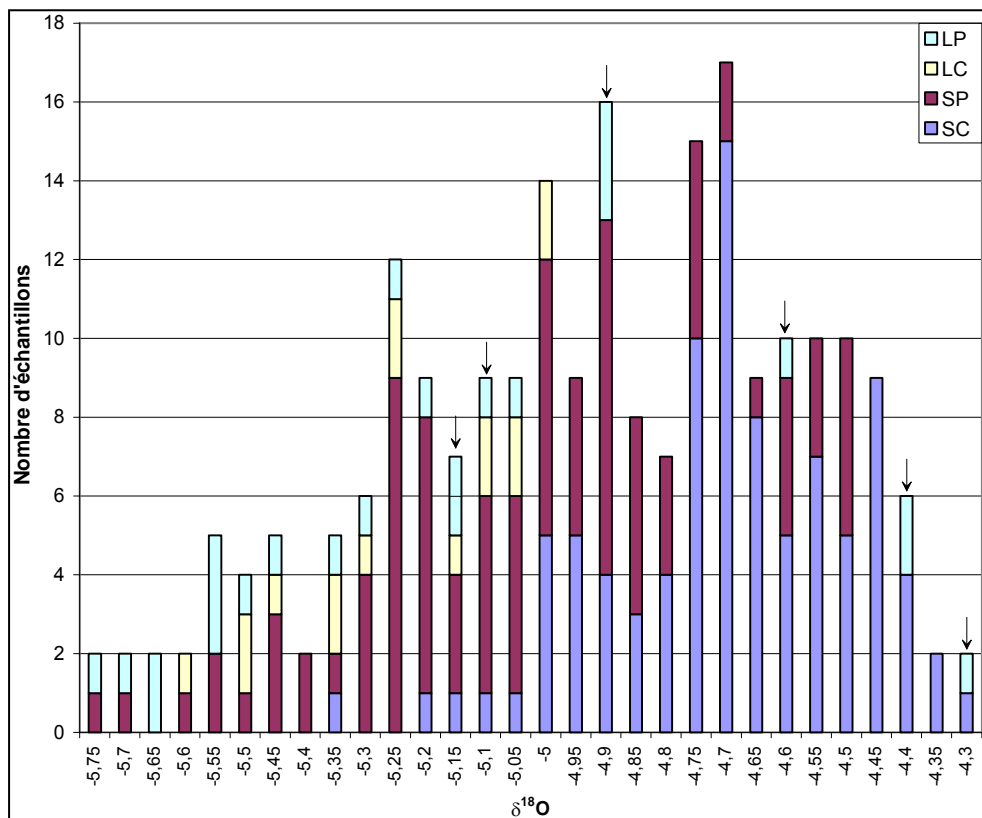


Figure 128. Répartition des textures de BDinf par valeur de $\delta^{18}O$.
↓ : cf. légende Figure 127.
LP, LC, SP, SC : cf. légende Figure 127.

Moyenne	SC	SP	LC	LP	LP corrigé
$\delta^{13}\text{C}$	-10,77	-11,05	-12,03	-11,42	-12,08
$\delta^{18}\text{O}$	-4,70	-5,03	-5,24	-5,17	-5,40

Tableau 25. Valeur moyenne des rapports isotopiques en fonction du type de texture de la calcite.

Les valeurs pour LP prenaient en compte les échantillons prélevés dans le fragment basal sous la discontinuité D1. Cependant, il a été montré que cette partie n'a pas précipité près de l'axe de croissance d'une stalagmite et sa relation textures-isotopes ne peut donc pas être comparée avec celle observée dans le reste de BDinf pour lequel seul l'axe de croissance est considéré (*cf.* texte). Aussi, ces échantillons problématiques issus du fragment basal de BDinf ont été exclus et les moyennes ont été recalculées sans eux (LP corrigé). On constate que plus la calcite est poreuse et plus les rapports isotopiques sont négatifs.

Cette distribution non aléatoire des textures et des rapports isotopiques de l'oxygène et du carbone doit vraisemblablement être due à un facteur de contrôle commun. Si l'aspect plus ou moins compact de la texture dépend de la vitesse de précipitation, est-ce également le cas des rapports isotopiques ? Sinon, quel est le facteur susceptible de faire varier corrélativement les rapports isotopiques et la vitesse de précipitation ?

La vitesse de précipitation ne peut faire varier les rapports isotopiques qu'en faisant intervenir des processus de fractionnement cinétique qui devraient être détectés par le test de Hendy ou par une covariation anormalement élevée du $\delta^{18}\text{O}$ et du $\delta^{13}\text{C}$ au long de l'axe de croissance du spéléothème. Les changements de vitesse de précipitation seraient nécessairement liés à des fluctuations de l'évaporation et/ou de la vitesse du dégazage de CO_2 . Toutefois, aucun signe fiable démontrant l'influence de ces processus n'a été mis en évidence avec les dosages isotopiques de BDinf (*cf.* « Résultats ».). En revanche, un des facteurs primordiaux de variation de la vitesse de précipitation est le degré de minéralisation de l'eau (Dreybrodt, 1980, 1981). Or celui-ci dépend de la capacité de l'eau à dissoudre le carbonate de calcium, c'est à dire de la P_{CO_2} de l'eau du sol. Ainsi, l'activité des plantes et des micro-organismes du sol au-dessus de la cavité, en déterminant la production de CO_2 biogénique, influence directement le taux de croissance des spéléothèmes (*cf.* « Etat des connaissances »). Enfin, l'activité des plantes et des micro-organismes du sol est essentiellement contrôlée par le climat. De plus, la vitesse de précipitation d'un spéléothème peut être influencée par l'épaisseur du film d'eau et par le débit (White, 2004). Si le film d'eau est plus épais et/ou le débit plus rapide, la vitesse de croissance augmente, jusqu'à un certain seuil au-delà duquel la relation s'inverse (Dreybrodt, 1980). Cependant, l'hydrologie dépend des précipitations, donc est également fonction du climat.

Ainsi, le facteur susceptible de faire varier corrélativement les textures de BDinf et ses rapports isotopiques pourrait bien être tout simplement le climat. Cette conclusion est en adéquation avec le sens proposé plus haut des variations des isotopes stables (*cf.* § 2.) : les rapports isotopiques les plus négatifs sont associés à un climat plus tempéré (la température est plus élevée et l'activité biopédologique plus importante) et inversement.

La corrélation entre textures et rapports isotopiques est également bien visible dans la [Figure 129](#) : si on exclut la partie située sous la discontinuité D1 pour les raisons explicitées plus haut, les textures les plus poreuses (LP et LC) apparaissent alors que les rapports isotopiques sont les plus négatifs, au cours de la première phase de l'enregistrement (entre D1 et 14 cm de la base), tandis que la texture la plus compacte (SC) est associée aux périodes d'enrichissement des rapports isotopiques (surlignées en gris). Les textures SP apparaissent durant les périodes intermédiaires. Ainsi, les périodes d'enrichissement isotopique sont probablement associées à une dégradation climatique qui s'accompagne par une diminution de la production de CO_2 du sol et peut être une diminution des précipitations. L'eau de percolation est donc moins minéralisée et sursaturée vis à vis de la calcite et peut être moins abondante. Cela se traduit par un taux de croissance ralenti du

spéléothème, permettant l'édification d'un réseau cristallin plus parfait, c'est à dire plus compact. C'est le processus inverse qui prend place durant les épisodes les plus tempérés, enregistrés par les rapports isotopiques les plus négatifs et les textures les plus poreuses.

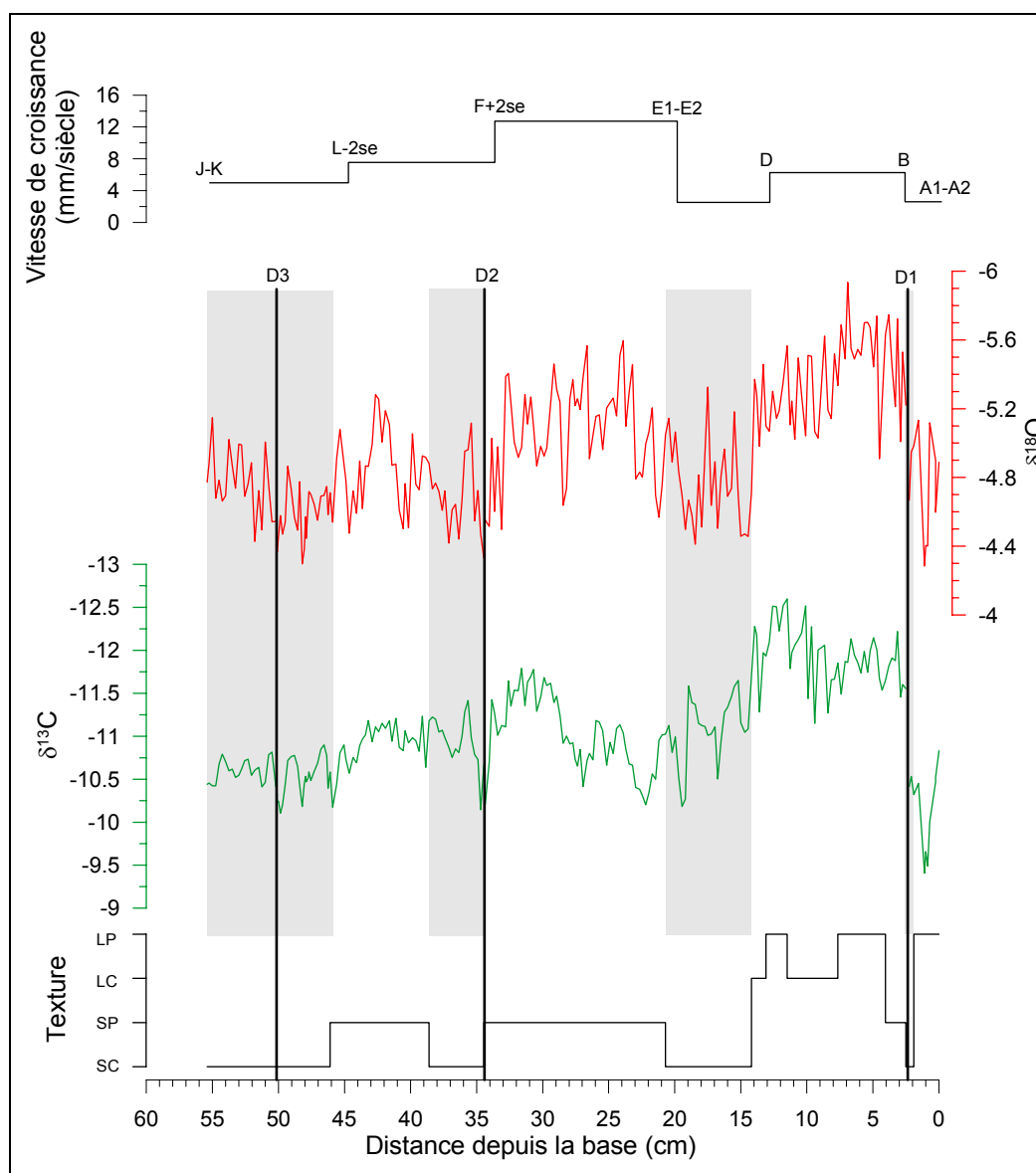


Figure 129. Comparaison de l'évolution au cours de la croissance de BDinf des rapports isotopiques de l'oxygène et du carbone, des textures et de la vitesse de croissance.

La vitesse de croissance est calculée sur la base du modèle d'âge présenté plus haut. Les points de contrôle retenus sont mentionnés au-dessus de la courbe. Les textures sont celles identifiées au niveau de l'axe d'échantillonnage pour les isotopes stables, dans l'axe de croissance de BDinf (à l'exception du fragment basal, sous D1 : cf. texte). LP : laiteuse poreuse. LC : laiteuse compacte. SP : sombre poreuse. SC : sombre compacte. Les rectangles gris correspondent aux portions de textures SC. On constate qu'elles correspondent à des épisodes d'enrichissement isotopique. D1 à D3 : discontinuités.

Dans cette approche, la vitesse de précipitation est considérée comme le facteur déterminant pour la texture (densité) de la calcite. Théoriquement, cela devrait pouvoir être confirmé par une très bonne corrélation entre textures et taux de croissance. Malheureusement, cette comparaison ne peut pas être réalisée objectivement sur BDinf. En effet, les datations absolues étant trop imprécises, la construction du modèle d'âge de BDinf a nécessité de prendre en compte divers critères de sélection des points de calage chronologique. Le

postulat selon lequel une texture compacte est due à une précipitation plus lente qu'une texture poreuse a parfois été employé pour choisir entre deux possibilités (qui engendraient des taux de croissance différents). Aussi est-il logique que certaines corrélations apparaissent de ce fait entre l'évolution des textures et celle du taux de croissance (Figure 129) sans qu'il soit possible de savoir si elles sont purement artificielles ou si elles reflètent la réalité. Néanmoins, on remarque que la courbe du taux de croissance de BDinf, calculé sur la base de cette hypothèse de modèle d'âge, présente des corrélations intéressantes avec le signal isotopique (Figure 129). Ainsi, le taux de croissance le plus faible (entre les datations E et D) correspond à une période de fort enrichissement isotopique entre 14 et 21 cm de la base de BDinf, qui est aussi une zone de texture sombre compacte. Il est suivi par la période au taux de croissance le plus élevé (entre E et F), période centrale dans la croissance de BDinf, pendant laquelle le signal isotopique présente des valeurs très négatives. Ensuite, le taux de croissance diminue progressivement, tandis que les rapports isotopiques deviennent plus positifs. Seul le taux de croissance de la première partie (entre B et D) ne se corrèle pas bien avec les autres enregistrements : il est relativement faible tandis que le signal isotopique présente ses valeurs les plus négatives et que la texture est la plus poreuse. Cela pourrait être dû aux incertitudes sur les âges de B et D. Quoiqu'il en soit, en considérant les marges d'incertitudes des datations, le faible nombre de points de contrôle retenus pour la construction du modèle d'âge et le caractère hypothétique de leur sélection (*cf.* § 3.1.1), une certaine corrélation existe entre la courbe de croissance de BDinf et son signal isotopique. Cela confirmerait, d'une part, que le taux de croissance est influencé par le climat, tout comme le signal isotopique, d'autre part, que la corrélation entre taux de croissance et densité de la calcite n'est pas fortuite ni le fait de la méthode de construction du modèle d'âge mais correspond bien à une réalité (et valide ainsi ce postulat), enfin, que cette hypothèse de modèle d'âge, malgré toutes ses imprécisions, paraît globalement cohérente avec les autres enregistrements de BDinf (signal isotopique et textures).

3.1.3. Conclusions sur les conditions de précipitation de BDinf

Ce paragraphe regroupe les principales observations réalisées jusqu'ici sur BDinf et quelques conclusions qui en découlent concernant ses conditions de précipitation. L'objectif est de faire le point avant la dernière étape de l'analyse de BDinf qui consiste en l'interprétation de son enregistrement des rapports isotopiques de l'oxygène et du carbone.

BDinf est constitué de calcite colonnaire compacte. Ce type de fabrique est généralement associé à une alimentation continue en eau, avec un débit plus ou moins élevé (Frisia *et al.*, 2000). La grande disponibilité en eau est également soutenue par : 1) la morphologie de BDinf (*i.e.* large stalagmite qui se poursuit latéralement par un plancher stalagmitique) ; 2) la présence de nombreux mini-gours ; 3) la présence de vacuoles axiales de stockage de l'eau dans la zone d'impact des gouttes ; 4) la pauvreté de la calcite en particules détritiques alors que BDinf s'est développé dans une entrée de grotte fréquentée par les hommes et les animaux, entouré par des dépôts détritiques (*i.e.* le spéléothème était probablement lavé par les écoulements).

Au sein de cette fabrique, des variations de teinte en liaison avec des variations de densité cristalline témoignent de fluctuations de la vitesse de précipitation. Ces fluctuations se corrélaient avec des fluctuations du signal isotopique (*cf. supra*). Elles sont donc vraisemblablement contrôlées par le climat et en particulier par la température (le régime hydrologique a probablement joué un rôle également, mais moindre). En effet, l'eau a toujours été disponible d'après la fabrique homogène de BDinf. En revanche, la température influence, d'une part, le $\delta^{18}\text{O}$ des précipitations et de la calcite et, d'autre part, l'activité

biologique du sol et le développement de la couverture végétale. Ces derniers déterminent en grande partie le $\delta^{13}\text{C}$ du CO_2 dissout dans les eaux de percolation et par conséquent dans la stalagmite, mais également le degré de sursaturation et la concentration en Ca^{2+} des eaux dont dépend principalement la vitesse de croissance. Ainsi, les épisodes les plus tempérés sont enregistrés par des signaux isotopiques plus négatifs dans une calcite de densité plus faible, de teinte plus blanche et moins translucide.

Cette lecture paléoclimatique des enregistrements du $\delta^{18}\text{O}$ et du $\delta^{13}\text{C}$ de BDinf est soutenue par le fait que le test de Hendy ne démontre pas l'influence de processus cinétiques ou d'évaporation sur le fractionnement isotopique (*cf.* « Résultats »). Ainsi, bien que BDinf se soit développé en entrée de grotte, il semble que son enregistrement isotopique reflète bien un signal climatique. Cela peut signifier que BDinf s'est formé dans un environnement peu ventilé, quoique ouvert, au-delà d'un certain seuil où les variations hygrométriques et thermiques n'étaient plus très sensibles. Il se peut également que le débit des eaux d'alimentation ait été suffisant pour parer à une influence de l'évaporation.

Enfin, à propos de la période de croissance de BDinf, elle se situe d'après les datations au cours du MIS 5e, entre 127,3 ka et 117,2 ka \pm 3 ka. La section polie montre trois discontinuités mais il est difficile de savoir à quelle durée d'interruption de croissance elles correspondent. Les datations ne sont pas assez précises pour le dire. Il ne semble pas que ces interruptions aient été très durables car il n'y a pas de traces d'altération ou d'érosion. Toutefois, elles ont été suffisamment longues pour permettre la précipitation de petits bouquets d'aragonite (du moins au niveau de D2). De plus, elles ont été systématiquement suivies par un changement d'axe de croissance. Elles ne semblent pas être dues à un événement exceptionnel tel qu'une inondation de la cavité ou un recouvrement du spéléothème par une coulée de boue car les discontinuités ne portent que très peu de particules détritiques. Aussi, il se pourrait que ces discontinuités ne correspondent qu'à des changements d'axe de croissance du spéléothème associés ou non à des interruptions de croissance de courte durée (de l'ordre de la décennie à quelques siècles ?) dont l'origine est à définir (climatique ?).

3.1.4. Interprétation paléoenvironnementale des variations isotopiques de BDinf au cours du temps

Les résultats des dosages du $\delta^{13}\text{C}$ et du $\delta^{18}\text{O}$ le long de l'axe de croissance de BDinf ont été calés sur une échelle chronologique grâce au modèle d'âge précédemment présenté (*cf.* § 3.1.1). L'enregistrement couvre la période entre 127,3 ka et 117,2 ka, s'inscrivant ainsi dans le MIS 5e (Figure 130). Si l'on considère que les 234 prélèvements pour les dosages isotopiques, réalisés à intervalle régulier, couvrent 10140 années de croissance, alors la résolution moyenne du profil isotopique est de 43 ans (en réalité, il faudrait soustraire les interruptions de croissance marquées au niveau des discontinuités mais leur durée est difficile à apprécier ; si on le faisait, la résolution temporelle de l'échantillonnage serait encore plus élevée). Cet enregistrement isotopique présente la meilleure résolution temporelle actuellement disponible en Europe pour cette période, tout en étant calé dans le temps grâce à des datations absolues. Cependant, il faut garder à l'esprit que les incertitudes à 2σ sur les datations absolues sont ici approximativement de \pm 3 ka. Par conséquent, même si le modèle d'âge proposé semble cohérent (*cf. supra*), ses âges peuvent fluctuer à l'intérieur de ces incertitudes.

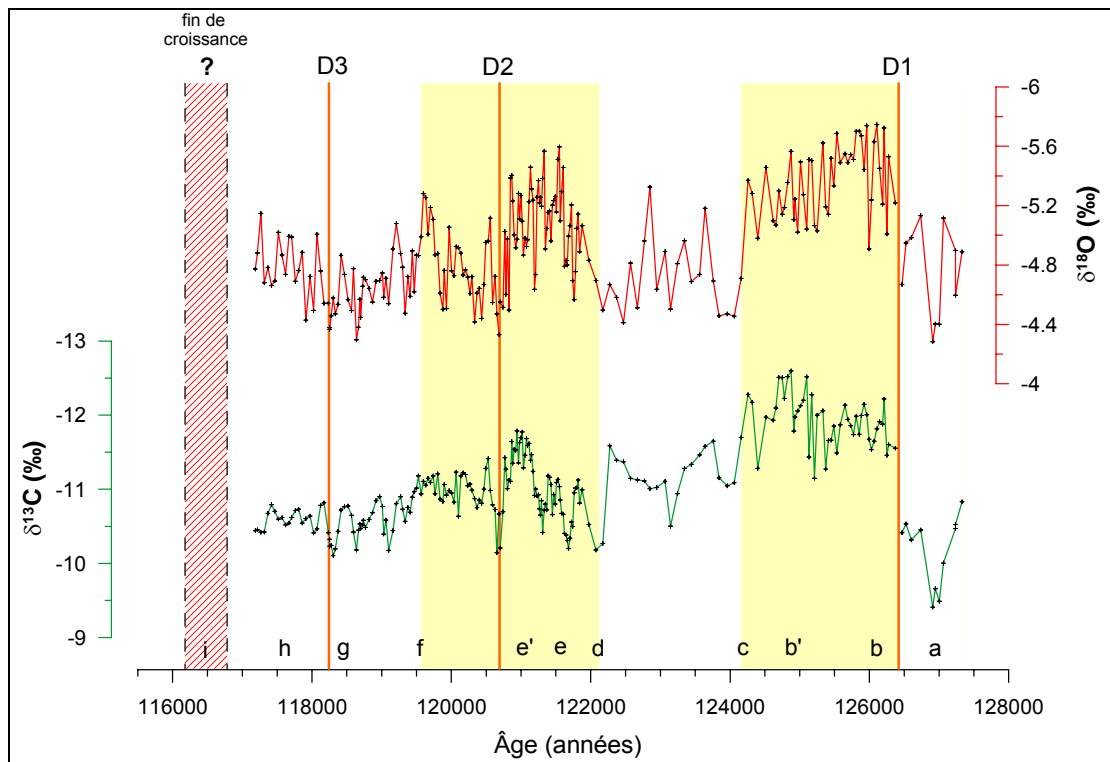


Figure 130. Variations des rapports isotopiques de l'oxygène et du carbone de BDinf au cours du temps. Les discontinuités sont marquées par une ligne rouge (D1 à D3). Les périodes clémentes sont en jaune. Le rectangle hachuré à gauche encadre la période au cours de laquelle la précipitation de BDinf a vraisemblablement cessé (selon l'hypothèse d'érosion du sommet, de 2 à 5 cm).

Les valeurs du $\delta^{18}\text{O}$ varient entre $-5,75$ et $-4,28$ ‰ (soit une amplitude de $1,47$ ‰) tandis que celles du $\delta^{13}\text{C}$ varient entre $-12,60$ et $-9,41$ ‰ (soit une amplitude de $3,19$ ‰).

Il semble que BDinf a enregistré deux périodes clémentes alternant avec trois périodes de détérioration (Figure 130). Ces périodes sont détaillées ci-après.

1) Période entre 127,3 et 126,4 ka : un événement abrupt froid (a dans la Figure 130)

La première partie de la courbe isotopique montre, tant pour le $\delta^{13}\text{C}$ que le $\delta^{18}\text{O}$, un pic abrupt et de forte amplitude vers des valeurs plus positives ($+1,04$ ‰ pour le $\delta^{13}\text{C}$ et $+0,85$ ‰ pour le $\delta^{18}\text{O}$; a dans la Figure 130). Cet événement a été enregistré dans la partie basale du spéléothème, sous D1. Cette partie a probablement précipité à une certaine distance de l'axe de croissance de la stalagmite, voire sous forme de plancher (cf. *supra*, § 3.1.2), ce qui suggère que ses valeurs isotopiques ont pu être enrichies du fait du mode de précipitation (i.e. le film d'eau peut être enrichi en isotopes lourds s'il a permis une précipitation de calcite au cours de son cheminement depuis sa source et il peut être davantage influencé par l'évaporation). On remarque en effet que, après D1, les valeurs de $\delta^{13}\text{C}$ et $\delta^{18}\text{O}$ sont fortement décalées vers des valeurs plus négatives. Toutefois, ce décalage n'est probablement pas imputable au mode de précipitation du plancher basal mais a seulement été accentué par celui-ci. L'événement isotopique abrupt enregistré dans la partie basale a eu lieu pendant sa formation, bien avant la discontinuité et correspond donc bien à un changement climatique abrupt. Ce changement est interprété comme un événement froid, centré sur 126,9 ka.

Juste après cet événement, la discontinuité D1 ne semble pas être associée à un hiatus durable d'après les datations (cf. A1-A2 sous D1 et B au-dessus). Par ailleurs, elle ne correspond probablement pas à une détérioration climatique majeure car : 1) les courbes isotopiques auraient dû montrer des valeurs enrichies juste avant et juste après la

discontinuité, ce qui n'est pas le cas ; 2) la tendance globale avant et après D1 indique une amélioration climatique. Cette discontinuité basale pourrait donc seulement représenter un changement de la source d'alimentation du spéléothème, comme cela a déjà été évoqué plus haut.

Le seul moyen d'établir la nature climatique de cette discontinuité serait de trouver le même enregistrement dans un autre spéléothème contemporain de la région.

2) Période entre 126,4 et 124,1 ka : l'optimum climatique (b à c dans la Figure 130)

Immédiatement après D1, les valeurs de $\delta^{13}\text{C}$ et $\delta^{18}\text{O}$ sont déjà très négatives (*cf. supra*) et la partie qui précipite ensuite comporte les valeurs les plus négatives de l'enregistrement, témoignant vraisemblablement de l'optimum climatique. Cet optimum dure environ 2,3 ka dans les enregistrements des deux isotopes mais on remarque que les maxima du $\delta^{13}\text{C}$ et du $\delta^{18}\text{O}$ sont décalés d'environ 1,3 ka. En effet, la courbe du $\delta^{18}\text{O}$ atteint son maximum (valeurs les plus négatives) en quelques centaines d'années après D1, autour de 126,1 ka (**b** dans la Figure 130). A partir de 125,5 ka, le $\delta^{18}\text{O}$ tend à s'enrichir très progressivement, à travers de nombreuses fluctuations abruptes, jusqu'à 124,2 ka. Au contraire, suite à D1, le $\delta^{13}\text{C}$ évolue plus lentement jusqu'à ses valeurs les plus négatives, n'atteignant son minimum que 1,3 ka après le $\delta^{18}\text{O}$, vers 124,8 ka (**b'** dans la Figure 130).

Durant la période de maximum de la courbe du $\delta^{18}\text{O}$, juste après D1, des pics froids apparaissent, caractérisés par une durée très courte mais une forte amplitude (**b** dans la Figure 130). Ils sont également enregistrés par le $\delta^{13}\text{C}$ mais avec une amplitude plus faible.

3) Période entre 124,1 et 122,1 ka : une détérioration (c à d dans la Figure 130)

Cette période est caractérisée par un enrichissement du $\delta^{13}\text{C}$ et du $\delta^{18}\text{O}$, ce qui correspond à une détérioration climatique. Mais les deux courbes montrent une évolution différente.

Dans celle du $\delta^{18}\text{O}$, cette période est initiée par une variation abrupte de forte amplitude qui conduit directement (en quelques dizaines d'années à un siècle environ) à un minimum (valeurs les plus positives) pour la période considérée (**c** dans la Figure 130). La courbe du $\delta^{13}\text{C}$ au contraire, amorce cette période par une variation abrupte d'amplitude plus limitée qui ne marque que le début d'une diminution progressive. Par la suite, jusqu'à 122 ka, alors que le $\delta^{13}\text{C}$ continue de s'enrichir, le $\delta^{18}\text{O}$ montre une certaine instabilité, ancrée toutefois au niveau du seuil défini par la première détérioration (à $\sim -4,45\text{‰}$). Ainsi, comme pour la période précédente, il semble que le $\delta^{13}\text{C}$ montre une certaine inertie par rapport au $\delta^{18}\text{O}$.

4) Période entre 122,1 et 119,5 ka : une deuxième phase tempérée (Figure 130, d à f)

Suite à cette détérioration climatique, une nouvelle phase tempérée se met en place, dès 122,1 ka d'après la courbe du $\delta^{18}\text{O}$. Là encore, la transition exprimée par le signal du $\delta^{18}\text{O}$ est rapide tandis que celle du $\delta^{13}\text{C}$ est plus progressive (**d** dans la Figure 130). Ainsi, la courbe du $\delta^{18}\text{O}$ arrive au maximum de cette période en 500 ans environ (**e** dans la Figure 130), tandis que celle du $\delta^{13}\text{C}$ ne l'atteint que 500 ans plus tard (**e'** dans la Figure 130), soit 1000 ans après le début de l'amélioration climatique. Jusqu'à la discontinuité D2, à 120,7 ka, la tendance climatique est globalement stable malgré de nombreuses fluctuations abruptes dans le signal du $\delta^{18}\text{O}$. Juste avant D2, les deux signaux isotopiques montrent un enrichissement. Suite à cette discontinuité, ils s'appauvrissent à nouveau mais n'atteindront plus, jusqu'à la fin de l'enregistrement, des valeurs aussi négatives que précédemment. D2

pourrait donc non seulement être associée à un changement d'axe de croissance de la stalagmite mais également à un refroidissement : les deux paramètres seraient-ils liés ?

5) Période entre 119,5 et 117,2 ka : une dernière détérioration avant l'arrêt de croissance de BDinf (f à h dans la Figure 130)

A partir de 119,5 ka, la courbe du $\delta^{18}\text{O}$ montre une chute coïncidant avec le début d'une diminution progressive de la courbe du $\delta^{13}\text{C}$ (f dans la Figure 130). Les deux signaux isotopiques témoignent ainsi d'une dernière détérioration (g dans la Figure 130) limitée par la discontinuité D3 à 118,2 ka. Celle-ci intervient suite à un enrichissement isotopique et est suivie par un appauvrissement. Il se pourrait donc qu'elle corresponde à un événement froid et/ou sec. Lors de la dernière phase de croissance, les conditions semblent légèrement plus clémentes, surtout d'après le signal du $\delta^{18}\text{O}$ (h dans la Figure 130), jusqu'à la fin de l'enregistrement, à 117,2 ka.

Le sommet de la stalagmite étant érodé, les conditions isotopiques dans lesquelles la précipitation a cessé ne sont pas connues. Toutefois, en supposant que 2 à 5 cm de calcite aient disparu du fait de l'érosion et que le taux d'accrétion était égal au dernier taux qui a pu être calculé, alors on peut estimer que le concrétionnement a pris fin entre 116,8 et 116,2 ka (i dans la Figure 130). Finalement, cet âge estimé pour l'arrêt de croissance de BDinf est très voisin de l'âge de la transition entre MIS 5e et MIS 5d (vers 115-116 ka ; Martinson *et al.*, 1987 ; Shackleton *et al.*, 2002), qui correspond à un refroidissement global significatif.

3.2. BDsup

3.2.1. Construction du modèle d'âge

Il n'est pas possible de construire un modèle d'âge fiable à partir des datations obtenues sur BDsup (Tableau 26). En effet, les trois datations ont donné des résultats sensiblement identiques d'un bout à l'autre du spéléothème. Celui-ci s'est donc probablement formé rapidement aux alentours de 78 ka. La lamination bien développée dans certaines parties laissait penser à des alternances annuelles et cela semble confirmé par les datations Th/U.

Nom échantillon	Distance de la base (cm)	+ erreur à 2σ	- erreur à 2σ	% erreur à 2σ	Âge corrigé (années/2005)
A	0,7	1463	1451	1,9	77985
B	19,7	2236	2181	2,8	78156
C	(28,75*) 30	1416	1405	1,8	77760

Tableau 26. Rappel des résultats de datations $^{230}\text{Th}/^{234}\text{U}$ par TIMS des échantillons de BDsup.

* L'échantillon C a été prélevé à une distance de 28,75 cm de la base, mesurée au niveau de la série VII de prélèvement

pour le dosage des isotopes stables. Mais cette série a été éliminée au profit de la série VI pour la constitution du profil isotopique de BDsup (cf. « Résultats »). Par conséquent, il faut considérer la distance à la base de C par rapport cette série VI, prélevée dans une zone de croissance légèrement plus rapide. Cette distance est évaluée à environ 30 cm en suivant latéralement les lamines de la série VII jusqu'à la VI.

De manière à pouvoir tout de même comparer l'enregistrement de BDsup avec ceux fournis par les autres spéléothèmes ou d'autres proxies climatiques, un modèle d'âge est proposé, à titre tout à fait indicatif et hypothétique. Celui-ci prend en considération le fait que :

- les trois datations disponibles semblent valides, sur la base des résultats analytiques (cf. « Résultats ») ;
- le taux de croissance a été suffisamment rapide dans certaines parties du spéléothème pour que des alternances annuelles de lamines soient visibles ;
- la différence maximale entre les âges médians obtenus par datation (soit environ 400 ans) ne correspond pas à la durée réelle de croissance de BDsup. En effet, les parties de BDsup où les alternances de lamines sont visibles à l'œil nu témoignent à elles seules (le dénombrement ne peut pas se faire en continu) d'une croissance plus longue que 400 ans.

Le modèle d'âge doit donc conduire à une durée de croissance plus réaliste pour la précipitation des 30 cm de hauteur de BDsup. Une hypothèse simple consiste à vieillir l'âge de l'échantillon le plus ancien stratigraphiquement (A) et à rajeunir le plus récent stratigraphiquement (C). Le choix du décalage appliqué à ces deux dates est le plus arbitraire. Quoiqu'il en soit, il doit être inférieur ou égal à l'incertitude à 2σ sur l'âge médian. On prendra ici le cas extrême, avec l'âge de A plus l'incertitude et l'âge de C moins l'incertitude. La date fournie par B est bien en position intermédiaire par rapport à A et C mais utiliser son âge médian entraînerait à son niveau un petit changement de pente de la courbe de croissance que l'on ne peut justifier. Dans cette hypothèse, on se contentera donc d'une interpolation linéaire entre les deux dates extrêmes, A et C. Ainsi, l'enregistrement de BDsup sera calé sur un modèle d'âge qui le dilate au maximum (d'après les datations) et il suffira de garder à l'esprit que dans la réalité, la croissance de BDsup s'est déroulée pendant un intervalle de temps inférieur ou égal à celui proposé ici (Figure 131).

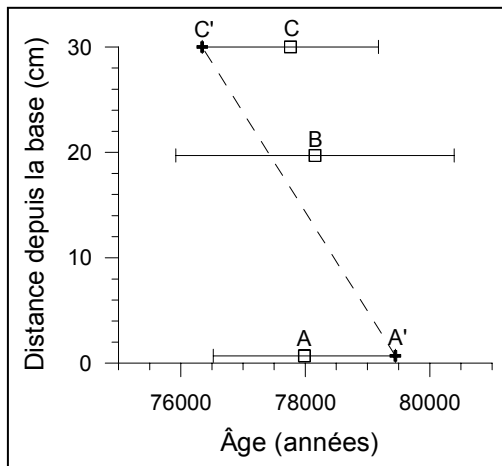


Figure 131. Dates fournies par les échantillons de BDsup et proposition d'un modèle d'âge.
 A, B et C : âges Th/U et marges d'incertitude à 2σ .
 A' et C' : points de construction choisis pour le modèle d'âge de BDsup (cf. texte).
 Ligne tiretée : courbe de croissance d'après ce modèle d'âge.

3.2.2. Conditions de précipitation

Pour BDsup, il n'est pas possible d'analyser de manière aussi détaillée que pour BDinf les relations entre son taux de croissance, sa texture et son signal isotopique. En effet, les datations obtenues ne permettent pas de connaître précisément son taux de croissance ni de mettre en évidence des variations internes. Outre les datations, sa fabrication (calcite colonnaire allongée), son apparence macroscopique laminée et sa teinte plus blanche que BDinf (*i.e.* microporosité plus développée, cf. *supra*) laissent supposer que la croissance a été rapide, du moins plus rapide que celle de BDinf. Une certaine rythmicité se devine dans les alternances de lamines de la deuxième stalagmite du spéléothème (cf. « Résultats », Figure 71). Si ces alternances sont vraisemblablement annuelles, la raison de ce rythme apparent n'est pas claire, d'autant qu'il n'a pas été possible de dénombrer les alternances constituant chaque ensemble. Concernant la texture de BDsup, seules de légères variations apparaissent, plus délicates à différencier que dans BDinf : la lamination est plus nette dans certaines parties de BDsup que dans d'autres ; la calcite est plus ou moins translucide. Il aurait été trop subjectif de chercher à les délimiter sur la section polie pour les comparer avec les rapports isotopiques de la calcite (comme ce qui a été fait pour BDinf). Enfin, BDsup ne montre pas de discontinuité de croissance majeure. En revanche il présente de nombreux décalages de son axe de croissance et de multiples surfaces d'assèchement (probablement saisonnier) dans les zones latérales par rapport à l'axe de croissance. La croissance de BDsup s'est donc probablement établie sous des conditions globalement favorables et stables. L'eau d'alimentation était suffisamment minéralisée pour permettre une précipitation assez rapide, ce qui signifie que le toit de la cavité était recouvert d'un sol actif biologiquement, produisant une P_{CO_2} élevée. Ces conditions sont favorisées sous un climat tempéré et humide. L'eau venait peut-être à manquer durant des périodes de sécheresse saisonnière au cours desquelles la croissance du spéléothème ralentissait, voire s'arrêtait sur les flancs du spéléothème (les stades d'arrêt de croissance observés dans les zones latérales correspondent à de brefs épisodes qui pourraient être simplement liés à des déviations sporadiques du film d'eau s'écoulant en surface de ce très large spéléothème).

3.2.3. Interprétation paléoenvironnementale des variations isotopiques de BDsup au cours du temps

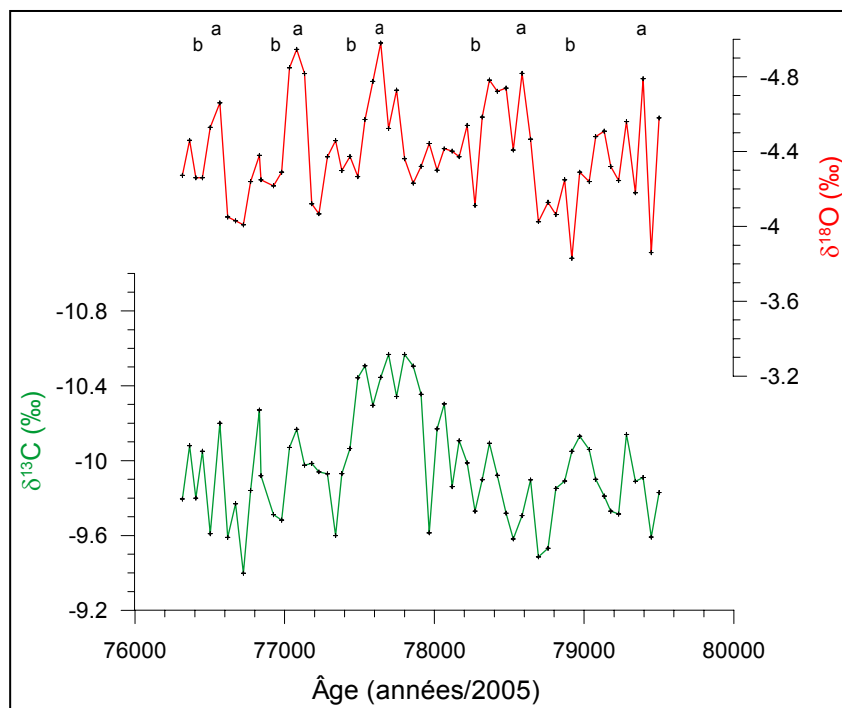


Figure 132. Variations des rapports isotopiques de l'oxygène et du carbone enregistrés au cours de la croissance de BDsup.

L'échelle chronologique est donnée à titre indicatif (*cf.* texte). D'après les datations, cette proposition correspond à la dilatation maximale de l'enregistrement isotopique dans la réalité.

Les datations ne permettaient pas de constituer un modèle d'âge fiable pour ce spéléothème. Par conséquent, l'échelle chronologique proposée correspond à l'intervalle de croissance le plus grand au cours duquel la croissance de BDsup a pu prendre place, d'après les datations situées à chaque extrémité plus la marge d'incertitude à 2σ (*cf. supra*). L'évolution du signal isotopique telle que présentée ici est donc dilatée dans le temps de manière supérieure ou égale à la réalité. Avec cette hypothèse, la croissance de BDsup s'est déroulée entre 79,5 et 76,3 ka, soit au cours du MIS 5a et la résolution d'échantillonnage est de 52 ans (61 échantillons pour une durée de croissance maximale estimée à 3183 ans).

Les rapports des isotopes stables mesurés sur BDsup se situent entre -10,6 ‰ et -9,4 ‰ pour le $\delta^{13}\text{C}$ et entre -3,8 ‰ et -5,0 ‰ pour le $\delta^{18}\text{O}$. Leur évolution peut être interprétée de la même manière que pour BDinf puisqu'il semble que la précipitation a pris place sous des conditions d'équilibre isotopique et parce que les deux spéléothèmes proviennent du même site et présentent la même fabrique. Ainsi, le signal isotopique du carbone et de l'oxygène montre une tendance globale vers une amélioration climatique pendant les 2000 premières années puis une tendance à la détérioration pendant les 1200 dernières années. Cette tendance globale est ponctuée pour le $\delta^{18}\text{O}$ par un ensemble de fluctuations qui se répètent périodiquement. Celles-ci débutent par une nette amélioration (variation de l'ordre de 0,8 à 1 ‰) assez peu durable (un à deux siècles ; **a** dans la Figure 132) suivie par une détérioration progressive durant 400 à 600 ans. Dans la première moitié de l'enregistrement, ces périodes de détérioration sont ponctuées à environ mi-parcours par un événement abrupt (détérioration ; **b** dans la Figure 132). Dans la deuxième partie de l'enregistrement, elles ne sont ponctuées que par un événement de moindre ampleur. Le profil du $\delta^{13}\text{C}$ ne montre pas de fluctuations rythmiques comme celui du $\delta^{18}\text{O}$. Les amplitudes de variations sont faibles et on peut considérer que l'environnement n'a pas subi de modifications importantes durant la période de croissance de BDsup. On remarque toutefois que l'optimum climatique enregistré par le $\delta^{13}\text{C}$, entre 77,9 et 77,5 ka, correspond à la portion de BDsup où la série IV

a été échantillonnée. Cette portion est celle où la lamination est la mieux développée (deuxième stalagmite). Cela démontre ici encore (comme dans BDinf) l'influence du climat et de la vitesse de précipitation sur la texture (densité) de la calcite : des valeurs de $\delta^{13}\text{C}$ plus négatives témoignent d'une activité biologique du sol plus intense ; celle-ci favorise l'augmentation de la minéralisation des eaux d'infiltration et leur sursaturation ; le taux de précipitation de la calcite est donc plus rapide et cela se manifeste par une calcite plus poreuse, avec une lamination bien développée (la microporosité plus importante est due au développement des lamines saisonnières poreuses).

3.3. Cou2

3.3.1. Construction du modèle d'âge

Trois datations $^{230}\text{Th}/^{234}\text{U}$ par TIMS ont été réalisées sur Cou2 (Tableau 27). La correction détritique a été modifiée, par cohérence avec celle qui doit être appliquée à Cou1 (*cf. infra*, Construction du modèle d'âge de Cou1). En effet, lors de la construction du modèle d'âge de Cou1, il est apparu qu'une correction détritique avec une hypothèse de rapport d'activité $^{230}\text{Th}/^{232}\text{Th}$ de la fraction détritique égale à 0,63 était insuffisante et qu'une correction plus appropriée nécessitait une hypothèse de 1,7. Etant donné que les deux cavités appartiennent au même réseau karstique, les spéléothèmes n'étant éloignés que de quelques dizaines de mètres, le rapport d'activité de la fraction détritique de Cou2 est probablement égale à celle de Cou1. Quoi qu'il en soit, le contenu détritique de Cou2 étant faible, ce changement d'hypothèse pour la correction n'a quasiment aucune influence sur les âges calculés (Tableau 27).

Nom échantillon	Distance de la base (cm)	$(^{230}\text{Th}/^{232}\text{Th})$	Âge corrigé (ans/2005) hyp. détritique : $^{230}\text{Th}/^{232}\text{Th} = 0,63$			% erreur à 2σ	Âge corrigé (ans/2005) hyp. détritique : $^{230}\text{Th}/^{232}\text{Th} = 1,7$		
			+ erreur à 2σ	- erreur à 2σ			+ erreur à 2σ	- erreur à 2σ	
A	1,3	433,3	4770	4524	4,8	92952	4758	4513	
B	3,4	419,2	1942	1899	2,4	78745	1946	1902	
C	19,1	205,8	2553	2483	3,0	82481	2545	2476	

Tableau 27. Rappel des principaux résultats des datations $^{230}\text{Th}/^{234}\text{U}$ des échantillons de Cou2 et modification de la correction détritique propre au site de Coudoulous.

La correction détritique appliquée dans un premier temps à tous les spéléothèmes prenait comme hypothèse un rapport $^{230}\text{Th}/^{232}\text{Th}$ de la fraction détritique égal à 0,63, équivalent à celui utilisé pour les spéléothèmes de la grotte de Villars située non loin. Mais le cas de Cou1 a conduit à reconsidérer la question (*cf. infra*, « Construction du modèle d'âge de Cou1 ») et il semble finalement qu'un rapport de 1,7 serait plus valable pour le site de Coudoulous. Néanmoins, pour Cou2, les conséquences de cette modification sont négligeables.

Tout comme pour BDsup, ces trois datations ne permettront cependant pas de constituer un modèle d'âge fiable. En effet, la datation la plus proche de la base (A) n'est pas précise (*cf. « Résultats »*). Parce qu'elle est beaucoup plus ancienne que les autres (~13 ka de plus) et parce qu'il n'y a pas de hiatus de croissance dans Cou2, en particulier au niveau de la discontinuité de texture entre DCC et WPC (située entre les échantillons A et B), on peut seulement déduire que la croissance de la partie basale, de texture colonnaire compacte (DCC), a été très lente et s'est déroulée au cours du MIS 5b (*cf. « Résultats »*).

Quant aux deux autres datations, B et C, elles donnent des résultats sensiblement équivalents, en prenant en compte les marges d'incertitudes à 2σ (les âges médians sont en inversion chronologique). La partie à WPC de Cou2, de fabrique colonnaire ouverte nettement laminée, s'est donc probablement développée très rapidement, en quelques centaines d'années autour de 80 ka (*i.e.* au cours du MIS 5a, comme BDsup) et les alternances de lamines sont vraisemblablement annuelles.

De manière à pouvoir tout de même comparer l'enregistrement isotopique de Cou2 avec ceux fournis par d'autres spéléothèmes et d'autres archives climatiques, on propose ici une hypothèse de modèle d'âge, à titre indicatif. Pour la partie à WPC de Cou2, les âges médians de B et C sont en inversion chronologique. Le seul moyen d'utiliser ces deux datations pour construire un modèle d'âge est donc de vieillir B et de rajeunir C. Cela peut être fait dans la limite des incertitudes à 2σ . En effet, il n'existe pas d'argument pour mettre

en doute la validité de ces dates. Il y a donc une forte probabilité (94,7% à 2σ) que l'âge vrai des échantillons B et C soit compris dans les intervalles donnés ci-dessus. En utilisant les points de construction $[B+l'$ incertitude à $2\sigma]$ et $[C-l'$ incertitude à $2\sigma]$, on obtient l'intervalle de croissance maximal de la partie à WPC de Cou2, sur la base des datations disponibles. De plus, cette méthode donne un intervalle de croissance maximal d'environ 550 ans pour la partie à WPC, ce qui est assez proche du nombre d'alternances de lamines comptées dans cette partie (~410 ; cf. « Résultats »). La bonne cohérence entre ces données confirme que le modèle d'âge proposé pour la partie à WPC n'est pas trop éloigné de la réalité. Quant à la partie basale, la seule datation A ne permet pas de faire d'hypothèse constructive. Elle sera donc utilisée telle qu'elle mais on gardera à l'esprit que le calage chronologique du profil isotopique de la partie à DCC est sujet à caution.

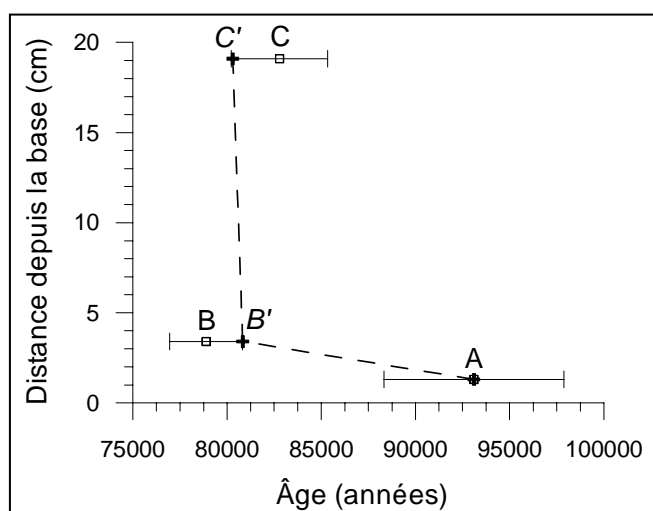


Figure 133. Dates fournies par les échantillons de Cou2 et proposition d'un modèle d'âge.

A, B et C : âges Th/U et marges d'incertitude à 2σ .

A, B' et C' : points de construction choisis pour le modèle d'âge de Cou2 (cf. texte).

Ligne tiretée : courbe de croissance d'après ce modèle d'âge.

3.3.2. Conditions de précipitation et interprétation du signal isotopique de Cou2

➤ Morphologie

La stalagmite Cou2 présente une morphologie plus régulière que les précédentes, en forme de chandelle. Cela suppose qu'il n'y a pas eu de modification de la position de l'égouttement ni de déstabilisation du talus sur lequel elle s'est développée au cours de sa croissance.

➤ Textures

Elle présente deux parties principales de texture très différente, séparées par une discontinuité abrupte :

- à la base, la calcite est sombre (translucide) et compacte, de fabrique colonnaire (DCC) ; des lamines dont la microporosité est extrêmement fine, observables seulement au microscope, s'intercalent en nombre variable entre les lamines poreuses visibles à l'œil nu ;
- au-dessus, la calcite est blanche et poreuse, nettement et régulièrement laminée, de fabrique colonnaire ouverte (WPC) ; les alternances de lamines s'organisent en faisceaux de 8 à 14 doublets.

Une dernière étape de précipitation forme les deux derniers millimètres du spéléothème. Sa texture est colonnaire compacte (DCC). Elle n'a pas été datée et un hiatus la sépare de la partie à WPC précédente.

Ces caractéristiques texturales permettent les interprétations suivantes :

- La DCC s'est vraisemblablement développée plus lentement que la WPC (même argumentation que pour BDinf, *cf. supra*)
- Les lamines poreuses microscopiques intercalées entre les lamines poreuses visibles à l'œil nu pourraient être annuelles, ce qui conforte l'hypothèse d'une croissance très lente de la DCC.
- La WPC a précipité rapidement et les alternances de lamines semblent annuelles.

Ces hypothèses concernant le taux de croissance de Cou2 sont confirmées par les datations (*cf. supra*).

- Le rythme de 8 à 14 doublets de lamines pourrait éventuellement refléter un forçage climatique externe, tel que l'activité solaire (cycle de 11 ans), mais aucun contrôle rigoureux ne permet pour l'instant d'étayer cette hypothèse.

Le rythme de 11 ans a fréquemment été remarqué dans divers enregistrements sédimentaires et biologiques (varves lacustres et cernes du bois notamment) et aussi parfois dans des spéléothèmes holocènes (Frisia *et al.*, 2003 ; Genty *et al.*, 1994a). Il a pu être enregistré dans le spéléothème par le biais de son impact sur la végétation et les micro-organismes du sol. En effet, ce forçage est susceptible d'influencer la photosynthèse par l'intermédiaire du rayonnement UV. La modification de la productivité organique entraîne une modification de la P_{CO_2} du sol qui à son tour va influencer les phénomènes de dissolution dans la zone épikarstique, puis les phénomènes de précipitation au niveau du spéléothème.

- Enfin, les 2 derniers millimètres sont de même texture que la base de Cou2. Ils pourraient annoncer la fin de la croissance de Cou2, avec un ralentissement de la vitesse de précipitation lié à une diminution de la saturation et de la minéralisation des eaux (?). On ne peut dire de quelle période date la précipitation de cette dernière partie mais on dispose de deux indices : 1) au niveau de la discontinuité D2, la WPC sous-jacente est légèrement érodée et altérée, ce qui suppose un intervalle d'arrêt de précipitation ; 2) le remplissage détritique de la cavité se poursuivant, Cou2 a été probablement recouvert par les sédiments au cours de l'OIS 4 (d'après l'analyse du remplissage).

➤ ***Interprétation paléoenvironnementale des relations texture-vitesse de croissance-isotopes stables***

Il est intéressant de croiser l'ensemble des données de Cou2 pour mieux comprendre les conditions de sa formation. Parce que ce type d'exposé est complexe, il est articulé autour d'une limite clairement définie, la discontinuité de texture entre la partie basale à DCC et la partie supérieure à WPC.

D'après le modèle d'âge (*cf. supra*), le taux de croissance de la partie à WPC est très rapide et celui de la partie basale à DCC est très lent (peut-être trop lent par rapport à la réalité ?). Cela rend la représentation de l'évolution des isotopes stables en fonction du temps peu pratique pour la discussion (Figure 134). C'est pourquoi celle-ci s'appuiera davantage sur la représentation de leur évolution en fonction de la distance au long de l'axe de croissance (Figure 135).

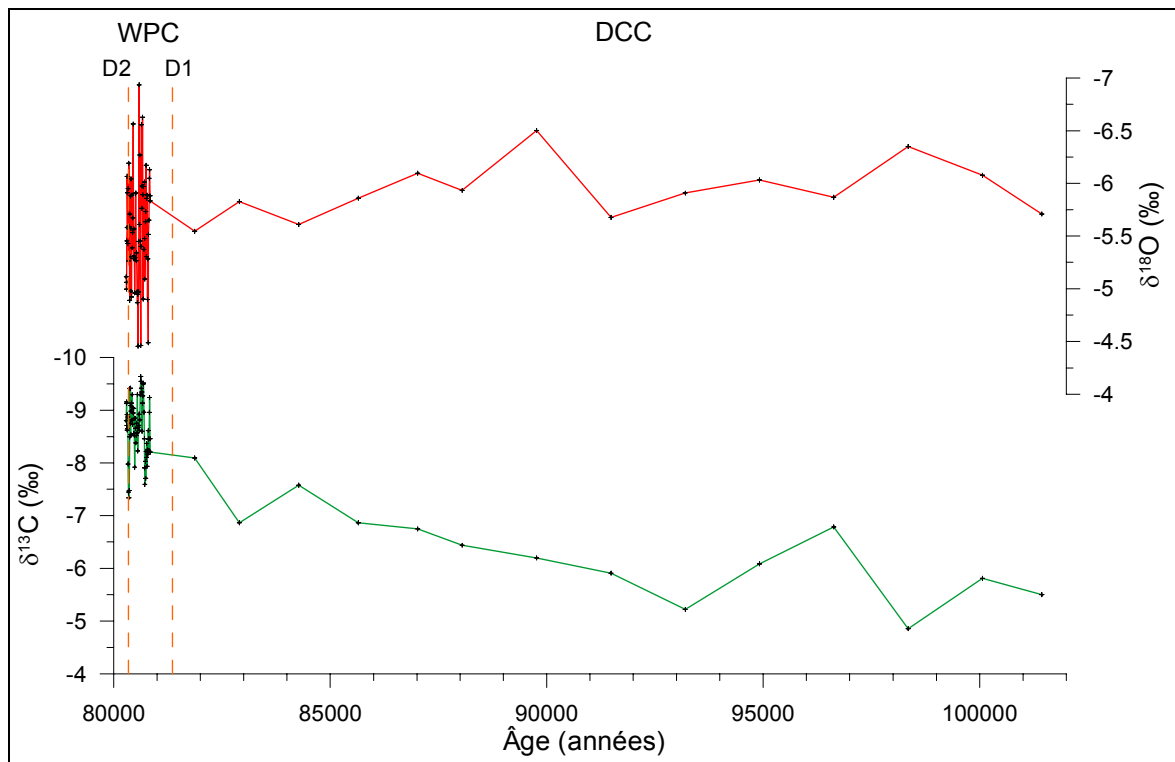


Figure 134. Variation du $\delta^{13}\text{C}$ et du $\delta^{18}\text{O}$ de Cou2 au cours du temps.

Le calage chronologique de cet enregistrement isotopique s'appuie sur le modèle d'âge présenté plus haut. Le taux de croissance calculé de la partie basale à DCC est vraisemblablement trop lent par rapport à la réalité. D1 et D2 : discontinuités de texture. WPC : *white porous calcite*. DCC : *dark compact calcite*.

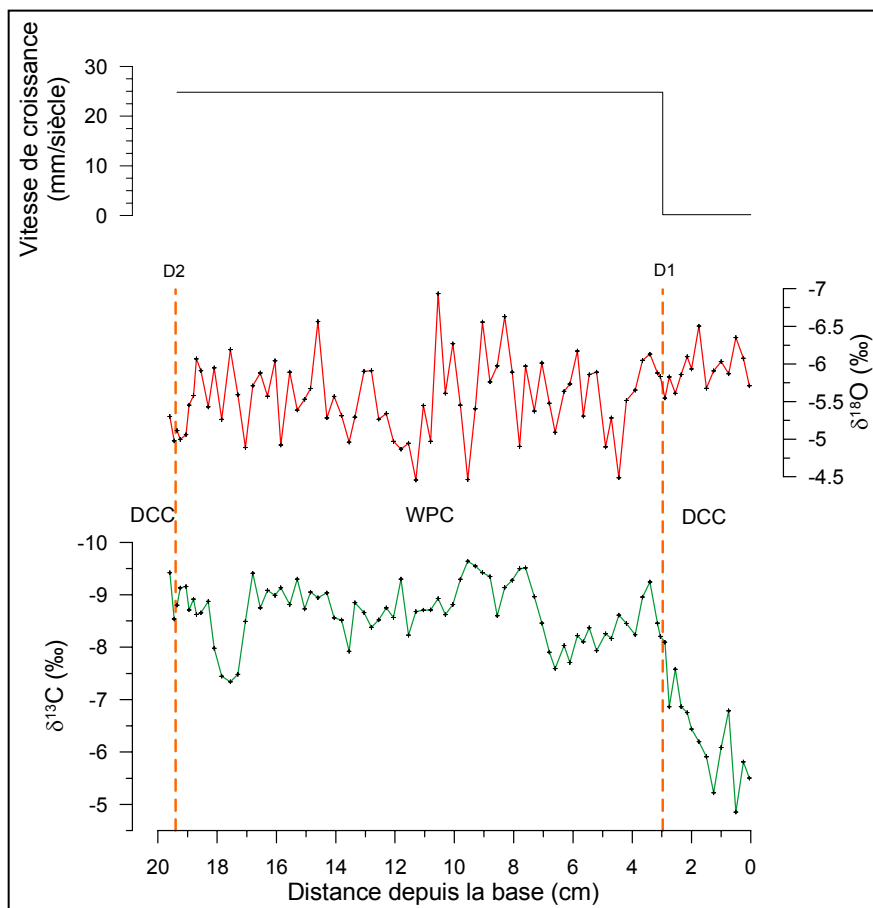


Figure 135. Variations des rapports isotopiques de l'oxygène et du carbone au cours de la croissance de Cou2 et évolution de sa vitesse de croissance sur la base du modèle d'âge proposé.

DCC : *dark compact calcite*.
WPC : *white porous calcite*.
D1 et D2 : discontinuités de texture.

○ La partie basale à *Dark Compact Calcite* (DCC)

L'enregistrement du $\delta^{13}\text{C}$ dans cette partie débute par des valeurs très positives qui diminuent fortement (de $\sim 3,2$ ‰) au cours des 3 cm de DCC tandis que le $\delta^{18}\text{O}$ est relativement stable.

Cela pourrait s'expliquer par :

- une diminution de la proportion de CO_2 atmosphérique dissout dans l'eau en liaison avec une augmentation de la proportion de CO_2 d'origine biogénique (*i.e.* une augmentation de l'activité biologique du sol) ;
- une augmentation du temps de résidence de l'eau dans le sol tandis que celui-ci devient plus épais, permettant à l'équilibre entre le CO_2 du sol et le CO_2 dissout d'être mieux atteint ;
- une diminution de l'impact des processus cinétiques et de l'évaporation sur le fractionnement isotopique.

Cette dernière hypothèse s'appuie sur l'idée que la DCC a précipité en déséquilibre isotopique (*cf.* test de Hendy dans « Résultats Cou2 ») et qu'une partie au moins de l'enrichissement isotopique en ^{13}C pourrait être d'origine cinétique. Toutefois, cette hypothèse est mise en doute par plusieurs aspects :

1) le $\delta^{18}\text{O}$ ne montre pas d'évolution au cours de la précipitation de la DCC or, si l'évaporation avait tenu un rôle important, il devrait être également affecté ;

2) le test de Hendy n'a été réalisé que sur une seule lamine dans la DCC ; outre le fait que ce nombre est insuffisant pour affirmer la validité du test, la nature de la lamine elle-même peut-être mise en question. En effet, d'une part, la calcite colonnaire compacte semble se former préférentiellement sous une faible sursaturation, près des conditions d'équilibre, sous un débit assez constant, modéré à haut (Frisia *et al.*, 2000). D'autre part, les quelques lamines visibles à l'œil nu dans cette partie ne sont pas annuelles mais correspondent plutôt à des événements particuliers. Plusieurs auteurs suggèrent que les lamines blanches poreuses se forment dans des grottes plus sèches (mais avec des eaux plus minéralisées et plus sursaturées) avec parfois des égouttements discontinus et de l'évaporation pendant les périodes estivales tandis que les lamines sombres compactes se forment préférentiellement pendant la saison humide hivernale, avec des eaux moins minéralisées (Baker *et al.*, 1997a ; Genty *et al.*, 1997a ; Niggemann *et al.*, 2003). Ainsi, il se pourrait que la lamine blanche testée corresponde à un événement d'assèchement saisonnier de la grotte particulièrement marqué. Celui-ci serait donc de fait associé à de l'évaporation et la covariation observée le long de cette lamine ne serait finalement pas représentative des conditions de précipitation de l'ensemble de la partie à DCC.

Finalement, l'hypothèse d'une diminution de l'impact des processus cinétiques et de l'évaporation n'est pas suffisante pour expliquer la variation observée de $\delta^{13}\text{C}$ dans la DCC tandis que le $\delta^{18}\text{O}$ reste stable. Ces processus ont pu jouer, mais leur impact n'est pas clairement défini.

Les deux premières hypothèses sont donc privilégiées. Elles sont étroitement liées puisque le développement du sol dépend en grande partie de l'activité biologique qui dépend elle-même du climat (plus tempéré et éventuellement plus humide). De plus, elles s'accordent avec, d'une part, la datation de cette partie (qui malgré son imprécision situe sa formation avant l'optimum du MIS 5a, donc dans une période d'amélioration climatique, initialement plus défavorable à la formation de spéléothème), d'autre part, le taux de croissance d'abord très lent de la DCC, qui devient très rapide après la discontinuité. Enfin, l'hypothèse d'une humidité insuffisante est rejetée puisque : 1) la fabrique colonnaire ne se forme que sous un égouttement relativement constant, dans des spéléothèmes toujours humides (*cf. supra*, Frisia *et al.*, 2000) ; 2) la DCC ne montre pas de signes d'altération ou de pollution or il est peu probable que la surface de Cou2 n'ait jamais été salie par quelques particules détritiques

dans ce contexte (*i.e.* sur un cône détritique en construction) ; ces particules ont donc dû être lavées.

En conclusion, la formation de la partie basale à DCC a pu commencer parce que l'activité biologique du sol au-dessus de la cavité était suffisante pour initier la précipitation. Cela est probablement le fait d'une amélioration climatique. Le signal déjà stabilisé du $\delta^{18}\text{O}$ alors que débute la précipitation pourrait représenter une température déjà stable tandis que l'activité biologique augmente peu à peu, le sol se développe et ainsi le $\delta^{13}\text{C}$ diminue. La faible sursaturation et concentration en Ca^{2+} des eaux expliquent le taux de croissance lent de cette partie (Dreybrodt, 1980). Le débit des eaux d'alimentation est suffisamment important et stable pour que le spéléothème ne s'assèche pas (ou rarement : formation des quelques lamines poreuses visibles à l'œil nu ?) et permette la précipitation d'une calcite colonnaire compacte propre.

Il aurait été intéressant d'avoir plusieurs datations dans cette partie, à haute résolution. Celles-ci auraient peut-être permis de confirmer cette hypothèse en montrant une accélération du taux de croissance parallèlement à la diminution du $\delta^{13}\text{C}$.

○ La partie supérieure à *White Porous Calcite* (WPC)

Dans cette partie, le signal du $\delta^{13}\text{C}$ continue de diminuer durant quelques millimètres après la discontinuité D1. Cependant, cela ne doit pas être interprété nécessairement comme l'indice que la tendance à la diminution du $\delta^{13}\text{C}$ se poursuit dans la WPC car il peut s'agir simplement d'une fluctuation de même type que celles qui suivent.

Dans l'ensemble de la WPC, la tendance de chaque signal est globalement stable, ce qui témoigne en faveur d'une certaine stabilité du climat et des conditions de précipitation. Toutefois, l'enregistrement du $\delta^{18}\text{O}$ montre des fluctuations abruptes rapides (jusqu'à ~2,5 % d'amplitude) tandis que celui du $\delta^{13}\text{C}$ est en général plus lissé (les fluctuations sont plus progressives et mesurent jusqu'à ~2 % d'amplitude). Ces fluctuations sont-elles le fait de variations climatiques ? de changements de régime hydrologique et/ou d'influence des processus cinétiques et de l'évaporation sur le fractionnement ? Le test de Hendy réalisé sur deux lamines de la WPC montre que le $\delta^{18}\text{O}$ reste stable tandis que le $\delta^{13}\text{C}$ s'enrichit latéralement. De plus, les enregistrements du $\delta^{18}\text{O}$ et du $\delta^{13}\text{C}$ ne montrent aucune co-variation au long de l'axe de croissance dans la WPC. Ces observations sont contraires à l'hypothèse selon laquelle les fluctuations du $\delta^{18}\text{O}$ seraient liées à l'influence variable des processus cinétiques ou de l'évaporation. Il faut donc supposer que ces variations sont d'origine climatique (changement de source des précipitations, variation de la pluviosité, variation de température) mais suffisamment peu durables et intenses pour ne pas être répercutées de manière évidente sur le signal du $\delta^{13}\text{C}$ (*i.e.* sur la végétation et l'activité biologique du sol). Enfin, les fluctuations du $\delta^{18}\text{O}$ semblent se produire avec une certaine périodicité (de l'ordre de 1 à 3 cm au long de l'axe de croissance).

Il pourra être intéressant d'analyser les rapports isotopiques de ce spéléothème à haute résolution (lamine par lamine à l'aide d'un micromill) afin, d'une part, de confirmer ou non cette périodicité apparente et, d'autre part, de tester la relation entre type de lamine et rapport isotopique.

La partie à WPC témoigne donc vraisemblablement d'un climat tempéré humide qui a favorisé le développement de la couverture pédologique et de son activité biologique. Cela s'est traduit par un taux de croissance très rapide du spéléothème via une forte minéralisation et sursaturation des eaux. Les lamines blanches poreuses sont plus épaisses que les sombres compactes et sont donc responsables de l'aspect global de la WPC. La lamination très nette peut être associée à un changement d'efficacité chimique des eaux pour

la précipitation de calcite : les lamines poreuses précipitent plus rapidement, grâce à des eaux plus efficaces (*i.e.* plus sursaturées et plus chargées en Ca^{2+} : Genty et Quinif, 1996 ; Niggemann *et al.*, 2003). Au contraire, le développement des lamines compactes semble fortement corrélé à l'excès d'eau (*i.e.* solutions plus diluées ; Genty, 1994 ; Genty *et al.*, 1997b ; Genty et Quinif, 1996).

Ainsi, plusieurs auteurs suggèrent que les lamines sombres compactes se développent préférentiellement durant la saison humide hivernale (avec des eaux moins minéralisées) tandis que les lamines blanches poreuses se développent dans des grottes plus sèches (mais avec des eaux plus minéralisées et une plus forte sursaturation), parfois sous des égouttements discontinus et de l'évaporation pendant les périodes estivales (Baker *et al.*, 1997a ; Genty *et al.*, 1997a ; Niggemann *et al.*, 2003). D'après les tests réalisés (*cf. supra*), il ne semble pas que de l'évaporation ait influencé le $\delta^{18}\text{O}$ de la WPC. Ainsi, il est peu probable que les égouttements aient été interrompus de manière saisonnière. En revanche, il est tout à fait envisageable qu'ils aient été ralentis durant la période estivale alors que l'eau était plus efficace chimiquement. Ainsi, les lamines poreuses pourraient être des lamines d'été et les lamines compactes des lamines d'hiver (dans la mesure où le temps de transfert des eaux est court à Coudoulous). Dans une stalagmite moderne de Belgique, les valeurs du $\delta^{18}\text{O}$ sont systématiquement plus hautes dans les lamines poreuses que dans les compactes et c'est le contraire pour les valeurs du $\delta^{13}\text{C}$ (Genty *et al.*, 1997b). Ces relations, à l'échelle de la lamine, sont proches de ce que l'on observe à l'échelle des changements de texture du spéléothème Cou2 : les valeurs de $\delta^{13}\text{C}$ sont plus basses dans la WPC (*i.e.* activité biologique du sol plus forte) que dans la DCC tandis que celles du $\delta^{18}\text{O}$ sont soit équivalentes, soit plus hautes dans la WPC que dans la DCC. Bien que les échelles de temps soient différentes, ces relations découlent probablement des mêmes processus puisque la WPC est constituée majoritairement par des lamines poreuses et, de même, la DCC peut être assimilée à un ensemble constitué majoritairement de lamines compactes. Là encore, il sera intéressant d'obtenir des données isotopiques lamine par lamine et également de multiplier les lamines testées (test de Hendy) pour s'assurer que l'évaporation n'a véritablement pas influencé le fractionnement isotopique de la WPC.

o La discontinuité de texture D1

Finalement, quel processus est à l'origine de la discontinuité de texture elle-même ?

À l'échelle macroscopique, cette discontinuité est franche tandis que sous microscope on s'aperçoit que la transition entre calcite compacte et calcite poreuse laminée se fait graduellement, à travers la succession de 5 alternances de lamines environ, soit en quelques saisons si on suppose qu'elles sont annuelles (*cf.* « Résultats »). Parmi les paramètres qui changent entre la DCC et la WPC et qui pourraient rendre compte de cette discontinuité, il y a :

- l'activité biologique du sol ;
- la régularité des égouttements (*i.e.* probablement plus variables saisonnièrement lors de la précipitation de la WPC que pour la DCC, *cf. supra*).

Cette transition à l'échelle de quelques saisons ne peut pas s'expliquer par une simple augmentation abrupte de l'activité biologique du sol, d'une part parce que cela prend du temps et d'autre part parce que les valeurs de $\delta^{13}\text{C}$ qui précèdent la discontinuité ne sont pas très différentes de certaines valeurs que l'on trouve ensuite dans la WPC. En revanche, on peut considérer que la différence principale entre la WPC et la DCC est l'apparition saisonnière de lamines poreuses. Il faut donc s'interroger sur les processus capables de favoriser leur précipitation.

À activité biologique constante, si les précipitations fluctuent, les eaux d'infiltration sont plus ou moins concentrées en Ca^{2+} et sursaturées vis à vis de la calcite (*i.e.* plus ou moins

efficaces chimiquement) et cela peut expliquer l'apparition de la lamination saisonnière dans la WPC. Inversement, à quantité d'eau d'infiltration constante, on pourrait objecter qu'une fluctuation de température peut faire varier l'activité biologique du sol (et par voie de conséquence, l'efficacité chimique des eaux, le taux de croissance du spéléothème et sa texture). Cependant, plusieurs observations mettent cette dernière hypothèse en doute :

- La précipitation des lamines blanches de la WPC serait donc due à une augmentation de température or, en moyenne, la WPC présente des $\delta^{18}\text{O}$ plus positifs que la DCC et l'influence de l'évaporation sur le fractionnement isotopique n'a pas été démontré ; cela est contraire à la corrélation négative habituellement observée dans la région entre les variations du $\delta^{18}\text{O}$ de la calcite et celles des températures (Genty *et al.*, 2003 ; Genty *et al.*, 2005b).
- Dans l'aire géographique de formation de Cou2, le climat a toujours présenté des variations saisonnières, elles devaient donc déjà exister lors de la formation de la DCC (peut-être d'amplitude moindre ?). Dans ce cas, comment expliquer l'absence de lamination saisonnière dans la DCC ou, au moins, une apparition progressive de la lamination saisonnière tandis que le $\delta^{13}\text{C}$ diminue et donc que l'activité biologique du sol s'intensifie ?

Par conséquent, l'hypothèse privilégiée pour expliquer la transition rapide vers une texture laminée saisonnièrement est celle de l'apparition d'une saisonnalité prononcée dans le régime des précipitations alors que l'activité biologique du sol a atteint son optimum (d'après la diminution des valeurs du $\delta^{13}\text{C}$ observée à travers la DCC précédente). Si la variation saisonnière de l'activité biologique en fonction de la température a joué un rôle dans la variation d'efficacité chimique des eaux d'alimentation de la WPC, il s'agit probablement d'un rôle secondaire.

Enfin, si les étés sont plus secs, peut-on envisager que le léger enrichissement isotopique du $\delta^{18}\text{O}$ dans la WPC soit dû à une évapo-transpiration plus importante que durant la précipitation de la DCC ? Cela pourrait s'accorder avec l'absence d'évaporation dans la cavité tel que suggéré par les résultats du test de Hendy.

Ici encore, on regrette l'absence d'une analyse à haute résolution des rapports isotopiques de Cou2 qui permettraient de vérifier la coïncidence des valeurs plus positives de $\delta^{18}\text{O}$ avec les lamines blanches poreuses.

➤ *Conclusions*

Dans ce paragraphe sont synthétisées les principales hypothèses retenues concernant les conditions de précipitation de Cou2 et l'interprétation de son signal isotopique.

Les variations de régime hydrologique et d'activité biologique du sol contrôlent les changements de vitesse de précipitation, de textures et de rapports isotopiques de Cou2.

Ainsi, la première partie à DCC s'est formée très lentement, sous des conditions humides (le débit des égouttements était probablement modéré à fort, à l'exception de quelques périodes de sécheresse enregistrées sous forme de lamines blanches visibles à l'oeil nu). Les eaux d'alimentation étaient peu minéralisées et peu sursaturées vis à vis de la calcite car l'activité biologique du sol était faible. D'après le signal du $\delta^{13}\text{C}$, celle-ci a continuellement augmenté à travers la période de précipitation de la DCC. Il s'agissait probablement d'une période d'amélioration climatique, voire de stabilisation des températures d'après le signal du $\delta^{18}\text{O}$. Dans ce cas, la diminution des valeurs du $\delta^{13}\text{C}$ tandis que celles du $\delta^{18}\text{O}$ étaient stables pourrait représenter l'inertie du développement de l'activité bio-pédologique par rapport à l'amélioration climatique. Ce type d'inertie a déjà été observé suite à des périodes de

dégradations majeures (*i.e.* glaciation, événement de Heinrich ; Genty *et al.*, 2003). La datation Th/U de cette portion est douteuse car elle induit une croissance des trois centimètres de DCC pendant plus de 15 000 ans. L'initiation de la précipitation aurait dans ce cas eu lieu pendant le MIS 5b ou près de la transition entre 5b et 5c. Sur la base de l'évolution des signaux isotopiques et de la texture de cette portion, on propose au contraire que sa croissance ait pris place au cours de la transition entre le MIS 5b et l'optimum du MIS 5a. Cette attribution chronologique sera donc à confirmer par des datations ultérieures à haute résolution (Th/U par ICP-MS par exemple).

La partie supérieure à WPC s'est formée plus rapidement, en quelques centaines d'années (400 à 500 ans d'après le nombre d'alternances, cohérent avec les datations). Elle présente une lamination saisonnière régulière et bien marquée. Les lamines blanches poreuses qui deviennent dominantes dans cette partie précipitent rapidement à partir d'eaux fortement minéralisées et sursaturées (*i.e.* plus efficaces chimiquement). Lors de la formation des lamines compactes, le débit pouvait être identique à celui présidant à la formation de la DCC. En revanche, il était vraisemblablement plus faible lors de la précipitation des lamines poreuses, de telle sorte que les solutions soient concentrées. Il semble en effet que cette plus forte concentration ne puisse pas être seulement liée à une forte augmentation saisonnière de l'activité biologique du sol dans la mesure où le signal du $\delta^{13}\text{C}$ est relativement stable et présente des valeurs en moyenne peu inférieures à celles atteintes vers la fin de la DCC. Ainsi, cette partie à WPC est essentiellement le fait de l'apparition d'une saisonnalité du régime hydrologique qui n'existait pas lors de la précipitation de la DCC. Les lamines blanches et poreuses, plus épaisses, se sont formées en période estivale tandis que les lamines sombres et compactes, plus fines, se sont formées en période humide hivernale.

Une meilleure datation de la partie basale à DCC, des tests de Hendy complémentaires sur quelques autres lamines, ainsi que des analyses à haute résolution (lamine par lamine) des isotopes stables et des éléments traces pourraient aider à mieux interpréter l'enregistrement paléoenvironnemental de Cou2 et, en particulier, son signal du $\delta^{18}\text{O}$.

3.4. Cou1

3.4.1. Construction du modèle d'âge

Quatre datations $^{230}\text{Th}/^{234}\text{U}$ ont été réalisées sur Cou1 (Tableau 28). La date C est en inversion chronologique par rapport aux dates D et E et doit être rejetée. On note qu'en rejetant la date C, le principe de parcimonie est appliqué : il est supposé que C est anormal car en inversion chronologique par rapport à D et E, mais une autre hypothèse plus « coûteuse » consistait au contraire à conserver C en supposant que D et E étaient à rejeter. Les autres dates s'organisent selon une courbe chronologique cohérente mais les marges d'erreur à 2σ sont importantes, ce qui rend cette chronologie peu fiable et exploitable pour le calcul des vitesses de croissance de Cou1. Seules des datations complémentaires à haute résolution permettront de répondre à ces incertitudes.

Nom échantillon	Distance de la base (cm)	Âge corrigé (années/2005)	+ erreur à 2σ (ans)	- erreur à 2σ (ans)	% erreur à 2σ
A	0,6	110453	4208	4040	3,8
B	5,3	106114	4989	4728	4,7
C	12,5	90543	4821	4566	5,3
D	14,3	104808	4373	4146	4,2
E	25,9	97187	2289	2232	2,4

Tableau 28. Rappel des principaux résultats des datations $^{230}\text{Th}/^{234}\text{U}$ des échantillons de Cou1.

La date de l'échantillon C est anormale et est rejetée.

Pour les autres spéléothèmes, les textures ont fourni quelques indications sur les taux de croissance permettant de construire le modèle d'âge qui semblait le plus approprié. Pour Cou1, cette approche semble un peu plus délicate. Cou1 présente globalement deux parties bien différentes :

- La première moitié de Cou1, entre les discontinuités D1 et D4 est de texture dendritique ou présente des faciès de transition entre fabrique dendritique et colonnaire ouverte ; les zones les plus dendritiques ne sont donc pas laminées. Plusieurs discontinuités interrompent cette partie et la calcite paraît légèrement plus teintée par des pollutions (argileuses ou organiques) que la partie supérieure.
- La seconde moitié de Cou1, entre les discontinuités D4 et D5, s'élargit nettement de part et d'autre de l'axe de croissance. Sa fabrique est généralement colonnaire ouverte, plus affirmée et régulière que dans la partie précédente (rappelant celle de la WPC de Cou2). Elle présente une fine lamination plus régulière que dans la partie précédente quoique toujours interrompue localement par des domaines dendritiques. Elle ne comporte pas de discontinuité interne.
- À partir de ~22 cm de la base, le diamètre de Cou1 diminue rapidement, jusqu'au sommet (du moins, jusqu'à D5 ; ensuite, la précipitation est latérale). La texture reste de type colonnaire ouverte jusqu'à la discontinuité D5.

On a vu que la calcite de fabrique colonnaire ouverte bien laminée, de même type que celle de la WPC de Cou2, précipite rapidement sous des égouttements soutenus tout au long de l'année. Les laminations sont vraisemblablement saisonnières, comme dans Cou2, les lamines blanches précipitant durant la période sèche estivale alors que les solutions sont plus concentrées en Ca^{2+} et plus sursaturées (*cf. supra* Discussion Cou2).

Quant à la fabrique dendritique, elle se forme dans des conditions de déséquilibre thermodynamique, sous des égouttements périodiquement très lents. Ceux-ci induisent un dégazage prolongé à la surface du spéléothème et par conséquent la solution devient

fortement sursaturée (Dreybrodt, 1988 ; Frisia *et al.*, 2000). Dans Cou1, la fabrique dendritique est associée à un diamètre restreint de la stalagmite (moins de 5 cm). Or, cette coïncidence a déjà été observée dans d'autres spéléothèmes (Dreybrodt, 1988 ; McDermott *et al.*, 1999) et a été associée à un débit extrêmement bas. Enfin, la présence de plusieurs discontinuités de croissance et de pollutions au niveau de ces discontinuités mais aussi réparties dans la masse calcitique confortent l'idée d'une sécheresse relative du spéléothème.

Les textures indiquent donc que le régime hydrologique était probablement plus soutenu durant la précipitation de la partie supérieure, à fabrique principalement colonnaire ouverte, que durant la précipitation de la partie inférieure, à fabrique majoritairement dendritique ou de transition. Mais qu'en est-il de la vitesse de croissance ? La vitesse de précipitation dépend tout autant, voire plus, de l'efficacité chimique de la solution que de son débit (Dreybrodt, 1980). Il est difficile d'apprécier si la vitesse de croissance de la fabrique dendritique est supérieure ou inférieure à celle de la fabrique colonnaire ouverte. En effet, si le débit est certainement inférieur, en revanche la sursaturation de la solution en surface du spéléothème est augmentée sous l'influence du dégazage prolongé. De plus, si le débit est faible, la concentration en Ca^{2+} et la sursaturation de la solution percolant jusqu'au spéléothème sont probablement accrues, selon le même processus qui préside à la formation des lamines blanches poreuses dans la calcite colonnaire ouverte. En lame mince, dans les faciès de transition entre dendritique et colonnaire où il est encore possible de distinguer des lamines, ces dernières présentent des épaisseurs comparables à celles des lamines visibles dans les zones franchement colonnaires. C'est peut être parce que le taux d'accrétion est sensiblement équivalent qu'il n'y a pas de différence d'épaisseur flagrante. Enfin, la réduction de diamètre des stalagmites qui accompagne la transition entre fabrique colonnaire et fabrique dendritique peut être attribuée seulement à la diminution du débit. Le débit est tellement lent lors de la précipitation de calcite dendritique que le film d'eau ne s'écoule pas, ou très peu, sur les côtés de la stalagmite et ne permet donc pas une précipitation latérale. Au contraire, la fabrique colonnaire précipite sous un débit plus soutenu permettant une précipitation de calcite plus loin de l'axe de croissance. Néanmoins, même si le débit est moindre et ne permet pas une croissance latérale de la stalagmite, l'efficacité chimique de la solution peut être suffisante pour induire un taux d'accrétion vertical important.

En l'absence de données à ce sujet, il n'est donc pas possible de conclure. Contrairement à ce qui a été fait pour les autres spéléothèmes, l'évolution des textures n'interviendra donc pas dans le choix des points de construction du modèle d'âge.

La courbe de croissance passant par l'âge médian de chaque datation présente tout de même une anomalie entre les dates B et D, avec une pente très forte qui ne paraît pas justifiée (Figure 136). En effet, aucune différence notable sur la section polie de Cou1 n'apparaît entre les portions situées entre A et B, d'une part, et entre B et D, d'autre part. Cette rupture de pente est donc vraisemblablement exagérée du fait de l'utilisation des âges médians alors qu'en réalité, les incertitudes à 2σ sont très grandes (± 4 ka). Pour gommer cette rupture de pente qui paraît artificielle, l'âge médian de B n'est pas utilisé comme point de construction et A et D sont directement reliés (Figure 136).

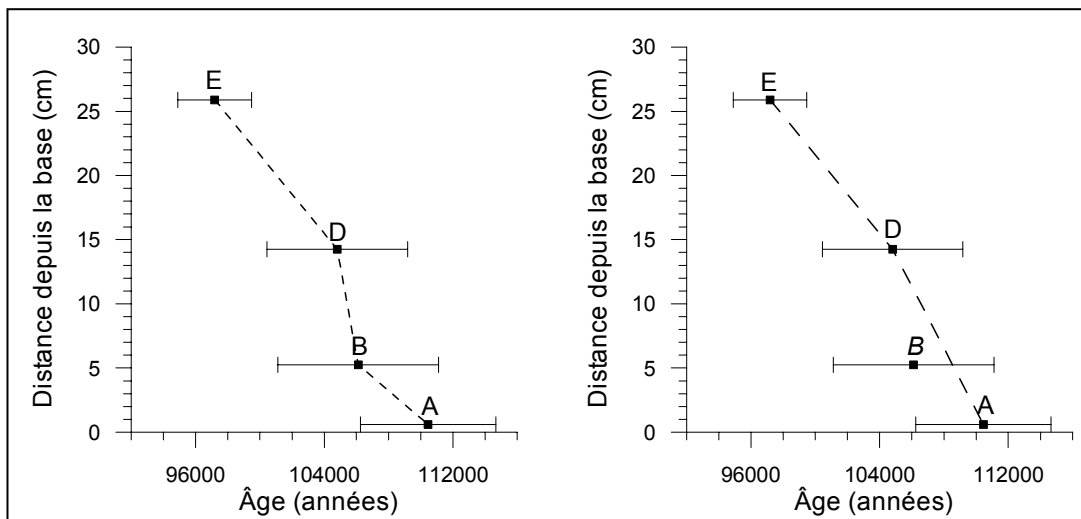


Figure 136. Datations Th/U fournies par les échantillons de Cou1 et choix des points de construction du modèle d'âge.

La date C, en inversion chronologique, a été retirée. Ici, la correction détritique appliquée prend pour hypothèse un rapport d'activité du $^{230}\text{Th}/^{232}\text{Th}$ de la fraction détritique égal à 0,63, comme pour les autres spéléothèmes. À gauche, la courbe de croissance passant par les âges médians de ces datations présente une pente trop forte entre B et D, qui ne semble pas correspondre à une réalité (*cf.* texte). À droite, l'âge médian de B est exclu et le modèle d'âge s'appuie sur les âges médians de A, D et E.

Par ailleurs, d'après les datations obtenues, la période de croissance de Cou1 devrait se situer entre $110,4 \pm 4,2$ et $97,2 \pm 2,3$ ka. Or cela signifie que la précipitation de Cou1 s'est initiée au cours de l'OIS 5d, c'est à dire au cœur d'une période de détérioration climatique, et s'est arrêtée durant l'optimum climatique de l'OIS 5c (Figure 137). Sans que cela soit impossible, c'est statistiquement assez surprenant puisque la fréquence de croissance des spéléothèmes est généralement bien corrélée avec les épisodes climatiques les plus cléments (*e.g.* Gascoyne et Ford, 1984 ; Gordon *et al.*, 1989 ; *cf.* « Etat des connaissances »). Les autres spéléothèmes discutés jusqu'ici (*i.e.* BDinf, BDSup et Cou2) ont tous confirmé cette observation en se développant au cours des optima de l'OIS 5e et 5a.

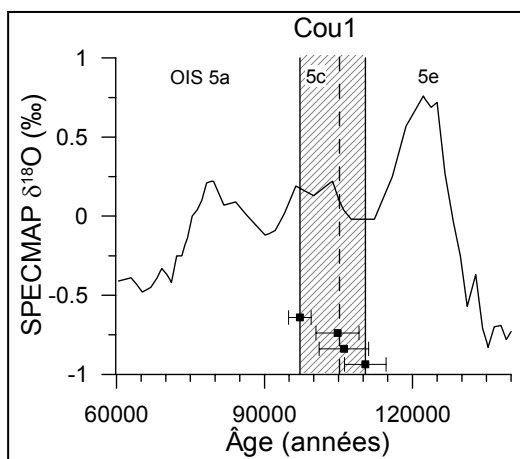


Figure 137. Période de croissance de Cou1.

La correction détritique appliquée à ces datations prend pour hypothèse un rapport d'activité du $^{230}\text{Th}/^{232}\text{Th}$ de la fraction détritique égal à 0,63, comme pour les autres spéléothèmes. On constate que la période de croissance n'est pas centrée sur l'OIS 5c, ce qui est probablement anormal (*cf.* texte). La ligne verticale tiretée représente la discontinuité D4. Courbe SPECMAP d'après Martinson *et al.* (1987).

Aussi, les âges médians fournis par ces datations pourraient être légèrement trop vieux par rapport aux âges réels. En les « rajeunissant » pour la construction du modèle d'âge, la période de croissance de Cou1 pourrait débuter lors de l'amélioration climatique entre l'OIS 5d et 5c et se terminer à la fin de l'optimum de l'OIS 5c, lors de la dégradation vers le 5b.

Cela serait cohérent, d'une part, avec la plus grande probabilité que Cou1 (et le plancher stalagmitique dans lequel il s'inscrit) se soit développé au cours d'un épisode clément et, d'autre part, avec les indications fournies par la succession des textures. En effet, celles-ci indiquent un régime de précipitation d'abord faible et contrasté, puis plus fort mais toujours avec une certaine saisonnalité, et enfin une diminution rapide avant l'arrêt de croissance de Cou1 (*cf. supra*). Or, si l'on admet que sous ces latitudes moyennes, en marge de l'océan Atlantique, les épisodes tempérés sont marqués par un régime de précipitations plus intense que les épisodes froids, alors les textures de Cou1 indiquent également une amélioration climatique, suivie d'un optimum puis d'une dégradation rapide.

Il existe plusieurs manières de procéder au léger rajeunissement de ces dates. Tout d'abord, parce que les incertitudes à 2σ sont importantes, on pourrait se contenter d'utiliser les âges médians moins l'incertitude. Toutefois, il faudrait comprendre pourquoi toutes les datations de Cou1 ont été systématiquement vieillies. Deux principaux processus conduisent au vieillissement artificiel d'une datation Th/U : l'apport de ^{232}Th allochtone, avec les pollutions détritiques, ou la fuite d'uranium du système cristallin, si celui-ci est ouvert après la précipitation, au gré d'un lessivage ou d'une recristallisation.

Le spéléothème Cou1 est très poreux : pourrait-il avoir permis des lessivages exportant de l'uranium ? Si tel avait été le cas, étant donné la structure très fine et fragile de la calcite qui constitue ce spéléothème, cela aurait vraisemblablement donné lieu à des phénomènes de dissolutions-reprécipitations. Or, on ne distingue pas de précipitations secondaires en lame mince entre les discontinuités D1 et D5. De même, les seules recristallisations visibles sont situées dans le plancher basal (sous D1) et dans la dernière phase de précipitation lenticulaire (après D5) et ne concernent aucunement les emplacements échantillonnés pour les datations. Si de l'uranium n'a pas été exporté, alors probablement que du thorium a été importé. Les rapports $^{230}\text{Th}/^{232}\text{Th}$ des échantillons de Cou1 sont beaucoup plus faibles que ceux observés dans les autres spéléothèmes (entre 24 et 67 pour les échantillons A, B, D, E). Cela signifie que du Th non radiogénique, apporté avec les particules détritiques, a été incorporé dans la calcite. C'est tout à fait vraisemblable étant donné que la calcite de Cou1 est relativement sale (pollutions visibles en lame mince). Aussi, peut être que la correction détritique appliquée à ce spéléothème doit être revue à la hausse. Le rapport d'activité $^{230}\text{Th}/^{232}\text{Th}$ de la fraction détritique dans l'environnement de Coudoulous n'a pas été mesuré. Un rapport de 0,63 a donc été pris par équivalence avec celui utilisé pour les calculs d'âge des spéléothèmes de la grotte de Villars (il s'agit d'une valeur moyenne globale, d'après la littérature). Parce que les autres spéléothèmes sont peu pollués, la correction détritique n'induit de toutes façons qu'un faible ajustement, quel que soit le rapport choisi. En revanche, il apparaît que pour Cou1, qui est plus pollué, l'ajustement induit par un rapport de 0,63 est insuffisant. Cela semble montrer que le véritable rapport $^{230}\text{Th}/^{232}\text{Th}$ de la fraction détritique à Coudoulous est plus élevé que cette valeur moyenne. D'après Kaufman (1993), le rapport statistiquement le plus valable à utiliser dans une région où le $^{230}\text{Th}/^{232}\text{Th}$ de la fraction détritique n'a pas été étudié est 1,7. Pour Cou1, différentes hypothèses ont été envisagées (*i.e.* rapports d'activité $^{230}\text{Th}/^{232}\text{Th}$ de la fraction détritique compris entre 0,63 et 1,7) qui induisent un rajeunissement de chaque âge médian contenu dans l'intervalle d'incertitude négatif (Figure 138).

Finalement, l'hypothèse d'un rapport d'activité égal à 1,7 semble bien être la plus appropriée pour que la période de croissance de Cou1 coïncide avec l'amélioration climatique entre l'OIS 5d et 5c, l'optimum du 5c et le début de la dégradation vers le 5b (Figure 139).

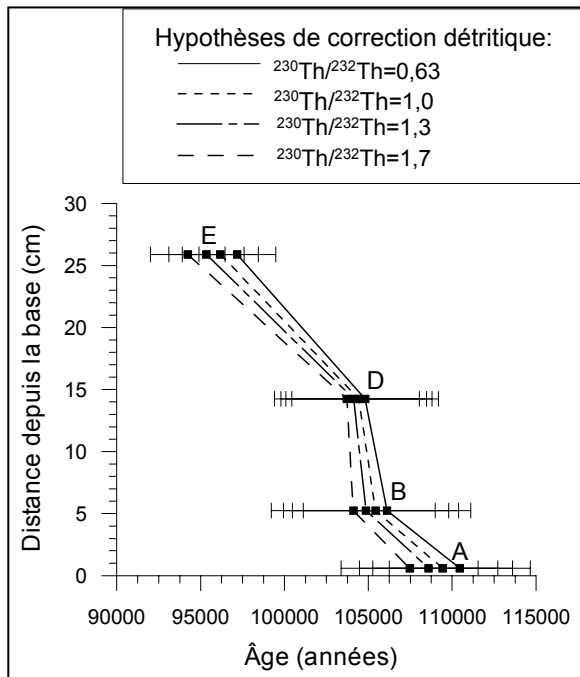
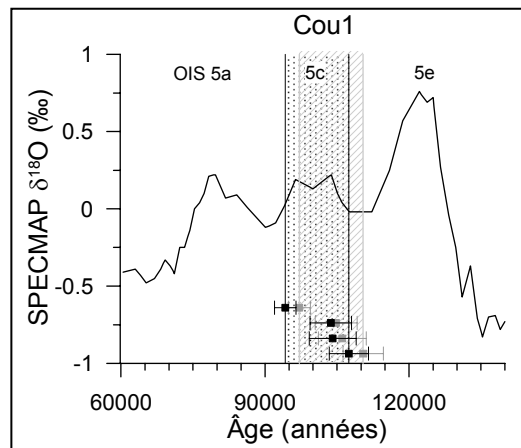


Figure 138. Décalage des datations de Cou1 en fonction de la correction détritique appliquée. Les hypothèses de rapports d'activité du $^{230}\text{Th}/^{232}\text{Th}$ de la fraction détritique varient entre 0,63 (*i.e.* comme pour les autres spéléothèmes) et 1,7. La date D est la moins affectée par les corrections puisque cet échantillon présente le rapport $^{230}\text{Th}/^{232}\text{Th}$ le plus élevé.

Figure 139. Période de croissance de Cou1 sur la base de datations recalculées avec une correction détritique supérieure.

En gris : période de croissance de Cou1 avec la même correction détritique que celle appliquée aux autres spéléothèmes.

En noir : période de croissance avec une correction plus forte, car Cou1 est davantage pollué. L'hypothèse retenue pour le rapport d'activité du $^{230}\text{Th}/^{232}\text{Th}$ de la fraction détritique est égale à 1,7. Ainsi, la période de croissance de Cou1 est bien centrée sur l'OIS 5c et concorde vraisemblablement davantage avec les indications données par les textures sur le régime des précipitations (*cf.* texte).



Finalement, la courbe de croissance de Cou1 s'appuie sur les dates corrigées A, D et E et s'étire entre 107,5 et 94,2 ka (Tableau 29 ; Figure 140).

Nom échantillon	Distance de la base (cm)	$^{230}\text{Th}/^{232}\text{Th}$	Âge corrigé (ans/2005) hyp. détritique $^{230}\text{Th}/^{232}\text{Th} = 0,63$	Âge corrigé (ans/2005) hyp. détritique $^{230}\text{Th}/^{232}\text{Th} = 1,7$	+ erreur à 2σ (ans)	- erreur à 2σ (ans)
A	0,6	25,7	110453	107469	4086	3927
B	5,3	36,8	106114	104106	4886	4636
D	14,3	66,6	104808	103721	4321	4099
E	25,9	24,0	97187	94233	2220	2166

Tableau 29. Datations $^{230}\text{Th}/^{234}\text{U}$ de Cou1 retenues pour établir le modèle d'âge.

La correction détritique appliquée dans un premier temps à tous les spéléothèmes prenait comme hypothèse un rapport $^{230}\text{Th}/^{232}\text{Th}$ de la fraction détritique égal à 0,63, équivalent à celui utilisé pour les spéléothèmes de la grotte de Villars située non loin. Cependant, le cas de Cou1 a conduit à reconsidérer cette hypothèse et un rapport de 1,7 a finalement été privilégié (*cf.* texte). Pour la construction du modèle d'âge, la date C, en inversion chronologique, a été retirée. Quant à la date B, bien que correcte, son âge médian ne peut pas être pris en compte car cela induirait une rupture de pente non justifiée entre A et D (*cf.* texte). Les données en italique sont présentées à titre d'information.

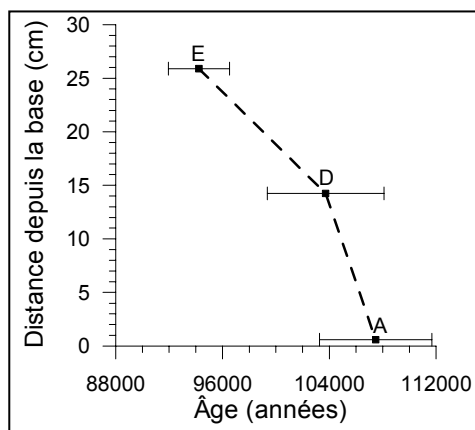


Figure 140. Proposition d'un modèle d'âge pour Cou1.

Les dates A, D et E ont été retenues pour le modèle d'âge. Elles sont corrigées avec l'hypothèse que le rapport d'activité du $^{230}\text{Th}/^{232}\text{Th}$ de la fraction détritique est égal à 1,7 (*cf.* texte).

3.4.2. Conditions de précipitation

➤ Textures et morphologie

Dans le cadre de la construction du modèle d'âge de Cou1, la question de l'interprétation des textures en termes de vitesse de précipitation a déjà été abordée (*cf. supra*). Il en ressort que dans le cas de Cou1, les textures changent plus probablement en fonction du débit des égouttements, sans que celui-ci soit nécessairement proportionnel au taux d'accrétion.

Les principaux éléments peuvent être synthétisés comme suit :

- La moitié inférieure de Cou1, entre les discontinuités D1 et D4, présente globalement une fabrique dendritique ou une fabrique de transition avec la fabrique colonnaire ouverte. Le diamètre de la stalagmite mesure alors moins de 5 cm. Cette partie s'est donc formée pendant une période où le régime des précipitations était faible et contrasté. De multiples sécheresses ont interrompu la croissance de Cou1, saisonnières ou parfois plus durables (discontinuités de croissance, de durée inconnue).
- La moitié supérieure de Cou1 (à l'exception du sommet), entre les discontinuités D4 et D5, s'élargit nettement et ne comporte pas de discontinuité de croissance interne. La fabrique colonnaire ouverte est plus affirmée et nettement laminée. Les ressemblances avec la WPC de Cou2, formé à quelques dizaines de mètres, suggèrent que la lamination est également saisonnière et que la précipitation a été relativement rapide. La fabrique colonnaire se forme sous des égouttements plus soutenus tout au long de l'année, même si des fluctuations saisonnières ont pu exister. Les lamines blanches poreuses sont vraisemblablement des lamines de saison estivale (dans la mesure où le temps de transfert des eaux est court à Coudoulous) : ces lamines plus épaisses ont précipité rapidement grâce à des solutions plus concentrées en Ca^{2+} et plus sursaturées l'été (*cf. supra* « Discussion » Cou2).
- Au sommet, à partir de ~22 cm de la base, le diamètre de Cou1 diminue rapidement. La fabrique reste majoritairement de type colonnaire ouverte jusqu'à la discontinuité D5. Le débit diminue donc dans cette partie, mais il n'est pas encore assez lent et contrasté pour que de la calcite dendritique réapparaisse.
- La calcite dendritique réapparaît dans la dernière phase de précipitation après D5, mais elle précipite latéralement par rapport au sommet et son âge est inconnu.

La précipitation de Cou1 signifie *a minima* que de l'eau liquide était disponible et que l'activité biologique du sol était suffisante pour obtenir des eaux sursaturées. Toutefois, la sursaturation des égouttements n'avait pas besoin d'être importante pour que de la calcite dendritique précipite car sous des égouttements très lents, le dégazage prolongé en surface du spéléothème peut accroître suffisamment la sursaturation.

L'apparition de calcite dendritique dans Cou1 a probablement été favorisée par son contexte : Cou1 s'est formé dans un aven, à flanc de coteau, sous quelques mètres seulement de toit calcaire largement fissuré. Le temps de résidence de l'eau dans la zone vadose devait donc être relativement court et par conséquent le débit des égouttements hautement variable, avec de fréquentes périodes d'assèchement. De plus, dans cet aven, un milieu largement ouvert sur l'extérieur, la P_{CO_2} de l'air devait être équivalente à celle de l'atmosphère de surface et de l'évaporation devait exister dans la cavité, particulièrement l'été. Ces deux paramètres ont pu contribuer à accentuer le dégazage des solutions alimentant Cou1, augmentant ainsi leur sursaturation en surface du spéléothème.

Il existe cependant une autre hypothèse pour expliquer la présence de calcite dendritique dans Cou1 : dans la mesure où Cou1 se trouvait très probablement dans la zone photique de l'aven, une précipitation biochimique liée à l'action de cyanobactéries de type *Geitleria* (Jones et Kahle, 1993) pourrait être envisagée. Leur action n'a jamais été démontrée dans les spéléothèmes mais elle est suspectée pour la calcite dendritique des pisolithes et des travertins de sources chaudes (Jones et Kahle, 1993). Aussi, bien que cette hypothèse soit peu probable, elle mérite d'être testée car les travaux sur la question sont très rares. Jusqu'ici, des observations au MEB de la structure dendritique ont été tentées mais n'ont rien donné. D'autres essais au MEBE (microscope électronique à balayage environnemental) pourraient être effectués, ainsi qu'une extraction chimique des restes organiques (par dissolution de la structure carbonatée) pour rechercher d'éventuelles gaines bactériennes.

Enfin, l'apparition de fabrique colonnaire témoigne d'un changement climatique. D'une part, le régime des précipitations était plus soutenu, mais d'autre part, les percolations devaient avoir une P_{CO_2} et une concentration en Ca^{2+} plus importante après leur passage dans le sol car sous des égouttements rapides, le dégazage ne peut pas être aussi prolongé que sous des égouttements lents (comme ceux qui alimentaient la calcite dendritique) et la sursaturation des solutions ne peut pas être autant augmentée en surface des spéléothèmes. L'efficacité chimique des solutions alimentant la précipitation est donc vraisemblablement moins le fait des processus cinétiques (comme pour la fabrique dendritique) que celui de l'activité biologique du sol, au gré d'une amélioration climatique.

➤ ***Interprétation paléoenvironnementale des relations textures-isotopes stables***

La morphologie et la texture de Cou1 ont enregistré deux principales phases climatiques, distinctes par leur régime hydrologique. Comment celles-ci se traduisent-elles dans les enregistrements isotopiques ? Ces derniers apportent-ils des compléments d'information sur l'évolution des paléoenvironnements au cours de la croissance de Cou1 ?

Les deux parties distinguées précédemment sur la base de leur texture, situées de part et d'autre de la discontinuité D4, se distinguent également par leur signal isotopique (Figure 141).

Ainsi, la partie inférieure, entre D1 et D4, de fabrique majoritairement dendritique ou de transition entre dendritique et colonnaire ouverte, présente des valeurs de $\delta^{13}\text{C}$ très variables (amplitude maximum de 7,3 ‰) et positives (entre -7,1 et 0,2 ‰), tandis que ses valeurs de $\delta^{18}\text{O}$ sont assez stables (amplitude maximum de 1,4 ‰, entre -4,0 et -5,4 ‰). Dans la partie supérieure, de fabrique globalement colonnaire ouverte, les valeurs de $\delta^{13}\text{C}$ sont beaucoup plus homogènes (amplitude de 2,8 ‰) et négatives (entre -7,5 et -4,8 ‰) tandis que les valeurs de $\delta^{18}\text{O}$ sont plus variables (amplitude de 1,7 ‰) et plus négatives (entre -4,6 et -6,3 ‰).

L'enrichissement en ^{13}C de la fabrique dendritique est un caractère récurrent, lié à la précipitation dans des conditions de déséquilibre, qui peut s'accompagner d'un enrichissement en ^{18}O (Frisia *et al.*, 2000). Outre l'enrichissement d'origine cinétique (*i.e.* lié à un dégazage prolongé), le contexte géomorphologique et le climat ont pu contribuer à donner au $\delta^{13}\text{C}$ ces valeurs si positives :

- Si la précipitation de Cou1 s'est initiée au cours d'une phase d'amélioration climatique, suite à une période froide durable (OIS 5d), le sol était probablement en cours de reconstruction (on note qu'aujourd'hui encore le sol est très mince et peu évolué, de type rendosol). Le taux de production de CO_2 biogénique pouvait être encore faible et par conséquent la proportion de CO_2 biogénique par rapport au CO_2 atmosphérique dissout dans les eaux d'infiltration était réduite, se traduisant par des valeurs plus positives du $\delta^{13}\text{C}$ du carbone inorganique dissout (DIC) dans les eaux d'infiltration puis dans le spéléothème ($\delta^{13}\text{C}_{\text{CO}_2 \text{ atm}} = \sim -7\text{‰}$; $\delta^{13}\text{C}_{\text{CO}_2 \text{ biogq}}$ entre ~ -26 et -20 ‰ pour une végétation de type C3 ; Baldini *et al.*, 2005 ; Cerling, 1984 ; Deines, 1980).

- Cou1 s'est développé sous un toit relativement peu épais (quelques mètres) et intensément fissuré qui devait constituer une zone vadose très perméable. Or, si l'infiltration des eaux est trop rapide, l'équilibration du CO_2 atmosphérique dissout avec le CO_2 du sol est incomplète. La proportion de CO_2 atmosphérique en solution est donc plus forte, ce qui se traduit par un $\delta^{13}\text{C}$ plus positif (Amundson *et al.*, 1996 ; Baker *et al.*, 1997b).

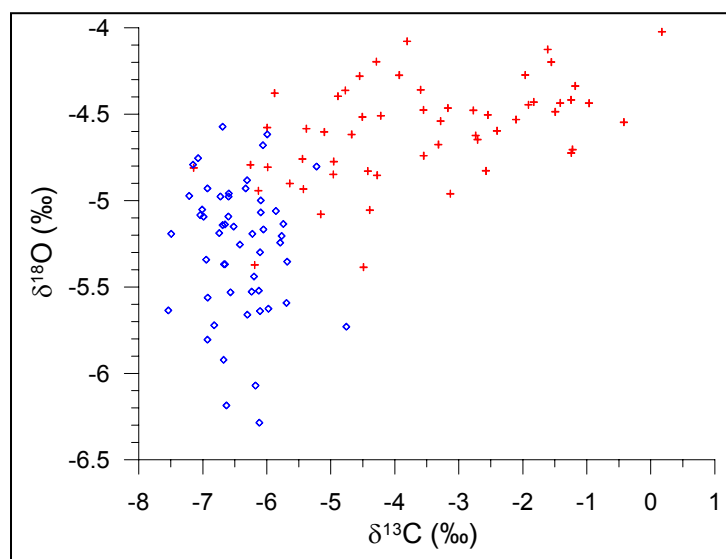


Figure 141. Diagramme $\delta^{13}\text{C}$ - $\delta^{18}\text{O}$ des dosages de Cou1 entre les discontinuités D1 et D5.

Les portions de spéléothème dont l'attribution chronologique est incertaine ont été exclues (plancher basal sous D1 et sommet lenticulaire après D5). Les symboles losangiques bleus représentent les dosages de la partie supérieure de Cou1, entre D4 et D5, de fabrique majoritairement colonnaire ouverte. Les symboles en croix rouge représentent les dosages de la partie inférieure de Cou1, entre D1 et D4, de fabrique majoritairement dendritique ou de transition.

Les valeurs de $\delta^{18}\text{O}$ de la fabrique dendritique sont plus délicates à interpréter : le fait qu'elles soient plus positives que dans la partie supérieure, colonnaire, signifie probablement que les processus cinétiques étaient plus importants, comme cela est suggéré par le $\delta^{13}\text{C}$ et par la fabrique (*cf. supra*). Toutefois, si de l'évaporation a influencé la précipitation, pourquoi les valeurs ne sont-elles pas plus contrastées ? Par ailleurs, est-ce

qu'une partie au moins de l'enrichissement en ^{18}O par rapport à la partie supérieure ne pourrait pas être d'origine climatique ? Si la précipitation de cette partie a eu lieu au cours de l'amélioration climatique entre l'OIS 5d et le 5c, peut-être que c'est là l'empreinte de températures plus basses ou d'une pluviométrie plus réduite. Cette hypothèse est cohérente avec celles proposées pour interpréter la précipitation sous forme dendritique et, pour partie, l'enrichissement en ^{13}C .

Quant à la fabrique colonnaire de la partie supérieure, les valeurs plus négatives et moins variables du $\delta^{13}\text{C}$ peuvent être attribuées à plusieurs facteurs :

- le régime des précipitation étant plus soutenu toute l'année, le débit des égouttements est suffisamment régulier et abondant pour que le dégazage ne se prolonge pas autant que dans la partie précédente ;
- le taux de production de CO_2 biogénique a augmenté au gré d'une amélioration climatique ; la proportion de CO_2 du sol incorporé dans les eaux d'infiltration est donc plus importante et par conséquent le $\delta^{13}\text{C}$ du DIC et du spéléothème diminuent ;
- l'activité biopédologique augmentant, le sol s'est un peu épaissi et a évolué, ce qui lui donne des capacités de rétention d'eau plus grande ; le temps de résidence de l'eau étant plus long, l'équilibration du CO_2 dissous est plus complète.

Les fluctuations du $\delta^{18}\text{O}$ dans la calcite globalement colonnaire ouverte sont légèrement supérieures à celles de la calcite majoritairement dendritique. Logiquement, l'influence des processus cinétiques sur le fractionnement de l'oxygène a dû être plus forte lors de la précipitation de la partie dendritique (à cause du débit très lent et irrégulier des égouttements). Aussi, ces plus grandes fluctuations dans la partie colonnaire pourraient être contrôlées par le climat.

L'observation de l'évolution du signal isotopique au cours de la croissance de Cou1 permet de détailler encore les relations entre textures, isotopes et conditions de précipitation (Figure 142).

Tout d'abord, on distingue clairement les deux parties séparées par la discontinuité D4. La morphologie de la courbe du $\delta^{13}\text{C}$ rappelle celle de Cou2, avec une première phase de précipitation qui enregistre des $\delta^{13}\text{C}$ très positifs et variables puis une discontinuité (D4) précède une seconde phase de précipitation dans laquelle le $\delta^{13}\text{C}$ est plus négatif et stable. Toutefois, tandis que la DCC de Cou2 a précipité très lentement, la calcite dendritique de Cou1 aurait précipité assez rapidement (si le modèle d'âge est proche de la réalité). Quant au $\delta^{18}\text{O}$, sa tendance est globalement stable pendant tout l'enregistrement mais ses valeurs sont plus positives avant D4 qu'après. Ces observations ont déjà été interprétées plus haut, sur la base du diagramme $\delta^{13}\text{C} - \delta^{18}\text{O}$.

Par ailleurs, on constate que non seulement la texture de la partie supérieure ressemble à la WPC de Cou2, mais également son enregistrement isotopique. Les conditions de précipitation doivent donc être similaires (cf. « Discussion » Cou2 WPC). La tendance globalement stable des rapports isotopiques témoigne d'une certaine stabilité du climat. Toutefois, le signal du $\delta^{18}\text{O}$ montre des fluctuations abruptes rapides (de moindre amplitude que dans la WPC de Cou2) qui ne semblent pas être dues à l'influence variable des processus cinétiques ou de l'évaporation (cf. test de Hendy et l'absence de covariation entre $\delta^{18}\text{O}$ et $\delta^{13}\text{C}$). Des variations climatiques sont donc probablement à l'origine de la variabilité du $\delta^{18}\text{O}$ mais elles sont suffisamment peu durables et intenses pour ne pas se répercuter sur le signal du $\delta^{13}\text{C}$. Les lamines blanches poreuses, plus épaisses que les lamines compactes, sont probablement des lamines de saison estivale, durant laquelle les eaux d'infiltration sont

plus efficaces chimiquement et induisent une précipitation plus rapide. La variabilité du signal du $\delta^{18}\text{O}$ enregistré dans cette partie pourrait également être le fait d'une variation de la pluviosité. Comme pour la WPC de Cou2, il sera intéressant de tester la variabilité du $\delta^{18}\text{O}$ en fonction du type de lamine et de voir si celle-ci présente une réelle périodicité.

Enfin, on remarque également que les discontinuités D2, D4 et D5 sont clairement précédées par des pics positifs de $\delta^{13}\text{C}$ (c'est un peu moins net pour D3). Cela pourrait confirmer l'hypothèse selon laquelle les discontinuités sont liées à des épisodes d'assèchement durable du spéléothème. Ces épisodes sont précédés par un ralentissement des égouttements qui conduit à l'accentuation des processus de dégazage prolongé, de sursaturation en surface du spéléothème et de précipitation d'une calcite enrichie en ^{13}C . Immédiatement après les discontinuités D1, D2 et D4, les valeurs de $\delta^{13}\text{C}$ sont fortement diminuées, ce qui pourrait signifier que la reprise de la précipitation se fait à la faveur d'une amélioration climatique (*i.e.* plus d'humidité et éventuellement plus d'activité biologique dans le sol). On remarque que ces observations se corrèlent bien avec les changements de texture vus en lame mince (*cf.* « Résultats ») : les discontinuités sont généralement précédées par une fabrique dendritique et immédiatement suivies par une fabrique colonnaire compacte, qui passe rapidement à une fabrique colonnaire ouverte ou dendritique.

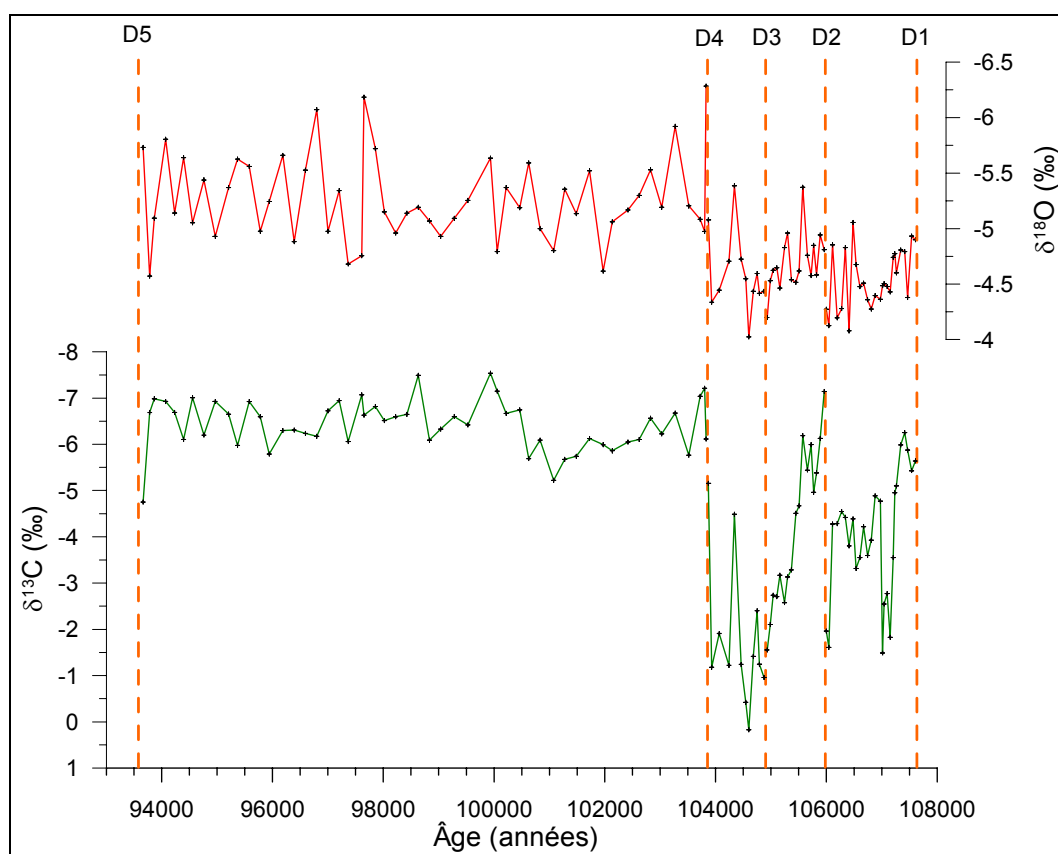


Figure 142. Variations du $\delta^{13}\text{C}$ et du $\delta^{18}\text{O}$ de Cou1 au cours du temps.

Le calage chronologique des enregistrements s'appuie sur le modèle d'âge discuté plus haut (Tableau 29 ; Figure 140). Les discontinuités de croissance D1 à D5 sont représentées par les lignes verticales tiretées.

➤ *Conclusions*

Cou1 est le spéléothème le plus problématique de ceux étudiés ici :

- ses datations sont très imprécises en raison d'un taux de pollution supérieur aux autres, associé à une faible concentration en uranium ;
- il a précipité dans des conditions de déséquilibre ; celles-ci étaient très prononcées pour la première moitié de Cou1, précipitée sous forme de calcite dendritique ou de fabrique voisine, or les spéléothèmes présentant ces fabriques ont été très peu étudiées puisque leur signal isotopique ne pouvait pas être considéré comme un enregistrement climatique fiable ;
- il comporte de nombreuses discontinuités de croissance.

Néanmoins, l'analyse de la section polie de Cou1 et de son enregistrement isotopique a fourni un certain nombre d'informations qualitatives sur les conditions de précipitation et les paléoclimats lors de sa croissance.

Les principaux éléments à retenir concernant les conditions de précipitation de Cou1 sont les suivants :

- **La première moitié de Cou1** a précipité probablement lors d'une période relativement froide et sèche, telle qu'une période d'amélioration climatique suite à un épisode glaciaire. D'après les datations, cela pourrait se situer au cours de la transition entre l'OIS 5d et 5c. La calcite est essentiellement de type dendritique ; elle a précipité sous des égouttements très lents, associés à un dégazage prolongé et par conséquent présente un fort enrichissement isotopique du $\delta^{13}\text{C}$. Les variations positives abruptes du signal du $\delta^{13}\text{C}$ dans cette partie pourraient donc être assimilées à des événements secs. On observe en particulier ce type d'événement avant chaque discontinuité de croissance, ce qui laisse penser que l'assèchement durable du spéléothème est à leur origine.
- **La seconde moitié de Cou1** a précipité lors d'une période plus humide ; les précipitations étaient réparties toute l'année mais présentaient une certaine saisonnalité. Cette période devait également présenter des températures plus élevées que précédemment car le signal du $\delta^{13}\text{C}$ indique que l'activité biopédologique était développée (couverture végétale de type C3). Les deux signaux isotopiques présentent des tendances globales stables durant cette période qui laissent supposer que le climat l'était également. Des fluctuations climatiques rapides mineures ont peut être été enregistrées par le signal du $\delta^{18}\text{O}$. Cette partie a probablement précipité rapidement, grâce à des percolations plus abondantes toute l'année et efficaces chimiquement grâce au développement de l'activité biologique. La calcite est essentiellement de fabrique colonnaire ouverte et la lamination visible à l'œil nu serait saisonnière. Cette seconde moitié aurait précipité au cours de l'optimum de l'OIS 5c.

4. Comparaison des spéléothèmes

4.1. Evolution des textures en fonction des conditions de précipitation

Après avoir étudié en détail les textures de chacun des spéléothèmes et discuté de leurs conditions de formation, leur mise en commun doit permettre de mettre en évidence les principaux facteurs de contrôle.

➤ Efficacité chimique des solutions et intensité des égouttements

Toutes les textures discutées ont finalement été associées à deux paramètres principaux : l'intensité et la régularité des égouttements et l'efficacité chimique de l'eau pour la précipitation de calcite. Cette dernière dépend de la sursaturation en carbonates et de la concentration en Ca^{2+} de la solution. Une grande efficacité chimique peut être d'origine « naturelle », c'est à dire due à la forte P_{CO_2} du sol qui va rendre les eaux d'infiltration plus agressives vis à vis du calcaire et contribuer ainsi à les enrichir avant d'atteindre la cavité. Une pluviosité réduite peut également participer à la concentration des solutés dans les eaux d'infiltration. Par ailleurs, l'efficacité chimique peut être acquise ou augmentée de manière « artificielle », notamment par le biais 1) de dégazage rapide, si la P_{CO_2} de l'atmosphère de la grotte est beaucoup plus faible que la P_{CO_2} équilibrante de l'eau d'infiltration ou 2) de dégazage prolongé et d'évaporation des solutions en surface des spéléothèmes.

D'après les spéléothèmes étudiés ici, les textures semblent appartenir à un continuum entre deux extrêmes : la fabrique dendritique d'une part, la fabrique colonnaire compacte d'autre part (Annexe 3). D'un bout à l'autre de ce continuum, les morphologies cristallines se succèdent, apparemment contrôlées par l'intensité de chacun de ces deux paramètres, débit (intensité et stabilité) et efficacité chimique (Figure 143). Le critère important sous-jacent au paramètre « intensité et stabilité du débit » est en fait la fréquence et la durée des périodes d'assèchement du spéléothème.

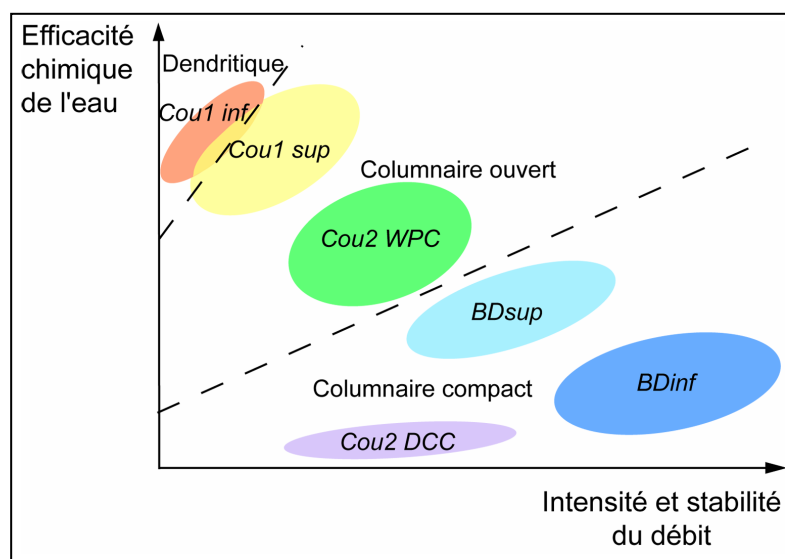


Figure 143. Diagramme interprétatif du type de texture précipitant en fonction des conditions de débit et d'efficacité chimique des eaux et positionnement des spéléothèmes par texture.

Cou1inf et Cou1sup font références aux deux parties principales distinguées dans Cou1. Cou2 WPC : partie supérieure de Cou2, de texture poreuse laminée blanche. Cou2 DCC : partie basale de Cou2, de texture sombre compacte.

Ainsi, la texture dendritique rencontrée dans la partie inférieure de Cou1 apparaît alors que le débit des égouttements est périodiquement très lent et induit une forte efficacité chimique des solutions en surface du spéléothème, acquise par dégazage prolongé (et évaporation ?).

La fabrique majoritairement colonnaire ouverte de la partie supérieure de Cou1 apparaît alors que les égouttements s'intensifient et que les périodes d'assèchement total du spéléothème se réduisent. L'efficacité chimique des eaux reste cependant élevée. Vraisemblablement, dans le cas de Cou1, celle-ci est au moins pour partie d'origine « naturelle », climatique : le climat s'est amélioré, l'activité biologique du sol a augmenté et les eaux qui arrivent en surface du spéléothème sont déjà suffisamment minéralisées pour induire une précipitation. De plus, si l'intensité des égouttements s'élève, le dégazage a moins de temps pour se prolonger. Néanmoins, une partie de la précipitation est probablement liée à la persistance de processus cinétiques (dégazage et évaporation) car 1) la fabrique colonnaire est riche en imperfections cristallines, 2) elle présente des faciès de transition vers la fabrique dendritique et 3) le $\delta^{13}\text{C}$ s'enrichit latéralement dans les lamines testées.

La fabrique colonnaire ouverte de Cou2 est plus régulière et plus compacte que celle de Cou1sup. Sa calcite présente moins de défauts cristallins et a précipité dans des conditions plus proches de l'équilibre. Elle s'est donc vraisemblablement formée à partir d'eaux un peu moins efficaces chimiquement que Cou1. Cela peut être dû à une augmentation de la pluviosité qui tend, d'une part, à diminuer la concentration des infiltrations et, d'autre part, en augmentant la fréquence et le débit des égouttements, à diminuer l'influence du dégazage et de l'évaporation. De plus, ces processus cinétiques étaient probablement moins importants dans la cavité de Cou2 que dans celle de Cou1 du fait de sa morphologie (aven largement ouvert et ventilé à Coudoulous 1, grotte plus confinée à Coudoulous 2). L'activité biologique du sol ne semble pas pouvoir être invoquée dans la différence d'efficacité chimique des eaux de Cou2 WPC et Cou1sup car 1) le sol et le substratum devaient être très similaires au-dessus des deux cavités, 2) ces deux portions de spéléothèmes ont précipité durant des optima d'épisodes interstadias, 3) le signal du $\delta^{13}\text{C}$ est stable et indique des valeurs plus négatives dans Cou2 WPC que dans Cou1sup (*cf. infra*).

Enfin, on note néanmoins que, comme pour Cou1, la texture laminée est dominée par les lamines blanches poreuses, plus épaisses. Celles testées présentent un léger enrichissement en ^{13}C latéralement. Elles suggèrent une saisonnalité des précipitations, entraînant des eaux plus minéralisées l'été et probablement des processus cinétiques plus influents à cette saison.

La fabrique colonnaire compacte de BDsup s'est formée dans des conditions proches de l'équilibre (*cf. tests*). La morphologie de BDsup, large stalagmite se poursuivant latéralement par un plancher, suppose des égouttements abondants. Leur débit était également suffisamment peu contrasté pour éviter les dégazages prolongés et la précipitation sous des conditions de déséquilibre. Malgré ce débit relativement élevé, l'efficacité chimique des eaux a été assez importante pour permettre un taux de croissance rapide. Des lamines blanches suggèrent une modulation saisonnière des percolations. Les lamines blanches ont précipité plus vite, probablement à partir de solutions plus minéralisées.

La fabrique colonnaire compacte de BDinf s'est également formée dans des conditions proches de l'équilibre, sous des égouttements abondants et assez stables (comme BDsup, BDinf se poursuit latéralement par un plancher stalagmitique). Cependant, le taux de croissance global est plus lent, ce qui suggère des eaux moins efficaces chimiquement. Cela n'est vraisemblablement pas le fait d'une activité biologique globalement plus faible puisque BDinf a précipité au cours du Dernier Interglaciaire, mais plutôt le fait d'une pluviosité plus importante, donnant lieu à des infiltrations moins concentrées. L'étude détaillée de BDinf a montré que ses variations de texture se corrélaient avec ses variations

de rapports isotopiques. Les textures les plus poreuses, précipitées le plus rapidement, se forment durant les épisodes les plus cléments, et inversement. Si, à BDinf, les variations de l'activité biologique du sol déterminent, *in fine*, les variations de texture, alors probablement que les variations de pluviosité n'ont joué qu'un rôle secondaire dans ces variations. Cela semble indiquer que la pluviosité est restée relativement constante et abondante à travers le Dernier Interglaciaire. Finalement, c'est le rapport entre la capacité de l'activité biologique du sol à augmenter la P_{CO_2} des eaux d'infiltrations et la quantité de précipitations (pluviosité) qui détermine l'efficacité chimique des solutions alimentant le spéléothème.

Enfin, la fabrique colonnaire compacte de Cou2 DCC est la plus compacte de toutes. Elle a précipité très lentement ce qui témoigne d'eaux très peu minéralisées. Sa propreté et l'absence de discontinuité suggèrent que les égouttements étaient relativement constants. Ils étaient cependant moins abondants que pour les spéléothèmes BDinf et BDsup d'après la morphologie étroite de la stalagmite. Seules quelques lamines blanches pourraient témoigner d'épisodes aux égouttements lents, associés à des processus cinétiques et à de l'évaporation (*cf.* test de Hendy). La faible minéralisation des eaux est donc due au rapport entre une faible activité biologique du sol (d'après le signal du $\delta^{13}C$, très positif) et une alimentation en eau importante.

➤ Phase climatique de précipitation

Les spéléothèmes (ou portions de spéléothèmes) précipités durant les épisodes d'optimum climatique sont (Figure 144) : BDinf (OIS 5e), BDsup (OIS 5a), Cou2WPC (OIS 5a) et Cou1sup (OIS 5c ?). Ceux précipités pendant des épisodes moins favorables, en l'occurrence des périodes de transition vers les optima, donc d'amélioration climatique, sont : Cou2 DCC (OIS 5b-5a ?) et Cou1inf (OIS 5d-5c ?).

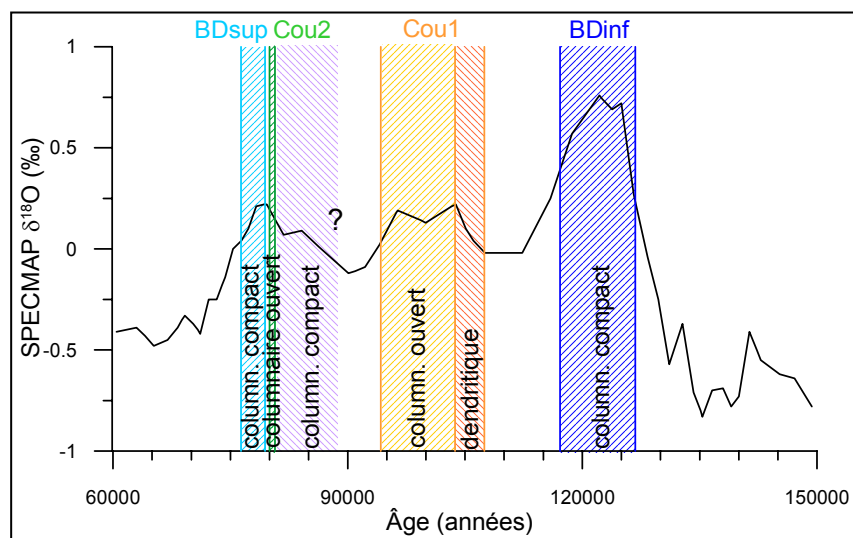


Figure 144. Périodes de croissance des spéléothèmes et positionnement des principales fabriques par rapport aux épisodes climatiques de l'OIS 5.

Les périodes de croissance sont basées sur les points de construction des modèles d'âge. Les couleurs renvoient aux textures situées dans le diagramme de la Figure 143. Courbe SPECMAP selon Martinson *et al.* (1987).

Les spéléothèmes précipités durant les épisodes les moins favorables ont précipité sous des égouttements peu minéralisés (*cf. supra*). Cette observation est conforme aux indications du $\delta^{13}C$ dans ces portions, qui montrent que l'activité biologique du sol était alors, comme on peut s'y attendre, peu développée. Pour Cou1inf, parce que les égouttements étaient très lents, du dégazage prolongé a accru la sursaturation des solutions en surface du spéléothème de sorte à précipiter de la calcite dendritique, avec un taux d'accrétion verticale probablement non négligeable. Pour Cou2 DCC au contraire, les égouttements étaient

probablement plus rapides et plus réguliers. Du fait de la faible minéralisation des infiltrations, son taux de croissance a donc été très lent.

Les spéléothèmes précipités au cours des épisodes favorables se situent dans des conditions intermédiaires entre ces deux extrêmes. Ils ont précipité sous des débits modérés à hauts et grâce à des solutions dont l'efficacité chimique était principalement acquise au cours de l'infiltration et non (ou de manière plus limitée) par concentration des solutés sur le spéléothème, par le biais de dégazage prolongé ou d'évaporation. Leur croissance témoigne donc d'un bon équilibre entre efficacité chimique et débit des égouttements.

➤ Contexte géomorphologique

On remarque que les spéléothèmes Cou1sup et Cou2 WPC d'une part, et BDinf et BDsup d'autre part, sont plus proches morphologiquement et texturalement alors qu'ils n'ont pas précipité au cours de la même phase climatique. Au contraire, Cou2 WPC et BDsup ont précipité au cours du même optimum (OIS 5a) et ne se ressemblent pourtant pas.

Aussi, cela suggère que le climat n'est pas le seul facteur déterminant des conditions de précipitation des spéléothèmes (à travers l'intensité des précipitations, le contrôle de l'activité biologique du sol ; *cf. supra*) mais que les facteurs locaux ont une influence également non négligeable. En effet, les spéléothèmes qui se ressemblent le plus (pétrographiquement) ne sont pas de la même époque mais sont du même site. Cou1 et Cou2 ont précipité dans une cavité peu profonde d'un causse du Lot tandis que BDinf et BDsup ont précipité dans une cavité plus profonde d'un éperon carbonaté de Charente. Aujourd'hui, tandis que les infiltrations mettent quelques heures seulement pour traverser le sol et le toit calcaire au-dessus de Coudoulous 2, elles mettent environ deux mois pour traverser le toit de la cavité Bourgeois-Delaunay (Debénath, comm. pers.). Le sol au-dessus de Coudoulous est très peu évolué, pauvre, de type rendosol, tandis que le sol typique dans le secteur de Bourgeois-Delaunay est un sol brun. Les arbres sont épars et chétifs au-dessus de Coudoulous tandis qu'ils sont de type tempéré humide au-dessus de Bourgeois-Delaunay. Enfin, à propos de la ventilation des cavités, Coudoulous 2 était probablement la plus confinée, tandis que Coudoulous 1 était un aven largement ouvert et que Bourgeois-Delaunay présentait un porche de grandes dimensions déjà. Ce dernier critère ne semble donc pas être déterminant. En revanche, la perméabilité du toit semble être un facteur essentiel. Peut-être que la nature et l'épaisseur de la couverture biopédologique sont également importantes mais il est difficile d'affirmer que les observations actuelles dans ces paysages anthropisés sont conformes à ce qui existait durant les optima climatiques du passé. On peut toutefois supposer qu'elles en sont proches. En effet, le causse lotois est très fracturé, intensément karstifié et présente de nombreuses cavités décapitées par l'érosion. La faible épaisseur de la couverture de sol est donc vraisemblablement liée au lessivage des argiles libérées par l'altération du calcaire dans les vides karstiques. De plus, si le sol est aujourd'hui développé et la végétation épanouie au-dessus du karst de La Chaise, il y a peu de raisons de penser que cela pouvait ne pas être le cas pendant des épisodes équivalents du dernier cycle climatique, où l'érosion des sols n'était pas favorisée par l'anthropisation.

Ainsi, la perméabilité du toit (et peut-être l'épaisseur du sol) est un facteur qu'il est important de prendre en considération dans le cadre d'étude de spéléothèmes de milieu peu profond : en modulant le régime hydrologique et la minéralisation des infiltrations, il interfère sur la réponse cristalline au signal climatique.

Le sol mince et le toit plus perméable de Coudoulous induisent un temps de transfert très court entre la pluie et l'égouttement sur le spéléothème. Le régime hydrologique dans les cavités de Coudoulous est donc instable, en relation directe avec le régime des précipitations (toujours modulé par l'intensité d'évapotranspiration). Par conséquent, les égouttements

peuvent être très rapides et abondants lors des épisodes pluvieux, mais ceux-ci véhiculent alors des eaux faiblement minéralisées et la précipitation de calcite est faible. Entre ces épisodes pluvieux, les égouttements ralentissent voire cessent, ce qui conduit à une influence accrue des processus cinétiques qui augmentent la sursaturation des solutions en surface du spéléothème et provoquent la précipitation de lamines blanches poreuses de calcite colonnaire dans des conditions de déséquilibre (*cf. supra*).

Au contraire, au-dessus de Bourgeois-Delaunay, le sol et le toit plus épais et moins perméables induisent un temps de transfert long entre la surface et la cavité (de l'ordre de deux mois). Le régime des précipitations est donc lissé et redistribué sous forme d'égouttements plus continus à travers l'année. Du fait du mélange des eaux dans la zone de stockage, la minéralisation est également lissée. De plus, puisque le rythme des égouttements est plus soutenu et régulier, les processus cinétiques ont une influence négligeable et l'efficacité chimique des eaux n'est pas accrue « artificiellement » dans la cavité. De la calcite colonnaire compacte a précipité dans ces conditions.

Enfin, outre le temps de transfert des eaux, la différence importante de débit entre Bourgeois-Delaunay et Coudoulous pourrait être liée au cheminement des dépressions.

Pour préciser et vérifier ces interprétations, il serait intéressant :

- d'analyser les rapports Mg/Ca et Sr/Ca le long de l'axe de croissance de ces spéléothèmes afin d'avoir d'autres éléments de discussion concernant la quantité de précipitations efficaces et le temps de résidence de l'eau dans le karst ;
- de mesurer le rythme des égouttements au cours de l'année sous quelques stalactites actives de chacune des cavités.

4.2. Evolution des rapports isotopiques en fonction des textures

Après avoir interprété les textures de chaque spéléothème ou portion de spéléothème en termes de conditions de formation (*cf. supra*), il s'agit de discuter leurs relations avec les rapports isotopiques.

4.2.1. Evolution du $\delta^{13}\text{C}$ en fonction des textures

L'amplitude de variation du $\delta^{13}\text{C}$ de l'ensemble des spéléothèmes étudiés ici est très importante : de $\sim -12,6$ à 0 ‰ (Figure 145).

On remarque que l'enrichissement des spéléothèmes en ^{13}C en fonction de leur texture suit la même succession que celle observée en fonction de la stabilité et l'intensité du débit ou de l'efficacité chimique des eaux (Figure 143) : alors que l'efficacité chimique augmente ou que le débit diminue, le $\delta^{13}\text{C}$ augmente dans les textures colonnaire compacte, colonnaire ouverte et dendritique successivement (*i.e.* dans BDinf, BDsup, Cou2 WPC, Cou1sup et Cou1inf successivement). Comme dans la Figure 143, Cou2 DCC est la seule exception. Par rapport aux autres fabriques colonnaires compactes, Cou2 DCC se distingue dans la Figure 143 par un débit et une efficacité chimique plus faible, et dans la Figure 145 par un $\delta^{13}\text{C}$ plus élevé.

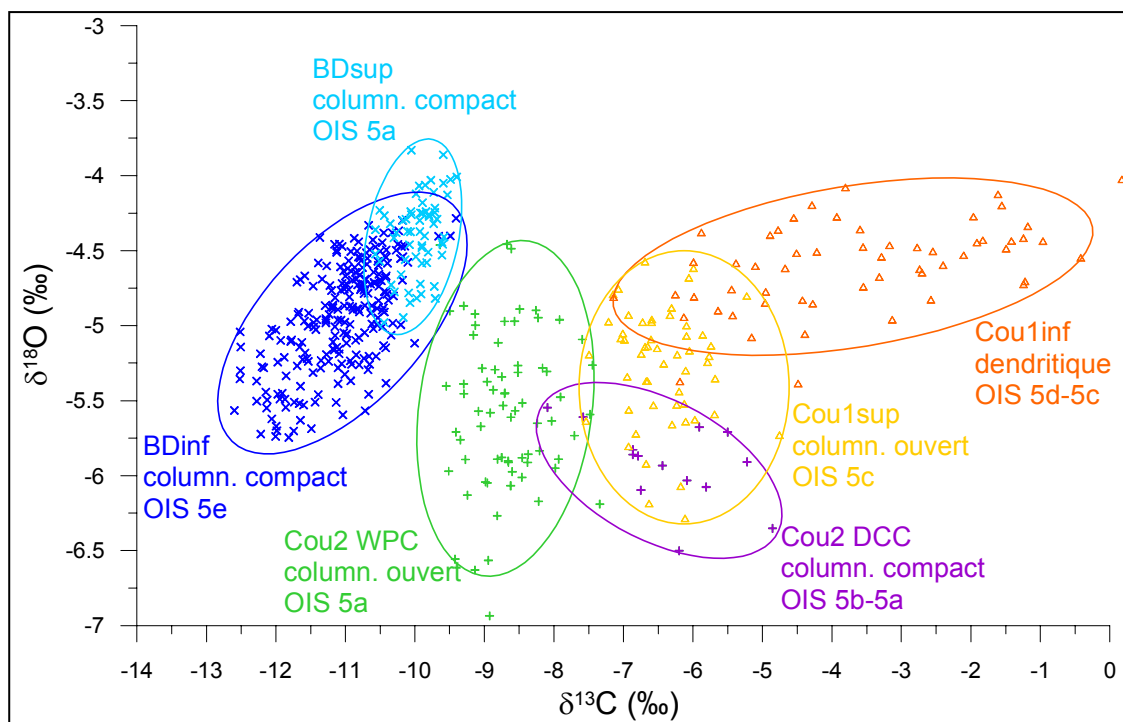


Figure 145. Diagramme $\delta^{13}\text{C}$ - $\delta^{18}\text{O}$ de tous les spéléothèmes, par texture.

Le type de texture majoritaire et la période de formation de chaque spéléothème ou portion de spéléothème sont précisés à côté de chaque nuage de points. Les couleurs renvoient aux textures de la Figure 143.

Ce parallélisme s'explique par des facteurs de contrôle communs, déjà évoqués plus hauts :

L'efficacité chimique des solutions dépend :

- de la minéralisation acquise au cours du passage de l'eau dans le sol et dans le karst ;
- de la concentration secondaire des solutions par le biais de processus cinétiques dans la cavité.

Elle dépend par conséquent du débit des percolations, puisque :

- des égouttements lents favorisent l'intervention de processus cinétiques (dégazage prolongé et évaporation), en particulier dans ces grottes peu profondes, proches de l'extérieur, dont la ventilation se traduit par une P_{CO_2} de l'air faible, équivalente à celle de la surface, et une hygrométrie non saturée ;
- des égouttements abondants favorisent la dilution de la charge minérale en solution, donc la diminution de l'efficacité chimique ;
- lorsque les égouttements sont rapides en raison d'un temps de transfert court depuis la surface, les eaux ont moins de temps pour se minéraliser ;
- en revanche, si le temps de transfert est court, alors durant les épisodes de sécheresse, les égouttements ralentissent fortement, voire s'arrêtent, et les processus cinétiques peuvent concentrer les solutions en surface du spéléothème (*cf.* premier point).

C'est pourquoi dans la Figure 143, pour la plupart des spéléothèmes (le cas particulier de Cou2 DCC sera discuté plus loin), il existe une corrélation inverse entre intensité/stabilité du débit et efficacité chimique moyenne à l'origine de leur texture : plus le débit est instable, plus les périodes de ralentissement des égouttements sont nombreuses et durables, plus les processus cinétiques s'exercent dans ces cavités ouvertes, provoquant la précipitation de textures de déséquilibre et un enrichissement en ^{13}C . Inversement, plus le débit est stable (et soutenu), plus les textures précipitent proches des conditions d'équilibre à partir d'eau minéralisées seulement par leur passage dans la zone vadose (donc moins

efficaces chimiquement dans les cas présents) et plus le $\delta^{13}\text{C}$ est représentatif du signal climatique donné par l'activité biologique du sol.

Ainsi, pour Coudoulous (débit instable), l'efficacité chimique et, par conséquent, le $\delta^{13}\text{C}$, des spéléothèmes, dépendent tout autant de l'importance des processus cinétiques dans la cavité que de la minéralisation (et du $\delta^{13}\text{C}$) acquise au moment de l'infiltration. Au contraire, pour Bourgeois-Delaunay (débit plus stable et soutenu), l'efficacité chimique est acquise au moment de l'infiltration des eaux, la précipitation se fait près de l'équilibre isotopique et le $\delta^{13}\text{C}$ est représentatif du $\delta^{13}\text{C}$ du CO_2 du sol.

➤ Le cas particulier de Cou2 DCC :

Cou2 DCC a vraisemblablement précipité au cours de la transition OIS 5b-5a, c'est à dire pendant une période où l'activité biologique du sol était en cours de développement. L'enregistrement du $\delta^{13}\text{C}$ dans cette partie montre clairement une diminution progressive du $\delta^{13}\text{C}$ au cours du temps, traduisant ce développement. Cela explique que ses valeurs de $\delta^{13}\text{C}$ soient plus positives que celles des autres spéléothèmes de texture colonnaire compacte, BDinf et BDSup, formés au cours d'optima climatiques (Figure 145). Pour la même raison, la minéralisation des eaux était très faible, induisant un taux de croissance très lent. Quant au débit, il reste le principal point d'interrogation : d'après la morphologie étroite de Cou2, il était plus lent qu'à Bourgeois-Delaunay ; toutefois, il était assez rapide et stable pour qu'aucune discontinuité n'apparaisse, pour que la calcite soit propre et pour que les lamines poreuses témoignant de précipitation en déséquilibre sous l'influence de processus cinétiques soient peu nombreuses. Pourtant, dans Cou2 WPC, la variabilité saisonnière des percolations apparaît clairement, Cou2 WPC est soumis aux processus cinétiques alors qu'il a précipité au cours de l'optimum de l'OIS 5a. La pluviosité était-elle plus importante et/ou variait-elle moins saisonnièrement lors de la transition OIS 5b-5a que lors du 5a ? Y a-t-il une erreur de datation ? La pluviosité était-elle identique pour les deux parties du spéléothème mais ce sont les conditions stationnelles qui ont changé (cavité plus ouverte, plus ventilée à l'OIS 5a ? temps de transfert plus court à l'OIS 5a parce que la fissure s'est agrandie (par conséquent les contrastes saisonniers sont plus ressentis) ?).

4.2.2. Evolution du $\delta^{18}\text{O}$ en fonction des textures

Les valeurs de $\delta^{18}\text{O}$ enregistrées par l'ensemble des spéléothèmes fluctuent dans un intervalle d'environ -3,8 ‰ à -6,6 ‰.

Par comparaison avec ce qui a été fait plus haut pour le $\delta^{13}\text{C}$, il paraît plus délicat d'extraire des corrélations entre textures, conditions de formation, âge et $\delta^{18}\text{O}$.

Ainsi, il est assez étonnant de constater que les spéléothèmes de Coudoulous présentent des valeurs de $\delta^{18}\text{O}$ inférieures ou égales à celles des spéléothèmes de Bourgeois-Delaunay (Figure 145). Pourtant, BDinf et BDSup se sont développés au cours de deux optima climatiques (OIS 5e et 5a) tandis que des portions de Cou1 (Cou1inf) et de Cou2 (Cou2 DCC) se sont développées au cours de transitions climatiques faisant suite à des détériorations (OIS 5d-5c et OIS 5b-5a). De plus, il a été montré précédemment que les spéléothèmes de Coudoulous ont été plus ou moins soumis à des processus cinétiques et probablement à de l'évaporation tandis que ceux de Bourgeois-Delaunay se sont déposés dans des conditions proches de l'équilibre. Ces paramètres auraient dû contribuer à enrichir en ^{18}O les spéléothèmes de Coudoulous par rapport à ceux de Bourgeois-Delaunay. Puisque ce n'est pas le cas (ou pas suffisamment), quel processus peut expliquer ces valeurs ?

La répartition des valeurs de $\delta^{18}\text{O}$ dans les spéléothèmes de Coudoulous suit en revanche la même logique que le $\delta^{13}\text{C}$, c'est à dire que les spéléothèmes susceptibles de s'être déposés dans des conditions plus proches de l'équilibre isotopique sont moins enrichis en isotopes lourds. Ainsi, les valeurs les plus positives apparaissent dans Cou1inf, dont la fabrique est dendritique. Ensuite viennent Cou1sup et Cou2 WPC, puis Cou2 DCC. Cette succession peut être mise en parallèle avec 1) un débit plus stable et plus intense, 2) une ventilation de la cavité moins forte, 3) une efficacité chimique des solutions moins forte, et finalement, 4) avec une précipitation plus proche de l'équilibre isotopique.

Si l'évolution du $\delta^{18}\text{O}$ au sein des spéléothèmes de Coudoulous est fonction des conditions de précipitation, pourquoi cela n'est-il pas sensible entre Bourgeois-Delaunay et Coudoulous ? Peut-être que d'autres facteurs, propres à la cavité, au site ou influençant directement le $\delta^{18}\text{O}$ des infiltrations, sont à mettre en cause.

Entre Cou2 WPC et BDsup, formés approximativement à la même période, la différence entre les valeurs moyennes de leurs nuages de points est de l'ordre de 1 ‰.

La différence d'altitude entre les deux sites est de 175 m (275 m pour Coudoulous, 100 m pour La Chaise). L'effet d'altitude, évalué entre -0,15 et -0,5 ‰ par 100 m sous les latitudes moyennes (Clark et Fritz, 1997) peut ainsi expliquer un appauvrissement en ^{18}O des spéléothèmes de Coudoulous de l'ordre de -0,26 ‰ à -0,87 ‰, ce qui n'est pas suffisant. Par ailleurs, l'effet de continentalité a été évalué à environ -2,5 ‰ par 1000 km au long d'un transect européen de basse altitude (Rozanski *et al.*, 1993). Parce que Cou1 est un peu plus éloigné de l'océan Atlantique que Bourgeois-Delaunay (à environ 220 km et 120 km respectivement), ce paramètre pourrait avoir contribué à alléger le $\delta^{18}\text{O}$ des précipitations (sa contribution est difficile à quantifier car on ne connaît pas la trajectoire des précipitations depuis la source d'humidité). De plus, les deux cavités sont situées dans des régions voisines, où la température moyenne annuelle est aujourd'hui très proche, entre 11,5°C et 12°C. Cependant, Coudoulous s'ouvre sur un versant exposé à l'Ouest, au sommet d'un causse, sous une faible épaisseur de sol et de calcaire, tandis que Bourgeois-Delaunay s'ouvre vers l'Est sur un vallon humide parcouru par une rivière et est recouvert d'un plafond et d'un sol plus épais. Ces différences locales ont peut être contribué à une température de précipitation de la calcite plus élevée à Coudoulous, pour des températures moyennes régionales semblables. L'effet de la température de précipitation sur le $\delta^{18}\text{O}$ de la calcite est évalué à -0,24 ‰ par °C (Kim et O'Neil, 1997). Aussi, pour appauvrir encore en ^{18}O les spéléothèmes de Coudoulous par rapport à ceux de Bourgeois-Delaunay de sorte à avoir une différence entre eux (en particulier entre ceux de la même époque, Cou2 WPC et BDsup) approchant 1 ‰, il faudrait rajouter à l'effet d'altitude environ -0,5 ‰ dû à l'effet de la température de précipitation (ou beaucoup moins si l'effet de continentalité a joué également). Cela est possible si la température de Coudoulous était environ 2°C plus élevée, ce qui est tout à fait vraisemblable.

Enfin, parce que l'eau séjourne plus longtemps dans la zone vadose au-dessus de Bourgeois-Delaunay, peut-être que de la précipitation de calcite s'y produit (*prior precipitation*). Si celle-ci est due à de l'évaporation dans des cavités de la zone non saturée, le $\delta^{18}\text{O}$ de la solution restante est enrichi. Toutefois, ce dernier facteur semble peu probable à Bourgeois-Delaunay car, d'une part, les spéléothèmes se sont formés lors d'épisodes humides et, d'autre part, BDsup présente des valeurs de $\delta^{18}\text{O}$ assez homogènes alors qu'il s'est vraisemblablement développé sous un débit plus contrasté que BDinf.

Individuellement, le $\delta^{18}\text{O}$ de ces spéléothèmes permet encore de faire quelques remarques :

- La variabilité du $\delta^{18}\text{O}$ de BDinf est assez importante mais s'explique par la longue période couverte par la croissance de ce spéléothème, comprenant des épisodes d'optimum climatique et des dégradations.
- Inversement, la variabilité du $\delta^{18}\text{O}$ de BDsup est plus limitée, en rapport avec la période qu'il couvre, courte et stable, lors de l'optimum de l'OIS 5a.

- Celle de Cou2 WPC est importante, par comparaison avec les spéléothèmes précédents, alors que sa formation date du même optimum que BDsup et que l'intervalle de temps couvert par sa croissance est plus court. Peut-être que le signal est seulement moins lissé qu'à BDinf car le taux de croissance est plus rapide et le temps de résidence de l'eau dans la zone vadose plus court. Ces fluctuations pourraient également être le fait de l'influence variable de l'évapotranspiration avant que l'eau ne s'infiltré dans la cavité (mais pas dans la cavité d'après le test de Hendy).
- Cou2 DCC présente une variabilité limitée du $\delta^{18}\text{O}$ avec des valeurs très négatives. S'il a précipité dans des conditions proche de l'équilibre, ce qui limite l'impact des enrichissements cinétiques, il n'en demeure pas moins que l'effet de température invoqué plus haut ne peut probablement pas être appliqué à cette portion de spéléothème formée au cours d'une phase moins clémente (transition OIS 5b-5a ?). La question de l'origine de ces valeurs négatives n'est pas totalement élucidée.
- Cou1sup présente des valeurs semblables à celles de Cou2 WPC ; elles sont seulement un peu moins variables. Ces deux portions de spéléothèmes sont celles qui se ressemblent le plus par leur texture : faut-il y voir une corrélation ? une réponse commune à des facteurs de contrôle communs ? Comme pour Cou2 WPC, l'impact variable de l'évapotranspiration avant infiltration des précipitations pourrait expliquer un enrichissement fluctuant en ^{18}O .
- Cou1inf, précipité dans des conditions de déséquilibre nettes, sous l'influence de dégazage prolongé vraisemblablement accompagné d'évaporation en surface du spéléothème, ne présente curieusement qu'une variabilité limitée des valeurs de $\delta^{18}\text{O}$. Cela pourrait-il être lié à un estompage des fluctuations d'origine climatique du $\delta^{18}\text{O}$ par l'enrichissement systématique dû au fractionnement cinétique ? Contrairement à Cou1sup et à Cou2 WPC, cette portion s'est formée dans une période de transition vers l'optimum : cela est-il suffisant pour expliquer l'absence de fluctuations attribuables à l'évapotranspiration comme pour les spéléothèmes précédents (*i.e.* le climat était trop froid et la végétation peu développée) ?

4.3. Variations des rapports isotopiques au cours du temps

Dans cette dernière étape, les informations extraites des discussions détaillées précédentes sur les conditions de formation des spéléothèmes sont appliquées à l'interprétation des ressemblances et différences des enregistrements des spéléothèmes au cours du temps.

Les enregistrements isotopiques de chaque spéléothème étant calés sur le même axe chronologique, les importantes différences de taux de croissance apparaissent (Figure 146). Cou2 WPC et BDsup présentent les taux de croissance les plus forts, ce qui se traduit par leur texture bien laminée dans laquelle les alternances de lamines sont apparemment saisonnières.

La comparaison de spéléothèmes de la même période tels que BDsup et Cou2 WPC montre que l'amplitude de variation du $\delta^{18}\text{O}$ est plus forte et les valeurs plus négatives à Coudoulous qu'à Bourgeois-Delaunay. Cela a déjà été vu lors de la comparaison des diagrammes $\delta^{13}\text{C}$ - $\delta^{18}\text{O}$ précédemment. Il apparaît également que cette différence est liée aux sites car elle est perceptible même lorsque les spéléothèmes comparés ne sont pas de la même période : si les spéléothèmes s'étaient déposés dans des conditions d'équilibre isotopique et des conditions locales équivalentes, les enregistrements du $\delta^{18}\text{O}$ devraient évoluer parallèlement au signal global indiqué par la courbe SPECMAP, c'est à dire que l'enregistrement de l'OIS 5e devrait théoriquement être plus négatif que celui du 5c et du

5a, eux-mêmes plus négatifs que ceux des phases de transition 5d-5c et 5b-5a. Or, Cou1sup (OIS 5c) présente des valeurs de $\delta^{18}\text{O}$ plus négatives ou égales à celles de BDinf (OIS 5e) ; celles de Cou1inf (OIS 5d-5c) sont dans la variabilité de BDinf, et celles de Cou2 (entier, OIS 5b-5a) sont plus négatives que celles de BDSup (OIS 5a). De plus, la variabilité des valeurs de $\delta^{18}\text{O}$ de Cou2 et Cou1sup est supérieure à celle des spéléothèmes de Bourgeois-Delaunay. Enfin, l'écart entre les valeurs de $\delta^{18}\text{O}$ et de $\delta^{13}\text{C}$ dans les spéléothèmes de Coudoulous est supérieur à celui des spéléothèmes de Bourgeois-Delaunay.

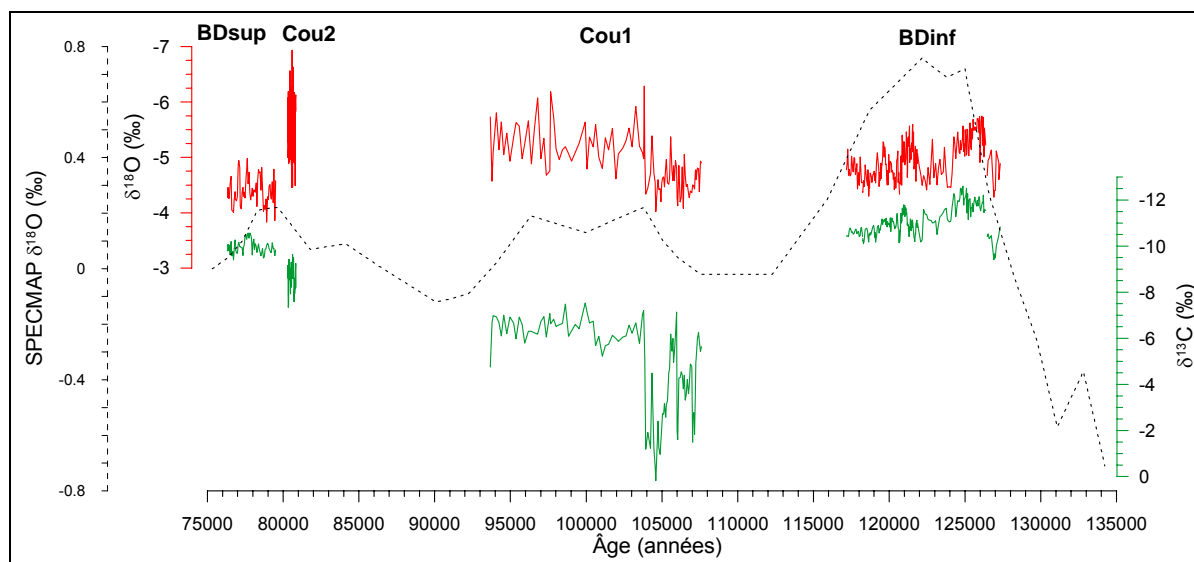


Figure 146. Enregistrements isotopiques de l'oxygène et du carbone au cours du temps dans les spéléothèmes de Coudoulous et Bourgeois-Delaunay.

La courbe pointillée représente l'enregistrement isotopique compilé SPECMAP (Martinson *et al.*, 1987). Les enregistrements sont calés dans le temps grâce aux modèles d'âge construits précédemment. La partie basale à DCC de Cou2 n'est pas représentée car son âge est trop incertain.

Tous ces éléments rejoignent les observations faites à partir de la [Figure 145](#) et les interprétations alors proposées :

- la situation de la cavité induit une diminution du $\delta^{18}\text{O}$ à Coudoulous par rapport à Bourgeois-Delaunay, à conditions de formation équivalentes, du fait de l'écart de température moyenne et d'altitude ;
- la variabilité plus forte du $\delta^{18}\text{O}$ à Coudoulous peut être liée, d'une part, à des paramètres locaux agissant dans le sens d'un enrichissement variable en ^{18}O des solutions (évapotranspiration au-dessus de la cavité ?), et d'autre part, au fait que le signal est plus lissé à Bourgeois-Delaunay grâce à des temps de transfert des infiltrations plus long.
- l'écart entre les valeurs de $\delta^{18}\text{O}$ et de $\delta^{13}\text{C}$ plus important à Coudoulous peut être liée, d'une part, à l'allègement relatif du $\delta^{18}\text{O}$, et d'autre part, à l'enrichissement du $\delta^{13}\text{C}$ par les processus de fractionnement cinétiques, plus influents à Coudoulous (*cf. supra* : dégazage prolongé du fait de la ventilation des cavités et de l'instabilité du débit).

4.4. Synthèse

Suite à l'analyse approfondie de chaque spéléothème et aux comparaisons discutées précédemment, les principales informations et les hypothèses privilégiées jusqu'ici sont résumées dans le [Tableau 30](#).

Tous les spéléothèmes étudiés proviennent de cavités largement ouvertes sur l'extérieur. Dans ces contextes ventilés, on aurait pu s'attendre à ce que les rapports isotopiques soient faussés par des fractionnements cinétiques importants. C'est en effet le cas à Coudoulous 1 et, dans une moindre mesure, à Coudoulous 2. Mais les spéléothèmes de Bourgeois-Delaunay semblent s'être déposés dans des conditions proches de l'équilibre isotopique, probablement grâce à un débit relativement soutenu et stable. Ces spéléothèmes sont donc aptes à délivrer des enregistrements paléoenvironnementaux de signification régionale. De plus, parce qu'ils sont datés par TIMS, leur calage chronologique est relativement fiable et permet des comparaisons détaillées avec d'autres enregistrements paléoclimatiques, fournis par différents types d'archives (*cf.* Chapitre 2). Quant aux spéléothèmes de Coudoulous, si leurs enregistrements isotopiques sont moins fiables, leur analyse intégrée à une approche pluri-paramètres (textures, rapports isotopiques, contexte géomorphologique) apporte néanmoins des informations qualitatives sur leurs conditions de précipitation, contrôlées par l'environnement local, et ainsi, indirectement, sur les paléoclimats.

Spéléothème		BDinf	BDsup	Cou2inf (DCC)	Cou2sup (WPC)	Cou1inf	Cou1sup
Paramètre							
Pérogaphie et chronologie du spéléothème	Période de croissance	MIS 5e. 127,3–117,2 ka	MIS 5a. 79,5–76,3 ka	Transition MIS 5b-5a ? 101,4 (?)– 80,8 ka	MIS 5a. 80,8–80,3 ka	Transition MIS 5d-5c. 107,6–103,9 ka	MIS 5c. 103,8–93,7 ka
	Fiabilité du modèle d'âge	bonne	bonne	mauvaise	bonne	moyenne	moyenne
	Taux moyen d'accrétion verticale	5,5 mm/siècle	9,5 mm/siècle	0,15 mm/siècle	29,5 mm/siècle	3,6 mm/siècle	1,3 mm/siècle
	Texture dominante	Columnaire compacte	Columnaire compacte	Columnaire compacte	Columnaire ouverte	Columnaire ouverte+dendritique	Dendritique
	Lamination	Faible, très fine, parfois visible à l'oeil nu	Nette mais fine	Quelques lamines visibles à l'oeil nu	Nette, épaisse	Nette, fine, interrompue dans les domaines dendritiques	Faible, discontinue, irrégulière
Le site	Stabilité des égouttements	Grande. Périodes de sécheresse rares	Assez bonne. Périodes de baisse de régime saisonnières, peu durables	Grande. Périodes de sécheresse rares	Moyenne. Périodes de baisse de régime, voire d'assèchement, saisonnières, peu durables	Très faible. Périodes de baisse de régime et d'assèchement fréquentes et plus durables	Faible. Périodes de baisse de régime et d'assèchement saisonnières, plus ou moins durables
	Ventilation de la cavité	Moyenne (à faible ?)		Faible ?	Moyenne	Forte	
	Activité biopédologique	Très forte	Très forte	Faible	Forte	Faible	Moyenne à forte
	Altitude	100 m			275 m		
	Température moyenne annuelle	Proche de la moyenne régionale (?)			2°C de plus que la moyenne régionale ?		
L'enregistrement isotopique	Valeurs du $\delta^{18}\text{O}$	-4,3 ‰ – -5,7 ‰	-3,75 ‰ – -5,0 ‰	-5,5 ‰ – -6,5 ‰	-4,3 ‰ – -6,7 ‰	-4,0 ‰ – -5,4 ‰	-4,6 ‰ – -6,3 ‰
	Instabilité du $\delta^{18}\text{O}$	Moyenne	Faible	Très faible	Forte	Moyenne	Forte
	Valeurs du $\delta^{13}\text{C}$	-9,4 ‰ – -12,6 ‰	-9,1 ‰ – -10,6 ‰	-4,9 ‰ – -8,1 ‰	-7,2 ‰ – -9,7 ‰	0,2 ‰ – -7,1 ‰	-4,7 ‰ – -7,5 ‰
	Instabilité du $\delta^{13}\text{C}$	Moyenne	Faible	Moyenne	Moyenne	Très forte	Moyenne
	Influence des processus cinétiques	Très faible	Très faible	Faible (?)	Moyenne	Très forte	Forte
	Influence de l'évapotranspiration	? : Non détectée		Null	Forte ?	?	Forte ?

Tableau 30. Principales données fournies par l'analyse des spéléothèmes et hypothèses privilégiées concernant leurs conditions de formation.

L'analyse de ces spéléothèmes a permis de mettre en évidence l'influence de divers facteurs sur la précipitation (Figure 147). Ces facteurs peuvent être régionaux, directement liés au climat, ou locaux, fonctions de la localisation du site, de son environnement direct, des caractéristiques propres à la cavité et à l'encaissant. D'étroites relations existent entre la plupart de ces facteurs, les uns influençant les autres, et le spéléothème enregistre lors de sa croissance le fruit de ces interactions, notamment sous forme de variations de texture ou de rapports isotopiques. Le signal isotopique le plus directement corrélé avec la texture des spéléothèmes, car lié aux mêmes facteurs de contrôle, est le $\delta^{13}\text{C}$ (Figure 147). Quant au $\delta^{18}\text{O}$, il est plus délicat à interpréter lorsque les conditions de précipitation ne sont pas optimales (*i.e.* hors équilibre isotopique) car l'action de la plupart des facteurs qui ont pu l'influencer est difficile à évaluer et à quantifier, en particulier pour des périodes anciennes (*e.g.* $\delta^{18}\text{O}$ des précipitations, température moyenne annuelle dans la cavité, importance de l'évaporation dans la cavité et de l'évapotranspiration au-dessus). De plus, dans les spéléothèmes étudiés, l'influence de ces facteurs ne se manifeste pas sous la forme d'un autre paramètre qui, par son évolution corrélée au signal du $\delta^{18}\text{O}$, aurait pu aider à l'interprétation de ce dernier (comme c'était le cas pour le $\delta^{13}\text{C}$ avec les textures).

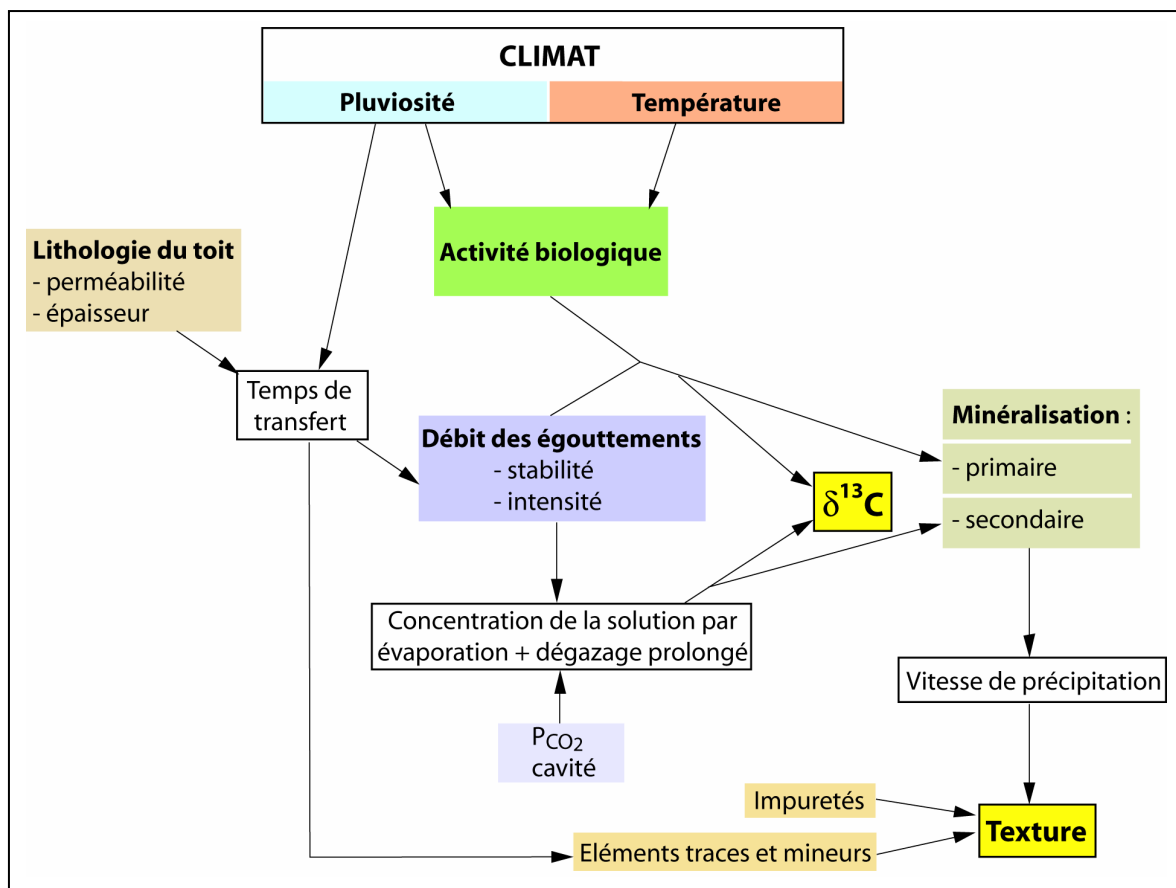


Figure 147. Les principaux facteurs et leurs interactions qui déterminent le $\delta^{13}\text{C}$ et la texture des spéléothèmes.

Ce schéma est principalement bâti d'après les observations réalisées sur les spéléothèmes de Coudoulous et Bourgeois-Delaunay. Les éléments traces sont représentés même s'ils n'ont pas été mesurés au long de l'axe de croissance de ces spéléothèmes car il s'agit d'un facteur important. Ils fournissent notamment des renseignements sur le temps de résidence des eaux d'infiltration et leur cheminement dans la zone vadose qu'il aurait été intéressant d'avoir dans le cadre de cette étude.

Discussion

II. Comparaison du signal isotopique des spéléothèmes de Bourgeois-Delaunay et Coudoulous avec les enregistrements d'autres archives paléoclimatiques

1. Préambule

Dans ce chapitre, les enregistrements isotopiques des spéléothèmes sont comparés avec des enregistrements paléoclimatiques fournis par d'autres archives, continentales, marines, ou polaires.

Toutefois, la nature des comparaisons possibles à partir de chaque spéléothème dépend de la qualité et de la durée de leur enregistrement isotopique et de la fiabilité de leurs datations :

- La partie inférieure de Cou2 (DCC) ne présente pas un âge assez fiable pour être exploitée dans des comparaisons.
- La partie supérieure de Cou2 (WPC) est assez bien datée mais la période couverte par sa croissance est trop courte (environ 500 ans, soit bien inférieure aux incertitudes sur l'âge à 2σ) pour permettre des corrélations à distance fiables avec d'autres enregistrements dont la résolution est plus basse et dont la chronologie est aussi incertaine (voire plus, pour la plupart des archives de cette époque). De plus, la précipitation de cette portion de Cou2 a été plus ou moins influencée par des processus cinétiques.
- La période de croissance de Cou1 est plus longue mais son modèle d'âge présente de fortes incertitudes. De plus, sa précipitation s'est déroulée dans des conditions de déséquilibre isotopique, plus prononcé durant la croissance de la première moitié du spéléothème que de la seconde.
- BDsup a précipité dans des conditions proches de l'équilibre et ses datations sont relativement fiables. Toutefois, comme pour Cou2 (WPC), la période couverte par sa croissance est trop courte (< 3 ka), inférieure aux incertitudes sur les datations. Son enregistrement isotopique ne peut donc pas être corrélé avec précision et fiabilité à d'autres enregistrements paléoclimatiques dont la résolution est moindre et la chronologie tout aussi incertaine.
- Finalement, BDinf est le seul spéléothème à présenter les conditions requises pour être une bonne archive paléoclimatique : 1) il a précipité dans des conditions proches de l'équilibre isotopique, 2) son modèle d'âge est relativement fiable, à l'intérieur des incertitudes de datation (± 3 ka environ à 2σ), 3) sa période de croissance a duré environ 10 ka et est donc suffisamment longue pour avoir enregistré des fluctuations climatiques qui peuvent être comparées à distance avec d'autres enregistrements.

Par conséquent, BDinf fera l'objet d'une comparaison détaillée et approfondie avec les enregistrements paléoclimatiques fournis par d'autres archives.

Au contraire, BDsup et Cou2 (WPC), dont la période de croissance est si courte qu'elle n'a pas enregistré de fluctuation climatique remarquable, sont intéressants par leur existence même : ils représentent un court épisode de concrétionnement, c'est à dire l'existence de conditions locales particulièrement favorables à la précipitation. Ce n'est donc pas leur

enregistrement isotopique qui sera comparé aux autres archives, mais plutôt leur période de croissance que l'on tentera de situer dans le contexte paléoclimatique global.

Quant à Cou1, sa période de croissance est assez longue pour que des variations climatiques aient été enregistrées par son signal isotopique mais celui-ci a été influencé par des fractionnements cinétiques. La comparaison de son signal avec d'autres enregistrements contemporains permettra peut-être de reconnaître des variations climatiques dont l'empreinte dans le signal isotopique est plus ou moins faussée par l'influence des processus cinétiques sur le fractionnement. Par ailleurs, les variations d'intensité des processus cinétiques à Cou1 dépendent principalement des conditions environnementales locales qui elles-mêmes sont contrôlées (au moins pour partie) par les variations climatiques. Il paraît donc intéressant de repérer ces variations d'intensité du fractionnement cinétique dans le signal isotopique de Cou1 et de voir si celles-ci peuvent se corrélérer à des événements climatiques.

2. L'enregistrement isotopique de BDinf : une archive paléoclimatique à haute résolution du Dernier Interglaciaire

2.1. Introduction

La comparaison de BDinf avec d'autres archives paléoclimatiques doit permettre d'identifier des similitudes et des différences, à la fois d'ordre chronologique et climatique. Les différences d'ordre chronologique (*i.e.* timing et durée des événements) peuvent être liées :

- aux incertitudes sur les modèles d'âge et aux différences de résolution de l'une ou l'autre des archives ;
- à des décalages réels du signal climatique d'une région à l'autre ;
- ou à des décalages dans la réponse au signal climatique d'un *proxy*¹ par rapport à l'autre (*e.g.* les réponses de la végétation au signal climatique, enregistrées par un type de proxy, peuvent être retardées par rapport aux variations de température de l'air ou de pluviosité, enregistrées directement par un autre type de proxy).

Les différences d'ordre climatique peuvent être liées :

- aux particularités propres à chaque région ;
- à la nature des proxies comparés (*i.e.* différence de sensibilité à un signal climatique donné, effet de seuil,...) et du paramètre environnemental qu'ils enregistrent (*e.g.* température de l'air, de l'eau de surface, de l'eau profonde, de la pluviosité, etc.).

Il n'est pas toujours possible de connaître précisément l'origine et la signification des différences entre archives paléoclimatiques. C'est pourquoi la réplication et la multiplication de ces archives sont importantes pour mieux comprendre le système climatique et la façon dont ses variations ont pu être enregistrées selon les régions et les proxies. Ce manque de données est particulièrement sensible en domaine continental, milieu habité par les Hommes, où les archives sont peu nombreuses et souvent mal datées, discontinues et courtes.

Dans ce cadre, BDinf fournit un enregistrement à haute résolution, daté directement par Th/U, de l'évolution des paléoclimats sur le continent, dans le sud-ouest de la France, au cours de la première partie du Dernier Interglaciaire (entre 127,3 et 117,2 ± 3 ka). Il vient donc alimenter la discussion autour du climat et de la chronologie de cette période.

2.2. Problématique du Dernier Interglaciaire

Le Dernier Interglaciaire² est considéré comme un bon analogue de la période actuelle, malgré le fait que sa configuration orbitale n'était pas exactement la même que celle de l'Holocène. De ce point de vue, l'interglaciaire de l'OIS 11 est le meilleur analogue (Howard, 1997 ; Loutre et Berger, 2003). Cependant, les enregistrements paléoclimatiques du LI sont plus nombreux, mieux préservés et plus faciles à caler chronologiquement que ceux de l'OIS 11 (Van Kolfshoten et Gibbard, 2000). Leur étude est donc primordiale pour affiner notre connaissance de la variabilité climatique naturelle durant des périodes interglaciaires afin d'améliorer les prévisions des changements climatiques futurs (Van Kolfshoten *et al.*, 2003).

¹ Proxy : anglicisme désignant un marqueur climatique, un élément variant en réponse aux fluctuations climatiques et dont l'analyse donne accès à celles-ci.

² Dernier Interglaciaire : par commodité, l'acronyme « LI », pour *Last Interglacial*, sera utilisé par la suite.

Néanmoins, cette période reste encore relativement peu documentée du fait des problèmes de conservation, de résolution chronologique et de datation des archives. De plus, une des difficultés majeures pour la comparaison des archives réside dans les différences de définitions données du LI en fonction de la nature du proxy paléoclimatique étudié (e.g. niveau marin maximum ; maximum de développement des forêts ; SST maximales ; période aux rapports isotopiques singuliers dans les spéléothèmes ; période de température maximale d'après les carottes de glace polaire ; etc.). En effet, l'enregistrement de la période « d'optimum » n'est pas nécessairement synchrone d'un proxy à l'autre. Ainsi, des corrélations directes entre environnement terrestre (pollens) et MIS ($\delta^{18}\text{O}$ benthique) au sein d'une même carotte marine sur la marge ibérique ont montré que le LI dans le sud de l'Europe n'était pas l'équivalent du MIS 5e (Sánchez Goñi *et al.*, 2000 ; Shackleton *et al.*, 2002 ; Shackleton *et al.*, 2003).

Sur le continent européen, les interglaciaires sont définis à partir de stratotypes (Mangerud, 1991). Le LI est généralement assimilé à l'Eémien, dont le stratotype situé aux Pays-Bas, près de la ville d'Amersfoort, est documenté par Zagwijn (1961). La séquence pollinique de l'Eémien a été décrite sur le stratotype d'origine (Zagwijn, *op. cit.*) complétée à sa base par le parastratotype d'Amsterdam-Terminal (Cleveringa *et al.*, 2000 ; Gibbard, 2003 ; van Leeuwen *et al.*, 2000). Globalement, l'Eémien est défini par les palynologues comme un épisode dominé par les éléments forestiers, précédé par la végétation ouverte de l'avant-dernière glaciation et suivi par la végétation ouverte de la dernière glaciation (Jessen et Milthers, 1928 ; Turner et West, 1968). L'étude de plusieurs séquences végétales européennes démontre qu'il se produit durant cet intervalle une succession de taxons caractéristiques (Cheddadi *et al.*, 1998 ; Sánchez Goñi *et al.*, 1999 ; Woillard, 1978). Néanmoins, la nature des taxons qui se succèdent au cours de l'Eémien, le timing de chacune de ses phases climatiques et sa durée fluctuent en fonction de critères géographiques (latitude, continentalité, altitude ; Cheddadi *et al.*, *op. cit.* ; Sánchez Goñi *et al.*, 2005 ; Tzedakis, 2003). À cause du manque de chronologies fiables et de la diversité des méthodes de datations, la comparaison entre les divers enregistrements de cette période est généralement délicate et la durée de l'Eémien fait donc toujours débat, variant entre 10 et 23 ka selon les auteurs (Caspers *et al.*, 2002 ; Guiot *et al.*, 1993 ; Kukla *et al.*, 1997 ; Müller, 1974 ; Shackleton *et al.*, 2002 ; Shackleton *et al.*, 2003 ; Turner, 2002 ; Tzedakis *et al.*, 2002, 2003). D'après les corrélations terre-mer directes dans les carottes marines au large du Portugal, il apparaît que la végétation interglaciaire est en retard sur la déglaciation : la base de l'Eémien est plus récente que la base du MIS 5e, se situant dans la période de « plateau » du $\delta^{18}\text{O}$ benthique pendant laquelle le volume de glace globale était minimum et le niveau marin global était probablement quelques mètres au-dessus du niveau actuel. De plus, la fin de l'Eémien se situe dans cette région dans le MIS 5d, alors que les calottes de glace ont repris leur croissance depuis plusieurs milliers d'années. Finalement, la durée de l'Eémien dans le sud de l'Europe est estimée ici à environ 16 ka, entre 126 et 110 ka (Sánchez Goñi *et al.*, 2005 ; Shackleton *et al.*, 2002 ; Shackleton *et al.*, 2003). Dans le nord de l'Europe, les estimations basées sur les carottes lacustres laminées d'Allemagne attribuent une durée de 10 à 11 ka à l'Eémien (Caspers *et al.*, 2002 ; Müller, 1974). Ce diachronisme entre nord et sud semble s'être accentué au cours de l'interglaciaire : il n'aurait été que de quelques centaines d'années au début de l'Eémien mais de plusieurs milliers d'années à sa fin. Les gradients de végétation auraient été accentués à partir de 115 ka environ en liaison avec le développement des calottes de glace (Sánchez Goñi *et al.*, 2005 ; Tzedakis, 2003).

Par ailleurs, le LI apparaît globalement stable par opposition au dernier glaciaire (e.g. Adkins *et al.*, 1997 ; Chappellaz *et al.*, 1997 ; Litt *et al.*, 1996 ; Zahn, 1994), mais il contient néanmoins des événements courts dont la manifestation varie selon les régions (e.g. Frogley *et al.*, 1999 ; Fronval *et al.*, 1998 ; Heusser et Oppo, 2003 ; Maslin *et al.*, 1998 ; Maslin et

Tzedakis, 1996 ; Sánchez Goñi *et al.*, 1999 ; Seidenkrantz et Knudsen, 1997 ; Stirling *et al.*, 1998).

Les transitions au début et à la fin du LI semblent très rapides mais sont en revanche interrompues par des instabilités marquées (de Beaulieu et Reille, 1992 ; Esat *et al.*, 1999 ; Eynaud *et al.*, 2000 ; Litt *et al.*, 1996 ; McCulloch *et al.*, 1999 ; Oppo *et al.*, 1997 ; Sarnthein et Tiedemann, 1990 ; Woillard, 1979). Ces phases de transition constituent des périodes clés pour mieux comprendre l'origine et le déroulement des entrées en glaciation et des déglaciations : quel est leur timing exact ? quels sont les facteurs déclenchants et les mécanismes de forçage ? quelle est l'origine des instabilités ? comment se manifestent-elles sur les paléoenvironnements ? (*e.g.* Esat *et al.*, 1999 ; Henderson et Slowey, 2000 ; Spötl *et al.*, 2002 ; Winograd, 2002).

Les spéléothèmes peuvent s'inscrire dans ces débats en fournissant des archives paléoclimatiques continentales et non perturbées, datées directement par des méthodes radiochronologiques. Ces archives, largement répandues, peuvent permettre des corrélations à distance plus fiables des événements climatiques et peuvent ainsi renseigner sur les différences de timing, de durée ou de manifestation de ces événements (*e.g.* Bar-Matthews *et al.*, 2003 ; Frumkin *et al.*, 2000 ; Holzkämper *et al.*, 2004 ; Lauritzen, 1995 ; Zhao *et al.*, 2001).

2.3. Comparaison de l'enregistrement de BDinf avec d'autres archives paléoclimatiques du Dernier Interglaciaire

Quelques archives paléoclimatiques du Dernier Interglaciaire (LI) ont été sélectionnées pour effectuer des comparaisons avec l'enregistrement du spéléothème BDinf (Figure 149). Il s'agit d'enregistrements à haute résolution de différents proxies climatiques obtenus à partir de carottes marines profondes, de carottes de glace ou de spéléothèmes (Figure 148).

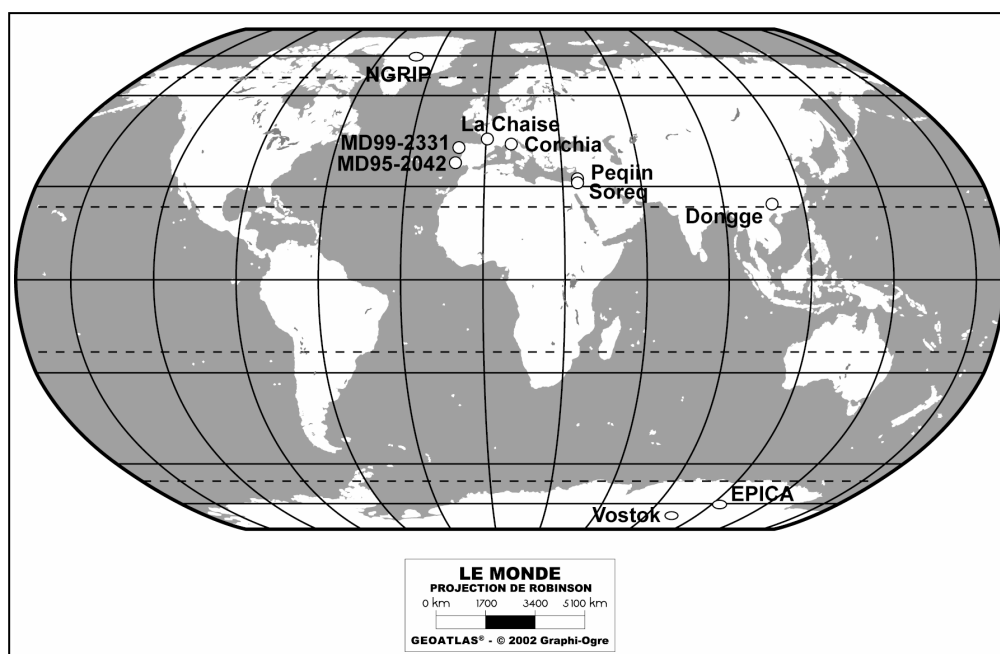


Figure 148. Localisation des archives paléoclimatiques comparées avec l'enregistrement isotopique de BDinf.

Les enregistrements paléoclimatiques de ces archives sont aujourd'hui parmi les plus continus et à la plus haute résolution temporelle pour la période du Dernier Interglaciaire. NGRIP, Vostok, EPICA : carottes de glace. MD99-2331, MD95-2042 : carottes marines profondes. Corchia, Peqin, Soreq, Dongge : stalagmites.

Les carottes marines MD99-2331 et MD95-2042 proviennent d'une région voisine (au large de la péninsule ibérique, au nord et au sud respectivement). Elles fournissent des corrélations directes entre de multiples proxies marins et continentaux et la résolution temporelle de leurs enregistrements est supérieure à celle de la plupart des enregistrements marins et polliniques de cette période. Toutefois, pour la période concernée par la croissance de BDinf, la résolution temporelle moyenne des analyses polliniques dans la carotte MD99-2331 est de 830 ans et celle des analyses du $\delta^{18}\text{O}$ des foraminifères est de 550 ans. Dans la carotte MD95-2042, ces résolutions temporelles moyennes deviennent respectivement 510 et 640 ans. Toutes ces résolutions temporelles sont faibles au regard de celle de l'enregistrement isotopique de BDinf (*i.e.* 43 ans) et cette différence, associées aux incertitudes sur la chronologie de chaque enregistrement, rend les corrélations entre archives délicates.

Les enregistrements les plus continus et à la meilleure résolution pour la période considérée sont les enregistrements polaires : les carottes de Vostok et EPICA, en Antarctique, et de NorthGRIP, au Groenland, sont utilisées pour les comparaisons. La résolution moyenne des enregistrements de Vostok et EPICA, pour la période entre 115 et 130 ka, est de *ca* 57 et 300 ans. Celle de NGRIP est de 50 ans pour la période entre 115 ka et la fin de l'enregistrement, vers 123 ka.

Enfin, le signal isotopique de BDinf est comparé avec celui d'autres spéléothèmes développés au cours du LI. Les stalagmites de l'Antro del Corchia (Italie), Soreq et Peqiin (Israël), et Dongge (Chine) ont été sélectionnées car, parmi les archives continentales datées, celles-ci ont été analysées à haute résolution et présentent les enregistrements les plus continus.

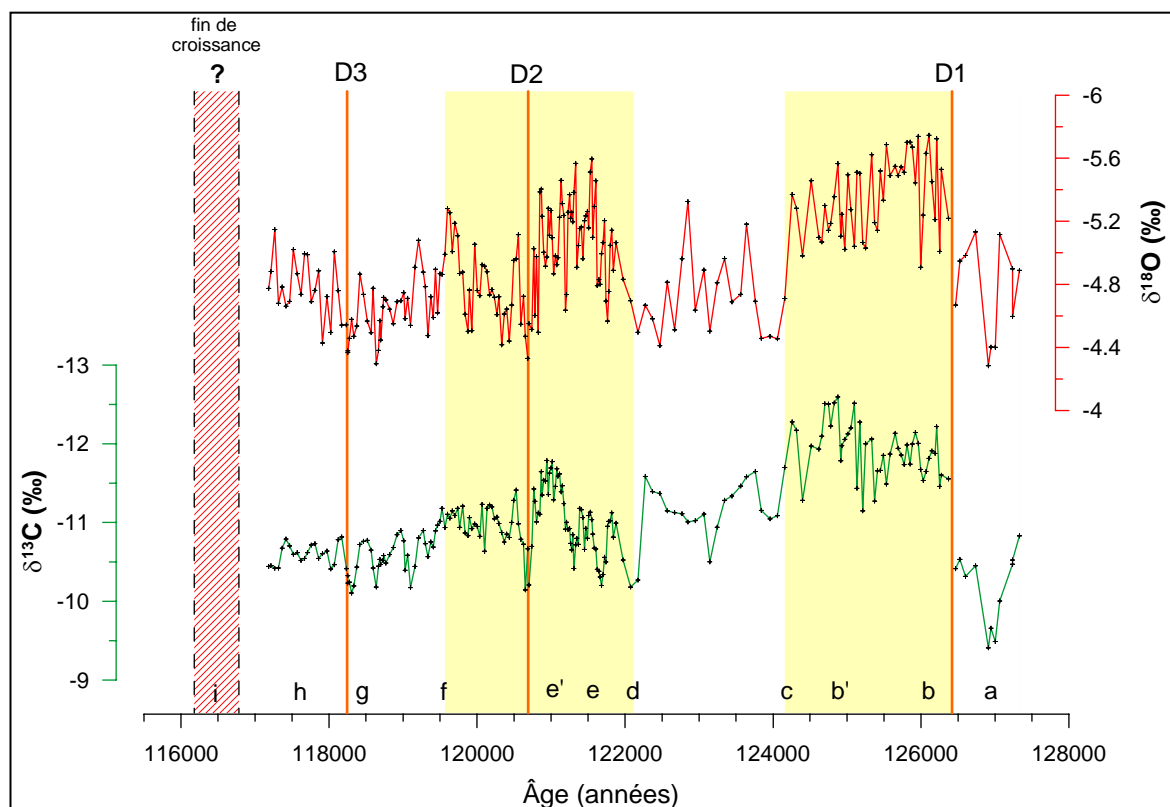


Figure 149. Variations des rapports isotopiques de l'oxygène et du carbone de BDinf au cours du temps. D1, D2, D3 : discontinuités de croissance. Rectangle hachuré à gauche : période probable d'arrêt de croissance de BDinf (selon l'hypothèse d'érosion du sommet, entre 2 et 5 cm). Les deux périodes d'optimum climatique sont en jaune. Les lettres a à h renvoient au texte.

2.3.1. Un événement froid au cours de la transition OIS 6-5 : le HE11 ?

La première partie de l'enregistrement isotopique montre un événement froid abrupt de courte durée (300 à 500 ans) et de haute amplitude centré sur 126,9 ka (a dans la [Figure 149](#)). Celui-ci constitue une oscillation majeure au cours de la phase d'amélioration climatique qui précède l'optimum du LI. Un tel événement froid, se produisant au cours de la Terminaison II (période de déglaciation entre les MIS 6 et 5) a été décrit dans différents types d'enregistrements marins et continentaux (e.g. Drysdale *et al.*, 2005 ; Esat *et al.*, 1999 ; Holzkämper *et al.*, 2004 ; Lauritzen, 1995 ; Maslin *et al.*, 1996 ; McCulloch *et al.*, 1999 ; McManus *et al.*, 1994 ; Oppo *et al.*, 1997 ; Pérez-Folgado *et al.*, 2004 ; Sarinthein et Tiedemann, 1990 ; Seidenkrantz, 1993). Cette « pause » dans la déglaciation est peut être associée à l'événement de type Heinrich 11 (HE 11) décrit par certains auteurs (e.g. Heinrich, 1988 ; McManus *et al.*, 1994 ; Oppo *et al.*, 1997). Selon Lototskaya et Ganssen, 1999, le HE 11 est particulièrement bien enregistré par la carotte marine profonde T90-9P dans l'Atlantique nord. Ils le situent entre la fin de la pause de la Terminaison II et le début de la dernière phase de déglaciation précédant le volume minimum de glace, *i.e.* entre ~129 et ~127 ka (d'après un calage chronologique sur SPECMAP). Cette pause dans la déglaciation a également été rapportée par Gouzy *et al.* (2004) dans l'enregistrement benthique de la carotte MD99-2331. Or, dans cette carotte, entre la fin de la pause et le volume de glace minimum, un événement froid a été enregistré dans les eaux de surface de manière synchrone avec un pic de fraction grossière (Sánchez Goñi *et al.*, 2005). Bien que cette fraction grossière ne soit pas clairement identifiée comme étant des IRD (*ice-rafted debris, i.e. tills*), la coïncidence est troublante et la carotte MD99-2331 pourrait bien avoir enregistré une manifestation atténuée du HE 11. On peut noter enfin que cet événement froid a été enregistré aussi bien par les foraminifères planctoniques de la carotte MD99-2331 que par ceux de la carotte MD95-2042 ([Figure 150](#)). Shackleton *et al.* (2002, Fig. 1) avaient déjà suggéré son association au HE 11, sans fournir toutefois de justification détaillée.

En conclusion, l'événement froid enregistré au début de la croissance du spéléothème BDinf pourrait donc être associé au HE 11, tel qu'il est enregistré dans les carottes MD99-2331 et MD95-2042 ([Figure 150](#)). Toutefois, cette corrélation ne peut pas être affirmée car la morphologie du signal isotopique au cours de la période précédant cet événement est inconnue (la croissance de BDinf n'avait pas commencé) et parce que des incertitudes pèsent sur les modèles d'âge de BDinf et des carottes marines. Aussi, une autre corrélation pourrait être envisagée avec les enregistrements des carottes marines : il pourrait s'agir du stadiaire post-Zeifen enregistré par les pollens (vers 127 ka ; Sánchez Goñi *et al.*, 2005), qui se manifeste aussi par une brève diminution abrupte du $\delta^{18}\text{O}$ des foraminifères planctoniques de la carotte MD99-2331 (et par une légère diminution du $\delta^{18}\text{O}$ des foraminifères benthiques de la carotte MD95-2042 (?) ; [Figure 150](#)).

Le signal du $\delta^{18}\text{O}$ de la stalagmite CC5 (Corchia) montre également une pause vers 130 ± 2 ka, au cours de la transition vers les conditions pléni-interglaciaires (Drysdale *et al.*, 2005 ; [Figure 150](#)). Cet événement est relativement long (~2 ka) et a été associé à la « pause » de la Terminaison II (Drysdale *et al.*, 2005 ; Drysdale *et al.*, 2006). Or, il se situe juste avant l'optimum du Dernier Interglaciaire, comme dans BDinf. Cette comparaison tendrait donc à soutenir l'hypothèse que BDinf a enregistré à sa base la pause de l'avant-dernière déglaciation, probablement associée au HE 11.

Figure 150. Comparaison de l'enregistrement isotopique de BDinf avec d'autres archives paléoclimatiques.

$\delta^{18}\text{O}$ des stalagmites D3 et D4 de Dongge d'après Yuan *et al.* (2004) ; $\delta^{18}\text{O}$ des stalagmites de Soreq et Peqiin d'après Bar-Matthews *et al.* (2003).

$\delta^{18}\text{O}$ de la glace de NGRIP d'après NorthGRIP members (2004) ; DO : événements de Dansgaard-Oeschger.

δD de la glace d'EPICA d'après EPICA comm. members (2004) ; δD de la glace de Vostok d'après Petit *et al.* (1999).

$\delta^{18}\text{O}$ de la stalagmite CC5 de Corchia d'après Drysdale *et al.* (2005).

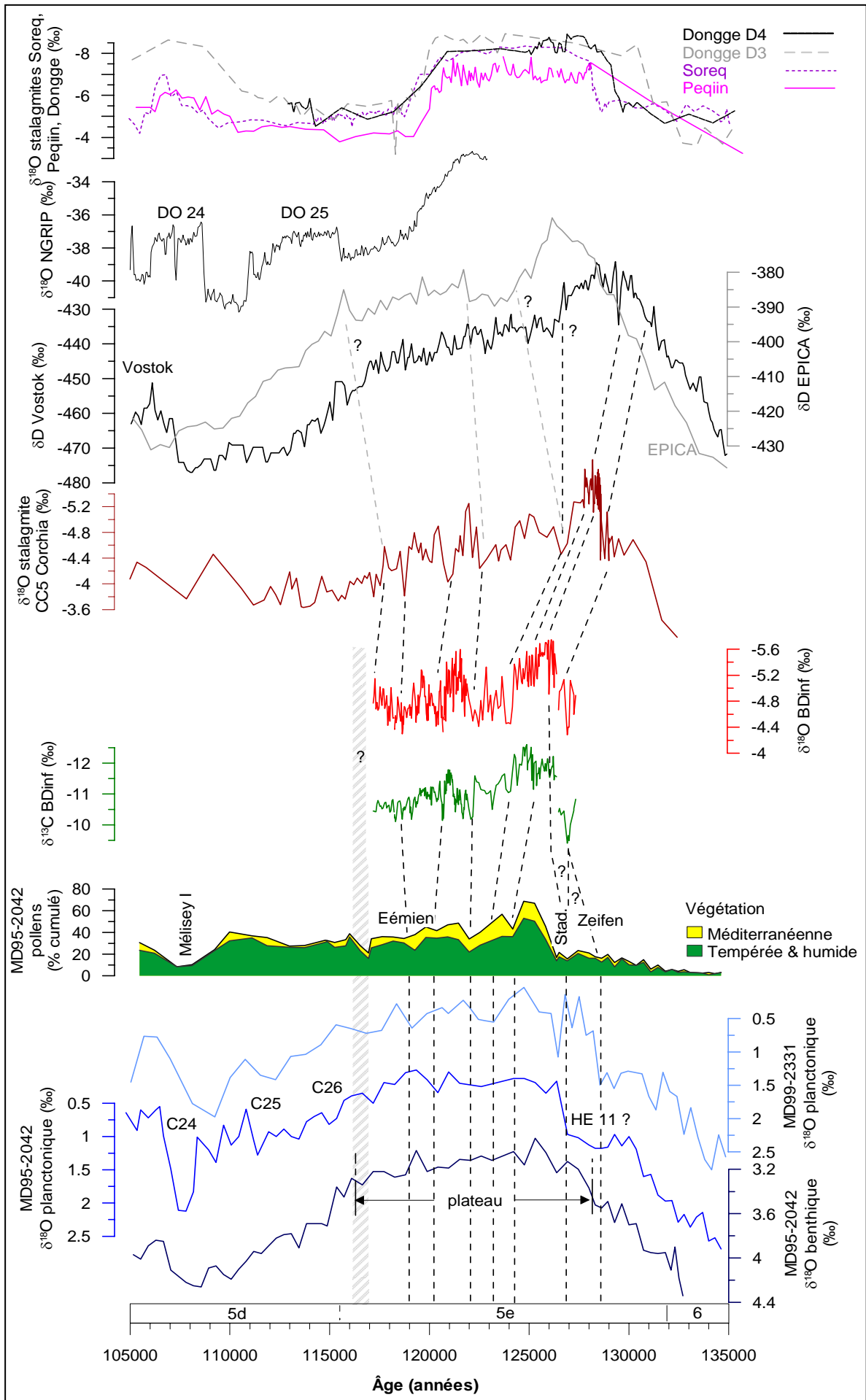
$\delta^{18}\text{O}$ des foraminifères planctoniques et benthiques des carottes atlantiques MD99-2331 et MD95-2042 et pourcentage de pollens de végétation tempérée humide et méditerranéenne d'après Shackleton *et al.* (2002) et Sánchez Goñi *et al.* (2005).

Les limites entre les MIS sont définies sur la base de la courbe du $\delta^{18}\text{O}$ benthique de la carotte MD95-2042 (Shackleton *et al.*, 2002).

C24, C25, C26 : événements froids identifiés dans le centre de l'Atlantique Nord (Chapman et Shackleton, 1999 ; McManus *et al.*, 1994). Leur position stratigraphique est estimée par Shackleton *et al.* (2002) et Sánchez Goñi *et al.* (2005).

Lignes pointillées : propositions de corrélations.

Zone verticale hachurée : période au cours de laquelle la croissance de BDinf a cessé (calculée d'après une érosion supposée de 2 à 5 cm de hauteur au sommet de BDinf).



2.3.2. Variabilité climatique au cours du Dernier Interglaciaire

La principale caractéristique de l'enregistrement isotopique de BDinf est certainement son **double optimum climatique**. Le premier optimum dure environ 2,3 ka et est le plus prononcé (de D1 à c dans la Figure 149). Son maximum intervient juste après la Terminaison II dans le signal du $\delta^{18}\text{O}$ et 1,3 ka plus tard dans le signal du $\delta^{13}\text{C}$. La très rapide augmentation de température suivant l'avant-dernière glaciation et la précocité de l'optimum thermique dans l'Eémien sont des caractéristiques climatiques typiques, retrouvées dans de nombreux enregistrements européens, océaniques ou continentaux (Litt *et al.*, 1996 ; Rasmussen *et al.*, 2003 ; Rioual *et al.*, 2001 ; Zagwijn, 1996).

Cette période d'optimum climatique est suivie d'une détérioration longue de ~2 ka (c à d dans la Figure 149) puis d'un deuxième optimum, plus instable (d à f dans la Figure 149). Ce deuxième épisode clément dure ~2,6 ka.

De fortes similitudes apparaissent entre l'enregistrement de BDinf et le signal du δD de la carotte antarctique EPICA (Figure 150) : 1) comme pour BDinf, il y a deux optima séparés par une détérioration climatique, le premier étant plus prononcé que le second ; 2) la durée du deuxième optimum est équivalente dans les deux enregistrements (environ 2,5 ka) tandis que le premier optimum apparaît plus long d'environ 2 ka dans EPICA. Le deuxième optimum, moins marqué, est toutefois plus difficile à délimiter sur l'enregistrement d'EPICA que sur celui de BDinf et c'est encore plus difficile dans l'enregistrement de Vostok, qui présente pourtant une meilleure résolution.

La comparaison avec le $\delta^{18}\text{O}$ de NGRIP (NorthGRIP members, 2004) est délicate à cause de l'interruption de cet enregistrement à 123 ka (Figure 150).

L'enregistrement des pourcentages de pollens méditerranéens et tempérés dans la carotte MD95-2042 présente également une morphologie semblable à celle de BDinf : deux optima entre ~126 ka et ~123 ka et entre ~122 ka et ~117 ka séparés par une dégradation (~1 ka) (Figure 150). D'autres séquences polliniques ont également permis de mettre en évidence l'existence d'au moins deux optima thermiques au cours de l'Eémien. D'après Klotz *et al.* (2003), les deux sont caractérisés par des conditions plus chaudes et plus océaniques que l'actuel mais le premier serait le plus chaud et il apparaît au début de l'Eémien. De même, pour Rousseau *et al.* (2006), un premier optimum thermique apparaît juste après la Terminaison II. Après une légère dégradation, deux autres intervalles chauds sont identifiés, qui semblent correspondre au deuxième optimum enregistré par BDinf, interrompu par une courte dégradation (au niveau de D2, *cf. infra*).

Le signal du $\delta^{18}\text{O}$ dans la stalagmite CC5 de l'Antro del Corchia (Italie) présente une morphologie très proche de celle de BDinf. Toutefois, les deux optima ne se dégagent pas aussi clairement car ils s'inscrivent dans une tendance globale vers un enrichissement du $\delta^{18}\text{O}$ (*cf.* les propositions de corrélations dans la Figure 150). La ressemblance morphologique est encore soulignée par la proximité chronologique des deux enregistrements : les corrélations proposées supposent des écarts de l'ordre de 500 ans sur la partie supérieure de l'enregistrement, jusqu'à 2,5 ka sur la partie inférieure, soit des différences d'âge inférieures à l'incertitude sur les dates absolues. Enfin, il est intéressant de remarquer que les enregistrements de BDinf et de CC5 présentent des valeurs de $\delta^{18}\text{O}$ semblables pour la période considérée alors que les conditions de précipitation étaient différentes. Sur la base de ces différences de conditions de précipitation, les valeurs de $\delta^{18}\text{O}$ de CC5 devraient théoriquement être plus négatives que celle de BDinf (car CC5 s'est formée en altitude, à 500 m de l'entrée de la grotte, qui présente actuellement une température moyenne de 7,5°C ; *cf. Annexe 4*). Cette ressemblance de valeurs est donc difficile à expliquer sans l'intervention à Corchia de fractionnement cinétique ou de précipitation antérieure de calcite dans la zone vadose.

En première conclusion, les **deux épisodes climatiques séparés par une détérioration climatique au sein de la première partie de l'Eémien semblent bien être un caractère climatique global**, enregistré sur les continents comme en domaine océanique et polaire.

Cependant, les enregistrements des spéléothèmes de Dongge, Peqiin et Soreq ne montrent pas cette variation. Ceci peut être dû à leur localisation spécifique et au fait que le $\delta^{18}\text{O}$ de la calcite est principalement contrôlé par la quantité de précipitations dans ces régions : le $\delta^{18}\text{O}$ de la calcite de Dongge (Chine) caractérise la mousson d'été est-asiatique (Yuan *et al.*, 2004) et celui de Soreq et Peqiin (Israël) caractérise l'effet de masse des précipitations méditerranéennes (Bar-Matthews *et al.*, 2003). Par conséquent, il semble que contrairement à ces spéléothèmes, **le signal du $\delta^{18}\text{O}$ de BDinf**, localisé dans une région tempérée humide, **répond mieux aux variations de température**, comme la végétation tempérée et méditerranéenne de la péninsule ibérique et le δD d'EPICA ou de Vostok. Cette déduction est encore confirmée par la ressemblance morphologique entre la courbe du $\delta^{18}\text{O}$ de BDinf et la courbe de reconstruction des températures moyennes annuelles à partir de la séquence pollinique de la Grande Pile (Rousseau *et al.*, 2006).

Lorsqu'on observe l'enregistrement de BDinf à plus haute résolution, un certain nombre d'instabilités de courte durée apparaissent. Ainsi, pendant la première période de maximum de la courbe du $\delta^{18}\text{O}$, juste après la discontinuité D1, trois pics « froids » apparaissent entre 126,3 ka et 125,9 ka, caractérisés par une très courte durée mais une forte amplitude (jusqu'à 0,8 ‰ ; **b** dans la [Figure 149](#)). Cette instabilité n'a vraisemblablement pas eu le temps de se répercuter sur le signal du $\delta^{13}\text{C}$. Elle semble avoir été enregistrée par le δD de la glace de Vostok et par le $\delta^{18}\text{O}$ de la stalagmite de Corchia. Ces comparaisons confirment qu'elle peut être liée à des variations abruptes de température. Il est plus délicat de corrélérer cet épisode avec les enregistrements à plus basse résolution des carottes MD95-2042 et MD99-2331. Il pourrait éventuellement être associé au stadaire post-Zeifen enregistré par la végétation de la péninsule ibérique, contemporain d'une diminution abrupte du $\delta^{18}\text{O}$ des foraminifères planctoniques (Sánchez Goñi *et al.*, 2005 ; [Figure 150](#)). Toutefois, cela implique que le premier événement abrupt froid enregistré par BDinf ne soit pas déjà associé au stadaire post-Zeifen mais bien à la pause de la TII (*cf. supra*). Sinon, cette instabilité n'est peut être pas visible dans les enregistrements des carottes MD95-2042 et MD99-2331 faute d'une résolution suffisante pour la faire apparaître ?

Au cours du deuxième optimum, une instabilité est associée à la discontinuité D2 : une détérioration abrupte la précède et une amélioration abrupte la suit, dans les deux signaux isotopiques ([Figure 149](#)). Néanmoins, après cette discontinuité et jusqu'à la fin du deuxième optimum, le signal du $\delta^{13}\text{C}$ ne revient pas à son niveau d'origine. Quant à celui du $\delta^{18}\text{O}$, il montre une tendance à l'amélioration parsemée de péjorations climatiques. Cet épisode instable au sein du deuxième optimum climatique global semble pouvoir être discerné également dans les enregistrements du δD d'EPICA et de Vostok, du $\delta^{18}\text{O}$ de la stalagmite de Corchia et peut être aussi de la végétation tempérée et méditerranéenne de la carotte MD95-2042 (*cf.* propositions de corrélations dans la [Figure 150](#)). Cette dernière corrélation avec l'enregistrement pollinique de la carotte MD95-2042 est soutenue par l'évolution du Charme (*Carpinus betulus*) dans la carotte MD99-2331 : *Carpinus betulus* est un taxon marqueur de températures hivernales plus froides, or il est apparu quelques centaines d'années plus tôt seulement et passe le seuil des 3% dans le spectre pollinique lors de cet épisode de péjoration (Sánchez Goñi *et al.*, 2005). Enfin, la reconstitution des conditions climatiques à partir des pollens de la Grande Pile montre une courte période de refroidissement et de diminution des précipitations séparant deux phases plus chaudes (dernier optimum) et plus humides dans la deuxième moitié de l'Eémien (Rousseau *et al.*, 2006). Tous ces éléments de comparaison confirment l'interprétation du signal isotopique

associé à la discontinuité D2 de BDinf : il pourrait s'agir d'un bref refroidissement climatique global associé à une diminution des précipitations sur l'ouest de l'Europe, entre ~120,5 et ~120,8 ka.

A la suite de la deuxième période d'optimum climatique enregistrée par BDinf, une période de détérioration (g dans la Figure 149) apparaît dans le signal isotopique qui pourrait être corrélée avec une diminution de la végétation tempérée humide (partiellement compensée par une augmentation de la végétation méditerranéenne) dans les enregistrements des carottes MD99-2331 et MD95-2042 (Sánchez Goñi *et al.*, 2005 ; Figure 150).

La dernière partie de la stalagmite BDinf est caractérisée par une amélioration mineure du signal isotopique, en particulier du $\delta^{18}\text{O}$ (h dans la Figure 7) ; cette période est tronquée par l'érosion du sommet du spéléothème.

On remarque que la période au cours de laquelle la fin du concrétionnement de BDinf est estimée (*i.e.* entre 116,2 et 116,8 ka) se corrèle assez bien avec un premier net refroidissement de surface enregistré par le $\delta^{18}\text{O}$ des foraminifères planctoniques dans les carottes MD99-2331 et MD95-2042. Cette chute de température s'est également imprimée dans le pourcentage global de végétation tempérée et méditerranéenne dans la carotte MD95-2042 (Figure 150). Dans la carotte MD99-2331, plus au sud, elle se manifeste par une diminution de la végétation méditerranéenne au profit de la végétation tempérée humide et, en particulier, de *Carpinus betulus* (Sánchez Goñi *et al.*, 2005). Elle correspond également à la fin du plateau isotopique du $\delta^{18}\text{O}$ des foraminifères benthiques dans la carotte MD95-2042 (Figure 150). Tous ces éléments convergent vers une **origine climatique de l'arrêt de croissance de BDinf**, telle qu'un net **refroidissement contemporain de la reprise de croissance des calottes polaires**. Cet événement froid, qui précède de peu l'événement polaire C26 enregistré dans les eaux de surface (Chapman et Shackleton, 1999), se situe dans la partie médiane de l'Eémien du sud de l'Europe, d'après les spectres polliniques des carottes MD99-2331 et MD95-2042. La croissance du spéléothème BDinf n'a donc enregistré que la partie la plus favorable du Dernier Interglaciaire. Les autres spéléothèmes, de Chine et du Proche-Orient, montrent également un changement majeur du régime des précipitations à proximité de cette période (Bar-Matthews *et al.*, 2003 ; Yuan *et al.*, 2004).

Un « **événement mid-Eémien** » a été décrit par les paléocéanographes mais il correspond en réalité à un refroidissement des eaux de surface important mais bref au sein du MIS 5e (Cortijo *et al.*, 1994 ; Fronval et Jansen, 1996 ; Maslin *et al.*, 1996). Ce terme « mid-éémien » prête donc aujourd'hui à confusion car il a été montré depuis que le MIS 5e n'était pas l'équivalent océanique de l'Eémien sur le continent (Sánchez Goñi *et al.*, 1999 ; Sánchez Goñi *et al.*, 2000). Parallèlement, une ou deux phases de refroidissement des températures d'hiver ont été détectées dans les enregistrements polliniques continentaux de La Grande Pile (Guiot *et al.*, 1993), du Velay (Thouveny *et al.*, 1994) et de Bispingen (Field *et al.*, 1994) et ont été assimilées à cet événement « mid-Eémien ». Toutefois, la corrélation à distance de ces deux types d'enregistrement, terrestre et marin, est délicate à cause des problèmes de chronologie. Les carottes marines MD99-2331 et MD95-2042 présentent l'avantage de permettre une corrélation directe entre les enregistrements polliniques et ceux des proxy marins. Ainsi, les SST calculées à partir des alkénones de la carotte MD95-2042 montrent un refroidissement qui débute à 123 ka (Sánchez Goñi *et al.*, 2005). Dans le même temps, le pourcentage de végétation tempérée et méditerranéenne sur la péninsule ibérique voisine diminue. Dans la carotte MD99-2331, un refroidissement terrestre est marqué par l'apparition du *Carpinus betulus* vers 121 ka, associé à une première migration vers le sud de la ligne des arbres décidus (Sánchez Goñi *et al.*, 2005). Cet épisode pourrait être corrélé avec la détérioration enregistrée par BDinf entre les deux périodes d'optimum climatique, de 124,1 ka à 122,1 ka (*cf. supra*). Or, si l'on en croit les dates, il correspondrait également

à l'événement « mid-Eémien » tel qu'il a été défini initialement dans les eaux de surface, vers 123 ka (Cortijo *et al.*, 1994). Il serait donc plus correct de nommer ce dernier « mid-MIS 5e », tandis que d'autres refroidissements interviennent ultérieurement (entre ~115 ka et ~116 ka ; *cf. supra*). Ceux-ci, en fonction de la durée de l'Eémien dans la région considérée, peuvent se situer dans sa partie médiane, comme c'est le cas pour la péninsule ibérique. Par ailleurs, on remarque que cet événement mid-MIS 5e semble refléter un « bref » (*i.e.* de l'ordre de 1000 à 2000 ans) refroidissement global, puisqu'il a été enregistré dans les deux hémisphères, par exemple par une diminution du rythme de construction de récifs au large de l'Australie (Stirling *et al.*, 1998) ou par la diminution du taux de croissance d'une stalagmite de Tasmanie (Zhao *et al.*, 2001).

2.3.3. Inertie de l'activité végétale et pédologique à la suite de changements de température

L'initiation des changements climatiques est synchrone dans les deux signaux isotopiques de BDinf mais, tandis que le $\delta^{18}\text{O}$ répond rapidement, le $\delta^{13}\text{C}$ montre une évolution plus graduelle :

- si le signal du $\delta^{18}\text{O}$ dans BDinf reflète essentiellement les changements de température (plus ou moins associés à des changements de pluviosité ?), ses variations abruptes signifieraient donc que les changements climatiques étaient rapides ;
- l'absence de retard entre le début de la variation du $\delta^{18}\text{O}$ et celle du $\delta^{13}\text{C}$ suggère que le changement de composition isotopique du CO_2 du sol a commencé en même temps que le changement de température (ou dans un délai très court : de l'ordre de l'année à la décennie) ;
- l'inertie observée du $\delta^{13}\text{C}$ par rapport au $\delta^{18}\text{O}$, une fois la transition climatique amorcée, pourrait s'expliquer par le temps nécessaire à la modification du sol et de l'activité biopédologique à la suite d'un changement climatique.

Dans BDinf, le décalage le plus long (1,3 ka) entre $\delta^{13}\text{C}$ et $\delta^{18}\text{O}$ apparaît dans la première partie de l'enregistrement, au cours du premier optimum. Il est probablement lié à la lente reconstitution du sol au-dessus de la cavité après avoir été dégradé par une longue période de froid intense (MIS 6). Une observation équivalente a été réalisée sur l'enregistrement de la stalagmite Vil9 (grotte de Villars, Genty *et al.*, 2003) : après une discontinuité de croissance d'environ 6000 ans due à la rigueur de l'événement de Heinrich 6, le $\delta^{13}\text{C}$ met entre 1000 et 2000 ans à retrouver des valeurs comparables à celles qui précédaient la discontinuité tandis que le $\delta^{18}\text{O}$ ne montre pas de phase d'adaptation.

2.3.4. Conclusions

L'enregistrement isotopique de BDinf constitue une des rares archives climatiques du LI en Europe à être datée directement par une méthode radiométrique et à présenter une telle résolution temporelle.

Le signal du $\delta^{18}\text{O}$ de BDinf semble être principalement influencé par la température moyenne, plus ou moins associée à l'effet de masse des précipitations, tandis que le signal du $\delta^{13}\text{C}$ semble refléter les changements de végétation et d'activité biopédologique.

Les légères différences entre les signaux du $\delta^{18}\text{O}$ et du $\delta^{13}\text{C}$ soulignent probablement l'inertie de l'activité biopédologique par rapport au caractère abrupt des changements de température (et de pluviosité ?).

Le signal isotopique de BDinf met en évidence deux périodes d'optimum climatique, entre 126,4 et 124,1 ka et entre 122,1 et 119,5 ka, séparées par une période de détérioration, centrée sur 123 ka.

La morphologie de la première partie du LI enregistrée à haute résolution dans le signal isotopique de BDinf est très semblable à celle enregistrée par d'autres proxies : végétation tempérée de la péninsule ibérique et $\delta^{18}\text{O}$ des foraminifères planctoniques au large, δD de la glace d'EPICA et de Vostok, $\delta^{18}\text{O}$ de la stalagmite de Corchia. Comme pour BDinf, tous ces enregistrements semblent être principalement contrôlés par les changements de température. Une détérioration abrupte a été enregistrée au cours de la Terminaison II, peu avant le premier optimum, qui pourrait être liée à l'événement de type Heinrich 11. Puis, durant le premier optimum, des fluctuations abruptes et brèves du $\delta^{18}\text{O}$ pourraient refléter l'oscillation du stadiaire post-Zeifen enregistrée par les pollens de la péninsule ibérique.

La croissance de BDinf cesse vers 116,5 ka, alors qu'un refroidissement est enregistré à la fois dans les eaux de surface (précédant l'événement polaire C26) et par la végétation de la péninsule ibérique. Cette période correspond également à la fin du plateau du $\delta^{18}\text{O}$ des foraminifères benthiques et marque la reprise d'une accumulation substantielle de glace aux hautes latitudes.

3. Discussion des enregistrements et des périodes de croissance des spéléothèmes de Bourgeois-Delaunay et de Coudoulous par rapport à d'autres archives paléoclimatiques

Comme cela a été montré en préambule, les enregistrements des spéléothèmes BDsup, Cou1 et Cou2 ne peuvent pas faire l'objet d'une analyse paléoclimatique aussi approfondie que celui de BDinf. Dans cette partie, la discussion portera donc essentiellement sur les épisodes climatiques qui ont été favorables à la croissance de ces spéléothèmes. D'autre part, parce que l'enregistrement isotopique de Cou1 est le plus long, il sera comparé à divers enregistrements paléoclimatiques de manière à vérifier si l'influence des fractionnements cinétiques a rendu ou non illisible le signal climatique. Bien que le signal de BDinf ait déjà été discuté en détail auparavant, il sera représenté également dans les graphiques de comparaison et envisagé comme un élément complémentaire pour la discussion. En revanche, le signal isotopique de la partie inférieure de Cou2 (DCC) sera représenté mais ne sera pas discuté car sa chronologie est trop incertaine et la résolution de son enregistrement isotopique est très faible.

Les enregistrements paléoclimatiques utilisés dans cette partie couvrent (au moins en grande partie) l'OIS 5 (Figure 151). Ils sont fournis par des proxies continentaux (pollens, spéléothèmes), marins (foraminifères) ou polaires (glace). Ils ont été groupés par affinités pour réaliser les comparaisons.

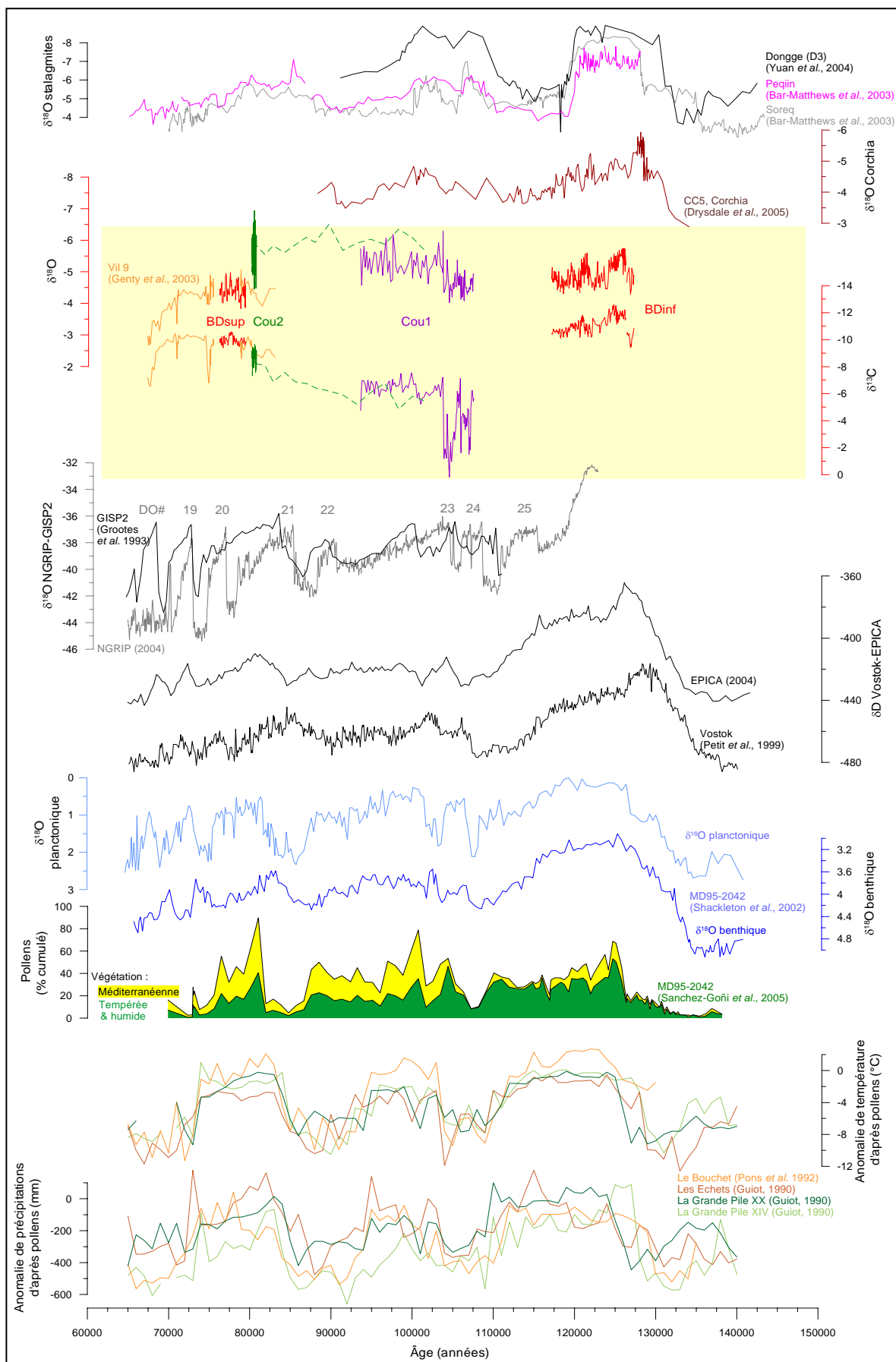


Figure 151. Enregistrements paléoclimatiques qui seront comparés aux signaux isotopiques et aux périodes de croissance des spéléothèmes de Bourgeois-Delaunay et Coudoulous.

3.1. Comparaison avec les enregistrements des pollens et du $\delta^{18}\text{O}$ planctonique et benthique de la carotte MD95-2042

La carotte MD95-2042, forée au large de la péninsule ibérique, a l'avantage de présenter, au sein d'une même archive, des enregistrements paléoclimatiques de proxies continentaux (pollens) et marins ($\delta^{18}\text{O}$ planctonique et benthique). Des corrélations terre-mer directes sont donc possibles, évitant ainsi les problèmes de chronologie associés aux corrélations à distance entre des enregistrements dont les modèles d'âge sont différents et présentent des incertitudes importantes.

Les enregistrements de cette carotte constituent le premier groupe de comparaison pour plusieurs raisons : 1) pour la raison évoquée plus haut, de la corrélation aisée entre les différents enregistrements ; 2) parce que ces enregistrements ont une bonne résolution temporelle et 3) parce que la carotte MD95-2042 est une des plus proches du sud-ouest de la France.

La croissance de BDsup et Cou2 (WPC) a été très rapide mais peu durable. Il a été montré précédemment que la période favorable à leur croissance a probablement été un optimum climatique, chaud et humide, et qu'il s'agit vraisemblablement du même épisode pour les deux spéléothèmes (d'après la proximité des âges, des conditions de croissance et des textures).

La période de croissance de BDsup et Cou2 (WPC) pourrait donc bien être associée à la période de développement maximal de la végétation tempérée humide et méditerranéenne sur la péninsule ibérique, vers 80 ka (St Germain II ; [Figure 152](#)). Cet épisode correspond également à un minimum dans la courbe du $\delta^{18}\text{O}$ planctonique (*i.e.* températures de surface élevées) tandis qu'il se situe juste après le minimum de $\delta^{18}\text{O}$ benthique (*i.e.* minimum de glace du MIS 5a).

La morphologie du signal isotopique de Cou1 ressemble à celle des courbes de $\delta^{18}\text{O}$ planctonique et benthique : les pics positifs dans l'enregistrement de Cou1inf pourraient se corréliser avec les pics froids enregistrés au cours du MIS 5d par ces courbes marines tandis que le signal de Cou1sup semble correspondre à une période où les $\delta^{18}\text{O}$ planctonique et benthique étaient plus appauvris (MIS 5c). Un événement froid situé vers 90 ka dans la courbe du $\delta^{18}\text{O}$ planctonique pourrait bien être associé au pic positif de $\delta^{18}\text{O}$ qui marque la fin de croissance de Cou1. Si ces corrélations sont exactes, elles soulignent l'influence de la température sur l'enregistrement isotopique de Cou1 et le fait que le fractionnement cinétique n'a pas complètement oblitéré le signal climatique de cet enregistrement.

La corrélation avec les pollens montre que les pics positifs de Cou1inf pourraient être associés aux stades Mélisey I et Montaigu ([Figure 152](#)). La partie supérieure de Cou1 présente un premier pic « chaud » vers 103 ka qui coïnciderait avec le premier pic du pourcentage de végétation tempérée et méditerranéenne de l'interstade de St Germain Ic. La légère dégradation qui s'ensuit vers 101 ka est également représentée par le spectre pollinique. La suite de l'enregistrement de Cou1 est plus délicate à corréliser car aucune tendance majeure ne se dégage et il présente une résolution trop différente de l'enregistrement pollinique.

L'enregistrement de BDinf est représenté mais il a déjà été discuté en détail auparavant. On souligne cependant que sa morphologie est très proche de celle de la courbe de végétation tempérée et méditerranéenne (parce que les facteurs de contrôle sont les mêmes : température essentiellement et pluviosité ; *cf. supra*). Quant à sa période de croissance, elle correspond :

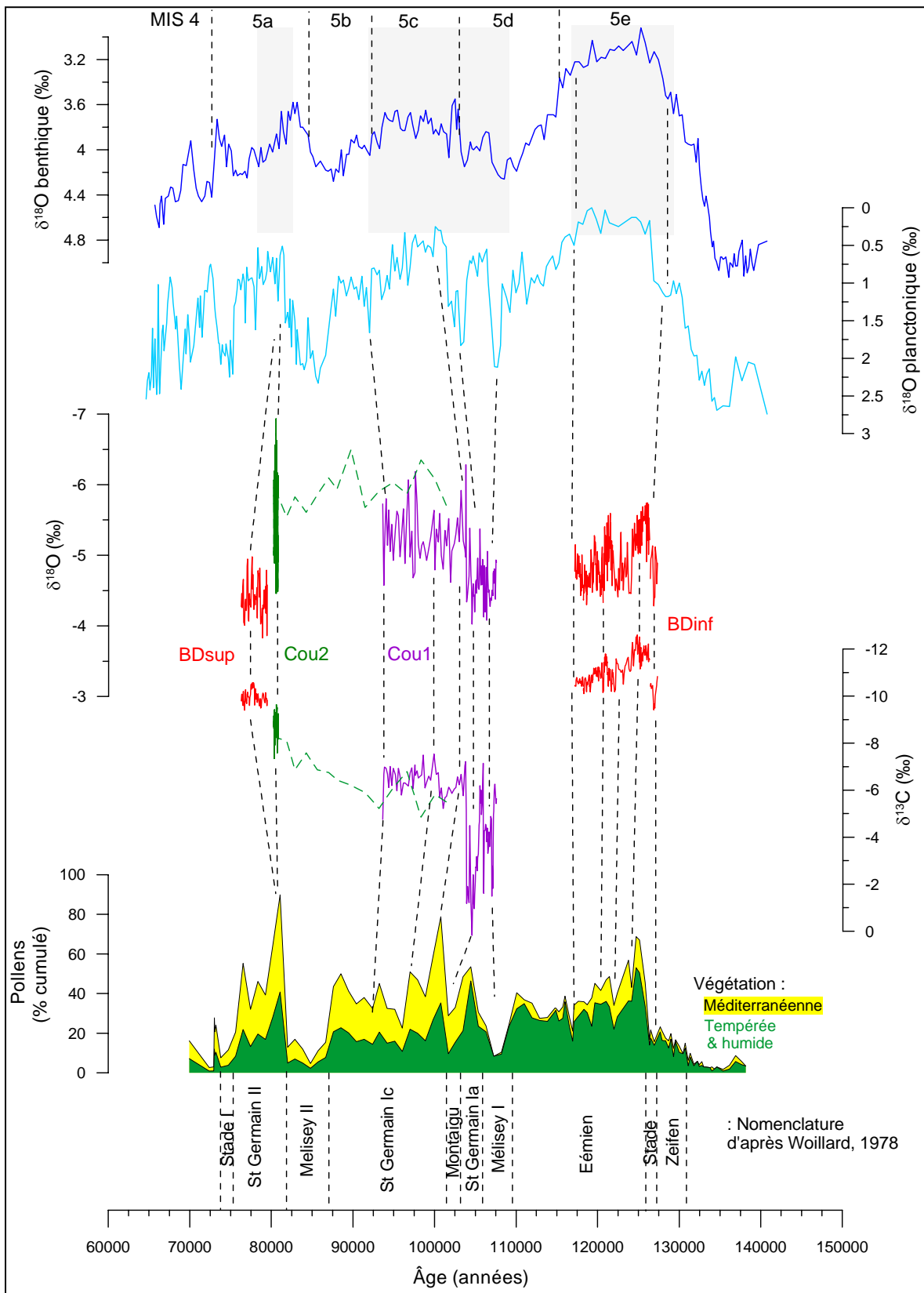


Figure 152. Comparaison des signaux isotopiques enregistrés par les spéléothèmes de Coudoulos et Bourgeois-Delaunay avec les enregistrements de différents proxies de la carotte atlantique MD95-2042.

Cette carotte a été forée au large de la péninsule ibérique. Elle permet des comparaisons directes, au sein de la même archive, de proxies continentaux et marins : pollens provenant de la péninsule ibérique et $\delta^{18}\text{O}$ des foraminifères benthiques et planctoniques (Sánchez Goñi *et al.*, 1999 ; Sánchez Goñi *et al.*, 2005 ; Shackleton *et al.*, 2002 ; Shackleton *et al.*, 2003). Les zones grisées sur la courbe du $\delta^{18}\text{O}$ benthique correspondent aux périodes de croissance des spéléothèmes reportées d'après les corrélations avec le $\delta^{18}\text{O}$ planctonique. Les MIS sont définis d'après la courbe du $\delta^{18}\text{O}$ benthique. La partie inférieure à DCC de Cou2 est en pointillés.

- d'après l'enregistrement du $\delta^{18}\text{O}$ benthique, à une grande partie du MIS 5e, jusqu'à la fin du « plateau » ;
- dans l'enregistrement du $\delta^{18}\text{O}$ planctonique, à la période allant de l'événement froid interrompant la Terminaison II, associé au HE 11 (Shackleton *et al.*, 2002), jusqu'à la fin de l'optimum (suivi de l'événement polaire C26 ; *cf. supra* ; Chapman et Shackleton, 1999) ;
- dans l'enregistrement de la végétation, à la première moitié de l'Eémien, délimitée par un événement froid (zone MD42-5 : forêt tempérée fraîche, d'après Sánchez Goñi *et al.*, 1999).

3.2. Comparaison avec les signaux de température et de précipitations fournis par les séquences polliniques des lacs des Echets (Ain) et du Bouchet (Haute-Loire)

Les anomalies de température et de précipitations ont été estimées par rapport à l'Actuel à partir des spectres polliniques des carottes lacustres des Echets et du Bouchet (Guiot, 1990 ; Pons *et al.*, 1992 ; [Figure 153](#)).

Les périodes de croissance de BDsup et de Cou2 (WPC) pourraient se rapporter à la même période, chaude et humide, située vers 82 ka dans les enregistrements des Echets et du Bouchet. D'après la séquence du Bouchet, il s'agit de l'optimum de température situé dans la première partie de l'interstade de St Geneys II (dans la nomenclature palynologique régionale (Reille *et al.*, 1998), équivalent de l'interstade de St Germain II de la Grande Pile ou, approximativement, de l'OIS 5a). Dans la séquence des Echets, cette période apparaît également comme l'optimum de précipitations.

La période de croissance de Cou1inf semble s'étendre entre la deuxième moitié du Stade I (~OIS 5d) et la fin de l'interstade de St Geneys I (~OIS 5c). Les ressemblances morphologiques sont faibles mais quelques corrélations peuvent être proposées sur la base des corrélations plus fiables de la [Figure 152](#) (voir aussi [Figure 151](#)), en particulier avec les enregistrements des Echets :

- les deux épisodes majeurs d'enrichissement isotopique situés dans Cou1inf se corrèleraient avec les événements froids et secs enregistrés par les séquences polliniques à la fin du Stade I et lors du Montaigu ;
- la période plus favorable enregistrée par la croissance de Cou1sup pourrait se corrélérer avec l'interstade de St Geneys I ;
- la fin de croissance de Cou1 est marquée par un net enrichissement isotopique et correspondrait à la chute brutale des températures et des précipitations à la fin de l'interstade de St Geneys I.

Ces corrélations sont proposées à titre indicatif, par analogie avec les corrélations établies avec l'enregistrement pollinique de la carotte MD95-2042 car ce dernier présente une meilleure résolution et une chronologie plus fiable. On remarque que, sans l'aide de cet enregistrement, une démarche intuitive aurait conduit à corrélérer les deux épisodes d'enrichissement isotopique de Cou1inf avec les deux événements froids du Stade I enregistrés dans les séquences polliniques du Bouchet et des Echets.

Cet exemple souligne ainsi les incertitudes qui pèsent sur des corrélations à distance entre des archives de résolutions différentes et dont le modèle d'âge n'est pas fiable.

De même, il n'est pas possible de corrélérer avec précision l'enregistrement de BDinf avec les courbes de température et de précipitation qui présentent une résolution trop faible. Seul un événement froid au début de l'Eémien, qui précède l'optimum, rappelle l'événement froid enregistré au début de la croissance de BDinf.

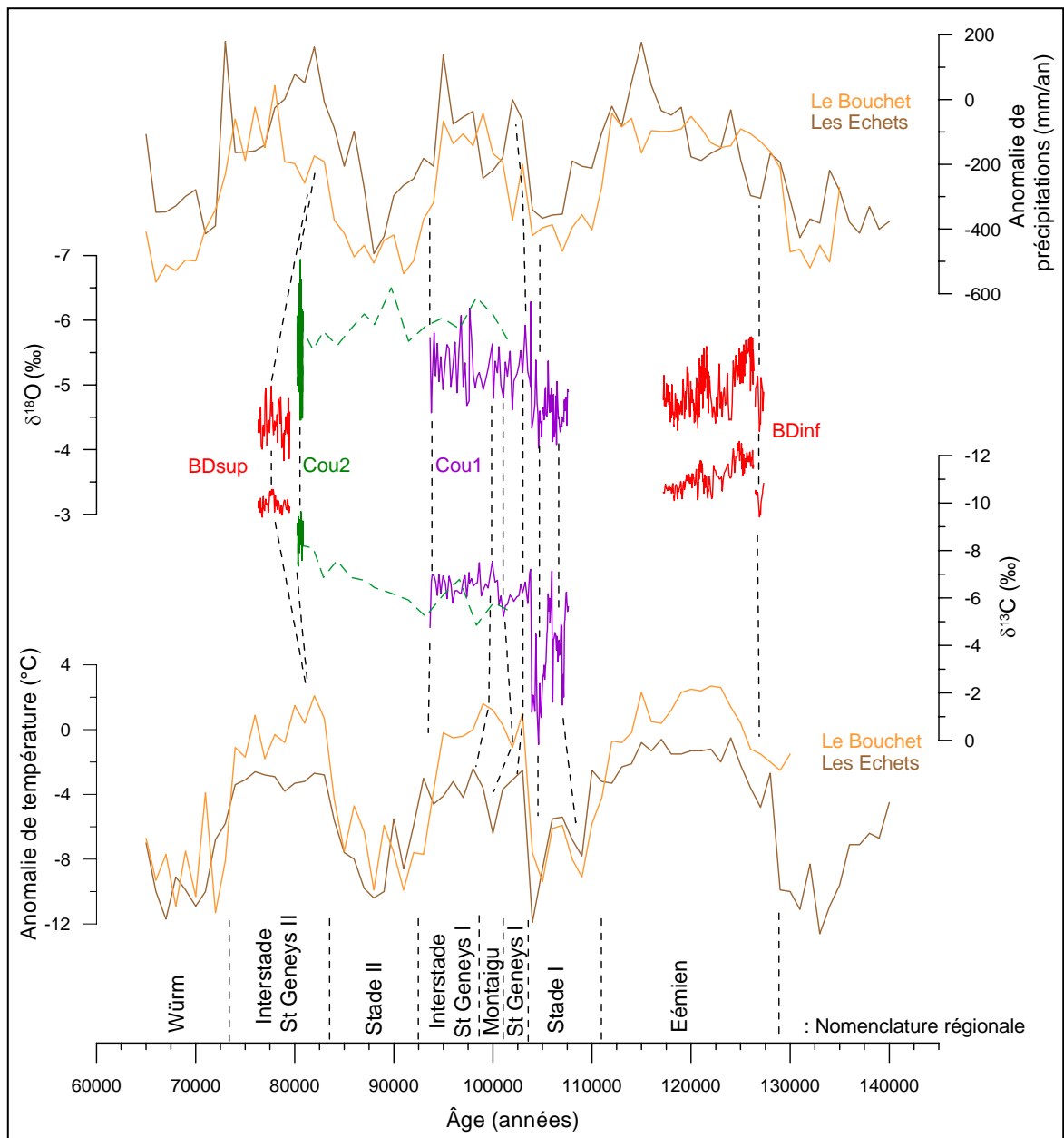


Figure 153. Comparaison des signaux isotopiques enregistrés par les spéléothèmes de Coudoulous et Bourgeois-Delaunay avec les courbes d’anomalies de température et de précipitations annuelles estimées d’après les séquences polliniques des lacs du Bouchet et des Echets.

Données du lac du Bouchet (Velay, Haute Loire) d’après Pons *et al.* (1992). Données du lac des Echets (Ain) d’après Guiot (1990).

3.3. Comparaison avec les signaux de température et de précipitations fournis par des séquences polliniques de la Grande Pile (Vosges)

Les anomalies de température et de précipitations ont été estimées par rapport à l'Actuel à partir des spectres polliniques des carottes lacustres GP XIV et GP XX de la Grande Pile, dans le massif des Vosges (Guiot, 1990 ; de Beaulieu et Reille, 1992 ; Guiot *et al.*, 1989 ; Woillard, 1978; [Figure 153](#)).

Comme observé lors de la comparaison précédente avec les enregistrements des Echets et du Bouchet, les épisodes de croissance de Cou2 (WPC) et BDsup pourraient correspondre à l'optimum de température et de précipitation qui se situe au début de l'interstade de St Germain II (d'après la nomenclature palynologique locale, selon Woillard, 1978 ; ~OIS 5a). De même, il n'est pas possible de corréliser avec fiabilité l'enregistrement de BDinf avec les courbes de température et de précipitations, car elles ne présentent pas de fluctuations marquées (à l'exception d'un pic pluvieux au début de l'Eémien pour GP XIV) et leur résolution est trop faible.

La période de croissance de Cou1 semble s'étendre entre la deuxième moitié du Mélisey I et la fin du St Germain Ic. Les ressemblances morphologiques sont faibles mais quelques corrélations peuvent être proposées sur la base des corrélations plus fiables de la [Figure 152](#) (voir aussi [Figure 151](#)), en particulier avec les enregistrements des températures :

- les pics positifs dans Cou1inf pourraient se corréliser avec le dernier pic froid au sein du Mélisey I et avec l'événement froid de Montaigu ;
- la période plus favorable enregistrée par la croissance de Cou1sup pourrait se corréliser avec l'épisode clément de St Germain Ic. Si cette corrélation est correcte, la durée de cet épisode dans les enregistrements polliniques de la Grande Pile est beaucoup plus courte que dans Cou1. Cette différence de durée pourrait être due à un problème de calage chronologique de la séquence pollinique ou être réellement climatique, liée à la situation géographique des sites considérés. On remarque que dans l'enregistrement pollinique de la carotte MD95-2042, l'épisode St Germain Ic dure environ 14 ka ([Figure 152](#)) tandis que d'après les enregistrements de la Grande Pile, il ne dure que 5 ka environ ([Figure 154](#)). Il est peu vraisemblable que seule la position géographique puisse expliquer une telle différence.

Ces corrélations à distance doivent être considérées comme des propositions, à titre indicatif, car seuls des enregistrements paléoclimatiques à haute résolution et datés directement peuvent être corrélés avec une bonne fiabilité.

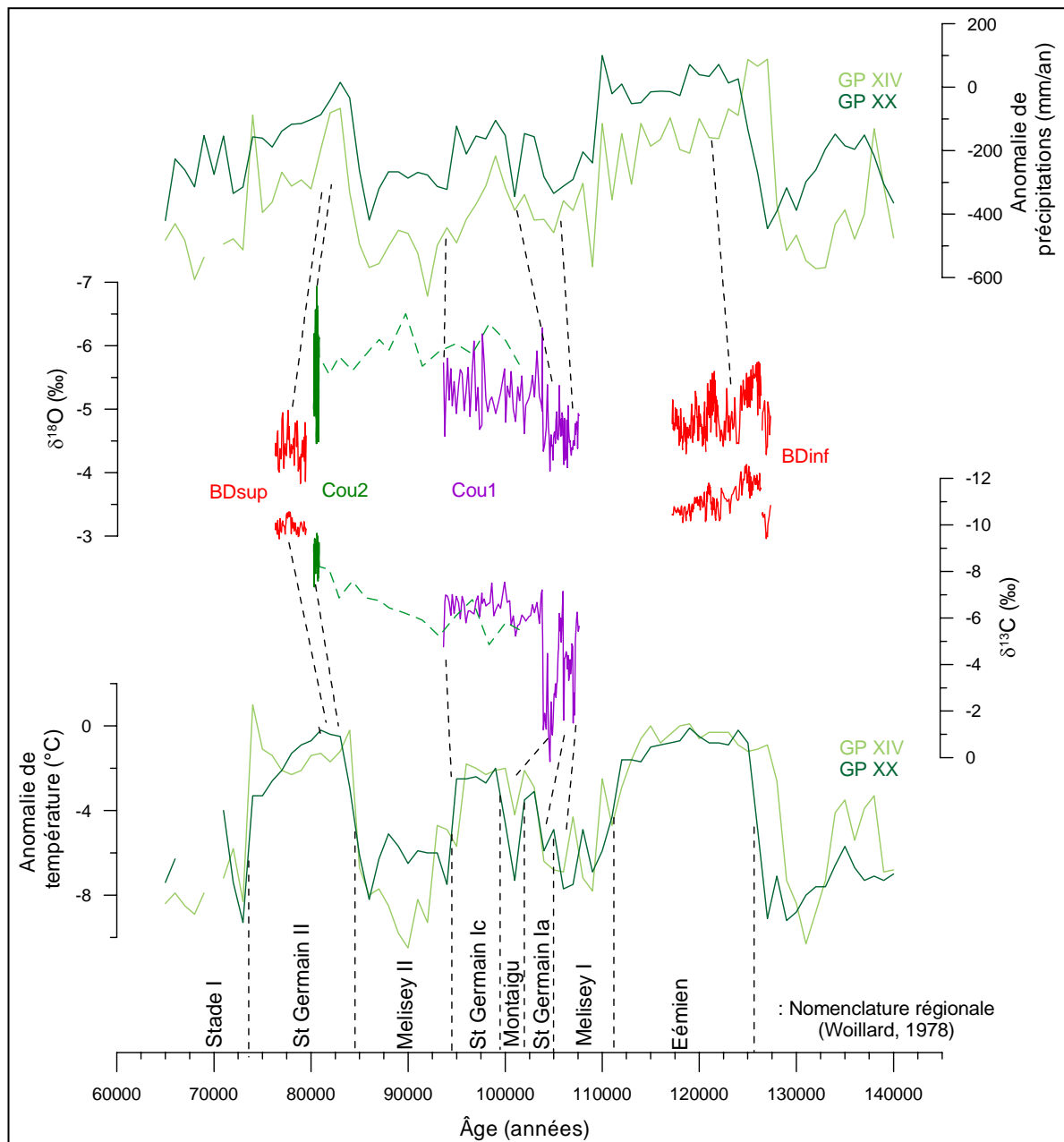


Figure 154. Comparaison des signaux isotopiques enregistrés par les spéléothèmes de Coudoulous et Bourgeois-Delaunay avec les courbes d’anomalies de température et de précipitations annuelles estimées d’après les séquences polliniques de la Grande Pile (Vosges).
Données des carottes GP XIV et GP XX, d’après Guiot (1990).

Conclusions partielles :

Quelques commentaires peuvent être donnés à propos des observations précédentes.

La période de croissance de BDsup et Cou2 (WPC) est associée à un optimum climatique. Dans tous les enregistrements polliniques, celui-ci apparaît très tôt après la sortie du stade froid précédent. On remarque que ce schéma est équivalent à celui de l'Eémien, qui présente également un optimum dès la fin de la Terminaison II. La croissance de BDinf, BDsup et Cou2 (WPC) a ainsi débuté à la faveur d'une amélioration climatique rapide et majeure, en début d'interstade. Les conditions climatiques ont dû se dégrader assez rapidement (en 2 à 3 ka environ) au cours de l'OIS 5a pour que la croissance de BDsup et Cou2 cesse aussi rapidement tandis qu'elles sont restées favorables plus longtemps (au moins 10 ka) lors du Dernier Interglaciaire.

Contrairement aux spéléothèmes précédents, Cou1 a initié sa croissance au cours d'un stade froid (OIS 5d) et celle-ci s'est accompagnée d'importants fractionnements cinétiques. Néanmoins, la morphologie du signal isotopique de Cou1 permet d'identifier des fluctuations climatiques connues par d'autres enregistrements. Cela semble signifier que l'intervention du fractionnement cinétique sur un enregistrement isotopique n'oblitére pas nécessairement les fluctuations d'origine climatique et, par conséquent, que ce type d'enregistrement isotopique peut, dans certains cas, être interprété en termes de paléoclimats (avec prudence et à la lumière d'une analyse approfondie des conditions de précipitations). Cette conclusion va à l'encontre des prédictions théoriques de la géochimie isotopique et devra donc être confirmée ultérieurement par d'autres comparaisons. Une hypothèse peut d'ores et déjà être proposée pour expliquer la morphologie du signal de Cou1 : les fractionnements cinétiques intervenus à Coudoulous 1 ont influencé le signal isotopique (en particulier celui du $\delta^{13}\text{C}$) dans le même sens que le climat qui les contrôlait. C'est à dire que les fractionnements cinétiques, qui ont tendance à enrichir la calcite en isotopes lourds, étaient plus influents à Coudoulous 1 lorsque le climat lui-même tendait à enrichir les rapports isotopiques, c'est à dire lorsque le climat était plus froid et plus sec (à Coudoulous 1 les processus cinétiques semblent principalement associés à la faiblesse et l'irrégularité des égouttements ; cf. *supra* « Discussion, I. »).

3.4. Comparaison avec les enregistrements de δD et $\delta^{18}O$ fournis par les carottes de glace polaires

Les enregistrements du $\delta^{18}O$ de NGRIP et GISP2 (Groënland ; NorthGRIP members, 2004 et Grootes *et al.*, 1993) et du δD de Vostok et EPICA (Antarctique ; Petit *et al.*, 1999 et EPICA community members, 2004) ont été utilisés dans ce groupe de comparaison (Figure 155).

La croissance de Cou2 (WPC) et BDsup s'étant vraisemblablement établie durant un optimum climatique (*cf. supra*), la corrélation la plus plausible avec les enregistrements du Groenland serait l'interstade de l'événement de Dansgaard-Oeschger (DO) 21 puisqu'il s'agit de l'événement le plus marqué à cette époque (le plus chaud et le plus durable). Pour cette corrélation, la correspondance chronologique est meilleure avec GISP2 qu'avec NGRIP. L'« homologue » du DO 21 dans la carotte EPICA constitue également un optimum et présente un bon synchronisme avec la période de croissance de Cou2 (WPC) et BDsup. En revanche, sur la courbe de Vostok, cet événement est décalé vers des âges plus anciens d'environ 5 ka.

La croissance de Cou1inf pourrait avoir enregistré les deux stades froids de part et d'autre de l'interstade du DO 24. Quant à Cou1sup, il a probablement enregistré l'interstade du DO 23, mais les courbes ne présentent pas la même morphologie. Les enregistrements du Groenland montrent que les températures ont baissé assez régulièrement à la suite de l'optimum du DO 23 tandis que les enregistrements isotopiques de Cou1sup présentent une légère détérioration suivie d'une tendance relativement stable.

A propos de la corrélation de Cou1inf, on note que NGRIP est probablement l'enregistrement qui présente la plus haute résolution et qu'il est étonnant de constater à quel point sa courbe ressemble à celles de Cou1inf, et plus particulièrement à celle du $\delta^{13}C$: l'épisode associé au DO 24, entre les deux pics froids, contient lui-même un pic froid très bref qui était associé à une discontinuité de croissance. Ce pic apparaît également au sein du DO 24 enregistré par NGRIP. Plus tard, un bref pic « chaud » (et/ou humide) apparaît juste avant le début du réchauffement abrupt qui conduit aux valeurs plus négatives de Cou1sup. Ce pic apparaît également dans la courbe de NGRIP, juste avant le réchauffement abrupt du DO 23 (et aussi dans la courbe du $\delta^{18}O$ planctonique de la carotte MD95-2042, mais à plus basse résolution, Figure 152). Ces ressemblances sont peut être trompeuses et demanderaient à être vérifiées par un autre enregistrement isotopique à haute résolution de la région et cette fois déposé dans des conditions proches de l'équilibre isotopique. Pour l'heure, elles semblent confirmer que les processus cinétiques qui ont largement influencé la précipitation de Cou1inf font varier le signal isotopique dans le même sens que les fluctuations climatiques qui les contrôlent.

Du point de vue de la chronologie, c'est désormais l'enregistrement de NGRIP qui semble le plus concordant avec le modèle d'âge de Cou1.

Dans les enregistrements des glaces antarctiques, on distingue également les deux « homologues » des épisodes froids entre les DO 23 et 25 avec lesquels se corrélient les épisodes froids de Cou1inf. La concordance chronologique est cette fois meilleure avec Vostok qu'avec EPICA. Quant à la période suivante (le DO 23), elle est assez stable dans la courbe d'EPICA tandis que la courbe de Vostok présente des variations légèrement plus marquées. Dans l'une et l'autre, il n'est toutefois pas possible de trouver des caractéristiques morphologiques suffisantes pour une corrélation fiable avec l'enregistrement de Cou1sup.

Enfin, seuls les enregistrements d'Antarctique couvrent tout le Dernier Interglaciaire et permettent des comparaisons avec BDInf. Comme cela a déjà été discuté en détail, les signaux du δD de Vostok et EPICA ont tous deux enregistrés le premier optimum du Dernier Interglaciaire, rapidement après la déglaciation. La concordance chronologique entre BDInf et EPICA est très bonne (l'optimum est plus vieux d'environ 1 ka dans EPICA) tandis que Vostok attribue un âge plus ancien d'environ 4 ka au premier optimum, par rapport à BDInf. Le deuxième optimum est très peu marqué dans les enregistrements antarctiques et de manière générale, aucun autre événement n'est suffisamment marqué dans ces carottes pour permettre une corrélation fiable avec la deuxième moitié de l'enregistrement de BDInf.

Il apparaît que malgré leur haute résolution, les enregistrements des carottes antarctiques sont les plus délicats à corrélés avec d'autres enregistrements paléoclimatiques. Cela peut être lié en partie aux décalages chronologiques issus de la difficulté de produire des modèles d'âge pour les grandes profondeurs de ces carottes de glace. Mais surtout, cela est lié au fait que seule une expression atténuée, « lissée », des fluctuations climatiques semble avoir été enregistrée (voir par exemple le caractère abrupt des événements de DO dans NGRIP en opposition avec l'évolution progressive qui caractérise leurs homologues dans Vostok ou EPICA). Ces courbes « lissées » reflètent-elles les fluctuations climatiques de la région antarctique ou bien sont-elles liées à l'archivage de l'information ?

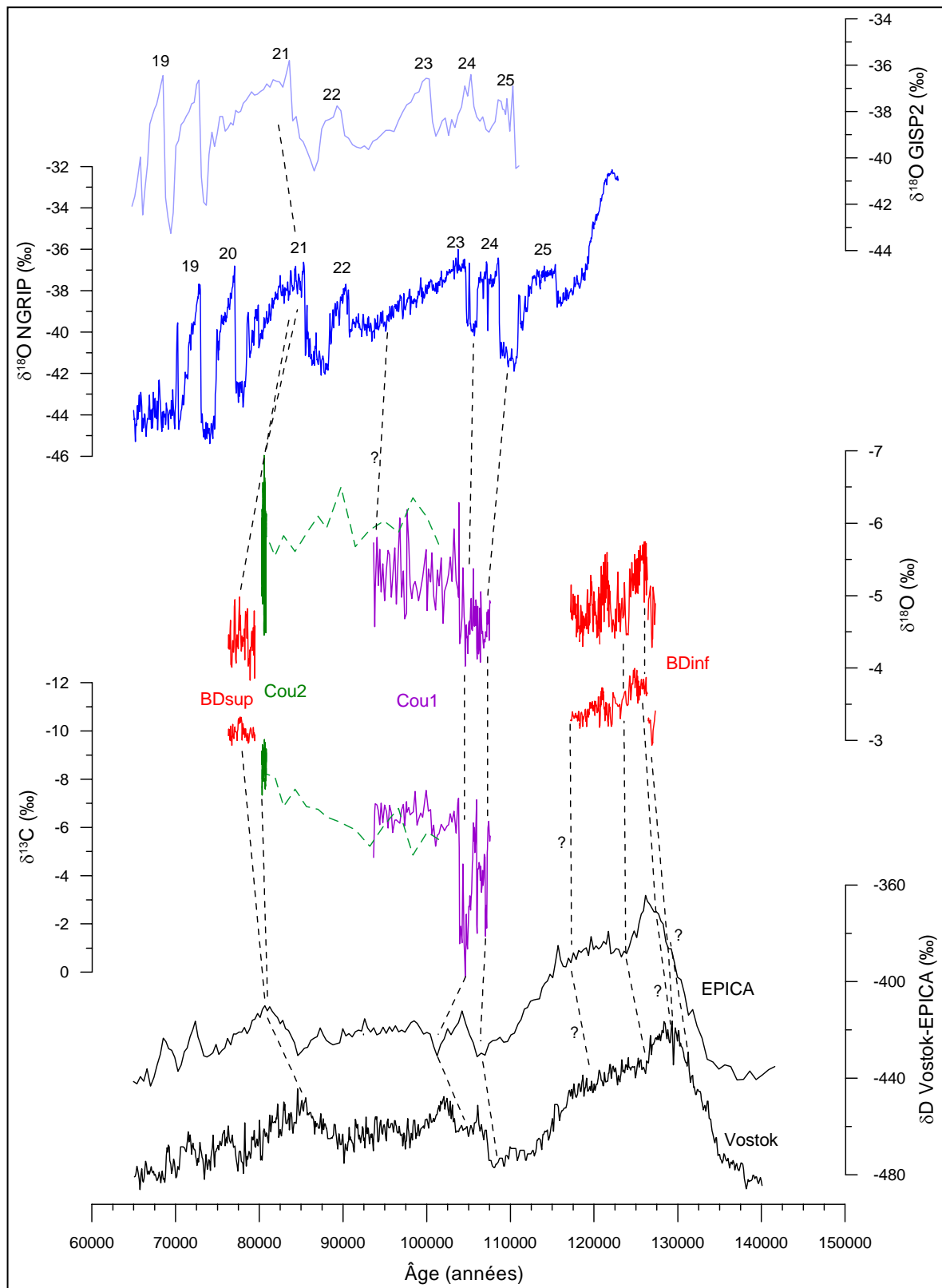


Figure 155. Comparaison des signaux isotopiques enregistrés par les spéléothèmes de Coudoulous et Bourgeois-Delaunay avec les enregistrements de $\delta^{18}\text{O}$ et de δD des glaces polaires.
 $\delta^{18}\text{O}$ de GISP2 d'après Grootes *et al.* (1993). $\delta^{18}\text{O}$ de NGRIP d'après NorthGRIP members (2004). δD d'EPICA d'après EPICA community members (2004). δD de Vostok d'après Petit *et al.* (1999). Cou2 (WPC) est en trait plein tandis que Cou2 (DCC) est en pointillés. La chronologie de Cou2 (DCC) étant très incertaine et la résolution de son enregistrement isotopique étant très faible, il n'est pas discuté.

3.5. Comparaison avec les signaux isotopiques d'autres stalagmites

Pour cette comparaison, un enregistrement du $\delta^{13}\text{C}$ et du $\delta^{18}\text{O}$ est fourni par une stalagmite de la grotte de Villars (Vil9 ; Genty *et al.*, 2003). Elle n'a commencé sa croissance qu'au début de l'OIS 5a. D'autres stalagmites couvrant tout ou partie de l'OIS 5 sont en cours d'étude et leurs enregistrements pourront bientôt être comparés avec ceux des spéléothèmes de Coudoulous et de Bourgeois-Delaunay.

Les autres spéléothèmes utilisés dans cette comparaison ont été analysés récemment et fournissent des enregistrements isotopiques à haute résolution (sauf Dongge) datés par des méthodes radiométriques fiables (Figure 156). Toutefois, ils proviennent de régions dont le climat est gouverné par des phénomènes différents et par conséquent leur signal isotopique ne peut pas être interprété exactement comme dans le sud-ouest de la France. Ainsi, le $\delta^{18}\text{O}$ des spéléothèmes de Dongge (Chine), Peqiin et Soreq (Israël) est principalement influencé par l'effet de masse (Dansgaard, 1964) : lors des épisodes les plus humides (qui sont aussi les plus frais en Israël ; Bar-Matthews *et al.*, 2003), le $\delta^{18}\text{O}$ est le plus négatif. À Dongge, les variations de $\delta^{18}\text{O}$ caractérisent la Mousson est-asiatique (Yuan *et al.*, 2004). Quant au signal du $\delta^{13}\text{C}$, il n'a pas été analysé (ou pas été publié) à Dongge, et celui des spéléothèmes d'Israël répond également à des variables différentes de celles du sud-ouest de la France (type de végétation (C3 ou C4) ; intensité des précipitations (des pluies diluviennes sont associées à de l'érosion des sols, des interactions faibles avec le CO_2 du sol, de l'altération et de la dissolution de l'encaissant) ; Bar-Matthews *et al.*, 2003).

La période de croissance de BDsup et de Cou2 (WPC) pourrait se corrélérer avec le hiatus de croissance de Vil9. Il a été proposé que ce hiatus soit dû à une immersion du spéléothème, étant donné la morphologie des signaux isotopiques de part et d'autre de cette discontinuité et la situation du spéléothème dans le karst de Villars (Genty *et al.*, 2003). Cette hypothèse pourrait signifier que cette période était particulièrement pluvieuse, de sorte à envoyer la galerie où se développait Vil9. Il est difficile de vérifier une telle hypothèse mais on remarque toutefois que le timing de cette discontinuité concorde assez bien avec la période de croissance de BDsup et Cou2 (WPC), attribuée à un épisode humide (*cf. supra*), et les trois sites sont peu distants.

Dans les enregistrements du $\delta^{18}\text{O}$ de Soreq et Peqiin, il semblerait qu'un épisode pluvieux se soit produit à environ la même époque (corrélé à l'événement à sapropèles S3 en mer Méditerranée ; Bar-Matthews *et al.*, 2003). Il a été enregistré légèrement plus tôt par rapport à Villars (vers 82 ka, soit environ 2 ka plus tôt, mais cet écart reste dans les incertitudes de datation).

La période de croissance de Cou1 se situe pratiquement en regard d'un double épisode pluvieux enregistré par les courbes de Dongge, Peqiin et Soreq sous la forme d'un double pic négatif des valeurs de $\delta^{18}\text{O}$, entre 99 et 108 ka environ. Le peu de ressemblance morphologique des courbes de Cou1 avec ces dernières et les incertitudes sur les modèles d'âge ne permettent pas de faire de propositions fiables de corrélations.

La stalagmite de Corchia est moins éloignée (Italie) et son signal isotopique a été influencé par la température. On a vu précédemment que son enregistrement isotopique était très semblable au Dernier Interglaciaire à celui de BDinf. Toutefois, son enregistrement ne présente pas une résolution suffisante au cours de l'OIS 5c et 5d pour permettre des corrélations fiables avec celui de Cou1.

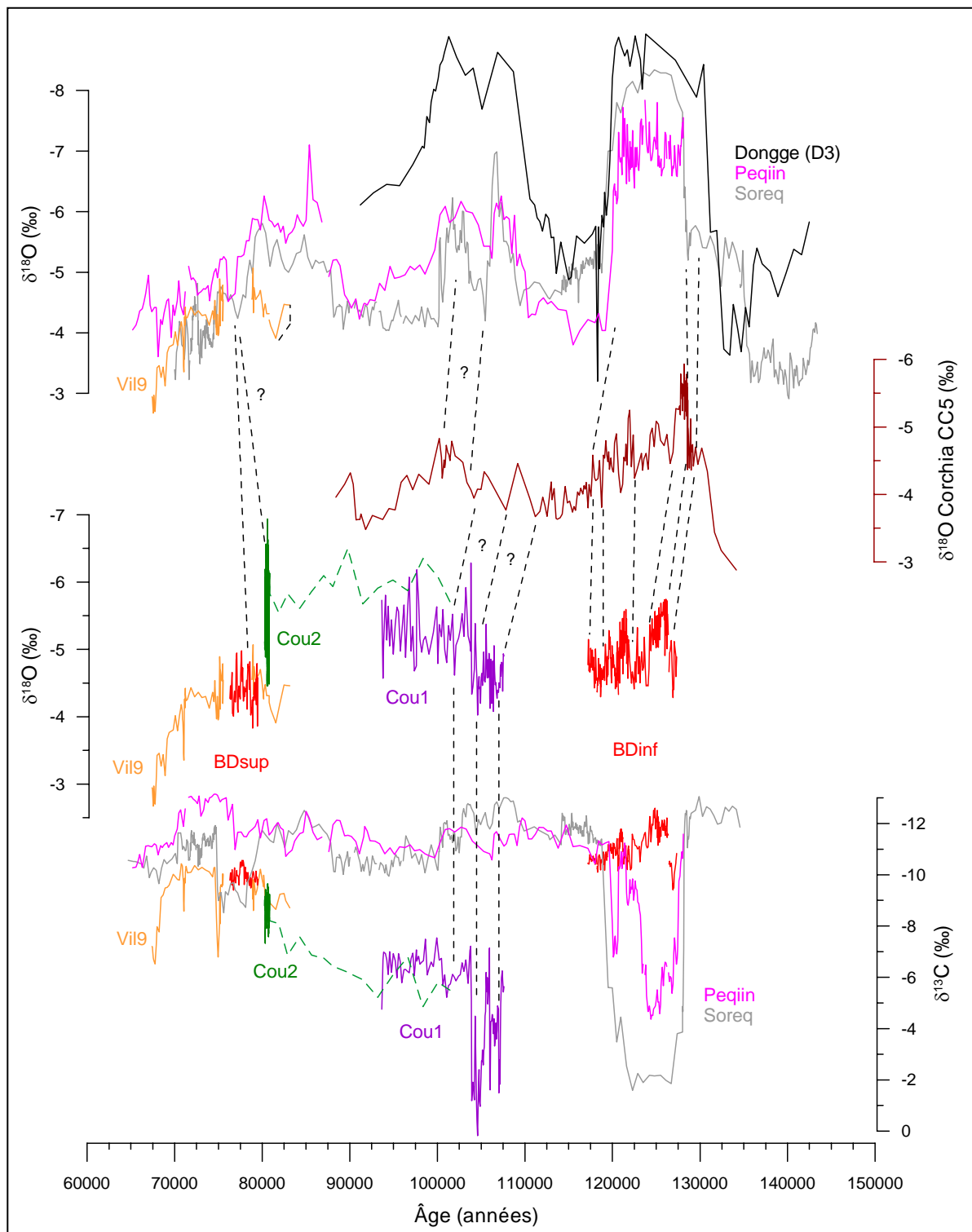


Figure 156. Comparaison des signaux isotopiques enregistrés par les spéléothèmes de Coudoulous et Bourgeois-Delaunay avec ceux enregistrés par d'autres stalagmites.

$\delta^{18}\text{O}$ et $\delta^{13}\text{C}$ de Soreq et Peqin (Israël) d'après Bar-Matthews *et al.* (2003). $\delta^{18}\text{O}$ de Dongge (D3 ; Chine) d'après Yuan *et al.* (2004). $\delta^{18}\text{O}$ de Corchia (CC5 ; Italie) d'après Drysdale *et al.* (2005). $\delta^{18}\text{O}$ et $\delta^{13}\text{C}$ de Villars (Vil9 ; Dordogne, France) d'après Genty *et al.* (2003). La partie à DCC de Cou2 est représentée en pointillés.

Enfin, au cours du Dernier Interglaciaire, les spéléothèmes de Soreq et Peqiin ont enregistré un pic de valeurs très négatives de $\delta^{18}\text{O}$ couplé avec un pic de valeurs très positives de $\delta^{13}\text{C}$ (cet événement est contemporain de l'intervalle à sapropèles S5 en mer Méditerranée). Ce double pic a été interprété comme une période soumise à des pluies diluviennes (Bar-Matthews *et al.*, 2003). On remarque que la période de croissance de BDinf est quasiment contemporaine de ce changement de régime des précipitations au Proche-Orient. En Chine, cet épisode a été enregistré également mais un peu plus tôt apparemment (~3 ka plus tôt qu'en Israël).

3.6. Le cas de BDsup

S'ils ne sont pas utiles dans des études paléoclimatiques à long terme, les spéléothèmes dont la période de croissance est très courte peuvent néanmoins être exploités pour des études à très haute résolution (*i.e.* jusqu'à l'échelle de la saison). Dans ce but, il est préférable qu'ils présentent une lamination saisonnière et qu'ils se soient déposés dans des conditions proches de l'équilibre isotopique.

Une analyse par micromill du signal isotopique peut permettre de connaître ses variations saisonnières, ses relations avec le type de lamine et ses conditions de précipitation. Cette analyse peut être complétée par une analyse à haute résolution de la concentration en éléments traces et mineurs ou de la luminescence. Ainsi, les variations saisonnières de température et de pluviosité, les rythmes de développement de la végétation ou les phénomènes cycliques à haute fréquence pourraient être étudiés pour des périodes anciennes. Les spéléothèmes sont les seules archives qui permettent d'atteindre ce niveau de résolution tout en étant datées directement.

Pour étayer ces perspectives, l'enregistrement de BDsup a été comparé à deux enregistrements paléoclimatiques : celui du $\delta^{18}\text{O}$ de NGRIP (NorthGRIP members, 2004) et celui du $\delta^{18}\text{O}$ des foraminifères planctoniques dans la carotte MD95-2042 (Shackleton *et al.*, 2002 ; [Figure 157](#)). Ces signaux présentaient la morphologie la plus ressemblante au signal de BDsup (et de Cou1) car ils ont principalement enregistré les fluctuations des températures de surface, à haute résolution. On remarque que ces trois enregistrements présentent également une morphologie semblable à l'échelle d'observation la plus précise possible :

- un premier pic « chaud », un peu plus long que les suivants, est enregistré dès le début de l'interstade du DO 21, juste après l'amélioration abrupte depuis le stade précédent, qui marque aussi probablement le début de croissance de BDsup ;
- trois autres fluctuations s'ensuivent, d'amplitude équivalente ;
- un dernier pic chaud, de plus faible amplitude, précède la fin de l'enregistrement de BDsup (mais le sommet est érodé sur quelques centimètres) et est visible également sur le signal de NGRIP (celui du $\delta^{18}\text{O}$ planctonique n'a peut être pas une résolution suffisante et ce pic serait confondu avec le précédent).
- parce que le sommet de BDsup a été érodé sur quelques centimètres, on peut imaginer qu'il avait enregistré la fluctuation suivante, le dernier pic chaud de cet optimum de l'OIS 5a, qui apparaît sur les enregistrements de NGRIP et de MD95-2042 et précède la dégradation climatique conduisant au stade suivant et marquant probablement l'arrêt de croissance de BDsup.

Ces ressemblances ne sont peut être que pure coïncidence et demandent à être confirmées par des répliques sur d'autres spéléothèmes contemporains. Toutefois, si ces trois signaux du $\delta^{18}\text{O}$ répondent aux variations de température de surface, il est possible que, toutes

proportions gardées (ces fluctuations ne sont vues que de manière qualitative), des variations de température se soient produites à l'échelle globale, au même rythme. Le rythme précis de ces fluctuations peut être connu par le biais d'analyses à haute résolution de spéléothèmes, comme évoqué plus haut.

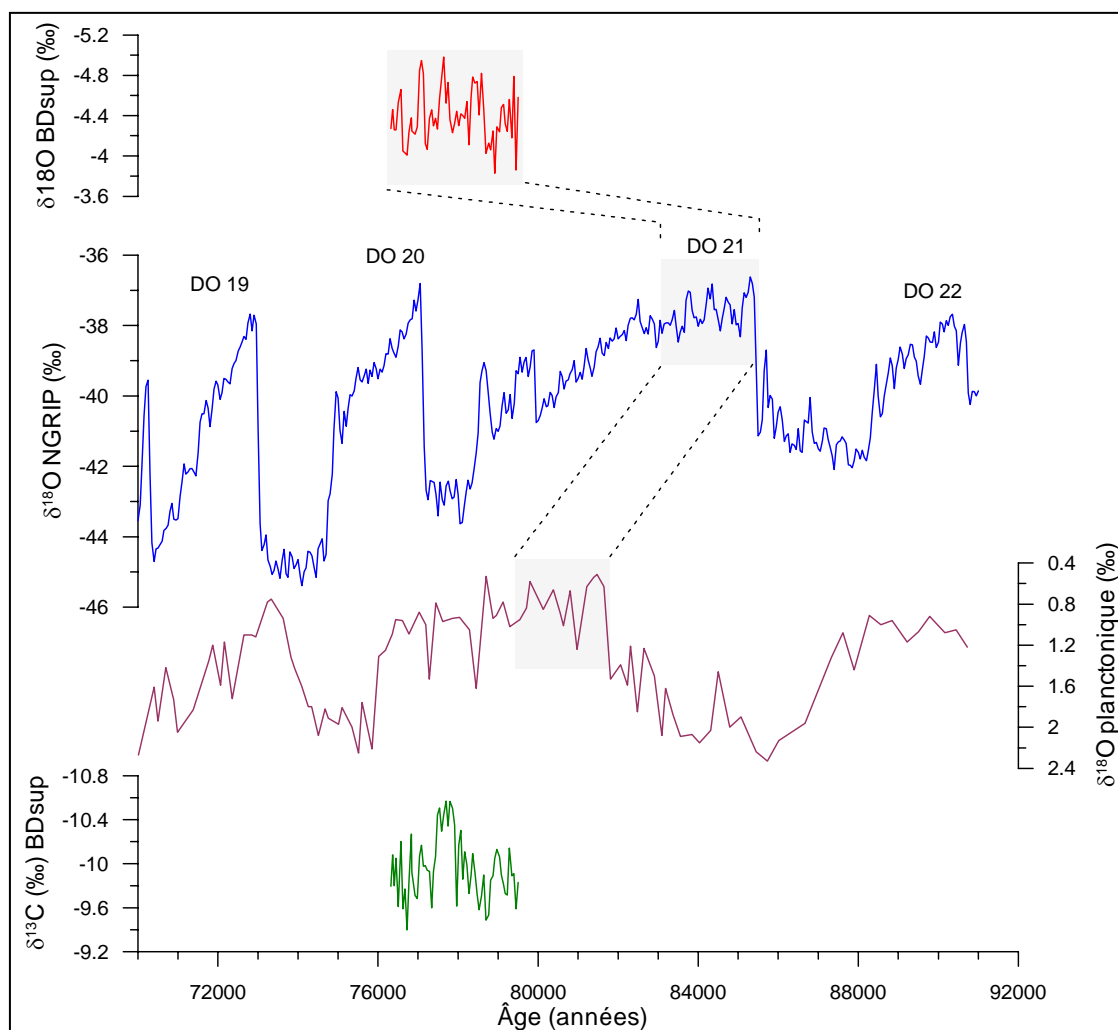


Figure 157. Comparaison à haute résolution des enregistrements du $\delta^{18}\text{O}$ de BDsup, de NGRIP et des foraminifères planctoniques de la carotte MD95-2042.

$\delta^{18}\text{O}$ de NGRIP d'après NorthGRIP members (2004). $\delta^{18}\text{O}$ planctonique d'après Shackleton et al. (2002).

La zone grisée sur chaque courbe souligne la portion de signal supposée contemporaine de la formation de BDsup, c'est à dire l'optimum climatique de l'OIS 5a ou de l'événement de Dansgaard-Oeschger 21 (cf. texte et Figure 155). Les ressemblances morphologiques du signal sur ces portions à haute résolution sont surprenantes. La courbe de NGRIP présente un décalage de l'ordre de 6 ka par rapport celle de BDsup qui est probablement lié, au moins partiellement, aux incertitudes sur son modèle d'âge.

3.7. Conclusions

Des comparaisons précédentes, on retiendra les points suivants :

- Cou2 (WPC) et BDsup se sont développés durant l'optimum climatique de l'OIS 5a, qui était une période très humide et tempérée mais de courte durée (2 à 3 ka ?).
- Cou1 a enregistré des fluctuations climatiques à haute résolution de l'OIS 5d et 5c malgré le fractionnement cinétique qui a influencé son signal isotopique. Ceci est probablement dû au fait que, d'une part, l'intensité des processus cinétiques à Coudoulous 1 dépend principalement des conditions environnementales locales qui sont elles-mêmes contrôlées par les variations climatiques et, d'autre part, le fractionnement cinétique et les fluctuations climatiques qui le contrôlent à Coudoulous influencent dans le même sens le signal isotopique : un climat plus sec et froid, naturellement associé à des $\delta^{18}\text{O}$ et des $\delta^{13}\text{C}$ plus positifs, induit à Coudoulous 1 davantage de fractionnement cinétique (si les égouttements sont plus irréguliers et moins abondants, le dégazage est plus prolongé et plus ou moins associé à de l'évaporation), ce qui se traduit également par un enrichissement en ^{13}C et éventuellement en ^{18}O .
- Les signaux isotopiques de BDinf et de BDsup reflètent principalement des variations de température mais leur période de croissance correspond à un épisode particulièrement humide.
- Les ressemblances morphologiques observées entre les signaux isotopiques de ces spéléothèmes et les enregistrements paléoclimatiques d'un certain nombre d'autres proxies sont essentiellement dues à un facteur de contrôle commun : la température. En revanche, les comparaisons avec des spéléothèmes de la région tropicale ou subtropicale ne donnent rien car les paramètres climatiques sont différents, en particulier, le signal isotopique du $\delta^{18}\text{O}$ est davantage influencé par l'effet de masse que par la température et celui du $\delta^{13}\text{C}$ est partiellement contrôlé par le type de végétation (C3 ou C4).
- Les corrélations les plus fiables sont celles réalisées avec des enregistrements provenant de la même région climatique (ou proche) et dont la résolution est assez élevée : les spéléothèmes de la grotte de Villars (Vil9) et de l'Antro del Corchia (CC5, pour sa partie inférieure) ou les pourcentages de végétation tempérée sur la péninsule ibérique (MD95-2042). Les enregistrements polaires permettent toutefois des comparaisons intéressantes grâce à leur haute résolution (en particulier NGRIP et Vostok) ; les enregistrements du Groenland présentent une morphologie plus proche de celle des enregistrements des spéléothèmes étudiés.
- Lorsque des corrélations à distance sont possibles, des décalages chronologiques apparaissent fréquemment. Ceux-ci sont variables et dépendent vraisemblablement des incertitudes sur les modèles d'âge. Les carottes de glace et les séquences polliniques lacustres anciennes font partie des archives les plus difficiles à dater. L'utilisation d'enregistrements de spéléothèmes à haute résolution, datés avec précision, pourrait aider à caler chronologiquement les archives de la même région qui ne peuvent pas être datées directement.

Ces comparaisons ont finalement permis de mettre en évidence le fait que même des spéléothèmes considérés *a priori* comme de mauvais candidats pour une étude paléoclimatique peuvent toutefois apporter un certain nombre d'informations sur le contexte paléoenvironnemental de leur croissance :

- dans certaines conditions, des spéléothèmes dont le signal isotopique a été influencé par des processus cinétiques, tels que Cou1, peuvent néanmoins enregistrer des fluctuations climatiques ;

- des spéléothèmes dont la période de croissance est très limitée, comme Cou2 (WPC) et BDsup, renseignent généralement sur l'existence de conditions climatiques optimales pour leur développement (cela doit toutefois être vérifié par l'existence de plusieurs enregistrements contemporains étant donné le contrôle prépondérant qu'exercent les conditions locales sur la croissance des spéléothèmes ; *e.g.* Baker *et al.*, 1996a) ;
- les spéléothèmes dont la période de croissance est très courte peuvent par ailleurs être exploités pour des études à très haute résolution (*i.e.* jusqu'à l'échelle de la saison), s'ils présentent une lamination saisonnière et s'ils se sont déposés dans des conditions proches de l'équilibre isotopique.

Discussion

III. Apport de l'analyse des spéléothèmes aux études archéologiques

Ce dernier chapitre de la discussion s'intéresse dans un premier temps aux apports directs de cette analyse de spéléothèmes pour l'étude des sites archéologiques dans lesquels ils se sont formés. Il s'agit en particulier de données nouvelles sur la chronologie du remplissage et sur les paléoenvironnements.

Dans un deuxième temps seront abordées plus largement les applications potentielles de l'analyse des spéléothèmes pour une meilleure connaissance de la Préhistoire.

Cependant, il semble utile de rappeler, de manière préliminaire, quelques notions concernant les limites et incertitudes propres à l'étude des sites préhistoriques.

1. *Limites inhérentes à l'analyse d'un site préhistorique*

1.1. Les processus sédimentaires et diagénétiques

Parce que les vestiges archéologiques ont été enfouis dans des sédiments détritiques et parce qu'ils ont traversé des milliers d'années jusqu'à nous, il est nécessaire, pour pouvoir les interpréter, de connaître, autant que possible, les différents processus qui sont intervenus entre l'instant de leur production et celui de leur découverte.

Le « cas idéal » serait celui où 1) les vestiges archéologiques sont enfouis rapidement, sans modification de leur état et de leur position, 2) les vestiges sont recouverts d'une couche de sédiment stérile précédant la constitution d'un nouveau dépôt archéologique, 3) les dépôts conservent leur état et leur position jusqu'à la mise au jour par le fouilleur.

Cependant, dans la réalité, il en est généralement autrement :

- L'enfouissement a lieu plus ou moins longtemps après le dépôt des vestiges. Dans cet intervalle de temps, ils peuvent subir des altérations (chimiques, physiques, biologiques) et des déplacements, souvent différentiels (suivant la nature du matériel, sa position, etc.).
- L'enfouissement est souvent accompagné par un déplacement des pièces dont l'importance et le type est fonction des processus sédimentaires. Dans la plupart des cas, il en résulte une redistribution différentielle.
- Lors de, et après l'enfouissement, les vestiges subissent l'influence des processus diagénétiques et peuvent être remaniés, mélangés avec d'autres (plus anciens/récents), altérés (chimiquement/physiquement), exhumés (par un processus érosif, par cryoexpulsion, par de la bioturbation, par suite d'un creusement anthropique, etc.) puis ré-enfouis, etc.

Les possibilités d'altération de l'intégrité des assemblages archéologiques sont donc très nombreuses. En identifiant les processus sédimentaires et diagénétiques qui ont affecté chaque couche archéologique, on peut avoir une meilleure idée du degré d'intégrité des assemblages. Ceci permet également de déterminer le type d'information susceptible d'être fourni par ces assemblages (techno-typologique et/ou paléontologique) et l'échelle de résolution temporelle à laquelle il est possible de raisonner (Texier, 2000).

Si cette approche géoarchéologique est aujourd'hui souvent mise en œuvre, ce n'était pas le cas lors des fouilles anciennes et, en particulier, dans un certain nombre de sites de référence dont le matériel a servi à définir des technocomplexes (*e.g.* La Micoque, Laugerie Haute, La Ferrassie, etc.). Une réévaluation de ces stratigraphies a été entreprise dans le cadre de différentes études ponctuelles, de reprises de fouilles et d'un PCR pour le Périgord (*e.g.* Texier, 2001 ; Texier *et al.*, 2004).

1.2. La résolution temporelle

La résolution temporelle de la stratigraphie d'un site est très difficile à appréhender pour plusieurs raisons :

- elle dépend principalement des processus de formation du site : les vestiges de diverses occupations non contemporaines ont pu être mélangés ; les périodes d'occupation représentent généralement des durées négligeables par rapport à la durée de formation d'un site ; toutes les périodes de temps ne sont pas nécessairement représentées en stratigraphie (érosion, lacune de sédimentation) ; la vitesse de sédimentation est extrêmement variable et la résolution temporelle de l'archéostratigraphie ne doit pas être confondue avec celle de la lithostratigraphie ;
- elle dépend du type d'occupation/de fréquentation du site : unique ou multiple (combien ? à quelle fréquence ?) et brève ou longue (combien de temps ?) ;
- elle est variable verticalement et latéralement, dans un même site, en fonction des deux points précédents.

Les démarches archéologiques et géologiques, combinées lorsque c'est possible avec des datations radiométriques, tentent de répondre à ces questions de représentativité temporelle des niveaux archéologiques.

1.3. Les datations

Les datations sont fondamentales en archéologie, tant au niveau méthodologique, pour contrôler la validité des ensembles archéologiques et la représentativité des échantillons datés, qu'au niveau des travaux de synthèse (*e.g.* Aurenche, 2002 ; Delpech et Rigaud, 2001 ; Zilhão et D'Errico, 1999). En effet, les questions que soulèvent les études archéologiques ne peuvent être traitées que si elles reposent sur des ensembles homogènes replacés dans une trame chronologique fiable. En outre, les datations comptent parmi les rares moyens d'appréhender, dans certains cas, la durée de mise en place et/ou de déroulement d'un phénomène particulier (Delpech et Rigaud, 2001). Les méthodes sont variées et s'appliquent à des matériaux et des échelles de temps différents (Valladas et Mercier, 2005) :

- Un premier groupe est constitué par les méthodes radionucléaires (fondées sur la décroissance radioactive (*e.g.* ^{14}C , séries de l'uranium) ou sur l'effet cumulé des rayonnements dans les matériaux (*e.g.* RPE (ou ESR en anglais), TL, TF).
- Un deuxième groupe est constitué par les méthodes naturalistes (*e.g.* dendrochronologie et diverses méthodes de chronologie relative (biostratigraphie, typologie)).
- Enfin, d'autres méthodes s'appuient sur des phénomènes physico-chimiques (racémisation des acides aminés) ou géophysiques (paléomagnétisme).

Comme toute autre donnée, les datations doivent être soumises à une analyse critique systématique. De nombreux biais peuvent en effet intervenir, d'une part sur la qualité de la datation (fiabilité et précision) et, d'autre part, sur sa représentativité.

La qualité de la datation peut dépendre de la méthode employée et des facteurs limitants inhérents à celle-ci, ou des contraintes imposées par le milieu sédimentaire (*e.g.* Campy *et al.*, 1992 ; Delibrias et Fontugne, 1990 ; Valladas et Mercier, 2002) :

- L'intervalle d'application d'une méthode peut être un facteur limitant (*e.g.* âges inférieurs à environ 45 ka pour le ^{14}C).
- Les intervalles d'incertitudes associés aux mesures sont plus ou moins importants selon la méthode et l'âge de l'échantillon.
- Chaque méthode est soumise à des contraintes particulières : *e.g.* pas d'exposition à la lumière après l'enfouissement pour la TL et l'OSL ; difficulté de mesure de la dose annuelle de rayonnement dans un milieu hétérogène pour la TL, l'OSL et la RPE (cas fréquent dans les porches de grotte : *e.g.* Guibert *et al.*, 1998 ; Guibert *et al.*, 2001) ; calibration des âges ^{14}C , très problématique pour les périodes antérieures à 24000 ans (Bard *et al.*, 2004 ; Beck *et al.*, 2001 ; Fairbanks *et al.*, 2005) ; élimination des pollutions pour le ^{14}C et les séries de l'uranium ; etc.

Par ailleurs, la sélection de l'échantillon à dater est une étape primordiale :

- Pour les méthodes radiométriques, le « compteur » chronologique de l'échantillon ne doit pas avoir été altéré postérieurement à sa mise en place (*e.g.* exhumation des objets pour les méthodes par luminescence, ouverture du système cristallin pour les méthodes relevant de la série de l'uranium).
- Les pollutions doivent être limitées de sorte à pouvoir les éliminer ou les corriger (méthodes ^{14}C et Th/U).
- Le choix de l'échantillon doit être fait en ayant connaissance des processus de formation de son contexte sédimentologique et en fonction des problématiques archéologiques ; il faut qu'il y ait adéquation entre l'événement daté et « l'événement archéologique » (*e.g.* Campy *et al.*, 1992 ; Delpéch et Rigaud, 2001 ; Texier, 2001). Ce problème de la représentativité de la datation n'a pas toujours été pris en considération, en particulier lors des fouilles anciennes. Par conséquent, il est aujourd'hui délicat d'exploiter ces anciennes datations si on ne peut pas resituer précisément en stratigraphie l'objet daté et vérifier *a posteriori* sa représentativité (*cf. infra*).

Les résultats des datations doivent toujours être comparés aux données des autres approches disciplinaires de manière à repérer et exclure les incohérences. En effet, les couches archéologiques sont susceptibles d'intégrer des pièces non contemporaines de l'occupation. Les démarches archéologique et géologique peuvent, à elles seules, conduire à rejeter des datations qui s'appliquent à des ensembles hétérogènes. Par ailleurs, il est préférable : 1) d'appliquer plusieurs méthodes de datation dans un même site, 2) de multiplier les échantillons datés par niveau, 3) d'entreprendre des séries de datations sur des séquences stratigraphiques étendues et ainsi, 4) de tester la cohérence interne des résultats (Valladas *et al.*, 1999). Néanmoins, on s'aperçoit que dans les faits, ces recommandations sont rarement appliquées faute de matériel à dater ou de méthode de datation adaptée, ou encore à cause de budgets trop serrés ou de l'indisponibilité des laboratoires (Campy *et al.*, 1992).

1.4. Conclusion

La lecture et l'interprétation des « stratigraphies » d'un site archéologique (*i.e.* bio-, archéo-, litho-, chrono-stratigraphies) sont complexes par bien des aspects. Aux facteurs d'incertitude évoqués précédemment (les plus récurrents), peuvent encore s'ajouter de

nombreux autres biais intervenant au cas par cas, par exemple liés à l'évolution des méthodes et techniques de fouille et d'analyse.

Tous ces facteurs limitent la précision et la résolution temporelle des informations paléoenvironnementales susceptibles d'être livrées par le remplissage archéologique et sédimentaire. Par ailleurs, les notions de durée d'occupation/de sédimentation ou de hiatus d'occupation/de sédimentation sont très difficiles à appréhender. De même, la relation entre les occupations/la sédimentation détritique et le concrétionnement des spéléothèmes n'est pas évidente, sauf cas très exceptionnel où des témoins directs d'occupation (*i.e.* non remaniés) sont piégés dans le spéléothème en cours de formation.

L'analyse de spéléothèmes intercalés dans un remplissage archéologique permet de compléter les litho-, chrono- et climato-stratigraphies mais ne permet donc pas, à l'échelle d'un site, de comparer les données paléoenvironnementales et chronologiques fournies par le spéléothème avec celles fournies par le remplissage. En revanche, les données paléoenvironnementales des spéléothèmes présentent généralement une haute résolution temporelle et peuvent être datées directement. Ceci autorise donc les corrélations de site à site et, par la multiplication de ce type d'analyse, l'établissement d'un référentiel paléoclimatique régional couvrant de longues périodes, dans lequel les événements archéologiques pourront être resitués grâce aux datations.

2. Bourgeois-Delaunay

2.1. Les données paléoenvironnementales et chronologiques fournies par l'analyse du remplissage du site

Les résultats des différentes approches disciplinaires des vestiges et du remplissage sédimentaire de la grotte Bourgeois-Delaunay ont été synthétisés précédemment (tableau du paragraphe 1.10. du chapitre « Présentation des sites »). Dans cette partie, on s'intéressera plus particulièrement à la lecture chronologique et paléoenvironnementale de la stratigraphie puisqu'il s'agit des domaines dans lesquels l'analyse des spéléothèmes apporte des éléments nouveaux (Tableau 31) :

- Les informations paléoenvironnementales fournies par l'analyse du remplissage et des vestiges ont été appréciées en termes de variations relatives.
- L'ensemble des données chronologiques antérieures à cette étude (indices du remplissage, datations Th/U alpha) a conduit à une proposition de corrélation avec les OIS.

Néanmoins, il faut signaler que de nombreuses questions restent aujourd'hui en suspens concernant les processus de formation du site et la représentativité des couches. Par exemple, de nombreux signes de cryoclastie ont été mis en évidence dans le remplissage sédimentaire mais sont-ils contemporains de la mise en place des couches 10 à 8 ? Les couches ont été définies sur la base de critères mixtes (faciès géologiques et contenus archéologiques) mais sont-elles homogènes du point de vue chronologique et archéologique ? Aucun remontage n'a permis de le confirmer pour l'instant. Par ailleurs, il semblerait que les aspects de surface des restes osseux et du matériel lithique soient très variables dans une couche donnée (d'après les travaux récents portant sur les couches 8 à 10 ; Armand, 1998 ; Delagnes, 1992). Quant à l'étude palynologique couche par couche, elle reste sujette à caution tant que l'on n'aura pas résolu les questions de l'origine des sédiments et des processus sédimentaires et post-sédimentaires (*i.e.* bioturbation, préservation différentielle, lessivages, pollutions par infiltrations, etc. ; *e.g.* Sánchez Goñi, 1996). Enfin, parce que la moitié supérieure du remplissage a été fouillée anciennement (fouilles David, avant 1961) et qu'il ne reste qu'un témoin stratigraphique des couches 6 à 2, il ne sera vraisemblablement pas possible de préciser *a posteriori* la représentativité de ces couches et de leur contenu.

Finalement, les éléments d'information les plus fiables qui ressortent des différentes études du remplissage de Bourgeois-Delaunay sont les suivants :

- L'ensemble des couches 11 à 7 appartient à l'OIS 5 ; le climat était globalement peu rigoureux et deux phases de concrétionnement ont enregistré des épisodes plus tempérés et humides (dont le Dernier Interglaciaire pour le plancher inférieur).
- Les couches 6 à 2 sont postérieures à l'OIS 5 ; les conditions climatiques sont globalement plus rigoureuses ; la couche 2 a livré des industries aurignaciennes, ce qui laisse supposer que la stratigraphie se termine dans l'OIS 3 (Delibrias et Fontugne, 1990).

Evolution géomorphologique de la cavité ²	Unités stratigraphiques ¹	Ambiance climatique			Chronologie (OIS)		Périodes de croissance des spéléothèmes d'après les nouvelles datations Th/U de la calcite par TIMS
		d'après la géologie ²	d'après la palynologie ³	d'après la paléontologie ⁴	Datations Th/U (alpha ; 1σ) ⁵	d'après l'ensemble des données	
	2	[couleur bleue]		[couleur bleue]		3	
	3			?	?	3 ?	
	4				[couleur bleue]	4 ?	
	5						
	6						
	7		[couleur orange]	[couleur orange]		90 ± 6 à 101 ± 12 ka	5a/5c ?
	8	[couleur bleue]	?	?			
	8'	?					
	9	[couleur bleue]	[couleur orange]			5	
	9'			?			
	10	[couleur bleue]	?				
	11	[couleur orange]	[couleur orange]		115 ± 8 à 151 ± 15 ka	5e ?	117,2 à 127,3 ka → OIS 5e
effondrement majeur (ouverture de la cavité ?) assèchement du lac	12					6 ?	
lac karstique	13						

Tableau 31. Synthèse des interprétations paléoclimatiques et chronologiques du remplissage de la grotte Bourgeois-Delaunay en fonction des diverses approches disciplinaires.

1 : Lithostratigraphie d'après Debénath (1974). 2 : Géologie d'après Bertran (1999). 3 : Palynologie d'après Paquereau (*in* Debénath, 1974). 4 : Paléontologie d'après Debénath (1974) et Armand (1997 ; 1998). 5 : Datations Th/U alpha d'après Blackwell *et al.* (1983).

L'ambiance climatique a été appréciée de manière relative sur la base des informations produites par la géologie, la palynologie et la paléontologie : les couleurs « chaudes » (*i.e.* orangé à rouge) correspondent aux épisodes plus tempérés et humides, tandis que les couleurs « froides » (*i.e.* bleu clair à bleu foncé) correspondent aux épisodes plus froids et secs. L'hypothèse de corrélation aux OIS est fondée sur les indications paléoenvironnementales et « culturelles » (*i.e.* présence d'Aurignacien dans la couche 2) en association avec les datations disponibles avant cette étude. Les nouvelles données concernant les périodes de croissance des spéléothèmes, obtenues dans le cadre de cette étude, sont mentionnées en regard du plancher concerné. Ces intervalles de croissance sont calculés sur la base des modèles d'âge élaborés à partir des datations Th/U par TIMS (*cf.* chapitre I de la « Discussion »).

2.2. Apport de l'étude des spéléothèmes à l'échelle du site

Les nouvelles datations réalisées sur les planchers inférieurs et supérieurs du remplissage de la grotte Bourgeois-Delaunay ont permis d'améliorer nettement la précision de leur attribution chronologique.

Ainsi, les datations antérieures du plancher supérieur lui attribuaient un âge de 101 ± 12 à 90 ± 6 ka environ (Blackwell *et al.*, 1983 ; en réalité, l'âge à 90 ka a été mesuré sur un échantillon prélevé à la base du plancher supérieur tandis que l'âge à 101 ka provient d'un échantillon prélevé dans sa partie supérieure, ces âges sont donc équivalents si l'on tient compte des marges d'incertitudes). Sur la base de ces datations, ce plancher aurait dû être attribué à l'OIS 5c-5b (Figure 158). Mais les nouvelles datations ont permis de corriger cette attribution : la croissance du plancher supérieur a effectivement été très rapide et courte, autour de 78 ± 2 ka, soit au cours de l'OIS 5a. L'approche pétrographique combinée aux datations TIMS permet de proposer un modèle d'âge qui situerait la croissance de BDsup dans un intervalle maximal allant de 79,5 à 76,3 ka (cf. « Discussion, chapitre I » ; Figure 158).

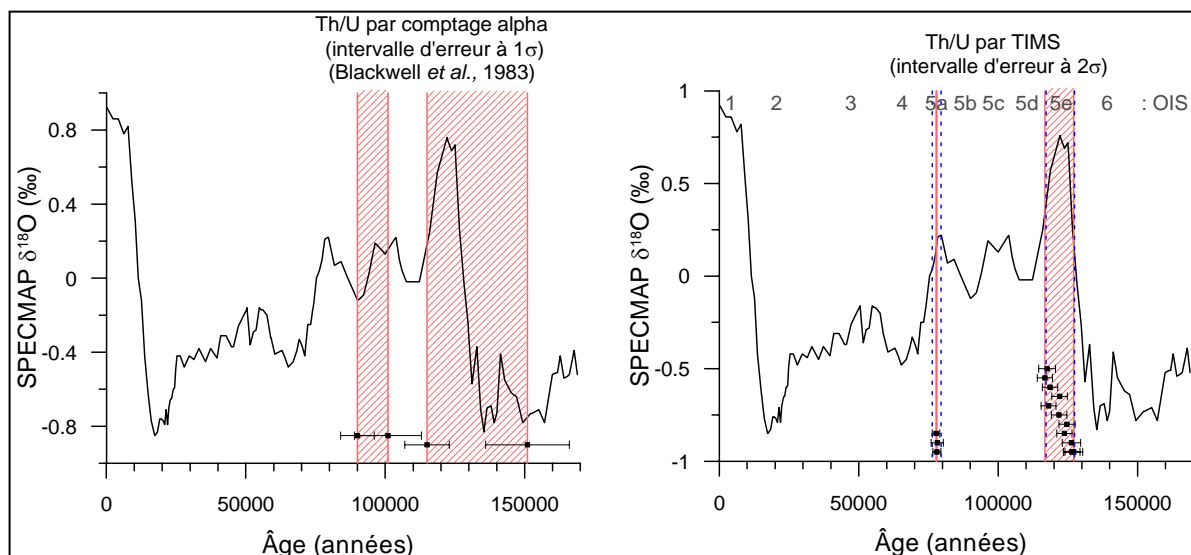


Figure 158. Intervalles de croissance des spéléothèmes de Bourgeois-Delaunay d'après les anciennes datations Th/U par comptage alpha et d'après les nouvelles datations par TIMS.

Les dates sont représentées avec leurs barres d'erreur à 1σ pour le comptage alpha et à 2σ pour le TIMS. Seules les dates de chaque extrémité des planchers ont été représentées pour le comptage alpha (retenues comme significatives par les auteurs ; il s'agit généralement d'âges moyens ; Blackwell *et al.*, 1983). Toutes les dates de BDsup sont représentées ; les dates problématiques G1, G2, H2 et M de BDinf ont été exclues (cf. Discussion, chapitre 1). Les zones hachurées représentent les intervalles de temps entre les âges moyens inférieurs et supérieurs de chaque plancher. Les lignes pointillées dans la figure de droite représentent les limites de l'intervalle de croissance de chaque plancher sur la base des modèles d'âges. On note que le modèle d'âge de BDsup élargit un peu son intervalle de croissance (en pointillés) par rapport à l'intervalle des âges moyens de ses datations.

Quant au plancher inférieur, les datations alpha situent sa formation entre 151 ± 15 ka et 115 ± 8 (Blackwell *et al.*, 1983) ou entre 153 ± 25 et 123 ± 17 ka¹ (Schwarcz et Debénath, 1979). Ces datations associaient donc la formation du plancher inférieur aux OIS 6 à 5e. Le

¹ Ce dernier intervalle n'est pas représenté dans la Figure 158 car il est quasiment inclus dans l'intervalle représenté et parce que ces analyses sont plus anciennes.

développement important de ce plancher et son contenu pollinique conduisaient néanmoins à privilégier une croissance durant le Dernier Interglaciaire (Tableau 31). La série de datations TIMS a confirmé cette hypothèse et a permis de préciser son intervalle de croissance, entre $127,3 \pm 3$ et $117,2$ ka.

Enfin, on note que les intervalles d'incertitudes ont été considérablement réduits grâce au changement de méthode de datation : les intervalles à 1σ de l'ordre de ± 5000 à ± 15000 ans (voire plus) associés aux datations par spectrométrie alpha ont été remplacés par des intervalles de l'ordre de ± 2000 à ± 3000 ans à 2σ par l'utilisation de la TIMS.

Cette amélioration de la précision des datations permet non seulement une attribution plus fiable des planchers aux OIS et aux épisodes climatiques mais elle améliore également le calage chronologique des couches situées de part et d'autre. Ainsi, l'âge supérieur des restes de néandertaliens piégés à la base du plancher inférieur est désormais de $127,3 \pm 3$ ka (à 2σ) au lieu de 151 ± 15 ka (à 1σ ; Blackwell *et al.*, *op. cit.*).

Par ailleurs, le calage chronologique des planchers de Bourgeois-Delaunay permet de constater que l'interstade 5c n'a apparemment pas été enregistré dans la lithostratigraphie. En effet, les couches 10 à 8, intercalées entre ces spéléothèmes, ne montrent aucune signature susceptible d'être attribuée à cet événement. Elles comportent en revanche des traits cryogéniques et des fragments de calcaires produits par le gel (Bertran, 1999). Ces traits sont associés à des indices de saturation du milieu en eau (coulées de boue, traits ferromanganiques ; Bertran, *op. cit.*). Cette absence de signature liée au sous-stade tempéré 5c est d'autant plus surprenante qu'il semble mieux marqué dans les séries sédimentaires de plein air que l'interstade 5a (*e.g.* Van Vliet-Lanoë, 1986). Cependant, dans le contenu faunique des couches 8 à 10, les taxons de milieu boisé sont largement représentés, mais sont mêlés à des taxons de milieu steppique, majoritaires en proportion (Armand, 1998). Si les associations fauniques trouvées dans ces couches résultent de mélanges, faut-il en déduire que les traces de l'interstade 5c ont été effacées par l'épisode froid du 5b ? Ou bien le 5c se traduit-il par une lacune sédimentaire dans le remplissage de Bourgeois-Delaunay ? Seule une étude approfondie de ces dépôts, situés entre les planchers stalagmitiques, permettrait de répondre à ces questions.

Outre les datations, l'analyse pétrographique et isotopique des planchers a permis de préciser les conditions paléoenvironnementales dans lesquelles ils se sont formés. À l'échelle du site, on constate que le régime des égouttements a été très important au cours du Dernier Interglaciaire et durant l'optimum de l'OIS 5a. La situation semble assez différente de celle d'aujourd'hui où les égouttements au-dessus de la zone fouillée sont quasiment nuls. Par ailleurs, les spéléothèmes ont enregistré un signal climatique à haute résolution qui reproduit des caractéristiques du signal climatique global. À terme, la réplication de cet enregistrement sur d'autres spéléothèmes contemporains de la même région devrait permettre de mettre en évidence des particularités climatiques régionales.

3. Coudoulous 1

3.1. Les données paléoenvironnementales et chronologiques fournies par l'analyse du remplissage du site

Comme précédemment pour la grotte Bourgeois-Delaunay, les informations paléoenvironnementales et chronologiques fournies par l'étude du remplissage de Coudoulous 1 et par les datations réalisées antérieurement à cette étude sont synthétisées dans le [Tableau 32](#) (voir aussi le chapitre « Présentation des sites », § « Synthèse »).

Ce site étant toujours en cours d'étude, l'interprétation des vestiges et de la microfaune n'est pas définitive. On constate que les hypothèses paléoclimatiques basées sur les processus de formation du site et sur l'étude de la microfaune ne concordent pas tout à fait. Toutefois, ces deux approches s'accordent sur un épisode relativement clément jusqu'à la couche 7inf (OIS 7 ?), puis un refroidissement interrompu par quelques oscillations plus douces jusqu'à la couche 3 (OIS 6 ?). Cette couche 3 est coiffée par un plancher stalagmitique daté de l'OIS 5, lui-même surmonté par la couche 2 dont les signatures sédimentaires témoignent d'un climat périglaciaire (OIS 4-2 ?).

3.2. Apport de l'étude des spéléothèmes à l'échelle du site

Le spéléothème analysé est le plancher supérieur situé dans la coupe sud du remplissage. Il a été daté par Th/U en alpha de 139 ± 13 à 83 ± 9 ka (Quinif *in* Jaubert *et al.*, 2005 ; [Tableau 32](#)). Les nouvelles datations Th/U par TIMS ont permis de préciser l'âge de ce concrétionnement ([Figure 159](#)). Les dates ont été corrigées pour la contribution du Th détritique et une courbe de croissance a été construite en s'appuyant sur les indications des conditions de précipitation. Finalement, sa période de croissance est datée d'environ 94 à 108 ka, ce qui signifie que le concrétionnement a débuté lors de la transition entre OIS 5d et 5c et s'est terminé à la fin de l'OIS 5c. Les intervalles d'incertitude ont été réduits de façon notable, puisqu'ils sont de l'ordre de ± 4000 ans à 2σ au lieu de ± 9 à ± 13 ka à 1σ .

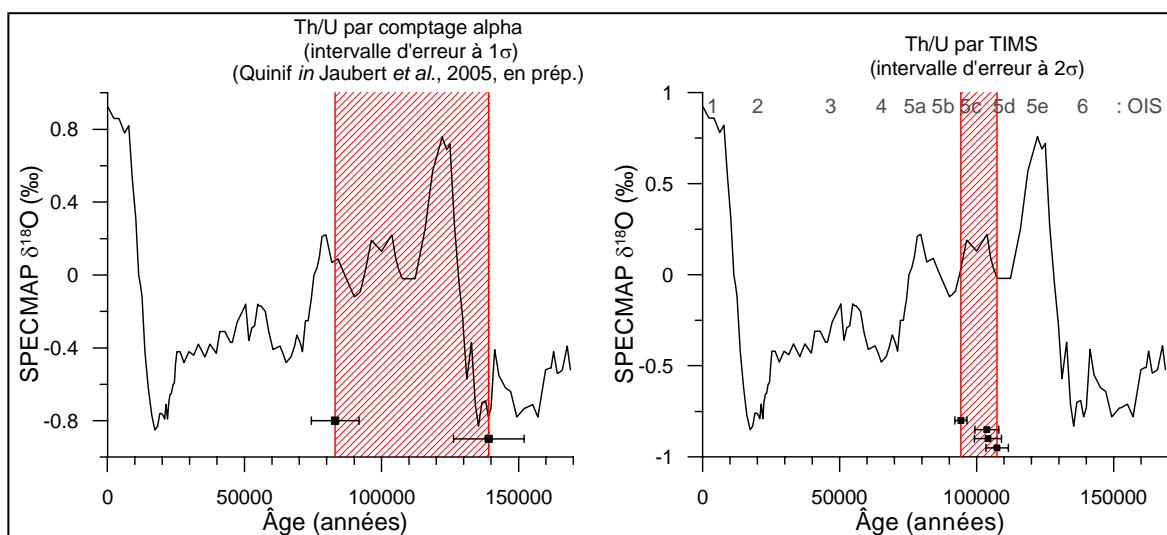


Figure 159. Intervalle de croissance du plancher stalagmitique supérieur issu de la partie sud du remplissage de Coudoulous 1 d'après les anciennes datations Th/U par comptage alpha et d'après les nouvelles datations par TIMS.

Les dates sont représentées avec leurs barres d'erreur à 1σ pour le comptage alpha (d'après Quinif *in* Jaubert *et al.*, 2005, en prép.) et à 2σ pour le TIMS. Les zones hachurées représentent les intervalles de temps entre les âges moyens inférieur et supérieur.

Avec cette nouvelle donnée, on peut s'interroger sur la contemporanéité de ce plancher avec le plancher supérieur observé dans la coupe nord du remplissage. Aucun raccord stratigraphique direct n'est possible entre ces deux concrétions du fait du creusement de la tranchée qui divise le site. On pourrait *a priori* penser qu'il ne s'agit que d'un seul et même épisode de concrétionnement affectant l'ensemble de la cavité. Toutefois, si l'on se fie à l'âge « moyen » de la date aujourd'hui disponible pour ce plancher nord, de 126 ± 20 ka (Th/U en alpha ; Quinif *in* Jaubert *et al.*, 2005), sa précipitation se situerait au cours de l'OIS 5e, mais les larges intervalles d'incertitude ne permettent pas de l'affirmer. La morphologie de la cavité de Coudoulous 1 a vraisemblablement évolué assez rapidement, l'ouverture de l'aven s'élargissant sans cesse et les parois se dégradant. Par ailleurs, on sait que les conditions climatiques contemporaines de l'OIS 5e étaient plus favorables au concrétionnement que celles de l'OIS 5c. Il est donc possible que les épisodes de concrétionnement de l'OIS 5e et 5c ne se soient pas manifestés aux mêmes endroits dans la cavité du fait de l'évolution de la couverture lithologique et pédologique (*i.e.* recul du toit, amincissement, effondrement, apparition de nouvelles fissures, lessivage/glissement du sol dans la cavité, etc.). De nouvelles datations par TIMS de ce plancher nord permettraient probablement de répondre à ces interrogations.

Les analyses pétrographiques et isotopiques de ce spéléothème, combinées aux datations, ont également permis de préciser l'évolution, au cours de sa précipitation, du régime hydrologique et des conditions pédologiques au-dessus de la cavité.

Enfin, des datations Th/U par TIMS des planchers stalagmitiques inférieurs pourraient éventuellement réduire les marges d'incertitude existant sur les datations Th/U alpha réalisées précédemment et permettre de préciser l'âge de l'ouverture du toit de la cavité et des premières fréquentations par les Hommes.

Evolution géomorphologique de la cavité ²	Lithostratigraphie ¹	Ambiance climatique		Chronologie (OIS)		Périodes de croissance des spéléothèmes d'après les nouvelles datations Th/U de la calcite par TIMS		
		d'après la géologie ²	d'après la microfaune ³	Datations radiométriques ⁴	d'après la géologie ²		d'après la microfaune ³	
	1				1	1		
	2				Th/U (alpha, 1σ) 126 [+20/-16] ka au Nord 83 [+9/-8] ka à 139 [+13/-11] ka au Sud	2-4	2-4	
						5	5	93,7 à 103,8 ka (Cou1 sup) : OIS 5c
	3				Th/U-ESR combinés sur dents et os	6	6	103,9 à 107,6 ka (Cou1 inf) : OIS 5d/5c
	4				137 ± 21 ka à 209 ± 32 ka (1σ)	6.5 ?	6 (stade?)	
agrandissement de l'ouverture de l'aven	5					6	6	
	X							
	6							
	7 sup						6/7	
	7 moy- inf					6 ou 7 ?	7	
	8a						→	
	8b			Th/U (alpha, 1σ) 229 [+78/-42] ka 202 [+76/-39] ka	7	7 ?	→	
	8c				≥ 7 ?		→ en projet	
effondrement du toit ouverture de l'aven	8d				?			
	8g-e				?	?	→	
ambiance de karst interne	9							
	10							

Tableau 32. Synthèse des interprétations paléoclimatiques et chronologiques du remplissage de Coudoulous 1 d'après les données de la géologie et de la microfaune et d'après les datations antérieures. 1 : Lithostratigraphie d'après Kervazo et Jaubert. 2 : Etude géologique par Kervazo. 3 : Etude de la microfaune par Jeannet. 4 : Datations Th/U par spectrométrie alpha des spéléothèmes par Quinif ; datation par ESR-Th/U combinés de dents et os par Falguères et Bahain. Toutes ces contributions sont extraites de Jaubert *et al.* (en prép. ; 2005). L'ambiance climatique a été appréciée de manière relative sur la base des informations produites par la géologie et la microfaune : les couleurs « chaudes » (*i.e.* orangé à rouge) correspondent aux épisodes plus tempérés et humides, tandis que les couleurs « froides » (*i.e.* bleu clair à bleu foncé) correspondent aux épisodes plus froids et secs. L'hypothèse de corrélation aux OIS est fondée sur les indications paléoenvironnementales en association avec les datations disponibles avant cette étude. Les nouvelles données concernant la période de croissance du plancher supérieur, obtenues dans le cadre de cette étude, sont mentionnées dans la colonne de droite. Les deux intervalles de croissance présentés correspondent aux deux parties de Cou1 dont les conditions de croissance étaient bien différentes (Cou1 inf et Cou1 sup). Ces intervalles sont calculés sur la base des modèles d'âge élaborés à partir des datations Th/U par TIMS (*cf.* chapitre 1 de la « Discussion »).

4. Coudoulous 2

4.1. Les données paléoenvironnementales et chronologiques fournies par l'analyse du remplissage du site

Comme précédemment, les informations paléoenvironnementales et chronologiques fournies par l'étude du remplissage de Coudoulous 2 et par les datations réalisées antérieurement à cette étude sont synthétisées dans le [Tableau 33](#) (seules les approches dont les données sont les plus continues ont été utilisées ici, c'est à dire la géologie et l'étude de la microfaune ; voir aussi le chapitre « Présentation des sites », § « Synthèse »). Ce site étant toujours en cours d'étude, les interprétations (en particulier celles de la microfaune) ne sont pas définitives.

On constate des différences dans la représentation des hypothèses paléoclimatiques basées sur les processus de formation du site et sur l'étude de la microfaune. Cela s'explique, d'une part, par le fait que les variations de faciès lithologique ne reflètent pas nécessairement des variations climatiques. Les couches 8 à 5 ont donc été associées à une ambiance globalement clémentine. D'autre part, d'après Jeannet (*in* Brugal (dir.), en prép.) la microfaune de la couche 7 montre « un mélange de formes würmiennes et de formes ancestrales et pourrait donc être une couche charnière avant une séparation définitive ». L'auteur estime que la couche 7 correspond à une phase du « Würm ancien » et la couche 8 au Dernier Interglaciaire. Le choix a donc été fait, de manière arbitraire, de représenter une détérioration climatique progressive au sein de la couche 7, de sorte à illustrer l'entrée dans la dernière glaciation.

Très schématiquement, le remplissage de Coudoulous 2 présente, de bas en haut :

- Un ensemble inférieur (couches 12 à 9) dont les conditions et périodes de formation sont mal connues ; la présence de concrétionnements importants témoigne probablement d'épisodes humides plus ou moins tempérés ; d'après la microfaune, la couche 9 se situerait dans l'OIS 6 (Jeannet *in* Brugal (*op. cit.*)).
- Un ensemble moyen (couche 8 à 5) dans lequel les épisodes de concrétionnements sont fréquents et les indicateurs d'un climat tempéré nombreux ; cet ensemble s'est probablement déposé au cours de l'OIS 5.
- Un ensemble supérieur (couches 4 à 1) dont les conditions de formation et la microfaune témoignent d'un climat d'abord rigoureux jusqu'à la couche 3, puis plus clémentin ; l'âge des couches 4 à 3 se situe probablement au cours de l'OIS 4 mais l'âge des dépôts sus-jacents reste incertain.

4.2. Apport de l'étude des spéléothèmes à l'échelle du site

La stalagmite étudiée dans le cadre de cette étude provient du niveau concrétionné surmontant la couche 5. Des datations Th/U antérieures par spectrométrie alpha lui avaient donné un âge de 158 ± 21 et 89 ± 13 ka (Quinif *in* Brugal (*op. cit.*)). Les datations TIMS réalisées dans le cadre de cette étude s'échelonnent entre 93 ± 5 et 79 ± 2 ka, ce qui conduit à rejeter la datation à 158 ka ([Figure 160](#)). D'après ces dates, le concrétionnement aurait donc pris place au cours des OIS 5b et 5a. Toutefois, la date à 93 ± 5 ka n'est pas très fiable (et son utilisation pour construire la courbe de croissance de la partie basale (DCC) du spéléothème par interpolation linéaire donne un âge d'initiation du concrétionnement encore plus suspect car trop ancien, autour de 101 ka ; [Tableau 33](#)). La croissance du spéléothème a néanmoins débuté très lentement avant de s'accélérer brusquement autour de 80 ka.

Evolution géomorphologique de la cavité ²	Lithostratigraphie ¹	Ambiance climatique		Chronologie			Périodes de croissance des spéléothèmes d'après les nouvelles datations Th/U de la calcite par TIMS
		d'après la géologie ²	d'après la microfaune ³	Datations Th/U (ka) (alpha ; 1σ) ⁴	(OIS)		
					hyp. 1	hyp. 2	
	1			18 ± 2 20 ± 3 39 ± 18 39 ± 7	3 ?	3 ?	
	2						
	3						
	4a 4b 4c 4d				4	4	4
Démantèlement des parois	5			89 [+13/-11] 158 [+21/-17]	5	5	5
	6a 6b			112 [+35/-25]			
	7a				5	5/7 ?	5
effondrement d'une partie du toit	7b						
ouverture du toit de la cavité	7c 7d						
	8				5e	7 ? 9 ?	5e
ouverture du réseau sur l'extérieur ; début de la séquence fossilifère	9	?			6	8 ? 10 ?	6 (sup.?)
	10	?			?	?	
					?	?	
ambiance de karst interne	11 12						

Tableau 33. Synthèse des interprétations paléoclimatiques et chronologiques du remplissage de Coudoulous 2 d'après les données de la géologie et de la microfaune et d'après les datations antérieures. 1 : Lithostratigraphie d'après Kervazo et Brugal. 2 : Etude géologique par Kervazo. 3 : Etude de la microfaune par Jeannet. 4 : Datations Th/U par spectrométrie alpha des spéléothèmes par Quinif. Ces contributions sont extraites de Brugal (dir.), en prép. L'ambiance climatique a été appréciée de manière relative sur la base des informations produites par la géologie et la microfaune : les couleurs « chaudes » (i.e. orangé à rouge) correspondent aux épisodes plus tempérés et humides, tandis que les couleurs « froides » (i.e. bleu clair à bleu foncé) correspondent aux épisodes plus froids et secs. L'hypothèse de corrélation aux OIS est fondée sur les indications paléoenvironnementales en association avec les datations disponibles avant cette étude. Les nouvelles données concernant la période de croissance du plancher supérieur, obtenues dans le cadre de cette étude, sont mentionnées dans la colonne de droite. Les deux intervalles de croissance présentés correspondent aux deux parties de Cou2 dont les conditions de croissance étaient bien différentes (Cou2 DCC et Cou2 WPC). Ces intervalles sont calculés sur la base des modèles d'âge élaborés à partir des datations Th/U par TIMS (cf. chapitre I de la « Discussion »).

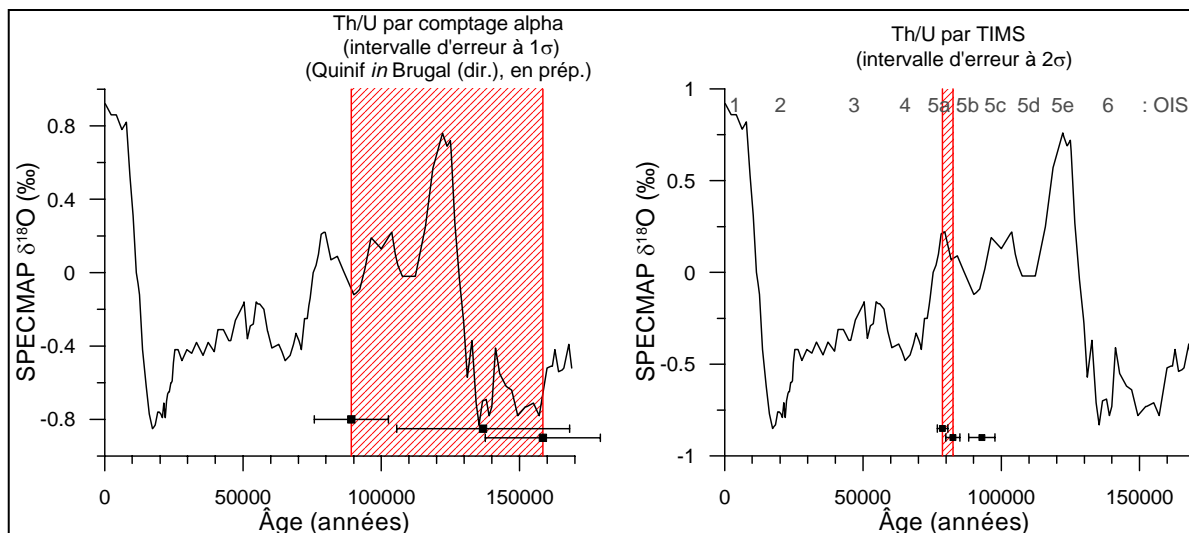


Figure 160. Intervalle de croissance du plancher stalagmitique reposant sur la couche 5 du remplissage de Coudoulous 2 d'après les anciennes datations Th/U par comptage alpha et d'après les nouvelles datations par TIMS.

Les dates sont représentées avec leurs barres d'erreur à 1σ pour le comptage alpha (d'après Quinif *in Brugal* (dir.), en prép.) et à 2σ pour le TIMS. Les zones hachurées représentent les intervalles de temps entre les âges moyens inférieur et supérieur de chaque plancher. La date obtenue par TIMS à 93 ± 5 ka n'est pas fiable.

En datant également par TIMS les nombreuses phases de concrétionnement qui s'intercalent dans le remplissage de Coudoulous 2, les intervalles d'incertitude pourraient être suffisamment réduits pour permettre une attribution chronologique précise de chaque couche. Cela permettrait de confirmer que les couches 7 à 5 se sont formées au cours de l'OIS 5 et de trancher sur la question de l'âge du plancher de la couche 8. En effet, bien que différents indices tendent à montrer que ce dernier s'est formé au cours du Dernier Interglaciaire, son aspect peut laisser penser qu'il est plus ancien (Kervazo *in Brugal* (*op. cit.*)). Les séquences archéologiques ou paléontologiques datées de l'OIS 5 sont rares et celle-ci est d'autant plus intéressante que les nombreuses intercalations de concrétionnements offrent la possibilité d'obtenir une chronologie relativement fiable. Enfin, la datation du plancher situé entre les couches 9 et 10 permettrait de donner une limite d'âge inférieure à l'ouverture du réseau sur l'extérieur et aux premiers apports de faune, tandis que de nouvelles datations par TIMS du plancher de la couche 2 apporteraient une limite supérieure aux apports d'origine anthropique en précisant l'épisode climatique associé à cette phase de concrétionnement.

Concernant les paléoenvironnements, l'analyse de la stalagmite Cou2 a permis de mettre en évidence une augmentation de l'activité biologique de surface très rapide autour de 81 ka, en liaison avec une amélioration climatique. Puis, la stalagmite a enregistré un bref épisode très humide (avec une saisonnalité marquée des précipitations efficaces) et tempéré, caractéristique de l'optimum de l'OIS 5a, qui se distingue nettement dans de nombreux enregistrements paléoclimatiques de cette période ; il a probablement été également enregistré par le plancher supérieur de la grotte Bourgeois-Delaunay (*cf. supra*).

5. Généralisation et élargissement

5.1. Apport des études de spéléothèmes formés en contexte archéologique

Bien que les spéléothèmes développés en contexte archéologique (c'est à dire le plus souvent en entrée de grotte et en alternance avec une sédimentation détritique) s'éloignent généralement de l'échantillon « idéal » pour une analyse isotopique, cette étude a montré que certains d'entre eux peuvent néanmoins permettre des datations relativement précises et fournir des enregistrements du signal climatique à haute résolution (N.B. : les échantillons étudiés étaient pauvres en uranium mais avec des échantillons plus riches, il sera possible d'obtenir des datations plus précises). En conséquence, il serait regrettable de ne pas explorer le potentiel des spéléothèmes extraits de leur contexte lors des fouilles archéologiques, d'autant que l'étude de spéléothèmes endokarstiques suppose des prélèvements volontaires qui, s'ils ne sont pas maîtrisés dans le contexte actuel d'essor de la discipline, peuvent contribuer à la dégradation du milieu naturel souterrain.

La datation des spéléothèmes intercalés entre les dépôts archéologiques fournit des points de contrôle importants pour les corrélations à distance et pour le calage chronologique des séquences archéologiques dans un cadre paléoclimatique. La multiplication des datations à haute résolution est également susceptible d'augmenter le niveau de résolution des corrélations entre ensembles archéologiques. Cela est notamment utile pour les périodes anciennes, c'est à dire celles pour lesquelles les méthodes de datation des vestiges ne permettent pas d'obtenir une grande précision, voire pour des périodes du Paléolithique supérieur, qu'elles soient antérieures à la courbe de calibration actuelle du ^{14}C (limitée à 26 ka : IntCal04) ou qu'elles soient situées au niveau des plateaux de cette courbe de calibration.

Cependant, comme toute autre donnée, les datations doivent être soumises à une analyse critique systématique puisque diverses perturbations peuvent intervenir. En ce sens, la multiplication des datations dans un spéléothème donnée associée à l'analyse approfondie de ses conditions de précipitation permettent de vérifier la validité et la cohérence de ses datations et de constituer un modèle d'âge plus fiable pour la croissance du spéléothème.

Ce modèle d'âge sert par ailleurs à caler dans le temps le signal isotopique enregistré lors de la croissance du spéléothème. La comparaison de ce signal avec une courbe climatique de référence peut *in fine* permettre de détecter et de corriger certaines anomalies de chronologie (e.g. ajustement du modèle d'âge de Cou1 ou détection de la date non fiable à la base de Cou2)

Ainsi, si les propriétés chimiques et isotopiques des spéléothèmes en contexte archéologique ne permettent pas toujours d'obtenir une chronologie très précise (*i.e.* avec une incertitude à 2σ de quelques centaines d'années seulement pour des périodes anciennes ; le problème vient de la pauvreté en uranium des échantillons), leur enregistrement isotopique du carbone et de l'oxygène peut, dans certaines conditions, être calé dans le temps par comparaison avec un enregistrement de référence (selon le même principe que la dendrochronologie par exemple). Néanmoins, pour que cela soit fiable, il est nécessaire de s'affranchir des corrélations à longues distances avec des enregistrements paléoclimatiques dont 1) le modèle d'âge n'est pas précis et 2) le synchronisme des événements n'est pas sûre (e.g. corrélations avec les enregistrements polaires ou marins, ou avec des enregistrements de spéléothèmes lointains). Cela signifie qu'il est indispensable de constituer des courbes isotopiques de référence à l'échelle régionale, à partir de spéléothèmes non perturbés chimiquement et isotopiquement, riches en uranium et les plus continus possible.

Outre l'intérêt des spéléothèmes formés en contexte archéologique pour la chronologie des sites, ils peuvent également apporter des informations sur l'évolution des paléoenvironnements locaux et des paléoclimats régionaux. En attendant qu'un référentiel paléoclimatique régional valide (*i.e.* dont la reproductibilité a été vérifiée) et continu pour le Pléistocène supérieur soit constitué, ces enregistrements fragmentaires contribuent néanmoins à une meilleure connaissance des paléoenvironnements continentaux dont on cherche à comprendre l'impact sur les populations humaines et animales.

Enfin, dans certains cas, l'analyse de ces spéléothèmes peut également renseigner sur l'évolution géomorphologique et karstique du site (*e.g.* recul du porche, ouverture d'aven, soutirage, ennoisement), sur la dynamique de remplissage de la cavité (*i.e.* rythme de sédimentation détritique et chimique) et, de manière plus anecdotique, sur la fréquentation du site et sur certaines activités anthropiques (*e.g.* cassures ou utilisations des concrétions, piégeage dans la calcite de vestiges ou de charbons dont le dépôt pourra alors être daté directement).

5.2. Apport de l'analyse des spéléothèmes en général

L'analyse des spéléothèmes en général ou, plus particulièrement, des spéléothèmes de bonne « qualité », peut contribuer de diverses manières à la résolution de problèmes liés à l'archéologie.

Tout d'abord, comme cela a déjà été évoqué plus haut, la multiplication des analyses de spéléothèmes issus d'endokarst relativement profond, non perturbés, riches en uranium et les plus continus possible, est indispensable afin de constituer des courbes paléoclimatiques de référence à l'échelle régionale. Celles-ci permettront d'améliorer le calage chronologique des enregistrements plus fragmentaires ou de moins bonne qualité, dont les datations sont moins précises et/ou moins fiables, obtenus à partir d'autres spéléothèmes, notamment ceux des sites archéologiques.

Par ailleurs, ces enregistrements continentaux à haute résolution des paléoclimats, à l'échelle régionale, peuvent être situés dans une trame chronologique absolue grâce aux datations radiométriques. De nombreuses perspectives découlent de ces caractéristiques. En effet, si les paléoenvironnements régionaux sont mieux connus, leur influence sur les populations humaines et animales pourra alors être appréhendée sur des bases plus fiables. Par ailleurs, les particularités des climats régionaux pourront être mises en évidence (*e.g.* manifestation différente d'un événement climatique, délai dans la mise en place de certaines conditions climatiques, etc.). Leur connaissance contribue à une meilleure compréhension du fonctionnement du système climatique global et cet aspect a d'importantes implications pour la modélisation et la prévision des évolutions climatiques futures. Parce que les enregistrements des spéléothèmes sont datés par des méthodes radiométriques, ils peuvent également être utilisés pour améliorer le calage chronologique d'autres enregistrements paléoclimatiques anciens, tels que ceux issus fournis par les carottes polaires, marines ou lacustres.

Enfin, la datation des spéléothèmes est possible par différentes méthodes, en particulier le ^{14}C et le Th/U. Cela ouvre des perspectives concernant l'amélioration de la courbe de calibration du carbone 14 jusqu'à ses limites d'application (*i.e.* environ 50 ka ; Beck *et al.*, 2001 ; Goslar *et al.*, 2000 ; van der Plicht *et al.*, 2004 ; Weyhenmeyer *et al.*, 2003). Toutefois, la datation des spéléothèmes par le ^{14}C se heurte au problème du contenu en carbone « mort » délivré par l'encaissant qui peut vieillir artificiellement les âges ^{14}C . En effet, la proportion de carbone mort (*dcp*) incluse dans le spéléothème n'est pas toujours

connue et est extrêmement variable au cours du temps (e.g. Beck *et al.*, *op. cit.* ; Burns, 2004 ; Burns *et al.*, 2003 ; Genty et Massault, 1997, 1999 ; Genty *et al.*, 1999). Un développement intéressant serait donc de rechercher un moyen fiable d'évaluer cette proportion dans les spéléothèmes de sorte à pouvoir les employer à la prolongation de la courbe de calibration du ^{14}C .

Conclusions et Perspectives

Conclusions et Perspectives

Les spéléothèmes formés dans les entrées de grotte ont été, jusqu'à aujourd'hui, peu étudiés à des fins paléoenvironnementales car leur contexte géochimique et sédimentaire est généralement considéré comme défavorable (précipitation en déséquilibre isotopique, instabilité du régime hydrologique, pollutions détritiques, discontinuités de croissance, etc.). L'objectif premier de cette étude était donc d'évaluer la capacité de certains spéléothèmes ayant précipité dans ce contexte à délivrer des enregistrements isotopiques (du $\delta^{13}\text{C}$ et du $\delta^{18}\text{O}$) interprétables en termes de paléoenvironnements.

Quatre spéléothèmes relativement propres, bien cristallisés et non altérés, provenant d'entrées de grottes préhistoriques du sud-ouest de la France, ont été étudiés pour leur propriétés texturales, isotopiques et chronologiques.

L'approche pétrographique s'est avérée primordiale pour mieux comprendre les conditions de précipitation des spéléothèmes et, par suite, pour mieux interpréter leurs enregistrements isotopiques. En effet, la texture des spéléothèmes est étroitement liée au régime hydrologique des égouttements et à leur efficacité chimique. Ces deux paramètres sont eux-mêmes contrôlés par la géomorphologie, les paléoenvironnements locaux et le climat régional.

Un continuum de textures, entre calcite colonnaire compacte et calcite dendritique, a été mis en évidence. Il correspond à une évolution du régime hydrologique des égouttements (stabilité et intensité) et de leur efficacité chimique (sursaturation en carbonates et concentration en Ca^{2+}), parallèle à une évolution du $\delta^{13}\text{C}$ de la calcite. Cette dernière est dictée à la fois par le $\delta^{13}\text{C}$ des égouttements et par l'importance des processus cinétiques affectant la solution en surface du spéléothème.

En ce qui concerne l'enregistrement isotopique de ces spéléothèmes, il a été montré que malgré leur croissance dans des milieux largement ouverts sur l'extérieur, la précipitation s'était parfois déroulée dans des conditions proches de l'équilibre isotopique (BDinf et BDsup). Ceci s'explique vraisemblablement par un débit des égouttements suffisamment soutenu et régulier pour compenser les effets de l'évaporation et du dégazage prolongé du CO_2 .

Grâce aux datations Th/U par TIMS, ces enregistrements ont pu être situés dans un cadre chronologique relativement fiable. Les spéléothèmes étudiés se sont développés au cours du stade isotopique 5, principalement au cours des optima climatiques (5e, 5c et 5a).

L'enregistrement isotopique de BDinf constitue une bonne archive paléoclimatique :

- puisque sa précipitation a eu lieu près de l'équilibre isotopique, ses isotopes stables ont pu être interprétés en termes de variations de température, de pluviosité et d'intensité de l'activité biopédologique ;
- les nombreuses datations dont il a fait l'objet ont permis de lui constituer un modèle d'âge fiable ;
- il couvre pratiquement tout le stade isotopique 5e, entre environ 127,3 et 117,2 ka ;
- sa résolution d'échantillonnage pour les dosages isotopiques est de l'ordre de 40 ans ; cet enregistrement européen du Dernier Interglaciaire, daté par une méthode radiométrique, est donc aujourd'hui celui qui présente la plus haute résolution.

Il témoigne de conditions de croissance globalement très humides au cours de la première moitié de l'Eémien (tel qu'il est défini dans le sud de l'Europe). Son signal isotopique met en évidence deux périodes d'optimum climatique, entre $\sim 126,4$ et $\sim 124,1$ ka et entre $\sim 122,1$ et $\sim 119,5$ ka, séparées par une période de détérioration, centrée sur ~ 123 ka. Une détérioration abrupte a également été enregistrée au cours de la Terminaison II, peu avant le premier optimum ; elle pourrait être liée à l'événement de type Heinrich 11. Sa croissance cesse vers 116,5 ka, alors qu'un refroidissement global est enregistré dans les eaux de surface de l'Atlantique et par la végétation de la péninsule ibérique, marquant également la reprise d'une accumulation substantielle de glace aux hautes latitudes. Cet enregistrement isotopique a fait l'objet d'une comparaison détaillée avec d'autres archives paléoclimatiques contemporaines. Sa morphologie est très semblable à celle des enregistrements des proxies principalement contrôlés par la température.

Les spéléothèmes BDsup et Cou2 (partie supérieure, à WPC) se sont développés très rapidement, au cours de la même période d'optimum climatique du stade isotopique 5a. Leur existence même et leurs enregistrements isotopiques témoignent d'une période très favorable au concrétionnement, c'est à dire très humide et tempérée, mais brève (2 à 3 ka ?).

Le spéléothème Cou1 constitue un cas atypique. Il présente une fabrique de déséquilibre, dendritique à colonnaire ouverte, qui témoigne d'une précipitation sous des égouttements très irréguliers avec de nombreuses périodes d'assèchements. Bien que l'influence du fractionnement cinétique ait été très forte, son enregistrement isotopique présente des similitudes avec d'autres enregistrements paléoclimatiques contemporains (datés des OIS 5d et 5c). Il semble donc que le fractionnement cinétique n'oblitére pas nécessairement les variations d'origine climatique. Dans le cas de Cou1, ceci peut être dû au fait que les processus cinétiques, dont l'importance varie en fonction des conditions climatiques, influencent le signal isotopique dans le même sens que le climat lui-même. Ainsi, les processus cinétiques n'ont fait qu'accentuer plus ou moins les fluctuations du signal isotopiques dues aux variations climatiques. En généralisant, ceci signifie que même ce type d'enregistrement, clairement précipité hors des conditions d'équilibre isotopique, peut dans certains cas être interprété en termes paléoclimatiques (à la lumière d'une analyse approfondie des conditions de précipitation).

En outre, l'utilisation de la technique de datation par TIMS a permis d'améliorer nettement la précision du calage chronologique des épisodes de concrétionnement, datés auparavant par Th/U en comptage alpha, et ainsi d'affiner la chrono-stratigraphie des sites. Les périodes de croissance des spéléothèmes, d'après les datations Th/U par comptage alpha et par TIMS sont :

- pour le plancher supérieur de Bourgeois-Delaunay :
 101 ± 12 ka à 90 ± 6 (en alpha, à 1σ) ; $79,5$ à $76,3 \pm 2$ ka (en TIMS, à 2σ) ;
- pour le plancher inférieur de Bourgeois-Delaunay :
 151 ± 15 ka à 115 ± 8 (en alpha, à 1σ) ; $127,3$ à $117,2 \pm 3$ ka (en TIMS, à 2σ) ;
- pour le plancher supérieur de Coudoulous 1 (coupe Sud) :
 139 ± 13 ka à 83 ± 9 (en alpha, à 1σ) ; 108 ± 4 ka à 94 ± 2 (en TIMS, à 2σ) ;
- pour le plancher supérieur de Coudoulous 2 :
 158 ± 21 à 89 ± 13 ka (en alpha, à 1σ) ; 101 ± 4 ka (?) à 80 ± 2 ka (en TIMS, à 2σ).

L'âge supérieur des restes de néandertaliens piégés à la base du plancher inférieur de la grotte Bourgeois-Delaunay a ainsi pu être précisé et estimé à $127,3 \pm 3$ ka (à 2σ) au lieu de 151 ± 15 ka (à 1σ).

Finalement, cette étude a permis de montrer que certains spéléothèmes précipités en entrées de grottes pouvaient présenter des caractéristiques tout à fait satisfaisantes pour être exploités comme archives paléoclimatiques à haute résolution. D'autres, de qualité moindre, peuvent toutefois délivrer certaines informations qualitatives sur leurs conditions de croissance et les paléoenvironnements locaux, voire sur les paléoclimats.

À l'issue de ce travail, de multiples prolongements sont possibles.

En ce qui concerne l'étude des spéléothèmes de Bourgeois-Delaunay et Coudoulous, il serait souhaitable d'envisager des analyses complémentaires pour obtenir de nouveaux éléments relatifs à leurs conditions de formation et à leurs enregistrements paléoenvironnementaux (*e.g.* nouvelles datations, analyse par micromill, dosage des éléments traces, etc.).

Des datations supplémentaires par TIMS pourraient également être tentées sur les différents épisodes de concrétionnement qui s'intercalent dans le remplissage de Coudoulous 2 et Coudoulous 1, de sorte à préciser leur chronostratigraphie. Ce projet serait particulièrement intéressant à Coudoulous 2 qui présente une des rares séquences paléontologiques du stade isotopique 5.

Parce que les spéléothèmes étaient pauvres en uranium, les incertitudes sur les âges sont relativement importantes (entre ± 2 et ± 3 ka à 2σ). Par conséquent, la construction de la plupart des modèles d'âge s'est appuyée sur des considérations texturales, indicatives de la vitesse de croissance du spéléothème. Ceci n'est pas pleinement satisfaisant car les textures ne donnent que des indications qualitatives. De plus, la durée des hiatus, si elle est inférieure aux incertitudes, ne peut pas être connue. Aussi, les modèles d'âges obtenus sur ces spéléothèmes ne sont pas aussi précis qu'il le faudrait pour que leurs enregistrements paléoclimatiques apportent des améliorations significatives à la connaissance de ces périodes. Les progrès en cours dans la spectrométrie de masse (ICP-MS par exemple) permettront probablement dans un futur proche de réduire encore les incertitudes sur les âges et de tels échantillons deviendront alors précieux pour l'élaboration d'une chronologie précise des événements climatiques régionaux.

Ce travail a également soulevé un certain nombre de questions relatives à l'analyse et à l'interprétation des signaux délivrés par les spéléothèmes.

Ainsi, les cas de BD_{inf} et BD_{sup} ont montré que la précipitation de la calcite pouvait être réalisée proche de l'équilibre isotopique bien que le milieu soit largement ouvert sur l'extérieur. Cela souligne la nécessité de mieux comprendre l'influence de la géomorphologie des sites et du régime hydrologique sur les conditions isotopiques de précipitation.

De même, dans le cadre de cette étude, le test de Hendy s'est avéré délicat à appliquer et à interpréter, à diverses reprises. Il semblerait judicieux de le réévaluer, de façon à préciser ses conditions d'applications et à le rendre plus adapté à la réalité des spéléothèmes.

Des recherches complémentaires sur les conditions de précipitation et les rythmes de croissance des différentes textures de la calcite des spéléothèmes sont également nécessaires. En particulier, les fabriques dendritiques et colonnaires ouvertes, bien qu'elles semblent fréquentes dans les spéléothèmes, ont été peu étudiées jusqu'ici. Ces travaux seraient notamment utiles dans le cadre des analyses de spéléothèmes déposés en déséquilibre isotopique pour lesquels le signal isotopique doit être interprété à la lumière des indices fournis par la pétrographie sur les conditions de précipitation. La multiplication des études de cas permettrait de vérifier si les relations proposées ici entre conditions de précipitation, vitesse d'accrétion, textures et $\delta^{13}\text{C}$ sont reproductibles et généralisables.

Enfin, il est capital de poursuivre l'étude de spéléothèmes sélectionnés pour leur richesse en uranium (permettant des datations précises), pour leur qualité isotopique (délivrant un signal paléoclimatique reproductible) et, de préférence, avec un taux de croissance rapide et relativement régulier. Les enregistrements paléoclimatiques régionaux ainsi obtenus auront une haute résolution et seront calés dans un cadre chronologique absolu. Ces résultats auront diverses applications.

D'abord, ils permettraient de mieux connaître les paléoclimats régionaux et, par comparaison, de mettre en évidence des particularités régionales dans l'expression et la chronologie des événements climatiques. De plus, les enregistrements isotopiques de référence pour une région donnée permettraient de caler chronologiquement certains enregistrements paléoclimatiques continentaux, telles que les séquences polliniques, pour lesquelles on ne dispose pas toujours de moyens de datation directe. Ils pourraient même être utiles au calage chronologique de certains événements majeurs dans les enregistrements glaciaires et marins anciens (*i.e.* au-delà des limites du comptage des lamines annuelles et des limites d'application du ^{14}C , respectivement), avec toutefois certaines précautions dues à la différence de proxy comparé et à la distance. Ces enregistrements et leurs applications conduiront finalement à une meilleure compréhension du système climatique global, de ses mécanismes de régulation, des interactions entre ses différentes composantes, etc. Cette étape est primordiale pour réaliser de meilleures modélisations, pour l'avenir comme pour le passé.

Par ailleurs, ces enregistrements isotopiques de référence, établis région par région et bien datés, pourraient être utilisés pour comparer et caler les enregistrements de spéléothèmes pauvres en uranium et/ou pollués et ainsi palier à leurs incertitudes de datations. Ceci permettra de contraindre avec un haut degré de fiabilité et de précision les épisodes de concrétionnement dans les sites archéologiques et, par conséquent, les ensembles de vestiges de part et d'autre. Par extension, les corrélations entre sites seront améliorées et, à terme, il sera possible de situer les stades « culturels » de la Préhistoire dans une trame chronologique et paléoclimatique plus précise, quelle que soit la période ou la région considérée. *In fine*, il sera possible d'appréhender sur des bases plus fiables l'impact du climat sur les populations au cours de la Préhistoire.

Bibliographie

- Adkins, J. F., Boyle, E. A., Keigwin, L. et Cortijo, E. (1997). Variability of the North Atlantic thermohaline circulation during the Last Interglacial period. *Nature*, 390, 154–156.
- Adolphe, J. P. et Maréchal, C. (1977). Minéralisation des dépôts carbonatés expérimentaux d'origine microbienne. Comparaison des roches calcaires obtenues par biogenèse à celles actuelles et fossiles observées dans la nature. *Comptes Rendus de l'Académie des Sciences de Paris, Série D*, 284, 1381–1384.
- Allègre, C. J. et Michard, G. (1973). *Introduction à la géochimie*. Presses Universitaires de France, 298 p.
- Amundson, R., Chadwick, O., Kendall, C., Wang, Y. et DeNiro, M. (1996). Isotopic evidence for shifts in atmospheric circulation patterns during the late Quaternary in mid-North America. *Geology*, 24, 23–26.
- Amundson, R., Evett, R. R., Jahren, A. H. et Bartolome, J. (1997). Stable carbon isotope composition of Poaceae pollen and its potential in paleovegetational reconstructions. *Review of Palaeobotany and Palynology*, 99, 17–24.
- Armand, D. (1997). Contribution à l'étude des grottes à ours : les données de la grotte Bourgeois-Delaunay (Charente, France). In: P. Y. Jeannin (Ed.), *Proceedings of the 12th International Congress of Speleology, 10–17 août 1997, Symposium 2: Archaeology and Paleontology in Caves, La Chaux-de-Fonds, Switzerland*, 3, 109–112.
- Armand, D. (1998). La faune de la grotte Bourgeois-Delaunay commune de La Chaise de Vouthon (Charente). *Paléo*, 10, 77–86.
- Astruc, J. G. (1992). Carte géol. France (1/50 000), feuille Saint Géry (857). Notice explicative par J.G. Astruc, J. Rey, T. Pélissié, M. Lorblanchet, M. Vianney-Liaud, J. Galharague (1992), 57 p. BRGM, Orléans.
- Atkinson, T. C., Smart, P. L. et Wigley, T. M. L. (1983). Climate and natural radon levels in Castleguard Cave, Columbia Icefields, Alberta, Canada. *Arctic and Alpine Research*, 15, 487–502.
- Aurenche, O. (2002). Le rôle du 14C dans la datation du processus de néolithisation au Proche-Orient. *Archéologie, patrimoine culturel et datation par le carbone 14, Conférence du 22 mars 2002*, CNRS, 25–27.
- Ayalon, A., Bar-Matthews, M. et Kaufman, A. (1999). Petrography, strontium, barium and uranium concentrations, and strontium and uranium isotope ratios in speleothems as palaeoclimatic proxies: Soreq Cave, Israel. *The Holocene*, 9 (6), 715–722.
- Ayalon, A., Bar-Matthews, M. et Kaufman, A. (2002). Climatic conditions during marine oxygen isotope stage 6 in the eastern Mediterranean region from the isotopic composition of speleothems of Soreq cave, Israel. *Geology*, 30, 303–306.
- Ayliffe, L. K., Marianelli, P. C., Moriarty, K. C., Wells, R. T., McCulloch, M. T., Mortimer, G. E. et Hellstrom, J. C. (1997). Rainfall variations in southeastern Australia over the last 500, 000 years from speleothem deposition. *Seventh annual V.M. Goldschmidt Conference, June 2–6, 1997, Tucson, Arizona*.
- Baker, A., Smart, P. L., Edwards, R. L. et Richards, D. A. (1993a). Annual growth banding in a cave stalagmite. *Nature*, 364, 518–520.
- Baker, A., Smart, P. L. et Ford, D. C. (1993b). Northwest European palaeoclimate as indicated by growth frequency variations of secondary calcite deposits. *Palaeogeography, Palaeoclimatology, Palaeoecology*, 100 (3), 291–301.
- Baker, A., Barnes, W. et Smart, L. (1996a). Luminescence and discharge variations in stalagmite drip waters (Bristol, England). In: S. E. Lauritzen (Ed.) *Climate Change: the Karst record, Proceeding of the symposium in Bergen, Norway, August 1st–4th 1996*, vol. Special Publication n°2, Karst Waters Institute, pp. 4–6.
- Baker, A., Smart, P. L. et Edwards, R. L. (1996b). Mass spectrometric dating of flowstones from Stump Cross caverns and Lancaster Hole, Yorkshire : paleoclimate implications. *Journal of Quaternary Science*, 11 (2), 107–114.
- Baker, A., Barnes, W. L. et Smart, P. L. (1997a). Variations in the discharge and organic matter content of stalagmite drip waters in Lower Cave, Bristol. *Hydrological Processes*, 11, 1541–1555.
- Baker, A., Ito, E., Smart, P. L. et McEwan, R. F. (1997b). Elevated and variable values of ¹³C in speleothems in a British cave system. *Chemical Geology*, 136, 263–270.
- Baker, A., Genty, D., Dreybrodt, W., Barnes, W. L., Mockler, N. J. et Grapes, J. (1998). Testing theoretically predicted stalagmite growth rate with recent annually laminated samples: Implications for past stalagmite deposition. *Geochimica et Cosmochimica Acta*, 62 (3), 393–404.
- Baker, A., Caseldine, C. J., Gilmour, M. A., Charman, D., Proctor, C. J., Hawkesworth, C. J. et Phillips, N. (1999). Stalagmite luminescence and peat humification records of palaeomoisture for the last 2,500 years. *Earth and Planetary Science Letters*, 165, 157–162.
- Baker, A. et Genty, D. (1999). Fluorescence wavelength and intensity variations of cave waters. *Journal of Hydrology*, 217, 19–34.

- Baker, A., Genty, D. et Fairchild, I. J. (2000). Hydrological characterisation of stalagmite dripwaters at Grotte de Villars, Dordogne, by the analysis of inorganic species and luminescent organic matter. *Hydrology and Earth System Sciences*, 4 (3), 439–449.
- Baldini, J. U. L., McDermott, F. et Fairchild, I. J. (2002). Structure of the 8200-year cold event revealed by a speleothem trace element record. *Science*, 296, 2203–2206.
- Baldini, J. U. L., McDermott, F., Baker, A., Baldini, L. M., Matthey, D. P. et Railsback, L. B. (2005). Biomass effects on stalagmite growth and isotope ratios: A 20th century analogue from Wiltshire, England. *Earth and Planetary Science Letters*, 240, 486–494.
- Banner, J. L., Musgrove, M. L., Asmerom, Y., Edwards, R. L. et Hoff, J. A. (1996). High-resolution temporal record of Holocene ground-water chemistry: tracing links between climate and hydrology. *Geology*, 24 (11), 1049–1053.
- Bar-Matthews, M., Matthews, A. et Ayalon, A. (1991). Environmental controls of speleothem mineralogy in a karstic dolomitic terrain (Soreq Cave, Israel). *Journal of Geology*, 99, 189–207.
- Bar-Matthews, M., Ayalon, A., Matthews, A., Sass, E. et Halicz, L. (1996). Carbon and oxygen isotope study of the active water-carbonate system in a karstic Mediterranean cave: Implications for paleoclimate research in semiarid regions. *Geochimica et Cosmochimica Acta*, 60 (2), 337–347.
- Bar-Matthews, M., Ayalon, A. et Kaufman, A. (1997). Late Quaternary paleoclimate in the eastern Mediterranean region from stable isotope analysis of speleothems at Soreq Cave, Israel. *Quaternary Research*, 47, 155–168.
- Bar-Matthews, M., Ayalon, A., Kaufman, A. et Wasserburg, G. J. (1999). The Eastern Mediterranean paleoclimate as a reflection of regional events: Soreq cave, Israel. *Earth and Planetary Science Letters*, 166, 85–95.
- Bar-Matthews, M., Ayalon, A. et Kaufman, A. (2000). Timing and hydrological conditions of Sapropel events in the eastern Mediterranean, as evident from speleothems, Soreq cave, Israel. *Chemical Geology*, 169, 145–156.
- Bar-Matthews, M. et Ayalon, A. (2002). Climate reconstruction from Speleothems in the Eastern Mediterranean region. *First ESF-HOLLVAR workshop, Combining climate proxies, Lammi Biological Station, Finland, April 17–20th 2002*.
- Bar-Matthews, M., Ayalon, A., Gilmour, M., Matthews, A. et Hawkesworth, C. (2003). Sea-land oxygen isotopic relationships from planktonic foraminifera and speleothems in the Eastern Mediterranean region and their implication for paleorainfall during interglacial intervals. *Geochimica et Cosmochimica Acta*, 67 (17), 3181–3199.
- Bard, E., Hamelin, B. et Fairbanks, R. G. (1990). U/Th ages obtained by mass spectrometry in corals from Barbados. Sea level during the past 130,000 years. *Nature*, 346, 456–458.
- Bard, E., Antonioli, F. et Silenzi, S. (2002). Sea-level during the penultimate interglacial period based on a submerged stalagmite from Argentarola Cave (Italy). *Earth and Planetary Science Letters*, 196, 135–146.
- Bard, E., Ménot-Combes, G. et Rostek, F. (2004a). Present status of radiocarbon calibration and comparison records based on Polynesian corals and Iberian margin sediments. *Radiocarbon*, 46 (3), 1189–1202.
- Bard, E., Rostek, F. et Ménot-Combes, G. (2004b). Radiocarbon calibration beyond 20,000 ¹⁴C yr B.P. by means of planktonic foraminifera of the Iberian Margin. *Quaternary Research*, 61, 204–214.
- Barnes, J. W., Lang, E. J. et Potratz, H. A. (1956). The ratio of ionium to uranium in coral limestone. *Science*, 124, 175–176.
- Baskaran, M. et Iliffe, T. M. (1993). Age determination of recent cave deposits using excess 210Pb - a new technique. *Geophysical Research Letters*, 20, 603–606.
- Bastin, B. (1978). L'analyse pollinique des stalagmites : une nouvelle possibilité d'approche des fluctuations climatiques du Quaternaire. *Annales de la Société Géologique de Belgique*, 101, 13–19.
- Bastin, B. (1982). Premier bilan de l'analyse pollinique de stalagmites holocènes en provenance de grottes belges. *Revue Belge de Géographie*, 106, 87–97.
- Bastin, B. (1990). L'analyse pollinique des concrétions stalagmitiques : méthodologie et résultats en provenance des grottes belges. *Karstologia Mémoires*, 2, 3–10.
- Bastin, B. et Quinif, Y. (1993). Une fin d'interglaciaire : le plancher stalagmitique de Feluy. La transition entre les stades isotopiques 5 et 4. *Speleochronos*, 5, 19–23.
- Beck, J. W., Richards, D. A., Edwards, R. L., Silverman, B. W., Smart, P. L., Donahue, D. J., Hererra-Osterheld, S., Burr, G. S., Calsoyas, L., Jull, A. J. T. et Biddulph, D. (2001). Extremely large variations of atmospheric ¹⁴C concentration during the last glacial period. *Science*, 292, 2453–2458.
- Beck, W. C., Grossman, E. L. et Morse, J. W. (2005). Experimental studies of oxygen isotope fractionation in the carbonic acid system at 15°, 25°, and 40°C. *Geochimica et Cosmochimica Acta*, 69, 3493–3503.
- Bertran, P. (1999). Dynamique des dépôts de la grotte Bourgeois-Delaunay (La Chaise de Vouthon, Charente) : apport de la micromorphologie. *Paléo*, 11, 9–18.

- Bienvenu, P. et Arnal, N. (2004). Application des détecteurs à transfert de charge en ICP-AES : Une photographie panoramique du spectre d'émission atomique. *Spectra analyse*, 240, 14–20.
- Bischoff, J. L. (1968). Kinetics of calcite nucleation: Magnesium ion inhibition and ionic strength catalysis. *Journal of Geophysical Research*, 73, 3315–3322.
- Bischoff, J. L. et Fyfe, W. S. (1968). Catalysis, inhibition and the calcite-aragonite problem. 1. The aragonite-calcite transformation. *American Journal of Science*, 266, 65–79.
- Blackwell, B., Schwarcz, H. P. et Debénath, A. (1983). Absolute dating of hominids and paleolithic artifacts of the cave of La Chaise-de-Vouthon (Charente), France. *Journal of Archaeological Science*, 10, 493–513.
- Blackwell, B. et Schwarcz, H. P. (1986). U-series analyses of the lower Travertine at Ehringsdorf, DDR. *Quaternary Research*, 25 (2), 215–222.
- Borsato, A., Frisia, S., Richards, D. A., Miorandi, R. et Davanzo, S. (2005). Discontinuous Holocene stalagmite growth from a shallow Alpine cave (Cogola di Giazzeria, NE Italy): temperature sensitivity and hydrology control. *EGU General Assembly 2005, Vienna, Austria*, 7, Geophysical Research Abstracts.
- Bortolami, G. C., Ricci, B., Susella, G. F. et Zuppi, G. M. (1979). Isotopic hydrology of the Val Corsaglia, Maritime Alps, Piedmont, Italy. *IAEA Symposium 228, Isotope Hydrology, Neuherberg, Germany, June 1978*, 1, 327–350.
- Bourgeois et Delaunay, A. (1865). Notice sur la grotte de La Chaise. *Revue archéologique*, 12, 90–94.
- Bouvier, J. M., Debénath, A., Delpech, F. et Duport, L. (1969). Les restes humains de la grotte Duport à La Chaise de Vouthon (Charente), dans leur contexte stratigraphique et paléontologique. *Société Anthropologique du Sud-Ouest*, oct. 1969, 32–46.
- Bradley, R. S. (1999). *Paleoclimatology. Reconstructing climates of the Quaternary*. In: R. Dmowska et J. R. Holton (Eds.), "International Geophysics Series", vol. 64, 2nd ed., Academic Press, San Diego, 613 p.
- Brand, U. et Veizer, J. (1983). Origin of coated grains: Trace element constraints. In: T. M. Peryt (Ed.) *Coated grains*, Springer Verlag, Berlin, pp. 9–26.
- Briffa, K. R., Osborn, T. J. et Schweingruber, F. H. (2004). Large-scale temperature inferences from tree rings: a review. *Global and Planetary Change*, 40, 11–26.
- Brochier, J. E. (1997). Couches archéologiques ou "sols d'habitat" ? Quelques observations micro-chronologiques dans un abri-sous-roche pyrénéen. *International Workshop on Archaeological Soil Micromorphology, Basel-Augst, 23–24 of August*.
- Broecker, W. S., Olson, E. A. et Orr, P. C. (1960). Radiocarbon measurements and annual rings in cave formations. *Nature*, 185, 93–94.
- Broecker, W. S., Thurber, D. L., Goddard, J., Ku, T. L., Matthews, R. K. et Mesolella, K. J. (1968). Milankovitch hypothesis supported by precise dating of coral reef and deep-sea sediments. *Science*, 159, 297.
- Brook, G. A., Folkoff, M. E. et Box, E. O. (1983). A world model of soil carbon dioxide. *Earth Surface Processes and Landforms*, 8, 79–88.
- Brugal, J. P. et David, F. (1993). Usure dentaire, courbe de mortalité et "saisonnalité" : les gisements du Paléolithique moyen à grands Bovidés. *Exploitation des Animaux Sauvages à travers le Temps, XIII^e Rencontres Internationales d'Archéologie et d'Histoire d'Antibes, IV^e Coll. Intern. "L'Homme et l'Animal", Antibes, APDCA*, 63–77.
- Brugal, J. P. (2000). *Grotte de Coudoulous II (Tour-de-Faure, Lot), Rapport trisannuel de fouille programmée, Bilan 1997-2000*. Service Régional de l'Archéologie Midi-Pyrénées, Toulouse, 141 p.
- Brugal, J. P. (2002). *Grotte de Coudoulous II (Tour-de-Faure, Lot), Rapport intermédiaire de fouille programmée pluriannuelle (2001-2003)*. Service Régional de l'Archéologie de Midi-Pyrénées, Toulouse, 15 p.
- Brugal, J. P. (en prép.). *Grotte de Coudoulous II (Tour-de-Faure, Lot), Rapport de fouille programmée triennale, 2001–2003*. Service Régional de l'Archéologie Midi-Pyrénées, Toulouse.
- Bui-Thi Mai, M. et Girard, M. (1988). Apports actuels et anciens de pollens dans la grotte de Foissac (Aveyron, France). *Publication de l'Institut français de Pondichéry*, 25, 43–53.
- Burney, D. A. et Burney, L. P. (1993). Modern pollen deposition in cave sites: experimental results from New York State. *New Phytologist*, 124 (3), 523–535.
- Burney, D. A., Brook, G. A. et Cowart, J. B. (1994). A Holocene pollen record for the Kalahari Desert of Bostwana from a U-series dated speleothem. *The Holocene*, 4, 225–232.
- Burns, S. J., Fleitmann, D., Matter, A., Neff, U. et Mangini, A. (2001). Speleothem evidence from Oman for continental pluvial events during interglacial periods. *Geology*, 29 (7), 623–626.
- Burns, S. J., Fleitmann, D., Matter, A., Kramers, J. et Al-Subbary, A. A. (2003). Indian Ocean climate and an absolute chronology over Dansgaard/Oeschger events 9 to 13. *Science*, 301 (5638), 1365–1367.
- Burns, S. J. (2004). Corrections and clarifications on "Indian Ocean climate and an absolute chronology over Dansgaard/Oeschger events 9 to 13" by Burns et al., *Science*, 5 sept. 2003. *Science*, 305, 1567.

- Burton, E. A. et Walter, L. M. (1987). Relative precipitation rates of aragonite and Mg calcite from seawater: temperature or carbonate ion control? *Geology*, 15, 111–114.
- Burton, E. A. et Walter, L. M. (1991). The effects of P_{CO_2} and temperature on magnesium incorporation in calcite in seawater and $MgCl_2$ - $CaCl_2$ solutions. *Geochimica et Cosmochimica Acta*, 55, 777–785.
- Caballero, E., Jiménez de Cisneros, C. et Reyes, E. (1996). A stable isotope study of cave seepage waters. *Applied Geochemistry*, 11, 583–587.
- Cabrol, P. (1978). *Contribution à l'étude du concrétionnement carbonaté des grottes du sud de la France, morphologie, genèse, diagenèse*. "Mémoires du Centre d'Etudes et de Recherches Géologiques et Hydrologiques", vol. XII, Montpellier, 275 p.
- Cacchio, P., Contento, R., Ercole, C., Cappuccio, G., Martinez, M. P. et Lepidi, A. (2004). Involvement of microorganisms in the formation of carbonate speleothems in the Cervo cave (L'Aquila-Italy). *Geomicrobiology Journal*, 21 (8), 497–550.
- Caspers, G., Merkt, J., Müller, H. et Freund, H. (2002). The Eemian Interglaciation in Northwestern Germany. *Quaternary Research*, 58, 49–52.
- Cerling, T. E. (1984). The stable isotopic composition of modern soil carbonate and its relationship to climate. *Earth and Planetary Science Letters*, 71 (2), 229–240.
- Cerling, T. E. et Quade, J. (1993). Stable carbon and oxygen isotopes in soil carbonates *In*: P. K. Swart, K. C. Lohmann, J. McKenzie et S. Savin (Eds.), *Climate change in continental isotopic records*, "Geophysical monograph", vol. 78, American Geophysical Union, Washington, D.C., pp. 217–231.
- Cerling, T. E., Wang, Y. et Quade, J. (1993). Expansion of C4 ecosystems as an indicator of global ecological change in the Late Miocene. *Nature*, 361, 344–345.
- Cerling, T. E., Harris, J. M., MacFadden, B. J., Leakey, M. G., Quade, J., Eisenmann, V. et Ehleringer, J. R. (1997). Global vegetation change through the Miocene-Pliocene boundary. *Nature*, 389 (6647), 153–158.
- Chapman, M. R. et Shackleton, N. J. (1999). Global ice-volume fluctuations, North Atlantic ice-rafting events, and deep-ocean circulation changes between 130 and 170 ka. *Geology*, 27 (9), 795–798.
- Chappellaz, J., Brook, E., Blunier, T. et Malaizé, B. (1997). CH_4 and $\delta^{18}O$ of O_2 records from Greenland ice: A clue for stratigraphic disturbance in the bottom part of the Greenland Ice Core Project and the Greenland Ice Sheet Project 2 ice cores. *Journal of Geophysical Research*, 102(C12), 26547–26557.
- Charman, D. J., Caseldine, C., Baker, A., Gearey, B., Hatton, J. et Proctor, C. (2001). Paleohydrological records from peat profiles and speleothems in Sutherland, Northwest Scotland. *Quaternary Research*, 55, 223–234.
- Cheddadi, R., Mamakowa, K., Guiot, J., de Beaulieu, J. L., Reille, M., Andrieu, V., Granoszewski, W. et Peyron, O. (1998). Was the climate of the Eemian stable? A quantitative climate reconstruction from seven European pollen records. *Palaeogeography, Palaeoclimatology, Palaeoecology*, 143, 73–85.
- Chen, J. H., Edwards, R. L. et Wasserburg, G. J. (1986). ^{238}U , ^{234}U and ^{232}Th in seawater. *Earth and Planetary Science Letters*, 80 (3–4), 241–251.
- Chen, J. H., Edwards, R. L. et Wasserburg, G. J. (1992). Mass spectrometry and application to uranium-series disequilibrium. *In*: M. Ivanovich et R. S. Harmon (Eds.), *Uranium-Series Disequilibrium: Applications to Earth, Marine, and Environmental Sciences*, Clarendon Press, Oxford, pp. 174–206.
- Cheng, H., Edwards, R. L., Murrell, M. T. et Benjamin, T. M. (1998). Uranium-thorium-protactinium dating systematics. *Geochimica et Cosmochimica Acta*, 62 (21/22), 3437–3452.
- Choppy, J. (1985). *Dictionnaire de spéléologie physique et karstologie*. Spéléo-Club de Paris, Club Alpin Français, Paris, 148 p.
- Christian, G. D. (1994). Analytical chemistry. Wiley, New York, p. 11.
- Clark, I. et Fritz, P. (1997). *Environmental isotopes in hydrogeology*. Lewis Publishers, Boca Raton, 328 p.
- Clark, I. D. et Lauriol, B. (1992). Kinetic enrichment of stable isotopes in cryogenic calcites. *Chemical Geology*, 102, 217–228.
- Cleveringa, P., Meijer, T., Van Leeuwen, R. J. W., De Wolf, F., Pouwer, R., Lissenberg, T. et Burger, A. W. (2000). The Eemian stratotype locality at Amersfoort in the central Netherlands: a re-evaluation of old and new data. *Geologie en Mijnbouw/Netherlands Journal of Geosciences*, 79 (2/3), 197–216.
- Cliff, R. A., Meyer, M. et Spötl, C. (2005). Extending the dated continental climate record: U-Pb ages on speleothems from high-Alpine caves. *EGU General Assembly 2005, Vienna, Austria, 24–29 April 2005*, 7, Geophysical Research Abstracts.
- Cole, D. R. et Monger, H. C. (1994). Influence of atmospheric CO_2 on the decline of C4 plants during the last deglaciation. *Nature*, 368, 533–536.
- Condemi, S. (2001). *Les Néandertaliens de La Chaise (abri Bourgeois-Delaunay)*. Editions du Comité des travaux historiques et scientifiques, Société Préhistorique Française, Paris, 178 p.
- Condomines, M. et Rihs, S. (2006). First ^{226}Ra - ^{210}Pb dating of a young speleothem. *Earth and Planetary Science Letters*, 250, 4–10.

- Coplen, T. B., Kendall, C. et Hopple, J. (1983). Comparison of stable isotopes reference samples. *Nature*, 302, 236–238.
- Cortijo, E., Duplessy, J. C., Labeyrie, J., Leclaire, H., Duprat, J. et van Weering, T. C. E. (1994). Eemian cooling in the Norwegian Sea and North Atlantic ocean preceding continental ice-sheet growth. *Nature*, 372, 446–449.
- Costamagno, S. (1999). Coudoulous II : taphonomie d'un aven-piège. Contribution des accumulations d'origine naturelle à l'interprétation des archéofaunes du Paleolithique moyen. *Anthropozoologica*, 29, 13–32.
- Craig, H. (1957). Isotopic standards for carbon and oxygen correction factors for mass-spectrometric analysis of carbon dioxide. *Geochimica et Cosmochimica Acta*, 12 (1–2), 133–149.
- Craig, H. (1961a). Isotopic variations in meteoric waters. *Science*, 133, 1702–1703.
- Craig, H. (1961b). Standard for reporting concentrations of deuterium and oxygen-18 in natural waters. *Science*, 133, 1833–1834.
- Craig, H., Gordon, L. J. et Horibe, Y. (1963). Isotopic exchange effects in the evaporation of water. Low-temperature experimental results. *Journal of Geophysical Research*, 68 (17), 5079–5087.
- Craig, H. et Gordon, L. I. (1965). Deuterium and oxygen-18 variations in the ocean and marine atmosphere. In: E. Tongiorgi (Ed.) *Stable isotopes in oceanographic studies and paleo-temperatures*, Lab. Geol. Nucl., Pisa, pp. 9–130.
- Craig, K. D., Horton, P. D. et Reams, M. W. (1984). Clastic and solutional boundaries as nucleation surfaces for aragonite in speleothems. *National Speleological Society Bulletin*, 46, 15–17.
- Criss, R. E. (1991). Temperature dependence of isotopic fractionation factors. In: H. P. Taylor, Jr., J. R. O'Neil et I. R. Kaplan (Eds.), *Stable isotope geochemistry: A tribute to Samuel Epstein*, vol. Special publication No. 3, The Geochemical Society, San Antonio, Texas, pp. 11–16.
- Dabous, A. A. et Osmond, J. K. (2000). U/Th study of speleothems from the Wadu Sannur Cavern, Eastern Desert of Egypt. *Carbonates and evaporites*, 15, 1–6.
- Dansgaard, W. (1954). The O¹⁸-abundance in fresh water. *Geochimica et Cosmochimica Acta*, 6, 241–260.
- Dansgaard, W. (1964). Stable isotopes in precipitation. *Tellus*, 16, 436–468.
- Davi, N. K., Jacoby, G. C. et Wiles, G. C. (2003). Boreal temperature variability inferred from maximum latewood density and tree-ring width data, Wrangell Mountain region, Alaska. *Quaternary Research*, 60, 252–262.
- David, P. et Bordes, F. (1950). Découverte d'une calotte crânienne fragmentaire et de dents humaines dans un niveau moustérien ancien de La Chaise (Charente). *Comptes Rendus de l'Académie des Sciences de Paris*, 230, 779–780.
- David, P. (1952). Découvertes nouvelles d'éléments néanderthaliens dans les fouilles de la grotte de La Chaise en 1951. *Bulletin de la Société Préhistorique française*, 49 (3–4), 168.
- David, P. et Guillien, Y. (1953). Station de La Chaise (commune de Vouthon), Grottes Suard, fouilles David. I. Le site et les fouilles de La Chaise. *Bulletin et Mémoire de la Société Archéologique et Historique de la Charente*, 7–13.
- David, P. et Piveteau, J. (1953). Etude d'une portion de calotte crânienne néanderthalienne provenant de la grotte de La Chaise (Charente). *B.S.E.R.*, t.à.p., 4 p.
- David, P. et Duport, L. (1955). Fouilles de la grotte Duport à La Chaise de Vouthon (Charente). *Soc. Etud. Rec. préhist. Inst. pratique préhist.*
- David, P. (1957). Les gisements de La Chaise de Vouthon (Charente). *Congrès Préhistorique de France, XV^e session, Poitiers-Angoulême, 1956*, 148–154.
- David, P. et Prat, F. (1965). Considérations sur les faunes de La Chaise (commune de Vouthon, Charente). Abris Suard et Bourgeois-Delaunay. *A.F.E.Q.*, 222–231.
- de Beaulieu, J. L. et Reille, M. (1992). The last climatic cycle at La Grande Pile (Vosges, France), a new pollen profile. *Quaternary Science Reviews*, 11, 431–438.
- Debénath, A. (1965). *Recherches sédimentologiques sur le remplissage des grottes-abris de La Chaise de Vouthon (Charente)*. Thèse de doctorat de 3^e cycle de Géologie, Université de Bordeaux 1, Bordeaux, 168 p.
- Debénath, A. (1967). Découverte d'une mandibule humaine à La Chaise de Vouthon (Charente). *Comptes-rendus de l'Académie des sciences*, 265, 1170–1171.
- Debénath, A. (1968). Découvertes récentes de restes humains fossiles à La Chaise de Vouthon (Charente). *Bull. Int. Société Anthropologique du Sud-Ouest*, 1, 1–9.
- Debénath, A. et Piveteau, J. (1969). Nouvelles découvertes de restes humains fossiles à La Chaise de Vouthon (Charente). Position stratigraphique des restes humains de La Chaise (abri Bourgeois-Delaunay). *Comptes Rendus de l'Académie des Sciences de Paris*, 269, 24–28.
- Debénath, A. (1974). *Recherches sur les terrains quaternaires charentais et les industries qui leur sont associées*. Thèse de doctorat d'Etat, Université de Bordeaux 1, France, Bordeaux, 678 p.

- Deines, P., Langmuir, D. et Harmon, R. S. (1974). Stable carbon isotope ratios and the existence of a gas phase in the evolution of carbonate ground waters. *Geochimica et Cosmochimica Acta*, 38, 1147–1164.
- Deines, P. (1980). The isotopic composition of reduced organic carbon. In: P. Fritz et J. C. Fontes (Eds.), *Handbook of environmental isotope geochemistry*, vol. 1, Elsevier, Amsterdam, New York, pp. 329–406.
- Delagnes, A. (1992). *L'organisation de la production lithique au Paléolithique moyen. Approche technologique à partir de l'étude des industries de La Chaise-de-Vouthon (Charente)*. Thèse de doctorat, Université de Paris X, Paris.
- Delannoy, J. J., Peiry, J. L., Perrette, Y. et Destombes, J. L. (1999). Articulation des aspects expérimentaux, théoriques et méthodologiques de l'étude d'un système karstique à des fins environnementales : le laboratoire de Choranche (Vercors-France). *Colloque européen-Karst 99, Mende, 10–15 septembre 1999*, supplément n°xxviii, Etudes de géographie physique, 77–82.
- Deleuze, M. et Brantley, S. L. (1997). Inhibition of calcite crystal growth by Mg²⁺ at 100°C and 100 bars: Influence of growth regime. *Geochimica et Cosmochimica Acta*, 61, 1475–1485.
- Delibrias, G. et Fontugne, M. (1990). Datation des gisements de l'Aurignacien et du moustérien, en France. In: C. Farizy (Ed.), *Paléolithique moyen récent et Paléolithique supérieur ancien en Europe, Colloque international de Nemours, 9–11 mai 1988*, 3, Mémoires du Musée de Préhistoire d'Ile-de-France, 39–42.
- Delpech, F. et Rigaud, J. P. (2001). Quelques exemples sur l'apport des datations en archéologie préhistorique. In: J. N. Barrandon, P. Guibert et V. Michel (Eds.), *XXI^e rencontres internationales d'archéologie et d'histoire d'Antibes, Antibes*, APDCA, 315–331.
- Dennis, P. F., Rowe, P. J. et Atkinson, T. C. (2001). The recovery and isotopic measurement of water from fluid inclusions in speleothems. *Geochimica et Cosmochimica Acta*, 65 (6), 871–884.
- Denniston, R. F., Gonzalez, L. A., Asmerom, Y., Baker, R. G., Reagan, M. K. et Bettis, E. A. (1999). Evidence for increased cool season moisture during the middle Holocene. *Geology*, 27 (9), 815–818.
- Denniston, R. F., Gonzales, L. A., Asmerom, Y., Sharma, R. H. et Reagan, M. K. (2000a). Speleothem evidence for changes in Indian summer monsoon precipitation over the last ~2300 years. *Quaternary Research*, 53, 196–202.
- Denniston, R. F., Gonzalez, L. A., Asmerom, Y., Reagan, M. K. et Recelli-Snyder, H. (2000b). Speleothem carbon isotopic records of Holocene environments in the Ozark Highlands, USA. *Quaternary International*, 67, 21–27.
- Destombes, J. L., Cordonnier, M., Gadat, J. Y. et Delannoy, J. J. (1997). Periodic and aperiodic forcing of water flow through sodastraw stalactites (Choranche, Vercors, France). *Proceedings of the 6th Conference on Limestone Hydrology and Fissured Media, Switzerland*, 69–73.
- Dickson, J. A. D. (1991). Disequilibrium carbon and oxygen isotope variations in natural calcite. *Nature*, 353, 842–844.
- Ding, Z. L. et Yang, S. L. (2000). C₃/C₄ vegetation evolution over the last 7.0 Myr in the Chinese Loess Plateau: evidence from pedogenic carbonate δ¹³C. *Palaeogeography, Palaeoclimatology, Palaeoecology*, 160, 291–299.
- Dorale, J. A., Gonzales, L. A., Reagan, M. K., Pickett, D. A., Murrell, M. T. et Baker, R. G. (1992). A high-resolution record of Holocene climate change in speleothem calcite from Cold Water Cave, Northeast Iowa. *Science*, 258, 1626–1630.
- Dorale, J. A., Edwards, R. L. et Onac, B. P. (2002). Stable isotopes as environmental indicators in speleothems. In: Y. Daoxian et Z. Cheng (Eds.), *Karst Processes and the Carbon Cycle, Final report of IGCP379*, Geological Publishing House, Beijing, China, pp. 107–120.
- Dorale, J. A., Edwards, R. L., Alexander, E. C. J., Shen, C. C., Richards, D. A. et Cheng, H. (2004). Uranium-series dating of speleothems: current techniques, limits, & applications. In: I. D. Sasowsky et J. Mylroie (Eds.), *Studies of cave sediments - Physical and chemical records of paleoclimate*, Kluwer Academic / Plenum Publishers, New York, pp. 177–197.
- Dorale, J. A., Lepley, S. et Edwards, R. L. (2005). The ultimate flood recorder: flood-deposited sediments preserved in stalagmites. *EGU General Assembly 2005, Vienna, Austria, 24–29 April 2005*, 7, Geophysical Research Abstracts, 09901.
- Drake, J. J. et Wigley, T. M. L. (1975). The effect of climate on the chemistry of carbonate groundwater. *Water Resources Research*, 11, 958–962.
- Drake, J. J. (1980). The effect of soil activity on the chemistry of carbonate groundwaters. *Water Resources Research*, 16, 381–386.
- Drake, J. J. (1983). The effect of geomorphology and seasonality on the chemistry of carbonate groundwater. *Journal of Hydrology*, 61, 223–236.
- Dreybrodt, W. (1980). Deposition of calcite from thin films of natural calcareous solutions and the growth of speleothems. *Chemical Geology*, 29, 89–105.

- Dreybrodt, W. (1981). The kinetics of calcite precipitation from thin films of calcareous solutions and the growth of speleothems: Revisited. *Chemical Geology*, 32, 237–245.
- Dreybrodt, W. (1982). A possible mechanism for growth of calcite speleothems without participation of biogenic carbon dioxide. *Earth and Planetary Science Letters*, 58 (2), 293–299.
- Dreybrodt, W. (1988). *Processes in Karst Systems*. Springer-Verlag, Berlin, 288 p.
- Drysdale, R. N., Zanchetta, G., Hellstrom, J. C., Fallick, A. E. et Zhao, J. X. (2005). Stalagmite evidence for the onset of the Last Interglacial in southern Europe at 129 ± 1 ka. *Geophysical Research Letters*, 24, L24708, doi:10.1029/2005GL024658.
- Drysdale, R. N., Zanchetta, G., Hellstrom, J. et Fallick, A. E. (2006). New age constraints for the Last Interglacial from Italian speleothems. *European Geosciences Union, April 2006, Vienna*, 8, Geophysical Research Abstracts, EGU06-A-08048.
- Dubois, P. et Grellet, B. (1997). Les concrétions des grottes enregistrent climats et séismes. *Pour la science*, 231, 28–35.
- Dulinski, M. et Rozanski, K. (1990). Formation of $^{13}\text{C}/^{12}\text{C}$ isotope ratios in speleothems: a semi-dynamic model. *Radiocarbon*, 32 (1), 7–16.
- Duplessy, J. C., Labeyrie, J., Lalou, C. et Nguyen, H. V. (1971). La mesure des variations climatiques continentales, application à la période comprise entre 130000 et 90000 ans B.P. *Quaternary Research*, 1, 162–174.
- Duplessy, J. C., Lalou, C., Delibrias, G. et Nguyen, H. V. (1972). Datations et études isotopiques des stalagmites. Application aux paléotempératures. *Annales de Spéléologie*, 27 (3), 445–464.
- Edwards, R. L., Chen, J. H., Ku, T. L. et Wasserburg, G. J. (1987). Precise timing of the last interglacial period from mass spectrometric determination of thorium-230 in corals. *Science*, 236, 547–553.
- Edwards, R. L., Cheng, H., Murrell, M. T. et Goldstein, S. J. (1997). Protactinium-231 dating of carbonates by Thermal Ionization Mass Spectrometry: Implications for Quaternary climate change. *Science*, 276, 782–786.
- Eikenberg, J., Vezzu, G., Zumsteg, I., Bajo, S., Ruethi, M. et Wyssling, G. (2001). Precise two chronometer dating of Pleistocene travertine: The $^{230}\text{Th}/^{234}\text{U}$ and $^{226}\text{Ra}_{\text{ex}}/^{226}\text{Ra}$ (0) approach. *Quaternary Science Reviews*, 20, 1935–1953.
- Emrich, K., Ehhalt, D. H. et Vogel, J. C. (1970). Carbon isotope fractionation during the precipitation of calcium carbonate. *Earth and Planetary Science Letters*, 8, 363–371.
- EPICA community members (2004). Eight glacial cycles from an Antarctic ice core. *Nature*, 429, 623–628.
- Esat, T. M., McCulloch, M. T., Chappell, J., Pillans, B. et Omura, A. (1999). Rapid fluctuations in sea level recorded at Huon Peninsula during the penultimate deglaciation. *Science*, 283, 197–201.
- Evin, J. et Oberlin, C. (2001). Les développements récents en datation par le radiocarbone pour l'archéologie. In: J. N. Barrandon, P. Guibert et V. Michel (Eds.), *Datation, XXIe rencontres internationales d'archéologie et d'histoire d'Antibes, Antibes, 19–21 octobre 2000*, APDCA, 93–111.
- Evin, J. (2002a). Introduction, Chronologie et chronométrie. In: J. C. Miskovsky (Ed.) *Géologie de la Préhistoire : méthodes, techniques, applications*, GEOPRE, Presses universitaires de Perpignan, Paris, pp. 1069–1077.
- Evin, J. (2002b). Le radiocarbone. In: J. C. Miskovsky (Ed.) *Géologie de la Préhistoire : méthodes, techniques et applications*, GEOPRE, Presses universitaires de Perpignan, Paris, pp. 1181–1197.
- Eynaud, F., Turon, J. L., Sánchez Goñi, M. F. et Gendreau, S. (2000). Dinoflagellate cyst evidence of "Heinrich-like events" off Portugal during the Marine Isotopic Stage 5. *Marine Micropaleontology*, 40, 9–21.
- Fairbanks, R. G. (1989). A 17,000 year glacio-eustatic sea-level record: influence of glacial melting rates on the Younger Dryas event and deep ocean circulation. *Nature*, 342, 637–642.
- Fairbanks, R. G., Mortlock, R. A., Chiu, T. C., Cao, L., Kaplan, A., Guilderson, T. P., Fairbanks, T. W., Bloom, A. L., Grootes, P. M. et Nadeau, M. J. (2005). Radiocarbon calibration curve spanning 0 to 50,000 years BP based on paired $^{230}\text{Th}/^{234}\text{U}/^{238}\text{U}$ and ^{14}C dates on pristine corals. *Quaternary Science Reviews*, 24 (16–17), 1781–1796.
- Fairchild, I. J., Borsato, A., Tooth, A. F., Frisia, S., Hawkesworth, C. J., Huang, Y., McDermott, F. et Spiro, B. (2000). Controls on trace element (Sr-Mg) compositions of carbonate cave waters: implications for speleothem climatic records. *Chemical Geology*, 166, 255–269.
- Fairchild, I. J., Baker, A., Borsato, A., Frisia, S., Hinton, R. W., McDermott, F. et Tooth, A. F. (2001). Annual to sub-annual resolution of multiple trace-element trends in speleothems. *Journal of the Geological Society*, 158 (5), 831–841.
- Fairchild, I. J., Smith, C. L., Baker, A., Fuller, L., Spötl, C., Mathey, D., McDermott, F. et EIMF (2006). Modification and preservation of environmental signals in speleothems. *Earth-Science Reviews*, 75, 105–153.

- Falguères, C. (1997). Datations par U/Th et ESR. In: J. Jaubert (Dir.), *Coudoulous I (Tour-de-Faure, Lot). Premier rapport intermédiaire de fouille programmée triennale (1997-1999)*. Service Régional de l'Archéologie de Midi-Pyrénées, Toulouse, pp. 23–24.
- Falguères, C. et Bahain, J. J. (2002). La datation par résonance paramagnétique électronique. In: J. C. Miskovsky (Ed.) *Géologie de la Préhistoire : méthodes, techniques, applications*, GEOPRE, Presses universitaires de Perpignan, Paris, pp. 1209–1229.
- Falguères, C., Yokoyama, Y., Shen, G., Bischoff, J. L., Ku, T. L. et de Lumley, H. (2004). New U-series dates at the Caune de l'Arago, France. *Journal of Archaeological Science*, 31, 941–952.
- Faure, G. (1977). *Principles of isotope geology*. Wiley, J. & Sons, New York, 464 p.
- Fernández-Díaz, L., Putnis, A., Prieto, M. et Putnis, C. V. (1996). The role of magnesium in the crystallization of calcite and aragonite in a porous medium. *Journal of Sedimentary Research*, 66 (3), 482–491.
- Field, M. H., Huntley, B. et Müller, H. (1994). Eemian climate fluctuations observed in a European pollen record. *Nature*, 371, 779–783.
- Fleischer, R. L. et Raabe, O. G. (1975). Recoiling alpha-emitting nuclei. Mechanisms for uranium series disequilibrium. *Geochimica et Cosmochimica Acta*, 42, 973–978.
- Fleitmann, D., Burns, S. J., Mudelsee, M., Kramers, J., Neff, U., Mangini, A. et Matter, A. (2002). Climate reconstruction from speleothems in Southern Arabia. *First ESF-HOLLVAR workshop, Combining climate proxies, Lammi Biological Station, Finland, April 17–20th 2002*.
- Fleitmann, D., Burns, S. J., Neff, U., Mudelsee, M., Mangini, A. et Matter, A. (2004). Palaeoclimatic interpretation of high-resolution oxygen isotope profiles derived from annually laminated speleothems from Southern Oman. *Quaternary Science Reviews*, 23, 935–945.
- Floc'h, J. P., Gottis, M., Humbert, L., Lenguin, M., Le Pochat, G., Liepmann, V., Platel, J. P., Roger, P., Sellier, E. et Simon, B. (1985). Carte géologique de la France à 1/50 000, feuille 710, Montbron. BRGM, Orléans.
- Folk, R. L. (1965). Some aspects of recrystallization in ancient limestones. In: L. C. Pray et R. C. Murray (Eds.), *Dolomitization and Limestone Diagenesis*, vol. Special publication 13, Society of Economic Paleontologists and Mineralogists, pp. 14–48.
- Folk, R. L. (1974). The natural history of crystalline calcium carbonate: effect of magnesium content and salinity. *Journal of Sedimentary Research*, 44 (1), 40–53.
- Folk, R. L. et Assereto, R. (1976). Comparative fabrics of length-slow and length-fast calcite and calcitized aragonite in a Holocene speleothem, Carlsbad Cavern, New Mexico. *Journal of Sedimentary Petrology*, 46 (3), 486–496.
- Fontugne, M. (2002). La dérive des âges carbone 14 ? In: J. C. Miskovsky (Ed.) *Géologie de la Préhistoire : méthodes, techniques, applications*, GEOPRE, Presses universitaires de Perpignan, Paris, pp. 1199–1207.
- Ford, D. (1997). Dating and paleo-environmental studies of speleothems. In: C. Hill et P. Forti (Eds.), *Cave minerals of the world*, National Speleological Society, Inc., Huntsville, Alabama, pp. 271–284.
- Ford, D. C., Thompson, P. L. et Schwarcz, H. P. (1972). Dating cave calcite by the uranium disequilibrium method; some preliminary results from Crowsnest Pass, Alberta. *International Geography 1972, La Géographie Internationale, Technical Program Abstracts- International Geographical Congress*, 22, 21.
- Ford, D. C. et Williams, P. W. (1989). *Karst geomorphology and hydrology*. Unwin Hyman Ltd, London, 601 p.
- Fornaca-Rinaldi, G., Panichi, C. et Tongiorgi, E. (1968). Some causes of the variation of the isotopic composition of carbon and oxygen in cave concretions. *Earth and Planetary Science Letters*, 4, 321–324.
- Forti, P. (1997). Speleothems and earthquakes. In: C. Hill et P. Forti (Eds.), *Cave minerals of the world*, National Speleological Society, Inc., Huntsville, Alabama, pp. 284–285.
- Foucault, A. et Raoult, J. F. (1995). *Dictionnaire de géologie*. In: C. Pomerol (Ed.) "Guides géologiques régionaux", 4^e éd°. Masson, Paris, 324 p.
- Fricke, H. C. et O'Neil, J. R. (1999). The correlation between ¹⁸O/¹⁶O ratios of meteoric water and surface temperature: its use in investigating terrestrial climate change over geologic time. *Earth and Planetary Science Letters*, 170, 181–196.
- Friedman, I. et O'Neil, J. R. (1977). Compilation of stable isotope fractionation factors of geochemical interest. In: M. Fleisher (Ed.) *Data of Geochemistry*, U.S. Geological Survey Professional Paper, 440-KK.
- Frisia, S. (1996). Petrographic evidences of diagenesis in speleothems: some examples. *Spéléochronos*, 7, 21–30.
- Frisia, S., Borsato, A., Fairchild, I. J. et McDermott, F. (2000). Calcite fabrics, growth mechanisms, and environment of formation in speleothems from the Italian Alps and Southwestern Ireland. *Journal of Sedimentary Research*, 70 (5), 1183–1196.

- Frisia, S., Borsato, A., Fairchild, I. J., McDermott, F. et Selmo, E. M. (2002). Aragonite-calcite relationships in speleothems (Grotte de Clamouse, France): Environment, fabrics, and carbonate geochemistry. *Journal of Sedimentary Research*, 72, 687–699.
- Frisia, S., Borsato, A., Preto, N. et McDermott, F. (2003). Late Holocene annual growth in three Alpine stalagmites records the influence of solar activity and the North Atlantic Oscillations on winter climate. *Earth and Planetary Science Letters*, 216 (3), 411–424.
- Frisia, S., Borsato, A., Fairchild, I. J. et Susini, J. (2005a). Variations in atmospheric sulphate recorded in stalagmites by synchrotron micro-XU and XANES analyses. *Earth and Planetary Science Letters*, 235 (3–4), 729–740.
- Frisia, S., Borsato, A. et Spötl, C. (2005b). Non-equilibrium fabrics in speleothems: implications for palaeoenvironmental reconstructions. *EGU General Assembly 2005, Vienna, Austria*, 7, Geophysical Research Abstracts.
- Frisia, S., Borsato, A., Susini, J. et Somogyi, A. (2005c). Climate forcings and their influence on Alpine history as reconstructed through the application of synchrotron-based X-ray microfluorescence on layered stalagmites. *Archaeometry*, 47, 209–219.
- Frogley, M. R., Tzedakis, P. C. et Heaton, T. H. E. (1999). Climate variability in Northwest Greece during the Last Interglacial. *Science*, 285, 1886–1889.
- Fronval, T. et Jansen, E. (1996). Rapid changes in ocean circulation and heat flux in the Nordic seas during the last interglacial period. *Nature*, 383, 806–810.
- Fronval, T., Jansen, E., Hafliðason, H. et Sejrup, H. P. (1998). Variability in surface and deep water conditions in the nordic seas during the Last Interglacial period. *Quaternary Science Reviews*, 17, 963–985.
- Frumkin, A., Ford, D. C. et Schwarcz, H. P. (1999). Continental oxygen isotopic record of the last 170,000 years in Jerusalem. *Quaternary Research*, 51, 317–327.
- Frumkin, A., Ford, D. C. et Schwarcz, H. P. (2000). Paleoclimate and vegetation of the last glacial cycles in Jerusalem from a speleothem record. *Global Biogeochemical Cycles*, 14 (3), 863–870.
- Gascoyne, M. (1977). Trace elements geochemistry of speleothems. *Proceedings of the 7th International Congress of Speleology*, pp. 205–208.
- Gascoyne, M., Benjamin, G. J., Schwarcz, H. P. et Ford, D. C. (1979). Sea-level lowering during the Illinoian Glaciation: Evidence from a Bahama "blue hole". *Science*, 205, 806–808.
- Gascoyne, M., Schwarcz, H. P. et Ford, D. C. (1980). A palaeotemperature record for the mid-Wisconsin in Vancouver Island. *Nature*, 285, 474–476.
- Gascoyne, M. (1983). Trace element partition coefficients in the calcite-water system and their paleoclimatic significance in cave studies. *Journal of Hydrology*, 61 (1–3), 213–222.
- Gascoyne, M. et Ford, D. C. (1984). Uranium series dating of speleothems, Part II. Results from the Yorkshire Dales and implications for cave development and quaternary climates. *Cave Science*, 11 (2), 65–85.
- Gascoyne, M. (1992a). Palaeoclimate determination from cave calcite deposits. *Quaternary Science Reviews*, 11, 609–632.
- Gascoyne, M. (1992b). Geochemistry of the actinides and their daughters. In: M. Ivanovich et R. S. Harmon (Eds.), *Uranium-Series Disequilibrium: Applications to Earth, Marine and Environmental Sciences*, Clarendon Press, Oxford, pp. 34–61.
- Gat, J. R. (1996). Oxygen and hydrogen in the hydrologic cycle. *Annual Review of Earth and Planetary Sciences*, 24, 225–262.
- Genty, D. (1992). Les spéléothèmes du tunnel de Godarville (Belgique) - Un exemple exceptionnel de concrétionnement moderne - Intérêt pour l'étude de la cinétique de la précipitation de la calcite et de sa relation avec les variations d'environnement. *Spéléochronos*, 4, 3–29.
- Genty, D. (1993). Mise en évidence d'alternances saisonnières dans la structure interne des stalagmites. Intérêt pour la reconstitution des paléoenvironnements continentaux. *Comptes Rendus de l'Académie des Sciences de Paris, Série II*, 317, 1229–1236.
- Genty, D. (1994). Corrélation entre l'épaisseur des lamines de deux stalagmites modernes et les données météorologiques. *Spéléochronos*, 6, 35–40.
- Genty, D., Bastin, B. et Ek, C. (1994a). Nouvel exemple d'alternances de lamines annuelles dans une stalagmite (Grotte de Dinant "la Merveilleuse", Belgique). *Spéléochronos*, 6, 3–8.
- Genty, D., Quinif, Y. et Deflandre, G. (1994b). Microséquences de lamines annuelles dans deux stalagmites du massif de Han-sur-Lesse (Belgique). *Spéléochronos*, 6, 9–22.
- Genty, D., Quinif, Y. et Keppens, E. (1994c). Les variations saisonnières des lamines de croissance mises en évidence par le dosage des isotopes stables de l'oxygène et du carbone. *Spéléochronos*, 6, 32–34.
- Genty, D. et Quinif, Y. (1996). Annually laminated sequences in the internal structure of some belgian stalagmites - importance for paleoclimatology. *Journal of Sedimentary Research*, 66 (1), 275–288.

- Genty, D., Baker, A. et Barnes, W. (1997a). Comparaison entre les lamines luminescentes et les lamines visibles annuelles de stalagmites. *Comptes Rendus de l'Académie des Sciences de Paris, Sciences de la terre et des planètes*, 325, 193–200.
- Genty, D., Dauphin, Y., Deflandre, G. et Quinif, Y. (1997b). Exemples de particules d'origine anthropique piégées dans les lamines de croissance de stalagmites - intérêt pour la reconstitution des environnements humains anciens. *Quaternaire*, 8 (2–3), 149–157.
- Genty, D., Deflandre, G., Quinif, Y. et Verheyden, S. (1997c). Les lamines de croissance des spéléothèmes : origine et intérêt paléoclimatique. *Bulletin de la Société belge de Géologie*, 106, 63–77.
- Genty, D. et Massault, M. (1997). Bomb ^{14}C recorded in laminated speleothems: calculation of dead carbon proportion. *Radiocarbon*, 39 (1), 33–48.
- Genty, D. et Massault, M. (1999). Intérêt de l'analyse ^{14}C en spectrométrie de masse par accélération (AMS) dans les spéléothèmes. *Spéléochronos*, 10, 19–32.
- Genty, D., Massault, M., Gilmour, M., Baker, A., Verheyden, S. et Kepens, E. (1999). Calculation of past dead carbon proportion and variability by the comparison of AMS ^{14}C and TIMS U/Th ages on two Holocene stalagmites. *Radiocarbon*, 41 (3), 251–270.
- Genty, D., Baker, A., Massault, M., Proctor, C., Gilmour, M., Pons-Branchu, E. et Hamelin, B. (2001a). Dead carbon in stalagmites: Carbonate bedrock paleodissolution vs. ageing of soil organic matter. Implication for ^{13}C variation in speleothems. *Geochimica et Cosmochimica Acta*, 65 (20), 3443–3457.
- Genty, D., Baker, A. et Vokal, B. (2001b). Intra- and inter-annual growth rate of modern stalagmites. *Chemical Geology*, 176, 191–212.
- Genty, D., Diot, M. F. et O'YI, W. (2001c). Sources of pollen in stalactite drip water in two caves in southwest France. *Cave and Karst Science*, 28 (2), 59–66.
- Genty, D., Plagnes, V., Causse, C., Cattani, O., Stievenard, M., Falourd, S., Blamart, D., Ouahdi, R. et Van-Exter, S. (2002). Fossil water in large stalagmite voids as a tool for paleoprecipitation stable isotope composition reconstitution and paleotemperature calculation. *Chemical Geology*, 184, 83–95.
- Genty, D., Blamart, D., Ouahdi, R., Gilmour, M., Baker, A., Jouzel, J. et Van-Exter, S. (2003). Precise dating of Dansgaard-Oeschger climate oscillations in western Europe from stalagmite data. *Nature*, 421, 833–837.
- Genty, D., Blamart, D. et Ghaleb, B. (2005a). Apport des stalagmites pour l'étude de la grotte Chauvet : datations absolues U/Th (TIMS) et reconstitution paléoclimatique par les isotopes stables de la calcite. *Bulletin de la Société Préhistorique Française*, 102 (1), 45–62.
- Genty, D., Combourieu Nebout, N., Hatté, C., Blamart, D., Ghaleb, B. et Isabello, L. (2005b). Rapid climatic changes of the last 90 kyr recorded on the European continent. *Comptes Rendus Géoscience*, 337, 970–982.
- Genty, D., Blamart, D., Ghaleb, B., Plagnes, V., Causse, C., Bakalowicz, M., Zouari, K., Chkir, N., Hellstrom, J., Wainer, K. et Bourges, F. (2006). Timing and dynamics of the last deglaciation from European and North African $\delta^{13}\text{C}$ stalagmites profiles - Comparison with Chinese and South hemisphere stalagmites. *Quaternary Science Reviews*, 25 (17–18), 2118–2142.
- Gibbard, P. L. (2003). Definition of the Middle-Upper Pleistocene boundary. *Global and Planetary Change*, 36, 201–208.
- Gilli, E. (2005). Review on the use of natural cave speleothems as palaeoseismic or neotectonics indicators. *Comptes Rendus Géoscience*, 337, 1208–1215.
- Gilly, E. (1995). *La spéléologie*. "Que sais-je ?" vol. 709, Presses Universitaires de France, Paris, 127 p.
- Goede, A. (1994). Continuous early Last Glacial palaeoenvironmental record from a Tasmanian speleothem based on stable isotope and minor element variations. *Quaternary Science Reviews*, 13, 283–291.
- Goede, A., McCulloch, M., McDermott, F. et Hawkesworth, C. (1998). Aeolian contribution to strontium and strontium isotope variations in a Tasmanian speleothem. *Chemical Geology*, 149, 37–50.
- Gonzales, L. A. et Lohmann, K. C. (1988). Controls on mineralogy and composition of spelean carbonates: Carlsbad Caverns, New Mexico. In: N. P. James et P. W. Choquette (Eds.), *Paleokarst*, Springer-Verlag, New York, pp. 81–101.
- Gonzales, L. A., Carpenter, S. J. et Lohmann, K. C. (1992). Inorganic calcite morphology: roles of fluid chemistry and fluid flow. *Journal of Sedimentary Petrology*, 62 (3), 382–399.
- Gonzales, L. A., Carpenter, S. J. et Lohmann, K. C. (1993a). Inorganic calcite morphology: roles of fluid chemistry and fluid flow - Reply. *Journal of Sedimentary Petrology*, 63 (3), 562–563.
- Gonzales, L. A., Carpenter, S. J. et Lohmann, K. C. (1993b). Columnar calcite in speleothems: reply. *Journal of Sedimentary Petrology*, 63 (3), 553–556.
- Gordon, D. et Smart, P. L. (1984). Comments on "Speleothems, travertines and paleoclimates" by G.J. Henning, R. Grun, and K. Brunnacker. *Quaternary Research*, 22, 144–147.

- Gordon, D., Smart, P. L., Ford, D. C., Andrews, J. N., Atkinson, T. C., Rowe, P. J. et Christopher, N. S. J. (1989). Dating of Late Pleistocene Interglacial and Interstadial periods in the United Kingdom from speleothem growth frequency. *Quaternary Research*, 31, 14–26.
- Goslar, T. et Hercman, H. (1988). TL and ESR dating of speleothems and radioactive disequilibrium in the uranium series. *Quaternary Science Reviews*, 7, 423–427.
- Goslar, T., Hercman, H. et Pazdur, A. (2000). Comparison of U-series and radiocarbon dates of speleothems. *Radiocarbon*, 42 (3), 403–414.
- Gouzy, A., Malaizé, B., Pujol, C. et Charlier, K. (2004). Climatic "pause" during Termination II identified in shallow and intermediate waters off the Iberian margin. *Quaternary Science Reviews*, 23 (14–15), 1523–1528.
- Gradziński, M., Górny, A., Pazdur, A. et Pazdur, M. F. (2003). Origin of black coloured laminae in speleothems from the Kraków-Wielun Upland, Poland. *Boreas*, 32 (3), 532–542.
- Gradziński, M. (2003). Bacterial influence on speleothem oxygen isotope composition: An example based on cave pisoids from Perlová Cave (Slovakia). *Geologica Carpathica*, 54 (3), 199–204.
- Grootes, P. M., Stuiver, M., White, J. W. C., Johnsen, S. et Jouzel, J. (1993). Comparison of oxygen isotope records from the GISP2 and GRIP Greenland ice cores. *Nature*, 366, 552–554.
- Grün, R., Schwarcz, H. P. et Chadam, J. M. (1988). ESR dating of tooth enamel: coupled correction for U-uptake and U-series disequilibrium. *Nuclear Tracks and Radiation Measurements*, 14, 237–241.
- Grün, R., Yan, G., McCulloch, M. T. et Mortimer, G. (1999). Detailed mass spectrometric U-series analyses of two teeth from the archaeological site of Pech de l'Aze II: Implications for Uranium migration and dating. *Journal of Archaeological Science*, 26, 1301–1310.
- Guibert, P., Bechtel, F., Schvoerer, M., Müller, P. et Balescu, S. (1998). A new method for gamma dose-rate estimation of heterogeneous media in TL-dating. *Radiation Measurements*, 29 (5), 561–572.
- Guibert, P., Roque, C., Vartanian, E. et Bechtel, F. (2001). Datation par thermoluminescence : un aperçu sur les matériaux et quelques progrès récents. In: J. N. Barrandon, P. Guibert et V. Michel (Eds.), *Datation, XXI^e rencontres internationales d'archéologie et d'histoire d'Antibes, Antibes, 19–21 octobre 2000*, APDCA, 31–47.
- Guilloré, P. (1980). *Méthode de fabrication mécanique et en série des lames minces*. Institut National d'Agronomie, Paris-Grignon, 22 p.
- Guiot, J., Pons, A., de Beaulieu, J. L. et Reille, M. (1989). A 140,000-year continental climate reconstruction from two European pollen records. *Nature*, 338, 309–313.
- Guiot, J. (1990). Methodology of the last climatic cycle reconstruction in France from pollen data. *Palaeogeography, Palaeoclimatology, Palaeoecology*, 80 (1), 49–69.
- Guiot, J., de Beaulieu, J. L., Cheddadi, R., David, F., Ponel, P. et Reille, M. (1993). The climate in Western Europe during the last Glacial/Interglacial cycle derived from pollen and insect remains. *Palaeogeography, Palaeoclimatology, Palaeoecology*, 103, 73–93.
- Gunn, J. et Trudgill, S. T. (1982). Carbon dioxide production and concentrations in the soil atmosphere: A case study from New Zealand volcanic ash soils. *Catena*, 9, 81–94.
- Guo, L. et Riding, R. (1992). Aragonite laminae in hot water travertine crusts, Rapolano Terme, Italy. *Sedimentology*, 39, 1067–1079.
- Gvozdetkii, N. A. (1967). Occurrence of karst phenomena on the globe and problems of their typology. *Earth Research*, 21, 98–127.
- Harmon, R. S., Thompson, P., Schwarcz, H. P. et Ford, D. C. (1975). Uranium-series dating of speleothems. *National Speleological Society Bulletin*, 37, 21.
- Harmon, R. S., Ford, D. C. et Schwarcz, H. P. (1977). Interglacial chronology of the Rocky and Mackenzie Mountains based upon ^{230}Th - ^{234}U dating of calcite speleothems. *Canadian Journal of Earth Sciences*, 14 (11), 2543–2552.
- Harmon, R. S., Schwarcz, H. P. et Ford, D. C. (1978a). Late Pleistocene sea level history of Bermuda. *Quaternary Research*, 9 (2), 205–218.
- Harmon, R. S., Thompson, P., Schwarcz, H. P. et Ford, D. C. (1978b). Late Pleistocene paleoclimates of North America as inferred from stable isotope studies of speleothems. *Quaternary Research*, 9, 54–70.
- Harmon, R. S., Schwarcz, H. P. et O'Neil, J. R. (1979). D/H ratios in speleothem fluid inclusions; a guide to variations in the isotopic composition of meteoric precipitation? *Earth and Planetary Science Letters*, 42, 254–266.
- Heinrich, H. (1988). Origin and consequences of cyclic ice rafting in the Northeast Atlantic ocean during the past 130,000 years. *Quaternary Research*, 29, 142–152.
- Hellstrom, J., McCulloch, M. et Stone, J. (1998). A detailed 31,000-year record of climate and vegetation change, from the isotope geochemistry of two New Zealand speleothems. *Quaternary Research*, 50, 167–178.
- Hellstrom, J. et McCulloch, M. (2000). Multi-proxy constraints on the climatic significance of trace element records from a New-Zealand speleothem. *Earth and Planetary Science Letters*, 179, 287–297.

- Hellstrom, J. (2003). Rapid and accurate U/Th dating using parallel ion-counting multi-collector ICP-MS. *J. Anal. At. Spectrom.*, 18, 1346–1351.
- Henderson, G. M. et Slowey, N. C. (2000). Evidence from U-Th dating against Northern Hemisphere forcing of the penultimate deglaciation. *Nature*, 404, 61–66.
- Hendy, C. H. et Wilson, A. T. (1968). Palaeoclimatic data from speleothems. *Nature*, 219, 48–51.
- Hendy, C. H. (1971). The isotopic geochemistry of speleothems - I. The calculation of the effects of different modes of formation on the isotopic composition of speleothems and their applicability as palaeoclimatic indicators. *Geochimica et Cosmochimica Acta*, 35, 801–824.
- Hennig, G. J., Bangert, U., Herr, W. et Freundlich, J. (1980). U-series dating of calcite formations in caves: recent results and a comparative study on age determinations via $\text{Th}^{230}/\text{U}^{234}$, C^{14} , TL and ESR. *Review of Archaeometry*, 4, 91–100.
- Hennig, G. J., Grün, R. et Brunnacker, K. (1983). Speleothems, travertines, and paleoclimates. *Quaternary Research*, 20 (1), 1–29.
- Hercman, H. et Lauritzen, S. E. (1996). Comparison of speleothem dating by the TL, ESR, ^{14}C and $^{230}\text{Th}/^{234}\text{U}$ methods. In: S. E. Lauritzen (Ed.), *Climate Change: The Karst Record, Proceedings of the symposium in Bergen, Norway*, Special Publication n°2, Karst Waters Institute, 47–50.
- Heusser, L. et Oppo, D. (2003). Millennial- and orbital-scale climate variability in southeastern United States and in the subtropical Atlantic during Marine Isotope Stage 5: evidence from pollen and isotopes in ODP Site 1059. *Earth and Planetary Science Letters*, 214, 483–490.
- Hill, C. et Forti, P. (1997). *Cave minerals of the world*. 2nd ed., National Speleological Society, Huntsville, Alabama, USA, 463 p.
- Hoefs, J. (1997). *Stable isotopes geochemistry*. 4th ed., Springer, Berlin, 241 p.
- Holzschläger, S., Mangini, A., Spötl, C. et Mudelsee, M. (2004). Timing and progression of the Last Interglacial derived from a high alpine stalagmite. *Geophysical Research Letters*, 31.
- Howard, W. R. (1997). A warm future in the past. *Nature*, 388, 418–419.
- Huang, Y. et Fairchild, I. J. (2001). Partitioning of Sr^{2+} and Mg^{2+} into calcite under karst-analogue experimental conditions. *Geochimica et Cosmochimica Acta*, 65 (1), 47–62.
- Huang, Y. M., Fairchild, I. J., Borsato, A., Frisia, S., Cassidy, N. J., McDermott, F. et Hawkesworth, C. J. (2001). Seasonal variations in Sr, Mg and P in modern speleothems (Grotta di Ernesto, Italy). *Chemical Geology*, 175, 429–448.
- Isabelle, L. (2004). *Datation par les séries de l'uranium des éléments climatiques de la dernière période glaciaire enregistrés dans une stalagmite de la grotte de Villars (Dordogne)*. Maîtrise, ENS, Paris, 52 p.
- James, J. M. (1997). Minor, trace, and ultra trace constituents of speleothems. In: C. Hill et P. Forti (Eds.), *Cave minerals of the world*, National Speleological Society, Huntsville, Alabama, pp. 236–237.
- Jaubert, J. et Brugal, J. P. (1993). *Coudoulous I, Grotte de Coudoulous II (Tour-de-Faure, Lot), Sites du Paléolithique inférieur et moyen, Rapport de fouille programmée*. SRA Midi-Pyrénées, Toulouse, 90 p.
- Jaubert, J. et Quinif, Y. (1993). *Tour-de-Faure (Lot), grottes de Coudoulous I et II, Bilan scientifique 1992*. Service Régional de l'Archéologie de Midi-Pyrénées, 105–106 p.
- Jaubert, J., Brugal, J. P. et Mourre, V. (1994). *Coudoulous I (Tour-de-Faure, Lot), Paléolithique inférieur et moyen, Rapport intermédiaire de fouille programmée pluri-annuelle (1994-96)*. Service Régional de l'Archéologie Midi-Pyrénées, Toulouse, 19 p.
- Jaubert, J. (1995). Schémas opératoires et outillages peu élaborés : le cas du Paléolithique inférieur et moyen de Coudoulous I (Lot). In: E. Carbonell (Ed.) *Cahier Noir*, Universitat Rovira i Virgili, Tarragona, pp. 85–100.
- Jaubert, J. et Mourre, V. (1996). Coudoulous, le Rescoundudou, Mauran : diversité des matières premières et variabilité des schémas de production d'éclats. *Quaternaria Nova*, VI, 313–341.
- Jaubert, J., Brugal, J. P., Jeannet, M., Kervazo, B., Louchart, A. et Mourre, V. (2000). *Coudoulous I (Tour-de-Faure, Lot), Rapport de fouille programmée triennale (1997–2000)*. Service Régional de l'Archéologie de Midi-Pyrénées, Toulouse, 181 p.
- Jaubert, J., Brugal, J. P., Jeannet, M. et Kervazo, B. (2002). *Coudoulous I (Tour-de-Faure, Lot), Rapport intermédiaire de fouille programmée triennale (2001–2003)*. Service Régional de l'Archéologie de Midi-Pyrénées, Toulouse, 64 p.
- Jaubert, J., Kervazo, B., Bahain, J. J., Brugal, J. P., Chalard, P., Falguères, C., Jarry, M., Jeannet, M., Lemorini, C., Louchart, A., Maksud, F., Mourre, V., Quinif, Y. et Thiébaud, C. (2005). Coudoulous I (Tour-de-Faure, Lot), site du Pléistocène moyen en Quercy : Bilan pluridisciplinaire. *Actes du colloque international "Le Paléolithique inférieur et moyen d'Europe : Bilan des découvertes récentes"*, Rennes, 2003, BAR International Series, Oxford, pp. 227–251.
- Jaubert, J. et al. (en prép.). *Coudoulous I (Tour-de-Faure, Lot), Rapport de fouille programmée triennale 2001-2003*. Service Régional de l'Archéologie de Midi-Pyrénées, Toulouse.

- Jeannin, P. Y., Eichenberger, U., Hessenauer, M. et Meury, P. X. (2005). Potential effects of agriculture on karst records, a preliminary outlook based on the Milandre test-site (JU, Switzerland). *3rd Swiss Geoscience Meeting, Zürich*, 59–60.
- Jessen, K. et Milthers, V. (1928). Stratigraphical and palaeontological studies on interglacial freshwater deposits in Jutland and north-west Germany. *Danmarks Geologisk Undersogelse*, II Raekke 48.
- Johnsen, S. J., Dansgaard, W. et White, J. W. C. (1989). The origin of Arctic precipitation under present and glacial conditions. *Tellus*, 41 (4), 452–468.
- Jones, B. et Kahle, C. F. (1993). Morphology, relationships, and origin of fiber and dendritic calcite crystals. *Journal of Sedimentary Petrology*, 63 (6), 1018–1031.
- Jones, B. et Renaut, R. W. (1995). Noncrystallographic calcite dendrites from hot-spring deposits at Lake Bogoria, Kenya. *Journal of Sedimentary Research*, A65 (1), 154–169.
- Jones, B. (2001). Microbial activity in caves - A geological perspective. *Geomicrobiology Journal*, 18 (3), 345–357.
- Jouzel, J., Alley, R. B., Cuffey, K. M., Dansgaard, W., Grootes, P., Hoffman, G., Johnsen, S., Koster, R. D., Peel, D. A., Shuman, C. A., Stievenard, M., Stuiver, M. et White, J. (1997). Validity of the temperature reconstruction from water isotopes in ice cores. *Journal of Geophysical Research*, 102 (CL12), 26471–26487.
- Jouzel, J., Hoffmann, G., Koster, R. D. et Masson, V. (2000). Water isotopes in precipitation: data/model comparison for present-day and past climates. *Quaternary Science Reviews*, 19, 363–379.
- Juvigne, E. et Gewalt, M. (1988). Téphra et dépôts de grottes : intérêt stratigraphique réciproque *Annales de la Société Géologique de Belgique*, 111, 135–140.
- Kaufman, A. (1993). An evaluation of several methods for determining ²³⁰Th/U ages in impure carbonates. *Geochimica et Cosmochimica Acta*, 57 (10), 2303–2317.
- Kaufman, A., Wasserburg, G. J., Porcelli, D., Bar-Matthews, M., Ayalon, A. et Halicz, L. (1998). U-Th isotope systematics from the Soreq cave, Israel and climatic correlations. *Earth and Planetary Science Letters*, 156, 141–155.
- Kendall, A. C. et Broughton, P. L. (1978). Origin of fabrics in speleothems composed of columnar calcite crystals. *Journal of Sedimentary Petrology*, 48 (2), 519–538.
- Kendall, A. C. (1993). Columnar calcite in speleothems: discussion. *Journal of Sedimentary Petrology*, 63 (3), 550–552.
- Kim, S. T. et O'Neil, J. R. (1997). Equilibrium and nonequilibrium oxygen isotope effects in synthetic carbonates. *Geochimica et Cosmochimica Acta*, 61 (16), 3461–3475.
- Klimchouk, A. B., Ford, D. C., Palmer, A. N. et Dreybrodt, W., Eds. (2000). *Speleogenesis, evolution of karst aquifers*. National Speleological Society, Huntsville, 527 p.
- Klotz, S., Guiot, J. et Mosbrugger, V. (2003). Continental European Eemian and early Würmian climate evolution: comparing signals using different quantitative reconstruction approaches based on pollen. *Global and Planetary Change*, 36, 277–294.
- Kuczumow, A., Genty, D., Chevallier, P., Nowak, J. et Ro, C. U. (2003). Annual resolution analysis of a SW-France stalagmite by X-ray synchrotron microprobe analysis. *Spectrochimica Acta Part B-Atomic Spectroscopy*, 58 (5), 851–865.
- Kukla, G., McManus, J. F., Rousseau, D. D. et Chuine, I. (1997). How long and how stable was the Last Interglacial? *Quaternary Science Reviews*, 16, 605–612.
- Langmuir, D. (1978). Uranium solution-mineral equilibria at low temperatures with applications to sedimentary ore deposits. *Geochimica et Cosmochimica Acta*, 42, 547.
- Latham, A. G., Schwarcz, H. P. et Ford, D. C. (1979). Paleomagnetism of stalagmite deposits. *Nature*, 280, 383–385.
- Latham, A. G., Schwarcz, H. P., Ford, D. C. et Pearce, G. W. (1982). The paleomagnetism and U-Th dating of three Canadian speleothems: evidence for the westward drift, 5.4–2.1 ka BP. *Canadian Journal of Earth Sciences*, 19, 1985–1995.
- Latham, A. G., Schwarcz, H. P. et Ford, D. C. (1986). The paleomagnetism and U-Th dating of Mexican stalagmite, DAS2. *Earth and Planetary Science Letters*, 79, 195–207.
- Latham, A. G., Ford, D. C., Schwarcz, H. P. et Birchall, T. (1989). Secular variation from Mexican stalagmites: their potential and problems. *Physics of the Earth and Planetary Interiors*, 56 (1–2), 34–48.
- Lauriol, B., Ford, D. C., Cinq-Mars, J. et Morris, W. A. (1997). The chronology of speleothem deposition in northern Yukon and its relationships to permafrost. *Canadian Journal of Earth Sciences*, 34, 902–911.
- Lauritzen, S. E., Ford, D. C. et Schwarcz, H. P. (1986). Humic substances in speleothem matrix - paleoclimatic significance. *Proceedings of the 9th International Congress of Speleology*, 2, 77–79.

- Lauritzen, S. E., Lovlie, R., Moe, D. et Ostbye, E. (1990). Paleoclimate deduced from a multidisciplinary study of a half-million-year-old stalagmite from Rana, Northern Norway. *Quaternary Research*, 34 (3), 306–316.
- Lauritzen, S. E. (1993). Natural environment change in karst: The Quaternary record. *Catena Suppl.*, 25, 21–40.
- Lauritzen, S. E., Haugen, J. E., Løvlie, R. et Gilje-Nielsen, H. (1994). Geochronological potential of isoleucine epimerization in calcite speleothems. *Quaternary Research*, 41 (1), 52–58.
- Lauritzen, S. E. (1995). High-resolution paleotemperature proxy record for the Last Interglaciation based on Norwegian speleothems. *Quaternary Research*, 43 (2), 133–146.
- Lauritzen, S. E. et Lundberg, J. (1999). Speleothems and climate: a special issue of The Holocene. *The Holocene*, 9 (6), 643–647.
- Le Métayer-Levrel, G., Castanier, S., Loubière, J. F. et Perthuisot, J. P. (1997). La carbonatogénèse bactérienne dans les grottes. Etude au MEB d'une hélicite de Clamouse, Hérault, France. *Comptes Rendus de l'Académie des Sciences de Paris, Sciences de la terre et des planètes*, 325, 179–184.
- Lecourbe, V. et Lener, J. P. (1998). AA, ICP-OES, ICP-MS, quelle(s) technique(s) choisir ? 1^{ère} partie : présentation des techniques. *Spectra analyse*, 205, 26–30.
- Li, W. X., Lundberg, J., Dickin, A. P., Ford, D. C., Schwarcz, H. P., McNutt, R. et Williams, D. (1989). High-precision mass-spectrometric uranium-series dating of cave deposits and implications for palaeoclimate studies. *Nature*, 339, 534–536.
- Lin, J. C., Broecker, W. S., Anderson, R. F., Hemming, S. R., Rubenstone, J. L. et Bonani, G. (1996). New Th-230/U and C-14 ages from Lake Lahontan carbonates, Nevada, USA, and a discussion of the origin of initial thorium. *Geochimica et Cosmochimica Acta*, 60, 2817.
- Linge, H., Lauritzen, S. E., Lundberg, J. et Berstad, I. M. (2001). Stable isotope stratigraphy of Holocene speleothems: examples from a cave system in Rana, northern Norway. *Palaeogeography, Palaeoclimatology, Palaeoecology*, 167, 209–224.
- Litt, T., Junge, F. W. et Böttger, T. (1996). Climate during the Eemian in North-Central Europe - a critical review of palaeobotanical and stable isotope data from central Germany. *Vegetation History and Archaeobotany*, 5, 247–256.
- Lorens, R. B. (1981). Sr, Cd, Mn and Co distribution coefficients in calcite as a function of calcite precipitation rate. *Geochimica et Cosmochimica Acta*, 45 (4), 553–561.
- Lototskaya, A. et Ganssen, G. M. (1999). The structure of Termination II (penultimate deglaciation and Eemian) in North Atlantic. *Quaternary Science Reviews*, 18, 1641–1654.
- Loutre, M. F. et Berger, A. (2003). Marine Isotope Stage 11 as an analogue for the present interglacial. *Global and Planetary Change*, 36, 209–217.
- Lundberg, J. et Ford, D. C. (1994). Late Pleistocene sea level change in the Bahamas from mass-spectrometric U-series dating of submerged speleothem. *Quaternary Science Reviews*, 13, 1–14.
- Lundberg, J., Ford, D. C. et Hill, C. A. (2000). A preliminary U-Pb date on cave spar, Big Canyon, Guadalupe Mountains, New Mexico, USA. *Journal of Cave and Karst Studies*, 62, 144–146.
- Luo, X., Rehkämper, M., Lee, D. C. et Halliday, A. N. (1997). High precision $^{230}\text{Th}/^{232}\text{Th}$ and $^{234}\text{U}/^{238}\text{U}$ measurements using energy-filtered ICP magnetic sector multiple collector mass spectrometry. *International Journal of Mass Spectrometry and Ion Processes*, 171, 105–117.
- Magri, D. et Sadori, L. (1999). Late Pleistocene and Holocene pollen stratigraphy at Lago di Vico, central Italy. *Vegetation History and Archaeobotany*, 8 (4), 247–260.
- Maire, R. (1990). *La haute montagne calcaire*. "Karstologia-Mémoires n°3", Association Française de Karstologie et Fédération Française de Spéléologie, La Ravoire, 731 p.
- Maire, R. et Pomel, S. (1994). Karst geomorphology and environment. *Groundwater ecology*, Academic Press, pp. 129–155.
- Mangerud, J. (1991). The Last Interglacial/Glacial cycle in Northern Europe. In: L. C. K. Shane et E. J. Cushing (Eds.), *Quaternary Landscapes*, University of Minnesota Press, Minneapolis, p. 229.
- Martinson, D. G., Pisias, N. G., Hays, J. D., Imbrie, J., Moore, T. C., Jr. et Shackleton, N. J. (1987). Age dating and the orbital theory of the ice ages: development of a high-resolution 0 to 300,000-year chronostratigraphy. *Quaternary Research*, 27, 1–29.
- Maslin, M., Sarnthein, M. et Knaack, J. J. (1996). Subtropical eastern Atlantic climate during the Eemian. *Naturwissenschaften*, 83, 122–126.
- Maslin, M. et Tzedakis, C. (1996). Sultry Last Interglacial gets sudden chill. *EOS*, 77 (37), 353–354.
- Maslin, M., Sarnthein, M., Knaack, J. J., Grootes, P. et Tzedakis, C. (1998). Intra-interglacial cold events: an Eemian-Holocene comparison. In: A. Cramp, C. J. MacLeod, S. V. Lee et E. J. W. Jones (Eds.), *Geological Evolution of Ocean Basins: Results from the Ocean Drilling Program*, vol. 131, Geological Society, London, pp. 91–99.
- Matilla, K. (2001). *Contribution à l'étude des industries du Paléolithique moyen de l'abri Bourgeois-Delaunay (La Chaise-de-Vouthon, Charente)*. *La matériel en quartz et autres roches de la couche 9 (fouilles A. Debénath, 1967-1983)*. DEA, Université de Perpignan, Perpignan.

- Matilla, K. (2002). Premiers résultats sur l'étude du matériel en quartz, en roches métamorphiques et magmatiques de gisements charentais du Paléolithique moyen. Abri Bourgeois-Delaunay (La Chaise-de-Vouthon, Charente), couche 9 (fouilles A. Debénath 1967-1983). *Bulletin de la Société Préhistorique française*, 99, 375–377.
- Matilla, K. (2004). *Contribution à l'étude des industries de La Chaise-de-Vouthon, Charente, techno-typologie et techno-économie du matériel sur galet, fouilles David (1936-1961), fouilles A. Debénath (1967-1983)*. Thèse de doctorat, Université de Perpignan, Perpignan, 339 p.
- Matthews, A., Ayalon, A. et Bar-Matthews, M. (2000). D/H ratios of fluid inclusions of Soreq cave (Israel) speleothems as a guide to the Eastern Mediterranean Meteoric Line relationships in the last 120 ky. *Chemical Geology*, 166, 183–191.
- Maury, G. (1993). Historique des travaux, explorations spéléologiques. In: J. Jaubert et J. P. Brugal (Dir.), *Coudoulous I, Grotte de Coudoulous II (Tour-de-Faure, Lot), Sites du Paléolithique inférieur et moyen, Rapport de fouille programmée*. Service Régional de l'Archéologie de Midi-Pyrénées, Toulouse, pp. 12–13.
- McCrea, J. M. (1950). On the isotopic chemistry of carbonates and a paleotemperature scale. *Journal of Chemical Physics*, 18, 849–857.
- McCulloch, M. T., Tudhope, A. W., Esat, T. M., Mortimer, G. E., Chappell, J., Pillans, B., Chivas, A. R. et Omura, A. (1999). Coral record of equatorial sea-surface temperatures during the penultimate deglaciation at Huon Peninsula. *Science*, 283, 202–204.
- McDermott, F., Frisia, S., Huang, Y., Longinelli, A., Spiro, B., Heaton, T. H. E., Hawkesworth, C. J., Borsato, A., Keppens, E., Fairchild, I. J., Van der Borg, K., Verheyden, S. et Selmo, E. (1999). Holocene climate variability in Europe: Evidence from $\delta^{18}\text{O}$, textural and extension-rate variations in three speleothems. *Quaternary Science Reviews*, 18, 1021–1038.
- McDermott, F., Mattey, D. P. et Hawkesworth, C. (2001). Centennial-scale Holocene climate variability revealed by a high-resolution speleothem $\delta^{18}\text{O}$ record from SW Ireland. *Science*, 294, 1328–1331.
- McDermott, F. (2004). Paleo-climate reconstruction from stable isotope variations in speleothems: a review. *Quaternary Science Reviews*, 23, 901–918.
- McGarry, S., Bar-Matthews, M., Matthews, A., Vaks, A., Schilman, B. et Ayalon, A. (2004). Constraints on hydrological and paleotemperature variations in the Eastern Mediterranean region in the last 140 ka given by the δD values of speleothem fluid inclusions. *Quaternary Science Reviews*, 23, 919–934.
- McGarry, S. F. et Baker, A. (2000). Organic acid fluorescence: applications to speleothem palaeoenvironmental reconstruction. *Quaternary Science Reviews*, 19, 1087–1101.
- McGarry, S. F. et Caseldine, C. (2004). Speleothem palynology: an underevaluated tool in Quaternary studies. *Quaternary Science Reviews*, 23, 2389–2404.
- McKenzie, J. A. (1981). Holocene dolomitization of calcium carbonate sediments from the coastal sabkhas of Abu Dhabi U.A.E.: a stable isotope study. *Journal of Geology*, 89, 185–198.
- McManus, J. F., Bond, G. C., Broecker, W. S., Johnsen, S., Labeyrie, L. et Higgins, S. (1994). High-resolution climate records from the North Atlantic during the Last Interglacial. *Nature*, 371, 326–329.
- McMillan, E. A., Fairchild, I. J., Frisia, S., Borsato, A. et McDermott, F. (2005). Annual trace element cycles in calcite-aragonite speleothems: evidence of drought in the western Mediterranean 1200–1100 yr BP. *Journal of Quaternary Science*, 20 (5), 423–433.
- Mickler, P. J., Banner, J. L., Stern, L., Asmerom, Y., Edwards, R. L. et Ito, E. (2004). Stable isotope variations in modern tropical speleothems: Evaluating equilibrium vs. kinetic isotope effects. *Geochimica et Cosmochimica Acta*, 68 (21), 4381–4393.
- Mickler, P. J., Stern, L. A. et Banner, J. L. (2006). Large kinetic isotope effects in modern speleothems. *Bulletin of the Geological Society of America* 118 (1–2), 65–68.
- Moore, G. W. (1952). Speleothem, a new cave term. *The National Speleological Society News*, 10 (6), 2.
- Moore, G. W. et Sullivan, G. N. (1978). *Speleology*. 2nd ed., Zephyrus Press Inc., Teaneck, New Jersey.
- Morse, J. W. et Bender, M. L. (1990). Partition coefficients in calcite: Examination of factors influencing the validity of experimental results and their application to natural systems. *Chemical Geology*, 82, 265–277.
- Mucci, A. et Morse, J. W. (1983). The incorporation of Mg^{2+} and Sr^{2+} into calcite overgrowths: influences of growth rate and solution composition. *Geochimica et Cosmochimica Acta*, 47 (2), 217–233.
- Mucci, A. (1987). Influence of temperature on the composition of magnesian calcite overgrowths precipitation from seawater. *Geochimica et Cosmochimica Acta*, 51, 1977–1984.
- Müller, H. (1974). Pollenanalytische untersuchungen und jahresschichtenzählung an der eem-zeitlichen Kieselgur von Bispingen/Luhe. *Geologische Jahrbuch*, series A 21, 57–67.
- Musgrove, M. L. et Banner, J. L. (2004). Controls on the spatial and temporal variability of vadose dripwater geochemistry: Edwards Aquifer, central Texas. *Geochimica et Cosmochimica Acta*, 68 (5), 1007–1020.
- Nicod, J. (1972). *Pays et paysages du calcaires*. Presses Universitaires de France, Paris, 244 p.

- Niggemann, S., Mangini, A., Richter, D. K. et Wurth, G. (2003). A paleoclimate record of the last 17,600 years in stalagmites from the B7 cave, Sauerland, Germany. *Quaternary Science Reviews*, 22, 555–567.
- Nordt, L. C., Boutton, T. W., Jacob, J. S. et Mandel, R. D. (2002). C₄ plant productivity and climate-CO₂ variations in south-central Texas during the Late Quaternary. *Quaternary Research*, 58, 182–188.
- NorthGRIP members (2004). High resolution climate record of the Northern Hemisphere climate extending into the Last Interglacial period. *Nature*, 431, 147–151.
- O'Leary, M. H. (1981). Carbon isotope fractionation in plants. *Phytochemistry*, 20, 553–567.
- O'Neil, J. R. et Epstein, S. (1966). Oxygen isotope fractionation in the system dolomite-calcite-carbon dioxide. *Science*, 152, 198–201.
- O'Neil, J. R., Clayton, R. N. et Mayeda, T. K. (1969). Oxygen isotope fractionation in divalent metal carbonates. *Journal of Chemical Physics*, 51 (12), 5547–5558.
- Ode, D. J. et Tieszen, L. J. (1980). The seasonal contribution of C₃ and C₄ plant species to primary production in a mixed prairie. *Ecology*, 61, 1304–1311.
- Onac, B. P. et Lauritzen, S. E. (1996). The climate of the last 150,000 years recorded in speleothems: preliminary results from North-Western Romania. *Theoretical and Applied Karstology*, 9, 9–21.
- Onac, B. P., Constantin, S., Lundberg, J. et Lauritzen, S. E. (2002). Isotopic climate record in a Holocene stalagmite from Ursilor Cave (Romania). *Journal of Quaternary Science*, 17 (4), 319–327.
- Oppo, D. W., Horowitz, M. et Lehman, S. J. (1997). Marine core evidence for reduced deep water production during Termination II followed by a relatively stable substage 5e (Eemian). *Paleoceanography*, 12 (1), 51–63.
- Pack, S. M., Miller, G. H., Fogel, M. L. et Spooner, N. A. (2003). Carbon isotopic evidence for increased aridity in northwestern Australia through the Quaternary. *Quaternary Science Reviews*, 22, 629–643.
- Paquereau, M. M. (1976). Flores des deux derniers interglaciaires dans le Sud-Ouest de la France. *L'Anthropologie*, 80 (2), 201–228.
- Paquereau, M. M. (1979). Documents palynologiques du Pléistocène moyen dans le Sud-Ouest de la France. *Quaternaria*, 21, 17–43.
- Paquette, J. et Reeder, R. J. (1995). Relationship between surface structure, growth mechanism, and trace element incorporation in calcite. *Geochimica et Cosmochimica Acta*, 59 (4), 735–749.
- Pearcy, R. W. et Ehleringer, J. R. (1984). Comparative ecophysiology of C₃ and C₄ plants. *Oecologia*, 7, 1–13.
- Pérez-Folgado, M., Sierro, F. J., Flores, J. A., Grimalt, J. O. et Zahn, R. (2004). Paleoclimatic variations in foraminifer assemblages from the Alboran Sea (Eastern Mediterranean) during the last 150 ka in ODP Site 977. *Marine Geology*, 212, 113–131.
- Perrette, Y., Delannoy, J. J., Genty, D., Destombes, J. L. et Quinif, Y. (1997). Enregistrement de l'activité charbonnière dans les spéléothèmes de Choranche (Vercors, France). *Proceedings of the 12th International Congress of Speleology, La Chaux-de-Fonds*, 1, 61–64.
- Perrette, Y. (1998). La validité spatiale des informations contenues dans la structure interne des spéléothèmes. *Etudes de Géographie Physique, Supplément au n° XXVII*, 35–44.
- Perrette, Y. (2000). *Etude de la structure interne des stalagmites : contribution à la connaissance géographique des évolutions environnementales du Vercors (France). Développement et application d'une approche multiparamètre des archives stalagmitiques*. Thèse de doctorat, Université de Savoie, Chambéry, 324 p.
- Petit, J. R., Jouzel, J., Raynaud, D., Barkov, N. I., Barnola, J.M., Basile, I., Benders, M., Chappellaz, J., Davis, M., Delaygue, G., Delmotte, M., Kotlyakov, V. M., Legrand, M., Lipenkov, V. Y., Lorius, C., Pépin, L., Ritz, C., Saltzman, E. et Stievenard, M. (1999). Climate and atmospheric history of the past 420,000 years from the Vostok ice core, Antarctica. *Nature*, 399, 429–436.
- Pickett, D. A., Murrell, M. T. et Williams, R. W. (1994). Determination of femtogram quantities of protactinium in geologic samples by thermal ionization mass spectrometry. *Analytical Chemistry*, 66, 1044–1049.
- Pilcher, J. R. (2002). The use of tephra in linking stratigraphic sequences between sites and archives. *First ESF-HOLLVAR workshop, Combining climate proxies, Lammi Biological Station, Finland, April 17–20th 2002*.
- Piveteau, J. (1970). Les grottes de La Chaise (Charente). L'homme de l'abri Suard. *Annales de paléontologie (vertébrés)*, LVI (2), 167–199.
- Plagnes, V., Causse, C., Genty, D., Paterne, M. et Blamart, D. (2002). A discontinuous climatic record from 187 to 74 ka from a speleothem of the Clamouse Cave (south of France). *Earth and Planetary Science Letters*, 201, 87–103.
- Pons-Branchu, E. (2001). *Datation haute résolution de spéléothèmes (²³⁰Th/²³⁴U et ²²⁶Ra/²³⁸U)*. Application aux reconstitutions environnementales autour des sites du Gard et de Meuse / Haute Marne. Thèse de doctorat, Université d'Aix-Marseille 3, 216 p.

- Pons, A., Guiot, J., De Beaulieu, J. L. et Reille, M. (1992). Recent contributions to the climatology of the last glacial-interglacial cycle based on french pollen sequences. *Quaternary Science Reviews*, 11, 439–448.
- Quade, J. et Cerling, T. E. (1995). Expansion of C₄ grasses in the Late Miocene of Northern Pakistan: evidence from stable isotopes in paleosols. *Palaeogeography, Palaeoclimatology, Palaeoecology*, 115, 91–116.
- Quinif, Y., Genty, D. et Maire, R. (1994). Les spéléothèmes : un outil performant pour les études paléoclimatiques. *Bulletin de la Société géologique de France*, 165 (6), 603–612.
- Quinif, Y. et Maire, R. (1998). Pleistocene deposits in Pierre Saint-Martin Cave, French Pyrenees. *Quaternary Research*, 49, 37–50.
- Railsback, L. B., Brook, G. A., Chen, J., Kalin, R. et Fleisher, C. J. (1994). Environmental controls on the petrology of a late Holocene speleothem from Bostwana with annual layers of aragonite and calcite. *Journal of Sedimentary Research*, A64 (1), 147–155.
- Railsback, L. B., Dabous, A. A., Osmond, J. K. et Fleisher, C. J. (2002). Petrographic and geochemical screening of speleothems for U-series dating: an example from recrystallized speleothems from Wadi Sannur cavern, Egypt. *Journal of Cave and Karst studies*, 64 (2), 108–116.
- Rasmussen, T. L., Thomsen, E., Kuijpers, A. et Wastergård, S. (2003). Late warming and early cooling of the sea surface in the Nordic seas during MIS 5e (Eemian Interglacial). *Quaternary Science Reviews*, 22, 809–821.
- Reeder, R. J. (1983). Crystal chemistry of the rhombohedral carbonates. *Review of Mineralogy*, 11, 1–47.
- Reille, M. et De Beaulieu, J. L. (1995). Long Pleistocene pollen records from the Praclaux crater, south-central France. *Quaternary Research*, 44, 205–215.
- Reille, M., Andrieu, V., De Beaulieu, J. L., Guenet, P. et Goeury, C. (1998). A long pollen record from Lac du Bouchet, Massif Central, France: for the period ca 325 to 100 ka BP (OIS 9c to OIS 5e). *Quaternary Science Reviews*, 17, 1107–1123.
- Richards, D. A., Bottrell, S. H., Cliff, R. A. et Ströhle, K. D. (1996). U-Pb dating of Quaternary age speleothems. In: S. E. Lauritzen (Ed.) *Climate Change: The Karst Record, Proceedings of the symposium in Bergen, Norway*, vol. Special Publication n°2, Karst Waters Institute, pp. 136–137.
- Rimstidt, J. D., Balog, A. et Webb, J. (1998). Distribution of trace elements between carbonate minerals and aqueous solutions. *Geochimica et Cosmochimica Acta*, 62 (11), 1851–1863.
- Rioual, P., Andrieu-Ponel, V., Rietti-Shati, M., Battarbee, R. W., de Beaulieu, J. L., Cheddadi, R., Reille, M., Svobodova, H. et Shemesh, A. (2001). High-resolution record of climate stability in France during the last interglacial period. *Nature*, 413, 293–296.
- Roberts, M. S., Smart, P. L. et Baker, A. (1998). Annual trace element variations in a Holocene speleothem. *Earth and Planetary Science Letters*, 154, 237–246.
- Roberts, M. S., Smart, P. L., Hawkesworth, C. J., Perkins, W. T. et Pearce, N. J. G. (1999). Trace element variations in coeval Holocene speleothems from GB Cave, southwest England. *The Holocene*, 9 (6), 707–713.
- Romanek, C. S., Grossman, E. L. et Morse, J. W. (1992). Carbon isotopic fractionation in synthetic aragonite and calcite: Effects of temperature and precipitation rate. *Geochimica et Cosmochimica Acta*, 56 (1), 419–430.
- Rousseau, D. D., Hatté, C., Guiot, J., Duzer, D., Schevin, P. et Kukla, G. (2006). Reconstruction of the Grande Pile Eemian using inverse modeling of biomes and $\delta^{13}\text{C}$. *Quaternary Science Reviews*, in press.
- Rowe, P. J., Atkinson, T. C. et Dennis, P. F. (1998-1999). A stable isotope record from fluid inclusions in a Holocene speleothem from southwest Britain. *Theoretical and Applied Karstology*, 11–12, 9–16.
- Rozanski, K. et Dulinski, M. (1987). Deuterium content of European Palaeowaters as inferred from isotopic composition of fluid inclusions trapped in carbonate cave deposits. *IAEA-SM-299/99*, 565-578.
- Rozanski, K., Araguás-Araguás, L. et Gonfiantini, R. (1993). Isotopic patterns in modern global precipitation. In: P. K. Swart, K. C. Lohmann, J. McKenzie et S. Savin (Eds.), *Climate change in continental isotopic records*, "Geophysical Monograph", vol. 78, American Geophysical Union, Washington, D.C., pp. 1–36.
- Rubinson, M. et Clayton, R. N. (1969). Carbon-13 fractionation between aragonite and calcite. *Geochimica et Cosmochimica Acta*, 33, 997–1002.
- Rundel, P. W. (1980). The ecological distribution of C₃ and C₄ grasses in the Hawaiian Islands. *Oecologia*, 45, 354–359.
- Salomon, J. N. (2000). *Précis de karstologie*. "Collection "Scieteren"", Presses Universitaires de Bordeaux, Pessac, 251 p.
- Salomons, W. et Mook, W. G. (1986). Isotope geochemistry of carbonates in the weathering zone. In: P. Fritz et J. C. Fontes (Eds.), *Handbook of Environmental Isotope Geochemistry*, vol. 2. The terrestrial environment, B, Elsevier, Amsterdam, pp. 239–269.

- Sánchez Goñi, M. F. (1996). Les changements climatiques du Paléolithique supérieur. Enquête sur le rapport entre paléoclimatologie et préhistoire. *Zephyrus*, 49, 3–36.
- Sánchez Goñi, M. F., Eynaud, F., Turon, J. L. et Shackleton, N. J. (1999). High resolution palynological record off the Iberian margin: direct land-sea correlation for the Last Interglacial complex. *Earth and Planetary Science Letters*, 171, 123–137.
- Sánchez Goñi, M. F., Turon, J. L., Eynaud, F., Shackleton, N. J. et Cayre, O. (2000). Direct land/sea correlation of the Eemian, and its comparison with the Holocene: a high-resolution palynological record off the Iberian margin. *Geologie en Mijnbouw/Netherlands Journal of Geosciences*, 79 (2/3), 345–354.
- Sánchez Goñi, M. F., Loutre, M. F., Crucifix, M., Peyron, O., Santos, L., Duprat, J., Malaizé, B., Turon, J. L. et Peypouquet, J. P. (2005). Increasing vegetation and climate gradient in Western Europe over the Last Glacial Inception (122-110 ka): data-model comparison. *Earth and Planetary Science Letters*, 231, 111–130.
- Sarnthein, M. et Tiedemann, R. (1990). Younger Dryas-style cooling events at Glacial terminations I-IV at ODP Site 658: associated benthic $\delta^{13}\text{C}$ anomalies constrain meltwater hypothesis. *Paleoceanography*, 5 (6), 1041–1055.
- Szwarcz, H. P., Harmon, R. S., Thompson, P. et Ford, D. C. (1976). Stable isotope studies of fluid inclusions in speleothems and their paleoclimatic significance. *Geochimica et Cosmochimica Acta*, 40, 657–665.
- Szwarcz, H. P., Blackwell, B., Goldberg, P. et Marks, A. E. (1979). Uranium series dating of travertine from archaeological sites, Nahal Zin, Israel. *Nature*, 277 (5697), 558–560.
- Szwarcz, H. P. et Debénath, A. (1979). Datation absolue des restes humains de la Chaise-de-Vouthon (Charente) au moyen du déséquilibre des séries de l'uranium. *Comptes-rendus de l'Académie des sciences de Paris*, 288, 1155–1157.
- Szwarcz, H. P., Gascoyne, M. et Harmon, R. S. (1982). Applications of U-series dating to problems of Quaternary climate. In: M. Ivanovich et R. S. Harmon (Eds.), *Uranium-series disequilibrium - applications to environmental problems*, Oxford University Press, Oxford, pp. 326–350.
- Szwarcz, H. P. (1986). Geochronology and isotopic geochemistry of speleothems. In: P. Fritz et J. C. Fontes (Eds.), *Handbook of environmental isotope geochemistry: the terrestrial environment, part B*, vol. 2, Elsevier, Amsterdam, New York, pp. 271–303.
- Seidenkrantz, M. S. (1993). Benthic foraminiferal and stable isotope evidence for a "Younger Dryas-style" cold spell at the Saalian-Eemian transition, Denmark. *Palaeogeography, Palaeoclimatology, Palaeoecology*, 102, 103–120.
- Seidenkrantz, M. S. et Knudsen, K. L. (1997). Eemian climatic and hydrographical instability on a marine shelf in Northern Denmark. *Quaternary Research*, 47, 218–234.
- Shackleton, N. J. et Opdycke, N. D. (1973). Oxygen isotope and paleomagnetic stratigraphy of equatorial Pacific core V28-238: oxygen isotope temperatures and ice volumes on a 10^3 year and 10^6 year scale. *Quaternary Research*, 3 (1), 39–55.
- Shackleton, N. J., Chapman, M., Sánchez Goñi, M. F., Pailler, D. et Lancelot, Y. (2002). The classic marine isotope substage 5e. *Quaternary Research*, 58, 14–16.
- Shackleton, N. J., Sánchez Goñi, M. F., Pailler, D. et Lancelot, Y. (2003). Marine isotope substage 5e and the Eemian interglacial. *Global and Planetary Change*, 36, 151–155.
- Sheppard, S. M. F. et Szwarcz, H. P. (1970). Fractionation of carbon and oxygen isotopes and magnesium during coexisting metamorphic calcite and dolomite. *Contrib. Mineral. Petrol.*, 26, 161–198.
- Shopov, Y. Y. et Merdendjiev, V. (1990). Microzonality of luminescence of cave flowstones as a new indirect index of solar activity. *Comptes Rendus de l'Académie Bulgare des Sciences*, 43 (7), 9–12.
- Shopov, Y. Y., Ford, D. C. et Szwarcz, H. P. (1994). Luminescent microbanding in speleothems: high-resolution chronology and paleoclimate. *Geology*, 22, 407–410.
- Shopov, Y. Y. (1997). Luminescence of cave minerals. In: C. Hill et P. Forti (Eds.), *Cave Minerals of the World*, National Speleological Society, Huntsville, Alabama, USA, pp. 244–248.
- Shopov, Y. Y. (2004a). 20 years of speleothem paleoluminescence records of environmental changes: an overview. *International Journal of Speleology*, 33 (1/4), 5–17.
- Shopov, Y. Y. (2004b). Activators of luminescence in speleothems as source of major mistakes in interpretation of luminescent paleoclimatic records. *International Journal of Speleology*, 33 (1/4), 25–33.
- Shopov, Y. Y., Stoykova, D., Tsankov, L., Sanabria, M., Georgieva, D., Ford, D. et Georgiev, L. (2004). Influence of solar luminosity over geomagnetic and climatic cycles as derived from speleothems. *International Journal of Speleology*, 33 (1/4), 19–24.
- Smart, P. L., Smith, B. W., Chandra, H., Andrews, J. N. et Symons, M. C. R. (1988). An intercomparison of ESR and uranium series ages for Quaternary speleothem calcites. *Quaternary Science Reviews*, 7, 411–416.

- Smith, B. W. et Epstein, S. (1971). Two categories of $^{13}\text{C}/^{12}\text{C}$ ratio for higher plants. *Plant Physiology*, 47, 380–384.
- Speer, J. A. (1983). Crystal chemistry and phase relations of orthorhombic carbonates. *Review of Mineralogy*, 11, 145–225.
- Spötl, C. et Mangini, A. (2002). Stalagmite from the Austrian Alps reveals Dansgaard-Oeschger events during isotope stage 3: implications for the absolute chronology of Greenland ice cores. *Earth and Planetary Science Letters*, 203, 507–518.
- Spötl, C., Mangini, A., Frank, N., Eichstädter, R. et Burns, S. J. (2002). Start of the last interglacial period at 135 ka: Evidence from a high Alpine speleothem. *Geology*, 30 (9), 815–818.
- Stirling, C. H., Esat, T. M., Lambeck, K. et McCulloch, M. T. (1998). Timing and duration of the Last Interglacial: evidence for a restricted interval of widespread coral reef growth. *Earth and Planetary Science Letters*, 160, 745–762.
- Stuiver, M., Grootes, P. M. et Braziunas, T. F. (1995). The GISP2 $\delta^{18}\text{O}$ climate record of the past 16,500 years and the role of the sun, ocean, and volcanoes. *Quaternary Research*, 44, 341–354.
- Talma, A. S. et Vogel, J. C. (1992). Late Quaternary paleotemperatures derived from a speleothem from Cango Caves, Cape Province, South Africa. *Quaternary Research*, 37 (2), 203–213.
- Tarutani, T., Clayton, R. N. et Mayeda, T. K. (1969). The effect of polymorphism and magnesium substitution on oxygen isotope fractionation between calcium carbonate and water. *Geochimica et Cosmochimica Acta*, 33, 987–996.
- Teeri, J. A. et Stowe, L. G. (1976). Climatic patterns and the distribution of C4 grasses in north America. *Oecologia*, 23, 1–12.
- Tesoriero, A. J. et Pankow, J. F. (1996). Solid solution partitioning of Sr^{2+} , Ba^{2+} , and Cd^{2+} to calcite. *Geochimica et Cosmochimica Acta*, 60 (6), 1053–1063.
- Texier, J. P. (2000). A propos des processus de formation des sites préhistoriques. *Paléo*, 12, 379–386.
- Texier, J. P. (2001). Sédimentogénèse des sites préhistoriques et représentativité des datations numériques. In: J. N. Barrandon, P. Guibert et V. Michel (Eds.), *Datation, XXI^e rencontres internationales d'archéologie et d'histoire d'Antibes, APDCA, Antibes, 2001*, 159–175.
- Texier, J. P., Kervazo, B., Lenoble, A. et Nespoulet, R. (2004). *Sédimentogénèse des sites préhistoriques classiques du Périgord*. ASF, 69 p.
- Thompson, P., Schwarcz, H. P. et Ford, D. C. (1974). Continental Pleistocene climatic variations from speleothem age and isotopic data. *Science*, 184, 893–895.
- Thouveny, N., de Beaulieu, J. L., Bonifay, E., Creer, K. M., Guiot, J., Icole, M., Johnsen, S., Jouzel, J., Reille, M., Williams, D. et Williamson, D. (1994). Climate variations in Europe over the past 140 kyr deduced from rock magnetism. *Nature*, 371, 503–506.
- Tieszen, L. J., Senyimba, M. M., Imbamba, S. K. et Troughton, J. H. (1979). The distribution of C₃ and C₄ grass species along an altitudinal and moisture gradient in Kenya. *Oecologia*, 37, 337–350.
- Tournepeiche, J. F. (1998). *Géologie de la Charente, histoire des terrains sédimentaires du Nord du Bassin Aquitain*. GERMA, Angoulême, 141 p.
- Turner, C. et West, R. G. (1968). The subdivision and zonation of interglacial periods. *Eiszeitalter und Gegenwart*, 19, 93–101.
- Turner, C. (1982). Kinetic fractionation of carbon-13 during calcium carbonate precipitation. *Geochimica et Cosmochimica Acta*, 46, 1183–1191.
- Turner, C. (2002). Problems of the duration of the Eemian Interglacial in Europe North of the Alps. *Quaternary Research*, 58, 45–48.
- Turon, J. L., Lézine, A. M. et Denèfle, M. (2003). Land-sea correlations for the last glaciation inferred from a pollen and dinocyst record from the Portuguese margin. *Quaternary Research*, 59 (1), 88–96.
- Tzedakis, C. (2003). Timing and duration of Last Interglacial conditions in Europe: a chronicle of a changing chronology. *Quaternary Science Reviews*, 22, 763–768.
- Tzedakis, P. C., Andrieu, V., de Beaulieu, J. L., Crowhurst, S., Follieri, M., Hooghiemstra, H., Magri, D., Reille, M., Sadori, L., Shackleton, N. J. et Wijmstra, T. A. (1997). Comparison of terrestrial and marine records of changing climate of the last 500,000 years. *Earth and Planetary Science Letters*, 150, 171–176.
- Tzedakis, P. C., Frogley, M. R. et Heaton, T. H. E. (2002). Duration of Last Interglaciation conditions in Northwestern Greece. *Quaternary Research*, 58, 53–55.
- Tzedakis, P. C., Frogley, M. R. et Heaton, T. H. E. (2003). Last Interglacial conditions in southern Europe: evidence from Ionnina, northwest Greece. *Global and Planetary Change*, 36, 157–170.
- Urey, H. C. (1947). The thermodynamic properties of isotopic substances. *Journal of the Chemical Society*, 562–581.
- Uzdowski, E. et Hoefs, J. (1993). Oxygen isotope exchange between carbonic acid, bicarbonate, carbonate and water: a re-examination of the data of Mc Crea (1950) and an expression for the overall partitioning of between the carbonate species and water. *Geochimica et Cosmochimica Acta*, 57, 3813–3815.

- Vaks, A., Bar-Matthews, M., Ayalon, A., Schilman, B., Gilmour, M., Hawkesworth, C., Frumkin, A., Kaufman, A. et Matthews, A. (2003). Paleoclimate reconstruction based on the timing of speleothem growth and oxygen and carbon isotope composition in a cave located in the rain shadow in Israel. *Quaternary Research*, 59, 182–193.
- Valladas, H., Mercier, N., Falguères, C. et Bahain, J. J. (1999). Contribution des méthodes nucléaires à la chronologie des cultures paléolithiques entre 300 000 et 35 000 ans BP. *Gallia Préhistoire*, 41, 153–166.
- Valladas, H. et Mercier, N. (2002). Les méthodes de datation par la luminescence. In: J. C. Miskovsky (Ed.) *Géologie de la Préhistoire : méthodes, techniques, applications*, GEOPRE, Presses universitaires de Perpignan, Paris, pp. 1209–1229.
- Valladas, H. et Mercier, N. (2005). Les méthodes de la géochronologie. In: O. Dutour, J. J. Hublin et B. Vandermeersch (Eds.), *Objets et méthodes en paléoanthropologie*, Comité des Travaux Historiques et Scientifiques, pp. 395–404.
- van der Plicht, J., Beck, J. W., Bard, E., Baillie, M. G. L., Blackwell, P. G., Buck, C. E., Friedrich, M., Guilderson, T. P., Hughen, K. A., Kromer, B., McCormac, F. G., Bronk Ramsey, C., Reimer, P. J., Reimer, R. W., Remmele, S., Richards, D. A., Southon, J. R., Stuiver, M. et Weyhenmeyer, C. E. (2004). NOTCAL04 – Comparison/calibration ^{14}C records 26–50 cal kyr BP. *Radiocarbon*, 46 (3), 1–14.
- Van Kolschoten, T. et Gibbard, P. L. (2000). The Eemian - Local sequences, global perspectives: introduction. *Geologie en Mijnbouw/Netherlands Journal of Geosciences*, 79 (2/3), 129–133.
- Van Kolschoten, T., Gibbard, P. L. et Knudsen, K. L. (2003). The Eemian Interglacial: a global perspective. Introduction. *Global and Planetary Change*, 36, 147–149.
- van Leeuwen, R. J. W., Beets, D. J., Bosch, J. H. A., Burger, A. W., Cleveringa, P., van Harten, D., Hengreen, G. F. W., Kruk, R. W., Langereis, C. G., Meijer, T., Pouwer, R. et de Wolf, H. (2000). Stratigraphy and integrated facies analysis of the Saalian and Eemian sediments in the Amsterdam-Terminal borehole, the Netherlands. *Geologie en Mijnbouw/Netherlands Journal of Geosciences*, 79, 161–196.
- Van Vliet-Lanoë, B. (1986). Le pédocomplexe du dernier interglaciaire (de 125 000 à 75 000 BP). Variations de faciès et signification paléoclimatique du sud de la Pologne à l'ouest de la Bretagne. *Bulletin de l'Association Française pour l'Etude du Quaternaire*, 1–2, 129–150.
- Vandycke, S. et Quinif, Y. (1999). Tectonique, contraintes et karst : implications génétiques. In: P. Audra (Ed.), *Karst 99 - Colloque européen, 10–15 septembre 1999, Grands Causses-Vercors. "Etudes de géographie physique"*, supplément n° XXVIII, CAGEP, Université de Provence, 199–204.
- Verheyden, S., Keppens, E. et Quinif, Y. (1999). Reconstruction paléoclimatique basée sur l'analyse isotopique dans les concrétions. *Spéléochronos*, 10, 3–18.
- Verheyden, S., Keppens, E., Fairchild, I. J., McDermott, F. et Weis, D. (2000). Mg, Sr and Sr isotope geochemistry of a Belgian Holocene speleothem: implications for paleoclimate reconstructions. *Chemical Geology*, 169, 131–144.
- Verheyden, S. (2001). *Speleothems as palaeoclimatic archives*. PhD thesis, Vrije Universiteit, Brussel, 131 p.
- Wang, Y. J., Cheng, H., Edwards, R. L., An, Z. S., Wu, J. Y., Shen, C. C. et Dorale, J. A. (2001). A high-resolution absolute-dated late pleistocene monsoon record from Hulu Cave, China. *Science*, 294, 2345–2348.
- Weyhenmeyer, C. E., Burns, S. J., Fleitmann, D., Kramers, J. D., Matter, A., Waber, H. N. et Reimer, P. J. (2003). Changes in atmospheric ^{14}C between 55 and 42 ky BP recorded in a stalagmite from Socotra Island, Indian Ocean. *EOS Transactions AGU*, 84, Fall meeting supplement abstract PP32B-0298.
- White, B. W. (1988). *Geomorphology and hydrology of karst terrains*. Oxford University Press, Oxford, 464 p.
- White, W. B. (1981). Reflectance spectra and color in speleothems. *National Speleological Society Bulletin*, 43, 20–26.
- White, W. B. (1986). Luminescence in cave calcite deposits: A current appraisal. *National Speleological Society Bulletin*, 48, 40.
- White, W. B. et Brennan, E. S. (1989). Luminescence of speleothems due to fluvic acid and other activators. *Proceedings of the 10th International Congress of Speleology*, pp. 212–214.
- White, W. B. (2004). Paleoclimate records from speleothems in limestone caves. In: I. D. Sasowsky et J. Mylroie (Eds.), *Studies of cave sediments - Physical and chemical records of paleoclimate*, Kluwer Academic / Plenum publishers, New York, pp. 135–175.
- Wigley, T. M. L. et Brown, M. C. (1976). The physics of caves. In: D. C. Ford et C. H. D. Cullingford (Eds.), *The science of speleology*, Academic Press, London, pp. 329–358.
- Williams, P. W., Marshall, A., Ford, D. C. et Jenkinson, A. V. (1999). Palaeoclimatic interpretation of stable isotope data from Holocene speleothems of the Waitomo district, North Island, New Zealand. *The Holocene*, 9 (6), 649–657.

- Winograd, I. J. (2002). Evidence from Uranium-series-dated speleothems for the timing of the penultimate deglaciation of Northwestern Europe. *Quaternary Research*, 58, 60–61.
- Woillard, G. (1978). Grande Pile peat bog: A continuous pollen record for the last 140,000 years. *Quaternary Research*, 9, 1–21.
- Woillard, G. (1979). Abrupt end of the last interglacial s.s. in north-east France. *Nature*, 281, 558–562.
- Wurth, G., Niggemann, S., Richter, D. K. et Mangini, A. (2004). The Younger Dryas and Holocene climate record of a stalagmite from Hölloch Cave (Bavarian Alps, Germany). *Journal of Quaternary Science*, 19 (3), 291–298.
- Yang, J., Chen, J., An, Z., Shields, G., Tao, X., Zhu, H., Ji, J. et Chen, Y. (2000). Variations in $^{87}\text{Sr}/^{86}\text{Sr}$ ratios of calcites in Chinese loess: a proxy for chemical weathering associated with the East Asian summer monsoon. *Palaeogeography, Palaeoclimatology, Palaeoecology*, 157, 151–159.
- Yang, S. et Ding, Z. (2005). Winter-spring precipitation as the principal control on predominance of C_3 plants in Central Asia over the past 1.77 Myr: Evidence from $\delta^{13}\text{C}$ of loess organic matter in Tajikistan. *Palaeogeography, Palaeoclimatology, Palaeoecology*, 235 (4), 330–339.
- Yonge, C. J. (1982). *Stable isotope studies of water extracted from speleothems*. Ph.D. thesis, McMaster University, Canada, 298 p.
- Yonge, C. J., Ford, D. C., Gray, J. et Schwarcz, H. P. (1985). Stable isotope studies of cave seepage water. *Chemical Geology*, 58, 97–105.
- Yonge, C. J., Goldenberg, L. et Krouse, H. R. (1989). An isotope study of water bodies along a traverse of southwestern Canada. *Journal of Hydrology*, 106, 245–255.
- Yuan, D., Cheng, H., Edwards, R. L., Dykoski, C. A., Kelly, M. J., Zhang, M., Qing, J., Lin, Y., Wang, Y., Wu, J., Dorale, J. A., An, Z. et Cai, Y. (2004). Timing, duration, and transitions of the last interglacial asian monsoon. *Science*, 304, 575–578.
- Zagwijn, W. H. (1961). Vegetation, climate and radiocarbon datings in the Late Pleistocene of the Netherlands. Part 1: Eemian and Early Weichselian. *Mededelingen Geologische Stichting, Nieuwe Serie*, 14, 15–45.
- Zagwijn, W. H. (1996). An analysis of Eemian climate in western and central Europe. *Quaternary Science Reviews*, 15, 451–469.
- Zahn, R. (1994). Core correlations. *Nature*, 371, 289–290.
- Zhao, J. X., Xia, Q. et Collerson, K. D. (2001). Timing and duration of the Last Interglacial inferred from high resolution U-series chronology of stalagmite growth in Southern Hemisphere. *Earth and Planetary Science Letters*, 184, 635–644.
- Zilhão, J. et D'Errico, F. (1999). The chronology and taphonomy of the earliest Aurignacian and its implications for the understanding of Neanderthal extinction. *Journal of World Prehistory*, 13, 1–68.

Liste des Figures

Figure 1.	<i>Les principales formes de concrétionnement dans les grottes (d'après Hill et Forti, 1997).</i>	21
Figure 2.	<i>Mode de croissance des fistuleuses, stalactites, stalagmites et colonnes (d'après Gilly, 1995).</i>	22
Figure 3.	<i>Distribution simplifiée des zones karstiques dans le monde, sources potentielles d'informations paléoclimatiques à partir des spéléothèmes (d'après Bradley, 1999).</i>	23
Figure 4.	<i>Les sédiments endokarstiques (d'après Maire et Pomel, 1994).</i>	24
Figure 5.	<i>Relations entre la croissance des spéléothèmes et la présence d'un pergélisol ou la proximité d'un glacier (d'après Lauritzen, 1995).</i>	25
Figure 6.	<i>Les échanges chimiques classiques conduisant à la précipitation de calcite des spéléothèmes (d'après Holland et al., 1964, modifié par White, 2004).</i>	26
Figure 7.	<i>Histogramme réalisé à partir d'environ 180 datations par Th/U sur des spéléothèmes du nord de l'Angleterre (d'après Gascoyne et Ford, 1984).</i>	28
Figure 8.	<i>Distribution des écosystèmes majeurs dominés par la végétation de type C3 ou C4 (d'après Cerling et Quade, 1993).</i>	47
Figure 9.	<i>Fractionnement des isotopes de l'oxygène durant la condensation de vapeur d'eau à 25°C, selon le modèle de distillation de Rayleigh.</i>	48
Figure 10.	<i>Les spéléothèmes et le cycle météorique (d'après Lauritzen et Lundberg, 1999).</i>	65
Figure 11.	<i>Relations entre les spéléothèmes et les agents extérieurs du système climatique (d'après Fairchild et al., 2006, adapté de Houghton et al. 2001).</i>	65
Figure 12.	<i>Localisation des sites étudiés.</i>	69
Figure 13.	<i>Vue depuis l'intérieur de la grotte Bourgeois-Delaunay.</i>	70
Figure 14.	<i>Plan des cavités de La Chaise de Vouthon (Debénath, 1974).</i>	70
Figure 15.	<i>Stratigraphie de l'abri Bourgeois-Delaunay (Debénath, 1974).</i>	72
Figure 16.	<i>Coupe principale de l'abri Bourgeois-Delaunay.</i>	72
Figure 17.	<i>Localisation des sites étudiés.</i>	78
Figure 18.	<i>Localisation de Coudoulous en Quercy (d'après Jaubert et al., 2005).</i>	78
Figure 19.	<i>Vue de la confluence Lot et Célé, des causses et escarpements et de l'emplacement du site (cliché J. Jaubert).</i>	78
Figure 20.	<i>Vue générale du chantier de Coudoulous (cliché J. Jaubert).</i>	80
Figure 21.	<i>Plan des trois cavités de Coudoulous et emplacement des fouilles (dessin J. Jaubert).</i>	80
Figure 22.	<i>Log stratigraphique schématique de Coudoulous I Nord et Sud (d'après Jaubert et al., 2002).</i>	82
Figure 23.	<i>Vue de l'entrée artificielle de la cavité Coudoulous II (cliché J.P. Brugal).</i>	88
Figure 24.	<i>Coupe principale du remplissage de Coudoulous II (photo extraite de Brugal, 2000, complétée).</i>	89
Figure 25.	<i>Stratigraphie de l'abri Bourgeois-Delaunay (d'après Debénath, 1974) et emplacement des spéléothèmes échantillonnés.</i>	97
Figure 26.	<i>Plan simplifié des grottes de La Chaise (d'après Debénath, 1974) et emplacement des échantillonnages.</i>	98
Figure 27.	<i>Plan simplifié du site de Coudoulous (d'après Jaubert et al., en prép.) et emplacement des échantillonnages.</i>	99
Figure 28.	<i>Stratigraphie de Coudoulous I et emplacement du spéléothème échantillonné (d'après Jaubert et al., 2002).</i>	100
Figure 29.	<i>Photo de Coudoulous I Sud et emplacement du spéléothème échantillonné (cliché J. Jaubert).</i>	100
Figure 30.	<i>Photo de la coupe principale de Coudoulous II et emplacement du spéléothème échantillonné (cliché J.P. Brugal, 2000).</i>	101
Figure 31.	<i>Représentation schématique des principales fabriques cristallines de la calcite dans les spéléothèmes.</i>	105
Figure 32.	<i>Loi de Bragg.</i>	110
Figure 33.	<i>Montage de Bragg-Brentano.</i>	111
Figure 34.	<i>Diffractogrammes (issus de la base de données) des espèces de carbonates les plus fréquentes dans les spéléothèmes.</i>	111
Figure 35.	<i>Schéma simplifié d'un ICP-AES.</i>	112
Figure 36.	<i>Principes de fonctionnement du spectromètre de masse à triple collection.</i>	116
Figure 37.	<i>Extraction chimique de l'uranium et du thorium des échantillons de calcite (I).</i>	122
Figure 38.	<i>Extraction chimique de l'uranium et du thorium des échantillons de calcite (II).</i>	123

Figure 39.	Extraction chimique de l'uranium et du thorium des échantillons de calcite (III).....	124
Figure 40.	Extraction chimique de l'uranium et du thorium des échantillons de calcite (IV).....	125
Figure 41.	Extraction chimique de l'uranium et du thorium des échantillons de calcite (V).....	126
Figure 42.	Section polie de la stalagmite BDinf et du fragment contigu de plancher BDinf2.....	130
Figure 43.	Schéma de la stratigraphie de BDinf et BDinf2.....	130
Figure 44.	Surface supérieure émoussée de BDinf.....	131
Figure 45.	Section polie de BDinf au niveau de la surface d'érosion supérieure.....	131
Figure 46.	Schéma de croissance et textures de BDinf et BDinf2.....	133
Figure 47.	Distribution sur la section polie du plancher BDinf2 des lentilles de cristaux colonnaires associées à une forte porosité intercrystalline et interprétées comme des mini gours.....	133
Figure 48.	Transition entre texture laiteuse compacte et laiteuse poreuse à vacuoles.....	134
Figure 49.	Intercalation de lamines à porosité intercrystalline visible à l'œil nu au sein d'une calcite à dominante sombre.....	134
Figure 50.	Vacuole située dans l'axe de croissance, probablement due au piégeage d'eau.....	134
Figure 51.	Texture blanche poreuse à mini-gours se développant latéralement par rapport à la stalagmite de BDinf, à l'approche du plancher.....	134
Figure 52.	Fabrique colonnaire allongée compacte de BDinf2 et fine discontinuité de croissance.....	137
Figure 53.	Aiguilles d'aragonite développées sur des particules détritiques au niveau d'une fine discontinuité de croissance de BDinf.....	137
Figure 54.	Amas de particules argileuses au niveau d'une discontinuité de croissance de BDinf, coiffés d'aiguilles d'aragonite puis de calcite d'apparence scalénoédrique précédant la reprise de la cristallisation colonnaire.....	137
Figure 55.	Lamines poreuses dans la zone axiale de la stalagmite BDinf.....	137
Figure 56.	Fabrique colonnaire allongée de BDinf2.....	138
Figure 57.	Discontinuité (D2) interrompant la croissance des cristaux colonnaires de BDinf2.....	138
Figure 58.	Dernière discontinuité de croissance dans BDinf2.....	138
Figure 59.	Mini-gour au sein des cristaux colonnaires allongés de BDinf2.....	139
Figure 60.	Mini-gour sur la section polie de BDinf2.....	139
Figure 61.	Terminaisons des cristaux colonnaires dans la lumière d'un mini-gour.....	139
Figure 62.	Mini-gour au sein des cristaux colonnaires allongés de BDinf2.....	139
Figure 63.	Emplacement des échantillons pour les datations Th/U sur la section polie de BDinf.....	140
Figure 64.	Âge des échantillons de BDinf en fonction de leur distance depuis la base de la stalagmite.....	140
Figure 65.	Test de Hendy sur BDinf.....	142
Figure 66.	Emplacement des séries de prélèvements pour le dosage des isotopes stables sur la section polie de BDinf.....	143
Figure 67.	Diagramme $\delta^{18}\text{O}$ - $\delta^{13}\text{C}$ des dosages de BDinf.....	143
Figure 68.	Variation des rapports isotopiques enregistrés le long de l'axe de croissance de BDinf.....	144
Figure 69.	Section polie de BDSup.....	147
Figure 70.	Schéma de la section polie de BDSup.....	148
Figure 71.	Alternances de lamines sombres et claires dans la stalagmite centrale de BDSup.....	150
Figure 72.	Fabrique colonnaire allongée et surfaces d'arrêt de croissance dans une partie latérale d'une stalagmite de BDSup.....	150
Figure 73.	Mini-gour au sein des cristaux colonnaires de BDSup.....	151
Figure 74.	Lamines poreuses dans la zone axiale de la stalagmite supérieure de BDSup.....	151
Figure 75.	Sommet érodé de BDSup et porosité développée dans la zone axiale.....	151
Figure 76.	Vacuoles allongées dans l'axe de croissance de la stalagmite centrale de BDSup.....	151
Figure 77.	Âges des échantillons de BDSup (datations ^{230}Th / ^{234}U par TIMS) en fonction de leur distance depuis la base.....	152
Figure 78.	Test des conditions de fractionnement isotopique lors du dépôt de BDSup.....	153
Figure 79.	Comparaison des enregistrements des séries parallèles de prélèvements (VI et VII) effectuées sur les flancs de BDSup.....	154
Figure 80.	Situation sur la section polie de BDSup des échantillons utilisés pour la réalisation du profil isotopique.....	156
Figure 81.	Variations des isotopes stables de l'oxygène et du carbone enregistrées au cours de la croissance du spéléothème BDSup.....	156
Figure 82.	Diagramme $\delta^{18}\text{O}$ - $\delta^{13}\text{C}$ des dosages de BDSup.....	157
Figure 83.	Représentation schématique des tendances enregistrées par le $\delta^{18}\text{O}$ et le $\delta^{13}\text{C}$ de BDSup.....	158
Figure 84.	Section polie de Cou2 et emplacement des prélèvements pour les datations (A, B et C) et pour les dosages du $\delta^{18}\text{O}$ et du $\delta^{13}\text{C}$	159
Figure 85.	Lame mince réalisée sur la base de Cou2.....	160
Figure 86.	Faciès compact translucide de la partie basale de Cou2 (DCC).....	163
Figure 87.	Cristaux colonnaires dans la partie basale de Cou2 (DCC).....	163

Figure 88. Alignements de microporosités et lamines brunes dans la calcite sombre compacte à la base de Cou2.....	163
Figure 89. Discontinuité de texture à ~3 cm de la base de Cou2 (D1).....	163
Figure 90. Discontinuité de texture à ~3 cm de la base de Cou2 (D1).....	163
Figure 91. Transition progressive à l'échelle cristalline entre la DCC et la WPC, au niveau de la discontinuité de texture à ~3 cm de la base de Cou2.....	164
Figure 92. Transition progressive à l'échelle cristalline entre la DCC et la WPC laminée, au niveau de la discontinuité de texture à ~3 cm de la base de Cou2.....	164
Figure 93. Faciès laminé de la calcite blanche poreuse de Cou2 (WPC).....	164
Figure 94. Fabrique colonnaire ouverte de la partie à WPC de Cou2.....	164
Figure 95. Fabrique colonnaire ouverte dans la partie à WPC de Cou2.....	165
Figure 96. Alternances de lamines poreuses et compactes dans la WPC de Cou2 et variations des faciès cristallins.....	165
Figure 97. Discontinuité supérieure de Cou2, entre la partie à WPC et la croûte terminale à DCC.....	165
Figure 98. Âge des échantillons de Cou2 (datation $^{230}\text{Th}/^{234}\text{U}$ par TIMS) en fonction de leur distance depuis la base.....	166
Figure 99. Test de Hendy sur Cou2.....	167
Figure 100. Diagramme $\delta^{13}\text{C}-\delta^{18}\text{O}$ des dosages de Cou2.....	168
Figure 101. Variations des rapports isotopiques de l'oxygène et du carbone enregistrés au cours de la croissance de Cou2.....	168
Figure 102. Diagramme $\delta^{18}\text{O}-\delta^{13}\text{C}$ des dosages de Cou2, par texture.....	169
Figure 103. Variations des rapports isotopiques enregistrés au cours de la croissance de Cou2, moyennes mobiles et tendances générales de ces variations.....	170
Figure 104. Section polie du spéléothème Cou1.....	172
Figure 105. Lamination de Cou1 interrompue par des domaines de texture crayeuse.....	174
Figure 106. Lamination irrégulière, en lentilles, au sommet de Cou1.....	174
Figure 107. Discontinuité de croissance suivie d'une précipitation de calcite sombre compacte.....	174
Figure 108. Fabrique laminée colonnaire ouverte de Cou1.....	175
Figure 109. Discontinuité dans la stalagmite Cou1.....	175
Figure 110. Lamination interrompue par des zones de calcite dendritique dans Cou1.....	175
Figure 111. Formes de transition entre fabrique dendritique et colonnaire ouverte.....	176
Figure 112. Formes de transition entre fabrique dendritique et colonnaire ouverte.....	176
Figure 113. Lamines discontinues, en forme de lentilles, au sommet de Cou1.....	176
Figure 114. Lamines discontinues, en forme de lentilles, au sommet de Cou1.....	177
Figure 115. Structures en lentilles au sommet de Cou1.....	177
Figure 116. Transition entre une fabrique colonnaire ouverte (en bas) et une fabrique colonnaire compacte (en haut).....	177
Figure 117. Emplacement des prélèvements sur Cou1 pour les analyses par DRX et ICP-AES.....	178
Figure 118. Schéma des sections polies des spéléothèmes BDinf, BDsup et Cou2 et emplacement des prélèvements pour les analyses par DRX et ICP-AES.....	179
Figure 119. Résultats de l'analyse des poudres par DRX.....	179
Figure 120. Âge des échantillons de Cou1 (datations $^{230}\text{Th}/^{234}\text{U}$ par TIMS) en fonction de leur distance depuis la base de la stalagmite.....	189
Figure 121. Schéma de la section polie de Cou1.....	190
Figure 122. Test de Hendy sur Cou1.....	191
Figure 123. Diagramme $\delta^{13}\text{C}-\delta^{18}\text{O}$ des dosages de Cou1.....	191
Figure 124. Variations des rapports isotopiques de l'oxygène et du carbone enregistrées au cours de la croissance de Cou1.....	192
Figure 125. Section polie de BDinf et emplacement des datations.....	206
Figure 126. Datations $^{230}\text{Th}/^{234}\text{U}$ par TIMS de BDinf et courbe de croissance établie sur la base d'une sélection de points de construction.....	206
Figure 127. Répartition des textures de BDinf par valeur de $\delta^{13}\text{C}$	208
Figure 128. Répartition des textures de BDinf par valeur de $\delta^{18}\text{O}$	208
Figure 129. Comparaison de l'évolution au cours de la croissance de BDinf des rapports isotopiques de l'oxygène et du carbone, des textures et de la vitesse de croissance.....	210
Figure 130. Variations des rapports isotopiques de l'oxygène et du carbone de BDinf au cours du temps. Les discontinuités sont marquées par une ligne rouge (D1 à D3).....	213
Figure 131. Dates fournies par les échantillons de BDsup et proposition d'un modèle d'âge.....	217
Figure 132. Variations des rapports isotopiques de l'oxygène et du carbone enregistrés au cours de la croissance de BDsup.....	218
Figure 133. Dates fournies par les échantillons de Cou2 et proposition d'un modèle d'âge.....	221
Figure 134. Variation du $\delta^{13}\text{C}$ et du $\delta^{18}\text{O}$ de Cou2 au cours du temps.....	223

Figure 135. Variations des rapports isotopiques de l'oxygène et du carbone au cours de la croissance de Cou2 et évolution de sa vitesse de croissance sur la base du modèle d'âge proposé.	223
Figure 136. Datations Th/U fournies par les échantillons de Cou1 et choix des points de construction du modèle d'âge.	231
Figure 137. Période de croissance de Cou1.....	231
Figure 138. Décalage des datations de Cou1 en fonction de la correction détritique appliquée.	233
Figure 139. Période de croissance de Cou1 sur la base de datations recalculées avec une correction détritique supérieure.	233
Figure 140. Proposition d'un modèle d'âge pour Cou1.....	234
Figure 141. Diagramme $\delta^{13}\text{C}$ - $\delta^{18}\text{O}$ des dosages de Cou1 entre les discontinuités D1 et D5.	236
Figure 142. Variations du $\delta^{13}\text{C}$ et du $\delta^{18}\text{O}$ de Cou1 au cours du temps.	238
Figure 143. Diagramme interprétatif du type de texture précipitant en fonction des conditions de débit et d'efficacité chimique des eaux et positionnement des spéléothèmes par texture.	240
Figure 144. Périodes de croissance des spéléothèmes et positionnement des principales fabriques par rapport aux épisodes climatiques de l'OIS 5.....	242
Figure 145. Diagramme $\delta^{13}\text{C}$ - $\delta^{18}\text{O}$ de tous les spéléothèmes, par texture.	245
Figure 146. Enregistrements isotopiques de l'oxygène et du carbone au cours du temps dans les spéléothèmes de Coudoulous et Bourgeois-Delaunay.....	249
Figure 147. Les principaux facteurs et leurs interactions qui déterminent le $\delta^{13}\text{C}$ et la texture des spéléothèmes.....	252
Figure 148. Localisation des archives paléoclimatiques comparées avec l'enregistrement isotopique de BDinf.	257
Figure 149. Variations des rapports isotopiques de l'oxygène et du carbone de BDinf au cours du temps. ...	258
Figure 150. Comparaison de l'enregistrement isotopique de BDinf avec d'autres archives paléoclimatiques.....	260
Figure 151. Enregistrements paléoclimatiques qui seront comparés aux signaux isotopiques et aux périodes de croissance des spéléothèmes de Bourgeois-Delaunay et Coudoulous.	268
Figure 152. Comparaison des signaux isotopiques enregistrés par les spéléothèmes de Coudoulous et Bourgeois-Delaunay avec les enregistrements de différents proxys de la carotte atlantique MD95-2042.	270
Figure 153. Comparaison des signaux isotopiques enregistrés par les spéléothèmes de Coudoulous et Bourgeois-Delaunay avec les courbes d'anomalies de température et de précipitations annuelles estimées d'après les séquences polliniques des lacs du Bouchet et des Echets.	273
Figure 154. Comparaison des signaux isotopiques enregistrés par les spéléothèmes de Coudoulous et Bourgeois-Delaunay avec les courbes d'anomalies de température et de précipitations annuelles estimées d'après les séquences polliniques de la Grande Pile (Vosges).....	275
Figure 155. Comparaison des signaux isotopiques enregistrés par les spéléothèmes de Coudoulous et Bourgeois-Delaunay avec les enregistrements de $\delta^{18}\text{O}$ et de δD des glaces polaires.	279
Figure 156. Comparaison des signaux isotopiques enregistrés par les spéléothèmes de Coudoulous et Bourgeois-Delaunay avec ceux enregistrés par d'autres stalagmites.....	281
Figure 157. Comparaison à haute résolution des enregistrements du $\delta^{18}\text{O}$ de BDsup, de NGRIP et des foraminifères planctoniques de la carotte MD95-2042.....	283
Figure 158. Intervalles de croissance des spéléothèmes de Bourgeois-Delaunay d'après les anciennes datations Th/U par comptage alpha et d'après les nouvelles datations par TIMS.	293
Figure 159. Intervalle de croissance du plancher stalagmitique supérieur issu de la partie sud du remplissage de Coudoulous 1 d'après les anciennes datations Th/U par comptage alpha et d'après les nouvelles datations par TIMS.	295
Figure 160. Intervalle de croissance du plancher stalagmitique reposant sur la couche 5 du remplissage de Coudoulous 2 d'après les anciennes datations Th/U par comptage alpha et d'après les nouvelles datations par TIMS.....	300

Liste des Tableaux

Tableau 1. Coefficient de fractionnement isotopique de l'oxygène entre l'eau et la calcite d'après divers auteurs.	45
Tableau 2. Chronologie des gisements de La Chaise de Vouthon.	75
Tableau 3. Synthèse des informations d'ordre paléoenvironnemental, chronologique, « culturel » et anthropologique pour chaque couche d'après les diverses approches disciplinaires.	76
Tableau 4. Attribution chronologique des unités stratigraphiques de Coudoulous I en fonction des dates radiométriques (Tableau 5 ; Tableau 6) et des indices de la lithostratigraphie (Kervazo in Jaubert et al., en prép.).	84
Tableau 5. Datations des planchers stalagmitiques de Coudoulous I considérées comme fiables ou plausibles (Quinif in Jaubert et al., 2005).	85
Tableau 6. Datation par les méthodes ESR et Th/U combinées d'os et de dents de la couche 4 de Coudoulous I (Falguères et Bahain in Jaubert et al., 2005).	85
Tableau 7. Synthèse des informations concernant le contexte géodynamique, climatique, animal et anthropique à Coudoulous I associées aux éléments de chronologie disponibles.	86
Tableau 8. Informations paléoenvironnementales déduites de l'étude géologique du remplissage de Coudoulous II (d'après Kervazo et Brugal in Brugal, 2000, 2002).	90
Tableau 9. Résultats analytiques des datations Th/U en comptage alpha sur les planchers stalagmitiques de Coudoulous II considérées comme fiables ou plausibles (Quinif in Brugal, 2000, en prép.).	93
Tableau 10. Synthèse des informations d'ordre paléoenvironnemental et chronologique pour chaque couche d'après les diverses approches disciplinaires.	94
Tableau 11. Terminologie adoptée pour la description des fabriques cristallines de la calcite dans les spéléothèmes.	104
Tableau 12. Résultats des datations $^{230}\text{Th}/^{234}\text{U}$ par TIMS des échantillons de BDinf.	141
Tableau 13. Résultats des datations $^{230}\text{Th}/^{234}\text{U}$ par TIMS des échantillons de BDsup.	152
Tableau 14. Résultats des dosages successifs réalisés à partir de deux échantillons de poudre de calcite, sub-contemporains.	155
Tableau 15. Résultats des datations $^{230}\text{Th}/^{234}\text{U}$ par TIMS des échantillons de Cou2.	166
Tableau 16. Résultats des dosages du Mg et du Sr par ICP-AES.	180
Tableau 17. $\text{Mg}^{2+}/\text{Ca}^{2+}$ théoriques des eaux de percolation (w) alimentant les spéléothèmes, dans le cas d'une cristallisation primaire de calcite ou d'aragonite.	182
Tableau 18. Quelques valeurs publiées de Mg/Ca dans les spéléothèmes ou dans les eaux de percolation, comparées à celles obtenues pour les spéléothèmes de Bourgeois-Delaunay et Coudoulous.	184
Tableau 19. Sr/Ca des spéléothèmes et $\text{Sr}^{2+}/\text{Ca}^{2+}$ théorique des eaux d'alimentation calculés avec les coefficients de partage eau douce-calcite mesurés par Huang et Fairchild (2001).	186
Tableau 20. Quelques valeurs publiées de Sr/Ca dans les spéléothèmes ou dans les eaux de percolation, comparées à celles obtenues pour les spéléothèmes de Bourgeois-Delaunay et Coudoulous.	187
Tableau 21. Résultats des datations $^{230}\text{Th}/^{234}\text{U}$ par TIMS des échantillons de Cou1.	189
Tableau 22. Fiches synthétiques résumant les caractéristiques principales de chaque spéléothème.	195
Tableau 23. Rappel des résultats des datations de BDinf.	206
Tableau 24. Points de contrôle retenus pour l'établissement du modèle d'âge de BDinf.	206
Tableau 25. Valeur moyenne des rapports isotopiques en fonction du type de texture de la calcite.	209
Tableau 26. Rappel des résultats de datations $^{230}\text{Th}/^{234}\text{U}$ par TIMS des échantillons de BDsup.	216
Tableau 27. Rappel des principaux résultats des datations $^{230}\text{Th}/^{234}\text{U}$ des échantillons de Cou2 et modification de la correction détritique propre au site de Coudoulous.	220
Tableau 28. Rappel des principaux résultats des datations $^{230}\text{Th}/^{234}\text{U}$ des échantillons de Cou1.	229
Tableau 29. Datations $^{230}\text{Th}/^{234}\text{U}$ de Cou1 retenues pour établir le modèle d'âge.	233
Tableau 30. Principales données fournies par l'analyse des spéléothèmes et hypothèses privilégiées concernant leurs conditions de formation.	251
Tableau 31. Synthèse des interprétations paléoclimatiques et chronologiques du remplissage de la grotte Bourgeois-Delaunay en fonction des diverses approches disciplinaires.	292
Tableau 32. Synthèse des interprétations paléoclimatiques et chronologiques du remplissage de Coudoulous 1 d'après les données de la géologie et de la microfaune et d'après les datations antérieures.	297
Tableau 33. Synthèse des interprétations paléoclimatiques et chronologiques du remplissage de Coudoulous 2 d'après les données de la géologie et de la microfaune et d'après les datations antérieures.	299

Liste des Annexes

<i>Annexe 1. Description des unités lithostratigraphiques du remplissage de Coudoulous I.</i>	<i>341</i>
<i>Annexe 2. Description des unités lithostratigraphiques de Coudoulous II et informations d'ordre paléoenvironnemental.</i>	<i>343</i>
<i>Annexe 3. Succession de faciès cristallins au sein du continuum entre fabrique dendritique et fabrique columnaire compacte.</i>	<i>345</i>
<i>Annexe 4. Comparaison des valeurs de $\delta^{18}\text{O}$ des stalagmites BDinf (Bourgeois-Delaunay, France) et CC5 (Corchia, Italie).</i>	<i>346</i>

Annexe 1. Description des unités lithostratigraphiques du remplissage de Coudoulous I.

D'après Kervazo *in* Jaubert *et al.* (en prép.)

Coudoulous I			
Unité Stratigraphique	Description	Remarques	
Ensemble basal	10	Argiles brunes à rouges, en place (10) ou remaniées (9) ; épaisseur > 1,3 m ; limite supérieure nette, inclinée de 30 à 45° vers l'ouest ; renferment de nombreux spéléothèmes démantelés.	Des coupes entament le plafond du secteur sud et témoignent d'un régime phréatique.
	9		
Ensemble inférieur	8g-e	Puissant plancher stalagmitique (épaisseur maximale > 1,7 m) : 8g est bien cristallisé, de couleur miel ; 8e est plus poreux et de couleur blanchâtre.	
	8d	Chaos de blocs calcaires et de concrétions, épais de quelques cm à plus d'un mètre.	Les vestiges archéologiques et paléontologiques se rapportent au Pléistocène moyen.
	8c	Puissant édifice stalagmitique caractérisé par des concrétions boursoufflées, discrètement lité et formé de calcite blanche poreuse. Epaisseur : jusqu'à 75 cm.	
	8b''	Passées sablo-argileuses à support matriciel. Fraction fine formée de pseudo-sables. Epaisseur max. : 30 cm.	
	8b'	Lentille constituée par un cailloutis ouvert avec blocs (8b'2) et un cailloutis anguleux moyen à petit dans une matrice terreuse brune (8b'1). Epaisseur max. : 60 cm.	
	8b	Cailloutis emballé dans des sables argileux bruns. Epaisseur max. : 30 cm.	
	8a	Tufs carbonatés plus ou moins indurés. Sommet sub-horizontal. Epaisseur max. : 20 cm.	Des concrétions en chou-fleur coiffent localement 8a et suggèrent la persistance d'égouttures depuis le plafond.
	7inf. : 7f', 7f, 7e, 7x	7f' : cailloux et petits blocs calcaires. 7f : sables et granules carbonatés avec oncolites. 7e : diamicton brun-rouge à support clastique colmaté. 7x : cailloutis presque sec, formé d'un membre à petits blocs abondants (7x2) et d'un autre à éléments petits et moyens (7x1). Epaisseur max. : 1m	7e : dépôt repère qui a livré de l'Eléphant antique et dans lequel faune et microfaune sont très abondantes ; quelques artefacts lithiques.
	7 moyen au N : 7d- 7c au sud et centre : 7indivisé	7d : limon jaune clair, « gras » ; n'apparaît que très localement entre 7e et 7c. Epaisseur max. : 20 cm. 7c : diamicton à matrice jaune-orange abondante et à support clastique. Epaisseur max. : 40cm. 7indivisé : castine terreuse. Epaisseur : s'accroît du N au S, de 20 cm à 1,5 m. Pendage de 30° vers le NO au nord, de 40° vers le SO au sud.	Microfaune extrêmement riche et nombreux os de teinte bleutée.
	Ensemble moyen	7 sup. au N et S : (7b, 7a', 7a) 7b	7b : Cailloutis ouvert, hétérométrique, désordonné ; épaisseur max. : 1 m.
7a'		Lentille assez riche en fraction fine sableuse. Elle remplit une cuvette et mesure environ 1,5 m de long pour 40 cm d'épaisseur maximum. Support clastique ; colmatage partiel.	
7a		Cailloutis ouvert, rougeâtre . Epaisseur max. : 50 cm, selon le substrat. Support clastique, ouvert, sans cohésion. La fraction fine se développe vers l'est, et présente d'importantes variations de teintes.	Éléments de grande faune dispersés. La microfaune se multiplie vers la base.

	7 sup. au centre : 7a-b	Dépôt hétérométrique pauvre en matrice ; pendage vers le N et l'O. Epaisseur max. : 1,7 m.	Passées très riches en microfaune. Présence de quelques vestiges isolés de grande faune.
	6a – Xβ – Xα	Petit cailloutis avec matrice jaune plus ou moins abondante. Fraction grossière bien calibrée, dominée par les graviers et granules. Fraction fine sablo-limoneuse très claire. Epaisseur max. : 50 cm.	Des éléments de grande faune sont dispersés. La microfaune est partout présente.
	5X	Lentille caillouteuse lâche à matrice argileuse brun rouge.	Présence de microfaune.
	5b	Cailloutis à gros blocs et sables argileux brun rouge. Support clastique ouvert. Epaisseur max. : 80 cm.	Quelques vestiges de faune isolés et de microfaune sont présents
	5a	Cailloutis ouvert. Les calibres moyens dominant largement. Faibles enduits argileux sur la face supérieure des éléments. Epaisseur max. : 40 cm.	De la faune issue de 4 sus-jacente se trouve au toit. L'enfoncement de ces gros éléments est attribué aux piétinements liés à l'anthropisation, en raison de leurs dimensions.
	4	Blocaille mêlée à un cailloutis altéré et émoussé, dans une matrice brun-rouge avec très nombreux vestiges du Paléolithique moyen. Epaisseur constante : 40 cm.	Vestiges extrêmement nombreux. Les os sont pulvérulents, assez fortement fragmentés, souvent sur place. Présence de séries dentaires non dispersées mais dépourvues d'os. L'état des silex varie depuis des pièces seulement patinées jusqu'à des pièces désilicifiées, friables, à l'intérieur poudreux, voire creux.
	3 (c-b-a)	Cailloutis sec, anguleux, localement bréchifié à son sommet nettement altéré ; fraction fine de couleur brun rouge. Epaisseur : 1,2 m (est) à 2 m (ouest).	Stérile hormis un éclat de quartz.
	Plancher supérieur	Discontinu, épais de quelques cm au nord jusqu'à 12 cm au sud (où subsistait le plafond), se prolonge par une bréchification.	
Ensemble supérieur	Complexe 2	Formation colmatée, avec interstratification de passées limoneuses verdâtres et argileuses rougeâtres, nettement plus développées au sud (1,2 m d'épaisseur) qu'au nord (20-30 cm). La fraction grossière montre des orientations à polarisation nette, parallèles à la stratification. Présence d'une structure lamellaire nette et d'enrobements. Fraction grossière très abondante et de petit calibre (type grèze).	Ensemble stérile.
	Secteur sud : 2a, 2b, 2a' et 2b'		
	Secteur nord : 2α, 2β, 2γ		
	1	Sol brun calcaire en place ou remanié.	

Annexe 2. Description des unités lithostratigraphiques de Coudoulous II et informations d'ordre paléoenvironnemental.

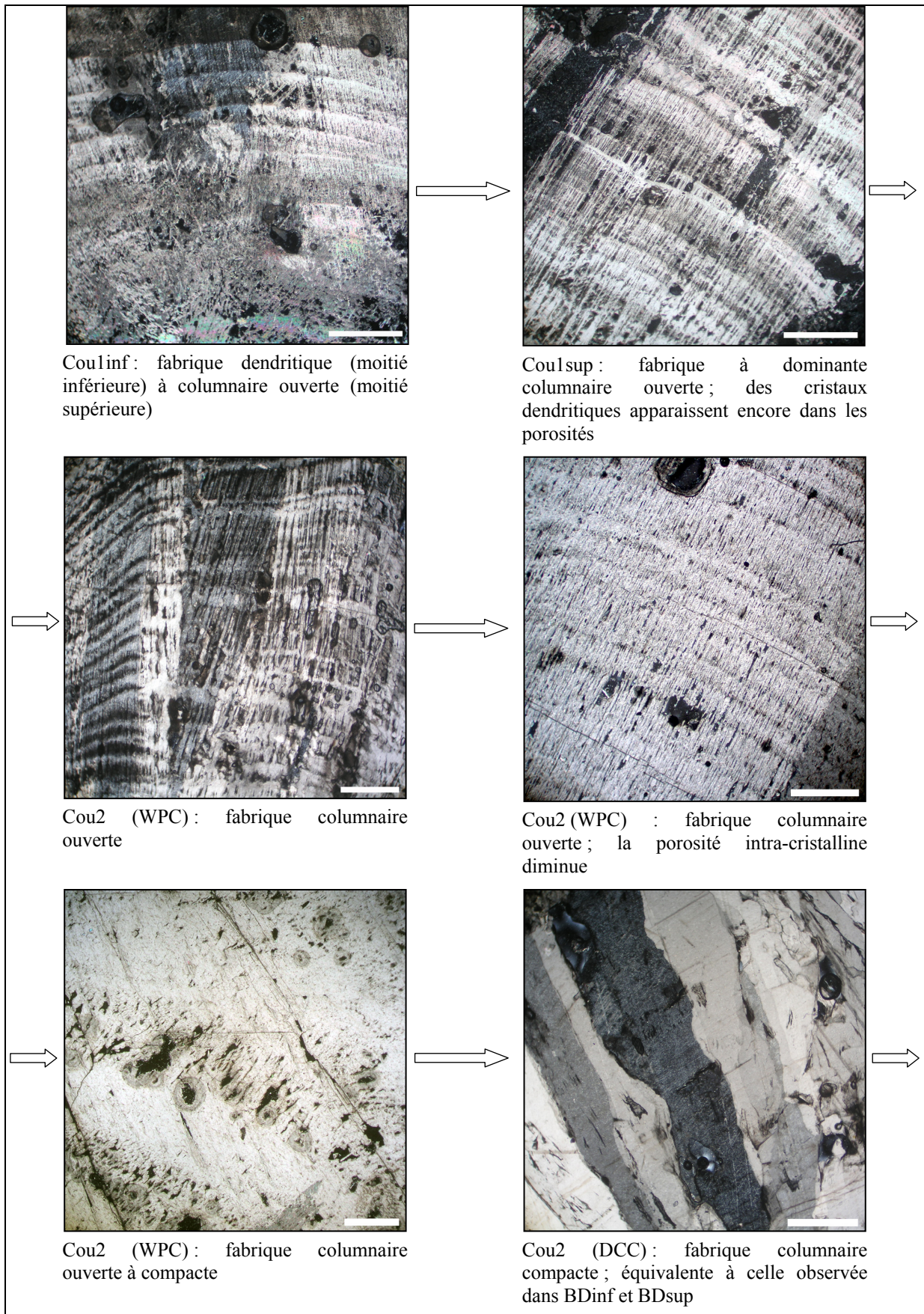
D'après Kervazo et Brugal *in* Brugal (en prép.).

Coudoulous II			
Unité Stratigraphique	Description	Informations paléoenvironnementales	
Ensemble basal	12 11 plancher basal 10 plancher	Ensemble complexe, très épais. Regroupe des vieux planchers plus ou moins démantelés et des formations argileuses. Apparait ponctuellement dans la salle et dans la galerie est ; se développe dans le conduit inférieur. Un puissant plancher s'intercale entre 10 et 11 : formé de très gros cristaux de couleur miel orangé ; sa croissance a eu lieu en 2 temps. Un mince plancher bien cristallisé est en place entre 9 et 10.	
	Ensemble inférieur	9	Sables argileux, beiges, riches en faune. Epaisseur max. : 15 cm. La fraction fine est riche en fragments d'os. Les os sont bien conservés, la plupart des parties du squelette sont représentées sauf les crânes et les os longs sont assez rares ; il n'y a pas de connexion ; les dents isolées ne forment pas de séries.
Ensemble moyen	8	Formation carbonatée polyphasée, passant par place à un plancher avec stalagmites. Epaisseur : de 0 à 40 cm.	Dans la partie inférieure du dépôt, divers éléments suggèrent un épisode tempéré : forte activité biologique ; fraction fine attestant de sols relativement évolués sur le causse ; croissance de stalagmites.
	7c	Sédiment argileux, très peu cohérent, brun sombre. Epaisseur : 10 cm. Fraction grossière peu abondante et de petit calibre, aux surfaces altérées. Fraction fine sablo-argileuse, à structure grumeleuse. Très forte porosité d'entassement et d'origine biologique. Faune abondante, avec daim et chevreuil, pratiquement pas altérée.	
	7inf à l'ouest 7b à l'est	7inf : sédiment sableux faiblement argileux, brun rouge, emballant un chaos de blocs et de concrétions cassées. Support matriciel. Epaisseur : 10 à 20 cm. 7b : chaos de blocs et concrétions évoluant vers un cailloutis grossier plus ou moins ouvert. Support clastique. Epaisseur : 20 à 50 cm.	
	7a2 7a1	7a2 : cailloutis de petit module. Epaisseur entre 20 et 40 cm. A l'ouest, des cimentations ponctuelles avec parfois de petites stalagmites (Q20). Un lit charbonneux d'épaisseur centimétrique s'intercale localement (Q21 et T21) et des charbons de bois, parfois assez gros, sont dispersés dans le reste de la formation. 7a1 : sédiment d'aspect terreux avec éléments anguleux et blocs. Epaisseur de 10 à 30 cm. Dépôt en forme de dôme dont la pente s'amortit en périphérie. Fraction grossière très hétérométrique : des calcaires corrodés évoquant le lapiaz ; des formes anguleuses ; quelques cailloux pourris. La fraction fine est d'aspect terreux, relativement argileuse, voisine de celle de 7a2 et nettement moins humique que dans 6. Structure grumeleuse, agrégée (boulettes de déjection). Nombreux chenaux dus à la bioturbation.	
	6	Couche repère caractérisée par un sédiment d'aspect terreux, noirâtre, organique. Epaisseur de 10 à 30 cm. Support matriciel. Les éléments grossiers sont plutôt posés à plat. Les cailloux sont assez rares et de calibre petit à moyen dans le secteur est. A l'ouest, les blocs se multiplient. Les états d'altération sont variables, allant jusqu'à des cailloux pulvérulents. Des stalagmites parfois hautes de plus de 20 cm ont été trouvées en E20, leur base cimente des cailloux de 7. Aucune n'est restée en position verticale. La fraction fine a une structure grumeleuse. La bioturbation est importante.	

	5	Blocs alignés, surmontés de stalagmites qui peuvent évoluer latéralement en plancher laminé discontinu. Epaisseur : celle des blocs, de 10 à 50 cm. Les stalagmites sont pour la plupart verticales. Quelques-unes, inclinées, révèlent un basculement lent des blocs sur lesquels elles reposent.	Développement du plancher sous des conditions relativement clémentes.
Ensemble supérieur	4d	Cailloutis sec. Epaisseur irrégulière, max. 30 cm. Fraction grossière anguleuse, amenuisée par gel secondaire, à granoclassement positif. Nombreuses fistuleuses ou concrétions cassées. En U20 et 19, le sommet de 4d est concrétionné et coiffé par un mince plancher.	Amenuisement des calcaires lié à la multiplication des alternances gel-dégel.
	4c	Petit cailloutis affilié à 4d mais enrichi en matrice limoneuse grise. Epaisseur : 20 à 5 cm. Fraction grossière : essentiellement granules et graviers ; de rares cailloux. Fraction fine : limoneuse, forte porosité d'entassement.	Puis le gel primaire s'accroît (augmentation du calibre des clastes). Intercalation d'un épisode de cryoturbation : développement du gel dans un sol relativement humide.
	4b 4a'-4a	Cailloutis à fraction fine plus ou moins abondante. Epaisseur max. : 110 cm. Une structure lamellaire est perceptible.	
	4b' 3b'	4b' : lentilles caillouteuses de teintes plus grises (L * E : 1 m * 20 cm). 3b' : lentilles ouvertes de graviers (L * E : 0,5-1 m * 0,5 m) .	
	3	Des petites lentilles de graviers et granules dans une matrice limoneuse grise nappent le cône. Epaisseur : 10 à 30 cm. Une formation plus rouge et hétérométrique (1) emballe ces lentilles. Par place, une structure lamellaire se manifeste	Aridification possible si la fraction limoneuse est d'origine éolienne.
	2	Mince plancher stalagmitique discontinu (quelques mm à cm) : brèche à la base passant vers le haut à un plancher localement lité.	Conditions clémentes.
	1	Cailloutis hétérométrique, dispersé sur le sol actuel : calcaires ; concrétions.	

Annexe 3. Succession de faciès cristallins au sein du continuum entre fabrique dendritique et fabrique colonnaire compacte.

Lames minces, en lumière polarisée ; l'échelle représente 1 mm.



Annexe 4. Comparaison des valeurs de $\delta^{18}\text{O}$ des stalagmites BDinf (Bourgeois-Delaunay, France) et CC5 (Corchia, Italie).

Les stalagmites BDinf et CC5 se sont formées dans des contextes très différents. En effet, CC5 a précipité à environ 840 m d'altitude, avec une zone de recharge située entre 1200 et 1600 m au-dessus du niveau de la mer, et à 500 m de l'entrée de la grotte dans une chambre dont la température moyenne annuelle (TMA) est de 7,5°C (Drysdale *et al.*, 2005). BDinf a précipité à environ 100 m d'altitude, avec une zone de recharge seulement quelques mètres plus haut, et à 15 m environ de l'entrée de la cavité qui est un large porche et avec une TMA d'environ 12°C. Malgré ces différences, les stalagmites présentent des valeurs de $\delta^{18}\text{O}$ très proches : pour la période entre 130 et 115 ka BP, le $\delta^{18}\text{O}$ varie entre -3,7 et -5,9 ‰ dans CC5 et entre -4,3 et -5,7 ‰ dans BDinf.

Théoriquement, le $\delta^{18}\text{O}$ moyen des précipitations varie avec l'altitude approximativement de -0,3‰/100 m (Bortolami *et al.*, 1979 *in* Clark et Fritz, 1997). La différence d'altitude moyenne entre les zones de recharge de CC5 et de BDinf est de 1300 m. Ainsi, le paramètre altitudinal devrait décaler le $\delta^{18}\text{O}$ des pluies de Corchia par rapport au $\delta^{18}\text{O}$ des pluies de Bourgeois-Delaunay de : $-0,3 \times 13 = -3,9$ ‰.

Par ailleurs, le $\delta^{18}\text{O}_{\text{calcite}}$ varie avec la TMA à un taux constant d'environ -0,22‰/°C (Kim et O'Neil, 1997). La différence de température entre les deux sites est de 5,5°C. Ainsi, en supposant que cet écart de température était équivalent durant le Dernier Interglaciaire, le paramètre température devrait décaler le $\delta^{18}\text{O}$ de la calcite de BDinf par rapport à celui de CC5 de : $-0,22 \times 5,5 = -1,21$ ‰.

Enfin, puisque ces deux décalages agissent en sens opposé, la différence finale entre le $\delta^{18}\text{O}$ de CC5 et celui de BDinf devrait être : $-3,9 + 1,21 = -2,69$ ‰.

Cela signifie que le $\delta^{18}\text{O}$ de CC5 devrait être inférieur à celui de BDinf de l'ordre de 2,7‰, en supposant que l'effet de continentalité n'affecte pas différentiellement les deux sites. Puisque le $\delta^{18}\text{O}$ de CC5 n'est pas inférieur à celui de BDinf, soit le $\delta^{18}\text{O}$ de CC5 a été enrichi (fractionnement cinétique dans la cavité ? évaporation dans la zone vadose ?), soit le $\delta^{18}\text{O}$ de BDinf est « allégé » (différence de cheminement et de source des précipitations, plus « légères » au-dessus de BDinf ? En revanche, si la source était la même (océan Atlantique), l'effet de continentalité devrait agir dans le sens d'une diminution du $\delta^{18}\text{O}$ de CC5, accentuant encore l'écart théorique, mais non observé, entre le $\delta^{18}\text{O}$ de CC5 et de BDinf).