



HAL
open science

**La méthode de datation par résonance de spin
électronique (ESR) au Muséum national d'histoire
naturelle. Vingt ans de recherches méthodologiques et
d'applications géochronologiques**

Jean-Jacques Bahain

► **To cite this version:**

Jean-Jacques Bahain. La méthode de datation par résonance de spin électronique (ESR) au Muséum national d'histoire naturelle. Vingt ans de recherches méthodologiques et d'applications géochronologiques. Géologie appliquée. Université Michel de Montaigne - Bordeaux III, 2007. tel-00412576

HAL Id: tel-00412576

<https://theses.hal.science/tel-00412576>

Submitted on 2 Sep 2009

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.

Université Michel de Montaigne Bordeaux 3

Demande d'habilitation à diriger des recherches

par

Jean-Jacques Bahain

Maître de conférences
Département de Préhistoire du Muséum national d'Histoire naturelle
USM 0204 du MNHN - UMR 5198 du CNRS
1, rue René Panhard, F-75013 Paris

La méthode de datation par résonance de spin électronique (ESR) au Muséum national d'histoire naturelle

Vingt ans de recherches méthodologiques et d'applications géochronologiques

**soutenue le 21 décembre 2007
devant le jury composé de :**

| | | |
|-----------------------------|---|-------------------|
| <i>Pierre GUIBERT</i> | <i>Ingénieur de Recherches au CNRS</i> | <i>Rapporteur</i> |
| <i>Rainer GRÜN</i> | <i>Professeur à l'université de Canberra (Australie)</i> | <i>Rapporteur</i> |
| <i>Carlo PERETTO</i> | <i>Professeur à l'université de Ferrare (Italie)</i> | <i>Rapporteur</i> |
| <i>Françoise BECHTEL</i> | <i>Professeur à l'université de Bordeaux III</i> | <i>Examineur</i> |
| <i>Christophe FALGUERES</i> | <i>Directeur de Recherches au CNRS</i> | <i>Examineur</i> |
| <i>Jean-Laurent MONNIER</i> | <i>Directeur de Recherches au CNRS</i> | <i>Examineur</i> |
| <i>François SEMAH</i> | <i>Professeur au Muséum national d'histoire naturelle</i> | <i>Examineur</i> |

" Passez-moi ce compteur au radio-carbone, s'il vous plaît... Il plonge le bois dans l'appareil, tourna des boutons, et lut la réponse : 1 430 ans, à dix ans près"

Poul ANDERSON "*La patrouille du temps*", Marabout, 1960
(Traduction de Francis CARSAC, pseudonyme de François BORDES dans le monde de la Science-fiction)

"Patience est la première vertu du scientifique"

Yuji YOKOYAMA "*Intergamma*", programme informatique de calcul

REMERCIEMENTS

Le présent mémoire d'habilitation à diriger des recherches (HDR) n'aurait jamais pu voir le jour sans l'aide de nombreuses personnes. Sa soutenance elle-même a nécessité l'intervention bienveillante de plusieurs s'entre elles qui, de plus, pour l'essentiel, ne me connaissent pas et que je tiens donc à remercier tout particulièrement : Monsieur SINGARAVELOU, Président de l'université Michel de Montaigne - Bordeaux 3, qui a bien voulu accepter, sur avis de son conseil scientifique, que je soutienne cette habilitation dans son établissement ; Madame Nadine LY, vice Présidente Recherches de cette même université et dont l'intervention a été prépondérante dans l'organisation d'un conseil scientifique restreint quelques jours avant la date prévue de soutenance ; Mesdames Françoise MANDOUCE, Marie Christine LANDRY et Sandrine VEILLON, du service Re.Val.Ed de l'université Michel de Montaigne - Bordeaux 3, qui ont bien voulu accepter de raccourcir les délais administratifs normalement appliqués dans cette université pour me permettre de soutenir à la date du 21 décembre 2007, et plus particulièrement Monsieur Pierre GUIBERT, directeur de l'*Institut de Recherche sur les Archéomatériaux* au sien de cette même université, et en l'occurrence infortuné et efficace trait de liaison entre l'université de Bordeaux III et moi-même.

Je remercie doublement Pierre puisqu'il me fait de plus l'honneur à la fois de participer au jury de cette habilitation et d'en être l'un des rapporteurs. Mes remerciements vont également aux autres membres de ce jury, Madame le Professeur Françoise BECHTEL, de l'université Michel de Montaigne Bordeaux 3, Monsieur le Professeur Carlo PERETTO de l'université de Ferrara (Italie), Monsieur le Professeur Rainer GRÜN de l'université de Canberra (Australie) et mes collègues du Muséum, Monsieur le Professeur François SÉMAH et Monsieur Christophe FALGUÈRES, Directeur de recherches au CNRS, qui ont tous répondu très rapidement et de façon positive à ma sollicitation de les voir également participer à ce jury.

Ce travail n'aurait pu voir le jour sans l'aide des deux personnes qui, il y a vingt ans, m'ont accueilli au sein de leur équipe et orienté scientifiquement : Monsieur le Professeur Henry de LUMLEY, directeur de l'Institut de Paléontologie Humaine et ancien directeur du Laboratoire de Préhistoire du Muséum national d'Histoire naturelle, et Monsieur Yuji YOKOYAMA, alors Directeur de recherches au CNRS et qui fut mon directeur de thèse et mon mentor en géochronologie. Je suis bien conscient de tout ce que je leur dois et veux une nouvelle fois leur exprimer ici toute ma reconnaissance.

Je n'aurai jamais pu faire le travail présenté dans ce mémoire sans l'aide précieuse, au cours de ces vingt années de recherche, de nombreuses personnes, que ce soit en ce qui concerne l'acquisition technique des données géochronologiques ou l'accès aux gisements et aux échantillons.

Dans la première catégorie, je tiens notamment à remercier, outre Yuji et Christophe, les personnes suivantes : Roland BIBRON, ingénieur CEA au Centre des Faibles Radioactivités, qui a eu la lourde charge de former d'un point de vue technique le novice que j'étais lors de mon DEA et des premières années de mon doctorat ; Bernard MORIN, ingénieur au SIARE de Paris VII, avec l'aide de qui j'ai réalisé une grande partie des mesures ESR exploitées dans ce mémoire et acquises entre la soutenance de ma thèse en 1993 et l'acquisition d'un spectromètre par le Muséum en 2000 ; Jean-Michel DOLO, ingénieur CEA, membre (du moins jusqu'à une période récente) du Laboratoire National Henri Becquerel (LNHB) du Centre d'études nucléaires de Saclay, qui a tenté - et tente encore - de m'aider à interpréter, d'un point de vue de la physique et/ou des mathématiques, mes données ESR, souvent au risque de perdre sa propre santé mentale tant nos langages scientifiques peuvent être différents, et qui a de plus assuré un support technique fondamental permettant la réalisation de la majeure partie des irradiations utilisées dans ce travail ; Hélène VALLADAS et Norbert MERCIER, du Laboratoire des Sciences du Climat et de l'Environnement de Gif-sur-Yvette, dont l'amitié constante et la grande patience nous ont notamment permis d'accéder à l'essentiel de l'acquisition des mesures dosimétriques *in situ* citées dans ce mémoire et nous on permis d'établir des collaborations avec de nombreux archéologues paléolithiciens ; Rainer GRÜN, enfin, qui au cours de ces dernières années, m'a permis d'approfondir, par la rigueur de ces commentaires et l'intérêt de nos discussions, ma réflexion sur les données accumulées et leur interprétation. Je souhaite également remercier mes

anciens condisciples, étudiants en géochronologie au sein du MNHN et aujourd'hui, pour beaucoup d'entre eux, mes collègues (par ordre d'apparition chronologique au laboratoire), Jean GAGNEPAIN, Noemia SARCIA GOMES, Omar AJAJA, Michel LAURENT, Hassan MASAOUDI, Véronique MICHEL et Hassane SALEKI, qui ont, entre 1988 et 1995, contribué de façon importante à l'évolution des recherches menées par l'équipe de géochronologie du laboratoire de Préhistoire du Muséum et à l'acquisition de nombre des données présentées dans ce mémoire. Mes remerciements s'adressent également enfin aux différents étudiants dont j'ai eu à m'occuper depuis ma prise de fonction en tant que Maître de conférences en 1998 et qui ont été un moteur inestimable pour le développement scientifique et méthodologique de notre équipe et nous ont souvent conduit, Christophe et moi, à modifier nos points de vue et à explorer de nouveaux champs d'application des méthodes que nous utilisons (là encore, par ordre d'apparition chronologique au laboratoire) : Pierre VOINCHET, Nadir MEHIDI, Giulia GRUPPIONI, Hélène TISSOUX, Sébastien HAMEAU, Samer FARKH, Florence PIROUELLE, Tristan GARCIA, Mathieu DUVAL et Matthieu LEBON. C'est en grande partie grâce à eux, à cause d'eux et pour continuer à travailler ces prochaines années avec des étudiants que j'ai préparé ce mémoire d'habilitation.

Parmi les collègues préhistoriens et géologues du Quaternaire qui ont eu la gentillesse (et parfois la témérité) de nous confier des échantillons à dater, il me faut remercier les personnes suivantes : en premier lieu, Henry de LUMLEY m'a permis d'avoir accès à de nombreux sites et échantillons de France et d'Europe occidentale, voire d'autres contrées, même si plusieurs des études confiées se sont avérées plus délicates que prévues initialement ; Bertrand KERAUDREN Jean-Laurent MONNIER, Carlo PERETTO et Alain TUFFREAU furent parmi les premiers à me confier des échantillons à analyser lors de mon doctorat ; après la soutenance de ce dernier, les travaux effectués dans le cadre de l'*Association pour les fouilles archéologiques nationales* (AFAN) m'ont permis de faire plus ample connaissance avec plusieurs collègues, dont Pierre ANTOINE, Patrick AUGUSTE, Nicole LIMONDIN-LOZOUET et Jean-Luc LOCHT, qui, par la suite, m'ont permis d'accéder de façon privilégiée à de nombreux sites et échantillons de la moitié nord de la France, souvent (mais pas exclusivement) dans un contexte d'archéologie préventive ; un grand merci également à Giovanni BOSCHIAN, Alberto BROGLIO, Dominique CLIQUET, Nelly CONNET, Jackie DESPRIEE, Robert GAGEONNET, Bernard HALLEGOUET, Vincent LHOMME, LI Tianyuan, Marie-Hélène MONCEL, Marco PERESANI, François SEMAH et Carlo TOZZI, pour ne citer que ceux ayant fourni les échantillons cités dans ce mémoire ; enfin merci également à tous ceux qui au cours de ces vingt années m'ont accueilli sur leurs gisements et m'ont fourni la matière même à la base de ce travail et qui, pour certains, attendent toujours des résultats. Qu'ils soient persuadés que, même si l'attente est parfois longue, les résultats arriveront tôt au tard ! Je souhaite en particulier remercier Juan Luis ARSUAGA, José Maria BERMUDEZ de CASTRO, Eudald CARBONELL i ROURA et Alfredo PEREZ-GONZALEZ, qui, en nous permettant Christophe et moi de travailler sur les gisements d'Atapuerca, nous ont offert un lieu idéal d'étude du potentiel de nos méthodes.

Enfin, il est évident que ce travail a également bénéficié de l'aide et de l'amitié de nombreux collègues, en particulier au sein du Département de Préhistoire du Muséum national d'histoire naturelle, et je voudrais tout particulièrement remercier ceux qui ont eu le plus à me supporter au cours de ces différentes années, sur le terrain, au laboratoire ou dans les bureaux dont Salah ABDESSADOK, Gilles BERILLON, Emmanuel DESCLAUX, Florent DÉTROIT, Kamal El HAMMOUTI, François FRÖHLICH, Nouredine HAÏD, Arnaud HUREL, Levy FIGUTI, Claire GAILLARD, Agnès GAUTHIER, Dominique GRIMAUD-HERVÉ, Mi-Young HONG, Vincent LEBRETON, François MARCHAL, David PLEURDEAU, Louis ROUSSEAU, Anne-Marie SEMAH et Guy VILLAIN, cette liste n'étant bien évidemment pas exhaustive. Un grand merci également à tous les membres de la Fejej Team (FFT), ils se reconnaîtront, qui ont su lors de ces missions bien particulières faire en sorte que les semaines passent aussi vite dans le désert éthiopien et soient aussi enrichissantes (sauf peut être au niveau de la qualité du vocabulaire et du niveau général des discussions !). Un grand merci également à tous les membres de l'équipe du Département de Préhistoire pour leur aide technique et amicale au cours de toutes ces années et en particulier à Yamna BADDAY, Marie-Thérèse BARBAUD, Bernadette BACHELET, Gisèle CHAUDÉ, Michelle DACIER, Nathalie DESJOBERT, Chafika FALGUÈRES, Françoise HILDISEY, Patrick POLLET, Tiana RAVELOJOANA, Anta SAW et Florence TOSCA.

*A Constance, Jeanne et Antoine, pour leur patience
et leur soutien permanent ;*

*A mes parents, pour leur confiance et leur
disponibilité de tous les instants ;*

*A tous ceux, familles, amis, collègues et étudiants,
qui ont soutenu ce travail et m'ont poussé à le
finaliser par la rédaction de ce mémoire,*

A tous, un grand merci !

Table des matières

| | |
|-----------------------|---|
| Curriculum Vitae..... | I |
|-----------------------|---|

*La méthode de datation par résonance de spin électronique (ESR)
au Muséum national d'histoire naturelle
Vingt ans de recherches méthodologiques et d'applications géochronologiques*

| | |
|---|---|
| INTRODUCTION - Un bref historique de vingt ans de recherches..... | 1 |
|---|---|

| | |
|--|---|
| PARTIE I - Principe de la datation par résonance de spin électronique (ESR) | 8 |
|--|---|

| | |
|--|---|
| <u>1 - Principe général</u> | 8 |
|--|---|

| | |
|---------------------------------------|----|
| <u>2 -Equation d'âge</u> | 10 |
|---------------------------------------|----|

| | |
|--|----|
| <u>3 - La spectrométrie ESR</u> | 11 |
|--|----|

| | |
|--|----|
| <u>4 -Spectromètre et signaux ESR</u> | 13 |
|--|----|

| | |
|---|----|
| <u>5 - Calcul d'un âge RPE</u> | 15 |
|---|----|

| | |
|---------------------------------------|----|
| a) Détermination de la paléodose..... | 15 |
|---------------------------------------|----|

| | |
|--|----|
| b) Détermination de la dose annuelle | 20 |
|--|----|

| | |
|---|----|
| PARTIE II - Caractéristiques des principaux matériaux archéologiques et géologiques utilisés en datation ESR | 21 |
|---|----|

| | |
|--|----|
| <u>1 - Les carbonates</u> | 21 |
|--|----|

| | |
|--------------------------------------|----|
| a) Spectres RPE des carbonates | 21 |
|--------------------------------------|----|

| | |
|---|----|
| b) Caractéristiques des principaux signaux ESR observés dans les carbonates | 23 |
|---|----|

| | |
|---|----|
| c) Choix du signal à utiliser pour la datation - $h-1$ ou $h-3$? | 26 |
|---|----|

| | |
|--|----|
| <u>2 - Dents et Ossements</u> | 36 |
|--|----|

| | |
|---|----|
| a) Spectre ESR, incorporation post-mortem d'uranium et principaux modèles décrivant celle-ci | 37 |
|---|----|

| | |
|---|----|
| b) Limites pratiques d'utilisation du modèle US | 39 |
|---|----|

| | |
|--|----|
| c) Est-il possible de dater des ossements par ESR? | 41 |
|--|----|

| | |
|--|----|
| <u>3 - Les quartz extraits de sédiments</u> | 43 |
|--|----|

| | |
|---|----|
| a) Les centres paramagnétiques du quartz..... | 43 |
|---|----|

| | |
|--|----|
| b) Datation de quartz chauffés et de quartz de faille..... | 45 |
|--|----|

| | |
|--|----|
| c) Datation de sédiments blanchis par la lumière solaire | 45 |
|--|----|

| | |
|--|----|
| PARTIE III - Contribution à la chronologie des occupations paléolithiques d'Europe occidentale à travers la datation de matériaux archéologiques et géologiques | 49 |
|--|----|

| | |
|--|----|
| <u>1 - Etablissement de cadres chronostratigraphiques régionaux à partir de l'étude des systèmes fluviaux pléistocènes</u> | 49 |
| a) <i>L'exemple de la vallée de la Somme</i> | 49 |
| b) <i>Les vallées de l'Yonne et de la Seine et les gisements de Soucy et de la Celle sur Seine</i> | 51 |
| c) <i>Les vallées du bassin de la Loire moyenne (Creuse, Loir et Cher)</i> | 53 |
| <u>2 – Les séquences pédosédimentaires pléistocènes en contexte loessique du Nord de la France</u> | 54 |
| a) <i>les sites du Pléistocène de la fin du Pléistocène moyen et du supérieur</i> | 54 |
| b) <i>Biache Saint Vaast</i> | 56 |
| c) <i>Piégu</i> | 57 |
| <u>3 – Peut-on dater par ESR des échantillons du Pléistocène inférieur ?</u> | 58 |
| a) <i>Isernia la Pineta (Molise, Italie)</i> | 59 |
| b) <i>Le site paléoanthropologique de Yunxian (Hubei, Chine)</i> | 60 |
| c) <i>Les formations littorales plio-pléistocènes d'Emilie Romagne et le site paléolithique Ca' Belvedere di Monte Poggiolo (Italie)</i> | 61 |
| <u>4 – Datation de séquences archéologiques du Pléistocène moyen final et du Pléistocène supérieur</u> | 62 |
| a) <i>Le Portel Ouest</i> | 63 |
| b) <i>Grotta di Fumane</i> | 63 |
| c) <i>Payre</i> | 65 |
| d) <i>Ranville</i> | 66 |
| e) <i>Grotta di San Bernardino</i> | 66 |
| e) <i>Song Terus</i> | 67 |
| PARTIE IV – Discussion succincte et perspectives | 69 |
| Références bibliographiques | 76 |
| Listes des figures | 86 |
| Listes des tableaux | 88 |
| Annexes : Texte de la présentation orale et diapositives Powerpoint | |

CURRICULUM VITAE

Jean-Jacques BAHAIN

Né le 29 décembre 1964 à Antony (92-Hauts de Seine)

Nationalité Française

Marié, deux enfants.

Maître de Conférences du Muséum national d'histoire naturelle depuis le 1^{er} janvier 1998.

Adresse professionnelle :

Département de Préhistoire du Muséum National d'Histoire Naturelle
1, rue René Panhard
75013 Paris
Tel. 01 43 31 62 91 - Fax. 01 43 31 22 79 - e-mail : bahain@mnhn.fr

Adresse personnelle :

10, rue du moulin des lapins
75014 Paris

1 - Formation universitaire

1984 – D.E.U.G série A, Université Bordeaux I

1986 – Maîtrise de Sciences et Techniques (M.S.T.) de géologie pratique, Université de Bordeaux III

1987 – D.E.A “ Quaternaire : géologie, paléontologie humaine, préhistoire ”, Muséum National d'Histoire Naturelle

1993 – Doctorat du Muséum National d'Histoire Naturelle.

Distinctions

- Prix “ **Irène Meynieux** ” 1993 décerné par l'Association Française pour l'Avancement des Sciences.
- Lauréat de la **Bourse Prince Rainier III de Monaco** 1992-1993.
- Co-lauréat (avec Christophe Falguères et Pierre Voinchet) du prix “ **Etienne Roth du Commissariat à l'Energie Atomique** ” 2003 décerné par l'Académie des Sciences.

Participations à des programmes de recherche

GDR – peH – autres

- Participation au GDR 1033 "*Les méthodes nucléaires en archéologie*" de 1991 à 2000 (J.-N. BARRANDON)
- Participation au programme CNRS « Paléoenvironnement et évolution des hominidés » intitulé "*Apport des méthodes radiométriques aux études des premiers peuplements en Europe occidentale* " (C. FALGUERES) de 1997 à 2000
- Participation au programme CNRS « Paléoenvironnement et évolution des hominidés » intitulé "*Paléoenvironnements pléistocènes et peuplements paléolithiques dans le bassin de la Somme et ses abords* " (P. ANTOINE) de 1997 à 2000
- Participation au Projet Collectif de Recherche "*Préhistoire de la vallée moyenne de la Creuse et séquences quaternaires de la vallée*" (J. DESPRIEE, G. COULON et R. GAGEONNET) depuis 1999
- Participation à la prospection thématique " *Formations plio-pléistocènes des vallées du Loir et du Cher* " (J. DESPRIEE) depuis 2000

MAE

- Participation au Projet de Fouilles Archéologiques à l'Étranger "*L'Homme Préhistorique en Ethiopie*" (H. de LUMLEY & Y. BEYENE) depuis 1992
- Participation au Programme Paléoanthropologique Franco-Iranien (FIPP) intitulé "*Le peuplement ancien du Moyen-Orient. Mission préhistorique de la région de Téhéran, Iran*" (G. BERILLON & A. ASGARI KHANEGHAH) depuis 2004
- Coordinateur du Projet de Fouilles Archéologiques à l'Étranger "*Etudes archéologiques, stratigraphiques et paléoenvironnementales de la grotte de la Coloquinte à Tangshan (Jiangsu) en Chine*" depuis 2004
- NAMIBIE depuis 2007 (BQR MNHN et programme Chorus)

ECLIPSE

- Participation au Projet de Recherche intitulé "*Variations paléoclimatologiques en milieu continental à des latitudes moyennes déduites d'un concrétionnement stalagmitique forme de 780 000 ans à nos jours (grotte de la Basura en Ligurie italienne)*" dans le cadre du programme INSU « Eclipse » (L. ROUSSEAU) de 2005 à 2006
- Participation au Projet de Recherche intitulé "*Signature climatique des Interglaciaires dans les Tufs Européens, réponse des Environnements et impact sur le Peuplement paléolithique (SITEP)*" dans le cadre du programme INSU « Eclipse » (N. LIMONDIN-LOZOUET) depuis 2004

MNHN

- Coordinateur du projet « *Archives sédimentaires quaternaires - Enregistrements paléoclimatiques quaternaires déduits de matériels continentaux de position géographique, d'épaisseur ou d'âge exceptionnels* » dans le cadre du PPF « Structure et évolution des écosystèmes » du MNHN
- Participation au programme de rénovation du Musée de l'Homme, co-coordonateur du (avec F. FRÖHLICH) du groupe de travail "*L'Homme, ses relations avec le climat et les environnements (minéral et vivant) : interactions (y compris énergie et ressources)*"

Activités administratives et associatives

Membre de L'USM 0204 du Muséum National d'Histoire Naturelle

Membre de l'UMR 5198 du CNRS "*Les hominidés au Quaternaire : milieux et comportements*"

Membre suppléant (de 2002 à 2006) puis titulaire (depuis 2006) de la commission de spécialistes " Sciences humaines et Sociales " du Muséum National d'Histoire Naturelle, secrétaire de ladite commission depuis 2006.

Membre titulaire de la commission de spécialistes " Sciences humaines et Sociales " de l'Université de Rennes I depuis 2004.

Membre du bureau de l'Association française pour l'étude du Quaternaire (AFEQ) et du comité de rédaction de la revue "*Quaternaire*" éditée par cette dernière depuis 2002 (assistant au directeur de publication de 2002 à 2004, directeur de la publication depuis 2005)

Membre du comité éditorial de la revue "*Gallia Préhistoire*" édité par CNRS Editions depuis 2007

Enseignement

DEA et Masters de recherche co-encadrés Enseignement

BLANCHIN Barbara (1999) - *Datation des niveaux supérieurs de la grotte de Madonna dell'Arma : Application des méthodes du déséquilibre dans les familles de l'uranium (U-Th) et de la résonance de spin électronique (ESR)*. Mémoire de D.E.A. du Muséum National d'Histoire Naturelle, 38 p.

FARKH Samer (1999) - *Application des méthodes du déséquilibre des familles de l'uranium et de la résonance de spin électronique (ESR) à la datation de sites paléolithiques. Méthodologie et protocoles expérimentaux*. Mémoire de D.E.A. du Muséum National d'Histoire Naturelle, 30 p.

FEI Han (2007) - *Effect of deposits alteration on dating the animal teeth from Caune de l'Arago site by combined Electron Spin Resonance (ESR) and uranium series methods*. Mémoire de Master du Muséum National d'Histoire Naturelle, 70 p.

GRUPPIONI Giulia (2002) - *Datation des niveaux moustériens et aurignaciens de la grotte de Fumane (Vérone, Italie) par les méthodes U-Th et ESR*. Mémoire de D.E.A. du Muséum National d'Histoire Naturelle, 68 p.

HAMEAU Sébastien (1999) - *L'âge de l'occupation des grottes dans les Montagnes du Sud de Java (Indonésie). Datation par Uranium-Thorium des sites de Song Terus et Guwa Tabuhan*. Mémoire de D.E.A. du Muséum National d'Histoire Naturelle, 33 p.

LEBON Matthieu (2005) - *Caractérisation des os brûlés : microscopie électronique à balayage, spectroscopie infrarouge et résonance paramagnétique électronique : élaboration d'un référentiel et applications aux sites d'Orgnac 3 (Ardèche, France), Bize-Tournal (Aude, France), et Song Terus (Java, Indonésie)*. Mémoire de Master du Muséum National d'Histoire Naturelle, 68 p.

PIROUELLE Florence (2000) - *Datation des niveaux du Paléolithique supérieur ancien de l'abri Pataud, les Eyzies de Tayac (Dordogne, France) par les méthodes U-Th et ESR.* Mémoire de D.E.A. du Muséum National d'Histoire Naturelle, 71 p.

TISSOUX Hélène (1999) - *Géochronologie de sites paléolithiques de Catalogne. Résultats préliminaires obtenus par les méthodes U-Th et ESR sur les sites de l'Arbreda, de Cau del Duc d'Ullà et de Cau del Duc de Torroella de Montgri*. Mémoire de D.E.A. du Muséum National d'Histoire Naturelle, 57 p.

Thèses co-encadrées

FARKH Samer (2004) - *Contribution à la datation des niveaux moustériens de la grotte de Karain (Antalia, Turquie) par les méthodes des séries de l'uranium (U-Th) et la résonance de spin électronique (ESR) : Méthodologie et paléoclimatologie*. Thèse de Doctorat du Muséum National d'Histoire Naturelle, 194 p.

GARCIA Tristan (2004) - *Cadres stratigraphique, magnétostratigraphique et géochronologique des hominidés fossiles du site de Dmanissi en Géorgie*. Thèse de Doctorat du Muséum National d'Histoire Naturelle, 232 p.

GRUPPIONI Giulia (2004) - *Datation par les méthodes uranium-thorium (U/Th) et résonance paramagnétique électronique (RPE) de deux gisements du Paléolithique moyen et supérieur de Vénétie: la grotte de Fumane (monts Lessini- Vérone) et la grotte majeure de San Bernardino (monts Berici- Vicence)*. Dottorato Internazionale in Dinamiche ambientali, umane e comportamentali, Università degli Studi di Ferrara, 174 p.

HAMEAU Sébastien (2004) - *Datation des sites paléolithiques du Pléistocène inférieur et supérieur de Punung (Pacitan, Java). Application des méthodes ESR et U-Th aux grottes de Song Terus et Goa Tabuhan*. Thèse de Doctorat du Muséum National d'Histoire Naturelle, 200 p.

MEHIDI Nadir (2005) - *Datation de sites moustériens de Ligurie par les méthodes U/Th et RPE : Abri Mochi, Arma delle Manie*. Thèse de Doctorat du Muséum National d'Histoire Naturelle, 137 p.

PIROUELLE Florence (2006) - *Contribution méthodologique à la datation, par les méthodes uranium-thorium (U-Th) et résonance de spin électronique (ESR), de sites moustériens de Ligurie, de France et de Belgique*. Thèse de Doctorat du Muséum National d'Histoire Naturelle, 396 p.

TISSOUX Hélène (2004) - *Datation par uranium-thorium et par résonance paramagnétique électronique de quelques gisements paléolithiques du Pléistocène supérieur de Catalogne (Espagne) et du sud de la France*. Thèse de Doctorat du Muséum National d'Histoire Naturelle, 262 p.

VOINCHET Pierre (2002) - *Datation par résonance paramagnétique électronique (RPE) de quartz blanchis extraits de sédiments fluviatiles pléistocènes : contribution méthodologique et application aux systèmes de la Creuse, du Loir et de l'Yonne*. Thèse de Doctorat du Muséum National d'Histoire Naturelle, 234 p.

Participation à d'autres jurys de thèses

CHAPON Cécile (2007) – *Cadre stratigraphique, sédimentologique, paléoclimatique et géochronologique du site à hominidés fossiles de Fejej FJ-1, Sud-Omo, Ethiopie*. Thèse de doctorat de l'Université de Perpignan, 434 p.

LECERVOISIER Bertrand (2003) - *Etude stratigraphique, sédimentologique, micromorphologique et paléoclimatique de remplissages de grottes du Pléistocène supérieur ancien de l'Europe méditerranéenne : Sites moustériens du Boquete de Zafarraya (Andalousie), de Madonna dell'Arma (Ligurie) et de Kalamakia (Laconie, Péloponèse)*. Thèse de Doctorat du Muséum National d'Histoire Naturelle, 251 p.

Participation à l'encadrement de stagiaires d'autres universités

ZUCCARELLO Agnese (2005) - *Aspetti metodologici e problematiche nell'applicazione della Risonanza Paramagnetica Elettronica alla caratterizzazione e datazione di cristalli naturali*. Thèse de doctorat en physique, université de Catane, 168 p.

Participation à l'encadrement de thèses en cours

DUVAL Mathieu (depuis 2004) - *Cadre chronostratigraphique des formations plio-pléistocènes du Bassin de Guadix-Baza. Datation par ESR des gisements archéologiques et/ou paléontologiques d'Orce, Andalousie, Espagne*. Thèse de Doctorat du Muséum National d'Histoire Naturelle.

LEBON Matthieu (depuis 2005) - *le traitement thermique des ossements*. Thèse de Doctorat du Muséum National d'Histoire Naturelle.

Participations à l'enseignement

Depuis 2004 - Participation à l'enseignement de master «Evolution, Patrimoine Naturel et Sociétés» option " Quaternaire et Préhistoire : Paléoenvironnements, Lignée Humaine, Histoire des Sociétés ", Muséum National d'Histoire Naturelle (10 à 20 heures par an). Co-direction des modules d'enseignements QP Géologie (QP1 « *Le Quaternaire : cadre chronologique, stratigraphique, géologie des formations continentales* » & QP6 « Les référentiels chronologiques et climatiques du Quaternaire ») et QP19 « *Méthodes de datation en préhistoire et en géologie du Quaternaire* », intervention dans les modules QP16a « *Les premiers peuplements des hominidés* » et QP26 « *Collections minérales et ostéologiques en sciences de l'Homme* », participation au module QP 28 « *Milieus sédimentaires, environnements et peuplements quaternaires*»

Depuis 2004 - Participation à l'enseignement de master «Sciences, Technologies, Santé» option " Archéologie & Histoire ", Université de Rennes (2 à 3 h/an)

Depuis 2004 - Participation à l'enseignement de master «Anthropologie Biologique», Université de méditerranée, Marseille (2 h/an).

Depuis 2003 - Participation au stage de formations d'enseignants du Secondaire (IUFM) des académies de Créteil et de Paris« La Lignée Humaine », Muséum National d'Histoire Naturelle (2 à 4 h/an).

2003 - Participation à l'enseignement du DEA "Archéologie et archéosciences", Université de Rennes I (4 h).

2003 - Participation à l'enseignement du DEA "Quaternaire : géologie, paléontologie humaine, préhistoire", Université de méditerranée, Marseille (2 h).

2003 - Participation à l'enseignement du DEA "Quaternaire : géologie, paléontologie humaine, préhistoire", Muséum National d'Histoire Naturelle, Paris (une dizaine d'heure).

2003 - Participation au cours intensif " Dynamiques environnementales, humaines et comportementales " Programme SOCRATES, Contratto istituzionale ERASMUS 2002/2003, Isernia, Italie (2 h/an).

De 1998 à 2003 - Participation à l'enseignement du DEA "Quaternaire : géologie, paléontologie humaine, préhistoire", Université de méditerranée, Marseille.

De 1997 à 2004 - Intervention dans le cadre du séminaire " Géochronologie et Paléoclimatologie du Quaternaire" de l'école doctorale du Muséum National d'Histoire Naturelle de Paris.

De 1989 à 2003 - Participation à l'enseignement du DEA "Quaternaire : géologie, paléontologie humaine, préhistoire", Muséum National d'Histoire Naturelle, Paris.

De 1994 à 1999 - Enseignement dans le cadre du module " Préhistoire " de la maîtrise d'histoire de l'Université du Maine au Mans.

1999 - Enseignement dans le cadre de l'université d'été de Tautavel.

1998 – Participation à la formation continue pour enseignants de l'Académie de Paris au Musée de l'Homme de Paris.

1997 et 1998 - Encadrement d'une étudiante en maîtrise de géographie à l'université Paris 1 - Sorbonne.

1995 – Organisation d'une sortie géologique concernant la coupe pléistocène de Villiers-Adam (Val d'Oise) pour les étudiants en CAPES de l'Université de Picardie à Amiens.

1995 – Présentation de la méthode de datation par résonance de spin électronique (ESR) au Laboratoire de Métrologie des Rayonnements Ionisants (LMRI), Commissariat à l'Energie Atomique, Centre d'Etudes Nucléaires de Saclay.

1993 - Enseignement dans le cadre de l'université d'été de Menton.

1991 et 1992 - Intervention dans le cadre des séminaires de l'Institut de Paléontologie Humaine de Paris.

Diffusion des connaissances

Participation à la réalisation d'exposition

1990 - "La nuit des temps", Musée de l'Homme, Paris.

1992 - "A la rencontre des Amériques", Musée de l'Homme, Paris.

1995 - " Histoire d'Ancêtres - la grande aventure de la Préhistoire", Varennes sur Seine, Seine-et-Marne.

1995 - "La grotte Chauvet-Pont d'Arc : un sanctuaire préhistorique et l'art paléolithique des Gorges de l'Ardèche", Vallon-Pont d'Arc, Ardèche.

1997 - "Du Big Bang à demain", Musée archéologique départemental du Val d'Oise, Guiry-en-Vexin, Val d'Oise.

1998 - "Homo erectus – A la conquête du monde", Musée de l'Homme, Paris.

2003 - "Premiers Hommes de Chine – une odyssée d'un million d'années, un siècle de découvertes", Musée de l'Homme, Paris.

2004 - "Préhistoire du Val de Creuse en Berry ", Musée d'Argentomagus, Saint-Marcel, Indre.

2005 - "Le site préhistorique de Fejej FJ-1, Sud Omo, Ethiopie", National Museum of Ethiopia, Addis Abeba, Ethiopie.

2005 - "E = mc² de l'énergie à la vie ", Musée de Préhistoire des gorges du Verdon, Quinson, Alpes-de-Haute-Provence.

2005 - "Rift, histoire de l'Est-Africain ", Muséum national d'Histoire naturelle, Galerie de minéralogie, Paris.

2006 " Neandertal ? Hypothèses d'une disparition" Musée de l'Homme, Paris.

Conférences, soirées-débats

1987 - MONNIER J.-L., HALLEGOUËT B., GAGNEPAIN J., SERRE F., RAGE L. & BAHAIN J.-J. "Le gisement acheuléen de Piégu en Bretagne (200 000 ans) après la campagne de fouilles de sauvetage de l'été 1987", Musée de l'Homme "Habitats préhistoriques en Europe", Paris, 11 décembre 1987.

1989 - GAGNEPAIN J. & BAHAIN J.-J. "Ca' Belvedere di Monte Poggiolo: premiers résultats des datations et de l'étude paléomagnétique", Forli (Italie), 17 mars 1989 .

1989 - FALGUERES C. & BAHAIN J.-J. "Quel est l'âge de ce site ? Fouilles préhistoriques et techniques modernes de datation", université de médecine-biologie humaine de Paris-Nord, Bobigny, 28 Mai 1989.

1993 - LUMLEY H. DE, BAHAIN J.-J., LAURENT M. & MARCHAL F. "Présentation du chantier de fouilles de Fejej, Province du Sud Omo, Ethiopie", Institut de Paléontologie Humaine, Paris, 19 mars 1993.

1995 - LUMLEY H. de & BAHAIN J.-J. "Mode de vie et comportement des premiers hommes - un bilan des fouilles du site de Fejej en Ethiopie", Musée de l'Homme, Paris, 8 février 1995.

1995 - " La grande aventure de la Préhistoire", soirée organisée par l'association Cristal, Varennes sur Seine, 21 mars 1995

1995 - " Apport du nucléaire à la paléontologie", soirée organisée par le Commissariat à l'Energie Atomique, Fontenay aux Roses, 20 octobre 1995

1997 - LOCHT J.-L., BAHAIN J.-J. & DRWILA G. " Les gisements pléistocènes de Villiers-Adam (Val d'Oise)", Mercredi archéologique du Service départemental d'Archéologie du Val d'Oise, Saint-Ouen-l'Aumône, 12 mars 1997.

1997 - BAHAIN J.-J. & MANIATIS I. "Datations isotopiques et géochimiques des formations quaternaires. Application aux sites préhistoriques", Institut Français d'Athènes, Athènes, Grèce, 17 avril 1997.

1998 - BAHAIN J.-J. & PLEURDEAU D. "Fejej (Ethiopie), un site archéologique vieux de 2 millions d'années", Université Permanente de la Ville de Paris, Musée de l'Homme, Paris, mars 1998.

1998 - BAHAIN J.-J. "Etat des connaissances actuelles sur les origines de l'Homme et méthodes d'investigations et d'analyses en Préhistoire", Sorties ARSCO-ARCEA, Institut de Paléontologie Humaine, Paris, avril 1998.

1999 - BAHAIN J.-J. "La géochronologie", Université Permanente de la Ville de Paris, Musée de l'Homme, Paris, mars 1999.

1999 - BAHAIN J.-J. & BERILLON G. "Aperçu paléanthropologique des facteurs de mortalité dans les populations préhistoriques au cours des cinq derniers millions d'années", Audition de la Commission Nationale d'Evaluation des Recherches sur la Gestion des déchets radioactifs, Maison de la Chimie, Paris, mars 1999.

2000 - BAHAIN J.-J. "L'Homme premier", Collège du temps retrouvé, Eaubonne, mai 2000.

2003 - BAHAIN J.-J. "Quel âge a ce site ? Les méthodes de datation en Préhistoire", Vendredis du Musée d'Argentomagus, Saint-Marcel, février 2003.

2004 - FALGUERES C. & BAHAIN J.-J. "The Electron Spin Resonance Method (ESR). Application to the dating of the oldest settlements in Eurasia", Institute of Geology, China Seismological Bureau, Beijing (Chine), juillet 2004.

2004 - BAHAIN J.-J. & FALGUERES C. "The Electron Spin Resonance Method (ESR) for dating geological and archaeological samples : potential and limits", State Key Laboratory of Loess and Quaternary Geology, Xi'an (Chine), juillet 2004.

2004 - BAHAIN J.-J. & TISSOUX H. "Contribution of the Electron Spin Resonance (ESR) dating Method to the understanding of the first european human settlements", Beida University, Beijing (Chine), octobre 2004.

2004 - BAHAIN J.-J., ABDESSADOK S., CAUCHE D., DETIENNE V., KHATIB S., MOULLE P.-E., TISSOUX H. & VIALET A. " Le site de l'Homme de Yunxian (Province du Hubei, Chine) et le peuplement ancien de la Chine ", Université Permanente de la Ville de Paris, Muséum National d'Histoire Naturelle, Paris, novembre 2004.

Animation scientifique et culturelle

1987 à 1993 - Encadrement de fouilleurs sur les chantiers de fouilles archéologiques de Tautavel (Pyrénées-orientales), du Lazaret (Alpes-Maritimes) et de la Baume Bonne (Alpes de Haute Provence).

1993 - Animation archéologique pour la Cité des Sciences et de l'Industrie de la Villette, Paris : apprentissage des techniques de fouilles et de relevés archéologiques à des élèves de CE1 au CM2 (1-28 mars 1993).

Depuis 1992 - Animation archéologique aux *journées de la Préhistoire* de Quinson (Alpes de Haute Provence)

1998 à 1999 - Visite guidée de l'exposition " Homo erectus – à la conquête du monde " pour enseignants (12 mai 1999 ; 9 juin 1999 ; 13 octobre 1999)

2003 - Visite guidée de l'exposition " Premiers Hommes de Chine – une odyssée d'un million d'années, un siècle de découvertes " pour journalistes (mars 2003)

Participation à des colloques et congrès

1987, 5th International specialist seminar on TL and ESR dating, Cambridge.

1987, 2nd congrès de Paléontologie Humaine, Turin.

1988, Excursion de la commission INQUA sur les loess, Italie centrale et septentrionale.

1989, Réunion des sociétés savantes "Les premiers peuplements de l'Europe", Paris.

1989, Congrès international de Forli "Il piu antico popolamento della valle padana nel quadro delle conoscenze europee", Forli (Italie)(sur invitation).

1990, 13ème Réunion des Sciences de la Terre, Grenoble.

1990, 6th International specialist seminar on TL and ESR dating, Clermont-Ferrand.

1991, XIIe Congrès de l'UISPP, Bratislava.

1991, IIIe International symposium on ESR dosimetry and applications, Gaithersburg (Etats-Unis).

1992, 14ème Réunion des Sciences de la Terre, Toulouse.

1992, Colloque international sur l'homme préhistorique de Temara et ses contemporains du bassin méditerranéen depuis 100 000 ans, Rabat.

1993, 7th International specialist seminar on TL and ESR dating, Krems (Autriche).

1995, 4th International Symposium on ESR Dosimetry and Applications, Munich/Neuherberg.

- 1996, 8th International Conference on Luminescence and Electron Spin Resonance dating, Canberra.
- 1996, 13ème congrès UISPP, Forli (Italie)
- 1997, European Union of Geosciences, EUG 9, Strasbourg.
- 1997, Colloque d'Archéométrie G.M.P.C.A., Rennes.
- 1997, Colloque AFEQ - INQUA Q2 "Corrélations entre séries quaternaires", Orléans.
- 1999, Congrès International " Science et technologie pour la sauvegarde du patrimoine culturel dans les pays du bassin méditerranéen", Nanterre.
- 2000, Colloque "Les premiers habitants de l'Europe ", Tautavel.
- 2000, Colloque "Les hominidés et leurs environnements ", Poitiers.
- 2000, Colloque "XXI rencontres internationales d'archéologie de d'histoire ", Antibes.
- 2000, Colloque "Les premières journées françaises des isotopes stables ", Nancy.
- 2001, Colloque " International symposium on new strategy of ESR dosimetry and dating ", Osaka.
- 2001, 14ème congrès UISPP, Liège.
- 2002, 10th International Conference on Luminescence and Electron Spin Resonance Dating, Reno.
- 2002, Colloque FLAG 2002, Clermont-Ferrand.
- 2002, Séance thématique de la société préhistorique française "Recherches archéologiques en Afrique", Paris.
- 2003, Colloque international " Données récentes sur les modalités de peuplement et sur le cadre chronostratigraphique, géologique et paléogéographique des industries du Paléolithique inférieur et moyen en Europe , Rennes.
- 2004, Colloque " 9th national conférence on Luminescence and ESR dating ", Lanzhou, Chine (invité)
- 2004, 1ère classe supérieure de coopération sino-française "Culture de l'humanité antique et environnement", Tangshan Chine (invité)
- 2005, 11th International Conference on Luminescence and Electron Spin Resonance Dating, Cologne.
- 2006, Colloque International « Q5, le Quaternaire, Limites et spécificités », Paris (Membre du comité d'organisation et du comité scientifique).

Travaux et articles

Mémoires universitaires non publiés

- M-1) **BAHAIN J.-J.** (1987). *Paléomagnétisme et datation par les méthodes de la résonance de spin électronique et de la spectrométrie gamma du plancher stalagmitique de la grotte de la Basura à Toirano - Premiers résultats*, Mémoire de D.E.A., Muséum National d'Histoire Naturelle, Paris, 103 pages, non publié.
- M-2) **BAHAIN J.-J.** (1993). *Datation par résonance de spin électronique (ESR) de carbonates et d'émail dentaire quaternaires - Potentiel et limites*, Doctorat du Muséum National d'Histoire Naturelle, Paris, 114 pages, non publié.

Articles dans des revues à comité de lecture

- A-1) FALGUERES C., AJAJA O., LAURENT M. & **BAHAIN J.-J.** (1991). Datation de la grotte d'Aldène (Cesseras, Hérault). Comparaison par les méthodes du déséquilibre des familles de l'uranium et de la résonance de spin électronique. *Bulletin du Musée d'Anthropologie Préhistorique de Monaco*, **34**, 17-27.
- A-2) **BAHAIN J.-J.**, YOKOYAMA Y., FALGUERES C. & SARCIA M.N. (1992). ESR dating of tooth enamel: a comparison with K-Ar dating, *Quaternary Science Reviews*, **11**, 245-250.
- A-3) **BAHAIN J.-J.**, SARCIA M.N., FALGUERES C. & YOKOYAMA Y. (1993). Attempt at ESR dating of tooth enamel of French Middle Pleistocene sites. *Applied Radiation and Isotopes*, **44**, 267-272.
- A-4) MONCEL M.H., **BAHAIN J.-J.**, FALGUERES C., EL HAZZAZI N., KALAÏ C., MSAOUDI H., MJAHAD M., PATOU-MATHIS M. & RENAULT-MISKOVSKY J. (1993). Le site de Payre (commune de Rompon, Ardèche : un site paléolithique moyen ancien dans un contexte d'abri effondré. Premier bilan des études pluridisciplinaires : position chronologique, paléoenvironnement, paléoclimatologie. *Quaternaire*, **4**, 159-173.

- A-5) ROUSSEAU L., OBERT D., **BAHAIN J.-J.**, MASAOUDI H. & LAURENT M. (1994). Analyse géochimique et minéralogique d'un plancher stalagmitique en formation dans la carrière des "Brillants" à Meudon, *Bulletin d'information des géologues du Bassin de Paris*, **31**, 13-19.
- A-6) **BAHAIN J.-J.**, YOKOYAMA Y., FALGUERES C. & BIBRON R. (1994). Choix du signal à utiliser lors de la datation par résonance paramagnétique électronique (RPE) de calcites stalagmitiques quaternaires. *Comptes Rendus de l'Académie des Sciences, Paris*, **318**, 375-379.
- A-7) LAURENT M., FALGUERES C., **BAHAIN J.-J.** & YOKOYAMA Y. (1994). Géochronologie du système de terrasses fluviales quaternaires du bassin de la Somme par datation RPE sur quartz, déséquilibres des familles de l'uranium et magnétostratigraphie. *Comptes Rendus de l'Académie des Sciences, Paris*, **318**, 521-526.
- A-8) ROUSSEAU L., ROBERT F., LUMLEY H. DE, **BAHAIN J.-J.** & FALGUERES C. (1994). Analyse de la composition isotopique ($\delta^{18}\text{O}$) du plancher stalagmitique supérieur de la grotte du Lazaret à Nice. *Comptes Rendus de l'Académie des Sciences, Paris*, **318**, 783-786.
- A-9) MONNIER J.L., HALLEGOUËT B., HINGUANT S., LAURENT M., AUGUSTE P., **BAHAIN J.-J.**, FALGUERES C., GEBHARDT A., MARGUERIE D., MOLINES N. MORZADÉC H. & YOKOYAMA Y. (1994). A new regional group of the Lower Palaeolithic in Brittany (France), recently dated by Electron Spin Resonance. *Comptes Rendus de l'Académie des Sciences, Paris*, **319**, 155-160.
- A-10) FALGUERES C., MIALLIER D., SANZELLE S., FAÏN J., LAURENT M., MONTRET M., PILLEYRE T. & **BAHAIN J.-J.** (1994). Potential use of the E' center as an indicator of initial resetting in TL/ESR dating of volcanic materials. *Quaternary geochronology (Quaternary Science Review)*, **13**, 619-623.
- A-11) **BAHAIN J.-J.**, YOKOYAMA Y., MASAOUDI H., FALGUERES C. & LAURENT M. (1994). Thermal behaviour of ESR signals observed in various natural carbonates. *Quaternary geochronology (Quaternary Science Review)*, **13**, 671-674.
- A-12) MASAOUDI H., FALGUERES C., **BAHAIN J.-J.**, YOKOYAMA Y. & LHOMME G. (1994). Datation d'ossements et de planchers stalagmitiques provenant de l'abri des pêcheurs (Ardèche) par la méthode des déséquilibres des familles de l'uranium (U-Th). *Quaternaire*, **5**, 79-83.
- A-13) KERAUDREN B., FALGUERES C., **BAHAIN J.-J.**, SOREL D. & YOKOYAMA Y. (1995). Nouvelles datations radiométriques des terrasses marines de Corinthe (Péloponnèse septentrional, Grèce). *Comptes Rendus de l'Académie des Sciences, Paris*, **320**, 483-489.
- A-14) **BAHAIN J.-J.**, YOKOYAMA Y., FALGUERES C. & BIBRON R. (1995). Datation par résonance de spin électronique (ESR) de carbonates marins quaternaires (coraux et coquilles de mollusques). *Quaternaire*, **6**, 13-19.
- A-15) LOCHT J.L., SWINNEN C., ANTOINE P., AUGUSTE P., PATOU-MATHIS M., DEPAEPE P., FALGUERES C., LAURENT M., **BAHAIN J.-J.** & MATHYS P. (1995). Le gisement paléolithique moyen de Beauvais (Oise). *Bulletin de la Société Préhistorique Française*, **92**, 213-226.
- A-16) DOLO J.M., LECERF N., MIHAJLOVIC V., FALGUERES C. & **BAHAIN J.-J.** (1996). Contribution of ESR dosimetry for irradiation of geological and archaeological samples with a ^{60}Co panoramic source. *Applied Radiation and Isotopes*, **47**, 1419-1421.
- A-17) FALGUERES C., **BAHAIN J.-J.** & SALEKI H. (1997). U-series and ESR dating of teeth from Acheulian and Mousterian levels at La Micoque (Dordogne, France). *Journal of Archaeological Science*, **24**, 537-545.
- A-18) BISCHOFF J.L., FITZPATRICK J.A., LÉON L., ARSUAGA J.L., FALGUÈRES C., **BAHAIN J.-J.** & BULLEN T. (1997). Geology and preliminary dating of the hominid-bearing sedimentary fill of the Sima de los Huesos Chamber, Cueva Mayor of the Sierra de Atapuerca, Burgos, Spain. *Journal of Human Evolution*, **33**, 129-154.
- A-19) BECHTEL F., GUIBERT P., SCHVOERER M., VARTANIAN E., FAÏN J., MIALLIER D., MONTRET M., PILLEYRE T., SANZELLE S., **BAHAIN J.-J.**, FALGUÈRES C., TRIPIER J., POUPEAU G., MERCIER N. & VALLADAS H. (1997). Intercomparaisons dosimétriques en datation par TL et RPE partie 1 : mesures de teneurs en K, U, Th dans les calcaires et des sédiments silicatés provenant de la grotte XVI (Dordogne). *Revue d'Archéométrie*, **21**, 21-27.
- A-20) FAÏN J., MIALLIER D., MONTRET M., PILLEYRE T., SANZELLE S., SOUMANA S., BECHTEL F., GUIBERT P., SCHVOERER M., VARTANIAN E., MERCIER N., VALLADAS H., **BAHAIN J.-J.**, FALGUERES C. & TRIPIER J. (1997). Intercomparaisons dosimétriques en datation par TL et RPE partie 2 : milieux naturels-témoins de la région de Clermont-Ferrand (Puy-de-Dôme). *Revue d'Archéométrie*, **21**, 29-34.
- A-21) MASAOUDI H., FALGUERES C., **BAHAIN J.-J.** & MONCEL M.H. (1997). Datation du site paléolithique moyen de Payre (Ardèche) : nouvelles données radiométriques (méthodes U/Th et ESR). *C. R. Acad. Sci. Paris*, **324**, 149-156.
- A-22) LAURENT M., FALGUERES C., **BAHAIN J.-J.**, ROUSSEAU L. & VAN VLIET LANOË B. (1998). ESR dating quartz from Quaternary and Neogene sediments: method, potential and actual limits. *Quaternary Geochronology (Quaternary Science Review)*, **17**, 1057-1062.
- A-23) PERETTO C., AMORE F.O., ANTONIAZZI A., ANTONIAZZI ALDO, **BAHAIN J.-J.**, CATTANI L., CAVALLINI E., ESPOSITO P., FALGUÈRES C., GAGNEPAIN J., HEDLEY I., LAURENT M., LEBRETON V., LONGO L., MILLIKEN S., MONEGATI P., OLLÉ A., PUGLIESE N., RENAULT-MISKOVSKY J., SOZZI M., UNGARO S., VANNUCCI S., VERGES

- J.M., WAGNER J.J. & YOKOYAMA Y. (1998). L'industrie lithique de Ca'Belvedere di Monte Poggiolo : Stratigraphie, matière première, typologie, remontages et traces d'utilisation. *L'Anthropologie*, **102**, n°4, 343-465.
- A-24) FALGUERES C., **BAHAIN J.-J.**, YOKOYAMA Y., ARSUAGA J.L., BERMUDEZ DE CASTRO J.M., CARBONELL E., BISCHOFF J.L. & DOLO J.M. (1999). Earliest humans in Europe: the age of TD6 Gran Dolina, Atapuerca, Spain. *Journal of Human Evolution*, **37**, 343-352.
- A-25) VALLADAS H., MERCIER N., FALGUERES C. & **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.
- A-26) VAN VLIET LANOË B., LAURENT M., **BAHAIN J.-J.**, BALESU S., FALGUÈRES C., FIELD M., HALLÉGOUËT B. & KEEN D.H. (2000). Middle Pleistocene raised beach anomalies in the English Channel: regional and global stratigraphic implications. *Journal of Geodynamics*, **29**, 15-41.
- A-27) DAVEAU I., GOUSTARD V. & **BAHAIN J.-J.** (2000). Un complexe métallurgique et minier du Haut Moyen-Âge – le site des Fourneaux à Vert-Saint-Denis (Seine-et-Marne), *Gallia*, **57**, 77-99.
- A-28) LAURENT M., RICARD J.-L., **BAHAIN J.-J.**, VOINCHET P. & ROUSSEAU L. (2000). Datation du site Paléolithique moyen de la Butte d'Arvigny (Moissy-Cramayel, Seine-et-Marne). *Comptes Rendus de l'Académie des Sciences, Paris*, **330**, série II, 581-583.
- A-29) FALGUÈRES C., **BAHAIN J.-J.**, YOKOYAMA Y., BISCHOFF J.L., ARSUAGA J.L., BERMUDEZ DE CASTRO J.M., CARBONELL E., & DOLO J.M. (2001). – Datation par RPE et U-Th des sites pléistocènes d'Atapuerca : Sima de los Huesos, Trinchera Dolina et Trinchera Galeria – Bilan géochronologique. *L'Anthropologie*, **105**, 71-81.
- A-30) **BAHAIN J.-J.**, LAURENT M., FALGUERES C., VOINCHET P., FARKH S. & TISSOUX H. (2002). Datation par résonance paramagnétique électronique (RPE) des formations fluviatiles pléistocènes et des gisements archéologiques ou paléontologiques associés. *Quaternaire*, **13** (2), 91-103.
- A-31) FALGUÈRES C., VOINCHET P. & **BAHAIN J.-J.** (2002) - ESR dating as a contributor to the chronology of the earliest humans in Europe. *Advances in ESR Applications*, **18**, 67-76.
- A-32) ANTOINE P., AUGUSTE P., **BAHAIN J.-J.**, COUDRET P., DEPAEPE P., FAGNART J.P., FALGUÈRES C., FONTUGNE M., FRECHEN M., HATTÉ C., LAMOTTE A., LAURENT M., LIMONDIN-LOZOUET N., LOCHT J.L., MERCIER N., MOIGNE A.M., MUNAUT A.V., PONEL P. & ROUSSEAU D.D. (2003). Paléoenvironnements pléistocènes et peuplements paléolithiques dans le bassin de la Somme (nord de la France). *Bulletin de la Société préhistorique française*, **100**, 5-28.
- A-33) VOINCHET P., FALGUÈRES C., LAURENT M., TOYODA S., **BAHAIN J.-J.** & DOLO J.M. (2003). Artificial optical bleaching of the aluminium center in quartz. Implications to ESR dating of sediments. *Quaternary Geochronology (Quaternary Science Reviews)*, **22**, 1335-1338.
- A-34) LOCHT J.-L., ANTOINE P., **BAHAIN J.-J.**, DWILA G., RAYMOND P., LIMONDIN-LOZOUET N., GAUTHIER A., DEBENHAM N., FRECHEN M., ROUSSEAU D.-D., HATTÉ C., HAESAERTS P. & METSDAGH H. (2003). Le gisement paléolithique moyen et les séquences pléistocènes de Villiers-Adam (Val d'Oise, France) : chronostratigraphie, environnement et implantations humaines. *Gallia Préhistoire*, **45**, 1-111.
- A-35) DESPRIEE J., VOINCHET P., **BAHAIN J.-J.**, FALGUERES C. LORAIN J.-M. & DUVALARD J. (2003). Les nappes alluviales pléistocènes du Loir dans la région de Vendôme (Loir-et-Cher, France) : contexte morphosédimentaire et chronologie RPE. *Quaternaire*, **14**, 207-218.
- A-36) ANTOINE P., BAHAIN J.-J., DEBENHAM N., FRECHEN M., GAUTHIER A., HAESAERTS P., HATTÉ C., LIMONDIN-LOZOUET N., LOCHT J.-L., RAYMOND P. & ROUSSEAU D.-D. (2003). Nouvelles données sur le Pléistocène du Nord du Bassin Parisien : les séquences loessiques de Villiers-Adam (Val d'Oise, France). *Quaternaire*, **14**, 219-235.
- A-37) CHAUSSE C., VOINCHET P., **BAHAIN J.-J.**, CONNET N. & LHOMME V. (2004). Middle and Upper Pleistocene evolution of the River Yonne Valley (France) -First results. *Quaternaire*, **15**, 53-64.
- A-38) DESPRIEE J., GAGEONNET R. VOINCHET P., **BAHAIN J.-J.** FALGUERES C., DUVALARD J. & VARACHE F. (2004). Pleistocene fluvial systems of the Creuse river (Middle Loire basin - Centre Region - France). *Quaternaire*, **15**, 77-86.
- A-39) VOINCHET P., **BAHAIN J.-J.** , FALGUERES C., LAURENT M., DOLO J.M., DESPRIEE J., GAGEONNET R. & CHAUSSE C. (2004). ESR dating of quartz extracted from Quaternary sediments: Application to fluvial terraces system of Northern France. *Quaternaire*, **15**, 135-141.
- A-40) LHOMME V., CONNET N., CHAUSSE C., BEMILLI C., **BAHAIN J.-J.** & VOINCHET P. (2004). Les sites et les industries lithiques du Paléolithique inférieur, moyen et supérieur de la basse vallée de l'Yonne dans leurs contextes chronostratigraphiques. Bilan de dix ans d'activité archéologique pluridisciplinaire dans le sud-est du Bassin parisien. *Bulletin de la Société préhistorique française*, **101** (4), 701-739.
- A-41) FALGUERES C. & **BAHAIN J.-J.** (2004). La datation par résonance paramagnétique électronique (RPE). Applications en géologie et en archéologie. *Journal of the Korean Paleolithic Society*, **9**, 61-78.

- A-42) COLTORTI M., FERAUD G., MARZOLI A., PERETTO C., TON-THAT T., VOINCHET P., **BAHAIN J.-J.**, MINELLI A. et THUN HOHENSTEIN U. (2005) - New $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$, stratigraphic and palaeoclimatic data on the Isernia La Pineta Lower Palaeolithic site, Molise, Italy. *Quaternary International*, **131**, 11–22.
- A-43) ROUSSEAU L., BEAUCHAMP J., FALGUÈRES C., EMBLANCH C., GENTY D., **BAHAIN J.-J.** & BLAMART D. (2005). Apport des marqueurs isotopiques et biogéochimiques dans la reconstitution du paléoenvironnement de la grotte du Lazaret (Nice, Alpes-Maritimes) au cours du Pléistocène supérieur (stade isotopique 5). *Comptes Rendus Geosciences*, **337**, 1348-1354.
- A-44) FALGUERES C., **BAHAIN J.-J.**, PEREZ-GONZALEZ A., MERCIER N., SANTONJA M. & DOLO J.-M. (2006) - The Lower Acheulian site of Ambrona, Soria (Spain): ages derived from a combined ESR/U-series model *Journal of Archaeological Science*, **33**, 149-157
- A-45) TISSOUX H., FALGUERES C., **BAHAIN J.-J.**, ROSELL I ARDEVOL J., CEBRIA A., CARBONELL E. & SERRAT D. (2006) - Datation par les séries de l'uranium des occupations moustériennes de la grotte des Teixoneres (Moia, province de Barcelone, Espagne). *Quaternaire*, **17** (1), 27-33.
- A-46) DESPRIEE J., GAGEONNET R., VOINCHET P., BAHAIN J.-J., FALGUERES C., VARACHE F., COURCIMAULT G. & DOLO J.-M. (2006) - Une occupation humaine au Pléistocène inférieur sur la bordure nord du Massif central. *C. R. Palevol*, **5**, 821–828.
- A-47) LIMONDIN-LOZOUET N., ANTOINE P., AUGUSTE P., **BAHAIN J.-J.**, CARBONEL P., CHAUSSÉ C., CONNET N., DUPERON J., DUPERON M., FALGUERES C., FREYTET P., GHALEB B., JOLLY-SAAD M.C., LHOMME V., LOZOUET P., MERCIER N., PASTRE J.-F. & VOINCHET P. (2006) - Le tuf calcaire de La Celle-sur-Seine (Seine et Marne) : nouvelles données sur un site clé du stade 11 dans le nord de la France. *Quaternaire*, **17**, (2), 5-29.
- A-48) LOCHT J.-L., ANTOINE P., AUGUSTE P., **BAHAIN J.-J.**, DEBENHAM N., FALGUERES C., FARKH S. & TISSOUX H. (2006) - La séquence loessique pléistocène supérieur de Savy (Aisne France) : stratigraphie, datations et occupations paléolithiques. *Quaternaire*, **17**(3), 269-275.
- A-49) ANTOINE P., LIMONDIN-LOZOUET N., AUGUSTE P., LOCHT J.-L., GHALEB B., REYSS J.-L., ESCUDÉ E., CARBONEL P., MERCIER N., **BAHAIN J.-J.**, FALGUERES C. & VOINCHET P. (2006) - Le tuf de Caours (Somme, France) : mise en évidence d'une séquence eemienne et d'un site paléolithique associé. *Quaternaire*, **17**, (4), 281-320.
- A-50) ANTOINE P., **BAHAIN J.-J.**, BERILLON G. & ASGARI KHANEGHAH A. (2006) - Tuf calcaire et séquence alluviale en contexte tectonique actif : la formation de Baliran (province du Mazandaran, Iran). *Quaternaire*, **17**, (4), 321-331.
- A-51) ROUSSEAU L., BEAUCHAMP J., **BAHAIN J.-J.**, BOUDAD L., DESCHAMPS P., FALGUERES C., GHALEB B., LARTIGOT A.-S. & POZZI J.-P. (2006) - Premiers résultats d'une étude pluridisciplinaire menée sur des travertins quaternaires du Maroc. *Quaternaire*, **17**, (4), 343-350.
- A-52) **BAHAIN J.-J.**, FALGUÈRES C., LAURENT M., VOINCHET P., DOLO J.-M., ANTOINE P. & TUFFREAU A. (2007) - ESR chronology of the Somme River Terrace system and first human settlements in Northern France. *Quaternary Geochronology*, **2**, 356-362.
- A-53) VOINCHET P., FALGUÈRES C., TISSOUX H., **BAHAIN J.-J.**, DESPRIEE J. & PIROUELLE F. (2007) - ESR dating of fluvial quartz: Estimate of the minimal distance transport required for getting a maximum optical bleaching. *Quaternary Geochronology*, **2**, 363-366.
- A-54) TISSOUX H., FALGUÈRES C., VOINCHET P., TOYODA S., **BAHAIN J.-J.** & DESPRIEE J. (2007) - Potential use of Ti-center in ESR dating of fluvial sediment. *Quaternary Geochronology*, **2**, 367-372.
- A-55) PIROUELLE F., **BAHAIN J.-J.**, FALGUÈRES C. & DOLO J.-M. (2007) -Study of the effect of a thermal treatment on the ED determination in ESR dating of speleothems. *Quaternary Geochronology*, **2**, 386-391
- A-56) HAMEAU S., FALGUERES C., **BAHAIN J.-J.**, SEMAH F., SEMAH A.-M. & DOLO J.-M. (2007) - ESR dating in Song Terus cave (East Java, Indonesia). *Quaternary Geochronology*, **2**, 398-402.
- A-57) FALGUERES C., **BAHAIN J.-J.**, DOLO J.-M., MERCIER N. & VALLADAS H. (2007) - On the interest and the limits of using combined ESR/U-series model in the case of very late uranium uptake. *Quaternary Geochronology*, **2**, 403-408.
- A-58) BERILLON G., ASGARI KHANEGHAH A., ANTOINE P., **BAHAIN J.-J.**, CHEVRIER B., ZEITOUN V., AMINZADEH N., BEHESHTI M., EBADOLLAHI H. & NOCHADI S. (2007) - First Upper Paleolithic Site and Other Paleolithic Localities in Northern Iran New Open Air Paleolithic Localities of Northern Iran. *Journal of Human Evolution*, **52**, 380-387.
- A-59) **BAHAIN J.-J.**, FALGUÈRES C., VOINCHET P., DUVAL M., DOLO J.-M., DESPRIÉE J., GARCIA T. & TISSOUX H. (2007) -Electron spin resonance (ESR) dating of some European late Lower Pleistocene sites. *Quaternaire*, **18**, 175-184.
- A-60) CHEVRIER B., BERILLON G., ASGARI KHANEGHAH A., ANTOINE P., **BAHAIN J.-J.**, & ZEITOUN V. (2007) : Moghanak, Otchounak, Garm Roud 2 : nouveaux assemblages paléolithiques dans le Nord de l'Iran. Caractérisations typo-technologiques et attributions chrono-culturelles. *Paléorient*, **32**, 59-79.
- A-61) VOINCHET P., DESPRIEE J., GAGEONNET R., **BAHAIN J.-J.**, TISSOUX H., FALGUERES C., DEPONT J., DOLO J.-M. & COURCIMAULT G. (2007) - Datation par RPE de quartz sédimentaire des formations alluviales du bassin de la Loire

moyenne en région Centre : mise en évidence de l'importance de la tectonique quaternaire et de son influence dans la géométrie des dépôts. *Quaternaire*, **18**, 325-337.

A-62) DESPRIEE J., GAGEONNET R., VOINCHET P., **BAHAIN J.-J.**, TISSOUX H., FALGUERES C., DÉPONT J. & DOLO J.-M. (2007) - Les nappes alluviales pléistocènes de la vallée moyenne du Cher (région Centre, France) : contexte morphosédimentaire, chronologie RPE et préhistoire - premiers résultats. *Quaternaire*, **18**, 339-358.

Articles dans des revues sans comité de lecture

S-1) SOREL D., KERAUDREN B., MÜLLER C., **BAHAIN J.-J.** & FALGUÈRES C. (1997). Data for a Pleistocene age of the Corinth-Patras rift (Greece). *EUG9, Abstract supplement n°1, Terra Nova*, vol.9, p.395.

S-2) LAURENT M., FALGUERES C. & **BAHAIN J.-J.** (1998). Géochronologie des formations alluviales quaternaires du bassin de la Somme. In : *La Quaternaire de la vallée de la Somme et du littoral picard*. AFEQ, Livret-Guide, p.66.

S-3) FALGUÈRES C., **BAHAIN J.-J.**, BISCHOFF J.L., ARSUAGA J.L., BERMUDEZ DE CASTRO J.M. & CARBONELL E. (2000). U-series and ESR dating of Atapuerca sites: Sima de los Huesos, Gran Dolina and Trinchera Galeria. *Mediterranean Prehistory Online*, Issue 2, <http://www.med.abaco-mac.it>

S-4) MONNIER J.L., HALLEGOUËT B., HINGUANT S., VAN VLIET-LANOË B., FALGUERES C., LAURENT M., **BAHAIN J.-J.**, MARGUERIE D., MERCIER N., GEIGL E.M. & MOLINES N. (2000). Menez-Dregan (Plouhinec, Finistère) et le Paléolithique inférieur dans l'ouest de la France. *Cahiers de Beaulieu*, Rennes, 81-99.

S-5) DESPRIEE J., GAGEONNET R., VOINCHET P., FALGUERES C. & **BAHAIN J.-J.** (2004). Les formations alluviales de la vallée moyenne de la Creuse entre Eguzon-Chantôme et Ceaulmont (Indre). *Bulletin de l'Association pour la Sauvegarde du Site Archéologique d'Argentomagus et Amis du Musée*, **2** (2002-2003), 10-21.

S-6) ASGARI KHANEGHAH A., BERILLON G., ZEITOUN V., **BAHAIN J.-J.** & BEHESHTI M.S. (2005). Original inhabitants of Iran: first signs of immigration during inferior pleistocene. *Namé-ye Pajouhechgâh-é Miras-é Farhangui, Quaterly*, serial 9, Vol. 2 (4) : 53-64. (en Persan, résumés en anglais)

Actes de colloques et participation à des ouvrages collectifs (y compris les monographies)

O-1) ANTONIAZZI A., **BAHAIN J.-J.**, CATTANI L., GAGNEPAIN J., GIUSBERTI G., MONEGATTI P., PUGLIESE N. & UNGARO S. (1989). I sabbioni : stratigrafia, elementi biostratigrafici, datazione, In : *Il piu' antico popolamento della valle padana nel quadro delle conoscenze europee : Monte Poggiolo*, livret-guide de l'excursion du Congrès international de Forli, 7-10.

O-2) ANTONIAZZI A., **BAHAIN J.-J.**, GAGNEPAIN J. & PUGLIESE N. (1989). Ca' del Monte : la spiaggia, In : *Il piu' antico popolamento della valle padana nel quadro delle conoscenze europee : Monte Poggiolo*, livret-guide de l'excursion du Congrès international de Forli, 11-12.

O-3) ANTONIAZZI A., **BAHAIN J.-J.**, BISI F., CATTANI L., CREMASCHI M., GAGNEPAIN J., FONTANA L., MONEGATTI P., PERETTO C., PROLI F., PUGLIESE N. & UNGARO S. (1989). Il giacimento paleolitico di Ca' Belvedere di Monte Poggiolo - stratigrafia, pedologia, biostratigrafia, datazioni, industrie litiche, In : *Il piu' antico popolamento della valle padana nel quadro delle conoscenze europee : Monte Poggiolo*, livret-guide de l'excursion du Congrès international de Forli, 13-23.

O-4) YOKOYAMA Y., **BAHAIN J.-J.**, FALGUERES C. & GAGNEPAIN J. (1992). Tentative de datation par la méthode de la résonance de spin électronique (ESR) de sédiments quaternaires de la région de Forli (Italie). *Actes du Colloque : I primi abitanti della valle padana : Monte Poggiolo*, Jaca Book édition, Milan, 337-345.

O-5) GAGNEPAIN J., HEDLEY I., **BAHAIN J.-J.** & WAGNER J.-J. (1992). Premiers résultats de l'étude magnétostratigraphique du site de Monte Poggiolo, In : *I primi abitanti della valle padana : Monte Poggiolo*, Jaca Book ed., Milan, 255-273.

O-6) FALGUERES C., LAURENT M., AJAJA O., **BAHAIN J.-J.**, YOKOYAMA Y., GAGNEPAIN J. & HONG M.Y. (1993). Datation par les méthodes U-Th et ESR de la grotte de la Baume Bonne (Alpes-de-Haute-Provence). *Actes du XIIe Congrès de l'UISPP*, Bratislava, **1**, 98-107.

O-7) MONNIER J.L., FALGUERES C., LAURENT M., **BAHAIN J.-J.**, MORZADEC-KERFOURN M.T. & SIMONET P. (1995). Analyse des données anciennes et contributions nouvelles à la connaissance et à la datation du gisement moustérien de Mont-Dol (Ille-et-Vilaine). In : *Baie du Mont-Saint-Michel et marais de Dol. Milieux naturels et peuplements dans le passé*. Editeur Centre Régional d'Archéologie d'Alet, Saint-Malo, 3-26.

O-8) YOKOYAMA Y., FALGUERES C., **BAHAIN J.-J.**, AJAJA O., LAURENT M., MICHEL V., MASAUDI H., SALEKI H. & ROUSSEAU L. (1998). Géochronologie de quelques sites français du Pléistocène moyen et supérieur. *Actes du XIIIe Congrès UISPP*, Forli, vol.1, 327-336.

O-9) LAURENT M., FALGUERES C., MICHEL V., **BAHAIN J.-J.** & MASAUDI H. (1998). Caractérisation de structures de combustion par l'utilisation de mesures physiques. *Actes du XIIIe Congrès UISPP*, Forli, vol.1, 313-320.

- O-10) MONNIER J.L., HALLEGOUËT B., HINGUANT S., MOLINES N., VAN VLIET-LANOË B., FALGUERES C., LAURENT M., **BAHAIN J.-J.**, MARGUERIE D., MERCIER N., GEIGL E.M. & MOLINES N. (1998). Le Paléolithique inférieur dans l'ouest de la France. *Actes du XIIIe Congrès UISPP*, Forli, vol. 2, 99-114.
- O-11) GAGNEPAIN J., LAURENT M., **BAHAIN J.-J.**, FALGUERES C., HEDLEY I., PERETTO C., WAGNER J.J. & YOKOYAMA Y. (1998). Synthèse des données paléomagnétiques et radiochronologiques du site de Ca'Belvedere di Monte Poggiolo (Romagne, Italie) et de son environnement géologique. *Actes du XIIIe Congrès UISPP*, Forli, vol. 6, tome II, 877-888.
- O-12) FALGUERES C. & **BAHAIN J.-J.** (2001). La datation par résonance paramagnétique électronique (RPE) : potentiel et limitations. *Actes des XXIe Rencontres Internationales d'Archéologie et d'Histoire d'Antibes*, Editions APDCA, 57-79.
- O-13) MIALLIER D., PILLEYRE T., SANZELLE S., TRIBOLO C., MERCIER N., VALLADAS H., FROGET L., REYSS J.-L., JORON, J.-L., **BAHAIN J.-J.**, FALGUERES C. & LAURENT M. (2001). Comparaison des datations par thermoluminescence (TL) et résonance paramagnétique électronique (RPE) pour le site de Menez Dregan 1 (Finistère). *Actes des XXIe Rencontres Internationales d'Archéologie et d'Histoire d'Antibes*, Editions APDCA, 207-215.
- O-14) **BAHAIN J.-J.**, FALGUERES C. & LAURENT M. (2001). Datation par résonance paramagnétique électronique (RPE) de sédiments et par combinaison des méthodes RPE/U-Th de restes paléontologiques (provenant des sites paléolithiques de Cagny). In : " L'Acheuléen dans la vallée de la Somme : données récentes ", *Publications du CERP*, n°6, 37-40.
- O-15) FALGUERES C. & **BAHAIN J.-J.** (2002). La datation par résonance paramagnétique électronique (RPE). In : *Géologie de la Préhistoire., Méthodes, techniques, applications*, J.-C. Miskovsky ed., GéoPré, Seconde édition, 1273-1296.
- O-16) TISSOUX H., VEZIAN R., LUMLEY H. de, **BAHAIN J.-J.** & FALGUERES C. (2004). « Datation par les séries de l'uranium (U-Th) et la résonance paramagnétique électronique (R.P.E.) combinées du gisement paléolithique de la grotte du Portel-Ouest (commune de Loubens, Ariège, France). Résultats préliminaires ». *BAR international*, **S1270**, "Acts of the XIVth UISPP congress-Section 2 – general sessions and posters", 1-8.
- O-17) LUMLEY H. de, **BAHAIN J.-J.** et BEYENE Y. (2004) - Cadre géographique. In LUMLEY H. de et BEYENE Y. (dir) - *Les sites préhistoriques de la région de Fejej, Sud Omo, Ethiopie dans leur contexte stratigraphique et paléontologique*. Editions Recherche sur les Civilisations, Association pour la diffusion de la pensée française, Ministère des Affaires Etrangères, Paris, 25-35.
- O-18) LUMLEY H. de, **BAHAIN J.-J.** et BEYENE Y. (2004) - Historique des recherches dans la région de Fejej, In LUMLEY H. de et BEYENE Y. (dir) - *Les sites préhistoriques de la région de Fejej, Sud Omo, Ethiopie dans leur contexte stratigraphique et paléontologique*. Editions Recherche sur les Civilisations, Association pour la diffusion de la pensée française, Ministère des Affaires Etrangères, Paris, 37-48.
- O-19) LUMLEY H. de, **BAHAIN J.-J.** et DURANDAU A. (2004) - Contexte géologique et structural. In LUMLEY H. de et BEYENE Y. (dir) - *Les sites préhistoriques de la région de Fejej, Sud Omo, Ethiopie dans leur contexte stratigraphique et paléontologique*. Editions Recherche sur les Civilisations, Association pour la diffusion de la pensée française, Ministère des Affaires Etrangères, Paris, 49-64.
- O-20) LUMLEY H. de, **BAHAIN J.-J.**, DURANDAU A., COUREL M.-F., LE RHUN J., MARTIN L., OVSTRAD N. et SIMONIN A. (2004) - Contexte géomorphologique. In LUMLEY H. de et BEYENE Y. (dir) - *Les sites préhistoriques de la région de Fejej, Sud Omo, Ethiopie dans leur contexte stratigraphique et paléontologique*. Editions Recherche sur les Civilisations, Association pour la diffusion de la pensée française, Ministère des Affaires Etrangères, Paris, 65-79.
- O-21) LUMLEY H. de, **BAHAIN J.-J.**, BEYENE Y., MARCHAL F. et ALEMSEGED Z. (2004) - Les formations plio-pléistocènes du bassin de l'Omo-Turkana. In LUMLEY H. de et BEYENE Y. (dir) - *Les sites préhistoriques de la région de Fejej, Sud Omo, Ethiopie dans leur contexte stratigraphique et paléontologique*. Editions Recherche sur les Civilisations, Association pour la diffusion de la pensée française, Ministère des Affaires Etrangères, Paris, 81-107.
- O-22) LUMLEY H. de, **BAHAIN J.-J.**, BEYENE Y., MARCHAL F. et PLEURDEAU D. (2004) - Les sites paléontologiques et préhistoriques de la région de Fejej. In LUMLEY H. de et BEYENE Y. (dir) - *Les sites préhistoriques de la région de Fejej, Sud Omo, Ethiopie dans leur contexte stratigraphique et paléontologique*. Editions Recherche sur les Civilisations, Association pour la diffusion de la pensée française, Ministère des Affaires Etrangères, Paris, 109-128.
- O-23) LUMLEY H. de, **BAHAIN J.-J.**, BEYENE Y., CHAPON C., DURANDAU A., LAURENT M. et THETARD J. (2004) - Etude stratigraphique, sédimentologique, magnétostratigraphique et géochronologique du site FJ-1 à Fejej. In LUMLEY H. de et BEYENE Y. (dir) - *Les sites préhistoriques de la région de Fejej, Sud Omo, Ethiopie dans leur contexte stratigraphique et paléontologique*. Editions Recherche sur les Civilisations, Association pour la diffusion de la pensée française, Ministère des Affaires Etrangères, Paris, 131-172.
- O-24) LUMLEY H. de, BEYENE Y., **BAHAIN J.-J.**, BARSKY D., CAUCHE D., CELIBERTI V., DESCLAUX E., ECHASSOUX A., MARCHAL F., MOULLE P.-E. et PLEURDEAU D. (2004) – Etude de la répartition spatiale du matériel archéologique du site de Fejej FJ-1 dans le secteur FJ-1a. In LUMLEY H. de et BEYENE Y. (dir) - *Les sites préhistoriques de la région de Fejej, Sud Omo, Ethiopie dans leur contexte stratigraphique et paléontologique*. Editions Recherche sur les Civilisations, Association pour la diffusion de la pensée française, Ministère des Affaires Etrangères, Paris, 565-589.
- O-25) LUMLEY H. de, BEYENE Y., **BAHAIN J.-J.**, BARSKY D., CAUCHE D., CELIBERTI V., DESCLAUX E., ECHASSOUX A., KANIEWSKI D., LAURENT M., LUMLEY M.-A. de, MARCHAL F., MOULLE P.-E., PLEURDEAU D.,

RENAULT-MISKOVSKY J. et UMER M. (2004) – Cadre géochronologique, biostratigraphique, paléoécologique et culturel du site FJ-1 à Fejej. In LUMLEY H. de et BEYENE Y. (dir) - *Les sites préhistoriques de la région de Fejej, Sud Omo, Ethiopie dans leur contexte stratigraphique et paléontologique*. Editions Recherche sur les Civilisations, Association pour la diffusion de la pensée française, Ministère des Affaires Etrangères, Paris, 591-603.

O-26) LUMLEY H. de, BEYENE Y., **BAHAIN J.-J.**, BARSKY D., CAUCHE D., CELIBERTI V., DESCLAUX E., ECHASSOUX A., KANIEWSKI D., LAURENT M., LUMLEY M.-A. de, MARCHAL F., MOULLE P.-E., PLEURDEAU D., RENAULT-MISKOVSKY J. et UMER M. (2004) – Le site FJ-1 à Fejej. Cadre de vie et comportement des hominidés. In LUMLEY H. de et BEYENE Y. (dir) - *Les sites préhistoriques de la région de Fejej, Sud Omo, Ethiopie dans leur contexte stratigraphique et paléontologique*. Editions Recherche sur les Civilisations, Association pour la diffusion de la pensée française, Ministère des Affaires Etrangères, Paris, 605-618.

O-27) LUMLEY H. de, BEYENE Y., **BAHAIN J.-J.**, BARSKY D., CAUCHE D., CELIBERTI V. et PLEURDEAU D. (2004) – Le site *Middle Stone Age* de la localité FJ-101. In LUMLEY H. de et BEYENE Y. (dir) - *Les sites préhistoriques de la région de Fejej, Sud Omo, Ethiopie dans leur contexte stratigraphique et paléontologique*. Editions Recherche sur les Civilisations, Association pour la diffusion de la pensée française, Ministère des Affaires Etrangères, Paris, 619-628.

O-28) LUMLEY H. de, BEYENE Y., **BAHAIN J.-J.**, BARSKY D., CAUCHE D., CELIBERTI V. et PLEURDEAU D. (2004) – Le site *Middle Stone Age* de la localité FJ-102. In LUMLEY H. de et BEYENE Y. (dir) - *Les sites préhistoriques de la région de Fejej, Sud Omo, Ethiopie dans leur contexte stratigraphique et paléontologique*. Editions Recherche sur les Civilisations, Association pour la diffusion de la pensée française, Ministère des Affaires Etrangères, Paris, 629-635.

O-29) FALGUÈRES C., **BAHAIN J.-J.** & DOLO J.M. (2005). Apport des méthodes RPE et U-Th aux études des premiers peuplements en Europe occidentale. In TUFFREAU A. (Ed.) « *Peuplements humains et variations environnementales au Quaternaire - Colloque de Poitiers (18-20 septembre 2000)* », British Archaeological Reports, International Series, **S1352**, 7-20.

O-30) FALGUÈRES C., **BAHAIN J.-J.**, VOINCHET P., DOLO J.M., TOZZI C. & BOSCHIAN G. (2005). Chronologie RPE de sites du Pléistocène moyen d'Europe occidentale. In MOLINES, N., MONCEL, M-H., & MONNIER, J-L (Eds) « *Les premiers peuplements en Europe : Données récentes sur les modalités de peuplement et sur le cadre chronostratigraphique, géologique et paléogéographique des industries du Paléolithique ancien et moyen en Europe (Colloque international, Rennes, 22-25 septembre 2003)* », British Archaeological Reports, International Series, **S1364**, 33-42.

O-31) VOINCHET P., FALGUERES C., **BAHAIN J.-J.**, LAURENT M., DESPRIEE J., DOLO J.M., GAGEONNET R. & CHAUSSE C. (2005). Datation par RPE de sédiments fluviatiles Contribution à la connaissance des peuplements anciens du nord de la France. In MOLINES, N., MONCEL, M-H., & MONNIER, J-L (Eds) « *Les premiers peuplements en Europe : Données récentes sur les modalités de peuplement et sur le cadre chronostratigraphique, géologique et paléogéographique des industries du Paléolithique ancien et moyen en Europe (Rennes, 22-25 septembre 2003)* », British Archaeological Reports, International Series, **S1364**, 43-52.

O-32) JAUBERT J., KERVASO B., **BAHAIN J.-J.**, BRUGAL J.-P., CHALARD P., FALGUERES C., JARRY M., JEANNET M., LEMORINI C., LOUCHARD A., MAKSUD F., MOURRE V., QUINIF Y. & THIEBAUT C. (2005). Coudoulous I (Tour-de-Faure, Lot), site du Pléistocène moyen en Quercy : bilan pluridisciplinaire. In MOLINES, N., MONCEL, M-H., & MONNIER, J-L (Eds) « *Les premiers peuplements en Europe : Données récentes sur les modalités de peuplement et sur le cadre chronostratigraphique, géologique et paléogéographique des industries du Paléolithique ancien et moyen en Europe (Rennes, 22-25 septembre 2003)* », British Archaeological Reports, International Series, **S1364**, 227-252.

O-33) DESPRIEE J., GAGEONNET R., VOINCHET P., **BAHAIN J.-J.**, FALGUÈRES C. & DEPONT J. (2005). Les industries à bifaces dans les formations fluviatiles du bassin de la Loire (Région Centre, France). In MOLINES, N., MONCEL, M-H., & MONNIER, J-L (Eds) « *Les premiers peuplements en Europe : Données récentes sur les modalités de peuplement et sur le cadre chronostratigraphique, géologique et paléogéographique des industries du Paléolithique ancien et moyen en Europe (Rennes, 22-25 septembre 2003)* », British Archaeological Reports, International Series, **S1364**, 431-444.

O-34) **BAHAIN J.-J.**, BURRAFATO G., DOLO J.-M., FALGUERES C., GUELI A.M., LAHAYE C., LEONARDI R., OCCHIPINTI A., PLACENTI G., STELLA G., TROJA S.O. & ZUCCARELLO A.R. (2006) – L'apporto della Risonanza Paramagnetica Elettronica (EPR) nello studio dei Beni Culturali : caso delle calciti. Actes du Workshop « L'approcio multidisciplinare allo studio e alla valorizzazione dei Beni Culturali », Aracne ed., Rome, 52-62.

Ouvrages et articles de vulgarisation, catalogues d'exposition

V-1) **BAHAIN J.-J.** (1993). Méthodes physiques de datation, *Musée hommes*, 3, 78-86.

V-2) SALEKI H., **BAHAIN J.-J.**, FALGUERES C. & YOKOYAMA Y. (1993). Datations radiométriques des dents de grands mammifères à Java. *Les Dossiers de l'Archéologie*, 184, p.75.

V-3) GENTILI F., SUMERA F., **BAHAIN J.-J.**, DAVEAU I & DRWILA G. (1996). La construction de la liaison Cergy-Roissy et le respect du patrimoine archéologique, *Vivre en Val d'Oise*, 40, 32-37.

- V-4) **BAHAIN J.-J.**, LOCHT J.-L., DRWILA G., BODU P. & VALENTIN B. (1997). Les gisements paléolithiques de Villiers-Adam, In Lécolle F. et Meyer-Roudet H. (dir) : " *Du Big Bang à demain* ", Catalogue d'exposition, Musée archéologique du Val d'Oise, Conseil général du Val d'Oise, p. 216.
- V-5) GRIMAUD-HERVE D., SERRE F. & **BAHAIN J.-J.** (1998). *Histoire d'ancêtres - La grande aventure de la Préhistoire*. Editions Artcom', Paris, 94 p.
- V-6) GRIMAUD-HERVE D., SERRE F., **BAHAIN J.-J.** et NESPOULET R. (2001). *Histoire d'ancêtres - La grande aventure de la Préhistoire*. Editions Artcom', Paris, 2nd édition, 128 p.
- V-7) **BAHAIN J.-J.**, MOULÉ P.-E., CAUCHE D., VIALET et DAMBRICOURT-MALASSÉ A. (2003). Les premiers *Homo erectus* de Chine. *Les Dossiers de l'Archéologie*, 292, 30-49.
- V-8) **BAHAIN J.-J.**, MOULÉ P.-E., CAUCHE D., VIALET et DAMBRICOURT-MALASSÉ A. (2003). Le site des Sinanthropes de Zhoukoudian. *Les Dossiers de l'Archéologie*, 292, 50-57.
- V-9) **BAHAIN J.-J.**, MOULÉ P.-E., CAUCHE D., VIALET et DAMBRICOURT-MALASSÉ A. (2003). Les *Homo erectus* entre 400 000 et 200 000 ans. *Les Dossiers de l'Archéologie*, 292, 62-79.
- V-10) **BAHAIN J.-J.**, MOULÉ P.-E., CAUCHE D., VIALET et DAMBRICOURT-MALASSÉ A. (2003). Les *Homo sapiens*. *Les Dossiers de l'Archéologie*, 292, 80-85.
- V-11) DESPRIÉE J. et **BAHAIN J.-J.** (2004). Les industries à galets taillés dans l'Ancien Monde. In Paillet P. (dir) : *Préhistoire du Val de Creuse en Berry* ", Catalogue d'exposition, Musée d'Argentomagus, 27-28.
- V-12) **BAHAIN J.-J.** et DORANCE S. (2005). L'apparition de l'Homme : la théorie du rift. In Grimaud-Hervé D., Déroix F. et Pigeaud R. « *Les origines de l'Homme* », Editions de la martinière Jeunesse, Paris, 52-53.
- V-13) **BAHAIN J.-J.** et DORANCE S. (2005). La reconstitution de l'environnement. In Grimaud-Hervé D., Déroix F. et Pigeaud R. « *Les origines de l'Homme* », Editions de la martinière Jeunesse, Paris, 162-163.
- V-14) **BAHAIN J.-J.** et DORANCE S. (2005). Les méthodes de datation. In Grimaud-Hervé D., Déroix F. et Pigeaud R. « *Les origines de l'Homme* », Editions de la martinière Jeunesse, Paris, 170-171.
- V-15) GRIMAUD-HERVE D., SERRE F., **BAHAIN J.-J.** et NESPOULET R. (2005). *Histoire d'ancêtres - La grande aventure de la Préhistoire*. Editions Errance/Artcom', Paris, 3^{ème} édition, 135 p.

Missions et travaux de terrain principaux

Depuis 1987 – **Grotta de la Basura à Toirano (Italie)**. Pléistocène. C. Tozzi (Univ. Pise)

Depuis 1992 - **Site oldowayen de Fejej FJ-1a (Éthiopie)**. Plio-pléistocène. Paléolithique inférieur. H. de Lumley (MNHN) et Y. Beyene (CRCCH, Ethiopie)

Depuis 1995 - **Gisements pléistocènes d'Atapuerca (Espagne)**. Paléolithique inférieur et moyen. J.L. Arsuaga (Univ. Madrid) J.M. Bermudez de Castro (Univ. Madrid) E. Carbonell (Univ. Tarragone)

Depuis 1998 – **Terrasses fluviatiles de la Somme et gisements paléolithiques de Cagny**. Pléistocène. A. Tuffreau (Univ. Lille) et P. Antoine (CNRS)

Depuis 1998 – **Site paléolithique de Visogliano (Italie)**. Paléolithique inférieur. C. Tozzi et G. Boschian (Univ. Pise)

Depuis 1998 – **Site paléolithique de Fumane (Italie)**. Paléolithique inférieur. A. Broglio et M. Peresani (Univ. Ferrare)

Depuis 1998 – **Sites paléolithiques de Pont-de-Lavaud et de Fressignes et terrasses fluviatiles de la Creuse (36)**. Pléistocène inférieur et moyen. D. Vialou (M.N.H.N.) et J. Despriée (Ed. Nat.)

Depuis 1998 – **Site paléolithique de Soucy et terrasses de l'Yonne (89)**. Pléistocène moyen. V. Lhomme (INRAP) et C. Chaussé (INRAP)

Depuis 1998 – **Site paléolithique d'Umm el Tlel (Syrie)**. Pléistocène supérieur. E. Boeda (Univ. Nanterre)

Depuis 1999 – **Terrasses fluviatiles du Loir (41)**. Pléistocène inférieur et moyen. J. Despriée (Ed. Nat.)

Depuis 2000 – **Sites paléolithiques d'Ambrona et de Torralba (Espagne)**. Pléistocène moyen. A. Perez-Gonzalez (Univ. Madrid)

Depuis 2002 – **Site paléontologique d'Untermassfeld (Allemagne)**. Pléistocène inférieur. R.-D. Kahlke (Musée de Weimar)

Depuis 2002 – **Terrasses fluviatiles du Cher (41)**. Pléistocène inférieur et moyen. J. Despriée (Ed. Nat.)

Depuis 2003 – **Site paléolithique inférieur de la Celle-sur-Seine (77)**. Pléistocène moyen. N. Limondin-Lozouet (CNRS)

Depuis 2003 – **Sites paléolithiques de la Cuesta de la Bajada et de Pinilla del Valle (Espagne)**. Pléistocène moyen et supérieur A. Perez-Gonzalez (Univ. Madrid)

Depuis 2004 – **Site de Tangshan (Chine)**. Pléistocène moyen.

Depuis 2004 – **Site paléolithique moyen de Caours (80)**. Pléistocène. P. Antoine (CNRS) et J.-L. Locht (INRAP)

Depuis 2005 – **Site de Mauer (Allemagne)**. Pléistocène moyen. G. Wagner (Univ. Heidelberg)

Depuis 2006 – **Formations fluviatiles du Jarama, du Manzanares et de l’Arlanzon et sites paléolithique de Valdecaros et de Preresca (Espagne)**. Pléistocène moyen et supérieur A. Perez-Gonzalez (Univ. Madrid)

Depuis 2006 – **Séquence travertineuse de Condat-sur-Vézère**. Pléistocène. N. Limondin-Lozouet (CNRS)

Depuis 2006 – **Site paléolithique inférieur de la Carrière Léon (80)**. Pléistocène moyen.

Depuis 2007 – **Namibie**. Pléistocène. R. Dumez, F. Galangau, D. Pleurdeau (MNHN) et E. Marais (Museum of Namibia)

Depuis 2007 – **Terrasses fluviatiles de la Meurthe, de la Moselle, de la Sarre et de la Meuse**. Pléistocène. D. Harmand (Univ. Nancy) et S. Cordier (Univ. Créteil)

Depuis 2007 – **Formation travertineuse de Sillans-la-Cascade (83)** Quaternaire. F. Degaugue (CG83)

2000 – **Site paléolithique de Yunxian (Chine)**. Pléistocène inférieur et moyen. H. de Lumley (MNHN) et Li T. (Hubei).

De 2002 à 2005 – **Site paléolithique de Méthamis- Les Auzières (84)**. Pléistocène supérieur. F. Marchal (CNRS) et Hervé Monchot (MNHN)

De 1995 à 1999 – **Sites paléolithiques et coupes géologiques de Villiers-Adam (95)**. Pléistocène moyen . P. Antoine (CNRS)

1999 - **Gentelles (80)**. Paléolithique inférieur. A. Tuffreau (C.N.R.S.)

1999 - **Isernia La Pineta (Italie)**. Paléolithique inférieur. Responsable : C. Peretto (Univ. Ferrare)

1999 - **Gentelles (80)**. Paléolithique inférieur. A. Tuffreau (Univ. Lille)

1999 - **Esclauzure (19)**. Paléolithique moyen. M. Digan (Univ. Lille)

1999 - **Artenac (16)** . Paléolithique inférieur. A. Delagnes (C.N.R.S.) et J.-F. Tournepiche (Musée d’Angoulême)

1998 - **Visogliano (Italie)**. Paléolithique inférieur et moyen. C. Tozzi (Univ. Pise)

1998 - **Lonpré-Les-Corps-Saints (80)**. Pléistocène moyen. P. Antoine (CNRS)

1998 - **Laugerie-Haute (Dordogne)**. Paléolithique supérieur. P. Guibert (CNRS)

1995 à 1997. **Suivi géologique de la Liaison Cergy-Roissy (A184)**. Tertiaire à Holocène. Sites paléolithique à moderne. F. Suméra (SDAVO) et F. Gentili (AFAN).

1994 - **Vert-Saint-Denis (77) "Les Fourneaux"**. Paléolithique moyen à Haut Moyen-Age. I. Daveau (AFAN)

1994 - **Les formations marines du Péloponnèse (Grèce)**. Plio-Pléistocène. B. Keraudren (CNRS) et A. Darlas (Athènes)

1992 - **Menez Dregan (29)**. Pléistocène moyen - J.L. Monnier (CNRS)

1991 - **Orgnac III (07)**. Pléistocène moyen. J. Combier (DRAC Rhône-Alpes)

1991 - **Abri du Pêcheur (07)**. Pléistocène supérieur . G. Lhomme

1990 – **Sites des Alpes-Maritimes et de Ligurie (Italie et France)** . Plio-Pléistocène. H. de Lumley (MNHN) et M. Dubar (CNRS)

1988 à 1991 - **Baume Bonne (04)**. Paléolithique inférieur à Néolithique. H. de Lumley (MNHN)

1988 - **Les formations plio-pléistocènes d'Italie**. Pléistocène inférieur et moyen. C. Peretto (Univ. Ferrare)

1987- **Piégu (22)**. Paléolithique moyen. J.L. Monnier (CNRS) et J. Gagnepain (MNHN)

1987 à 1990 - **Le Lazaret (06)**. Paléolithique inférieur A. Echassoux (CG06)

1987 - **Caune de l’Arago (66)**. Paléolithique inférieur. H. de Lumley (MNHN)

*La méthode de datation
par résonance de spin électronique (ESR)
au Muséum national d'histoire naturelle*

*Vingt ans de recherches méthodologiques
et d'applications géochronologiques*

INTRODUCTION

Un bref historique de vingt ans de recherches

Lorsque j'arrivais en DEA au Muséum national d'histoire naturelle en octobre 1986, je fus immédiatement séduit par le sujet que me proposèrent Yuji Yokoyama et Henry de Lumley lorsque je fis part de mon désir de faire de la géochronologie. Il s'agissait d'étudier par différentes méthodes de datation des carottes prélevées dans un plancher stalagmitique d'une grotte italienne, la grotta della Basura. Je n'avais pas lors de cette première rencontre été interpellé par le fait que l'épaisseur de ce plancher stalagmitique - plus de 2,5 m - était exceptionnelle, ne me rendant par ailleurs absolument pas compte de la quantité de travail que ce sujet pouvait représenter. J'avais par contre été séduit par le charisme de mes deux interlocuteurs et par un sujet dont je voyais au bout de quelques minutes de discussion avec eux, les principales implications géologiques et géochronologiques. C'est également ce même jour que je fis la connaissance de Christophe Falguères, alors en train de terminer sa thèse de doctorat, qu'il devait soutenir quelques semaines plus tard, en décembre 1986.

La préparation de mon mémoire de DEA me conduisit à travailler au sein de l'équipe de Yuji, à la fois dans l'antenne CEA du Centre des Faibles Radioactivités (CFR) à Saclay et à l'Institut de Paléontologie humaine (IPH) à Paris. J'ai ainsi eu la chance de profiter pleinement des enseignements de Yuji et de l'aide technique et scientifique de Roland Bibron pour la partie « ESR » et de Piotr Tucholka pour la partie « paléomagnétisme », me rendant compte alors que le sujet ne serait pas aussi simple que cela à réaliser : mes connaissances limitées en physique du solide, liées essentiellement à un DEUG de physique - chimie préparé à l'université de Bordeaux I, mais surtout les désaccords clairement affichés entre chercheurs à propos de la datation ESR de carbonates me firent alors prendre conscience de ce qu'était réellement la recherche.

Une fois le DEA soutenu en juin 1987 et grâce au soutien sans faille de Yuji Yokoyama, j'eus alors la chance de me voir attribuer une allocation de recherches pour poursuivre en doctorat le travail initié au cours du DEA. Mon sujet de thèse, initialement très vaste, prenait la suite de celui de Christophe qui avait à la fois travaillé sur carbonates et sur quartz extraits de sédiments et appliqué la méthode ESR à la datation de sites pléistocènes du Bassin méditerranéen. La poursuite de l'étude du plancher stalagmitique de Basura en restait la partie centrale, mais elle était complétée par une application à la datation de carbonates marins, coraux et coquilles de mollusques, et des dents de grands mammifères, que des travaux alors récents de Rainer Grün et Henry Schwarcz proposaient d'utiliser de préférence aux ossements qui constituaient alors l'un des matériaux principalement utilisés par l'équipe de Yuji.

Ma première année de doctorat fut grandement consacrée à des travaux de terrain. Je participais ainsi à l'étude géologique et géochronologique des sites italiens d'Isernia la Pineta en Molise et de Ca'

Belvedere di Monte Poggiolo en Romagne et de la grotte de la Baume Bonne (Quinson, Alpes-de-Haute-Provence). Les sept mois passés sur le terrain firent d'ailleurs dire à Roland Bibron que je devais préparer un « doctorat en terrassement », ce que Yuji et Christophe ne devaient également pas être loin de penser ! Heureusement, je pus consacrer l'essentiel des deux années suivantes (1989 et 1990) à mon travail de recherches, mais le retard pris lors de cette première année de thèse m'empêcha de finir la rédaction de mon mémoire avant un service militaire maintes fois retardé mais qui dut être effectué d'août 1990 à juillet 1991. Cette année « sabbatique » eut pour effet de ralentir considérablement mon fonctionnement cérébral et de retarder considérablement ma soutenance, notamment en raison de la remise à niveau de mon travail après cette interruption, nécessaire par rapport aux avancées méthodologiques qu'avait connue la méthode ESR durant cette même période.

Ce travail de thèse fut réalisé parallèlement à celui d'autres étudiants (par ordre chronologique) : Maria Noemia Sarcia Gomes (DEA en 1987, thèse malheureusement jamais soutenue) qui travaillait avec Gérard Poupeau, alors à Grenoble, sur la répartition de l'uranium dans les tissus dentaires et son implication sur les calculs d'âges ESR, Omar Ajaja (DEA soutenu en 1989, thèse en 1994) dont le sujet portait sur la datation de sites du Languedoc-Roussillon et de Catalogne, essentiellement à partir d'ossements et de planchers stalagmitiques, et Michel Laurent (DEA soutenu en 1989, thèse soutenue en 1993) qui prit en charge la poursuite de l'étude portant sur les quartz extraits de sédiment et la datation de sites de la moitié nord de la France, notamment dans la vallée de la Somme et en Bretagne. Vinrent ensuite Hassan Masaoudi (DEA en 1991, thèse en 1995), Véronique Michel (thèse également en 1995) et Hassane Saleki (DEA en 1992, thèse en 1997), dont les sujets portaient respectivement sur la datation de sites ardéchois (dont Orgnac III et Payre), sur l'étude de l'impact de la fossilisation sur les analyses radiométriques et la datation de la Grotte du Lazaret à Nice et sur la datation de sites indonésiens par différentes méthodes. Ces travaux étaient pour la plupart menés dans une grande convivialité et il était fréquent que nous collaborions tous ensemble de façon plus ou moins importante. J'ai ainsi beaucoup travaillé avec Omar, Hassan et surtout avec Michel, avec lequel j'ai fait également beaucoup de terrain.

C'est d'ailleurs par l'intermédiaire de Michel que j'ai commencé à travailler sur les sites du nord de la France, notamment ceux de la vallée de la Somme et Biache-Saint-Vaast. C'est également en collaboration avec Michel que furent étudiés plusieurs sites paléolithiques de Bretagne, dont Piégu, le Mont-Dol et Menez-Dregan et les sites géologiques et archéologiques d'Emilie-Romagne, parmi lesquels Ca' Belvedere di Monte Poggiolo. C'est aussi avec lui que je fis ma première excursion géoarchéologique à Fejej, en Ethiopie en décembre 1992 et janvier 1993.

C'est également au cours de cette période que je fis la connaissance de Jean-Michel Dolo (CEA) à l'occasion d'un léger désaccord dosimétrique suite à une irradiation en masse réalisée à Saclay. Le travail effectué à cette occasion fut, je pense, enrichissant pour les deux laboratoires et à l'origine d'une collaboration que j'espère encore voir durer de nombreuses années.

Après la soutenance de ma thèse en mars 1993, je fus amené, comme beaucoup, à m'éloigner quelque peu de mon laboratoire de formation pour des raisons économiques et pour travailler, essentiellement au sein de l'Association pour les fouilles archéologiques nationales (AFAN) ou pour participer à des montages d'expositions. C'est ainsi que je fus amené de 1993 à 1997 à participer à la fouille et à l'étude de sites archéologiques de différentes époques en Île-de-France. Le site métallurgique du Haut Moyen-Âge de Vert-Saint-Denis en Seine-et-Marne, fouille associée à l'édification de l'autoroute A5 et dirigée par Isabelle Daveau et Vincent Goustard, fut ma première participation importante à une fouille de sauvetage et me permit de mieux comprendre ce que des archéologues classiques attendaient de géologues à travers l'étude de ce site d'extraction et d'utilisation de matières premières minérales, en l'occurrence du minerai de fer.

C'est d'ailleurs grâce à ce travail que je fus ensuite amené à participer à l'opération Francilienne Nord - Liaison Cergy Roissy, coordonnée par Franck Suméra (alors Service départemental archéologique du Val d'Oise, aujourd'hui DRAC PACA) et François Gentili (AFAN) en tant que géologue-géomorphologue. C'est au cours de cette opération que j'ai eu la chance de participer à la découverte et à la fouille de plusieurs sites gaulois, gallo-romains et du Haut Moyen-Âge dont ceux de Fontenay-en-Parisis « La Lampe », Villiers-Le-Sec, Mesnil-Aubry et Louvres « Orville ». Ces années essentiellement consacrées au terrain ont permis de m'ouvrir beaucoup plus largement à l'étude géologique des formations superficielles continentales pléistocènes.

Durant cette période, j'ai notamment travaillé sur une séquence loessique pléistocène de grande épaisseur à Villiers-Adam « Le Chamesson », localité sur laquelle les travaux de décaissement occasionnés par la création d'un ouvrage d'art me permit d'observer une séquence de plus de quinze mètres d'épaisseur couvrant environ les 200 derniers millénaires. C'est à l'occasion de cette étude et de celle d'un site paléolithique moyen découvert par Gabriel Drwila (AFAN) et moi-même à proximité immédiate (Villiers-Adam « Le Petit Saule »), que je rentrais en contact avec Pierre Antoine (CNRS), géologue spécialiste des formations fluviales et superficielles de France septentrionale, avec lequel Michel Laurent avait auparavant beaucoup travaillé sur la vallée de la Somme, Jean-Luc Lochet (AFAN), paléolithicien ayant fouillé la plupart des sites paléolithiques importants découverts en Picardie dans le cadre des travaux d'archéologie préventive depuis le milieu des années 1980 et Nicole Limondin-Lozouet (alors AFAN aujourd'hui CNRS), malacologue spécialisée dans l'étude des cortèges fossiles de mollusques continentaux de France septentrionale. C'est grâce aux collaborations initiées à cette époque avec ces trois collègues que j'ai pu travailler depuis cette époque sur les sites de Beauvais, Caours, La Celle-sur-Seine, Saint-Sauveur, Savy ou Ault.

A cette époque, il fallut toute l'énergie d'Henry de Lumley et toute l'amitié de Christophe Falguères pour m'empêcher de couper complètement les ponts avec le laboratoire. Le travail de terrain à l'AFAN, physiquement éprouvant, la lourdeur quotidienne des déplacements (environ 3h30 par jour) et la naissance de ma fille Jeanne en 1996 étaient de sérieux freins à ma présence au laboratoire, où je

ne passais que rarement dans la semaine, plus couramment le week-end. J'étais alors sans doute assez rétif et il leur fallut à tous deux des trésors de patience et de diplomatie pour me faire accepter de participer à la préparation de publications, à des réunions scientifiques ou à des études de terrain sur divers gisements paléolithiques, études que je ne jugeais alors plus prioritaires. Ces déplacements, notamment une participation à un colloque organisé en 1995 à Athènes et une visite à Tautavel en 1996, et ma participation à une seconde mission de fouilles en Ethiopie en 1997 allaient toutefois avoir une importance fondamentale dans la création d'un poste de Maître de conférences du Muséum national d'histoire naturelle en géochronologie, mis au concours en octobre 1997 et que j'ai eu la chance d'obtenir.

La personne qui entra en poste au 1^{er} janvier 1998 était ainsi considérablement différente de l'impétrant ayant soutenu en 1993 et mes sujets d'étude étaient considérablement différents de ceux sur lesquels j'avais travaillé au cours de mon doctorat : abandonnée l'étude des carbonates par ESR, en raison d'une part des désaccords importants entre chercheurs à propos des procédures de mesure à suivre lors de l'analyse ESR, en particulier à propos du signal à utiliser pour la détermination de la dose équivalente et de la valeur du facteur d'efficacité alpha et d'autre part de l'émergence des méthodes de datation uranium - thorium par spectrométrie de masse (TIMS d'abord, puis ICP-MS), permettant l'obtention d'âges précis jusqu'à 600 ka environ ; abandon quasi-complet des ossements au profit de l'émail dentaire, biomatériau presque entièrement cristallisé, pauvre en eau et en matière organique et donc susceptible de subir moins de modifications chimiques et structurales au cours de la fossilisation que ces derniers et donc de convenir mieux aux études géochronologiques ; utilisation systématique de la méthode ESR appliquée aux grains de quartz pour préciser l'âge des formations fluviatiles à travers l'étude de systèmes étagés complets et mise au point d'un protocole impliquant un blanchiment artificiel complet des échantillons au laboratoire, plus poussé que celui élaboré par Michel Laurent quelques années auparavant.

Je pense que mes premiers mois de présence au laboratoire furent assez difficiles pour moi, mais aussi pour Christophe et les étudiants et post-doctorants qui étaient alors présents au laboratoire. Heureusement, une grande partie de ces premiers mois fut essentiellement consacrée à l'écriture avec Christophe d'un article sur Atapuerca Gran Dolina pour *Journal of Human Evolution*, article qui nous a permis de réapprendre à travailler « à temps plein » ensemble, de la même façon que lorsque nous avions rédigé quelques années plus tôt, lors de ma période AFAN, un article sur la Micoque pour *Journal of Archaeological Science* en réelle et étroite collaboration, avec des disputes mémorables et des séances de travail acharnées de plusieurs heures pour la rédaction d'une demi page, voire de quelques lignes de texte !

C'est à cette même époque que je fis la connaissance de Pierre Voinchet, qui débutait alors sa première année de thèse sur la datation de séquences fluviatiles du Centre de la France. Dès 1998, nous échantillonnions les formations alluviales pléistocènes de la Creuse et le site paléolithique ancien

de Pont-de-Lavaud, en collaboration avec Jackie Despriée, et les terrasses de l'Yonne et le site de Soucy, en collaboration avec Christine Chaussé et Vincent Lhomme (AFAN). Depuis cette époque, nous nous sommes également impliqués dans la datation d'autres systèmes fluviatiles dont ceux du Loir et du Cher, également avec Jackie Despriée.

Depuis 1998, j'ai participé à plusieurs programmes de recherche transversaux. Les premiers furent celui organisé par Pierre Guibert sur le site de Laugerie Haute dans le cadre du GDR 1033 « *Les méthodes nucléaires en archéologie* » et les opérations coordonnées par Christophe Falguères par Pierre Antoine au sein du programme « *Paléoenvironnement et évolution des Hominidés* » du CNRS. C'est dans le cadre de ces deux dernières opérations que j'ai pu travailler sur les sites d'Atapuerca, de la Caune de l'Arago et de Visogliano d'une part et sur ceux de Cagny, Grâce et Gentelles d'autre part.

L'achat d'un spectromètre ESR grâce à un financement « Sésame » de la région Île de France et l'arrivée d'une nouvelle génération d'étudiants à partir de 1998 allaient être également des points marquants de mes premières années de travail en tant que chercheur statutaire. J'ai ainsi participé plus ou moins à l'encadrement de Barbara Blanchin (DEA en 1999 sur la grotte moustérienne de Madonna dell Arma en Italie), Mathieu Duval (DEA en 2004, thèse en cours sur les sites pléistocène inférieur du bassin de Guadix-Baza en Espagne), Samer Farkh (DEA en 1999, thèse en 2004 sur le gisement pléistocène moyen de Karain E en Turquie), Giulia Gruppioni (DEA en 2002, thèse en 2004 sur les sites italiens pléistocène moyen et supérieur de Fumane et San Bernardino), Sébastien Hameau (DEA en 1999, thèse en 2004 sur les grottes de Song Terus et Goa Tabuhan en Indonésie), Matthieu Lebon (DEA en 2005, thèse en cours sur la caractérisation du traitement thermique des ossements par des méthodes géochimiques et minéralogiques), Nadir Mehidi (thèse en 2005 sur les sites moustériens ligures de Manie et Mochi), Florence Pirouelle (DEA en 2000, thèse en 2006 sur les sites pléistocènes supérieurs de Fate, Madonna, Gron et Walou) et Hélène Tissoux (DEA en 1999, thèse en 2004 sur les niveaux moustériens et paléolithique supérieur ancien de la grotte du Portel, de l'Arbreda et de Toixoneres).

Je passais évidemment une part non négligeable de mon temps avec ces différents étudiants, notamment au cours de leur année de DEA, et travaillais plus particulièrement avec Giulia, Nadir et Hélène au niveau de leur doctorat, tout en restant ponctuellement disponible pour les autres doctorants. L'une des difficultés majeures des sujets de ces différents étudiants étaient qu'ils étaient essentiellement associés à des sites archéologiques, certes majeurs, mais fouillés dans un passé plus ou moins lointain et pour lesquels la connexion entre échantillons analysés et sédiments utilisés pour la détermination de la dose externe était plus souvent aléatoire. Le problème de la dosimétrie s'est donc avéré crucial pour ces différents gisements, d'autant que la plupart d'entre eux correspondait à des séquences essentiellement attribuées au Pléistocène supérieur et que les échantillons y présentaient des doses équivalentes très faibles, de l'ordre de quelques grays, dans lesquelles la contribution des rayons gamma représente souvent jusqu'à + de 80% de la dose totale.

Ces études permirent de montrer que la méthode de calcul des contributions externes à partir de l'activité des sédiments environnants mesurée par spectrométrie gamma au laboratoire, classiquement utilisée par Yuji Yokoyama et ses étudiants (dont moi), était souvent inadaptée sur des sites karstiques, à stratigraphie par essence hétérogène, car ne représentant que de façon imparfaite l'environnement radioactif des échantillons analysés. C'est à partir de cette époque que, grâce à Hélène Valladas et Norbert Mercier du Laboratoire des Sciences du Climat et de l'Environnement (LSCE) de Gif-sur-Yvette, l'emploi de dosimètres CaSO_4 TL ou de spectromètres gamma portables pour effectuer des mesures de dosimétrie gamma *in situ* a été systématisé lorsque cela était possible. C'est également à cette période qu'en raison des résultats encourageants obtenus sur la couche paléanthropologique TD6 du site d'Atapuerca Gran Dolina (Espagne) que les premières tentatives d'application de la méthode à la datation de niveaux du Pléistocène inférieur a été initiée d'abord à travers l'étude de Dmanisi (Georgie) et Pont-de-Lavaud (France), puis dans un second temps d'Untermassfeld (Allemagne), Yunxian (Chine), Grâce (France) et Orce (Espagne). L'étude d'échantillons aussi anciens a montré clairement les limites des modélisations mathématiques utilisées en routine pour décrire l'évolution de la teneur en uranium des tissus dentaires au cours de l'histoire géologique des échantillons et a été à l'origine d'une étude plus précise des différents paramètres utilisés lors du calcul d'âge ESR/U-Th combinées, en collaboration avec les doctorants impliqués, essentiellement Tristan, Mathieu et Hélène et en collaboration étroite avec Jean-Michel Dolo. Ces études ont très largement bénéficié de la présence, à plusieurs reprises au cours de ces dernières années, de Rainer Grün dans notre laboratoire en tant que chercheur invité, et de missions effectuées par Mathieu dans le laboratoire de ce dernier à Canberra (Australie). Même si ces questions sont encore loin d'être complètement éclaircies, les possibilités et limites d'utilisation de la méthode appliquée à la datation de dents sont aujourd'hui mieux déterminées.

Dans un même temps, la méthode ESR/U-Th était appliquée pratiquement en routine sur les échantillons du Pléistocène moyen et supérieur ancien provenant de divers sites d'Eurasie : Ambrona (Espagne), Artenac, Coudoulous II, Cuesta de la Bajada (Espagne), Dali (Chine), Mauer (Allemagne), Méthamis, Pinilla del Valle (Espagne), Ranville, Umm el Tlel (Syrie)... Ceci a été rendu possible par le fait que Christophe et moi avons décidé lors des études sur dents de délaissier les différents modèles mathématiques auparavant utilisés pour schématiser les incorporations post-mortem en uranium dans les différents tissus dentaires et osseux au profit du seul modèle US (Uranium-series model) défini par Grün, Schwarcz et Chadam en 1988. Dans ce modèle, un paramètre d'incorporation d'uranium p est calculé à partir des caractéristiques radiométriques ESR et U-Th de l'échantillon pour chacun des tissus dentaires. L'âge unique calculé pour une dent est donc à la fois compatible avec les résultats analytiques obtenus par les deux méthodes et, en restreignant les données géochronologiques transmises aux collègues préhistoriens ou géologues à ces valeurs uniques, le risque d'une « sélection » de ces dernières vis-à-vis d'un modèle chronologique présumé devient limité, même si

les résultats obtenus ne cadrent pas toujours très bien avec celles attendues. Cette limitation, mais aussi une meilleure définition des données utilisées pour le calcul d'âge et l'utilisation du programme « Data-IPH » de Rainer Grün, intégrant des calculs d'erreurs plus réalistes, concourent aujourd'hui pour une utilisation géochronologique «en aveugle» de la méthode ESR/U-Th.

Ce sont les principaux résultats tant méthodologiques que géochronologiques obtenus lors ces vingt années de recherche, le plus souvent en collaboration avec des condisciples ou des étudiants et n'ayant pour la plupart d'entre elles pas encore fait l'objet de publications, que je me propose de présenter maintenant après un rappel succinct des bases physiques et théoriques de la méthode ESR.

PARTIE I

Principe de la datation par résonance de spin électronique (ESR)

La résonance de spin électronique (ESR), également appelée résonance paramagnétique électronique (RPE), est une méthode classique d'analyse de la structure de la matière, couramment employée en physique du solide, en chimie moléculaire, en biologie et en cristallographie. Son application à des fins géochronologiques fut suggérée pour la première fois à la fin des années 1960 (Zeller *et al.*, 1967), mais ce n'est qu'une dizaine d'années plus tard que la méthode ESR prit son véritable envol sous l'impulsion du chercheur japonais Motoji Ikeya (Ikeya, 1975, 1978).

Au cours des vingt cinq dernières années du XX^{ème} siècle, la méthode ESR fut ainsi appliquée avec plus ou moins de succès à la datation de divers types de matériaux d'intérêt géologique, géomorphologique, archéologique ou anthropologique : concrétions carbonatées de grotte, ossements et dents fossiles, coraux, coquilles de mollusque marins et terrestres, silex et quartz chauffés, grains de quartz blanchis par le soleil ou ayant été soumis à une forte pression,.... C'est aujourd'hui devenu un outil géochronologique important, qui permet en particulier de fournir des points de repère chronologiques sur les séquences continentales pléistocènes, principalement à travers la datation de dents de mammifères fossiles ou de sédiments fluviaux (Hennig & Grün, 1983 ; Poupeau & Rossi, 1985 ; Bouchez *et al.*, 1987 ; Grün & Stringer, 1991 ; Grün, 1989 ; Ikeya, 1993 ; Rink, 1997 ; Falguères & Bahain, 2002 ; Bahain *et al.*, 2002 ; Grün, 2006).

1 - Principe général

La méthode de datation par ESR repose sur l'accumulation au cours du temps d'électrons piégés sous l'effet de la radioactivité naturelle dans des défauts du système cristallin des minéraux. Un minéral est en effet soumis de façon continue à une irradiation, du fait de la présence en son sein et dans son environnement immédiat d'éléments radioactifs naturels, principalement les isotopes des familles de l'uranium et du thorium et le potassium. Les rayonnements α , β et γ émis par ces différents radio-isotopes entraînent la libération dans le cristal d'électrons (*ionisation*) (Figure 1).

Or, un cristal comporte toujours un certain nombre de défauts structuraux et d'impuretés qui viennent rompre la périodicité locale du réseau cristallin (lacunes, interstitiels, impuretés de substitution ou interstitielles, dislocations, macles, joints de grain, dommages causés par des noyaux de recul alpha, traces de fission,...). Ces défauts, intimement liés à la formation et à la croissance du minéral considéré, vont " piéger " une partie des électrons ainsi libérés.

Pour décrire les effets d'une irradiation sur un minéral, on utilise généralement en physique du solide un modèle théorique appelé le "modèle des bandes" (Figure 1). Dans celui-ci, on considère que les électrons présents dans le cristal ne peuvent exister que dans des bandes d'énergie très précises, séparées les unes des autres par des zones "interdites" dans lesquelles les électrons, normalement, ne peuvent pas exister. Les électrons des différents atomes formant le réseau cristallin emplissent les bandes permises en commençant par celles de plus basse énergie et, dans l'ordre des énergies croissantes, la dernière bande remplie et la première bande vide sont respectivement appelées bande de valence et bande de conduction.

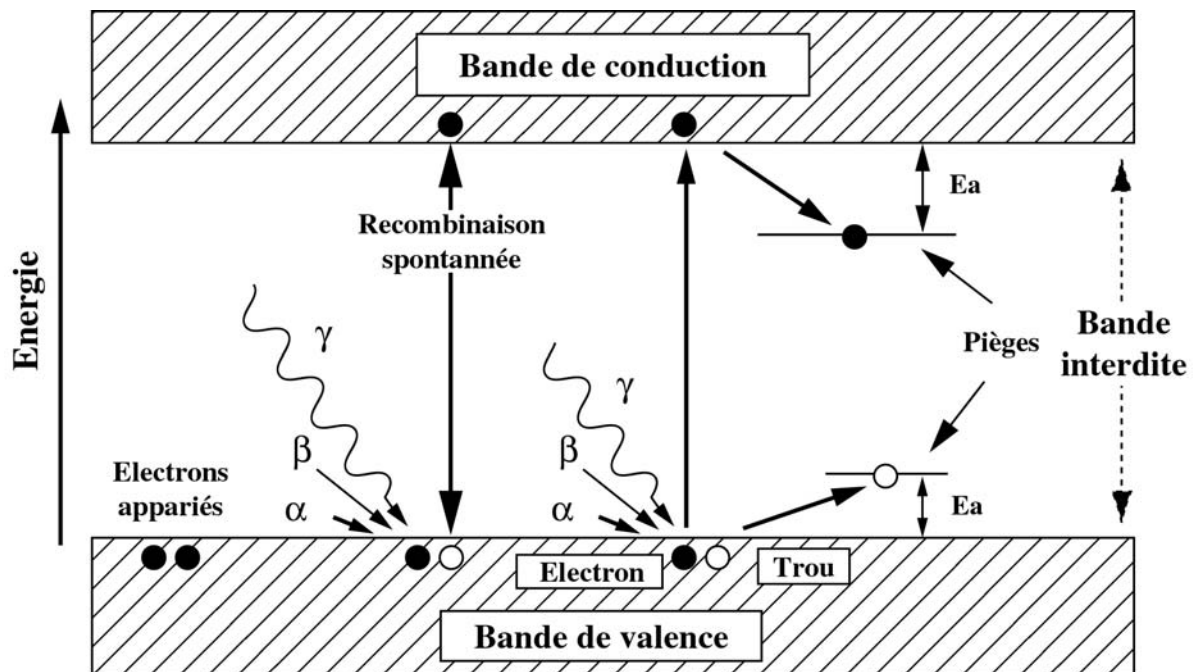


Figure 1 : Effet de l'irradiation naturelle sur un minéral et processus de piégeage dans les défauts du système cristallin des électrons et "trous" ainsi produits (d'après Ikeya, 1978).

En absorbant l'énergie fournie par les rayonnements radioactifs, un électron peut quitter la bande de valence et passer dans la bande de conduction. Ce départ laisse alors dans la bande de valence une place vide, appelée "trou", qui va se comporter comme une charge positive. L'électron et le trou ainsi formés peuvent se déplacer librement et indépendamment dans le cristal, le premier au sein de la bande de conduction, le second à l'intérieur de la bande de valence. La plupart de ces électrons et trous "libres" se réappariaient rapidement par recombinaison spontanée.

Les défauts structuraux et impuretés du minéral considéré, en rompant localement la périodicité du système cristallin, entraînent l'apparition de niveaux d'énergie supplémentaires à l'intérieur de la bande interdite et un certain nombre d'électrons et de trous libérés par l'irradiation naturelle peuvent y être piégés. Il est alors nécessaire pour libérer ces derniers de fournir au système une certaine quantité d'énergie E_a , appelée énergie d'activation (en eV), qui correspond à la différence d'énergie entre le

piège et la limite de la bande de conduction (pour un centre électron) ou de valence (pour un centre trou). Plus l'énergie d'activation d'un piège est forte, plus on considère que celui-ci sera stable thermiquement, qu'il sera " profond ". Les pièges les plus " profonds " vont alors voir les électrons s'y accumuler, principe de base de la méthode de datation.

La durée de vie moyenne τ d'un électron « célibataire » dans un tel piège est alors donnée par la loi d'Arrhenius :

$$1/\tau = \nu_0 \cdot e^{-E_a/kT} \quad (1)$$

où k est la constante de Boltzmann, T la température (en degrés Kelvin), ν_0 un facteur de fréquence (s^{-1}) et E_a l'énergie d'activation, c'est à dire la " profondeur " du piège (en eV) (Figure 1).

La plupart des pièges se vident rapidement à température ambiante, mais la durée de vie moyenne de certains pièges peut atteindre le million, voire le milliard d'années. Les électrons libérés sous l'effet de la radioactivité naturelle peuvent alors s'y accumuler au cours du temps et le nombre d'électrons piégés dans un échantillon donné est alors proportionnel à la dose totale de radiations que celui-ci a reçue, cette dernière dépendant de l'intensité du champ ionisant et du temps d'irradiation. Ce phénomène est à la base de plusieurs méthodes de datation dites paléodosimétriques dont les plus utilisées sont la thermoluminescence (TL), la luminescence stimulée optiquement (OSL) et l'ESR.

2 -Equation d'âge

Le minéral est ainsi utilisé comme un dosimètre dont l'âge correspond à la durée d'exposition aux rayonnements radioactifs. La dose totale de radiations D absorbée par un échantillon au cours de son histoire géologique, souvent appelée *dose archéologique* ou *paléodose*, exprimée en grays (Gy), peut s'écrire comme suit :

$$D = \int_{t=0}^{t=T} d_a(t) \cdot dt \quad (2)$$

où T est le temps d'exposition, c'est à dire l'âge de l'échantillon (en années) et $d_a(t)$ le débit de dose naturelle absorbée par l'échantillon durant une année (*dose annuelle*), qui varie au cours du temps durant l'histoire de l'échantillon.

Le calcul de l'âge d'un échantillon se décompose donc en deux parties, correspondant aux déterminations de la paléodose et de la dose annuelle. Cette dernière est calculée à partir des teneurs en radionucléides de l'échantillon et de son environnement immédiat et de la position géographique du gisement étudié. La paléodose est pour sa part déterminée à partir de l'étude de l'échantillon par ESR.

3 - La spectrométrie ESR

La détection par spectrométrie ESR des électrons piégés sous l'effet de la radioactivité dans un échantillon est basée sur le comportement de ces derniers lorsqu'ils sont placés dans un fort champ magnétique.

Très schématiquement, un électron est une sphère chargée négativement et animée d'un mouvement de rotation sur elle-même, appelé spin, qui entraîne la production d'un moment magnétique dont l'orientation dépend du sens de la rotation. Lorsque cela est possible, les électrons de spin opposé ont tendance à s'apparier en doublets, dont le moment magnétique global est nul. Quand un atome, un ion ou une molécule comporte un nombre impair d'électrons ou que les électrons n'y sont pas tous appariés en doublets, le moment magnétique global n'est pas nul en raison de la présence d'électrons "célibataires". Une telle substance est dite *paramagnétique*.

Lorsqu'un échantillon paramagnétique est placé dans un champ magnétique, les électrons non appariés de cet échantillon vont se séparer en deux groupes, correspondant aux deux orientations possibles de leur moment magnétique par rapport au champ magnétique appliqué (Figure 2a). Ceci induit deux niveaux d'énergie, E₁ et E₂, appelés niveaux Zeeman, dont la séparation est proportionnelle à la valeur de l'intensité du champ externe appliqué externe H (Figure 2b) :

$$\Delta E = E_2 - E_1 = g \beta H \quad (3)$$

où E₁ et E₂ sont respectivement les états d'énergie inférieur et supérieur, le facteur g un paramètre lié aux caractéristiques de l'électron célibataire dans la substance étudiée (s.u.) et β une constante, le magnéton de Bohr.

La répartition des électrons célibataires entre les deux niveaux d'énergie à la température T (en degrés Kelvin) est donnée par la loi de distribution de Boltzmann :

$$N_1 / N_2 = e^{(\Delta E/kT)} \quad (4)$$

où k est la constante de Boltzmann et où N₁ et N₂ sont respectivement les populations de l'état d'énergie inférieur et de l'état d'énergie supérieur, avec, dans les conditions normales de mesure, N₂ inférieur à N₁.

Si on applique à ce système une micro-onde de fréquence ν telle que $\Delta E = h\nu$, h étant la constante de Planck, il est possible d'induire des transitions entre les niveaux Zeeman, c'est à dire d'inverser le spin des électrons célibataires. Cette coïncidence d'énergie s'appelle la *résonance* (Figure 2b). Les probabilités de transitions dans le sens E₁ \Rightarrow E₂ (*absorption*) ou dans le sens E₂ \Rightarrow E₁ (*émission spontanée*) sont égales, mais en raison de la plus grande population du niveau de plus basse énergie, le système absorbe une partie de l'énergie de la micro-onde. L'affaiblissement de l'énergie de la micro-onde consécutif à cette absorption est facilement décelable et est à la base de la spectrométrie ESR (Figure 2c).

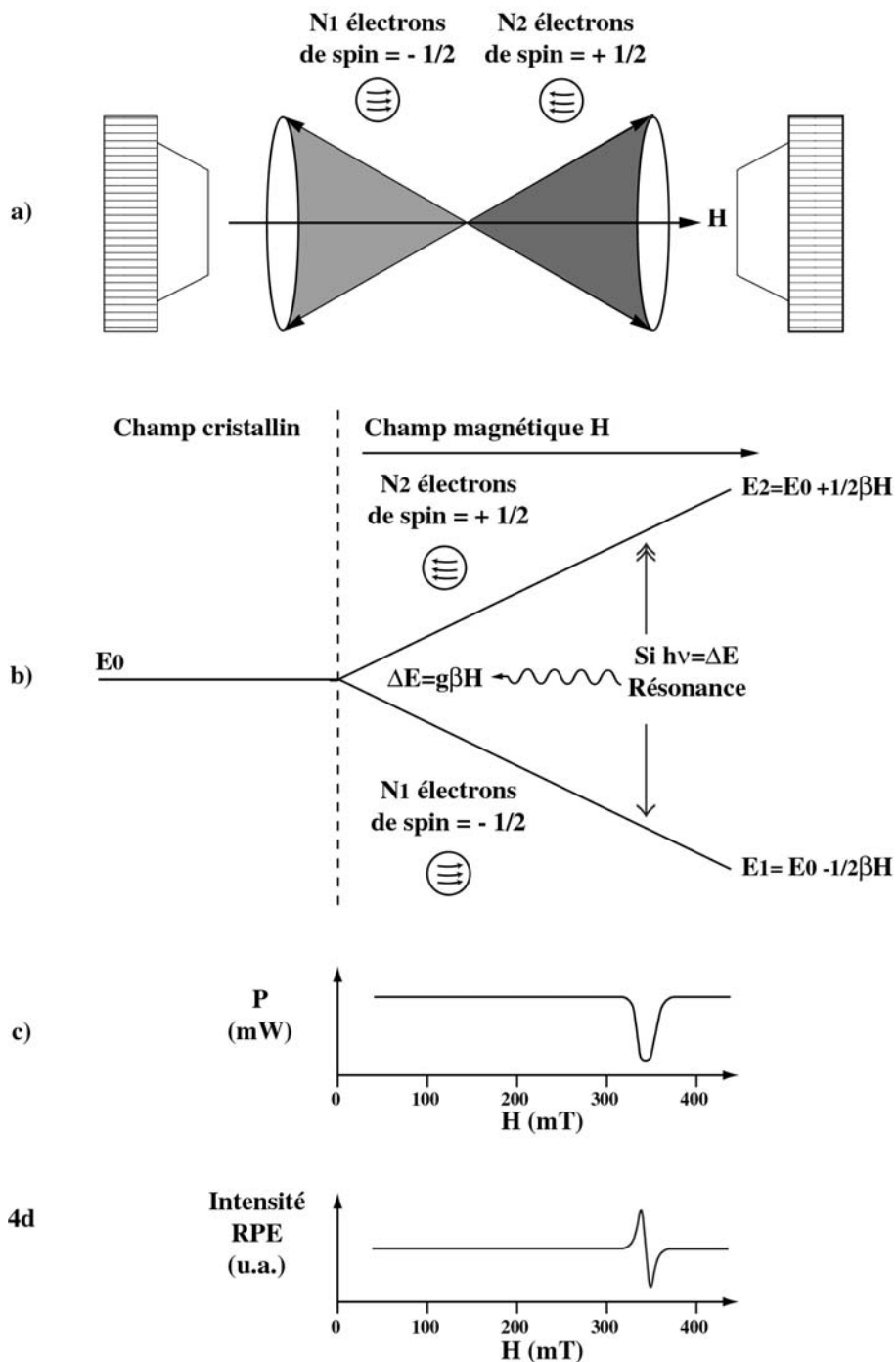


Figure 2 : Effet Zeeman et résonance paramagnétique électronique (d'après Poupeau & Rossi, 1985 ; Grün, 1989 ; Ikeya, 1993)

- Séparation des populations d'électrons non appariés d'un échantillon paramagnétique placé dans un champ magnétique H en fonction de leur spin.
- Aux deux populations électroniques correspondent deux niveaux d'énergie (niveaux Zeeman) dont la séparation ΔE est proportionnelle au champ magnétique H. L'application au système d'une micro-onde dont la fréquence ν est telle que $\Delta E = h\nu$ induit des transitions entre les deux niveaux d'énergie. C'est la résonance.
- Affaiblissement de la puissance de la micro-onde appliquée au moment de la résonance. Cet affaiblissement est lié au fait que, la population N1 étant légèrement supérieure à la population N2, le nombre de transitions dans le sens $E_1 \Rightarrow E_2$ est plus grand que dans le sens $E_2 \Rightarrow E_1$ et que le système doit donc absorber un peu d'énergie.
- Signal ESR, dérivée première du signal d'absorption.

4 -Spectromètre et signaux ESR

Un spectromètre ESR est composé de trois éléments principaux (Figure 3) :

- un *générateur de micro-ondes* (klystron) délivrant une radiation de longueur d'onde centimétrique de fréquence fixe ;
- un *électro-aimant*, dans l'entrefer duquel se trouve la *cavité de résonance* où est placé l'échantillon lors d'une mesure, et délivrant un champ magnétique homogène qu'on fait varier linéairement ;
- un *système de détection et d'enregistrement* du signal d'absorption.

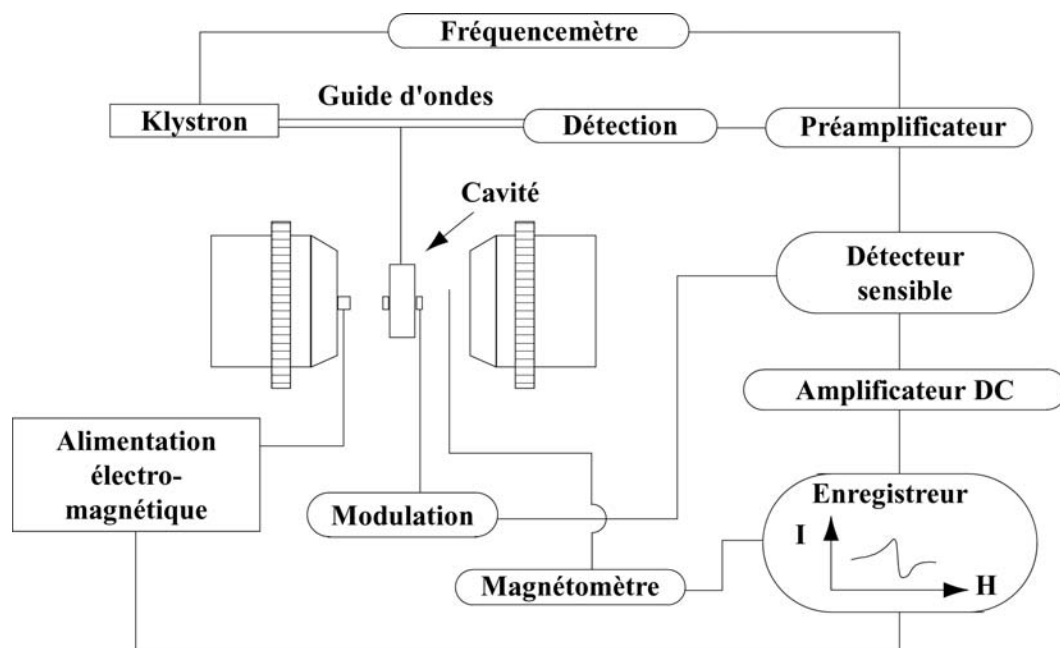


Figure 3 : Représentation schématique d'un spectromètre ESR.

Lors de la résonance, l'absorption d'une partie de l'énergie de la micro-onde modifie très légèrement un courant électrique passant à l'intérieur d'un cristal de détection placé dans la cavité. Ce signal est amplifié par superposition d'un champ magnétique oscillant, qui induit une modulation et c'est ce signal modulé, dérivée première du signal d'absorption, qui correspond au signal ESR (Figure 2d).

Le spectre ESR d'une substance paramagnétique donnée va alors dépendre des différentes interactions auxquelles sont soumises les populations d'électrons non appariés qu'elle recèle. Comme l'indique la condition de résonance ($h\nu = g \beta H$), la position d'un signal ESR est caractérisée par la valeur du champ externe H à laquelle l'absorption a lieu et par celle du facteur g. Ce dernier paramètre représente ainsi la seule valeur réellement associée aux caractéristiques du centre piège étudié et un signal ESR est caractérisé par sa ou ses valeurs de g, car le nombre et la forme des raies qui le composent sont d'importantes informations concernant la position de l'ion paramagnétique considéré au sein du minéral étudié.

Ainsi, les ions et atomes qui constituent le réseau cristallin du minéral engendrent au niveau de l'ion paramagnétique un champ électrostatique intense, le "champ cristallin". Dans le cas d'un site à symétrie non cubique, la perturbation due au champ cristallin non symétrique fait que la valeur du facteur g dépend des orientations relatives du site considéré et du champ magnétique externe et qu'elle varie lorsqu'on fait tourner le cristal. Cette dépendance angulaire du facteur g est appelée *anisotropie*.

Un signal ESR donné, enregistré pour une poudre dans laquelle toutes les orientations possibles des grains sont statistiquement représentées de la même façon, correspond en fait à l'enveloppe de tous les signaux élémentaires correspondant à chaque grain. Un signal est alors caractérisé par une ou plusieurs valeurs g , selon que l'ion paramagnétique considéré se trouve dans un site à symétrie cubique ou non (Figure 4).

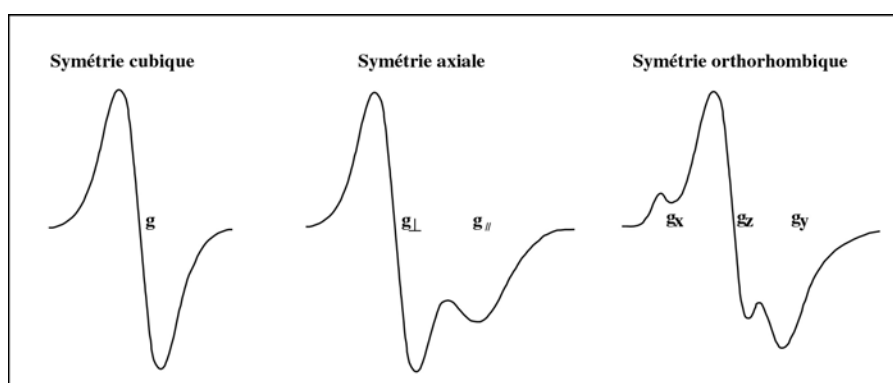


Figure 4 : Effets de l'anisotropie du champ cristallin sur un spectre de poudre selon la symétrie locale du centre paramagnétique considéré (d'après Grün, 1989).

Dans le cas où l'ion paramagnétique considéré possède plusieurs électrons, un couplage indirect des spins électroniques de ces électrons entraîne, dans le cas d'un site à symétrie non cubique, l'apparition de niveaux d'énergie, en l'absence de champ externe. L'application d'un champ externe entraîne alors l'apparition d'une structure complexe appelée *structure fine*. Par ailleurs, si le noyau de l'ion paramagnétique possède un spin I , l'interaction entre le moment de spin nucléaire et le moment de spin électronique entraîne l'apparition de $2I + 1$ raies, formant la *structure hyperfine*. Dans le cas où l'électron célibataire interagit avec le spin nucléaire d'un ion voisin, on aura ce que l'on appelle une *structure superhyperfine*.

Au cours de ma thèse et dans la première moitié des années 1990, j'ai essentiellement utilisé le spectromètre ESR Bruker 200 tt de messieurs Van Viver et Richard du laboratoire de chimie moléculaire du CEN Saclay, puis le Varian E-109 du laboratoire de Spectrochimie de l'université Pierre et Marie Curie, en collaboration avec Bernard Morin. Dans les deux cas, les spectres ESR étaient récupérés sur papier par l'intermédiaire d'une table traçante A3 et le dépouillement se faisait manuellement.

L'acquisition, d'abord par le laboratoire de Spectrochimie puis en 2000 par notre propre laboratoire, d'un spectromètre Bruker EMX et la possibilité de sauvegarde des spectres sous format informatique allait permettre par la suite l'utilisation directe des données de mesure pour déterminer les intensités ESR des signaux étudiés, ce qui a permis d'améliorer considérablement la précision des résultats, notamment en multipliant les mesures et en recherchant les meilleures conditions analytiques possibles. La collaboration engagée avec Jean-Michel Dolo depuis 1995 et le passage de Rainer Grün dans notre laboratoire en 2005 et 2006 en tant que professeur invité ont également été des moteurs importants de cette réflexion portant sur la reproductibilité et la signification des résultats obtenus.

5 - Calcul d'un âge ESR

a) Détermination de la paléodose

La paléodose d'un échantillon donné est déterminée par la méthode dite de l'addition. Différentes aliquotes d'un même échantillon sont "vieillies" artificiellement par irradiation ; à chaque dose d'irradiation appliquée correspond une valeur particulière de l'intensité ESR du signal utilisé pour la datation et l'extrapolation de la courbe ainsi obtenue à une intensité nulle donne la valeur de la paléodose de l'échantillon considéré (Figure 5).

Comme les échantillons sont généralement irradiés en laboratoire au moyen d'un seul type de rayonnement alors que dans la nature ils sont soumis aux différents types de rayonnements ionisants, on parle souvent de dose équivalente, D_E , plutôt que de paléodose. Le terme de *Dose archéologique* est aussi parfois utilisé mais, au MNHN, l'utilisation de ce terme est aujourd'hui limitée à la datation de quartz, comme on le verra par la suite.

L'extrapolation mathématique la plus couramment utilisée dans notre laboratoire est de type exponentielle (Apers *et al.*, 1981):

$$I = I_{\infty} (1 - e^{-\mu(D_{art} + D)}) \quad (5)$$

où I est l'intensité du signal ESR (en unités arbitraires) d'un échantillon irradié artificiellement à la dose D_{art} (Gy), I_{∞} l'intensité de saturation (u.a.), μ le coefficient de sensibilité de l'échantillon et D la paléodose (Gy).

Une extrapolation linéaire a également été utilisée dans le passé par Yuji, mais je ne l'ai que rarement appliqué. Le nombre de pièges disponibles dans un échantillon est en effet limité. Lorsque le nombre d'électrons piégés devient important par rapport au nombre de pièges disponibles, la probabilité de piégeage d'un nouvel électron diminue. La courbe approche alors de façon asymptotique d'une valeur maximale I_{∞} et une irradiation supplémentaire ne fait plus augmenter l'intensité du signal (*saturation*).

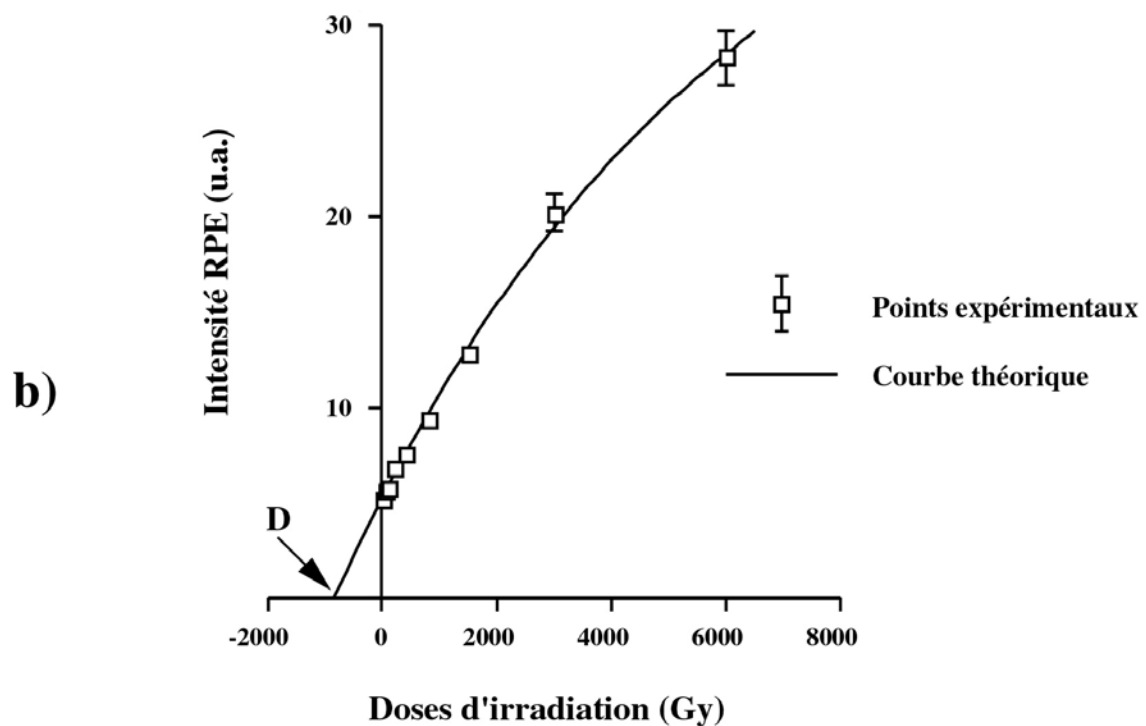
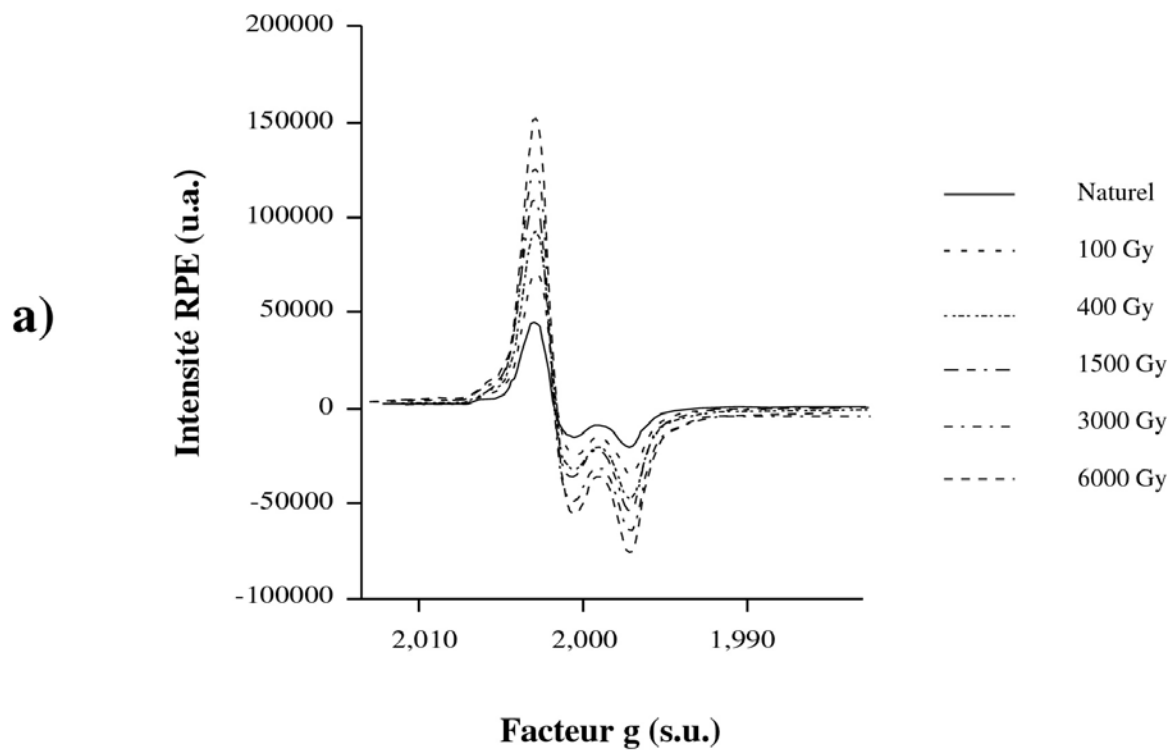


Figure 5 : Détermination de la paléodose D par la méthode de l'addition

- Augmentation de l'intensité ESR du signal utilisé pour la datation d'émail dentaire en fonction de doses croissantes d'irradiation.
- Obtention de la paléodose D à partir des points expérimentaux par extrapolation exponentielle.

N'ayant pas de source radioactive à disposition dans notre laboratoire, les irradiations étaient réalisées depuis les années 1980 jusqu'au milieu des années 1990 en utilisant une source panoramique de ^{60}Co (Dolo et al, 1996), ce qui induisait une certaine incertitude sur les doses ajoutées.

Depuis le milieu des années 1990, les irradiations sont effectuées en utilisant une source ponctuelle, toujours de ^{60}Co , mais au débit parfaitement connu, l'IBL-460 du Laboratoire national Henri Becquerel (LNHB) du CEA, grâce à la collaboration de Jean-Michel Dolo et depuis 2006 de Tristan Garcia. Ceci a permis de limiter de façon considérable l'incertitude sur les doses ajoutées et donc sur les doses équivalentes.

Par ailleurs, depuis les années 1990, les conditions d'irradiation préconisées par Grün (1989), Grün & Macdonald (1989) et Grün & Rhodes (1991, 1992) ont été appliquées. Les courbes de croissance ont été construites à partir de 10 aliquotes (contre 6 auparavant) avec des doses réparties en respectant une croissance de type exponentielle (et non plus linéaire comme c'était le cas auparavant). La dose maximale d'irradiation I_{max} est fixée de façon à être de l'ordre de 10 fois supérieure à la D_E attendue, alors que dans le passé, les doses ajoutées variaient de 50 à 600 Gy et étaient toujours les mêmes quelque soit l'âge de l'échantillon analysé. La reproductibilité des analyses est vérifiée par au moins trois mesures de chaque aliquote et, pour chaque dose ajoutée, une valeur moyenne de l'intensité ESR associée à un écart type σ peut ainsi être utilisé pour le calcul des doses équivalentes.

Pour obtenir les doses équivalentes, j'ai utilisé pendant la majeure partie de ces vingt dernières années le logiciel « ERSAT » écrit par Yuji Yokoyama. Dans ce programme, les doses équivalentes sont obtenues à partir des données expérimentales par une itération faisant varier I_{∞} en utilisant une méthode de moindres carrés et une pondération avec l'intensité naturelle I_{nat} . Depuis 2005, les résultats obtenus sont systématiquement comparés avec ceux obtenus par le programme « FIT-IPH » de Rainer Grün, qui utilise une pondération en $1/I^2$. Au cours de ces dernières années, en collaboration avec Jean-Michel Dolo, un travail spécifique sur la détermination des doses équivalentes a été mené, en testant notamment différents types de pondération (pondération par I_{nat} , $1/I$, $1/\sigma^2$) ou sans pondération, sur des échantillons d'émail dentaire d'âges divers, connus par d'autres méthodes.

Ce travail a permis d'observer que dans la majorité des cas, les doses d'irradiation artificielle ajoutées permettaient bien de décrire les courbes de croissance, notamment en décrivant la saturation. Les courbes de croissance obtenues sont en générales très satisfaisantes, même si les conditions de recherche de saturation (I_{∞} proche de I_{max}) ne sont généralement respectées que pour les échantillons les plus anciens.

Les doses équivalentes calculées par les différents types de pondération sont à peu près équivalentes pour la majeure partie des échantillons, comme le montre l'exemple de la dent de La Celle sur Seine présenté Figure 6.

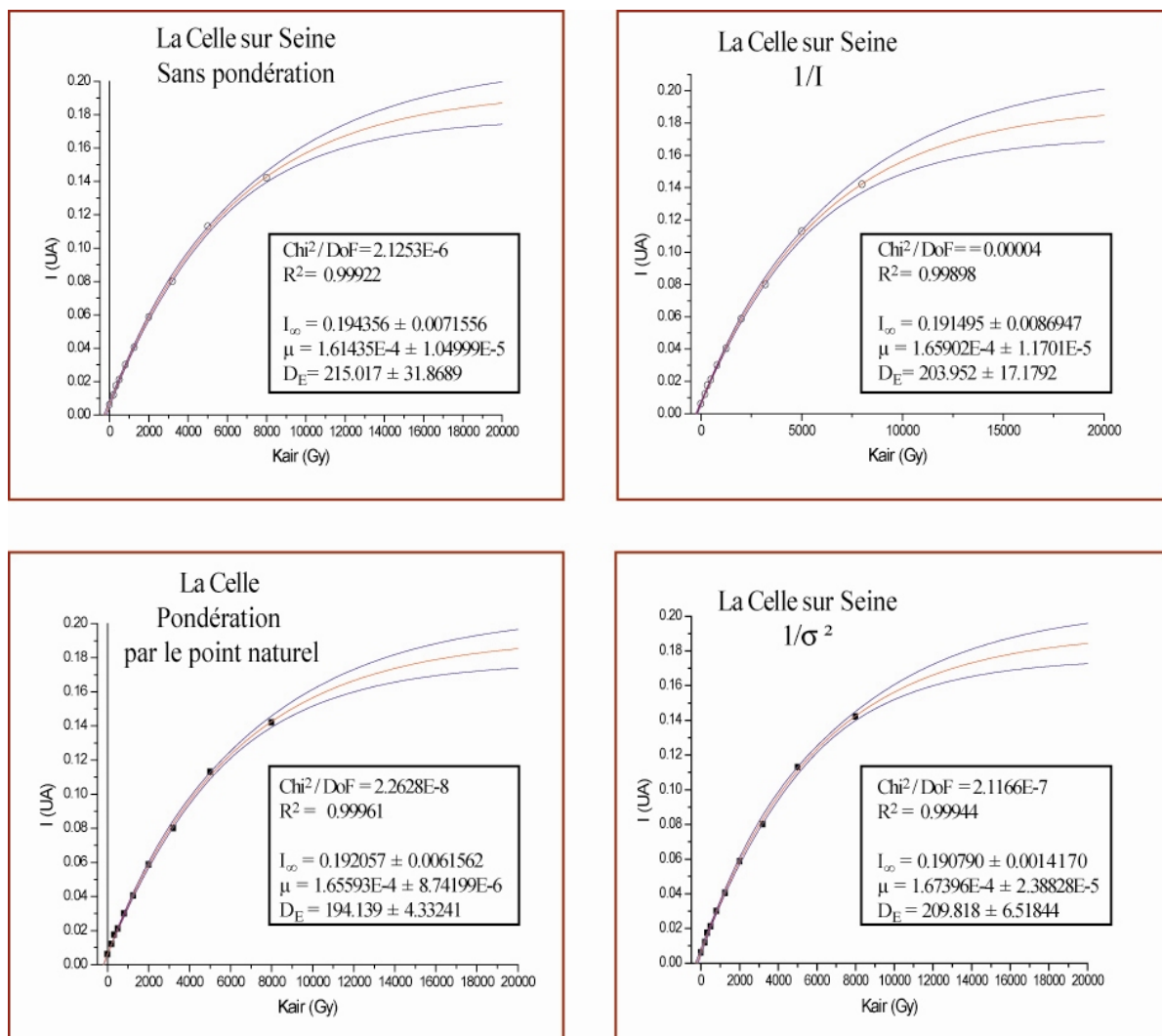


Figure 6 : Impact du type de pondération utilisé sur l'obtention de la courbe de croissance théorique et de la paléodose pour un échantillon d'émail dentaire provenant du site de la Celle sur Seine (étude non publiée réalisée en collaboration avec Jean-Michel Dolo)

D'après Jean-Michel Dolo, l'utilisation de la pondération par le point naturel utilisé dans le programme « ESRSAT », si elle est associée à une faible incertitude de mesure, permet de réduire considérablement l'erreur sur la dose équivalente. Il en est de même pour la pondération par $1/\sigma^2$ si l'intensité de l'aliquote la plus irradiée est proche de l'intensité de saturation I_∞ .

Par contre, pour les échantillons anciens qui présentent des courbes de croissance beaucoup plus plates, l'extrapolation est beaucoup plus délicate et devient fortement dépendante du type de pondération utilisé. C'est notamment le cas pour les échantillons de Dmanisi que Tristan Garcia a étudié au cours de sa thèse et pour lesquels les courbes théoriques dérivant des différentes pondérations utilisées peuvent parfois s'éloigner fortement des points expérimentaux (Figure 7).

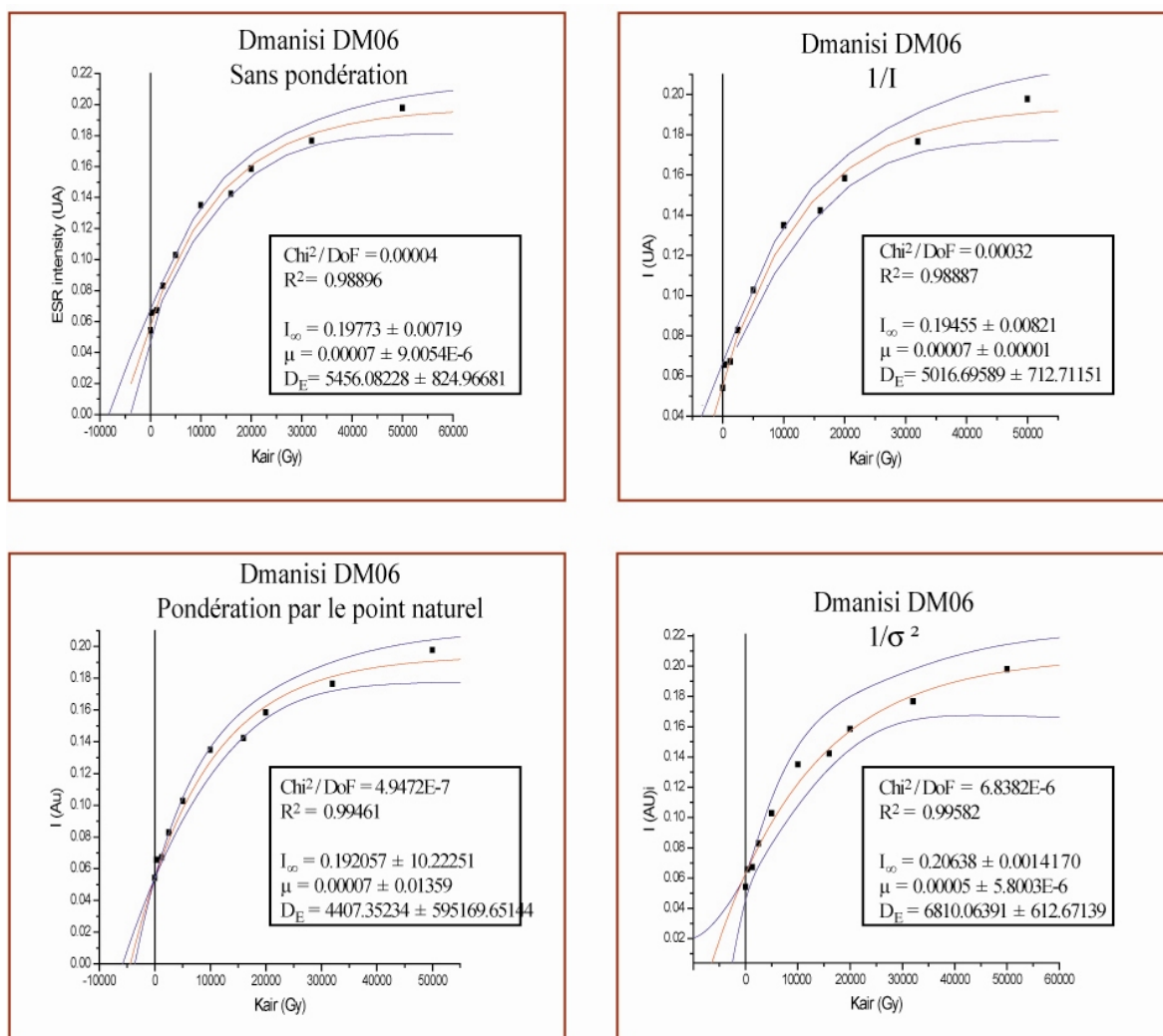


Figure 7 : Impact du type de pondération utilisé sur l'obtention de la courbe de croissance théorique et de la paléodose pour un échantillon d'émail dentaire provenant du site de Dmanisi (étude non publiée réalisée dans le cadre de la thèse de Tristan Garcia en collaboration avec Jean-Michel Dolo)

Ainsi, pour la pondération par $1/\sigma^2$, même si cette dernière est la plus satisfaisante d'un point de vue théorique pour le métrologue qu'est Jean-Michel, la courbe de croissance expérimentale de certains échantillons n'est plus décrite par la courbe théorique dérivant de l'utilisation de ce type de pondération. On peut voir ainsi que sur des échantillons à paléodoses aussi élevées, même si les points expérimentaux semblent correctement être décrit par les courbes théoriques dérivées des différentes pondérations, comme pour la dent Dm06, les paléodoses peuvent différer de façon considérable selon les types de pondération utilisés. Ces données doivent être prochainement publiées sous la direction de Jean-Michel et Tristan.

Pour des échantillons aussi anciens, on peut également s'interroger sur la validité de l'extrapolation exponentielle utilisée et sur l'intérêt de décrire la saturation à tout prix, quitte à ce que la courbe théorique s'éloigne pour cela du point naturel, seul point « géologique » vrai de la courbe

expérimentale. L'étude doctorale de Mathieu Duval sur les échantillons du Bassin de Guadix-Baza apportera, je l'espère, quelques éléments de réponse à ce sujet...

b) Détermination de la dose annuelle

La dose annuelle peut être exprimée soit comme la somme des doses des divers rayonnements ionisants (α , β , γ , rayons cosmiques) auxquelles est soumis l'échantillon durant une année, soit en fonction de l'origine (interne ou externe) de ces rayonnements :

$$d_a = kd_\alpha + d_\beta + d_\gamma + d_{\text{cosmique}} = d_{\text{externe}} + d_{\text{interne}} \quad (6)$$

où k est un paramètre correcteur, appelé efficacité α , lié à la production plus faible d'électrons paramagnétiques par les rayons α , en raison de leur forte densité d'ionisation, que par les rayons β ou γ de même énergie. Ce facteur k , toujours inférieur à 1, varie d'un matériau à l'autre.

Pendant longtemps, dans notre laboratoire, la dose annuelle était calculée à partir des teneurs en radionucléides de l'échantillon et des sédiments l'environnant, mesurées en laboratoire, en utilisant les formules et paramètres données dans Yokoyama *et al.* (1982a).

Depuis le milieu des années 2000, le protocole de détermination de la dose annuelle a été modifiée plusieurs fois et aujourd'hui l'utilisation systématique du programme « Data-IPH » de Rainer Grün fait que ce sont les paramètres et conditions explicités dans l'article de Grün & Schwarcz (2000) qui sont utilisés. Ainsi, les contributions en doses de chaque famille et élément radioactifs sont aujourd'hui calculées à partir des données d'Adamiec & Aitken (1998), la contribution des rayons cosmiques à la dose annuelle à partir des données de Prescott & Stephan (1982) et Prescott & Hutton (1988, 1994), les atténuations β pour les échantillons de faible épaisseur ne sont plus calculées à partir de la formule de Grün (1986) mais avec une méthode de Monte-Carlo (Brennan *et al.*, 1997). L'atténuation gamma dans les échantillons épais du type plancher stalagmitique ou récif corallien est calculée en utilisant la formule de Falguères *et al.* (1991). Autre grand changement méthodologique, la dose annuelle gamma n'est plus seulement calculée à partir de l'activité en radioéléments des sédiments, mais également mesurée sur le terrain, au moyen de dosimètres TL grâce à l'aide d'Hélène Valladas et Norbert Mercier, ou avec un spectromètre gamma portable, acquis par notre labo en 2005. Ceci passe bien sûr par l'étude préalable de sites d'âge connu ou pouvant être datés par d'autres méthodes jugées fiables sur le même type de support ou sur la gamme d'âge considérée : radiocarbone sur ossement, U-Th sur carbonates, TL sur silex, OSL sur sédiments, paléomagnétisme, faune... Ainsi, en maîtrisant de plus en plus la détermination des différents paramètres de calcul et les protocoles d'analyse et de présentation des résultats, il est aujourd'hui possible de faire de « vraie » chronologie par ESR, comme j'essaierai de vous le montrer dans la seconde partie de ce manuscrit, après avoir présenté un état des connaissances sur les différents matériaux analysés au laboratoire.

PARTIE II

Caractéristiques des principaux matériaux archéologiques et géologiques utilisés en datation ESR

1 - Les carbonates

Coraux et carbonates de grottes sont deux types de matériaux extrêmement prisés par les géochronologues. Ils se sont en effet révélés être de très bons enregistreurs paléoclimatiques grâce à l'étude des isotopes stables et l'analyse de formations carbonatées continentales s'avère aujourd'hui fondamentale dans la reconstruction des cadres paléoclimatiques et paléoenvironnementaux régionaux au cours du Quaternaire. De plus, ils se comportent généralement comme des systèmes clos d'un point de vue géochronologique, ce qui en fait des supports bien adaptés aux études radiométriques, en particulier par les méthodes des familles de l'uranium (U-Th). De plus, des formations stalagmitiques ou des niveaux de plage fossiles riches en coquilles de mollusque et/ou coraux sont souvent interstratifiés avec des niveaux archéologiques, en particulier sur les sites paléolithiques d'Europe occidentale et du pourtour du Bassin méditerranéen.

Toutes ces raisons expliquent que la première réelle tentative de datation par ESR fut réalisée par Motoji Ikeya sur un échantillon de stalactite provenant d'une grotte japonaise (Ikeya, 1975, 1978), puis, que, dans les années 1970-1980, de nombreuses études aient porté sur la datation ESR de carbonates quaternaires d'origine continentale ou marine. Toutefois, les contradictions soulevées par ces études, notamment en ce qui concerne le choix du signal ESR à utiliser pour déterminer la paléodose, et l'essor des méthodes U-Th par spectrométrie de masse (TIMS et ICP-MS) permettant d'obtenir des dates de plus en plus anciennes ont sensiblement réduit l'intérêt géochronologique de ce type de support en ESR.

a) Spectres ESR des carbonates

Les spectres ESR des carbonates présentent un certain nombre de caractéristiques communes, mais diffèrent néanmoins sensiblement selon la nature de l'échantillon (spéléothèmes, corail, coquilles de mollusque) et sa minéralogie (calcite ou aragonite) (Figure 8). Trois raies radiosensibles isotropes à $g=2,0057$ (h-1) (Yokoyama *et al.*, 1981a), $g=2,0036$ (b) (Ikeya & Ohmura, 1981) et $g=2,0007$ (h-3) (Yokoyama *et al.*, 1981a), attribuées respectivement à des radicaux SO_2^- (Barabas, 1992), SO_3^- (Barabas, 1992) et CO_2^- associé à une molécule d'eau (Debuyst *et al.*, 1993) y sont généralement observées, quelque soit la nature du carbonate étudié.

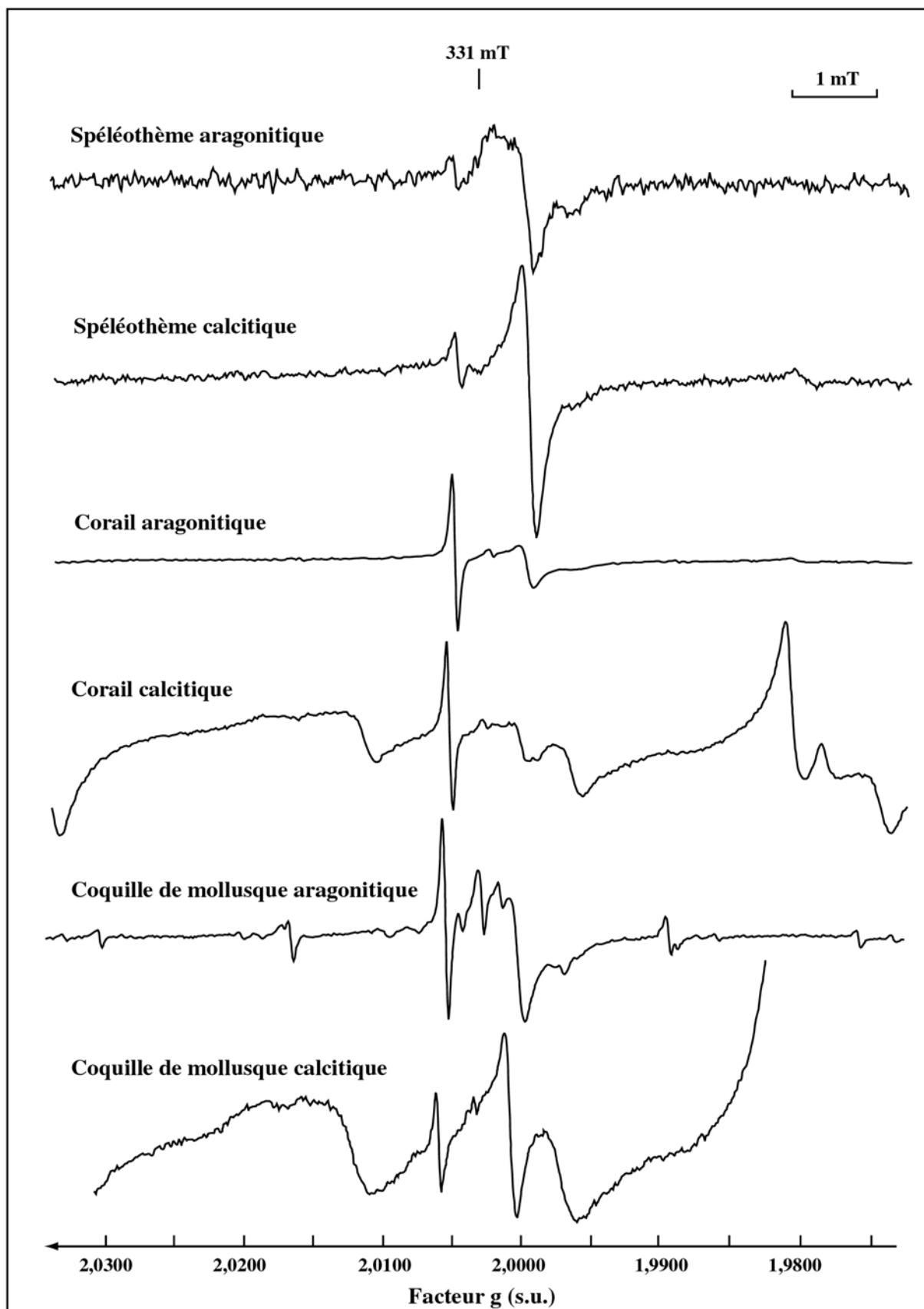


Figure 8 : Spectres ESR de différents types de carbonates quaternaires (d'après Bahain *et al.*, 1995)

Peuvent s'y ajouter plusieurs autres signaux, caractéristiques cette fois du type d'échantillon. Dans les spectres de spéléothèmes, on observe ainsi fréquemment un signal large, centré sur $g = 2,0040$, appelé large raie (LR) (Apers *et al.*, 1981), qui semble être stabilisé par la présence d'acides humiques dans l'échantillon (Hennig & Grün, 1983).

D'autres signaux, liés à des centres carbonatés, à des radicaux organiques du type $(\text{CH}_3)_2\text{C}^-$, mais également des pics parasites liés à l'irradiation artificielle, à un broyage trop poussé de l'échantillon ou à la présence d'impuretés paramagnétiques telles que Fe^{3+} et Mn^{2+} , peuvent également être présents.

b) Caractéristiques des principaux signaux ESR observés dans les carbonates

Lorsque j'arrivais en DEA, Henry de Lumley et Yuji Yokoyama me proposèrent donc d'étudier par différentes méthodes (stratigraphie, minéralogie, paléomagnétisme, ESR et U-Th) les carottes de plancher stalagmitique qu'ils avaient prélevées en 1984 dans la grotte de Basura en Italie. Sans le savoir, je me trouvais ainsi au centre d'un débat initié quelques années auparavant lors du colloque de Tautavel en 1981 : celui du choix du signal à utiliser pour la datation des spéléothèmes et du protocole de mesure associé.

La plupart des auteurs recommandaient alors l'utilisation du signal à $g = 2,0007$ (h-3) pour dater les carbonates (Hennig & Grün, 1983 ; Grün, 1989 ; Rink, 1997). Cette raie semble effectivement être la seule à pouvoir être utilisée pour les carbonates marins, en raison de la faible stabilité thermique dans ce type de supports des signaux à $g = 2,0057$ (h-1) et à $g = 2,0031$ (b), ce qui condamne leur utilisation à des fins géochronologiques, comme j'ai pu le montrer dans mon doctorat et les publications qui en ont été tirées (Bahain, 1993 ; Bahain *et al.*, 1994a et b, 1995). Par contre, en ce qui concerne la datation de spéléothèmes, celles de la large raie (Apers *et al.*, 1981) ou de h-1 ($g=2,0057$) après traitement thermique de l'échantillon (Yokoyama *et al.*, 1981a, 1982b, 1983, 1985a) ont également été proposées.

En effet, la stabilité thermique (et donc la stabilité géologique) du signal h-3 est difficile à estimer, car le centre carbonaté auquel elle est due est associé à une molécule d'eau (Debuyst *et al.*, 1993). Yuji Yokoyama, dans plusieurs études réalisées avant mon arrivée dans l'équipe (Yokoyama *et al.*, 1981a, 1982b, 1983, 1985a), pensait que cette stabilité était relativement faible. En effet, il avait observé lors de l'étude réalisée sur les planchers stalagmitiques de la Caune de l'Arago (Yokoyama *et al.*, 1981a, 1981c), et de plusieurs autres sites dont la Grotte du Vallonet (Yokoyama *et al.*, 1983, 1985a), qu'un recuit prolongé des échantillons à une température supérieure à 140°C entraînait une croissance de l'intensité de h-1, qui, en règle générale, n'est pas radiosensible, et une diminution simultanée de celle de h-3, phénomène qu'il attribua dans un premier temps à un transfert des électrons de h-3 vers h-1 (Yokoyama *et al.*, 1983) (Figure 9).

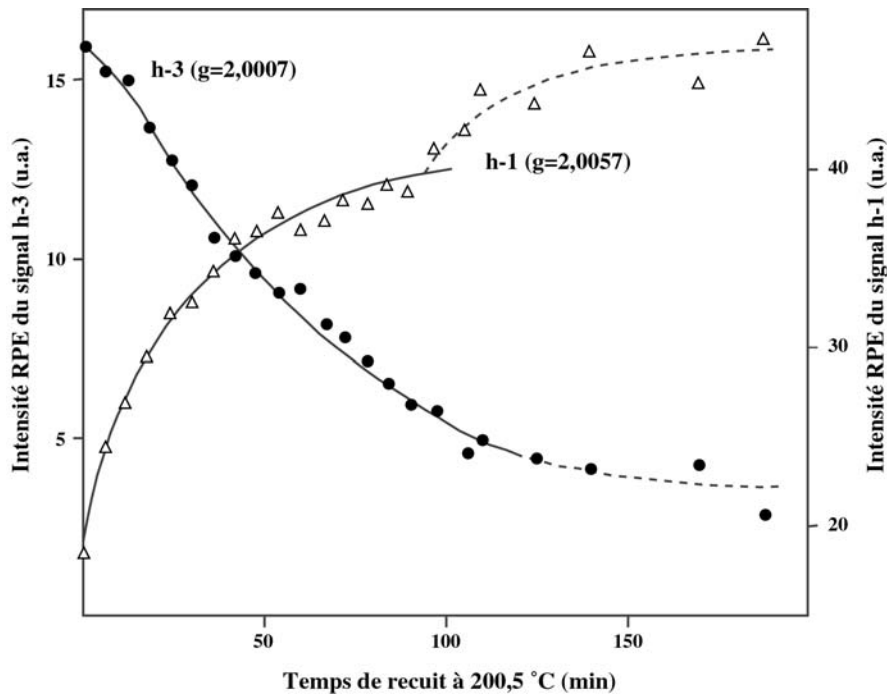


Figure 9 : Comportement de h-3 et h-1 lors d'un recuit prolongé à 190°C (d'après Yokoyama et al, 1983).

Yuji suggéra alors que la présence de h-1 dans les échantillons fossiles pouvait être due à un transfert spontané d'électrons entre ces deux pièges, transfert s'effectuant à température ambiante au cours de l'histoire géologique de l'échantillon

L'utilisation du signal h-3 des spéléothèmes à des fins géochronologiques fut donc alors débattue, parfois avec virulence, plusieurs auteurs considérant que la procédure de recuit proposée par Yuji et l'utilisation du signal h-1 conduisaient à une surestimation de la paléodose et donc de l'âge des échantillons (Hennig & Grün, 1983 ; Skinner, 1983 ; Grün, 1989). Par contre, h-3 semble être la seule raie à pouvoir être utilisée pour la datation des carbonates marins, en raison de la faible stabilité thermique dans ce type de supports des signaux à $g = 2,0057$ (h-1) et à $g = 2,0031$ (b), qui condamne leur utilisation à des fins géochronologiques. La stabilité thermique du signal h-3 est à peu près équivalente dans les carbonates marins et dans les calcites stalagmitiques (Bahain, 1993 ; Bahain *et al.*, 1994a et b, 1995) (Figure 10) et il semble difficile de dater des échantillons dont l'âge est supérieur à quelques centaines de milliers d'années.

Par ailleurs, des phénomènes d'incorporation secondaire d'uranium rendent incertaine l'utilisation des coquilles de mollusques en géochronologie. Des modèles mathématiques doivent donc être utilisés pour pallier cet inconvénient comme on le verra dans la partie consacrée aux dents et ossements. De plus, comme les spectres ESR des coquilles aragonitiques sont complexes et l'utilisation de h-3 est rendue difficile par la superposition de ce pic sur le complexe A, large signal orthorhombique ($g_{xx} = 2,0030$, $g_{zz} = 2,0015$, $g_{yy} = 1,9976$) attribué à un radical CO_2 piégé dans un site à symétrie orthorhombique

(Barabas *et al.*, 1992), et par la proximité du signal isotrope g-3, très sensible aux radiations (Molodkov, 1988), il semble actuellement très difficile de dater ce type de support.

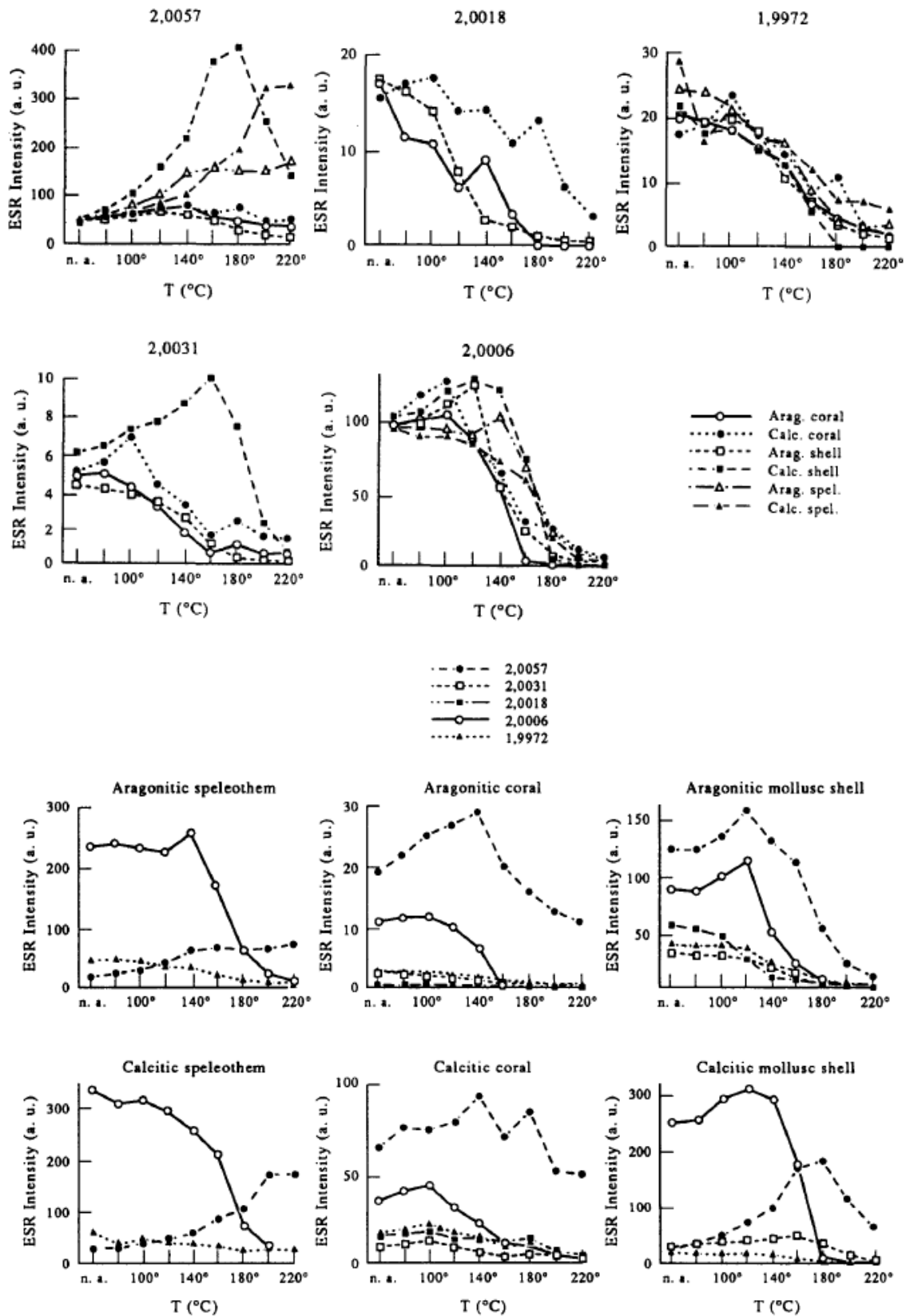


Figure 10 - Effet de recuits isochrones cumulés de 16 heures sur les principaux signaux ESR observés dans les carbonates en fonction de la nature et de la minéralogie des carbonates étudiés (d'après Bahain *et al.*, 1994b).

c) *Choix du signal à utiliser pour la datation - h-1 ou h-3 ?*

Malheureusement, il est quasiment impossible de déterminer la vie moyenne du centre paramagnétique responsable du signal h-3 par la procédure classique utilisant la loi d'Arrhenius, qui nécessite de mesurer la décroissance de l'intensité ESR du signal étudié en fonction du temps lors d'une succession de recuits isothermes à différentes températures. Comme cela a déjà été évoqué précédemment, le radical CO_2^- responsable du signal h-3 est en effet associé dans le réseau cristallin des carbonates à une ou plusieurs molécules d'eau (Debuyst *et al.*, 1993;) et un recuit prolongé à une température supérieure à 140°C entraîne la destruction du centre paramagnétique. La diminution d'intensité observée expérimentalement n'est ainsi pas uniquement due à la libération sous l'effet de la température des électrons piégés (*thermal release*), mais aussi à la destruction directe du piège lui-même (*trap decay*) (Barabas *et al.*, 1992 ; Walther *et al.*, 1992), destruction qui n'intervient pas au cours de l'histoire géologique des échantillons.

Afin d'étudier la stabilité géologique des trois signaux dont l'utilisation a été proposée dans la littérature pour la datation des carbonates de grottes (h-1, h-3 et LR), une étude comparative des paléodoses obtenues à partir de ces derniers avait été initiée par Christophe Falguères dans sa thèse (Falguères, 1986) à partir de l'étude de planchers stalagmitiques d'âges variés provenant de différents sites du bassin méditerranéen (Caune de l'Arago, Atapuerca Galeria, Grotte du Prince, Caverna delle Fate, grotte du Vallonet). Cette approche fut poursuivie dans le cadre de la thèse d'Hassan Masaoudi (Payre et Orgnac III) et plus récemment de celle de Florence Pirouelle (Fate).

Les données obtenues (tableau 1) permettent de voir que dans le cas de la plupart des échantillons d'âge relativement récent (< 400 ka), les paléodoses déterminées à partir des trois signaux sont généralement du même ordre alors que pour les échantillons plus anciens, les doses équivalentes obtenues à partir de h-1 et BL sont plus grandes que celles déterminées en utilisant h-3. Toutefois, la variabilité des échantillons étudiés et l'absence de contrôle quand à leur mode de croissance limitent l'interprétation de ces données.

C'est donc dans l'idée de limiter ces variabilités qu'à la demande de Yuji Yokoyama j'ai entrepris dans le cadre de mon doctorat l'étude par ESR du plancher stalagmitique de la grotte de la Basura en Italie. Cette grotte d'environ 400 m de long, située à Toirano en Ligurie (Italie), est exploitée touristiquement en raison de la beauté de ces formations stalagmitiques et stalactitiques, mais aussi pour ces témoignages archéologiques, essentiellement du Paléolithique supérieur et de périodes plus récentes.

Dans plusieurs des salles de la cavité, les formations stalagmitiques atteignent des épaisseurs considérables, ce qui incita Henry de Lumley en 1984 à y réaliser plusieurs carottages. Ces derniers ont révélé dans au moins deux salles (salles du Fascio et de Cibelle) des planchers stalagmitiques de plus de 1,5 m d'épaisseur (Figure 11).

| Site et Echantillon | Age estimé | D _E (Gy) | | |
|---------------------------------------|------------|---------------------|----------|----------|
| | | h-3 | BL | h-1 |
| Caune de l'Arago ¹ | | | | |
| 12C | 220 ka | 52 ± 6 | 106 ± 10 | |
| 16 | > 350 ka | 51 ± 15 | 121 ± 6 | |
| 17A | 150 ka | 61 ± 4 | 121 ± 7 | 119 ± 12 |
| Atapuerca Galeria ¹ | | | | |
| TGY2 | 300 ka | | 128 ± 12 | 109 ± 12 |
| Prince ¹ | | | | |
| SP 82-8 | 125 ka | 54 ± 13 | 103 ± 13 | 50 ± 10 |
| Vallonnet ² | | | | |
| SV 82-7 | 0.9 Ma | 142 ± 7 | 405 ± 47 | 486 ± 46 |
| SV 82-6 | 0.9 Ma | 160 ± 12 | 370 ± 13 | 389 ± 14 |
| SV 82-4 | 1,1 Ma | 321 ± 32 | 529 ± 49 | 529 ± 49 |
| SV 82-5 | 1,1 Ma | 300 ± 35 | 609 ± 37 | 609 ± 37 |
| Orgnac III ^{3,4} | | | | |
| ORG92-01 | 300-400 ka | 94 ± 5 | 216 ± 8 | 203 ± 5 |
| ORG92-02 | 300-400 ka | 84 ± 3 | 189 ± 10 | 219 ± 31 |
| ORG92-03 | 300-400 ka | 162 ± 7 | 208 ± 22 | 219 ± 17 |
| ORG92-04 | 300-400 ka | 66 ± 3 | 80 ± 10 | 76 ± 3 |
| ORG92-05 | 300-400 ka | 54 ± 20 | 82 ± 4 | 81 ± 17 |
| Payre ³ | | | | |
| PC 94-01 | 125 ka | 46 ± 2 | 49 ± 2 | 49 ± 3 |
| PC 94-04 | 250 ka | 85 ± 6 | 89 ± 5 | 89 ± 8 |
| Abri des Pêcheurs ³ | | | | |
| Pechcal1 | 125 ka | 37 ± 6 | 103 ± 28 | 46 ± 11 |
| Pechcal2 | 125 ka | 44 ± 6 | 59 ± 5 | 58 ± 4 |
| Fate | | | | |
| F85-2 ⁵ | 80 ka | 57 ± 5 | 53 ± 4 | 51 ± 1 |
| F85-9 ⁵ | 80 ka | 44 ± 1 | 50 ± 4 | 46 ± 2 |
| F85-10 ⁵ | 80 ka | 35 ± 2 | 40 ± 5 | 44 ± 2 |
| F0101 ⁶ | 80 ka | 78 ± 5 | 83 ± 5 | 79 ± 5 |

Tableau 1 - Paléodoses obtenues à partir des différents signaux observés dans des calcites de spéléothèmes provenant de différents sites pléistocènes du Bassin méditerranéen (Données extraites de ¹ Falguères, 1986 ; ² Yokoyama *et al.*, 1988 ; ³ Masaoudi, 1995 ; ⁴ Falguères *et al.*, 1988a ; ⁵ Falguères *et al.*, 1990 ; ⁶ Pirouelle, 2006)

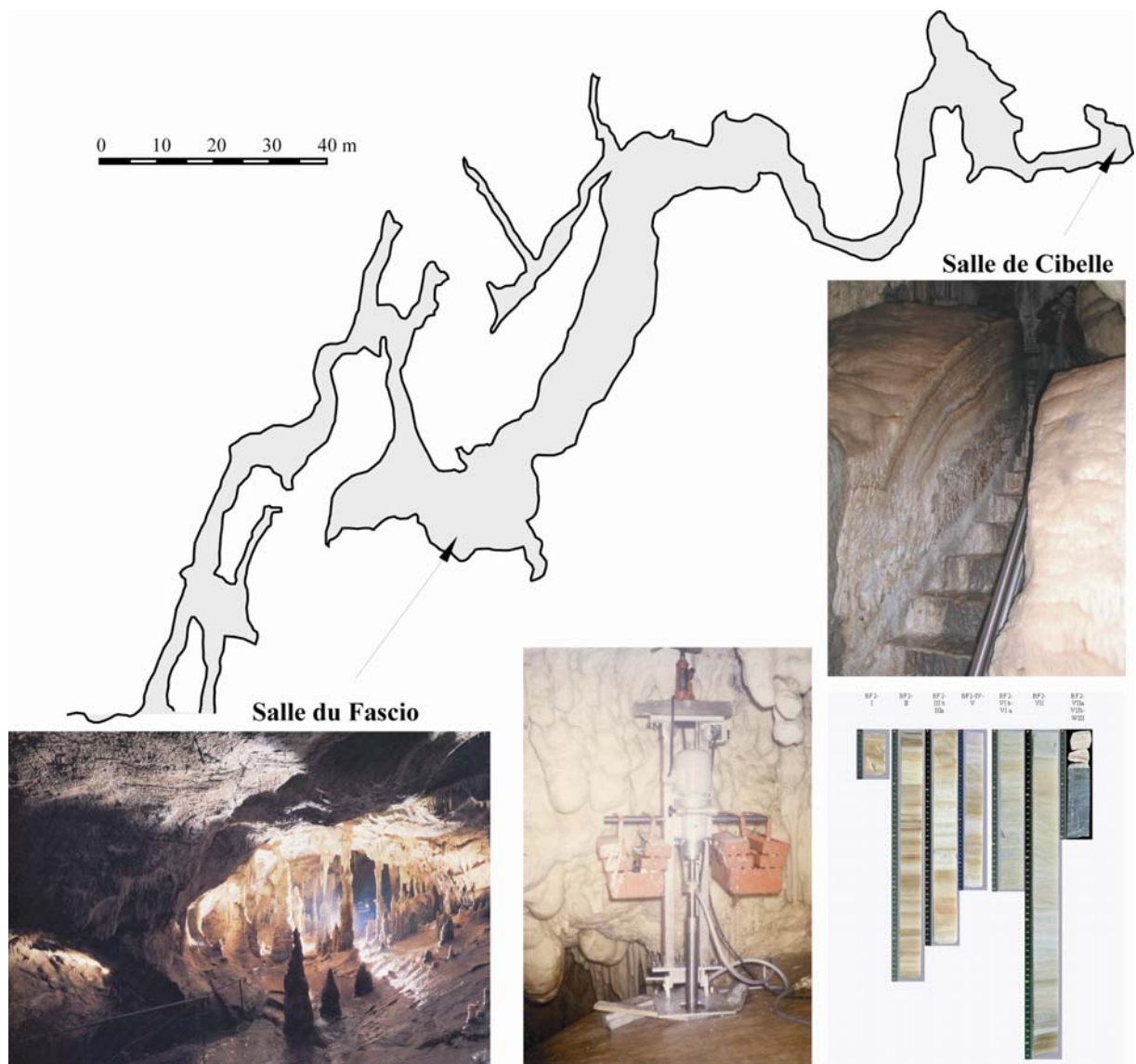


Figure 11 : Plan de la Grotta della Basura à Toirano en Italie et position des salles du Fascio et de Cibelle où ont été réalisés en 1984 les carottages dans les planchers stalagmitiques étudiés lors de mon DEA (Bahain, 1987) et de ma thèse (Bahain, 1993).

C'est sur ces carottes que j'ai eu la chance de travailler dès mon DEA. Une étude magnétostratigraphique réalisée avec l'aide de Piotr Tucholka du CFR permet alors rapidement de montrer qu'une polarité paléomagnétique inverse était enregistrée à la base d'une de carottes étudiées, Basura Fascio 1 (BF1) et dans les sédiments situés sous les formations carbonatées pour cette même carotte et dans une autre carotte, Basura Cibelle 2. Cette dernière présente par ailleurs une autre inversion de polarité magnétique, cette fois dans le cœur de la formation calcitique (Figure 12) (Bahain, 1987).

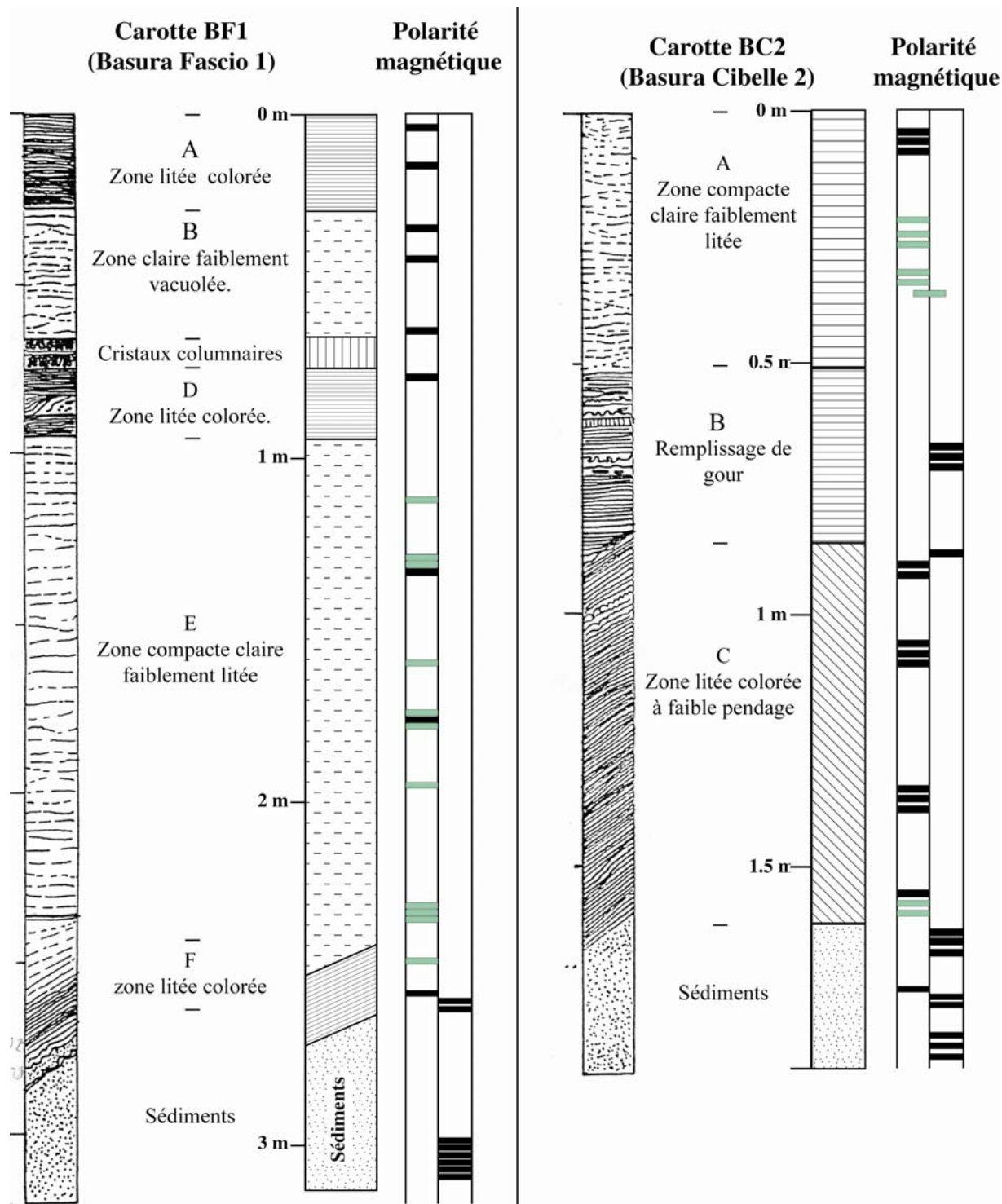


Figure 12 : Résultats de l'analyse magnétostratigraphique des carottes BF1 et BC2 prélevées dans la Grotta della Basura à Toirano (Italie) réalisée en collaboration avec Piotr Tucholka (d'après Bahain, 1987).

Par ailleurs, les analyses U-Th réalisées par Shen Guanjun (1985), puis dans le cadre de ma thèse (Bahain, 1993), indiquaient que la limite d'application de la spectrométrie alpha était très rapidement atteinte, au bout de quelques dizaines de centimètres de profondeur. Depuis, des analyses TIMS, toujours réalisées par Guanjun (données non publiées) sont venues préciser la chronologie U-Th de la

cristallisation (Figure 13). Ces données permettent de postuler en première approximation que l'inversion magnétique enregistrée à la base du plancher de la carotte BF1 correspond à la limite Brunhes-Matuyama, datée d'environ 780 ka, fournissant ainsi un point de repère géochronologique précieux pour la base de l'enregistrement.

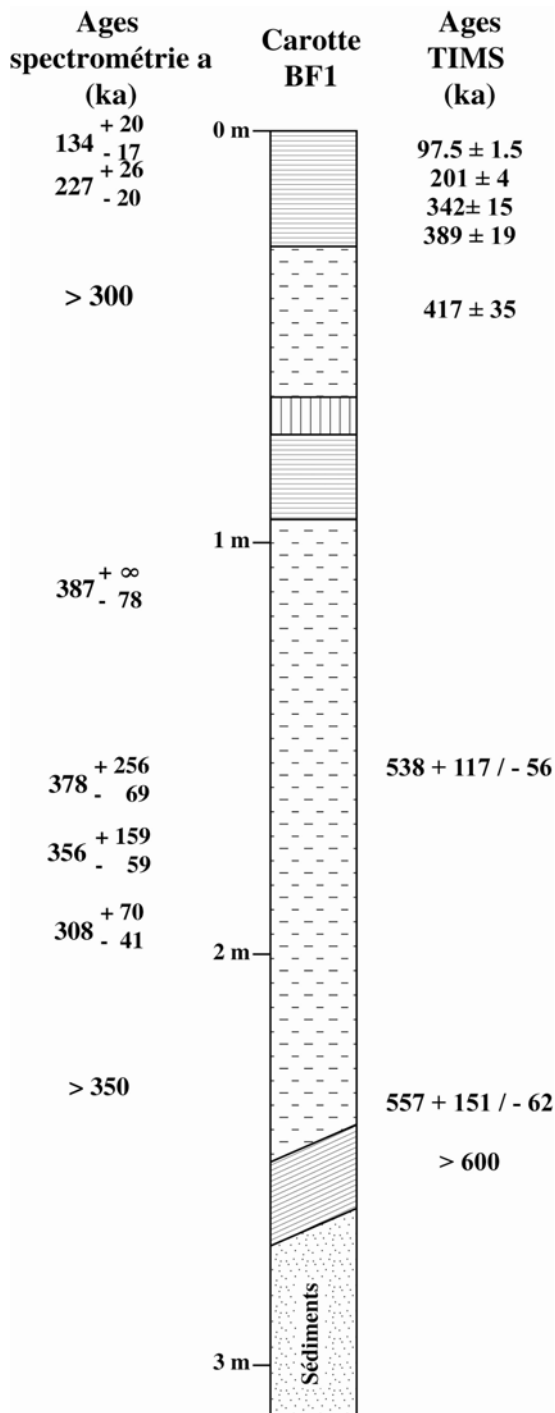


Figure 13 : Âges obtenus par U-Th sur la carotte Basura Fascio 1 (BF1) (Bahain, 1993 ; Bahain *et al.*, 1993 ; Shen, comm. pers.).

Pour parvenir à réaliser l'étude ESR, Yuji m'avait en particulier demandé de déterminer le facteur d'efficacité alpha k (voir formule 6) de deux échantillons de calcite, l'un provenant de la carotte BF1, l'autre d'un plancher stalagmitique de la grotte du Vallonnet, sur lequel il travaillait depuis plusieurs années. Les valeurs du facteur k citées dans la littérature pour la calcite varient en effet considérablement, de 0,01 (Lyons & Brennan, 1991) à 0,38 (Miki & Ikeya, 1978). Grün (1989) préconise d'utiliser une valeur de $0,3 \pm 0,1$ alors que Lyons & Brennan (1991) conseillent plutôt l'utilisation d'un facteur égal à $0,052 \pm 0,006$.

Conscient de l'importance de ce paramètre dans les calculs d'âges ESR de planchers stalagmitiques épais pour lesquels la contribution alpha représente une part non négligeable de la dose de radiations reçue par l'échantillon, Yuji avait mis au point, dès ces premières applications de la méthode ESR à la datation de spéléothèmes, un protocole d'analyse permettant de déterminer ce coefficient et l'avait appliqué sur des échantillons de la Caune de l'Arago à Tautavel (Yokoyama *et al.*, 1981b). Ce protocole impliquait outre l'étude de la courbe de croissance des signaux ESR des échantillons analysés en fonction de doses gamma, celle de la courbe de croissance de ces mêmes signaux vis à vis d'une irradiation alpha.

En effet, la faible efficacité des rayons alpha pour former des défauts entraîne l'obtention de doses équivalentes plus élevées que celles dérivées d'une irradiation β ou γ , et, en accord avec Ikeya (1993),

$$k = D_{E\gamma} / D_{E\alpha} \quad (7)$$

Pour ce même auteur, le facteur k apparaît comme dépendant de la concentration de l'échantillon en défauts, et peut même atteindre même des valeurs négatives dans le cas de zones endommagées par les rayons α ou partiellement recristallisées (Ikeya, 1993).

Le protocole défini par Yuji lors de l'étude des échantillons de l'Arago nécessitait le dépôt sur des disques en aluminium de grains très fins de calcite (1 - 8 μm) en couches peu épaisses (inférieures à 50 μm) par décantation de la poudre après mise en suspension dans une solution d'éthanol et d'eau (méthode de Zimmerman, 1971) (Figure 14).

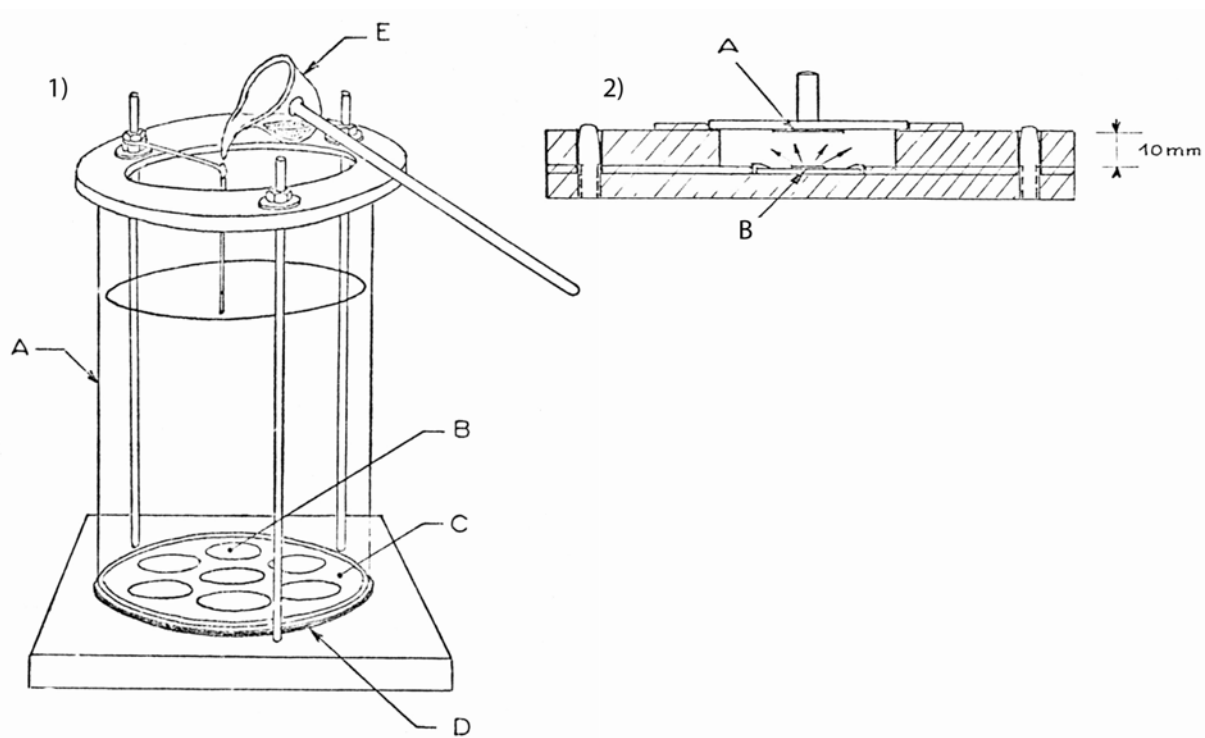


Figure 14 : Dispositif de dépôt pour préparation des pastilles pour irradiation alpha (1) et dispositif d'irradiation (2) (d'après Yokoyama *et al.*, 1981b.)

- 1) A – Tube de verre ; B – Disques d'aluminium ; C- Feuille d'aluminium ; D – Socle ; E – Bec verseur
- 2) A – Echantillon ; B – Source de ^{244}Cm

Les échantillons ainsi obtenus (correspondant à environ 15 à 20 mg de poudre chacun) ont ensuite été irradiés dans l'air en utilisant une source de ^{244}Cm de 100 μCi (Source type SAC 3 du CEA) (Figure 14). Ce protocole, long est fastidieux, nécessita environ un an de préparation et d'irradiation pour deux échantillons et n'aurait sans doute pu être réalisé sans l'aide précieuse et le soutien constant de Roland Bibron.

Les valeurs de facteur k déterminées pour les signaux h-3 et h-1 dans cette étude sont données dans le tableau 2. Elles sont de 0,175 pour l'échantillon de Basura (BF1-XII-1a) et de 0,238 pour celui du Vallonnet (SV 82-6) sensiblement plus importantes que la valeur de $0,052 \pm 0,006$ recommandée par Lyons & Brennan (1991) et que celles obtenues par Yuji lors de son étude de l'Arago (entre 0.08 et 0.11), mais restent inférieures à celle qu'il avait obtenue sur un premier échantillon du Vallonnet (0.265, valeur que j'ai utilisée dans les calculs présentés dans ma thèse (Bahain, 1993) et dans la publication des *Comptes-rendus de l'Académie des Sciences de Paris* (Bahain *et al.*, 1994a)).

| Echantillon | signal | paléodose gamma (Gy) | paléodose alpha (Gy) | facteur k |
|-------------|--------|----------------------|----------------------|-----------|
| BF1-XII-1a | h-3 | 80,1 ± 7,9 | 460,1 ± 23,2 | 0,174 |
| | h-1 | 111,0 ± 1,6 | 634,0 ± 6,3 | 0,175 |
| SV 82-6 | h-3 | 160,0 ± 12,0 | 675,1 ± 29,0 | 0,237 |
| | h-1 | 389,0 ± 14,0 | 1635,6 ± 206,2 | 0,238 |

Tableau 2 - Paléodoses obtenues après irradiation gamma et alpha d'échantillons de spéléothèmes provenant des grottes de la Basura (BF1-XII-1a) et du Vallonnet (SV 82-6) et valeurs du facteur k obtenues à partir des signaux h-1 ($g=2.0057$) et h-3 ($g=2.0007$)

On peut visualiser sur le tableau 3 et sur la figure 15 l'impact de la valeur du facteur k utilisée pour le calcul de la dose annuelle sur les âges obtenus, en utilisant différentes valeurs du facteur k ($k=0,05$, $k=0,17$ et $k=0,265$), et sur l'interprétation des résultats quand au signal à utiliser pour déterminer la dose équivalente.

Dans ma thèse (Bahain, 1993) et la publication dans les *Comptes-rendus de l'Académie des Sciences de Paris* qui en fut tirée (Bahain *et al.*, 1994a), j'avais utilisé une valeur de $k=0,265$ et, à partir des résultats chronologiques obtenus par ESR et U-Th, conclu que les âges obtenus à partir de h-3 étaient sous-estimés pour la base du plancher stalagmitique. Il est évident qu'en utilisant la logique inverse et un facteur k de 0.05, on peut conclure que les âges obtenus avec h-3 sont en assez bon accord avec les données U-Th et que ceux dérivant de l'utilisation de h-1 ou de la large raie sont fortement surestimés, comme Rainer Grün l'a très bien fait remarqué lors de sa relecture critique d'une proposition d'article pour une tentative de publication des ces données dans *Quaternary Research*. Malheureusement, sa demande de déterminer des facteurs k pour les échantillons provenant de la base du plancher, dans la zone à polarité magnétique inverse, ne pouvait plus être réalisée, faute d'accès à des sources alpha, Yuji, Christophe et leurs étudiants (dont moi) étant entre temps partis du CFR pour le MNHN après la création de l'unité de géochronologie au sein de ce qui était alors le laboratoire de Préhistoire du Muséum et le projet d'article fut abandonné.

On peut cependant noter que sur les 4/5^e de l'épaisseur du plancher, les doses équivalentes - et donc les âges - obtenues à partir des trois signaux sont comparables, ce qui indique de mon point de vue qu'il n'y a pas surestimation d'âge en utilisant h-1 ou la large raie. Pour les échantillons les plus anciens, les doses équivalentes déterminées à partir de h-1 et LR sont du même ordre, mais nettement supérieures à celles obtenues pour h-3.

| Echantillon | Profondeur | U (ppm) | signal | Paléodose | Âges ESR | | |
|-------------|------------|------------|--------|-----------|------------|-----------|----------|
| | | | | | k=0,05 | k=0,17 | k=0,265 |
| I-2 | 4 | 0,231 | h-3 | 15 ± 3 | 167 ± 37 | 116 ± 26 | 95 ± 21 |
| | | | h-1 | 16 ± 5 | 175 ± 56 | 122 ± 39 | 100 ± 32 |
| | | | BL | 17 ± 4 | 184 ± 46 | 127 ± 32 | 104 ± 26 |
| III-2 | 16 | 0,291 | h-3 | 49 ± 4 | 435 ± 76 | 270 ± 47 | 212 ± 37 |
| | | | h-1 | 51 ± 5 | 450 ± 81 | 279 ± 50 | 218 ± 39 |
| | | | BL | 49 ± 2 | 435 ± 68 | 270 ± 42 | 212 ± 33 |
| IV-3ab | 34 | 0,262 | h-3 | 49 ± 3 | 466 ± 137 | 284 ± 83 | 215 ± 63 |
| | | | h-1 | 52 ± 4 | 491 ± 146 | 297 ± 88 | 225 ± 67 |
| | | | BL | 49 ± 5 | 466 ± 143 | 284 ± 87 | 215 ± 66 |
| IV-2 | 42 | 0,305 | h-3 | 65 ± 4 | 610 ± 66 | 366 ± 40 | 294 ± 32 |
| | | | h-1 | 68 ± 2 | 635 ± 62 | 379 ± 37 | 305 ± 30 |
| | | | BL | 63 ± 5 | 594 ± 70 | 357 ± 42 | 287 ± 34 |
| V-2 | 64 | 0,264 | h-3 | 67 ± 4 | 611 ± 84 | 363 ± 50 | 285 ± 39 |
| | | | h-1 | 67 ± 2 | 611 ± 77 | 363 ± 46 | 285 ± 36 |
| | | | BL | 68 ± 2 | 619 ± 77 | 368 ± 46 | 288 ± 36 |
| VI-2 | 76 | 0,414 | h-3 | 99 ± 4 | 546 ± 67 | 324 ± 40 | 254 ± 31 |
| | | | h-1 | 106 ± 7 | 580 ± 78 | 342 ± 46 | 267 ± 36 |
| | | | BL | 89 ± 9 | 498 ± 79 | 298 ± 47 | 234 ± 37 |
| VII-b2 | 113 | 0,219 | h-3 | 55 ± 3 | 595 ± 96 | 357 ± 57 | 280 ± 45 |
| | | | h-1 | 54 ± 2 | 586 ± 91 | 352 ± 55 | 276 ± 43 |
| | | | BL | 60 ± 3 | 644 ± 103 | 383 ± 61 | 300 ± 48 |
| VIII-4 | 129 | 0,307 | h-3 | 69 ± 7 | 554 ± 94 | 331 ± 56 | 260 ± 44 |
| | | | h-1 | 89 ± 5 | 695 ± 103 | 407 ± 60 | 317 ± 47 |
| | | | BL | 71 ± 5 | 568 ± 88 | 338 ± 52 | 265 ± 41 |
| VIII-1b | 159 | 0,253 | h-3 | 68 ± 4 | 641 ± 91 | 380 ± 54 | 297 ± 42 |
| | | | h-1 | 71 ± 5 | 666 ± 98 | 393 ± 58 | 307 ± 45 |
| | | | BL | 71 ± 8 | 666 ± 115 | 393 ± 68 | 307 ± 53 |
| IX-2 | 178 | 0,199 | h-3 | 57 ± 2 | 661 ± 96 | 395 ± 58 | 309 ± 45 |
| | | | h-1 | 55 ± 3 | 640 ± 96 | 383 ± 57 | 300 ± 45 |
| | | | BL | 62 ± 4 | 714 ± 110 | 423 ± 65 | 330 ± 51 |
| X-2 | 195 | 0,291 | h-3 | 65 ± 2 | 543 ± 66 | 325 ± 39 | 256 ± 31 |
| | | | h-1 | 71 ± 5 | 587 ± 81 | 349 ± 48 | 274 ± 38 |
| | | | BL | 66 ± 3 | 560 ± 71 | 329 ± 42 | 259 ± 33 |
| XII-1a | 235 | 0,286 | h-3 | 82 ± 3 | 648 ± 96 | 382 ± 56 | 298 ± 44 |
| | | | h-1 | 100 ± 6 | 776 ± 120 | 450 ± 70 | 349 ± 54 |
| | | | BL | 90 ± 7 | 704 ± 112 | 412 ± 65 | 321 ± 51 |
| XII-1c | 248 | 0,306 | h-3 | 100 ± 4 | 739 ± 108 | 439 ± 64 | 342 ± 50 |
| | | | h-1 | 136 ± 5 | 984 ± 143 | 572 ± 83 | 441 ± 64 |
| | | | BL | 129 ± 16 | 936 ± 175 | 546 ± 102 | 422 ± 79 |
| XIV-4 | 256 | 0,352 | h-3 | 159 ± 5 | 854 ± 92 | 531 ± 57 | 418 ± 45 |
| | | | h-1 | 302 ± 20 | 1580 ± 193 | 955 ± 117 | 736 ± 90 |
| | | | BL | 271 ± 7 | 1422 ± 149 | 862 ± 90 | 667 ± 70 |
| XIV-2 | 260 | 0,352 | h-3 | 245 ± 9 | 866 ± 81 | 612 ± 57 | 502 ± 47 |
| | | | h-1 | 378 ± 8 | 1321 ± 117 | 918 ± 81 | 748 ± 66 |
| | | | BL | 368 ± 18 | 1287 ± 129 | 895 ± 90 | 728 ± 73 |

Tableau 3 - Paléodoses et âges obtenus à partir des signaux h-3 ($g=2.0007$), h-1 ($g=2.0057$) et Large raie (BL, $g=2.0040$) sur les échantillons de la carotte Basura Fascio 1 pour trois valeurs du facteur k : k=0,05 (Lyons & Brennan, 1991) ; k=0,17 (ce travail) ; k=0,265 (Yokoyama, comm. pers ; Bahain, 1993 ; Bahain *et al.*, 1994a).

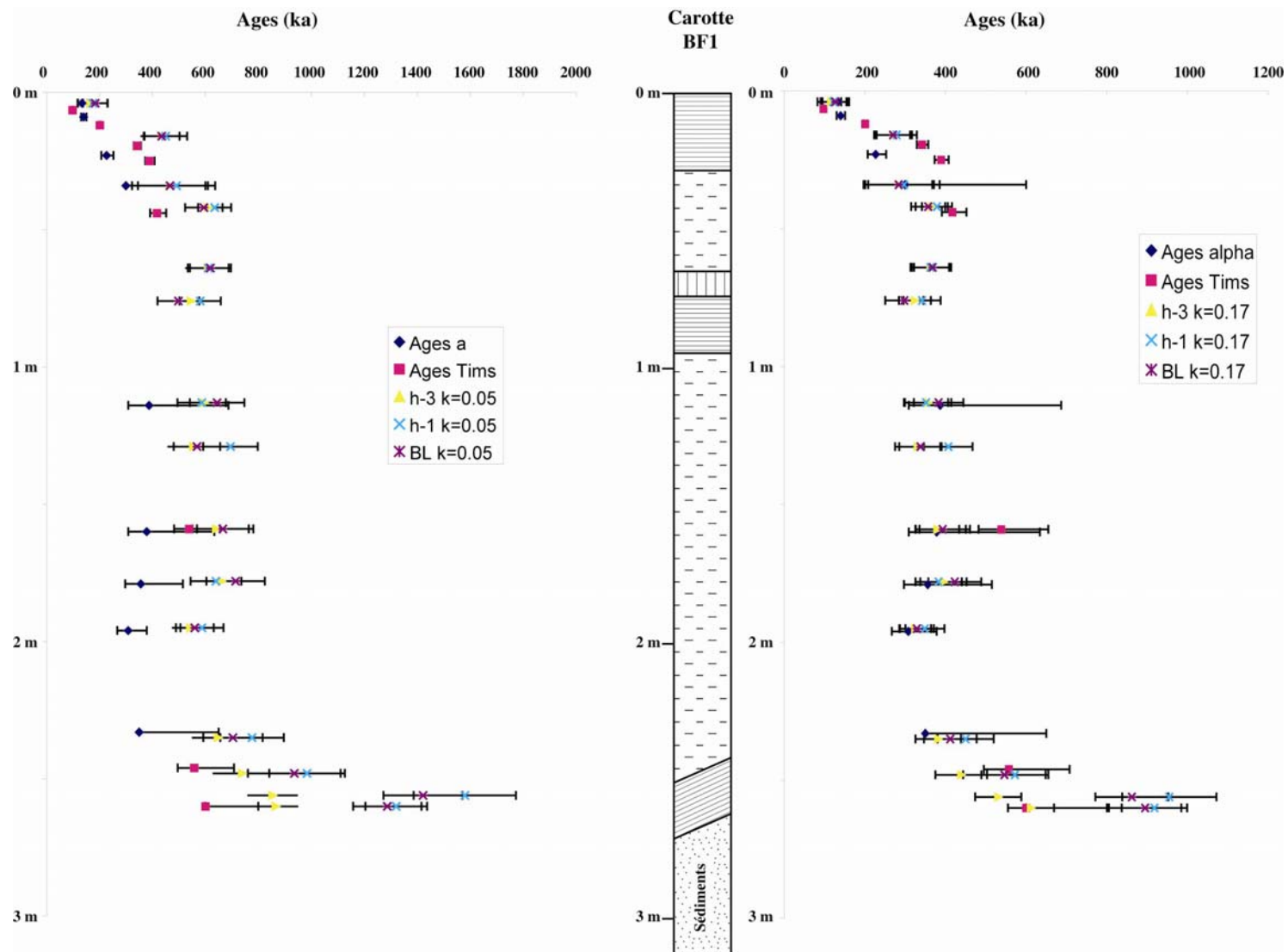


Figure 15 : Âges ESR obtenus sur la carotte BF1 de la grotta della Basura de Toirano en utilisant des valeurs de 0,05 et 0,17 pour le facteur k.

Comme parallèlement à cette étude ESR, l'essor des méthodes U-Th faisant appel à des spectromètres de masse laissaient envisager la possibilité d'obtenir des âges fiables jusqu'à 600 000 ans, nous avons abandonné l'étude par ESR des carbonates pendant une dizaine d'année. Ce n'est qu'au début des années 2000, dans le cadre de la thèse de Florence Pirouelle (Pirouelle, 2006) et des stages d'Agnese Zuccarello (Zuccarello, 2005), que l'utilisation des carbonates en tant que support d'analyses géochronologiques par ESR a été reprise.

Florence a en particulier testé un nouveau protocole de détermination de la dose équivalente à partir du signal à $g=2,0057$ proposé par Martinez *et al.* (2001) sur des échantillons de la Caverna delle Fate qu'elle a par ailleurs datés par spectrométrie alpha (Figure 16). Martinez *et al.* (2001) préconisent pour la datation de coraux un recuit à 200°C pendant trois jours jusqu'à l'obtention d'une intensité ESR plateau pour h-1, intensité dont ils proposent l'utilisation pour la détermination des paléodoses (figure 16). Malheureusement, l'utilisation de ce protocole, dont l'application, longue et fastidieuse, fut assez décevante, puisque, en ce qui concerne les échantillons de Fate, la valeur de la dose équivalente obtenue en utilisant ce protocole semble surestimée alors que l'utilisation des intensités maximales atteintes lors des recuits (à des températures variants d'un échantillon à l'autre, égale à 220°C pour l'échantillon présenté figure 16) conduit à des paléodoses du même ordre de grandeur que celles déterminées à partir de h-3 et de la large raie pour l'échantillon non recuit.

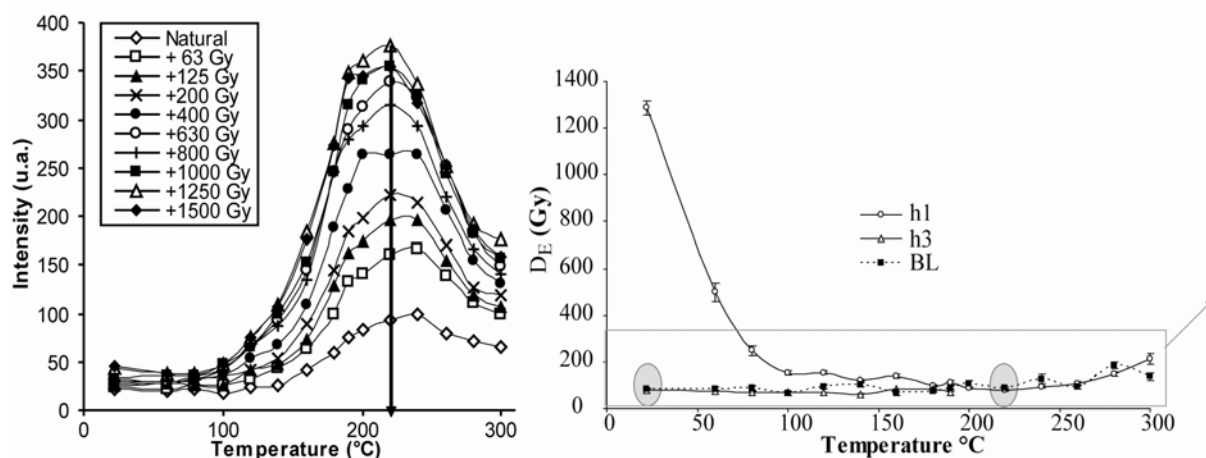


Figure 16 : Effet du traitement thermique sur l'intensité du signal à $g = 2.0057$ (h1) et sur la paléodose qui en dérive par comparaison avec celles obtenues à partir des signaux h-3 et BL (d'après Pirouelle *et al.*, 2007)

La reprise récente de l'étude des formations stalagmitiques de la Grotta della Basura dans le cadre d'un projet INSU Eclipse coordonné par Louis Rousseau (université d'Amiens) et des formations travertineuses d'Irdi (Maroc), qui se sont mis en place tout au long du Pléistocène moyen, dans celui du PPF « *Structure et évolution des écosystèmes* » coordonné par Philippe Grandcolas (MNHN) permettra, je l'espère, à travers l'analyse de ces formations exceptionnelles par leur épaisseur et leur

localisation géographique de part et d'autre de la Méditerranée, de reprendre de façon plus intense l'étude ESR des carbonates continentaux, en comparant les résultats obtenus avec ceux dérivés des études géochronologiques (U-Th par TIMS ou ICP-MS-MC et paléomagnétisme) et paléoenvironnementales (notamment études des isotopes stables et palynologie).

2 - Dents et Ossements

Ossements et dents fossiles de grands mammifères sont des vestiges fréquemment recueillis dans les gisements paléolithiques. Issus directement des couches archéologiques, ils sont contemporains des restes anthropiques, fossiles humains et industries lithiques, et leur datation permet donc d'évaluer directement les périodes d'occupation humaine. Ceci explique que ces supports aient très rapidement fait l'objet d'études ESR à des fins géochronologiques (Ikeya, 1978 ; Ikeya & Miki, 1981 ; Yokoyama *et al.*, 1981b, 1982). Les ossements, utilisés dans un premier temps comme matériau analysable par U-Th et ESR, ont été délaissés à partir de la fin des années 1980 au profit des dents et plus précisément de l'émail dentaire. Ce dernier, entièrement cristallisé, pauvre en eau et en matière organique, subit moins de modifications chimiques et structurales au cours de la fossilisation que la dentine, le ciment et les ossements, et convient donc mieux aux études géochronologiques (Grün & Schwarcz, 1987). L'émail dentaire est ainsi devenu le matériau le plus utilisé en datation ESR de sites archéologiques.

L'essentiel des recherches effectuée par Yuji et son équipe sur la bio-hydroxyapatite se sont concentrées dans un premier temps sur les ossements, essentiellement pour des raisons pratiques : les gisements paléolithiques recèlent souvent de nombreuses esquilles alors que les dents sont plus rares ; ces esquilles peuvent être de taille suffisante pour envisager de s'astreindre des doses α et β externes lors de la préparation de l'échantillon tout en récupérant une quantité de poudre suffisante pour mener à bien une analyse ESR ; de plus, les paléontologues hésitent souvent à céder pour analyses destructives des échantillons dentaires, souvent utilisés pour les déterminations spécifiques. C'est pourquoi, après sa première étude sur les ossements de la Caune de l'Arago (Yokoyama *et al.*, 1981b), Yuji a continué pendant plusieurs années à récolter des ossements provenant de sites d'âges variés fournissant ainsi l'objet d'étude des thèses d'Omar Ajaja et Hassan Masaoudi et de plusieurs mémoires de DEA.

Cependant, convaincu par la publication de Grün & Schwarcz (1987) et en France par les travaux de l'équipe de Robert Bouchez à Grenoble (Bouchez *et al.*, 1987, 1988), Yuji voulut tester dès 1988 l'utilisation des dents comme support d'analyse géochronologique. Alors que je venais de terminer mon DEA, il me confia ainsi cette étude, profitant de l'opportunité offerte par Henry de Lumley, à la demande de Carlo Peretto (université de Ferrare) de travailler sur le site d'Isernia la Pineta en Molise (Italie). Les résultats obtenus furent très inférieurs aux âges attendus, mais ils me donnèrent l'occasion

d'écrire mon premier article en anglais, en collaboration avec Yuji, Christophe et Noemia Garcia Gomes (Bahain *et al.*, 1992).

Parallèlement, profitant de l'arrivée dans le laboratoire de Michel Laurent, Yuji nous demanda à tous deux de comparer les résultats obtenus sur dents, ossements et éventuellement sédiments, sur différents sites de la moitié nord de la France, dont Piégu (Côtes d'Armor) et Biache-Saint-Vaast (Pas-de-Calais), sites étudiés respectivement par Jean-Laurent Monnier (université de Rennes 1) et Alain Tuffreau (université de Lille 1). Ces travaux de comparaison furent ensuite poursuivis par Hassan Masaoudi, puis par Véronique Michel et Hassane Saleki. Ce fut d'ailleurs dans le cadre de la thèse de ce dernier que fut réalisé le premier travail géochronologique réel sur dents uniquement, l'étude du site de La Micoque (Falguères *et al.*, 1997). Les résultats encourageants obtenus lors de cette dernière étude et les contacts très cordiaux développés lors de sa thèse par Christophe Falguères et les collègues espagnols fouillant les gisements d'Atapuerca nous permirent ensuite de travailler sur les sites paléanthropologiques de la Sima de los Huesos et de Gran Dolina. C'était pour notre laboratoire le début d'une utilisation « en routine » de la méthode ESR/U-Th appliquée à la datation d'émail dentaire, utilisation qui nous a permis au cours des dix dernières années de travailler sur de nombreux sites du Pléistocène moyen mais aussi du Pléistocène inférieur et du Pléistocène supérieur, comme nous le verrons par la suite.

a) Spectre ESR, incorporation post-mortem d'uranium et principaux modèles décrivant celle-ci

Le signal ESR de l'hydroxyapatite utilisé pour la datation de l'émail dentaire et des ossements correspond à une raie anisotrope ($g_{\perp} = 2,0018$ et $g_{\parallel} = 1,9977$) (Figure 17), formé par la superposition de plusieurs raies élémentaires, attribuées à des centres carbonatés (Jonas *et al.*, 1994 ; Callens *et al.*, 1989).

La stabilité thermique de ce signal est très grande et il semble possible de dater des échantillons dont l'âge varie de quelques milliers à plusieurs millions d'années (Schwarcz, 1985).

La datation par ESR de la bio-hydroxyapatite se heurte cependant à un problème majeur : l'incorporation d'uranium dans les tissus dentaires et osseux lors de la fossilisation.

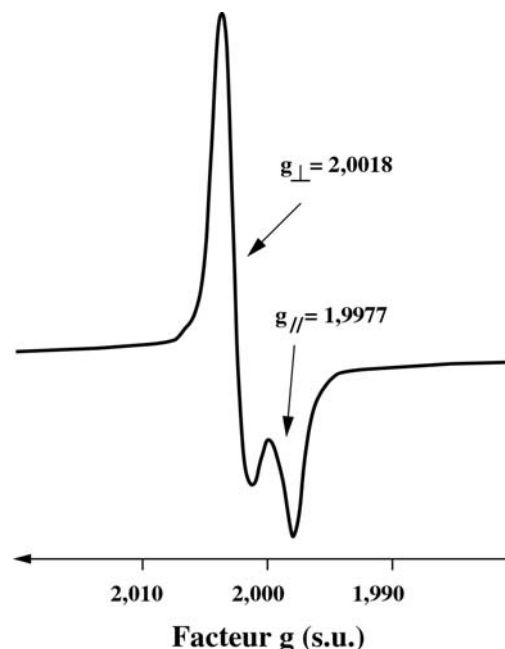


Figure 17 -Spectre ESR d'hydroxyapatite de l'émail d'une dent de cheval provenant du site de Trinchera Dolina, Atapuerca, Espagne.

Les concentrations en uranium, très faibles dans les échantillons récents (quelques ppb), peuvent atteindre dans les échantillons fossiles plusieurs centaines de ppm. Ce phénomène, qui dépend de la nature du tissu, du type de site et de l'ancienneté de l'échantillon, rend particulièrement délicate la détermination des âges ESR, fortement liée à la teneur en uranium, et il est nécessaire d'utiliser des modèles mathématiques afin de décrire l'évolution de ce paramètre au cours du temps.

Plusieurs modèles ont ainsi été proposés dans la littérature. Les principaux sont le modèle d'incorporation précoce (*early uptake (EU) model* ; Bischoff & Rosenbauer, 1981), dans lequel on suppose que tout l'uranium est incorporé dans l'échantillon dans un court laps de temps après son enfouissement, et le modèle d'incorporation linéaire (*linear uptake (LU) model* ; Ikeya, 1982), qui tient compte d'une entrée régulière et continue d'uranium dans l'échantillon. Ces deux modèles présentent l'avantage de pouvoir être utilisés de façon simple et, pendant longtemps, on a considéré que l'âge probable d'un échantillon était compris entre les âges EU et LU (Grün & Stringer, 1991). Cependant, pour certains gisements, des confrontations entre les résultats obtenus par ESR à partir de ces modèles et par d'autres méthodes géochronologiques indépendantes ont montré que des phénomènes d'incorporation tardive ou récente existaient (Blackwell *et al.*, 1992). Une autre limitation de l'application de ces deux modèles est que l'incorporation est considérée comme identique dans les différents tissus (émail, ciment et dentine) d'une même dent, ce qui est généralement en contradiction avec les données U-Th obtenues sur ces tissus.

C'est pourquoi un modèle combinant données U-Th et ESR (*Uranium-series (US) model* ; Grün *et al.*, 1988) a ensuite été proposé. Dans ce dernier, un paramètre d'incorporation d'uranium p , calculé à partir des caractéristiques radiométriques de l'échantillon (teneur en radioéléments et rapports isotopiques pour les trois tissus auxquels s'ajoutent la paléodose pour l'émail), est déterminé pour chacun des tissus dentaires. La teneur en uranium à l'instant t d'un tissu dentaire donné s'écrit alors :

$$U(t) = U_0 (t/T)^{p+1} \quad (8)$$

où U_0 est la concentration actuelle en uranium, T l'âge de l'échantillon et $U(t)$ la concentration en uranium à l'instant t . On peut remarquer que les modèles EU et LU correspondent à deux cas particuliers de cette fonction, respectivement pour des valeurs de p égales à -1 et à 0. Le domaine de définition de la fonction $U(t)$ a été limité par Grün *et al.* (1988) aux valeurs de p supérieures ou égales à -1, c'est-à-dire que ce modèle ne peut être appliqué que si l'âge ESR-EU de l'échantillon étudié est supérieur à l'âge U-Th-EU (figure 18).

Lors de ma thèse et de l'étude de dents de rhinocéros et d'éléphant provenant du site d'Isernia la Pineta (Molise, Italie), récemment daté par $^{39}\text{Ar} / ^{40}\text{Ar}$ d'environ 600 ka (Coltorti *et al.*, 2005), Yuji et moi furent amenés à proposer une adaptation de ce modèle pouvant être utilisée dans le cas d'échantillons à forte teneur en uranium.

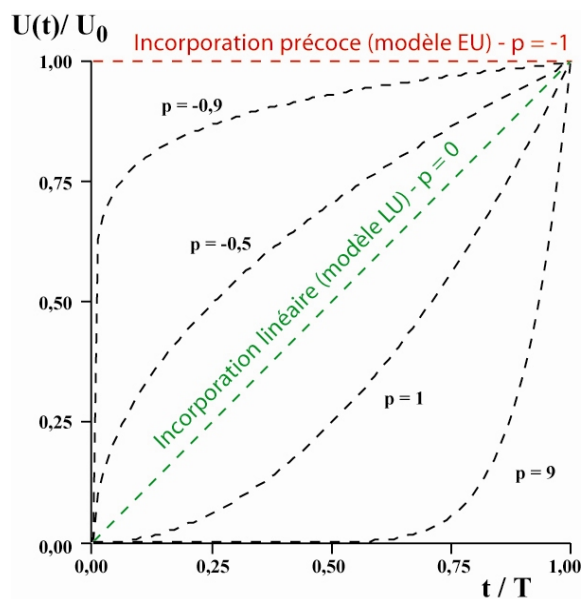


Figure 18 - Courbes d'incorporation de l'uranium obtenues pour quelques valeurs du paramètre p (d'après Grün *et al.*, 1988)

Ce modèle, appelé USIC (*Uranium-Series model with Inverse Correlation*; Bahain *et al.*, 1992, Bahain, 1993), s'appuie sur les distributions très hétérogènes d'uranium dans l'émail de proboscidiens mises en évidence par Noemia Sarcia Gomes. On considère en effet que, dans les zones riches en uranium, les noyaux de recul alpha, s'ils libèrent beaucoup d'électrons dans le solide, détruisent également beaucoup de pièges et que les signaux ESR qui en dérivent ont donc une intensité beaucoup plus faible que ceux correspondant aux zones pauvres en uranium. Cette anti-corrélation entre teneur en uranium et signal ESR revient à supposer que la contribution des rayons alpha à la création de pièges est très faible, nulle, voire même négative dans les zones endommagées par les rayons α (Ikeya, 1993). Ceci peut être transcrit mathématiquement par l'utilisation d'un facteur k égal à 0 (Bahain *et al.*, 1992). Toutefois, j'ai rapidement abandonné l'utilisation de ce modèle pour les dents après avoir jugée celle-ci injustifiée au vu des faibles teneurs en uranium généralement observées dans les émail de la plupart des échantillons analysés (Bahain *et al.*, 1993).

b) Limites pratiques d'utilisation du modèle US

Lorsque le modèle US peut être appliqué, l'âge calculé respecte l'ensemble des données analytiques obtenues à partir des deux méthodes, en particulier pour l'U-Th les rapports isotopiques $^{234}\text{U}/^{238}\text{U}$ et $^{230}\text{Th}/^{234}\text{U}$ et, pour la ESR, la paléodosimétrie. Il est ainsi compatible avec les résultats analytiques obtenus à partir des deux méthodes et l'âge obtenu est bien un âge ESR/U-Th. Un autre de ces avantages (et non le moindre) est qu'un seul et unique âge est alors fourni par dent et non plus une liste d'âges EU, LU ou autre, parmi lesquels il était tentant de faire son choix sans autre critère de validation que l'âge que l'on pensait qu'avait le site !

Si l'âge ESR (EU) de l'échantillon étudié est inférieur à l'âge U-Th (EU), et bien que la possibilité d'une diminution de la teneur en uranium au cours de l'histoire géologique de l'échantillon (on parle de lessivage) ait déjà été signalée pour des ossements dans la littérature (Williams & Marlow, 1987), l'introduction dans l'équation (8) de deux inconnues supplémentaires (la teneur maximale d'uranium incorporée par l'échantillon et le temps T_{max} où elle a été atteinte) interdit toute modélisation. Toutefois, il est relativement fréquent que l'âge ESR (EU) de l'émail soit inférieur à l'âge U-Th (EU) de l'un des tissus d'une même dent. Dans ce cas-là, il est possible de calculer un âge en bloquant le facteur p à -1 pour les tissus dont les caractéristiques isotopiques ne respectent pas les critères d'applicabilité du modèle US, comme nous l'avons proposé, Christophe et moi, lors de l'étude du site de La Micoque (Falguères *et al.*, 1997).

Dans le cas où l'ensemble des paramètres isotopiques de l'échantillon conduit pour chaque tissu à bloquer le facteur p , c'est-à-dire dans le cas où l'âge ESR (EU) obtenu pour l'émail est inférieur à l'âge U-Th (EU) déterminé pour chaque tissu, Je considère que l'âge ESR (EU) est alors le seul âge ESR dont la calcul est possible et se justifie. Je pense personnellement que l'âge ESR (EU) représente dans ce cas là un âge maximum pour l'échantillon considéré. J'ai pu observé ce type de comportement sur des échantillons provenant de plusieurs sites pléistocène moyen ou supérieur en contexte loessique ou fluvatile, comme Dali, Savy ou Biache-Saint-Vaast, mais aussi, de façon plus inattendue, sur des gisements du Pléistocène inférieur tels que Yunxian ou Dmanisi. Dans ce dernier cas, ceci est dû à des rapports $^{230}\text{Th}/^{234}\text{U}$ parfois très supérieur à 1 alors qu'ils devraient se rapprocher de cette valeur.

Les facteurs p positifs ($p > 0$) indiquent quand à eux des incorporations tardives ou récentes d'uranium. Dans ce cas là, l'âge ESR peut être considérablement plus grand que l'âge U-Th (EU) et la prise en compte de la cinétique d'incorporation de l'uranium dans les différents tissus dentaires a une influence non négligeable sur la valeur de la dose annuelle interne, même si la teneur en uranium actuelle de ces échantillons est importante. Une mise en évidence très claire de tels enrichissements tardifs en uranium fut présentée sur des échantillons provenant de l'abri Bourgeois-Delaunay à la Chaise-de-Vouthon, échantillons dont l'âge réel pouvait être contrôlé par la présence sus- et sous-jacente de planchers stalagmitiques, eux-mêmes datés par U-Th (Blackwell *et al.*, 1992). Cette mise en évidence avait d'ailleurs conduit les auteurs à proposer un autre modèle « fixiste », le modèle d'incorporation récente (recent uptake (RU) model ; Blackwell *et al.*, 1992), dans lequel le facteur p des différents tissus est fixé égal à 1. Là encore, ce modèle présente à mon sens l'inconvénient de proposer une incorporation de même type pour les différents tissus d'une même dent et je préfère ne pas l'utiliser.

Récemment, l'étude que nous avons mené, Christophe et moi sur des échantillons d'Ambrona, site acheuléen majeur d'Espagne, a permis de mettre en évidence de telles incorporations d'uranium récentes, voire tardives (Falguères *et al.*, 2006, 2007). Sur ce site fluvio-lacustre à faune d'âge pléistocène moyen, les tissus des échantillons provenant des couches inférieures du gisement présentent des teneurs en uranium une fois et demie à huit fois plus élevées que celles des échantillons

provenant des couches supérieures. Ils présentent par ailleurs des âges U-Th « apparents » de quelques milliers d'années seulement contre plusieurs centaines de milliers d'années pour les échantillons prélevés dans les couches supérieures (figure 19).

Comme les doses équivalentes obtenues pour les échantillons des niveaux inférieurs sont assez grandes (environ 200 Gy), bien qu'environ trois fois plus petites que celles obtenues pour les échantillons supérieurs, les âges obtenus sont du même ordre de grandeur, compris entre 280 et 360 ka. Par contre, les deux groupes d'échantillons sont aisément différenciables par les valeurs de leur facteur p (figure 19).

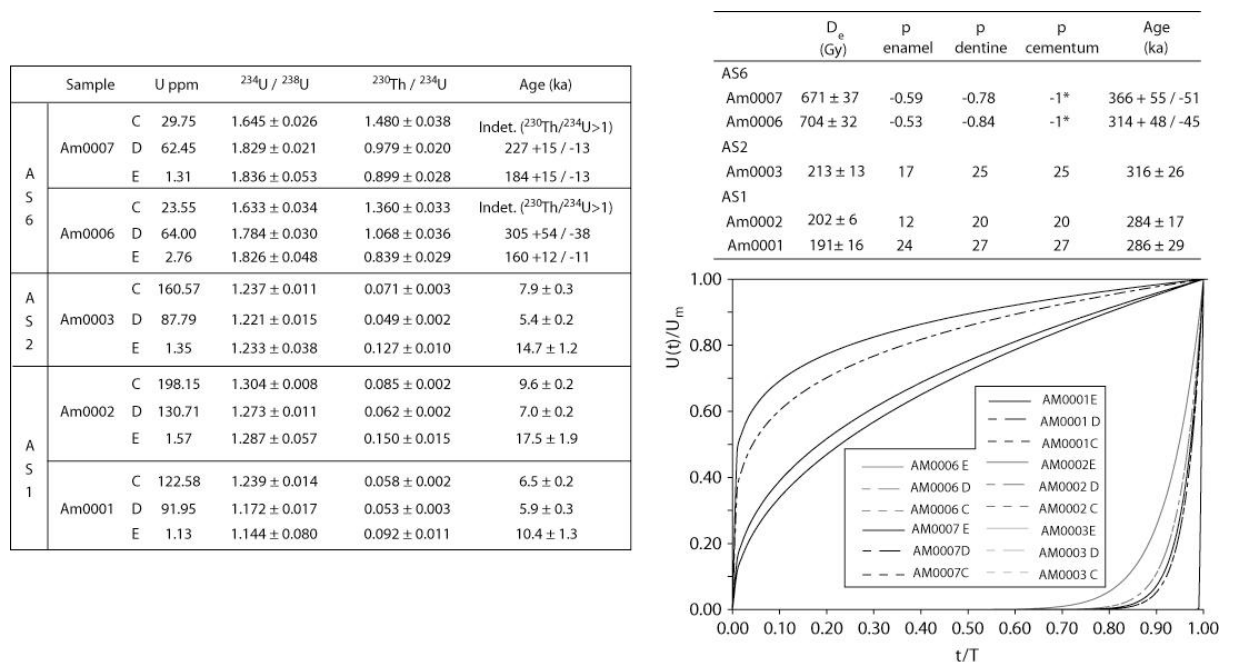


Figure 19 - Données U-Th et ESR obtenues pour les échantillons du site d'Ambrona (Soria, Espagne) (Falguères *et al.*, 2006, 2007)

c) Est-il possible de dater des ossements par ESR?

Comme cela l'a déjà été évoqué précédemment, la datation par ESR d'ossement a été pratiquement abandonnée après la publication de Grün & Schwarcz (1987) en raison de la pertinence des objections que cette dernière soulevait. Toutefois, comme nous avons à notre disposition au Muséum des ossements provenant de sites d'âges variés, pour lesquels nous avons également dans la plupart des cas échantillonné également dents ou carbonates, nous avons poursuivi nos analyses sur ce type de support, en particulier dans le cadre des thèses d'Omar Ajaja et Hassan Masaoudi.

Les ossements présentent des teneurs en uranium souvent très importantes qui entraînent des débits de dose interne considérables et généralement des âges ESR très sous-estimés par rapport aux âges

attendus. En raison de ces fortes teneurs en uranium, le modèle USIC a été systématiquement appliqué pour les âges ESR/U-Th des ossements.

La figure 20 et le tableau 4 présente les résultats moyens obtenus sur divers sites du Pléistocène moyen et supérieur en utilisant des ossements (modèle USIC) et des dents (modèle US) (moyenne quadratique pondérée et moyenne arithmétique).

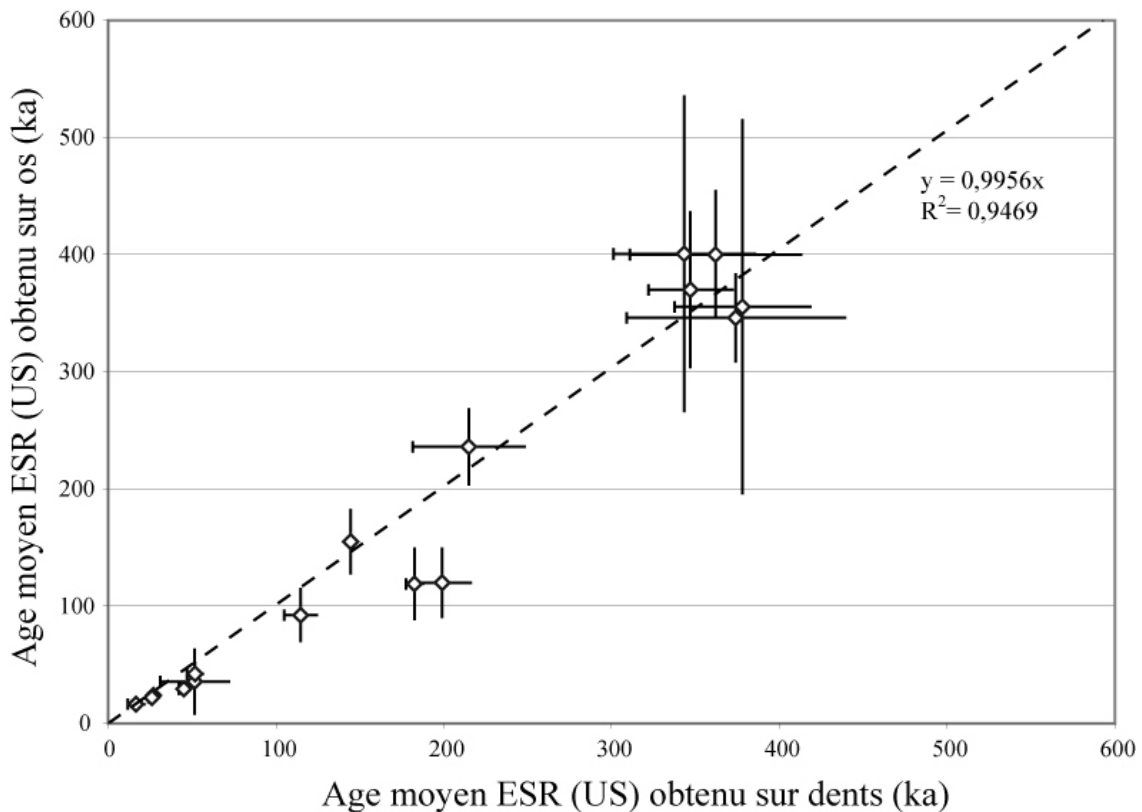


Figure 20 – Comparaison des âges moyens obtenus sur dents (modèle US) et ossements (modèle USIC) provenant de différents sites du Pléistocène moyen et supérieur (moyenne arithmétique)

On peut voir que ces résultats sont en relatif accord, mais que la dispersion des âges obtenus sur ossement est bien plus grande que celle observée pour les dents. La reproductibilité des résultats obtenus pour un même niveau archéologique est ainsi bien meilleure sur les dents, les âges obtenus pour les ossements pouvant parfois varier du simple au double. A ce titre, l'utilisation des ossements comme supports possibles d'analyses combinées ESR/U-Th me paraît trop aléatoire pour être tentée sans un contrôle strict par le biais d'autres méthodes ou d'autres supports. Toutefois, dans le cas où seuls des ossements ont disponibles, elles peut permettre de fournir des points de repère géochronologiques, à la condition toutefois de s'assurer de la reproductibilité des résultats.

| Site | Couche | Age ESR (US) (moyenne arithmétique) obtenu sur dents (ka) | Age ESR (US) (moyenne arithmétique) obtenu sur ossement (ka) | Age ESR (US) (moyenne quadratique pondérée) obtenu sur dents (ka) | Age ESR (US) (moyenne quadratique pondérée) obtenu sur ossement (ka) |
|----------|------------|---|--|---|--|
| Arbreda | Gravettien | 17 ± 5 | 16 ± 2 | 16 ± 1 | 16 ± 1 |
| Savy | c. 8 | 27 ± 1 | 24 ± 3 | 27 ± 1 | 24 ± 3 |
| Fumane | A2 | 52 ± 21 | 36 ± 27 | 39 ± 3 | 27 ± 3 |
| Fumane | A4 | 26 ± 2 | 22 ± 3 | 26 ± 2 | 22 ± 3 |
| Fumane | A11 | 45 ± 3 | 29 ± 5 | 45 ± 3 | 28 ± 3 |
| Beauvais | c. 6 | 52 ± 5 | 42 ± 9 | 51 ± 4 | 47 ± 2 |
| Fumane | BR11 | 115 ± 10 | 92 ± 22 | 110 ± 7 | 88 ± 9 |
| Fumane | BR12 | 199 ± 17 | 120 ± 29 | 199 ± 17 | 120 ± 29 |
| Fumane | S9 | 183 ± 5 | 119 ± 30 | 183 ± 12 | 119 ± 30 |
| Payre | D | 145 ± 1 | 155 ± 27 | 144 ± 8 | 149 ± 9 |
| Biache | Ila | 215 ± 33 | 236 ± 32 | 209 ± 9 | 236 ± 32 |
| Dolina | TD10 | 378 ± 41 | 356 ± 159 | 372 ± 33 | 319 ± 42 |
| Dolina | TD11 | 343 ± 42 | 401 ± 134 | 337 ± 29 | 296 ± 27 |
| Orgnac | c. 5 | 374 ± 65 | 346 ± 37 | 346 ± 37 | 379 ± 45 |
| Orgnac | c. 6 | 362 ± 51 | 400 ± 54 | 362 ± 51 | 400 ± 54 |
| Orgnac | c. 7 | 347 ± 25 | 370 ± 66 | 347 ± 25 | 370 ± 66 |

Tableau 4 – âges moyens obtenus sur dents et ossements provenant de divers sites paléolithiques du Pléistocène moyen et supérieur (âges recalculés à partir des données d’Ajaja (1994), Masaoudi (1995), Michel *et al.* (1999), Tissoux (2004) et Gruppioni (2004) et de données non publiées)

3 - Les quartz extraits de sédiments

Matériau ubiquiste s’il en est, le quartz présente un intérêt géochronologique évident. Qu’il s’agisse de galets ayant servi à la construction d’un foyer aménagé ou d’éclats taillés par les préhistoriques et exposés à un feu, de grains issus de sédiments d’origine fluviale, marine ou éolienne et soumis au cours de la phase de transport ayant précédé le dépôt sédimentaire à l’action des rayons solaires ou de grains provenant de zones de friction tectonique ou de sédiments cuits par une lave, les possibilités d’études sont multiples et expliquent que ce matériau ait fait l’objet de nombreuses études depuis les années 1970. Celles-ci ont dans un premier temps porté sur la caractérisation des principaux centres paramagnétiques, puis sur les applications géochronologiques.

a) Les centres paramagnétiques du quartz

La structure cristallographique du quartz, stable et bien définie, est organisée en tétraèdres SiO₄. Elle a fait l’objet de nombreuses études, notamment par ESR, et différents centres paramagnétiques, bien connus, ont été décrits (McMorris, 1970 ; Weil, 1984). On peut séparer ces derniers en deux grandes classes, les centres liés à une vacance d’atome dans le réseau cristallin (centres E’, OHC et “ de

dommage”) et ceux dus à une substitution d'atome, impuretés ou interstitiels, dans le réseau cristallin (centres aluminium, titane, germanium, fer).

Plusieurs de ces centres ont un intérêt géochronologique, principalement les centres aluminium, titane et E'.

- Les centres *E'* correspondent à des défauts associés à des vacances d'oxygène et formés par la présence d'un électron non apparié entre deux atomes de silicium (Feigl *et al.*, 1974 ; Griscom & Fowler, 1980). Ce centre, thermiquement stable, est utilisé pour des études géochronologiques, bien que son intensité ESR décroisse généralement après une irradiation gamma, ce qui semble indiquer que *E'* est déjà saturé dans les échantillons naturels de sédiments et que, par conséquent, il est inapproprié pour les datations (Yokoyama *et al.*, 1985b). Ce signal est par contre un bon marqueur de la chauffe des échantillons (Falgüères *et al.*, 1994).
- Le centre *aluminium* est attribué à un ion $[AlO_4]^0$ dans lequel un déficit en électron est créé par irradiation gamma ou X sur l'atome d'oxygène le plus proche de l'aluminium (Weil, 1984). Ce centre “trou”, caractérisé par une structure hyperfine, présente trois composantes principales à $g = 2,0602$, $g = 2,0085$ et $g = 2,0019$ (McMorris, 1970) (Figure 22). Sa sensibilité à l'irradiation et sa présence en nombre détectable dans la plupart des quartz font de ce centre un bon candidat à la datation.

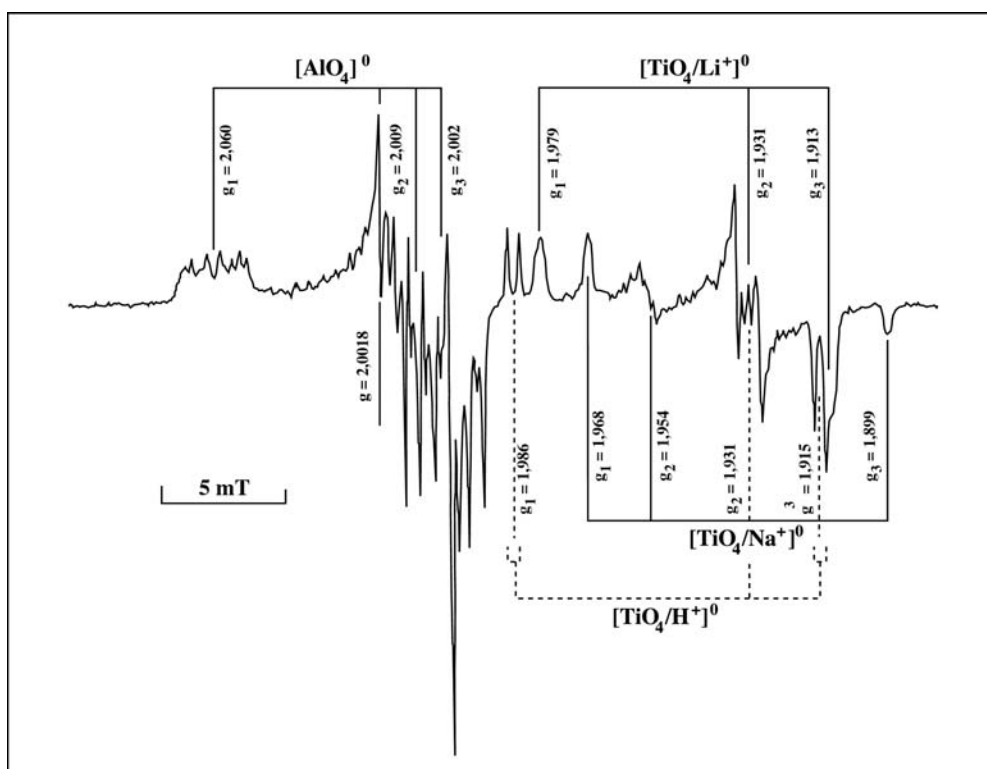


Figure 21 – Spectres ESR de centres aluminium et titane observés dans le quartz à la température de l'azote liquide (77K) (Toyoda *et al.*, 2000)

- Les centres *titane* correspondent à des ions $[\text{TiO}_4]^0$ associés à un cation (Li^+ et/ou Na^+ et H^+) (Wright *et al.*, 1963 ; Weil, 1984 ; Toyoda, 1992) (Figure 21). Caractérisé par trois composantes principales, ce centre, qui disparaît vers 300°C, peut être utilisé en géochronologie, mais une saturation rapide limite son utilisation à des échantillons possédant une paléodose relativement faible.

b) Datation de quartz chauffés et de quartz de faille

Le centre aluminium du quartz disparaît totalement lors d'une chauffe à une température d'environ 300 °C, puis réapparaît après irradiation (Falguères *et al.*, 1994). Ce phénomène a été utilisé pour dater des sédiments cuits par des laves et des éclats ou galets de quartz ou de silex chauffés par les préhistoriques, et ce d'autant plus facilement qu'il est possible d'appréhender la température initiale de chauffe de l'échantillon considéré en observant le centre E'. L'absence de ce dernier dans un quartz indique en effet que le quartz a subi un chauffage à une température d'au moins 500 °C et donc que la disparition du centres aluminium a été totale (Falguères *et al.*, 1994). Dans les silex, la présence relativement fréquente de radicaux organiques venant se superposer au signal du centre aluminium limite l'utilisation géochronologique de ce type de support en ESR, bien que plusieurs articles de datation aient été publiés. Des datations de quartz chauffés provenant soit de sédiments cuits pas des laves, soit de foyers paléolithiques, ont également été tentées, avec plus ou moins de succès (Yokoyama *et al.*, 1986 ; De Goër De Herve *et al.*, 1993 ; Monnier *et al.*, 1994). C'est ainsi que sur le site paléolithique ancien de Menez Dregan, les âges obtenus par Michel Laurent par ESR, qui semblent en accord avec la stratigraphie, sont environ deux fois plus grands que ceux déterminés par TL (Miallier *et al.*, 2001 ; Mercier *et al.*, 2004). Il est donc nécessaire de poursuivre les études sur ce type de support, si possible en travaillant par TL et ESR sur les mêmes échantillons pour limiter la comparaison aux valeurs de doses équivalentes.

Par ailleurs, la pression et la chaleur liées aux mouvements occasionnés par le jeu des failles peuvent vider les pièges des grains de quartz et, en remettant à zéro leur horloge ESR, permettre ainsi leur datation (Ikeya *et al.*, 1982 ; Miki & Ikeya, 1982). Plusieurs études géochronologiques ont donc été réalisées, en utilisant divers centres ESR, principalement les centres aluminium, germanium, E' et OHC, mais notre laboratoire n'a jamais travaillé sur ce type d'échantillon.

c) Datation de sédiments blanchis par la lumière solaire

L'application de la méthode ESR à la datation de quartz blanchis optiquement a débuté dans notre laboratoire dans le cadre de la thèse de Christophe Falguères qui appliqua la méthode sur des sables d'origine éolienne et marine (Yokoyama *et al.*, 1985b, ; Falguères, 1986 ; Falguères *et al.*, 1988b). Ce travail fut poursuivi par Michel Laurent qui initia l'étude de systèmes géologiques à contrôle chronostratigraphique, comme le système de terrasses de la vallée de la Somme (Laurent, 1993 ;

Laurent *et al.*, 1994, 1998), ou les formations littorales d'Emilie-Romagne en Italie (Gagnepain *et al.*, 1998), en relation avec des données obtenues par ESR/U-Th combinées, paléomagnétisme et méthodes paléoenvironnementales, permettant d'élaborer des cadres chronostratigraphiques régionaux (voir aussi Peretto *et al.*, 1998 ; Antoine *et al.*, 2003 ; Bahain *et al.*, 2007a). Depuis 1997, Pierre Voinchet a appliqué la méthode de façon systématique sur plusieurs systèmes fluviaux du nord de la France, notamment ceux du Loir (Despriée *et al.*, 2003), de la Creuse (Despriée *et al.*, 2004), de l'Yonne (Chaussé *et al.*, 2004) et du Cher (Despriée *et al.*, 2007).

Lors de la datation de quartz extraits de sédiments fluviaux, ce n'est pas la formation du minéral ou un événement brutal, tel qu'une chauffe ou une pression brutale, que l'on cherche à dater, mais l'exposition des grains de quartz à la lumière solaire au cours de la phase de transport ayant précédé la sédimentation. Cette exposition entraîne en effet un blanchiment des centres aluminium et titane du quartz, c'est-à-dire une diminution de l'intensité ESR de ceux-ci, mais, si le blanchiment optique du centre titane est complet, ce blanchiment n'est que partiel pour le centre aluminium et varie d'un échantillon à l'autre. De ce fait, sous l'action de la lumière, l'intensité ESR du centre aluminium décroît jusqu'à une valeur plateau qui correspond aux électrons présents dans ces pièges et qu'il n'est pas possible de libérer avec si peu d'énergie. La "dose résiduelle" correspondant à cette valeur plateau doit donc être soustraite à la dose totale pour obtenir la dose reçue par l'échantillon depuis son dépôt et son enfouissement (dose archéologique), dose qui sera celle utilisée dans le calcul de l'âge de l'échantillon (Yokoyama *et al.*, 1985b ; Laurent *et al.*, 1998 ; Voinchet *et al.*, 2004).

Il est donc nécessaire, pour chaque échantillon, de déterminer l'intensité ESR "résiduelle", correspondant au blanchiment maximal de celui-ci vis à vis des rayons solaires. L'étude de courbes de blanchiment montrant la cinétique de décroissance de l'intensité ESR en fonction du temps d'exposition à la lumière de sédiments fossiles a permis de proposer des descriptions mathématiques de la décroissance du signal ESR du centre aluminium (Walther & Zilles, 1994 ; Toyoda *et al.*, 2000 ; Voinchet *et al.*, 2003). En pratique, cette décroissance peut s'exprimer sous la forme d'une fonction mathématique comprenant deux exponentielles et le blanchiment maximal est obtenu après une exposition à la lumière naturelle d'environ six mois (figure 22a) (Voinchet, 2002 ; Voinchet *et al.*, 2003).

Cette période peut sembler trop longue pour que le blanchiment maximal puisse être atteint dans des conditions de transport et de dépôt naturel, mais l'exposition à la lumière artificielle d'un sédiment actuel (figure 22b) (Voinchet *et al.*, 2003) et l'étude du blanchiment d'échantillons actuels le long de la Creuse depuis sa source jusqu'à 170 km de celle-ci (Voinchet *et al.*, 2007), ont permis de montrer que le blanchiment maximal semble être atteint dans des conditions de transport et de dépôt naturel même pour une faible distance de transport, validant l'emploi de la méthode ESR pour la datation des sédiments fluviaux.

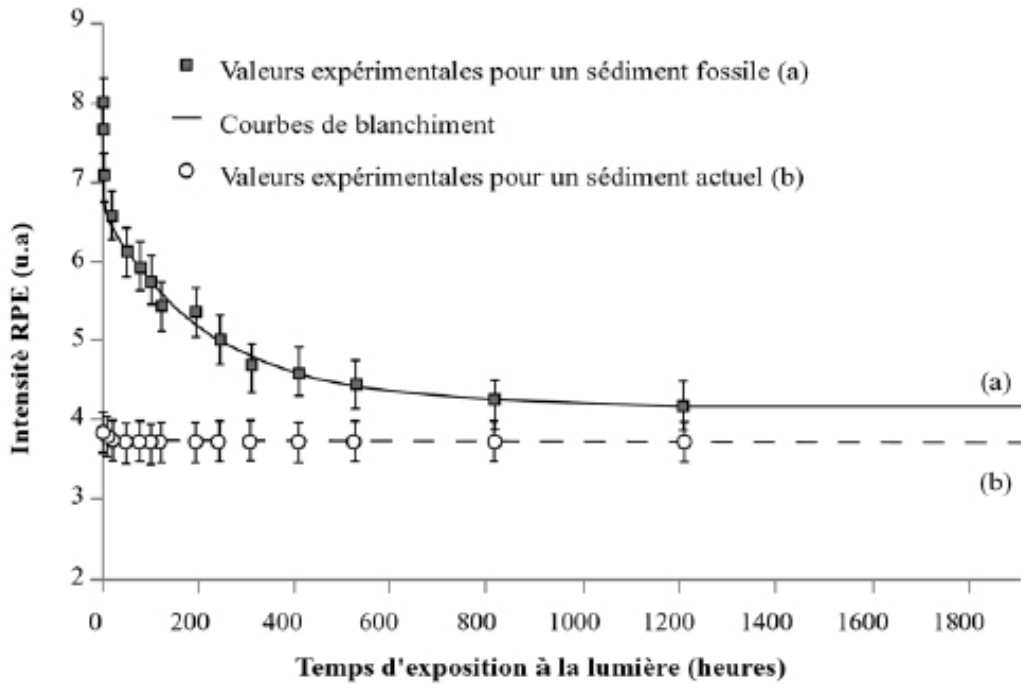


Figure 22 – Décroissance de l'intensité du centre aluminium de quartz actuels et fossiles en fonction de leur exposition aux rayons d'une lampe UV (Voinchet *et al.*, 2003, 2004)

Le blanchiment maximal, obtenu après une exposition d'environ 1000 heures, et le pourcentage de blanchiment est déterminé en utilisant la formule suivante

$$\text{Bl. (\%)} = (I_{\text{nat}} - I_{\text{bl}}) / I_{\text{nat}} \quad (9)$$

où I_{nat} et I_{bl} correspondent respectivement aux intensités ESR de l'échantillon géologique naturel et de l'échantillon totalement blanchi.

La dose réelle de radiation reçue par l'échantillon après son exposition à la lumière solaire, la dose archéologique D_A est alors obtenue à partir de la courbe de croissance du signal considéré à des doses de radiation croissantes en tenant compte de cette intensité ESR résiduelle (Figure 23).

Depuis quelques années, Hélène Tissoux, dans le cadre d'un post doctorat effectué dans le laboratoire de Shin Toyoda à Okayama (Tissoux *et al.*, 2007) et Florence Pirouelle dans le cadre de sa thèse (Pirouelle, 2006) ont étudié le comportement des centres titane du quartz en vue d'une utilisation de ce centre pour dater les terrasses relativement récentes qu'il n'est pas possible de dater en utilisant le centre aluminium, pas suffisamment sensible (Voinchet, 2002). L'étude du comportement des centres titane vis-à-vis de l'insolation, de l'irradiation et de traitements thermiques (Tissoux *et al.*, 2007) laisse envisager la possibilité de les utiliser parallèlement au centre aluminium et aux méthodes de la luminescence pour dater des échantillons du Pléistocène moyen supérieur et du Pléistocène supérieur.

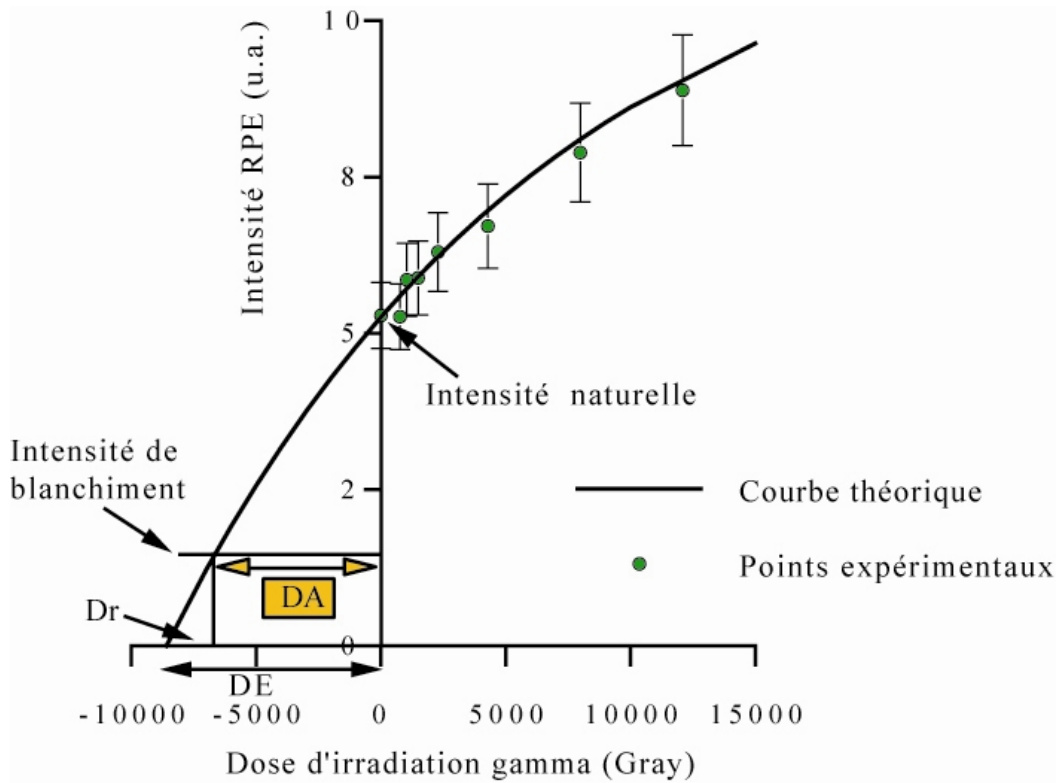


Figure 23 – Détermination de la dose archéologique D_A d'un quartz blanchi (Laurent *et al.*, 1998). D_r représente la dose résiduelle de l'échantillon qu'il n'est pas possible de blanchir et D_E est la dose équivalente totale

PARTIE III

Contribution à la chronologie des occupations paléolithiques d'Europe occidentale à travers la datation de matériaux archéologiques et géologiques

Depuis une vingtaine d'années, la méthode ESR permet donc de fournir des points de repère géochronologiques sur les formations géologiques et archéologiques pléistocènes, principalement à travers la datation de restes paléontologiques et de grains de quartz extraits des sédiments. Dans un premier temps, l'étude de systèmes géologiques ou stratigraphiques et de gisements pouvant servir de référence régionale et pour lesquels il était possible de contrôler les résultats par des données dérivant d'autres méthodes (^{14}C , TL, OSL, U-Th, $^{39}\text{Ar}/^{40}\text{Ar}$, paléomagnétisme, stratigraphie loessique, biostratigraphie) ont été privilégiés. Devant la cohérence des résultats obtenus sur des échantillons du Pléistocène moyen (voir notamment dans Falguères, 2002 ; Falguères *et al.*, 2005 a et b) ces dernières années, cette approche a permis de tester l'application de la méthode ESR à des échantillons du Pléistocène supérieur relativement récent et du Pléistocène ancien.

1 - Etablissement de cadres chronostratigraphiques régionaux à partir de l'étude des systèmes fluviaux pléistocènes

Pendant les thèses de Michel Laurent (1993) et de Pierre Voinchet (2002) et dans leur continuité, une démarche de datations systématiques des séquences fluviales étagées de différentes vallées du Bassin de Paris et des sites archéologiques qu'elles contiennent a été entreprise. La position altimétrique des nappes étudiées par rapport au fond de vallée actuel, leur contenu archéologique et paléontologique et les formations pédosédimentaires qui les recouvrent, fournissent en effet d'excellents moyens de contrôle des âges obtenus.

a) L'exemple de la vallée de la Somme

Haut lieu des recherches préhistoriques depuis les travaux de Boucher de Perthes et de Casimir Picard, puis de Victor Commont, la vallée de la Somme a joué également un rôle majeur dans l'histoire de la géologie du Quaternaire. La région d'Amiens a en particulier fait l'objet de nombreuses études archéologiques et géologiques, qui ont permis de mettre en évidence un système de dix nappes alluviales fossiles indexées de I à X et étagées entre +5 et +55 m d'altitude relative par rapport au creusement maximum de la vallée actuelle (figure 24). Plusieurs de ces terrasses ont livré des sites paléolithiques majeurs, comme Saint-Acheul, Cagny la Garenne, Cagny l'Épinette, Cagny Cimetière, Montières....

Une collaboration entreprise avec Alain Tuffreau et Pierre Antoine, d'abord dans le cadre de la thèse de Michel Laurent, puis lors du programme « PeH » du CNRS et de différentes opérations archéologiques organisées dans le cadre de fouilles programmées ou préventives, nous ont permis d'échantillonner les différents niveaux alluviaux du système pour réaliser une étude géochronologique globale de ce dernier.

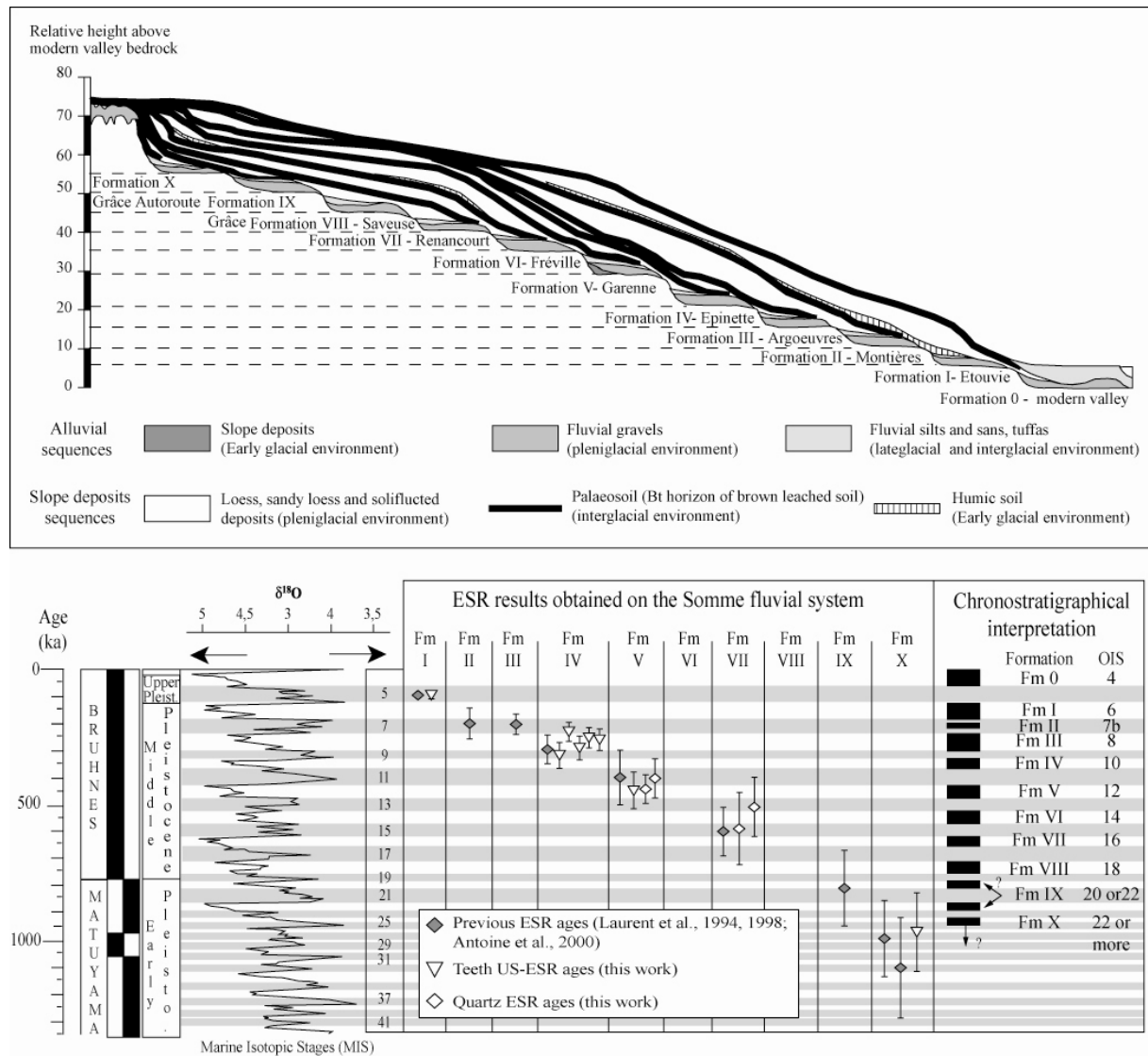


Figure 24 – Coupe transversale synthétique du système de terrasses de la Somme près d'Amiens (d'après Antoine et al., 2003) et résultats obtenus par ESR sur les différentes formations alluviales de celui-ci (Bahain et al., 2007a).

Les études détaillées du système de terrasses et des séquences de couvertures limono-loessiques qui y sont associées ont conduit Pierre Antoine à la fin des années 1980 à une première interprétation chronostratigraphique. Une première série de datations ESR sur quartz coordonnée par Michel Laurent (Laurent, 1993 ; Laurent et al., 1994, 1998), associée à quelques données U-Th, ont permis à Pierre Antoine de confirmer cette première interprétation en fournissant des points de repère chronologiques

cohérents (Antoine, 1994 ; Antoine *et al.*, 2000, 2003). Dans la Somme, chaque formation alluviale représente le bilan d'un cycle glaciaire / interglaciaire et est séparée de l'unité suivante par une incision de 5 à 6m. Ainsi, le nombre de paléosols enregistrés dans les séquences de couverture augmente avec l'âge de la formation alluviale basale.

Ces dernières années, d'importants travaux d'aménagement autoroutiers ont dégagé dans la région d'Amiens de nouveaux témoins de plusieurs de ces nappes alluviales. Leur échantillonnage et la datation de dents d'herbivores provenant de différents sites archéologiques fouillés dans le secteur ont permis de préciser cette première étude grâce à de nouvelles analyses.

Les résultats obtenus à partir des sédiments et des dents sont rapportés figure 24 (Bahain *et al.*, 2007a). La première occupation humaine attestée de ce secteur correspond aux assemblages acheuléens de la nappe VII, datée d'environ 600 ka sur un sédiment provenant de la carrière Carpentier à Abbeville. Plusieurs sites paléolithiques ont pu être datés : Saint-Sauveur (94 ± 14 ka, stade isotopique 5), Caours (122 ± 15 ka, stade isotopique 5.5, interglaciaire eemien ; Antoine *et al.*, 2006), Cagny - l'Épinette (298 ± 26 ka pour les formations fluviatiles fines, stade 9 ; 259 ± 28 ka pour la base des dépôts de couverture, stade 8), Cagny - La Garenne II (443 ± 43 ka, stade 12) et Saint Acheul (403 ± 73 ka, stade 11). Enfin, la nappe de Grâce-Autoroute, la plus haute du système de la Somme dans la région d'Amiens (formation X ; Antoine *et al.*, 2000), est datée d'environ 1 million d'années, à la fois sur sédiments et sur dents, âge confirmé par l'enregistrement sous la nappe alluviale de l'évènement magnétostratigraphique de Jaramillo (Hedley, comm. pers.).

Ainsi les âges obtenus permettent de confirmer que le système de terrasses de la région d'Amiens s'est mis en place au cours du dernier million d'années environ et que chaque formation alluviale représente bien un cycle glaciaire - interglaciaire, sauf en ce qui concerne les nappes II et III, qui correspondent probablement au MIS 7.2/7.1 et 8/7.3 respectivement.

b) Les vallées de l'Yonne et de la Seine et les gisements de Soucy et de la Celle sur Seine

Dans le cadre de sa thèse, Pierre Voinchet a pu, en collaboration avec Christine Chaussé, Vincent Lhomme et Nelly Connet, échantillonner plusieurs nappes alluviales du système de l'Yonne. Il a pu en particulier prélever des sédiments et des dents dans la formation de Soucy, située à +20 m d'altitude relative par rapport au plancher de la nappe de fond actuelle, et des sédiments dans trois autres nappes intercalées entre cette dernière et la nappe de fond, respectivement à +6 m, +10 m et +15 m (figure 25). En ce qui concerne la nappe de Soucy, quatre sédiments issus de la partie fluviatile fine de la séquence et douze dents de chevaux ont été analysés. La cohérence des résultats obtenus permet de dater la mise en place de la nappe alluviale du stade isotopique 10 et placent les différentes occupations humaines reconnues à Soucy pendant le stade 9, en accord avec les données paléoenvironnementales et géologiques. Les dates déterminées pour les terrasses intercalées entre la nappe de Soucy et la nappe de fond permettent de corréler les dépôts de la nappe de Misy (+15 m) et

de la nappe d'Evry (+10m) avec les stades 8-7.3 et 7.2-7.1. Si on utilise le modèle chronostratigraphique établi dans la vallée de la Somme, les nappes de Sens- Chambertrand (+5m) et Gron (+3 m) pourraient alors correspondre aux stades 6-5 à 4-3, ce qui semble être confirmé par les données pédosédimentaires (Chaussé *et al.*, 2004) mais on peut voir aisément les limites actuelles de la méthode utilisant le centre aluminium pour les échantillons dont l'âge est inférieur à 200 ka (Voinchet, 2002 ; Voinchet *et al.*, 2005). Ceci explique que, plus récemment, dans le cadre de la thèse de Florence Pirouelle, l'utilisation du centre titane a été tentée pour préciser l'âge de la nappe de Gron (Pirouelle, 2006). Les résultats sont pour l'instant trop dispersés pour permettre de conclure et Florence doit prochainement préparer plusieurs dents provenant des niveaux archéologiques des gisements de Gron « Fond des Blanchards » (Paléolithique moyen) et de Gron « Chemin de l'Évangile » (Aurignacien).

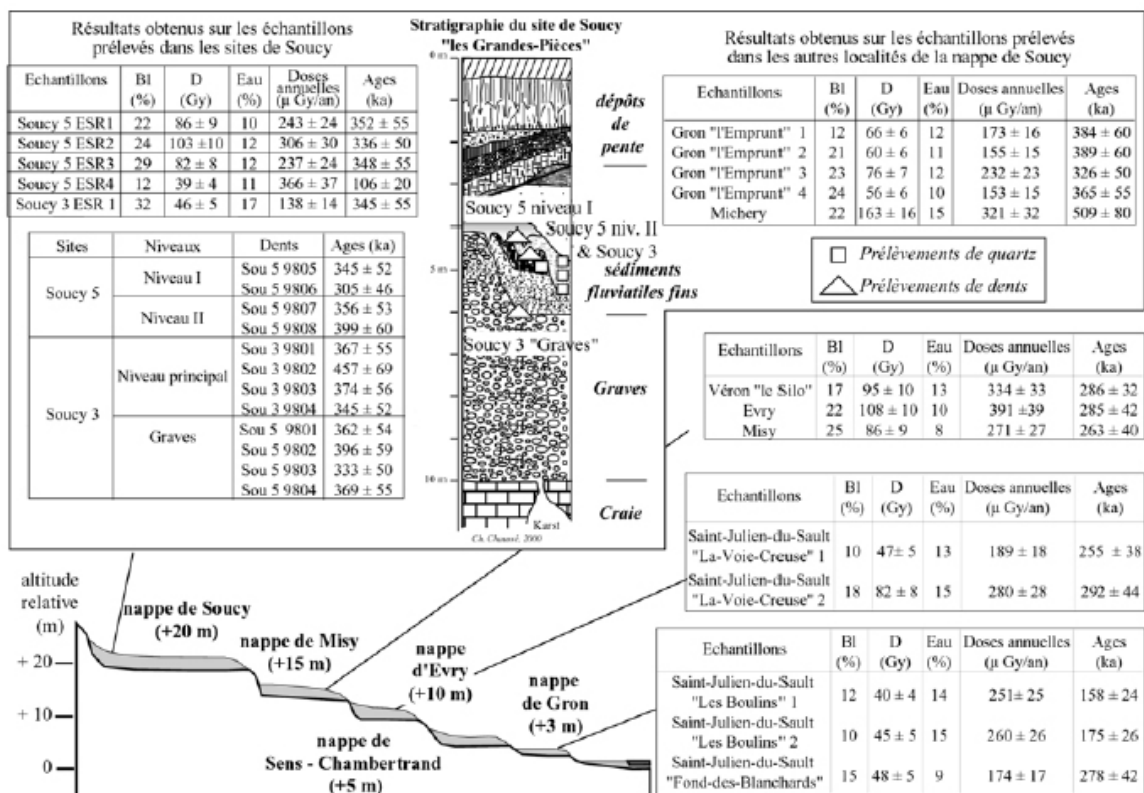


Figure 25 – Coupe transversale synthétique du système de basses terrasses de l'Yonne près de Sens (d'après Chaussé *et al.*, 2004) et résultats ESR obtenus sur les différentes formations alluviales (Voinchet *et al.*, 2005).

Non loin de la confluence Seine-Yonne, le site de La Celle sur Seine, étudié dans le cadre d'un programme « Eclipse » coordonné par Nicole Limondin-Lozouet et Pierre Antoine, a permis d'échantillonner une nappe alluviale dont la mise en place est sans doute contemporaine de celle de la nappe située altimétriquement juste au dessus de la nappe de Soucy. Une dent d'équidé provenant du site de La Celle sur Seine a été analysée par ESR/U-Th. L'âge obtenu, de 425 ± 46 ka, est en accord avec des données obtenues par U-Th (>350 ka par spectrométrie alpha et 388 +89/-48 ka et 388 + 43/-

37 ka par TIMS) sur le travertin sus-jacent et permet de dater la mise en place du niveau archéologique au cours du stade isotopique 11, en bon accord avec les différents indicateurs biologiques, notamment malacologiques (Limondin-Lozouet *et al.*, 2006)

c) Les vallées du bassin de la Loire moyenne (Creuse, Loir et Cher)

Depuis 2000, les systèmes fluviaux de plusieurs tributaires de la Loire moyenne font l'objet de prospections systématiques dans le cadre d'un programme collectif de recherches dirigé par Jackie Despriée et mené conjointement par le Ministère de la Culture (Service régional de l'Archéologie du Centre) et le Département de Préhistoire du Muséum national d'Histoire naturelle. Les principaux objectifs de ces prospections sont d'identifier et de décrire l'ensemble des nappes déposées dans les sections moyennes de chaque vallée, de préciser la situation géologique et stratigraphique des industries préhistoriques conservées dans les alluvions et de les replacer dans le cadre chronostratigraphique du Quaternaire par la datation ESR systématique des niveaux alluviaux. Cette étude géochronologique a constitué l'essentiel du travail de doctorat de Pierre Voinchet (Voinchet, 2002).

Trois vallées ont été pour l'instant particulièrement étudiées : la Creuse et le Loir, toutes deux dans le cadre de la thèse de Pierre Voinchet (Voinchet, 2002) et le Cher.

Dans la **vallée de la Creuse**, la tectonique récente et la nature du substratum ont eu un impact important sur la mise en place et la géométrie des dépôts fluviaux pléistocènes. Ces paramètres, ainsi que la rareté des vestiges de nappes fossiles, ne permettent pas de faire de corrélations longitudinales et la vallée a dû être divisée en trois secteurs distincts. De cinq à onze nappes alluviales quaternaires, étagées sur les deux versants de la vallée, ont été décrites dans ces différents secteurs où l'incision de la vallée varie entre 140 m en amont, dans le Massif central, et 60 m à l'entrée en Touraine (Despriée *et al.*, 2004). Les différentes terrasses de ces trois secteurs ont fait l'objet d'une étude ESR systématique. Les résultats obtenus indiquent que le début de l'incision de la vallée de la Creuse et les premiers dépôts datent d'environ 1,7 Ma, puis situent la mise en place de la plupart des terrasses fossiles entre 1,2 Ma et l'actuel. Le site archéologique de Pont de Lavaud, inclus dans les sédiments fluviaux de la terrasse de +90 m, a pu être daté de 1,1 Ma environ (Falguères *et al.*, 2002 ; Despriée *et al.*, 2004, 2006 ; Voinchet *et al.*, 2004, 2005).

Comme la vallée de la Creuse, la zone étudiée de la vallée du **Loir** a dû être subdivisée en deux secteurs. La datation systématique par ESR des neuf nappes alluviales reconnues dans ces deux secteurs a permis de montrer là encore que l'essentiel des nappes alluviales fossiles s'est mis en place au cours du dernier million d'années et de dater plusieurs sites archéologiques du Paléolithique inférieur et moyen qui leur sont associés (Despriée *et al.*, 2003). Les trois plus hautes nappes, attribuables au Pléistocène ancien, indiquent une surrection du Vendômois d'environ 60 m depuis cette période. Les nappes moyennes se sont mises en place entre les stades isotopiques 14 et 11, entre 500 et 400 ka. Les

nappes basses, datées entre 300 et 200 ka, se sont ensuite très largement étalées dans de grands bassins liés aux principales failles de la région. Au Pléistocène moyen, la tectonique a eu localement un fort impact sur la disposition altimétrique des nappes, rendant difficile les corrélations. Du point de vue archéologique, des industries préhistoriques sur galets ont été reconnues dans la plus haute terrasse, datée du Pléistocène ancien, et l'apparition dans cette vallée des premiers bifaces daterait ainsi d'environ 500 ka et celle du débitage Levallois d'environ 300 ka (Despriée *et al.*, 2003, 2005 ; Voinchet *et al.*, 2005, 2007).

La vallée du Cher fait depuis 2003 l'objet d'une étude du même type que les vallées précédemment citées. Deux secteurs de substrats différents ont été plus particulièrement étudiés, le *secteur Berry*, correspondant aux calcaires jurassiques de la Champagne berrichonne et le *secteur Sologne*, correspondant à des calcaires du Crétacé supérieur et aux sables burdigaliens de la Grande-Sologne. L'incision de la rivière est en règle générale peu importante, 50 m au maximum dans le « secteur Berry » et 30 m dans le « secteur Sologne ». Suivant les secteurs, entre six et neuf nappes alluviales quaternaires ont été décrites et trois d'entre elles ont été pour l'instant datées du Pléistocène inférieur et moyen. La tectonique pléistocène semble avoir joué un rôle primordial dans la géométrie des formations alluviales aujourd'hui observée (Despriée *et al.*, 2007 ; Voinchet *et al.*, 2007).

2 – Les séquences pédosédimentaires pléistocènes en contexte loessique du nord de la France

Dans le même esprit que celui présidant à l'étude des systèmes alluviaux, l'étude des sites archéologiques découverts en association avec les formations loessiques de la moitié nord de la France, initiée en collaboration avec Michel Laurent, s'est poursuivie ces dernières années sur plusieurs gisements pour lesquels l'âge pouvait être chronostratigraphiquement contrôlé, grâce aux études géologiques, paléoenvironnementales et archéologiques, menées principalement par Pierre Antoine, Patrick Auguste, Nicole Limondin-Lozouet, Jean-Luc Loch, Jean-Laurent Monnier et Alain Tuffreau .

a) les sites du Pléistocène de la fin du Pléistocène moyen et du supérieur

Dans le cadre de fouilles de sauvetage réalisées par l'INRAP, en particulier sous la direction de Jean-Luc Loch, et de travaux ponctuels de terrain sur des sites connus par la littérature et réétudiés par Pierre Antoine, un certain nombre de niveaux archéologiques, découverts dans les formations limono-lœssiques du Nord de la France et dont l'âge pouvait être contrôlé par les études pédostratigraphiques, ont pu être échantillonnés (Figure 26). C'est ainsi que Véronique Michel, en parallèle à son travail de doctorat, a été amenée à travailler sur des dents provenant des sites de Beauvais la Justice et Bettencourt Saint Ouen (Michel *et al.*, 1999, 2004). C'est également de cette façon que j'ai été amené à travailler ces dernières années sur les séquences de Savy, Ault Gentelles, Fitjames ou Pontoise. Les études menées sur les deux premiers de ces gisements permettent d'illustrer clairement cette démarche.

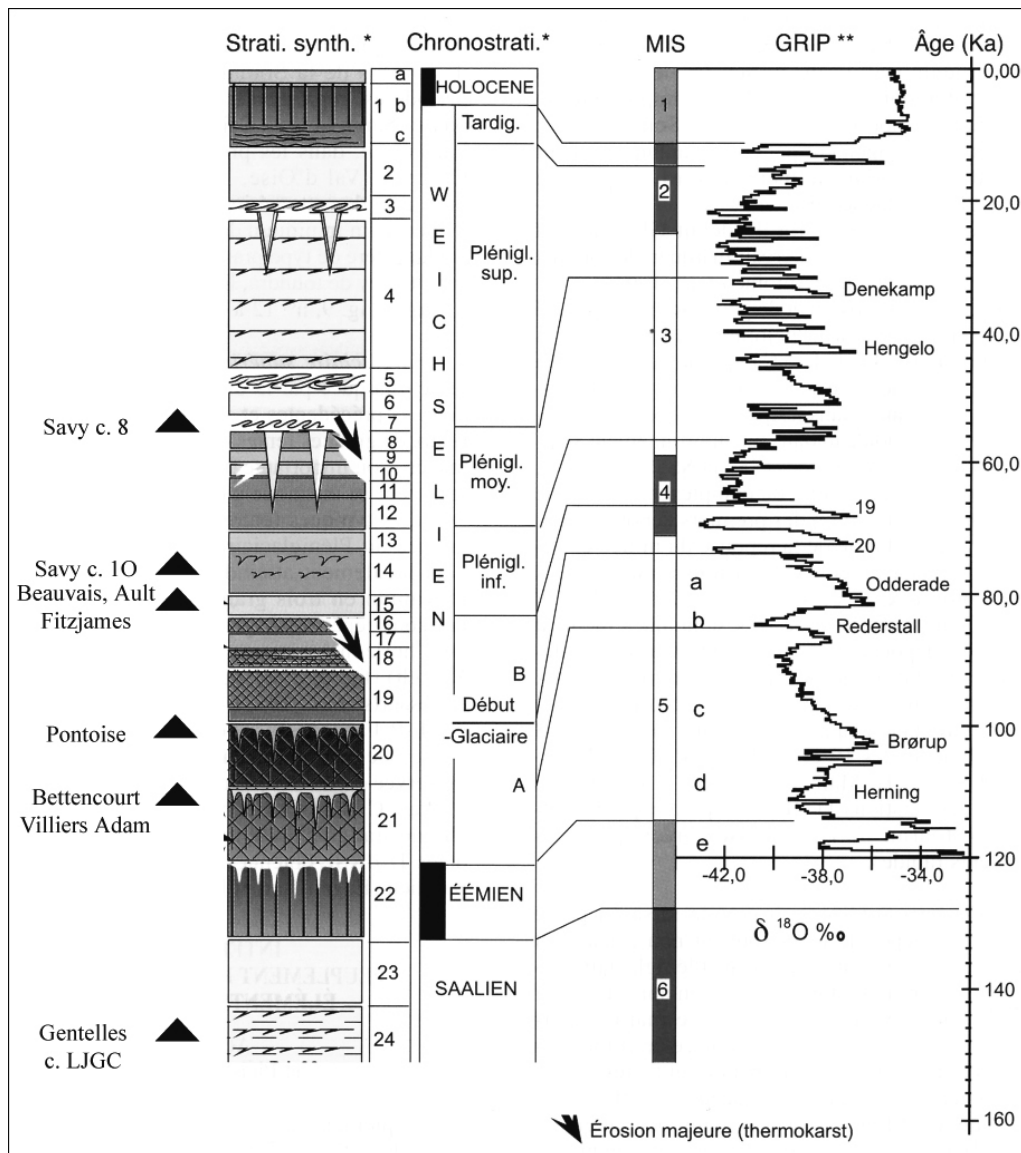


Figure 26 – Localisation stratigraphique des principales occupations paléolithiques échantillonnées dans la séquence pédo-sédimentaire du nord de la France et corrélation avec les variations du $\delta^{18}\text{O}$ du GRIP (Dansgaard *et al.*, 1993) (d'après Antoine *et al.*, 2003)

Ainsi, sur le site de Savy, des dents et un ossement provenant de deux des couches du gisement ont pu être datés par ESR/U-Th. Les âges obtenus sont extrêmement cohérents et reproductibles et des âges moyens (moyennes quadratiques pondérées) de 50 ± 3 ka et de 30 ± 2 ka ont été respectivement obtenus. Ces travaux fournissent la première datation régionale concernant le début de la mise en place de la couverture loessique du Pléniglaciaire supérieur et du réseau de grandes fentes à coins de glace sous jacent (vers 30 ka) et permettent de mettre en évidence une nouvelle occupation humaine vers la fin du Pléniglaciaire inférieur (55-50 ka) (Locht *et al.*, 2006)

Une dent de cheval provenant du site d'Ault-Ornival (Somme) a également été analysée. La position géographique particulière du site, sous l'estran et donc la plupart du temps sous l'eau, ne le rend accessible que lors des basses mers en périodes de forts coefficients de marée. La stratigraphie du

gisement, essentiellement constituée de niveaux de boues crayeuses à fragments de craies et de silex gélifractés, comprenant des lits et des lentilles de limons loessiques, a cependant pu être reconnue (Antoine & Auguste, 2002). La présence de *Mammuthus primigenius*, l'industrie paléolithique moyen et des sédiments à forte connotation glaciaire sont les principaux éléments qui ont conduit Pierre Antoine et Patrick Auguste (2002) à proposer un âge contemporain du stade isotopique 4 pour la mise en place des sédiments et des niveaux archéologiques et paléontologiques associés. L'âge obtenu, de 55 ± 9 ka, permet de confirmer cette hypothèse.

b) Biache Saint Vaast

Découvert lors de travaux effectués pour l'agrandissement d'une usine, le site paléolithique de Biache Saint Vaast a fait l'objet d'une fouille de sauvetage dirigée de 1977 à 1982 par Alain Tuffreau. Outre un abondant matériel archéologique et paléontologique, deux crânes humains y ont été découverts dans des formations alluviales fossiles de la Scarpe. Une première étude géochronologique par thermoluminescence fut réalisée par Huxtable & Aitken (1988), un âge moyen de 175 ± 13 ka étant obtenu sur six silex chauffés provenant du niveau paléanthropologique IIa.

L'étude géochronologique de Biache-Saint-Vaast a été initiée dans notre laboratoire par une mesure U-Th réalisée par spectrométrie gamma non destructive sur l'un des crânes humains (Yokoyama, 1989). Un âge U-Th de $263^{+53} / -37$ ka et un âge U-Pa supérieur à 175 ka avaient alors été obtenus (figure 27).

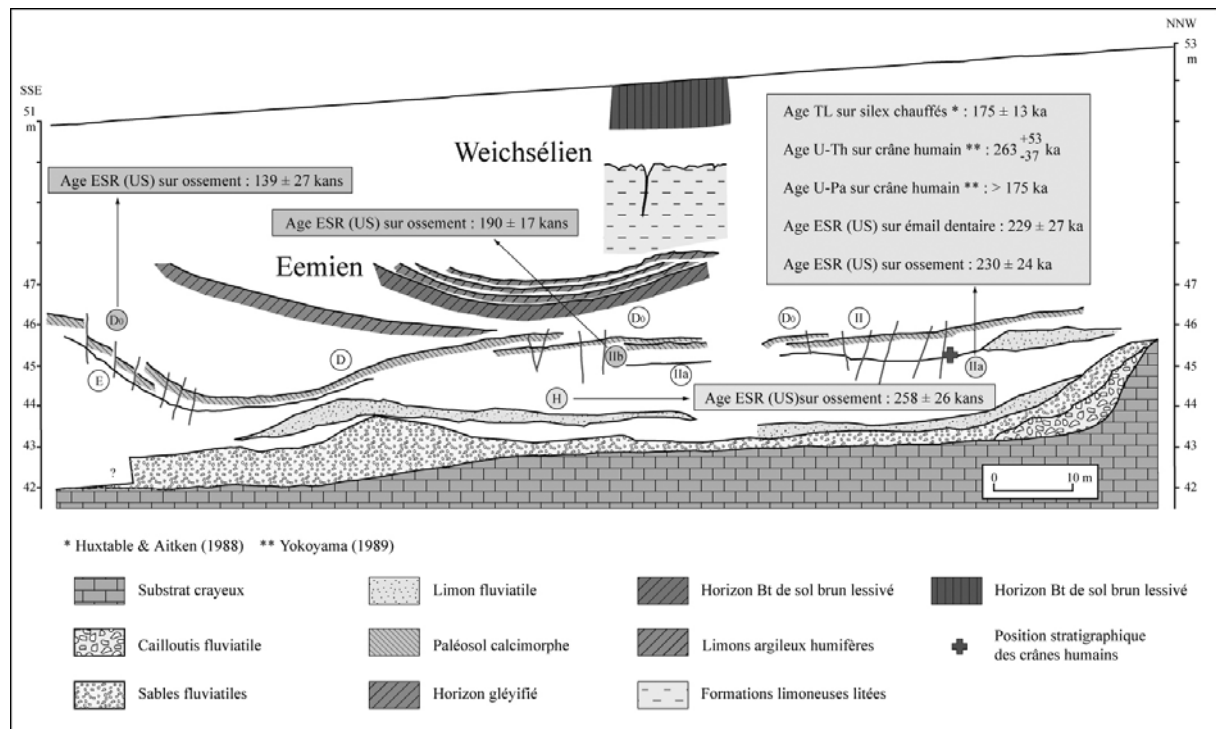


Figure 27 – Coupe synthétique du gisement pléistocène moyen de Biache-Saint-Vaast (d'après Tuffreau, 1988) et ensemble des résultats géochronologiques obtenus sur le gisement.

Grâce à de nouveaux échantillons osseux et dentaires fournis par Alain Tuffreau et Patrick Auguste, Michel Laurent et moi avons repris l'étude du gisement. Sur ce site, les âges U-Th obtenus sur la quasi-totalité des échantillons sont supérieurs aux âges ESR (EU) indiquant un probable lessivage en uranium et permettant de penser que l'âge U-Th obtenu par spectrométrie gamma pourrait être quelque peu surestimé. Malgré ce phénomène, les âges ESR (EU) obtenus sur les différents échantillons sont très reproductibles et cohérents avec la stratigraphie (figure 27). Ils permettent d'attribuer la mise en place des formations alluviales aux stades isotopiques 8 et 7.3 et de proposer un âge de l'ordre de 230 ka pour les restes humains.

c) Piégu

Le gisement paléolithique moyen de Piégu se trouve à Pléneuf-Val-André, dans la baie de Saint-Brieuc en Côtes-d'Armor. J'ai eu la chance de participer en 1987 à la fouille de sauvetage, organisée par Jean-Laurent Monnier, Bernard Hallegouet et Jean Gagnepain, de ce gisement situé en pied de falaise et en bord de mer. Sa stratigraphie, d'une quinzaine de mètres d'épaisseur, est constituée d'une alternance de niveaux de plage, d'éboulis de blocaille, de sables dunaires et de loess plus ou moins pédogénéés (figure 28) (Hallegouet *et al.*, 1993).

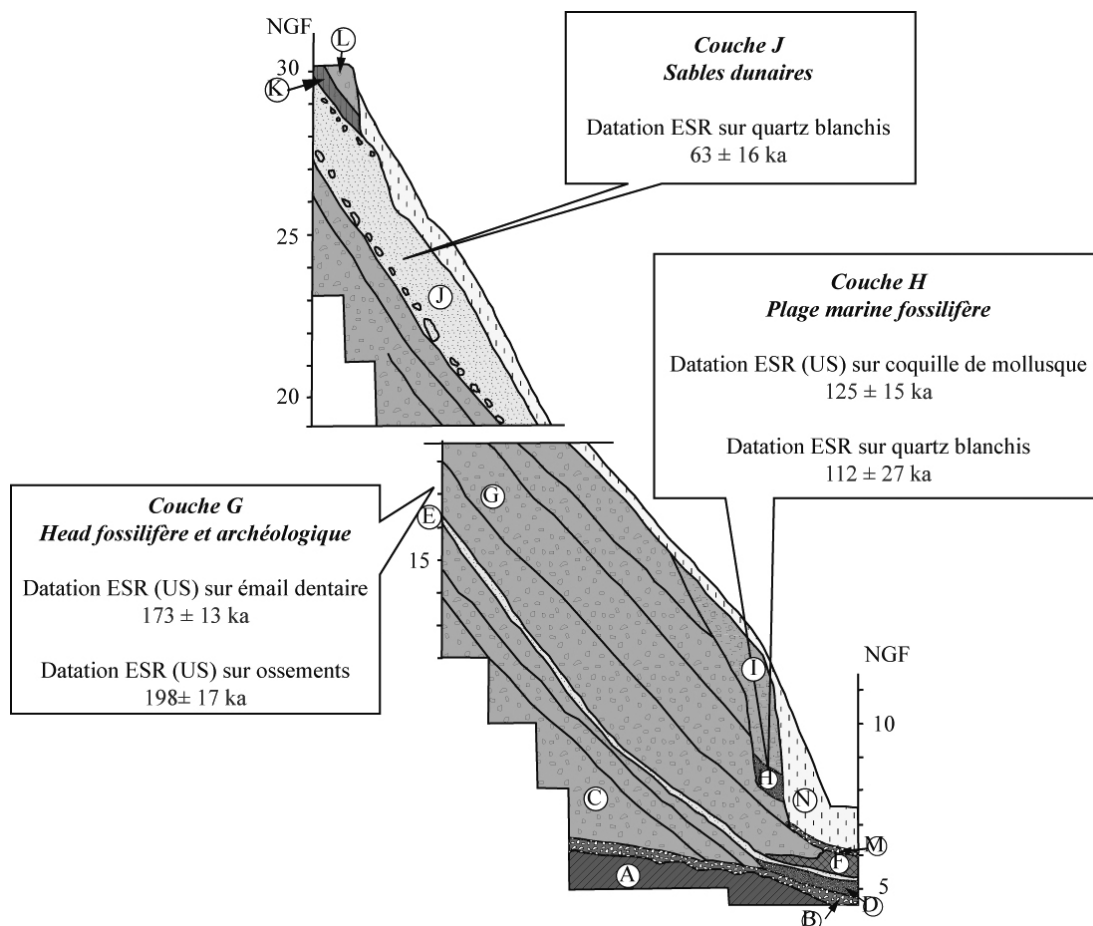


Figure 28 – Coupe synthétique du gisement paléolithique moyen de Piégu (d'après Hallegouet *et al.*, 1993) et ensemble des résultats géochronologiques obtenus par ESR et ESR/U-Th sur le gisement

Ce gisement nous a offert, à Michel Laurent et moi, la possibilité de travailler par ESR sur des échantillons de diverses natures : ossements, dents, quartz blanchis d'origine littorale (sables de plages) ou éoliennes (loess) et coquilles de mollusques (Bahain *et al.*, 1993 ; Laurent, 1993). Les résultats, présentés figure 28, permettent de placer la mise en place de l'éboulis fossilifère G, de la plage marine H et de la dune J respectivement à la fin du MIS 7 ou au début du MIS 6, au MIS 5.5 et au MIS 4. Toutefois, de nouvelles analyses sur dents sont en cours et une étude dosimétrique du gisement devrait être prochainement réalisée sur le site à l'occasion de la préparation d'une monographie afin de vérifier ces données, aujourd'hui anciennes.

3 – Peut-on dater par ESR des échantillons du Pléistocène inférieur ?

Depuis plusieurs années, l'applicabilité de la méthode à la datation d'échantillons du Pléistocène inférieur ou du début du Pléistocène moyen est testée, les travaux étant focalisés sur des gisements dont l'âge est connu avec précision grâce à des données obtenues par des méthodes de référence, paléomagnétisme, $^{39}\text{Ar}/^{40}\text{Ar}$ ou biostratigraphie (Bahain *et al.*, 2007b).

Ainsi, la datation de dents provenant de la couche paléanthropologique TD6 du site de Gran Dolina à Atapuerca, datée par paléomagnétisme de plus de 780 ka, a permis de montrer que la méthode ESR/U-Th était utilisable pour dater des restes dentaires au moins jusqu'à des âges de cet ordre (Falguères *et al.*, 1999). La datation de dents provenant de niveaux datés de 0,6 Ma et plus a donc été testée sur différents sites d'Eurasie, comme ceux d'Isernia la Pineta en Italie (0,6 Ma), de Yunxian en Chine (1,0 Ma) dans la cadre d'un programme « Aires culturelles » du CNRS obtenu par Hélène Tissoux, des gisements d'Orce en Andalousie (1,0 à 1,4 Ma) dans celui du doctorat de Mathieu Duval en cours et de Dmanisi en Géorgie (1.8 Ma) dans le cadre de la thèse de Tristan Garcia (Garcia, 2004). Par ailleurs, la datation de quartz blanchi provenant de gisements en contexte fluvial, comme ceux de Pont-de-Lavaud dans la vallée de la Creuse, au cours de la thèse de Pierre Voinchet, ou de la nappe de Grâce, dans la Somme, a été réalisée lors de l'étude des systèmes chronostratigraphiques présentés plus haut. Des gisements en contexte littoral d'Emilie Romagne en Italie ont également été étudiés en collaboration avec Michel Laurent.

Seules les résultats des études réalisées sur les sites d'Isernia, de Yunxian et d'Emilie Romagne seront présentés ci-dessous, car ces trois exemples illustrent bien les possibilités et limites de la méthode appliquée à des échantillons anciens.

a) *Isernia la Pineta (Molise, Italie)*

Découvert accidentellement lors de travaux autoroutiers en 1978, le site d'Isernia la Pineta fut longtemps considéré comme l'un des meilleurs témoignages d'une présence humaine en Europe dès le Pléistocène inférieur, à la fois sur la base des données paléontologiques, archéologiques, radiométriques et magnétostratigraphiques (Coltorti *et al.*, 1982, Peretto *et al.*, 1983). Dans les années 1990, l'antiquité du site fut remise en question d'un point de vue biostratigraphique (Roebroeks & van Kolfschoten, 1994 ; von Koenigswald & van Kolfschoten, 1996) et de nouvelles études radiométriques furent réalisées. L'aimantation de la couche archéologique principale t3a fut ainsi clairement identifiée comme normale (Gagnepain, 1996) et de nouvelles datations $^{39}\text{Ar}/^{40}\text{Ar}$ permirent de lui attribuer un âge d'environ 600 ka (Coltorti *et al.*, 2005).

Carlo Perreto, qui dirige la fouille du site depuis sa découverte, me confia lors de ma thèse, l'étude ESR et U-Th du gisement. J'analysais ainsi plusieurs dents de rhinocéros et d'éléphant, mais les âges obtenus, de l'ordre de 200 à 400 ka, étaient très inférieurs à ceux attendus (Bahain *et al.*, 1992 ; Bahain, 1993). De plus, les âges U-Th obtenus sur les différents tissus dentaires étaient également sévèrement sous-estimés, preuve d'incorporations d'uranium récentes. Toutefois, nous mîmes ces résultats à la fois sur le compte d'une mauvaise estimation de certains paramètres dans les calculs d'âge, notamment celle de l'atténuation des rayons β dans les lamelles d'émail, et sur le compte de la nature peu adaptée de certains échantillons à une telle étude, comme par exemple les dents d'éléphant.

Plus récemment, à la faveur du colloque LED de Rome en 1999, nous ré-échantillonnâmes donc le site, choisissant cette fois essentiellement des dents de rhinocéros et une dent de bovidé. Parallèlement, grâce à l'aide d'Hélène Valladas et de Norbert Mercier, nous réalisâmes une étude dosimétrique de la couche t3a pour mieux maîtriser le paramètre crucial sur ce gisement de la dose gamma.

A notre grande surprise, les résultats des nouvelles analyses ESR/U-Th réalisées sur les dents de rhinocéros furent très semblables à ceux obtenus vingt ans auparavant. Les incorporations tardives en uranium semblent avoir en effet sur ceux-ci un impact moindre sur les calculs d'âge que sur les échantillons d'Ambrona en raison des fortes valeurs de dose gamma externe mesurées *in situ* (figure 29) (Falguères *et al.*, 2007).

Au vu de la richesse en restes paléontologiques de grands herbivores de ce gisement, des fortes teneurs en uranium déterminés pour les échantillons analysés et de l'incorporation tardive mise en évidence dans tous les tissus analysés, on pourrait bien évidemment penser qu'une partie de la dose gamma mesurée aujourd'hui correspond à des radioéléments incorporés (ou formés) récemment dans les fossiles. Cependant, cette interprétation semble mise à mal par l'âge de 560 ± 84 ka obtenu sur la dent de bovidé et en relativement bon accord avec les données argon-argon. L'analyse de nouvelles dents de bovidés est donc envisagée pour ce site.

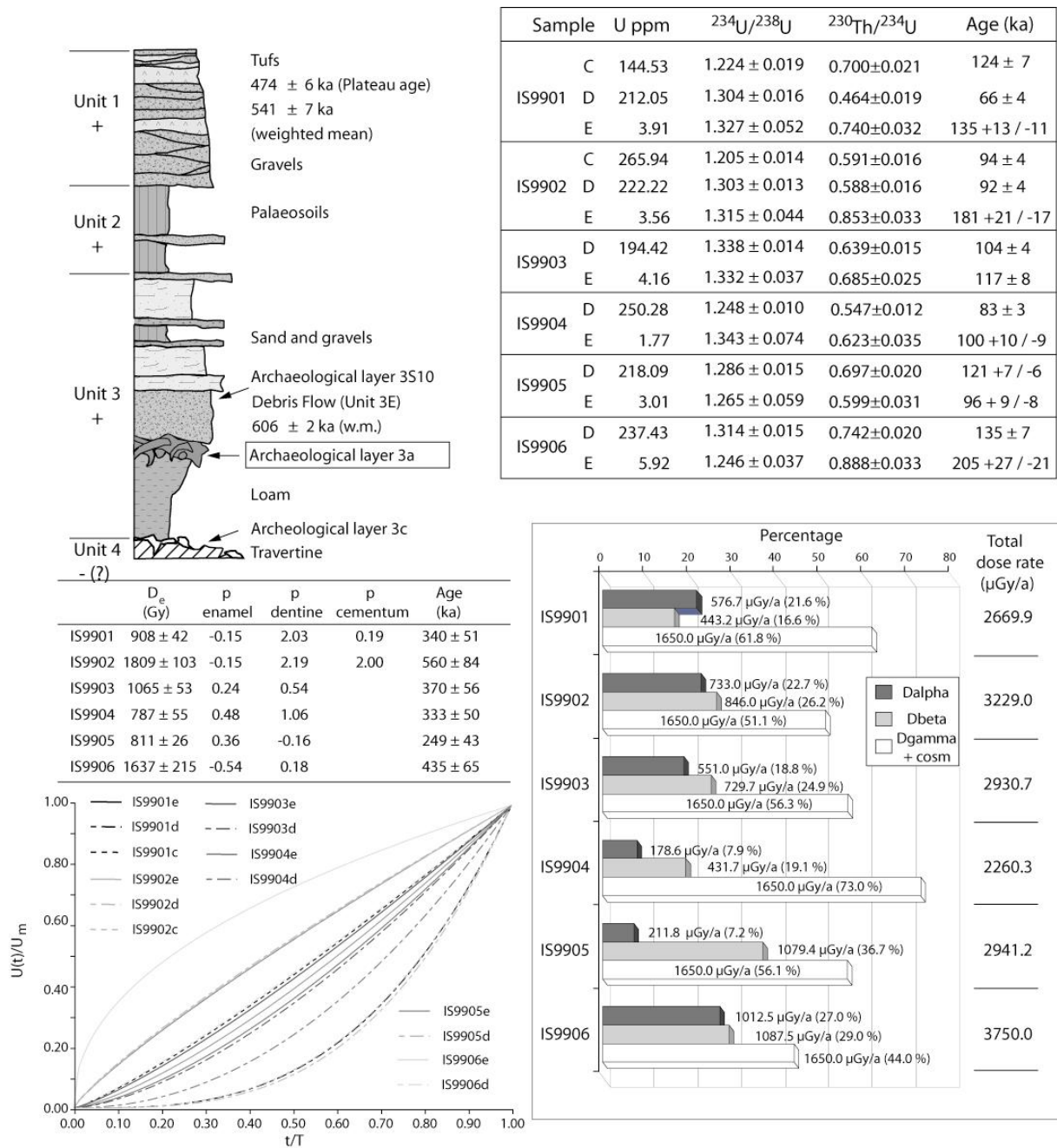


Figure 29 – Données U-Th et ESR obtenues pour les échantillons du site d’Isernia la Pineta (Molise, Italie) (Falguères *et al.*, 2007)

b) Le site paléanthropologique de Yunxian (Hubei, Chine)

Le site de l’Homme de Yunxian a été découvert dans les formations fluviales d’une haute terrasse fossile de la rivière Han, tributaire du Yangzi Jiang (Fleuve bleu), une cinquantaine de mètres environ au-dessus du fond de vallée actuel. La séquence stratigraphique du gisement, d’une dizaine de mètres d’épaisseur, est constituée d’une alternance de graves, de sables et de limons, reposant sur un socle de schistes précambriens. Deux crânes humains ont été découverts dans un niveau d’encroûtement

calcaire (couche 3, de la stratigraphie de Li & Etler, 1992), probablement associé à la formation d'un épais paléosol altérant les formations limoneuses superficielles. Les études magnétostratigraphiques indiquent la présence de plusieurs inversions de polarité magnétique dans l'enregistrement sédimentaire du gisement. La première inversion observée environ 80 cm sous la surface actuelle, a été attribuée à la limite Brunhes-Matuyama, datée de 780 ka, plaçant ainsi sans ambiguïté les formations fossilifère sous-jacentes, qui présentent une polarité inverse, dans le Pléistocène inférieur. Un épisode positif a par ailleurs été mis en évidence dans les formations sablo-graveleuses situées sous le niveau paléoanthropologique et parallélisé avec l'événement de Jaramillo, daté de 0,99 à 1,07 Ma.

Six dents d'herbivores provenant du niveau paléoanthropologique du site de l'Homme de Yunxian ont été analysées par ESR/U-Th. Parallèlement, des grains de quartz extraits de la terrasse alluviale fossile contenant le niveau fossilifère ont été étudiés par ESR. Les analyses U-Th réalisées sur les différents tissus dentaires ont montré que tous les échantillons présentent des rapports $^{230}\text{Th}/^{234}\text{U}$ compris entre 1,1 et 1,3 et seuls les âges ESR (EU) ont pu être calculés. Toutefois, ces derniers sont très reproductibles et du même ordre de valeur que celui obtenu sur le sédiment. Un âge moyen de $0,97 \pm 0,18$ Ma a ainsi pu être calculé, confirmant l'attribution du site au Pléistocène inférieur, en accord avec les données magnétostratigraphiques.

c) Les formations littorales plio-pléistocènes d'Emilie Romagne et le site paléolithique de Ca' Belvedere di Monte Poggiolo (Italie)

Sur la bordure méridionale de la plaine du Pô, dans les provinces d'Emilie et de Romagne au nord-est de l'Italie, les contreforts des Apennins sont bordés par un système de collines constituées par des dépôts marins, littoraux et deltaïques d'âge plio-pléistocène. Pendant les années 1980, de nombreux artefacts paléolithiques anciens ont été récoltés dans ces formations sur plusieurs localités. L'une de celles-ci, Ca' Belvédère di Monte Poggiolo, a été fouillée pendant plusieurs saisons par Carlo Peretto et a fourni des milliers d'artefacts, découverts principalement dans des dépôts deltaïques azoïques (Peretto *et al.*, 1998).

Dans les années 1990, une étude magnétostratigraphique réalisée par Jean Gagnepain montra que ces dépôts présentaient pour la plupart une polarité inverse et s'étaient donc mis en place au cours du Pléistocène inférieur (Gagnepain, 1996 ; Gagnepain *et al.*, 1998). Des sédiments furent donc prélevés pour être analysés par ESR sur différentes localités de Romagne, qu'elles soient caractérisées par des dépôts marins ou littoraux, comme celles de Monte Vescovado, Monte Oriolo ou San Biagio, ou par des formations deltaïques ou palustres, comme celles de Ca' Belvédère ou de Ca' del Monte. La gamme d'âges obtenue s'étend de 700 ka à 1,4 Ma (figure 30). Bien que ces âges ne soient pas tous stratigraphiquement cohérents, ils sont globalement en accord avec les données du paléomagnétisme et confirment ainsi l'attribution de ces formations au Pléistocène inférieur.

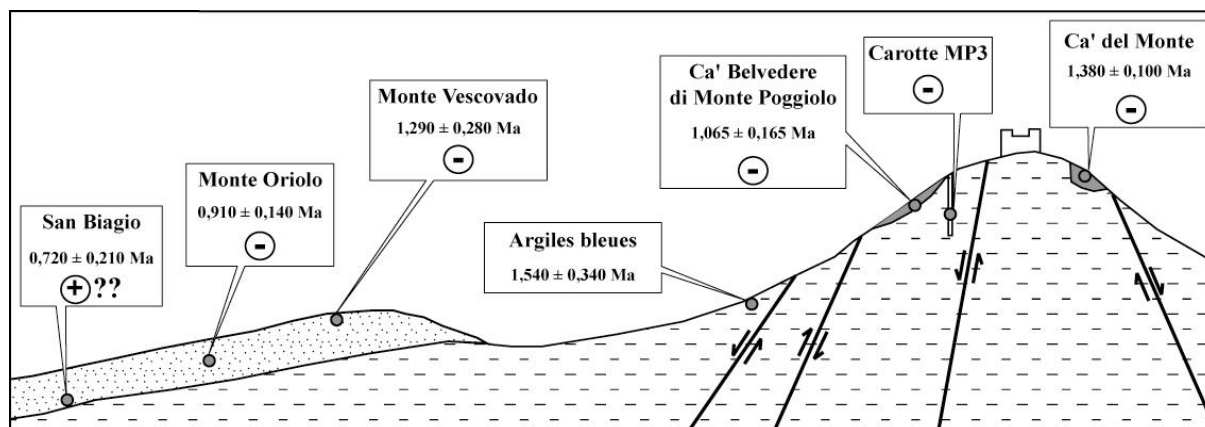


Figure 30 – Âges ESR obtenus sur des sédiments prélevés sur différents sites d’Emilie Romagne et sur le site archéologique de Ca’ Belvedere di Monte Poggiolo (d’après Peretto *et al.*, 1998)

4 – Datation de séquences archéologiques du Pléistocène moyen final et du Pléistocène supérieur

En raison notamment de certains sujets de recherche doctorale consacrés à la géochronologie de sites archéologiques de référence, une part importante des activités de recherches de ces dernières années a été consacrée à l’analyse d’échantillons provenant de gisements du Pléistocène supérieur ou de la fin du Pléistocène moyen.

Ces études se sont heurtées sur certains sites à l’ancienneté des fouilles et à l’impossibilité sur la plupart d’entre eux de réaliser une dosimétrie précise des couches archéologiques ayant livré les échantillons analysés. Sur de tels gisements, pour la plupart karstiques et donc hétérogènes, la datation des faits archéologiques en utilisant une méthode paléodosimétrique sans réaliser une dosimétrie *in situ* précise relève donc plus de gageure que d’un réel travail de chronologie. Ainsi, sans mettre en doute la bonne volonté et le sérieux analytique des étudiants auxquels ces sujets ont été attribués, il suffit pour ces différents échantillons de savoir que la part de la dose annuelle gamma utilisée pour le calcul, le plus souvent obtenue à partir de la teneur en radionucléides de sédiments provenant de la couche sensée être datée et parfois prélevé à une distance considérable de la zone dans laquelle avaient été récoltés les échantillons analysés, représente 80 % ou plus de la dose annuelle totale reçue par ce dernier pour se rendre compte de l’aspect illusoire de tout calcul d’âge sur ce type de gisement et de l’impossibilité d’utiliser ces derniers pour une discussion d’ordre géochronologique.

Par contre, lorsque ces études ont été réalisées sur des gisements en cours de fouille ou sur lesquels il a été possible à la fois d’échantillonner et de réaliser une dosimétrie directe des niveaux que l’on cherchait à dater, il devenait alors possible de tester réellement le potentiel de la méthode ESR/U-Th en comparant les âges ESR lorsque cela était possible avec des données géochronologiques obtenues à partir d’autres méthodes de datation. Je présenterai ainsi succinctement les résultats obtenus sur quelques uns d’entre eux.

a) Le Portel Ouest

La grotte du Portel-Ouest en Ariège est une petite cavité qui présente un remplissage archéologique d'environ 5 m d'épaisseur subdivisé en vingt niveaux stratigraphiques, indexés de M à la base à A. La plupart de ces niveaux ont livré une industrie lithique moustérienne abondante et de la faune, parfois associées à des restes de Néandertaliens, mais deux niveaux attribués au Paléolithique supérieur, rattachés respectivement au Châtelperronien et au Périgordien, finissent la stratigraphie (Vézian, 1989).

Des dents de bison provenant de plusieurs des niveaux moustériens (F1, F2 et F3) et des niveaux châtelperronien (B1a) et périgordien (B) ont été analysés dans le cadre de la thèse d'Hélène Tissoux (Tissoux, 2004). Les âges ont été calculés dans un premier temps en utilisant l'activité des sédiments de chaque couche (Tissoux *et al.*, 2004), puis ont pu être recalculés en tenant compte de la dosimétrie gamma, déterminée entre temps *in situ* au moyen de dosimètres TL CaSO₄, avec l'aide d'Hélène Valladas et Norbert Mercier et rendant mieux compte de l'hétérogénéité du remplissage. Ces nouveaux résultats (Figure 31) indiquent que les niveaux moustériens datent d'environ 45 ka, soit du stade isotopique 3, et les niveaux châtelperronien et périgordien de 36.3 ± 5.4 ka et 23.1 ± 3.5 ka respectivement.

b) Grotta di Fumane

La grotte de Fumane, sur la bordure occidentale des Monts Lessini près de Vérone en Vénétie (Italie), est l'un de gisements de référence pour le Paléolithique moyen et la transition Paléolithique moyen – Paléolithique supérieur en Italie. Le gisement, dont la stratigraphie atteint une dizaine de mètres d'épaisseur, est fouillé depuis la fin de années 1980 par Alberto Broglio (université de Ferrare) et Mauro Cremaschi (université de Milan) (Bartolomei *et al.*, 1992). Il fait depuis lors l'objet d'une étude pluridisciplinaire portant tant sur l'enregistrement archéologique des occupations humaines que sur la dynamique géologique de remplissage et d'évolution des dépôts sédimentaires et la chronologie de leur mise en place.

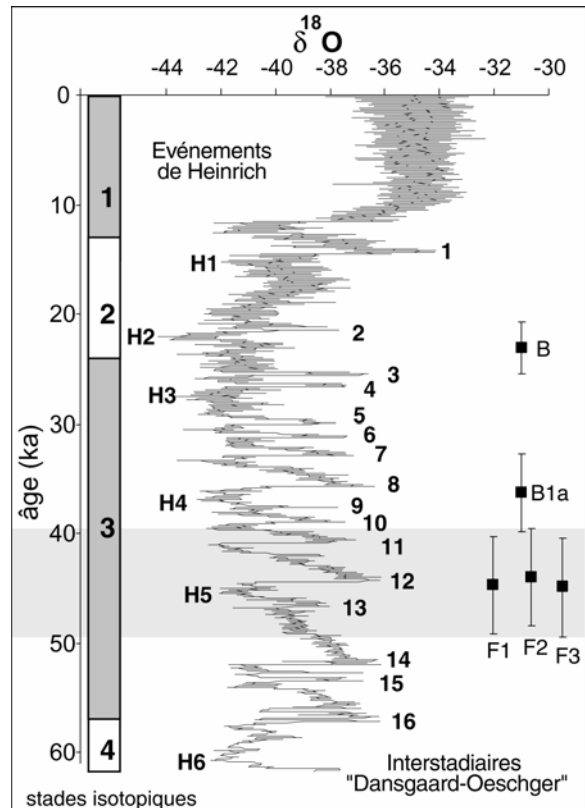


Figure 31 – Âges ESR obtenus sur les échantillons du Portel Ouest (Tissoux, comm. pers.)

La stratigraphie du gisement (figure 32) a été subdivisée par Mauro Cremaschi en quatre grands ensembles, qui sont de la base vers le sommet : l'ensemble S, d'une épaisseur d'environ 1,5 m et lui-même subdivisé en 9 couches (S9-S1), est essentiellement composé de sables dolomitiques résiduels à galets et pierres et a livré des artefacts moustériens ; l'ensemble BR (BR11-BR1) (épaisseur : 2,5 m) correspondant à une brèche cryoclastique à niveaux de lœss interstratifiés. Il a également livré de l'industrie moustérienne ; l'ensemble A (A13-A1, épaisseur 1,5 m) regroupe plusieurs couches horizontales, constituées par des sables résiduels (A13-A12) ou des brèche à matrice argileuse éolienne (A11-A1) et caractérisées par une anthropisation intense. Cet ensemble a enregistré la fin de l'occupation moustérienne (A13-A4) puis, après une couche stérile (A3), une occupation aurignacienne (A2-A1), le contenu archéologique mettant en évidence une modification culturelle brusque ; enfin, l'ensemble D, qui ferme le dépôt, correspond à des éboulis et à dépôts de versant qui ont fermé la cavité.



Figure 32 - Coupe stratigraphique de la Grotte de Fumane (Cremaschi, 1998)

1 : sol ; 2 : dépôt de versant ; 3 : niveau d'occupation humaine ; 4 : Lœss et Lœss sableux ; 5 : concrétion carbonatée ; 6 : sable ; 7 : roche et altérite

Les niveaux plus profonds du gisement ont été datés par thermoluminescence (TL) sur silex chauffés (Martini *et al.*, 2001). Les âges obtenus sont compris entre 79 ± 11 ka pour le niveau S7 et 50 ± 8 ka pour le niveau A6. Des datations ^{14}C attribuent par ailleurs des âges compris entre 39 et 35 ka BP aux dernières occupations moustériennes et à la première occupation aurignacienne du site (Broglio, 1996).

Dans le cadre de la thèse de Giulia Gruppioni (Gruppioni, 2004), des dents et des ossements provenant de plusieurs couches de la stratigraphie ont ainsi été étudiés et une dosimétrie *in situ* du gisement au moyen de dosimètres CaSO_4 réalisée. Les âges obtenus permettent d'envisager une chronologie de mise en place du remplissage du gisement et des occupations humaines qu'il recèle sensiblement différente de celle proposée précédemment. Si les niveaux A2-A11 sont toujours attribuables à la seconde partie du stade 3 et les niveaux aurignaciens sont datés de façon assez ancienne vers 33-37 ka,

en accord avec les âges ^{14}C disponibles, les âges obtenus sur les niveaux moustériens des ensembles BR et S, respectivement de l'ordre de 80 à 100 ka et de 150-200 ka sont sensiblement plus anciens que ne l'avait laissé apparaître l'étude TL antérieure. Ces différences d'âge sont essentiellement imputables à la dosimétrie gamma externe, déterminée dans l'étude de luminescence par comptage alpha à partir du sédiment des couches étudiées, seules les parties les plus fines ayant été mesurées.

c) Payre

Le site paléolithique moyen de Payre en Ardèche est fouillé depuis le début des années 1990 par Marie-Hélène Moncel (Moncel *et al.*, 1993) et a fait l'objet d'une étude interdisciplinaire qui a impliqué des analyses géologiques, géoarchéologiques, palynologiques, archéologiques, paléontologiques, et géochronologiques.

Plusieurs méthodes de datation ont été notamment employées sur les différents types de matériaux disponibles sur le gisement : U/Th et ESR sur calcite stalagmitique, thermoluminescence sur silex chauffé et ESR/U-Th sur dents et os (Figure 33).

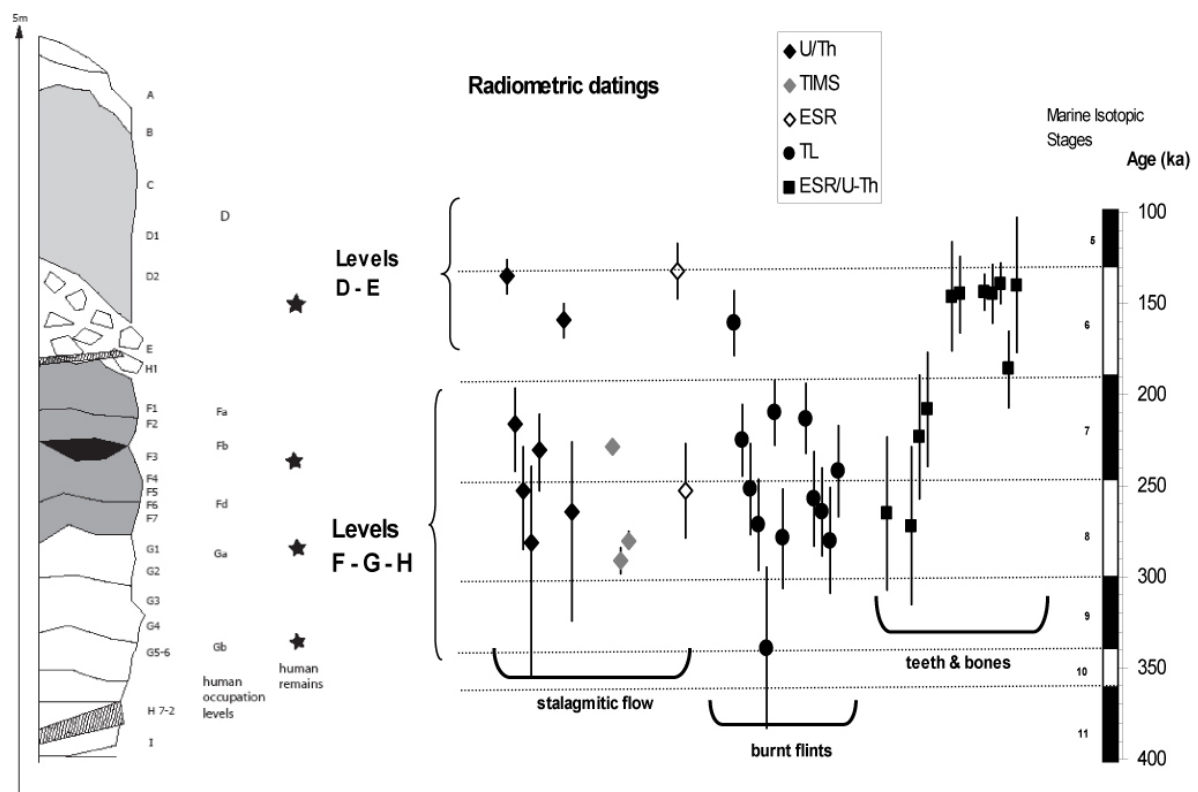


Figure 33 – Log stratigraphique synthétique du site de Payre et âges obtenus par différentes méthodes radiométriques (U/Th, ESR et TL) et placés en fonction de la profondeur des échantillons et des stades isotopiques marins (MIS) (Valladas *et al.*, soumis)

Les études ESR ont principalement été réalisées dans le cadre de la thèse d'Hassan Masaoudi (Masaoudi, 1995 ; Masaoudi *et al.*, 1997), mais les âges ont récemment été recalculés à l'occasion de la préparation de la monographie et de publications synthétiques en utilisant les paramètres de calcul aujourd'hui admis et des données dosimétriques déterminées récemment (Valladas *et al.* soumis), ce qui a entraîné une modification sensible de la première chronologie ESR obtenue pour les différentes couches du gisement.

Les âges U-Th obtenus par TIMS sur le plancher stalagmitique de base (couche H) sont compris entre 291 ± 3 ka et 229 ± 2 ka et peuvent être corrélés respectivement avec la fin du MIS 9 ou un interstade du MIS 8 et le MIS 7. Les âges ESR/U-Th déterminés pour les ossements provenant des unités F et G passent ainsi d'une valeur de 169 ± 13 ka à celle de 235 ± 18 ka, très proche des valeurs obtenues en TL sur les deux couches étudiées (232 ± 15 ka pour la couche F et 231 ± 27 ka pour la couche G). Ces âges, qui permettent de dater la mise en place de ces niveaux du stade isotopique 7 – interglaciaire – et non plus du stade isotopique 6 – glaciaire –, sont maintenant en accord avec les données biostratigraphiques. Les âges obtenus sur les deux dents analysées provenant de l'unité D et sur les deux ossements issus de l'unité E permettent par ailleurs d'attribuer à la mise en place de ces deux couches un âge moyen de 144 ± 11 ka. Ces deux niveaux semblent donc s'être mis en place à la fin du stade isotopique 6 ou au début du stade isotopique 5.

d) Ranville

En novembre 2000, des travaux liés à l'exploitation d'une carrière de calcaire à Ranville (Calvados) ont permis la découverte fortuite de restes paléontologiques et archéologiques associés au remplissage d'un karst. Une fouille de sauvetage fut organisée sur le gisement sous la direction de Dominique Cliquet et permirent de recueillir un assemblage lithique de l'Acheuléen supérieur ou final et de restes fauniques d'âge Pléistocène moyen et de phase interglaciaire ou interstadaire.

Au cours de la thèse de Giulia Gruppioni, six dents d'herbivores recueillies lors de la fouille ont été analysées par ESR/U-Th (Gruppioni, 2004). Cinq d'entre elles donnent des âges cohérents et reproductibles, compris entre 208 et 229 ka, la dernière présentant un âge s'écartant sensiblement de ces valeurs (297 ± 28 ka), sans qu'aucune donnée analytique, hormis peut-être une paléodose sensiblement plus élevée que celles des autres échantillons, ne permette d'expliquer l'âge plus élevé obtenu pour celle-ci. Les résultats obtenus permettent toutefois de proposer pour les restes paléontologiques de ce gisement et les pièces archéologiques qui leur sont associées un âge contemporain de la première moitié du stade isotopique 7, en accord avec les données biostratigraphiques et paléoenvironnementales disponibles.

e) Grotta di San Bernardino

La grotte de San Bernardino, près de Vicenze en Vénétie (Italie), fut également étudiée lors de la thèse de Giulia Gruppioni, à la suite de prélèvements effectués quelques années plus tôt par Christophe

Falguères et Omar Ajaja. Ce gisement moustérien, dont l'industrie lithique se différencie nettement de celle des autres industries lithiques moustériennes de Vénétie, a été fouillé à la fin des années 1980 par Alberto Broglio et Marco Peresani (université de Ferrare). Ce site présente par ailleurs la particularité de ne quasiment pas avoir livré de restes dentaires et l'étude ESR/U-Th du gisement a principalement porté sur des ossements.

Six dents et vingt-cinq ossements ont ainsi été analysés (Gruppioni, 2004).

Pour la plupart des niveaux, les âges obtenus sur les ossements sont en accord avec ceux déterminés pour les quelques dents analysées. Par ailleurs, seul le calcul des âges des échantillons des couches supérieures a nécessité le blocage des facteurs p à -1, les âges ESR (EU) de ces échantillons étant donc considérés comme des âges maximum.

Les données chronologiques obtenues (Figure 34) situent la mise en place des différents niveaux stratigraphiques et les occupations humaines qu'ils comprennent sur une période relativement longue, allant de la fin du stade isotopique 7, vers 200 ka, jusqu'au stade isotopique 3, vers 35 ka.

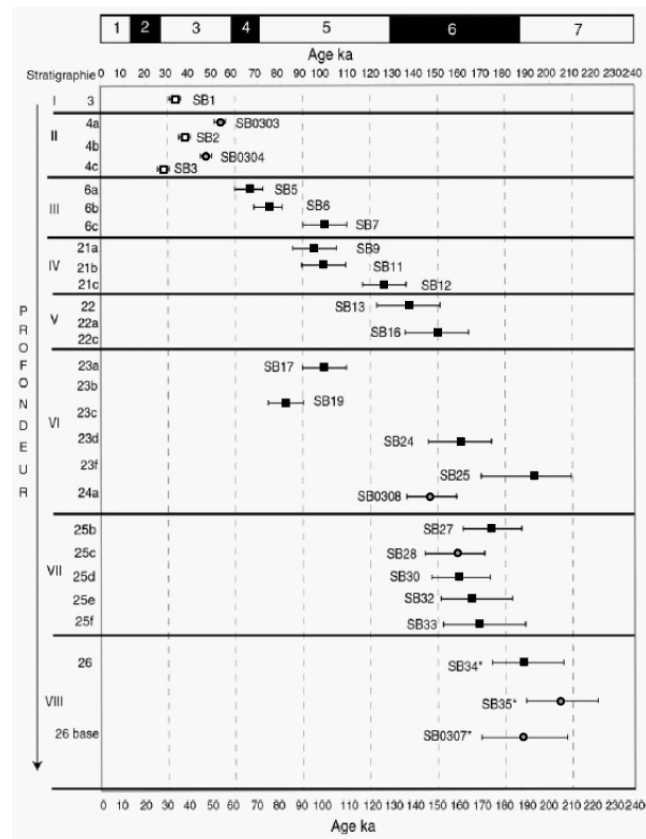


Figure 34 – Âges ESR obtenus sur ossements (carrés noirs) et dents (ronds noirs) provenant du site de San Bernardino (Gruppioni, 2004).

Pour les couches supérieures, les carrés blancs indiquent les ossements pour lesquels seul l'âge ESR (EU) a pu être calculé.

f) Song Terus

La grotte de Song Terus, dans la région de Gunung Sewu au sud-est de Java, est fouillée depuis 1994 par une équipe franco-indonésienne dirigée par Anne-Marie Sémah (IRD) et François Sémah (MNHN) et a livré des milliers de pièces lithiques correspondant à trois ensembles paléolithiques distincts (Sémah *et al.*, 2004). Dans le niveau supérieur (0-2 m), appelé Keplek et daté par ^{14}C entre 5700 et 9400 ans BP, ont été récoltés des milliers d'artefacts lithiques et de restes paléontologiques ainsi qu'une sépulture d'homme moderne ; entre deux et quatre mètres de profondeur, dans les couches appelées Tabuhan, riches en cendres volcaniques, les restes archéologiques deviennent moins nombreux, mais une activité humaine est attestée par la présence de quelques artefacts et ossements ;

la partie inférieure du remplissage, correspondant aux couches Terus, est constituée sur 4 à 15 m d'épaisseur par des sédiments alluviaux dans lesquels quelques éclats lithiques et restes fauniques ont été recueillis.

Certains restes fauniques en bon état de conservation ont fait l'objet de datations ESR/U-Th dans le cadre de la thèse de Sébastien Hameau (figure 35) (Hameau, 2004 ; Hameau *et al.*, 2007).

Dans les niveaux fluviatiles qui contiennent l'industrie Terus, les âges obtenus (254 ± 38 ka et 341 ± 51 ka) situent sans équivoque la mise en place des alluvions au sein du Pléistocène moyen.

L'âge des niveaux Tabuhan est pour sa part compris entre 29 ± 4 et 78 ± 12 ka, c'est-à-dire contemporain du Pléistocène supérieur.

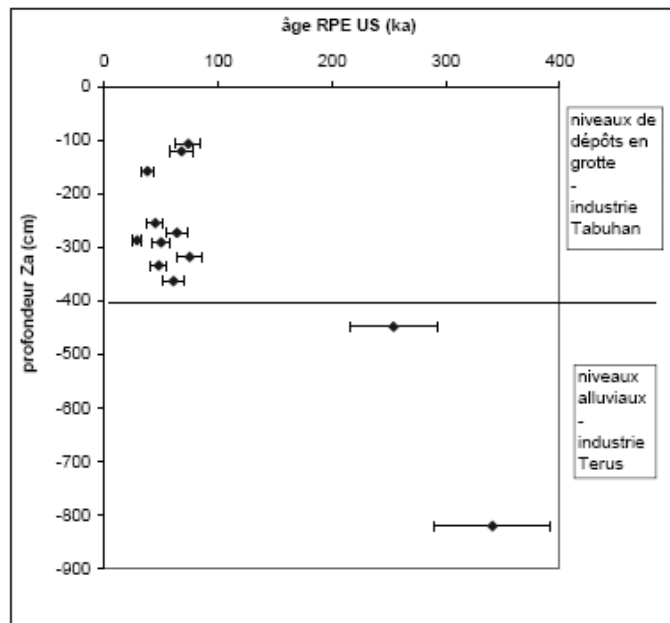


Figure 35 – Âges ESR (US) obtenus sur les échantillons des couches Tabuhan et Terus de la Grotte de Song Terus (Hameau, 2004)

PARTIE IV

Discussion succincte et perspectives

Au cours de ces vingt dernières années, l'utilisation de la méthode de datation par résonance de spin électronique au sein du Département de Préhistoire du Muséum national d'histoire naturelle a considérablement évolué. Les échantillons classiquement utilisés lorsque je suis arrivé en DEA et jusqu'au milieu des années 1990, carbonates et ossements, ont été peu à peu délaissés à partir de cette date au profit des dents et des quartz blanchis. Les progrès analytiques et les développements méthodologiques liés à l'étude de ces deux matériaux, principalement réalisés dans le cadre de DEA, de Masters de recherche et de thèses de doctorat et intégrant autant que faire se peut les données issues de la littérature et des travaux menés en collaboration avec d'autres laboratoires impliqués dans le développement et l'utilisation des méthodes paléodosimétriques (ESR et méthodes de la luminescence), ont considérablement fait évoluer d'une part la précision et la justesse des résultats obtenus, en les confrontant à ceux dérivés d'autres techniques géochronologiques et d'autre part le domaine chronologique d'application de la méthode.

Ainsi, en limitant les incertitudes liées à la détermination de la dose équivalente et de la dose annuelle, en particulier de la contribution gamma, et en restreignant les descriptions de l'incorporation post-mortem d'uranium dans les échantillons à la seule utilisation du modèle ESR (US), il est maintenant devenu possible de réaliser réellement une étude « géochronologique » au sens strict des gisements pléistocènes. C'est de cette façon, qu'en ne fournissant plus qu'un seul âge par dent analysée, la discussion des résultats obtenus se rapproche plus de celle que l'on rencontre dans le cas des publications de données dérivées de méthodes comme le ^{14}C , l'U/Th ou l' $^{39}\text{Ar}/^{40}\text{Ar}$. Je pense en effet que l'utilisation dans le passé de modèles d'accumulation d'uranium fixistes, comme les modèles EU et LU, en fournissant des âges qui encadraient souvent les valeurs attendues par les archéologues ou géologues travaillant sur les gisements étudiés, a entraîné à la fois d'une part un tri inconscient des résultats en fonction des attentes de chacun et d'autre part un doute majeur de la part des autres géochronologues vis-à-vis d'une méthode avec laquelle on pouvait obtenir quasiment à coup sûr l'âge que l'on souhaitait avoir.

L'étude de systèmes géologiques complexes ou de sites archéologiques à longue stratigraphie, sur lesquels il était par ailleurs possible d'avoir des points de repère géochronologiques, a donc été une

priorité de recherche au cours de toutes ces années. Dans ce cadre, les travaux menés par Michel Laurent et relayés par moi sur les terrasses fluviatiles étagées de la vallée de la Somme et sur les formations littorales d'Emile-Romagne ont été une étape importante d'une démarche scientifique par la suite appliquée de façon systématique. Avant de dater « en aveugle » des sites archéologiques et/ou paléontologiques, aussi importants fussent-ils, il était indispensable de tester la fiabilité des méthodes utilisées en datant des gisements pour lesquels nous pouvions disposer d'un calage géochronologique, comme dans le cas des alluvions fossiles de la Somme et de leur couverture pédosédimentaire, sur lesquelles des points de repère chronologiques pouvaient être fournis à la fois par des méthodes naturalistes (stratigraphie, paléontologie, archéologie) et physico-chimiques (datations par radiocarbone, uranium-thorium et luminescence, paléomagnétisme). Ensuite, la méthode put être utilisée pour estimer l'âge de formations archéologiques azoïques comme celles de Ca' Belvedere di Monte Poggiolo, sur lesquelles peu de techniques pouvaient permettre d'obtenir des données chronologiques mais susceptibles d'être étudiées par magnétostratigraphie.

L'étape suivante fut d'appliquer la méthode de façon systématique sur des systèmes géologiques en cours d'étude ou sur des stratigraphies suffisamment importantes pour qu'une évolution chronologique soit perceptible sur leur épaisseur. Pour notre laboratoire, trois études furent je crois primordiales pour nous encourager à poursuivre cette approche : celles de La Micoque, d'Atapuerca Gran Dolina et de la vallée de la Creuse.

- Sur le premier gisement, les âges obtenus sur la totalité d'une stratigraphie alluviale pourtant relativement conséquente ne pouvaient être différenciés en termes de stades isotopiques et, en accord avec les données géologiques et paléontologiques, permettaient d'attribuer le dépôt des couches archéologiques à une période contemporaine des stades isotopiques 9 et 10 (Falguères *et al.*, 1997).

- Sur le second, le remplissage, épais de 18 mètres, a enregistré d'importants changements biostratigraphiques et une évolution culturelle lithique passant du Mode 1 (Paléolithique ancien) dans la couche TD6 au Mode 3 (Paléolithique moyen) dans les couches TD10 et TD11. La couche TD6 a par ailleurs livré des restes humains appartenant à une nouvelle espèce appelée *Homo antecessor* et une inversion de la polarité magnétique a été mise en évidence dans la couche TD7, située stratigraphiquement un mètre au-dessus de TD6, suggérant un âge supérieur à 780 ka pour ces restes. Là encore, les analyses ESR/U-Th sur dents ont fourni des résultats cohérents et reproductibles pour chaque couche, indiquant une présence humaine sur le gisement de 800 à 300 ka (Falguères *et al.*, 1999).

- Si Gran Dolina offrait l'opportunité de confronter les données ESR à des données biostratigraphiques et magnétostratigraphiques indépendantes, la vallée de la Creuse représentait quasiment ce que l'on peut faire de pire en termes d'intercalibration : des formations alluviales extrêmement acides dans lesquelles les restes paléontologiques ne sont que très rarement conservés ; des affleurements de petites dimensions disséminés sur une surface considérable et difficiles à corrélés

entre eux dans une région à fort couvert végétal et où la tectonique joue un rôle important sur la géométrie des dépôts alluviaux observés aujourd'hui ; un aménagement hydraulique important de la vallée ayant entraîné un ennoïement de ses parties basses, compliquant encore les corrélations ; la présence enfin de restes archéologiques dont la position stratigraphique et l'origine anthropique étaient contestées. Dans un premier temps, quatre terrasses ont été reconnues et datées, montrant une bonne reproductibilité des résultats nappe par nappe et une bonne cohérence vis-à-vis de la position altimétrique des échantillons, sauf pour la plus haute nappe où deux groupes d'âges ont été obtenus. Ce fait a permis d'avancer l'hypothèse de l'existence de deux nappes distinctes, en dépit de leur altitude similaire (Voinchet, 2002). Par la suite, de nouveaux travaux de terrain et de nouvelles données sédimentologiques ont permis de vérifier cette hypothèse, l'altitude voisine des deux nappes étant en fait liée à un important mouvement de faille ayant provoqué un abaissement de l'ordre d'une quinzaine de mètre de la nappe la plus ancienne (Voinchet *et al.*, 2007). La poursuite des études révéla finalement un système d'une quinzaine de nappes alluviales étagées sur les versants de la vallée en amont d'Argenton-sur-Creuse, pour une incision totale d'environ 110 m (Despriée *et al.*, 2004).

Outre ces trois études, purement liées à l'activité du Département de Préhistoire du Muséum, mes participations, depuis mon recrutement en 1998 jusqu'en 2000, au GDR 1033 "*Les méthodes nucléaires en archéologie*" et aux opérations coordonnées par Christophe Falguères et Pierre Antoine dans le cadre du programme « *Paléoenvironnements, évolution des Hominidés* » du CNRS allaient elles aussi modifier considérablement ma façon de travailler. Ainsi, si j'ai participé de façon plus ou moins distante à la première phase de fonctionnement du GDR 1033, l'étude du site pléistocène supérieur de Laugerie-Haute, organisée en son sein par Pierre Guibert et le CRPAA, m'a permis d'une part de mieux faire connaissance avec ce dernier et avec Norbert Mercier, également impliqué dans le projet et avec lequel je fis le trajet entre Paris et Les-Eyzies-de-Tayac, et d'autre part de mieux appréhender l'importance fondamentale de la description dosimétrique des niveaux échantillonnés dans ce type d'enregistrement archéologique karstique. A partir de cette époque, l'utilisation de dosimètres TL puis d'un spectromètre gamma portable pour déterminer avec la plus grande précision possible le débit de dose gamma auquel ont été soumis les échantillons analysés, s'est généralisé au sein de notre équipe. Les deux opérations du programme « PeH » m'ont permis quant à elles d'appliquer cette même approche globale des gisements sur des sites du Pléistocène moyen en grotte, comme Visogliano, comme en plein air, sur les sites de Cagny. Ainsi, en déterminant autant que possible les paramètres dosimétriques sur le terrain, les incertitudes liées à l'hétérogénéité dosimétrique des stratigraphies étudiées sont grandement minimisées. Aujourd'hui, l'intégration de ces mesures dès la phase de sélection des échantillons sur le terrain est acquise, quel que soit l'âge et le type de gisement étudié.

Pour des échantillons du Pléistocène supérieur récent, dont l'âge est compris entre 50 et 20 ka, l'importance de la dose gamma dans le calcul d'âge représente jusqu'à 95% de la dose totale de

radiations reçue par les échantillons. Elle interdit quasiment l'utilisation de la méthode sur des sites à stratigraphie hétérogène, comme de nombreux sites karstiques. Il est donc très difficile d'appliquer celle-ci pour dater de tels gisements à partir d'échantillons issus de collections, alors qu'une utilisation pour des gisements de plein air, à stratigraphie souvent plus facile à décrire, reste envisageable pour peu qu'une mesure dosimétrique *in situ* soit encore possible, comme le montre l'étude de Biache Saint Vaast.

Maintenant, peut-on utiliser la méthode ESR pour dater des échantillons plus anciens, notamment du Pléistocène inférieur ? Les premiers résultats obtenus dans notre équipe sur de tels gisements, à Dmanisi et Yunxian, nous ont surtout montré les difficultés et les limites d'application des modèles mathématiques et de calcul que nous utilisons. Ainsi, la détermination de paramètres faciles à obtenir pour des échantillons plus récents, comme la dose équivalente, devient ici critique en raison des courbes de croissance très « plates » généralement observées pour des échantillons aussi anciens. Par ailleurs, des paramètres qui interviennent peu sur les calculs d'âge pour des échantillons de la fin du Pléistocène moyen, comme la période de décroissance de l'uranium-234 (environ 245 500 ans), vont devenir importants dans le cas d'échantillons âgés de plus d'un million d'années. En effet, si les rapports actuels $^{234}\text{U}/^{238}\text{U}$ observés pour des échantillons aussi anciens sont très supérieurs à 1 et si les teneurs en uranium sont relativement élevées, les calculs du rapport $^{234}\text{U}/^{238}\text{U}$ initial et de la teneur initiale en uranium vont avoir une importance considérable dans celui des débits de dose annuelle pour les différents tissus dentaires. Comme de plus, les rapports $^{230}\text{Th}/^{234}\text{U}$ actuels mesurés pour les échantillons de cet âge sont généralement à l'équilibre ou supérieurs à 1, l'impact de tous ces paramètres sur le calcul de la dose annuelle interne va être énorme. Ceci explique par exemple pourquoi seuls des âges ESR (EU) ont pu être calculés pour les six dents étudiés du site de Yunxian (Chine), daté par paléomagnétisme d'environ 1 Ma (Tissoux et *al.*, sous presse). Une meilleure description de l'évolution de ces paramètres en fonction des paramètres d'incorporation semble indispensable pour envisager une possible utilisation géochronologique en routine d'échantillons aussi anciens. Pour Dmanisi, les âges ESR (US) sont calculables uniquement pour deux dents, qui sont les deux seules pour lesquelles le rapport $^{230}\text{Th}/^{234}\text{U}$ de l'émail est inférieur à 1, ce qui pour des échantillons aussi anciens (ici environ 1,8 Ma) correspond à un signe d'incorporation tardive (Garcia, 2004).

L'application de la méthode ESR en routine pour des échantillons du Pléistocène moyen et du Pléistocène supérieur ancien est aujourd'hui une possibilité réelle que les archéologues, géologues du Quaternaire et paléontologues peuvent envisager, à partir du moment où le site d'étude envisagé est accessible pour une étude dosimétrique. Les travaux menés au cours des vingt dernières années sur des gisements datés d'environ 800 ka à 50 ka permettent en effet d'envisager une application géochronologique en aveugle sur des gisements de cette période. Cependant, l'application de la méthode à des périodes plus récentes, entre 50 et 20 ka, et plus anciennes, au delà de 800 ka, nécessite

de poursuivre les études menées sur des gisements datés par d'autres méthodes géochronologiques, si possible sur d'autres supports. Le travail mené par Mathieu Duval sur des échantillons provenant des sites du Pléistocène inférieur d'Orce (Fuente Nueva III, Venta Micena, Barranco Leon, Barranco del Paso) en Andalousie devrait permettre de mieux cerner les possibilités et limites de la méthode. En effet, ces gisements, situés dans une zone relativement pauvre en uranium, couvrent un domaine d'âge relativement important, entre 0,8 et 1,6 Ma, que des études biostratigraphiques et magnétostratigraphiques ont permis de bien cadrer. Ils conviennent en tout cas sûrement mieux à une telle étude de faisabilité que le site de Dmanisi, qui d'une part représente sans doute un spot chronologique relativement court et d'autre part se trouve dans une zone volcanique et présente des sédiments bien plus riches en éléments radioactifs.

Je compte bien évidemment poursuivre au cours des prochaines années les chantiers mis en œuvre depuis vingt ans. Le travail effectué dans la moitié nord de la France nous a permis de valider notre approche, mais la méthode ESR peut maintenant aider à préciser la chronologie des dépôts sédimentaires et des sites archéologiques qui s'y trouvent. Elle peut nous permettre également d'avoir une vision de phénomènes d'ampleur régionale. Ainsi, les travaux menés sur les formations fluviales du bassin de la Loire moyenne, de la Somme et de l'Yonne nous ont non seulement permis de préciser la chronologie de mise en place des formations alluviales au niveau des vallées étudiées, mais ont également permis de valider le modèle chronostratigraphique proposé pour la Somme sur celles-ci. Ils ont aussi permis de mettre en évidence des événements locaux et notamment des phases d'activité tectoniques. L'étude ces prochaines années de vallées situées dans le nord et l'est du Bassin de Paris, comme celles de la Meurthe, de la Moselle, de la Sare et de la Meuse, initiée en 2007 en collaboration avec Dominique Harmand (université de Nancy) et Stéphane Cordier (université de Créteil), en nous fournissant des points de repère sur cette zone devrait nous permettre d'avoir une vision relativement globale de l'évolution pléistocène des écoulements fluviales sur l'ensemble du Bassin de Paris. Parallèlement, les systèmes fluviales emboîtés du Jarama et du Manzanares en Espagne seront étudiés afin de mieux y comprendre la chronologie des phénomènes géologiques, climatiques et hydrologiques concourant à la formation du type d'enregistrement alluvial qui y est observé.

Parallèlement à ces études d'intérêt plutôt géologique ou géographique, l'établissement d'un cadre chronologique des premières occupations humaines d'Eurasie sera poursuivi, en Europe occidentale bien sûr, mais aussi en Asie et notamment en Chine, pays où je travaille depuis 2000 sur plusieurs sites paléanthropologiques et archéologiques majeurs du Pléistocène comme Yunxian, Dali ou Tangshan (*Hulu Cave*), grâce au soutien financier de la commission des fouilles à l'étranger du ministère des affaires étrangères. J'espère pouvoir poursuivre ces travaux ces prochaines années grâce notamment aux contacts établis dans ce pays, en particulier avec l'institut d'Archéologie de l'université de Pékin et avec Yin Gongming, de la *China Earthquake Administration*. Les sites européens ne seront pour autant pas délaissés : ainsi, les études de sites paléanthropologiques ou archéologiques continueront,

qu'ils correspondent aux premières traces de présence humaine en Europe tels que, Atapuerca Elefante en Espagne, Lunery en France ou Pirro Nord en Italie, se réfèrent à l'apparition des populations acheuléennes et au développement du Mode 2 en Europe, comme Mauer en Allemagne, Atapuerca Galeria, Santa Ana et Cuesta de la Bajada en Espagne ou la Noira en France, ou au développement des Néandertaliens au sens large et de leurs cultures, sur des sites comme par exemple Pinilla del Valle ou Preres en Espagne. Je compte également poursuivre le programme de datation systématique entrepris sur les sites archéologiques paléolithiques de la partie nord de la France (Bretagne, Normandie, Picardie, Nord, et, le cas échéant, Île-de-France et Bourgogne).

J'aimerais également beaucoup au cours des prochaines années reprendre les travaux délaissés sur les carbonates, non plus réellement dans l'espoir d'une application géochronologique de l'ESR sur ce type de support, mais plutôt afin de répondre aux questions restées en grande partie sans réponse depuis ma thèse sur la croissance et décroissance des différents signaux en fonction de la chauffe et sur le choix du signal à utiliser pour obtenir des doses équivalentes fiables. Une telle étude passera nécessairement également par la détermination systématique des facteurs k des échantillons analysés et nécessitera donc des irradiations alpha, ce qui n'est pour l'instant pas réalisable au Muséum et a retardé jusqu'à aujourd'hui la reprise des études. Toutefois, dans le cadre de nouveaux travaux paléoclimatiques et géochronologiques entrepris sur les planchers stalagmitiques de la Grotta della Basura, une telle étude peut maintenant être envisagée.

Les analyses méthodologiques portant sur l'application des méthodes ESR et ESR/U-Th à la datation de gisements du Pléistocène inférieur seront poursuivies, en particulier je l'espère sur les gisements ayant servi à l'établissement du cadre biostratigraphique, même si une première étude, en cours sur le site d'Untermassfeld en Allemagne, illustre à la fois l'ampleur et la difficulté de la tâche. Les premiers âges obtenus pour la plupart des dents de ce gisement paléontologique majeur du Pléistocène inférieur récent, que les données paléomagnétiques et paléontologiques permettent de situer aux alentours de l'événement de Jaramillo, semblent nettement sous-estimés en raison des fortes teneurs en uranium mesurés dans l'émail de celles-ci par spectrométrie alpha. L'analyse de la répartition des radioéléments dans l'émail de ces échantillons par ICP-MS à ablation laser, comme le fait notamment Rainer Grün, permettra peut être de mieux comprendre la raison de ces sous-estimations et je l'espère d'y remédier par une meilleure description des phénomènes d'enrichissement en uranium des échantillons.

Devant les difficultés rencontrées lors de la datation de dents pour des gisements aussi anciens, l'application spécifique aux quartz blanchis semble très prometteuse et offre un champ d'application énorme. Cependant, il est indispensable de confirmer la reproductibilité et la fiabilité des résultats obtenus, en particulier en effectuant des comparaisons avec les données obtenues par d'autres méthodes, comme celles de la luminescence, sur les mêmes sites et si possible sur les mêmes niveaux et mêmes échantillons. Pour les terrasses fluviales les plus récentes, dont l'âge est inférieur à 200 ka,

l'utilisation en parallèle des centres ESR Al et Ti du quartz et de la méthode OSL devrait permettre dans les prochaines années de mieux juger de la validité des dates obtenues.

Ainsi, même si la méthode ESR reste peu utilisée d'un point de vue géochronologique dans le monde, je pense sincèrement qu'elle peut permettre d'apporter des points de repère géochronologiques très intéressants sur de nombreux gisements qui ne peuvent être actuellement datés par des méthodes jugées comme plus fiables. Les avancées réalisées au cours des vingt dernières années permettent je crois d'appréhender avec un optimisme raisonnable le futur, même si la méthode souffre aujourd'hui d'un manque de reconnaissance certain, en grande partie liée à une réputation de méthode peu fiable, qui me semble en partie imméritée. L'utilisation du modèle ESR (US) pour déterminer l'âge de restes paléontologiques et l'obtention d'un âge unique pour ceux-ci, une optimisation de la détermination des différents paramètres intervenant dans les calculs d'âge, la confrontation des résultats obtenus avec ceux dérivés d'autres méthodes, à chaque fois que cela est possible, l'utilisation de différents supports ou matériaux provenant d'un même niveau stratigraphique, une meilleure description dosimétrique des gisements sont autant de progrès notables acquis au cours de ces dernières années.

Cependant, il est important d'insister sur le fait que l'ESR n'est pas une méthode miracle permettant d'obtenir des données géochronologiques fiables sur tout et n'importe quoi. La datation des carbonates et des ossements ne semble pas pertinente à l'heure actuelle, celle d'échantillons provenant de fouilles anciennes et issus de sites « historiques », aussi importants soit-ils, doit être limitée à des gisements sur lesquels il est possible d'avoir accès à une dosimétrie ou à des coupes permettant d'en réaliser une ; la datation des échantillons très récents ou très anciens ne peut être réalisée en routine pour l'instant et ne le sera sans doute pas avant un certain temps. Il faut la prendre pour ce qu'elle est, une méthode de datation paléodosimétrique, moins sensible que les méthodes de la luminescence mais applicable à une plus grande variété de matériaux, une méthode peu précise d'un point de vue géochronologique, avec des erreurs minimum de l'ordre de 15%, mais qui offre la possibilité de fournir des points de repère géochronologiques sur de nombreux gisements qu'il n'était pas possible de dater jusqu'à son utilisation. Le faible nombre de laboratoires qui l'utilisent actuellement de par le monde et la pauvreté des contacts réels de ces laboratoires entre eux ne permettent pas un développement très rapide de celle-ci, mais on peut espérer que la situation s'améliore dans le futur, notamment par le biais d'échanges d'étudiants et de post-doctorants et par la mise en commun de protocoles, de programmes de calculs et d'échantillons qui, en permettant de mieux juger des différences inter-laboratoires permettront également d'améliorer la lisibilité des résultats, passage obligatoire pour une meilleure reconnaissance de ceux-ci.

Références bibliographiques

- Adamiec, G. & Aitken, M.J. (1998) - Dose-rate conversion factors: update. *Ancient TL*, **16**, 37–50.
- Ajaja O. (1994) - *Datation de quelques sites moustériens de Catalogne et du Languedoc par la méthode U-Th. Comparaison avec la méthode ESR*. Thèse de Doctorat du Muséum National d'Histoire Naturelle, Paris, 149 p.
- Antoine, P. (1994) - The Somme Valley terrace system Northern France; a model of river response to Quaternary climatic variations since 800,000 BP. *Terra-Nova*, **6**, 453-464.
- Antoine P. & Auguste P. (2002) - La Paléofalaise et le site paléolithique d'Ault-Onival (Somme) : données anciennes et nouvelles recherches. In Hoeblich J.M. (dir.) *Les falaises de Picardie, état des lieux, enjeux, actions*, Amiens, 39-46.
- Antoine, P., Lautridou, & J.-P., Laurent, M. (2000) - Long term fluvial archives in NW France: response of the Seine and Somme Rivers to tectonic movements, climatic variations and sea level changes. *Geomorphology*, **873**, 551-563.
- Antoine P., Auguste P., Bahain J.-J., Coudret P., Depaepe P., Fagnart J.P., Falguères C., Fontugne M., Frechen M., Hatté C., Lamotte A., Laurent M., Limondin-Lozouet N., Loch J.L., Mercier N., Moigne A.M., Munaut A.V., Ponel P. & Rousseau D.D. (2003) - Paléoenvironnements pléistocènes et peuplements paléolithiques dans le bassin de la Somme (nord de la France). *Bulletin de la Société préhistorique française*, **100**, 5-28.
- Antoine P., Limondin-Lozouet N., Auguste P., Loch J.-L., Ghaleb B., Reyss J.-L., Escudé E., Carbonel P., Mercier N., Bahain J.-J., Falguères C. & Voinchet P. (2006) - Le tuf de Caours (Somme, France) : mise en évidence d'une séquence eemienne et d'un site paléolithique associé. *Quaternaire*, **17**, 281-320.
- Apers D., Debuyst R., De Canniere P., Dejehet F. & Lombard E. (1981) - A criticism of the dating by electron paramagnetic resonance (ESR) of the stalagmitic floors of the Caune de l'Arago at Tautavel. In Lumley H. de & Labeyrie J., *Absolute dating and Isotope Analysis in Prehistory - Methods and limits*, Prétirage, CNRS, Paris, 533-550.
- Bahain J.-J. (1987). *Paléomagnétisme et datation par les méthodes de la résonance de spin électronique et de la spectrométrie gamma du plancher stalagmitique de la grotte de la Basura à Toirano - Premiers résultats*, Mémoire de D.E.A., Muséum National d'Histoire Naturelle, Paris, 103 p.
- Bahain J.-J. (1993). *Datation par résonance de spin électronique (ESR) de carbonates et d'émail dentaire quaternaires - Potentiel et limites*, Doctorat du Muséum National d'Histoire Naturelle, Paris, 114 pages.
- Bahain J.-J., Yokoyama Y., Falguères C. & Sarcia M.N. (1992) - ESR dating of tooth enamel : a comparison with K-Ar dating, *Quaternary Science Reviews*, **11**, 245-250.
- Bahain J.-J., Sarcia M.N., Falguères C. & Yokoyama Y. (1993) - Attempt at ESR dating of tooth enamel of French Middle Pleistocene sites. *Applied Radiation and Isotope*, **44**, 267-272.
- Bahain J.J., Yokoyama Y., Falguères C. & Laurent M. (1994a) - Choix du signal à utiliser lors de la datation par résonance paramagnétique électronique (RPE) de calcites stalagmitiques quaternaires, *Comptes Rendus Académie des Sciences de Paris*, **318**, 375-379.
- Bahain J.J., Yokoyama Y., Masaoudi H., Falguères C. & Laurent M. (1994b) - Thermal behaviour of ESR signals observed in various natural carbonates. *Quaternary Geochronology (Quaternary Science Reviews)*, **13**, 671-674.

- Bahain J.J., Yokoyama Y., Falguères C. & Bibron R. (1995) - Datation par résonance de spin électronique (ESR) de carbonates marins quaternaires (coraux et coquilles de mollusques). *Quaternaire*, **6**, 13-19.
- Bahain J.-J., Laurent M., Falguères C., Voinchet P., Farkh S. & Tissoux H. (2002). Datation par résonance paramagnétique électronique (RPE) des formations fluviatiles pléistocènes et des gisements archéologiques ou paléontologiques associés. *Quaternaire*, **13** (2), 91-103.
- Bahain J.-J., Falguères C., Laurent M., Voinchet P., Dolo J.-M., Antoine P. & Tuffreau A. (2007a) - ESR chronology of the Somme River Terrace system and first human settlements in Northern France. *Quaternary Geochronology*, **2**, 356-362.
- Bahain J.-J., Falguères C., Voinchet P., Duval M., Dolo J.-M., Despriée J., Garcia T. & Tissoux H. (2007b) - Electron spin resonance (ESR) dating of some European late Lower Pleistocene sites. *Quaternaire*, **18**, 175-184.
- Barabas M. (1992) - The nature of the paramagnetic centres at 2.0057 and 2.0031 in marine carbonates. *Nuclear Tracks and Radiation Measurements*, **20**, 453-464.
- Barabas M., Bach A., Mudelsee M. & Mangini A. (1992) - General properties of the paramagnetic centre at $g=2.0006$ in carbonates. *Quaternary Science Reviews*, **11**, 165-171.
- Bartolomei G., Broglio A., Cassoli P., Castelletti L., Cremaschi M., Giacobini G., Malerba G., Maspero A., Peresani M. Sartorelli A. E & Tagliacozzo A. (1992) - La Grotte-Abri de Fumane. Un site Aurignacien au Sud des Alps. *Preistoria Alpina*, **28**, 131-179.
- Bischoff J.L. & Rosenbauer R.J. (1981) - Uranium-series dating of human skeletal remains from the Del Mar and Sunnyvale sites, California. *Science*, **213**, 1003-1005.
- Blackwell B., Porat N., Schwarcz H.P. & Debenath A. (1992) - ESR dating of tooth enamel: comparison with ^{230}Th / ^{234}U speleothem dates at la Chaise de Vouthon (Charente), France. *Quaternary Science Reviews*, **11**, 231-244.
- Bouchez R., Ma J.-L., Amosse J., Bruandet J.F. & Piboule M. (1987) - Résonance paramagnétique électronique (RPE). In Miskovsky J.-C. (dir) *Géologie de la préhistoire*, Géopré, Paris, 1111-1123.
- Bouchez R., Cox R., Herve A., Lopez-Carranza E., Ma J.-L., Piboule M., Poupeau G. & Rey P. (1988) - Q-band ESR studies of fossil teeth : consequences for ESR dating. *Quaternary Science Reviews*, **7**, 497-501.
- Brennan, B.J., Rink, W.J., McGuirl, E.L., Schwarcz, H.P. & Prestwich, W.V. (1997) - Beta doses in tooth enamel by "One Group" theory and the Rosy ESR dating software. *Radiation Measurements*, **27**, 307-314.
- Callens F.J., Verbeeck R.M.H., Naessens D.E., Matthys P.F.A. & Boesman E.R. (1989) - Effect of carbonate content on the ESR spectrum near $g = 2$ of carbonated calcium apatites synthesized from aqueous media. *Calcified Tissue International*, **44**, 114-124.
- Chaussé C., Voinchet P., Bahain J.-J., Connet N. & Lhomme V. (2004) - Middle and Upper Pleistocene evolution of the River Yonne Valley (France) -First results. *Quaternaire*, **15**, 53-64.
- Coltorti, M., Cremaschi, M., Delitala, M.C., Esu, D., Fornaseri, M., McPherron, A., Nicoletti, M., van Otterloo, R., Peretto, C., Sala, B., Schmidt, V. & Sevink, J. (1982) - Reversed magnetic polarity at an early Lower Palaeolithic site in Central Italy. *Nature*, **300**, 173-176.
- Coltorti, M., Féraud, G., Marzoli, A., Peretto, C., Ton-That, T., Voinchet, P., Bahain, J.-J., Minelli, A. & Thun Hohenstein, U., 2005. New $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$, stratigraphic and palaeoclimatic data on the Isernia La Pineta Lower Palaeolithic site, Molise, Italy. *Quaternary International*, **131**, 11-22
- Cremaschi M. (1998) - Grotta di Fumane. In Broglio A. *Introduzione al Paleolitico*, Editori Laterza, 153-155.

- Dansgaard, W., Johnsen S., Clausen H., Dahl-Jensen D., Gundestrup N., Hammer C., Hvidberg C., Steffensen J., Sveinbjörnsdóttir A., Jouzel J. & Bond G. (1993) - Evidence for general instability of past climate from a 250-kyr ice-core record. *Nature*, **364**, 218–220.
- De Goër De Herve A., Camus G., Miallier D., Sanzelle S., Falguères C., Fain J., Montret M. & Pilleyre T. (1993) - Le puy de Gravenoire et ses coulées, dans l'agglomération de Clermont-Ferrand (Massif central français) : un modèle inhabituel d'avalanche de débris, déclenchée par une éruption strombolienne en climat périglaciaire. *Bull. Soc. géol. France*, **164**, 783-793.
- Debuyst R., Dejehet F. & Idrissi S. (1993) - Paramagnetic centers in γ -irradiated synthetic monohydrocalcite. *Applied Radiation and Isotopes*, **44**, 293-297.
- Despriée J., Voinchet P., Bahain J.-J., Falguères C., Lorain J.-M. & Duvalard J. (2003) - Les nappes alluviales pléistocènes du Loir dans la région de Vendôme (Loir-et-Cher, France) : contexte morphosédimentaire et chronologie RPE. *Quaternaire*, **14**, 207-218.
- Despriée J., Gageonnet R., Voinchet P., Bahain J.-J., Falguères C., Duvalard J. & Varache F. (2004) - Pleistocene fluvial systems of the Creuse river (Middle Loire basin - Centre Region - France). *Quaternaire*, **15**, 77-86.
- Despriée J., Gageonnet R., Voinchet P., Bahain J.-J., Falguères C., Varache F., Courcimault G. & Dolo J.-M. (2006) - Une occupation humaine au Pléistocène inférieur sur la bordure nord du Massif central. *C. R. Palevol*, **5**, 821–828.
- Despriée J., Gageonnet R., Voinchet P., Bahain J.-J., Tissoux H., Falguères C., Dépont J. & Dolo J.-M. (sous presse) - Les nappes alluviales pléistocènes de la vallée moyenne du Cher (région Centre, France) : Contexte morphosédimentaire, chronologie RPE et préhistoire - Premiers résultats. *Quaternaire*.
- Dolo J.M., Lecerf N., Mihajlovic V., Falguères C. & Bahain J.-J. (1996) - Contribution of ESR dosimetry for irradiation of geological and archaeological samples with a ^{60}Co panoramic source. *Applied Radiation and Isotopes*, **47**, 1419-1421.
- Falguères C. (1986) - *Datations de sites acheuléens et moustériens du Midi méditerranéen par la méthode de spin électronique*. Thèse du Muséum National d'Histoire Naturelle, Paris, 173 p.
- Falguères C. (2002) - Développements et applications des méthodes des séries de l'uranium et de la résonance paramagnétique électronique à la chronologie des peuplements du Pléistocène inférieur et moyen de l'Eurasie. Thèse d'Habilitation à diriger des recherches, Université de Bordeaux 3, 104 p.
- Falguères C. & Bahain J.-J. (2002). La datation par résonance paramagnétique électronique (RPE). In Miskovsky J.-C. (ed.) *Géologie de la Préhistoire., Méthodes, techniques, applications*, Géopré, Seconde édition, 1273-1296.
- Falguères C., Shen G. & Yokoyama Y. (1988) - Datation de l'aven d'Orgnac III: comparaison par les méthodes de la résonance de spin électronique (ESR) et du déséquilibre des familles de l'uranium. *L'Anthropologie*, **92**, 727-730.
- Falguères C., Yokoyama Y. & Quaegebeur J.P. (1988) - Datation de sédiments quaternaires par la méthode de la résonance de spin électronique (ESR). *L'Anthropologie*, **92**, 723-726.
- Falguères, C., Yokoyama, Y. & Bibron, R. (1990) - Electron Spin Resonance (ESR) Dating of Hominid-Bearing Deposits in the Caverna delle Fate, Ligure, Italy. *Quaternary Research*, **34**, 121-128
- Falguères C., Yokoyama Y. & Miallier D. (1991) - Stability of some centres in quartz. *Nuclear Tracks and Radiation Measurements*, **18**, 155-161
- Falguères C., Miallier D., Sanzelle S., Fain J., Laurent M., Montret M., Pilleyre T. et Bahain J.J. (1994) - Potential use of the E' center as an indicator of initial resetting in TL/ESR dating of volcanic materials. *Quaternary Geochronology (Quaternary Science Reviews)*, **13**, 619-623.

- Falguères C., Bahain J.-J. & Saleki H. (1997) - U-series and ESR dating of teeth from Acheulian and Mousterian levels at La Micoque (Dordogne, France). *Journal of Archaeological Science*, **24**, 537-545.
- Falguères C., Bahain J.J., Yokoyama Y., Arsuaga J.L., Bermudez de Castro J.M., Carbonell E., Bischoff J.L. et Dolo J.M. (1999) - Earliest Humans in Europe : the age of Atapuerca fossils, Spain. *Journal of Human Evolution*, **37**, 343-352.
- Falguères C., Voinchet P. & Bahain J.-J. (2002) - ESR dating as a contributor to the chronology of the earliest humans in Europe. *Advances in ESR Applications*, **18**, 67-76.
- Falguères C., Bahain J.-J. & Dolo J.M. (2005a). Apport des méthodes RPE et U-Th aux études des premiers peuplements en Europe occidentale. In Tuffreau A. (Ed.) « *Peuplements humains et variations Environnementales Au Quaternaire - Colloque De Poitiers (18-20 Septembre 2000)* », British Archaeological Reports, International Series, **S1352**, 7-20.
- Falguères C., Bahain J.-J., Voinchet P., Dolo J.M. , Tozzi C. & Boschian G. (2005b). Chronologie RPE de sites du Pléistocène moyen d'Europe occidentale. In Molines, N., Moncel, M-H., & Monnier, J-L (Eds) « *Les premiers peuplements en Europe : Données récentes sur les modalités de peuplement et sur le cadre chronostratigraphique, géologique et paléogéographique des industries du Paléolithique ancien et moyen en Europe (Colloque international, Rennes, 22-25 septembre 2003)* », British Archaeological Reports, International Series, **S1364**, 33-42.
- Falguères C., Bahain J.-J., Perez-Gonzalez A., Mercier N., Santonja M. & Dolo J.-M. (2006) - The Lower Acheulian site of Ambrona, Soria (Spain): ages derived from a combined ESR/U-series model *Journal of Archaeological Science*, **33**, 149-157
- Falguères C., Bahain J.-J., Dolo J.-M., Mercier N. & Valladas H. (2007) - On the interest and the limits of using combined ESR/U-series model in the case of very late uranium uptake. *Quaternary Geochronology*, **2**, 403-408.
- Feigl F.J., Fowler W.B. & Yip K.L. (1974) - Oxygen vacancy model for the E₁ center in SiO₂. *Solid State Commun.*, **14**, 225-229.
- Gagnepain J. (1996) - *Etude magnétostratigraphique de sites du Pléistocène inférieur et moyen des Alpes-Maritimes et d'Italie: Grotte du Vallonnet, Marina Airport, Ca' Belveder di Monte Poggiolo, Isernia La Pineta, Venosa Loreto*. Thèse de Doctorat du Muséum National d'Histoire Naturelle, Paris, 333 p.
- Gagnepain J., Laurent M., Bahain J.J., Falguères C., Hedley I., Peretto C., Wagner J.J. & Yokoyama Y. (1998) - Synthèse des données paléomagnétiques et radiochronologiques du site de Ca' Belvedere di Monte Poggiolo (Romagne, Italie) et de son environnement géologique. *Actes du XIIIe congrès de l'Union Internationale des Sciences Préhistoriques et Protohistoriques*, Forli, Italie, **6**, tome II, 877-888.
- Garcia T. (2004) - *Cadres stratigraphique, magnétostratigraphique et géochronologique des hominidés fossiles du site de Dmanissi en Géorgie*. Thèse de Doctorat du Muséum National d'Histoire Naturelle, 232 p.
- Griscom D.L. & Fowler W.B. (1980) - Electron transfer model for E' center optical absorption in silicon dioxide. *Proceedings of the International Topic Conference*, Raleigh, NC (USA), 97-101.
- Grün R. (1986) - Beta attenuation in thin layers. *Ancient TL*, **4**, 1-8.
- Grün R. (1989) - Electron spin resonance (ESR) dating. *Quaternary International*, **1**, 65-109.
- Grün R. (2006) - Direct Dating of Human Fossils. *Yearbook Of Physical Anthropology*, **49**, 2-48.
- Grün R. & Macdonald P.D.M. (1989) - Non-linear fitting of TL/ESR dose responses curves. *Applied Radiation and Isotopes*, **40**, 1077-1080.

- Grün R. & Rhodes E.J. (1991) - On the selection of dose points for ESR/TL dose response curves. *Ancient TL*, **9**, 40-46.
- Grün R. & Rhodes E.J. (1992) - Simulations of saturating exponential ESR/TL dose response curves - weighting of intensity values by inverse variance. *Ancient TL*, **10**, 50-56.
- Grün R. & Schwarcz H.P. (1987) - Some problems on "ESR dating of bones". *Ancient TL*, **5**, **2**, 1-9.
- Grün R. & Schwarcz H.P. (2000) - Revised open system U-series/ESR age calculations for teeth from Stratum C at the Hoxnianan Interglacial type locality, England. *Quaternary Science Reviews*, **19**, 1151-1154.
- Grün R. & Stringer C.B. (1991). Electron spin resonance dating and the evolution of modern humans. *Archaeometry*, **33**, **2**, 153-199.
- Grün R., Schwarcz H.P. & 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.
- Grupponi G. (2004) - *Datation par les méthodes uranium-thorium (U/Th) et résonance paramagnétique électronique (RPE) de deux gisements du Paléolithique moyen et supérieur de Vénétie: la grotte de Fumane (monts Lessini- Véronne) et la grotte majeure de San Bernardino (monts Berici- Vicence)*. Dottorato Internazionale in Dinamiche ambientali, umane e comportamentali, Università degli Studi di Ferrara, 174 p.
- Hallegouet B., Monnier J.-L. & Gagnepain J. (1993) - Le site Paléolithique moyen de Piégu en Pléneuf-Val-André. *Mémoires de la Société d'émulation des Côtes-d'Armor*, **121**, 3-17.
- Hameau S. (2004) - *Datation des sites paléolithiques du Pléistocène inférieur et supérieur de Punung (Pacitan, Java). Application des méthodes ESR et U-Th aux grottes de Song Terus et Goa Tabuhan*. Thèse de Doctorat du Muséum National d'Histoire Naturelle, 200 p.
- Hameau S., Falguères C., Bahain J.-J., Semah F., Semah A.-M. & Dolo J.-M. (2007) - ESR dating in Song Terus cave (East Java, Indonesia). *Quaternary Geochronology*, **2**, 398-402.
- Hennig G.J. & Grün R. (1983) - ESR dating in Quaternary geology. *Quaternary Science Reviews*, **2**, 157-238.
- Huxtable J. & Aitken M. J. (1988) Datation par Thermoluminescence. In Tuffreau A. & Sommé J. (dir), *Le gisement paléolithique moyen de Biache-St-Vaast (Pas-de-Calais)*,. Mémoires de la Société Préhistorique Française, **21**, 107-108.
- Ikeya M. (1975) - Dating a stalactite by electron paramagnetic resonance. *Nature*, **255**, 48-50.
- Ikeya M. (1978) - Electron spin resonance as a method of dating. *Archaeometry*, **20**, 147-158.
- Ikeya M. (1982) - A model of linear uranium accumulation for ESR age of Heidelberg (Mauer) and Tautavel bones. *Japanese Journal of applied Physics*, **22**, L763-L765.
- Ikeya M. (1993) - *New applications of Electron Spin Resonance: Dating, dosimetry and microscopy*. World Scientific, Singapore, 500 p.
- Ikeya M. & Miki T. (1981) - Archaeological dose of Arago and Choukoutien materials with electron spin resonance (ESR). In Lumley H. de & Labeyrie J., *Absolute dating and Isotope Analysis in Prehistory - Methods and limits*, Prétirage, CNRS, Paris, 493-505.
- Ikeya M. & Ohmura K. (1981) - Dating of fossil shells with electron spin resonance. *Journal of Geology*, **89**, 247-251.
- Ikeya M., Miki T. & Tanaka K. (1982) - Dating of a fault by ESR on intrafault materials. *Science*, **215**, 1392-1393.
- Jonas M., Zhou L.P., Marseglia E.A. & Mellars P. (1994) - New analysis of ESR spectra of fossil tooth enamel. *Cambridge Archaeological Journal*, **4**, 139-146.

- Laurent, M. (1993) - *Datation par résonance de spin électronique (ESR) de quartz de formations quaternaires : comparaison avec le paléomagnétisme*. Thèse de Doctorat du Muséum National d'Histoire Naturelle, Paris, 104 p.
- Laurent M., Falguères C., Bahain J.J. & Yokoyama Y. (1994) - Géochronologie du système de terrasses fluviales quaternaires du bassin de la Somme par datation RPE sur quartz, déséquilibres des familles de l'uranium et magnétostratigraphie. *Comptes Rendus Académie des Sciences de Paris*, **318**, 521-526.
- Laurent M., Falguères C., Bahain J.J., Rousseau L. & Van Vliet Lanoë B. (1998) - ESR dating of quartz extracted from quaternary and neogene sediments : method, potential and limits. *Quaternary Geochronology (Quaternary Science Reviews)*, **17**, 1057-1062.
- Li T. & Etler D.A. (1992) - New Middle Pleistocene hominid crania from Yunxian in China. *Nature*, **357**, 404-407.
- Limondin-Lozouet N., Antoine P., Auguste P., Bahain J.-J., Carbonel P., Chaussé C., Connet N., Dupéron J., Dupéron M., Falguères C., Freytet P., Ghaleb B., Jolly-Saad M.C., Lhomme V., Lozouet P., Mercier N., Pastre J.-F. & Voinchet P. (2006) - Le tuf calcaire de La Celle-sur-Seine (Seine et Marne) : nouvelles données sur un site clé du stade 11 dans le nord de la France. *Quaternaire*, **17**, 5-29.
- Locht J.-L., Antoine P., Auguste P., Bahain J.-J., Debenham N., Falguères C., Farkh S. & Tissoux H. (2006) - La séquence loessique pléistocène supérieur de Savy (Aisne France) : stratigraphie, datations et occupations paléolithiques. *Quaternaire*, **17**, 269-275.
- Lyons R.G. & Brennan B.J. (1991) - Alpha/gamma effectiveness ratios of calcite speleothems. *Nuclear Tracks*, **18**, 223-227.
- Martinez M., Woda C., Walther R. & Mangini A. (2001) - An analytical model for the SO_2^- centre, ESR signal at $g = 2.0057$ in carbonates. *Applied Radiation and Isotopes*, **54**, 995-1003.
- Martini M., Sibilia M., Croci S. E & Cremaschi M. (2001) - Thermoluminescence (TL) dating of burnt flints: problems, perspectives and some example of application. *Journal of Cultural Heritage* **2**, 179-190.
- Masaoudi H. (1995) - *Application des méthodes du déséquilibre des familles de l'uranium ($^{230}\text{Th}/^{234}\text{U}$) et de la résonance de spin électronique (ESR) à la datation des sites d'Ornac 3, de Payre et de l'abri des Pêcheurs (Ardèche)*. Thèse de Doctorat du Muséum National d'Histoire Naturelle, Paris, 155 p.
- Masaoudi H., Falguères C., Bahain J.-J. & Moncel M.H. (1997) - Datation du site paléolithique moyen de Payre (Ardèche) : nouvelles données radiométriques (méthodes U/Th et ESR). *Comptes Rendus Académie des Sciences de Paris*, **324**, 149-156.
- McMorris D.W. (1970) - ESR detection of fossil alpha damage in quartz. *Nature*, **226**, 146-148.
- Mercier N., Froget L., Miallier D., Pilleyre T., Sanzelle S. & Tribolo C. (2004) - Nouvelles données chronologiques pour le site de Menez-Dregan 1 (Bretagne) : l'apport de la thermoluminescence. *Quaternaire*, **15**, 253-261
- Miallier D., Pilleyre T., Sanzelle S., Tribolo C., Mercier N., Valladas H., Froget L., Reyss J.-L., Joron, J.-L., Bahain J.-J., Falguères C. & Laurent M. (2001) - Comparaison des datations par thermoluminescence (TL) et résonance paramagnétique électronique (RPE) pour le site de Menez Dregan 1 (Finistère). *Actes des XXIe Rencontres Internationales d'Archéologie et d'Histoire d'Antibes*, Editions APDCA, 207-215.
- Michel V., Loch J.L., Antoine P., Masaoudi H., Falguères C. & Yokoyama Y. (1999) - Datation ESR/U-Th combinée de restes fauniques du site de plein air de Beauvais (France). *Comptes Rendus Académie des Sciences de Paris*, **329**, 369-375.

- Michel V., Yokoyama Y. & Loch J.-L. (2004) - Datation ESR/U-Th de dents des niveaux moustériens de Beauvais et de Bettencourt : étude comparative. *In* : Acts of the XIVth UISPP Congress, Liège, Belgium, September 2001, section 2 : Archéométrie/Archaeometry (ed. Le Secrétariat du Congrès). *BAR International Series*, 1270, p. 9-16.
- Miki T. & Ikeya M. (1978) - Thermoluminescence and ESR dating of Akiyoshi stalactite. *Japanese Journal of Applied Physics*, **17**, 1703-1704.
- Miki T. & Ikeya M. (1982) - Physical basis of a fault dating with ESR. *Naturwissenschaften*, **69**, 390-391.
- Molodkov A. (1988) - ESR dating of quaternary shells: récent advances. *Quaternary Science Reviews*, **7**, 477-484.
- Moncel M.H., Bahain J.-J., Falguères C., El Hazzazi N., Kalaï C., Masaoudi H., Mjihad M., Patou-Mathis M. & Renault-Miskovsky J. (1993) - Le site de Payre (commune de Rompon, Ardèche : un site paléolithique moyen ancien dans un contexte d'abri effondré. Premier bilan des études pluridisciplinaires : position chronologique, paléoenvironnement, paléoclimatologie. *Quaternaire*, **4**, 159-173.
- Monnier J.L., Hallegouët B., Hinguant S., Laurent M., Auguste P., Bahain J.J., Falguères C., Gebhardt A., Marguerie D., Molines N. Morzadec H. & Yokoyama Y. (1994) - A new regional group of the Lower Palaeolithic in Brittany (France), recently dated by Electron Spin Resonance. *Comptes Rendus Académie des Sciences de Paris*, **319**, 155-160.
- Peretto, C., Terzani, C. & Cremaschi, M. (eds) (1983) - *Isernia la Pineta, un accampamento piu antico di 700,000 anni*. Calderini, Bologna, 124 p.
- Peretto C., Amore F.O., Antoniazzi A., Antoniazzi Aldo, Bahain J.-J., Cattani L., Cavallini E., Esposito P., Falguères C., Gagnepain J., Hedley I., Laurent M., Lebreton V., Longo L., Milliken S., Monegati P., Ollé A., Pugliese N., Renault-Miskovsky J., Sozzi M., Ungaro S., Vannucci S., Verges J.M., Wagner J.J. & Yokoyama Y. (1998) - L'industrie lithique de Ca'Belvedere di Monte Poggiolo : Stratigraphie, matière première, typologie, remontages et traces d'utilisation. *L'Anthropologie*, **102**, 343-465.
- Pirouelle F. (2006) - *Contribution méthodologique à la datation, par les méthodes uranium-thorium (U-Th) et résonance de spin électronique (ESR), de sites moustériens de Ligurie, de France et de Belgique*. Thèse de Doctorat du Muséum National d'Histoire Naturelle, 396 p.
- Pirouelle F., Bahain J.-J., Falguères C. & Dolo J.-M. (2007) - Study of the effect of a thermal treatment on the ED determination in ESR dating of speleothems. *Quaternary Geochronology*, **2**, 386-391
- Poupeau G. & Rossi A. (1985) - Datations par résonance de spin électronique (RSE). In Roth E. & Poty B. (eds) *Méthodes de datation par les phénomènes nucléaires naturels - Applications.*, CEA, .
- Prescott, J.R. & Hutton, J.T. (1988) - Cosmic ray and gamma ray dosimetry for TL and ESR. *Nuclear Tracks and Radiation Measurements*, **14**, 223-227.
- Prescott J.-R. & Hutton J. T. (1994) - Cosmic ray contributions to dose rates for luminescence and ESR dating: large depths and long-term time variations. *Radiation Measurements*, **23**, 497-500.
- Prescott J.R. & Stephan L.G. (1982) - The contribution of cosmic radiation to the environmental dose for thermoluminescence dating, latitude, altitude and depth dependencies. *PACT*, **6**, 17-25.
- Rink W.J. (1997) - Electron spin resonance (ESR) dating and ESR applications in Quaternary science and archaeometry. *Radiation Measurements*, **27**, 975-1025.
- Roebroeks W. & van Kolfschoten T. (1994) - The earliest occupation of Europe: a short chronology. *Antiquity*, **68**, 489-503.

- Schwarcz H. P. (1985) - ESR studies of tooth enamel. *Nuclear Tracks and Radiation Measurement*, **10**, 865-867.
- Sémah, F., Sémah, A-M., Falguères, C., Déroit, F., Gallet, X., Hameau, S., Moigne, A-M., & Simanjuntak, H.T. (2004) - The significance of the Punung karstic area (eastern Java) for the chronology of the Javanese Palaeolithic, with special reference to the Song Terus cave. *Modern Quaternary Research in S-E Asia*, **18**, 45-62.
- Shen G. (1985) - *Datation des planchers stalagmitiques de sites acheuléens en Europe par les méthodes des déséquilibres des familles de l'uranium et contribution méthodologique*. Thèse de Doctorat d'Etat, Université Pierre et Marie Curie, Paris VI, 162p.
- Skinner A.F. (1983) - Overestimate of stalagmitic calcite ESR dates due to laboratory heating. *Nature*, **304**, 152-154.
- Tissoux H. (2004) - Datation par uranium-thorium et par résonance paramagnétique électronique de quelques gisements paléolithiques du Pléistocène supérieur de Catalogne (Espagne) et du sud de la France. Thèse de Doctorat du Muséum National d'Histoire Naturelle, 262 p.
- Tissoux H., Vézian R., Lumley H. De, Bahain J.-J. & Falguères C. (2004). « Datation par les séries de l'uranium (U-Th) et la résonance paramagnétique électronique (R.P.E.) combinées du gisement paléolithique de la grotte du Portel-Ouest (commune de Loubens, Ariège, France). Résultats préliminaires ». *BAR international*, **S1270**, "Acts of the XIVth UISPP congress-Section 2 – general sessions and posters", 1-8.
- Tissoux H., Falguères C., Voinchet P., Toyoda S., Bahain J.-J. & Despriée J. (2007) - Potential use of Ti-center in ESR dating of fluvial sediment. *Quaternary Geochronology*, **2**, 367-372.
- Toyoda, S. (1992) - *Production and decay characteristics of paramagnetic defects in quartz: applications to ESR dating*. Ph. D. dissertation, Osaka University, Toyonaka, Osaka, Japan.
- Toyoda S., Voinchet P., Falguères C., Dolo J.M. & Laurent M. (2000) - Bleaching of ESR signals by the sunlight : a laboratory experiment for establishing the ESR dating of sediments *Applied Radiation and Isotopes*, **52**, 1357-1362
- Tuffreau A. & Sommé J. (dir) (1988) -*Le gisement paléolithique moyen de Biache-St-Vaast (Pas-de-Calais)*. *Mémoires de la Société Préhistorique Française*, **21**, 337 p.
- Valladas H., Mercier N., Ayliffe L., Falguères C., Bahain J.-J., Dolo J.-M., Froget L., Joron, J-L., Masaoudi, H., Reyss, J-L. & Moncel, M-H. (soumis) - Radiometric dates for the Middle Paleolithic sequence of Payre (Ardèche, France). *Quaternary Geochronology*.
- Vézian J., (1989) - Les fouilles à l'entrée du Portel Ouest (Loubens, Ariège), *Bulletin de la Société Préhistorique d'Ariège*, **XLIV**, 225-261.
- Voinchet P. (2002) - *Datation par résonance paramagnétique électronique (RPE) de quartz blanchis extraits de sédiments fluviatiles pléistocènes : contribution méthodologique et application aux systèmes de la Creuse, du Loir et de l'Yonne*. Thèse de Doctorat du Muséum National d'Histoire Naturelle, 234 p.
- Voinchet P., Falguères C., Laurent M., Toyoda S., Bahain J.-J. & Dolo J.M. (2003) - Artificial optical bleaching of the aluminium center in quartz. Implications to ESR dating of sediments. *Quaternary Geochronology (Quaternary Science Reviews)*, **22**, 1335-1338.
- Voinchet P., Bahain J.-J. , Falguères C., Laurent M., Dolo J.M., Despriée J., Gageonnet R. & Chausse C. (2004) - ESR dating of quartz extracted from Quaternary sediments : Application to fluvial terraces system of Northern France. *Quaternaire*, **15**, 135-141.
- Voinchet P., Falguères C., Bahain J.-J., Laurent M., Despriée J., Dolo J.M., Gageonnet R. & Chausse C. (2005) - Datation par RPE de sédiments fluviatiles Contribution à la connaissance des peuplements anciens du nord de la France. In *MOLINES, N., MONCEL, M-H., & MONNIER, J-L (Eds) « Les*

premiers peuplements en Europe : Données récentes sur les modalités de peuplement et sur le cadre chronostratigraphique, géologique et paléogéographique des industries du Paléolithique ancien et moyen en Europe (Rennes, 22-25 septembre 2003)», British Archaeological Reports, International Series, S1364, 43-52.

Voinchet P., Falguères C., Tissoux H., Bahain J.-J., Despriée J. & Pirouelle F. (2007) - ESR dating of fluvial quartz: Estimate of the minimal distance transport required for getting a maximum optical bleaching. *Quaternary Geochronology*, **2**, 363-366.

Voinchet P., Despriée J., Gageonnet R., Bahain J.-J., Tissoux H., Falguères C., Depont J., Dolo J.-M. & Courcimault G. (sous presse) - Datation par RPE de quartz sédimentaire des formations alluviales du bassin de la Loire moyenne en région Centre : mise en évidence de l'importance de la tectonique quaternaire et de son influence dans la géométrie des dépôts. *Quaternaire*.

von Koenigswald W. & van Kolfschoten T. (1996) - The *Mimomys-Arvicola* boundary and the enamel thickness quotient (SDQ) of *Arvicola* as stratigraphic markers in the Middle Pleistocene. In Turner A. (ed), "The early Middle Pleistocene in Europe", Balkema, Rotterdam, 211-226.

Walther R. & Zilles D. (1994) - ESR studies on bleached sedimentary quartz. *Quaternary Geochronology (Quaternary Science Reviews)*, **13**, 611-64.

Walther R., Barabas M. & Mangini A. (1992) - Basic ESR studies on recent corals. *Quaternary Science Reviews*, **11**, 191-196.

Weil J.A. (1984) - A review of electron Spin Spectroscopy and its applications to the study of paramagnetic defects in crystalline quartz. *Phys. Chem. Minerals*, **10**, 149-165.

Williams C.T. & Marlow C.A. (1987) - Uranium and thorium distributions in fossil bones from Olduvai Gorge, Tanzania and Kanam, Kenya. *Journal of Archaeological Science*, **14**, 297-309.

Wright P.M., Weil J.A., Buch T. & Anderson J.H. (1963) - Titanium color centers in rose quartz. *Nature*, **197**, 246-248.

Yokoyama Y. (1989) - Direct gamma-ray spectrometric dating of Anteneandertalian and Neandertalian human remains. Hominidae. *Proceedings of the second International Congress of Human Palaeontology*. Milan, Jaca Book, 387-390.

Yokoyama Y., Nguyen H.V., Quaegebeur J.P., & Poupeau G. (1982a) - Some problems encountered in the evaluation of annual dose rate in the electron spin resonance dating of fossil bones. *PACT*, **6**, 103-115.

Yokoyama Y., Quaegebeur J.P., Bibron R., Léger C., Nguyen H.V. & Poupeau G. (1981a) - Electron spin resonance (ESR) dating of stalagmites of the Caune de l'Arago at Tautavel. In Lumley H. de & Labeyrie J., *Absolute dating and Isotope Analysis in Prehistory - Methods and limits*, Prétirage, CNRS, Paris, 507-532.

Yokoyama Y., Quaegebeur J.P., Bibron R., Léger C., Nguyen H.V., & Poupeau G. (1981b) - Electron spin resonance (ESR) dating of bones of the Caune de l'Arago at Tautavel. In Lumley H. de & Labeyrie J., *Absolute dating and Isotope Analysis in Prehistory - Methods and limits*, Prétirage, CNRS, Paris, 457-492.

Yokoyama Y., Quaegebeur J.P., Bibron R., Léger C., Nguyen H.V. & Poupeau G. (1982b) - Datation du site de l'Homme de Tautavel par la résonance de spin électronique (ESR). *Comptes Rendus Académie des Sciences de Paris*, **294**, série II, 759-764.

Yokoyama Y., Quaegebeur J.P., Bibron R. & Léger C. (1983) - ESR dating of Paleolithic calcite : Thermal annealing experiment and trapped electron life time. *PACT*, **9**, 371-379.

- Yokoyama, Y., Bibron, R. & Léger, C. (1985a) - ESR dating of Palaeolithic calcite: Fundamental studies. *Nuclear Tracks*, **10**, 929-936.
- Yokoyama Y., Falguères C. & Quaegebeur J.P. (1985b) - ESR dating of quartz from quaternary sediments : first attempt. *Nuclear Tracks*, **10**, 921-928.
- Yokoyama Y., Falguères C. & Quaegebeur J.P. (1986) - ESR dating of sediment baked by lava-flows: comparison of palaeodoses for Al and Ti centers. In : *ESR dating and dosimetry*, Ionics, Tokyo, 197-204.
- Yokoyama Y., Bibron R. & Falguères C. (1988) - Datation absolue des planchers stalagmitiques de la grotte du Vallonnet à Roquebrune-Cap-Martin (Alpes-Maritimes) France, par la résonance de spin électronique (ESR). *L'Anthropologie*, **92**, 429-436.
- Zeller E.J., Levy P.W. & Mattern P.L. (1967). Geologic dating by electron spin resonance. Proceedings of the Symposium on radioactive dating and low level counting (IAEA, Wien), 531-540.
- Zimmerman D.W. (1971) - Thermoluminescence dating using fine grains from pottery. *Archaeometry*, **13**, 29-52.
- Zuccarello A. (2005) - *Aspetti metodologici e problematiche nell'applicazione della Risonanza Paramagnetica Elettronica alla caratterizzazione e datazione di cristalli naturali*. Thèse de doctorat en physique, université de Catane, 168 p

Liste des figures

| | |
|--|----|
| Figure 1 : Effet de l'irradiation naturelle sur un minéral et processus de piégeage dans les défauts du système cristallin des électrons et " trous " ainsi produits (d'après Ikeya, 1978) | 9 |
| Figure 2 : Effet Zeeman et résonance paramagnétique électronique (d'après Poupeau & Rossi, 1985 ; Grün, 1989 ; Ikeya, 1993) | 12 |
| Figure 3 : Représentation schématique d'un spectromètre ESR. | 13 |
| Figure 4 : Effets de l'anisotropie du champ cristallin sur un spectre de poudre selon la symétrie locale du centre paramagnétique considéré (d'après Grün, 1989) | 14 |
| Figure 5 : Détermination de la paléodose D par la méthode de l'addition | 16 |
| Figure 6 : Impact du type de pondération utilisé sur l'obtention de la courbe de croissance théorique et de la paléodose pour un échantillon d'émail dentaire provenant du site de la Celle sur Seine (étude non publiée réalisée en collaboration avec Jean-Michel Dolo) | 18 |
| Figure 7 : Impact du type de pondération utilisé sur l'obtention de la courbe de croissance théorique et de la paléodose pour un échantillon d'émail dentaire provenant du site de Dmanisi (étude non publiée réalisée dans le cadre de la thèse de Tristan Garcia en collaboration avec Jean-Michel Dolo)..... | 19 |
| Figure 8 : Spectres ESR de différents types de carbonates quaternaires (d'après Bahain <i>et al.</i> , 1994) | 22 |
| Figure 9 : Comportement de h-3 et h-1 lors d'un recuit prolongé à 190°C (d'après Yokoyama <i>et al.</i> , 1983) | 24 |
| Figure 10 - Effet de recuits isochrones cumulés de 16 heures sur les principaux signaux ESR observés dans les carbonates en fonction de la nature et de la minéralogie des carbonates étudiés (d'après Bahain <i>et al.</i> , 1994) | 25 |
| Figure 11 : Plan de la Grotta della Basura à Toirano en Italie et position des salles du Fascio et de Cibelle où ont été réalisées en 1984 les carottages dans les planches stalagmitiques qui font l'objet de l'étude..... | 28 |
| Figure 12 : Résultats de l'analyse magnétostratigraphique réalisé en collaboration avec Piotr Tucholka des carottes BF1 et BC2 prélevées dans la Grotta della Basura à Toirano (Italie) (d'après Bahain, 1987)..... | 29 |
| Figure 13 : Âges obtenus par U-Th sur la carotte Basura Fascio 1 (BF1) (Bahain, 1993 ; Bahain <i>et al.</i> , 1993 ; Shen, comm. pers.) | 30 |
| Figure 14 : Dispositif de dépôt pour préparation des pastilles pour irradiation alpha (1) et dispositif d'irradiation (2) (d'après Yokoyama <i>et al.</i> , 1981 ossement.) | 31 |

| | |
|---|----|
| Figure 15 : Âges ESR obtenus sur la carotte BF1 de la grotta della Basura de Toirano en utilisant des valeurs de 0,05 et 0,17 pour le facteur k..... | 34 |
| Figure 16 : Effet du traitement thermique sur l'intensité du signal à $g = 2.0057$ (h1) et sur la paléodose qui en dérive par comparaison avec celles obtenues à partir des signaux h-3 et BL (d'après Pirouelle <i>et al.</i> , 2007) | 35 |
| Figure 17 -Spectre ESR d'hydroxyapatite de l'émail d'une dent de cheval provenant du site de Trinchera Dolina, Atapuerca, Espagne | 37 |
| Figure 18 - Courbes d'incorporation de l'uranium obtenues pour quelques valeurs du paramètre p (d'après Grün <i>et al.</i> , 1988) | 39 |
| Figure 19 - Données U-Th et ESR obtenues pour les échantillons du site d'Ambrona (Soria, Espagne) (Falguères <i>et al.</i> , 2006, 2007) | 41 |
| Figure 20 – Comparaison des âges moyens obtenus sur dents (modèle US) et ossements (modèle USIC) provenant de différents sites du Pléistocène moyen et supérieur (moyenne arithmétique) | 42 |
| Figure 21 – Spectres ESR de centres aluminium et titane observés dans le quartz à la température de l'azote liquide (77K) (Toyoda <i>et al.</i> , 2000) | 44 |
| Figure 22 – Décroissance de l'intensité du centre aluminium de quartz actuels et fossiles en fonction de leur exposition aux rayons d'une lampe UV (Voinchet <i>et al.</i> , 2003, 2004) | 47 |
| Figure 23 – Détermination de la dose archéologique DA d'un quartz blanchi (Laurent <i>et al.</i> , 1998). Dr représente la dose résiduelle de l'échantillon qu'il n'est pas possible de blanchir et DE est la dose équivalente totale..... | 48 |
| Figure 24 – Coupe transversale synthétique du système de terrasses de la Somme près d'Amiens (d'après Antoine <i>et al.</i> , 2003) et résultats obtenus par ESR sur les différentes formations alluviales de celui-ci (Bahain <i>et al.</i> , 2007) | 50 |
| Figure 25 – Coupe transversale synthétique du système de basses terrasses de l'Yonne près de Sens (d'après Chaussé <i>et al.</i> , 2004) et résultats ESR obtenus sur les différentes formations alluviales (Voinchet <i>et al.</i> , 2005)..... | 52 |
| Figure 26 – Localisation stratigraphique des principales occupations paléolithiques échantillonnées dans la séquence pédosédimentaire du nord de la France et corrélation avec les variations du $\delta^{18}\text{O}$ du GRIP (Dansgaard <i>et al.</i> , 1993) (d'après Antoine <i>et al.</i> , 2003) | 55 |
| Figure 27 –Coupe synthétique du gisement pléistocène moyen de Biache-Saint-Vaast (d'après Tuffreau, 1988) et ensemble des résultats géochronologiques obtenus sur le gisement..... | 56 |
| Figure 28 –Coupe synthétique du gisement paléolithique moyen de Piégu (d'après Hallegouet <i>et al.</i> , 1993) et ensemble des résultats géochronologiques obtenus par ESR et ESR/U-Th sur le gisement | 57 |

| | |
|---|----|
| Figure 29 – Données U-Th et ESR obtenues pour les échantillons du site D’Isernia la Pineta (Molise, Italie) (Falguères <i>et al.</i> , 2007)..... | 60 |
| Figure 30 – Âges ESR obtenus sur des sédiments prélevés sur différents sites d’Emilie Romagne et sur le site archéologique de Ca’ Belvedere di Monte Poggiolo (d’après Peretto <i>et al.</i> , 1998)..... | 62 |
| Figure 31 – Âges ESR obtenus sur les échantillons du Portel Ouest (Tissoux, comm. pers.) | 63 |
| Figure 32 - Coupe stratigraphique de la Grotte de Fumane (Cremaschi,1998) | 64 |
| Figure 33 – Log stratigraphique synthétique du site de Payre et âges obtenus par différentes méthodes radiométriques (U/Th, ESR et TL) et placés en fonction de la profondeur des chantillons et des stades isotopiques marins (MIS) (Valladas <i>et al.</i> , soumis) | 65 |
| Figure 34 – Âges ESR obtenus sur ossements (carrés rouges) et dents (ronds verts) provenant du site de San Bernardino (Grupponi, 2004) | 67 |
| Figure 35 – Âges ESR (US) obtenus sur les échantillons des couches Tabuhan et Terus de la Grotte de Song Terus (Hameau, 2004)..... | 68 |

Liste des tableaux

| | |
|---|----|
| Tableau 1 - Paléodoses obtenues à partir des différents signaux observés dans des calcites de spéléothèmes provenant de différents sites pléistocènes du Bassin méditerranéen (Données extraites de ¹ Falguères, 1986 ; ² Yokoyama <i>et al.</i> , 1988 ; ³ Masaoudi, 1995 ; ⁴ Falguères et al, 1990 ; ⁵ Pirouelle, 2005) | 27 |
| Tableau 2 - Paléodoses obtenues après irradiation gamma et alpha des échantillons de Basura et du Vallonnet et valeurs du facteur k obtenues à partir des signaux h-1 (g=2.0057) et h-3 (g=2.0007) | 32 |
| Tableau 3 - Paléodoses et âges obtenus à partir des signaux h-3 (g=2.0007), h-1 (g=2.0057) et Large raie (BL, g=2.0040) sur les échantillons de la carotte Basura Fascio 1 pour trois valeurs du facteur k : k=0,05 (Lyons & Brennan, 1991) ; k=0,17 (ce travail) ; k=0,265 (Yokoyama, comm. pers ; Bahain, 1993 ; Bahain <i>et al.</i> , 1994) | 33 |
| Tableau 4 – Âges moyens obtenus sur dents et ossements provenant de divers sites paléolithiques du Pléistocène moyen et supérieur (âges recalculés à partir des données d’Ajaja (1994), Masaoudi (1995), Michel <i>et al.</i> (1999), Tissoux (2004) et Grupponi (2004) et de données non publiées) | 43 |

Annexes

Texte de la présentation orale et diapositives Powerpoint

Merci Monsieur (ou Madame) le Président,

Avant de vous commencer cette présentation, je voudrais remercier chaleureusement les différentes personnes de l'université Michel de Montaigne-Bordeaux 3 sans lesquelles cette soutenance n'aurait pu avoir lieu aujourd'hui : monsieur SINGARAVELOU, le Président de l'université, Madame LY, la vice présidente Recherches, Mesdames MANDOUCE, LANDRY et VEILLON du service Re.Val.Ed, qui ont bien voulu raccourcir sensiblement le délai normal entre avis du conseil scientifique et date de soutenance qui est passé dans mon cas de six semaines à cinq jours et bien sur Pierre GUIBERT qui a eu l'infortune d'être le lien entre Bordeaux 3 et moi ! Merci également à tous les membres du jury qui ont du composer avec ce timing raccourci et à vous tous qui avait pris la peine de venir ici aujourd'hui.

Comme l'indique le titre de cette présentation, je vais vous parler de l'application de la méthode de datation par résonance de spin électronique (plus couramment appelée ESR) au sein du Muséum national d'Histoire naturelle au cours des vingt dernières années.

Comme vous le savez sans doute, la méthode de datation ESR est une méthode paléodosimétrique, c'est-à-dire qu'elle utilise les échantillons comme des dosimètres naturels qui ont enregistré la dose totale de radiation qu'ils ont reçue depuis leur formation ou leur enfouissement. Comme les méthodes de la luminescence, la méthode ESR est fondée sur l'accumulation au cours du temps d'électrons piégés dans des défauts du système cristallin des minéraux sous l'effet de la radioactivité naturelle. L'équation d'âge peut s'exprimer classiquement comme ceci : la dose totale de radiation D classiquement appelée paléodose est fonction de la dose de radiation reçue annuellement par l'échantillon d_a et du temps. Pour réaliser une datation ESR, il faut donc déterminer ces deux paramètres, paléodose et dose annuelle.

La détermination de la paléodose se fait en utilisant la spectrométrie ESR. En fait, on va s'intéresser aux caractéristiques magnétiques des échantillons et notamment au paramagnétisme des électrons célibataires piégés. Les électrons sont animés d'un mouvement de rotation sur eux-mêmes, appelé spin, et qu'ils possèdent une charge négative, le spin

entraîne la formation d'un moment magnétique. Si on place un électron dans un champ magnétique intense, il va s'orienter par rapport à ce dernier et deux positions vont alors être possible en fonction du sens de rotation. A ces deux orientations vont correspondre deux niveaux d'énergie, appelés niveaux Zeeman. Si maintenant on envoie une micro-onde sur notre échantillon, on va pour une certaine valeur de fréquence de celle-ci pouvoir induire des transitions entre ces deux niveaux d'énergie. On observera alors une absorption d'une partie de l'énergie de la micro-onde et la dérivée première de ce signal d'absorption correspond au signal mesuré par ESR. Chaque signal ESR est caractéristique de la matière analysé et fournira des informations sur la position au sein du cristal de l'électron correspondant.

Pour déterminer la paléodose, on utilise la méthode dite de l'addition. On vieillit artificiellement l'échantillon en l'irradiant à des doses croissantes puis on trace un diagramme reportant la variation de l'intensité ESR du signal considéré en fonction de la dose d'irradiation ajoutée. L'extrapolation de la courbe de croissance obtenue à une ordonnée zéro fournit la paléodose.

La détermination de la dose annuelle peut se fait en déterminant la contribution de chaque type de rayonnement (α , β , γ , cosmiques) auxquelles est soumis l'échantillon durant une année. K est un facteur correctif lié au fait que les rayons alpha entraînent la création de moins d'électrons piégés que les rayons bêta ou gamma. On peut également exprimé la dose annuelle en fonction de l'origine (interne ou externe) de ces rayonnements. La détermination de la dose annuelle nécessite la mesure des activités en radioéléments des différents échantillons et de leur environnement et une mesure de dosimétrie in situ par spectrométrie gamma ou pose de dosimètres TL.

La création au Muséum d'une équipe consacrée à la datation ESR a été rendue possible à partir de l'arrivée au Muséum et à l'IPH d'Henry de Lumley en 1981. Il travaillait en effet depuis plusieurs années avec Yuji Yokoyama alors au Centre des Faibles Radioactivités de Gif sur Yvette et souhaitait développer au sein du laboratoire de préhistoire du Muséum une équipe de géochronologie utilisant des méthodes applicables sur les sites du Pléistocène moyen en milieu carbonaté. A partir de 1989, grâce à l'arrivée au Muséum de Yuji, à l'intégration de Christophe Falguères au CNRS et à l'acquisition des chaînes de spectrométrie

alpha et gamma, ce laboratoire allait devenir effectif, même si les mesures ESR furent faites dans un premier temps à Paris VII, jusqu'à l'acquisition en 2000 d'un spectromètre ESR.

Les principaux supports étudiés au Muséum sont des matériaux classiquement trouvés sur les sites du Pléistocène moyen : des carbonates de grottes, des coraux et des coquilles de mollusques, des restes paléontologiques de mammifères et des quartz chauffés ou extrait de sédiments.

Les carbonates de grottes et les ossements furent les supports le plus utilisés dans un premier temps, puis une partie des travaux fut orientée vers l'étude du quartz sédimentaire, des carbonates marins et des quartz chauffés, dans le cadre de la thèse de Christophe Falguères. Ce dernier matériau allait ensuite devenir un support d'étude privilégié alors que dans le cadre de ma thèse fut initié au sein de cette équipe l'étude de l'émail dentaire. Bientôt, vers le milieu des années 1990, l'étude par ESR des ossements et des carbonates fut quasiment abandonnée alors que quartz sédimentaires et émail dentaire devenaient les matériaux les plus utilisés et ce n'est que très récemment que des études portant sur les carbonates ont été ré initiées.

Je vais maintenant vous présenter succinctement les raisons de ces modifications de stratégies analytiques, en commençant par le cas des carbonates. Ces derniers sont en effet de très bons enregistreurs paléoclimatiques et de bons supports pour les analyses géochronologiques car ils se comportent généralement comme de systèmes fermés vis-à-vis de l'uranium. Comme de plus, des carbonates sont souvent interstratifiés avec des niveaux archéologiques, paléolithiques, il est naturel que leur étude fût privilégiée dans un premier temps.

Les spectres ESR des carbonates présentent un certain nombre de caractéristiques communes, mais différent néanmoins sensiblement selon la nature de l'échantillon (spéléothèmes, corail, coquilles de mollusque) et sa minéralogie (calcite ou aragonite). Trois signaux appelés h-1, b et h-3, attribués respectivement à des radicaux sulfites pour les deux premiers et carbonatés pour le troisième y sont généralement observés, quelque soit la nature du carbonate étudié. A ces signaux s'ajoute dans le cas des carbonates de grotte un signal plus large appelé avec originalité la large raie.

A partir de la fin des années 1970 et au cours de la première moitié des années 1980, Yuji et son équipe ont beaucoup travaillé sur les spectres ESR des spéléothèmes. Ils ont notamment

décomposé les spectres ESR observés souvent complexe comme on peut le voir ici sur un échantillon de la Caune de l'Arago, en signaux élémentaires. On peut voir sur cette décomposition que le spectre de cet échantillon, après soustraction du signal du manganèse, en plusieurs signaux qui se chevauchent plus ou moins et qui rendent souvent difficile la mesure des intensités respectives de chacun d'entre eux.

Yuji travailla également sur le comportement de ces différents signaux lors d'un traitement thermique et se rendit compte qu'un recuit prolongé entraînait la disparition de la plupart des signaux observés dans l'échantillon naturel, simplifiant ainsi les mesures. Seul le signal h-1 voyait son intensité augmenter lors de ce protocole. Il préconisa donc l'utilisation de ce dernier signal pour déterminer les paléodoses après traitement thermique de l'échantillon à une température de l'ordre de 180° pendant 16 heures.

L'application de ce protocole sur un certain nombre d'échantillon du Bassin méditerranéen indiquait alors que les paléodoses déterminées à partir de h-3 était généralement plus petite que celles obtenues en utilisant la large raie ou h-1. Yuji conclut à partir de cette constatation que h-3 n'était pas un signal suffisamment stable pour autoriser son utilisation afin de déterminer la paléodose d'échantillons relativement anciens pour lesquels il préconisait plutôt l'utilisation de la large raie ou d'h-1. Cependant, en raison de l'association du centre carbonaté responsable de h-3 et d'une molécule d'au au sein du piège observé, le traitement thermique préconisée par Yuji entraînait pas seulement la vidange du piège en question mais également sa destruction. Il décida alors, en 1984, d'estimer la stabilité géologique du signal h-3 en travaillant sur un plancher stalagmitique épais. C'est ainsi que débuta l'étude de la Grotta della Basura à Toirano en Italie.

Cette grotte se situe à Toirano en Ligurie et est célèbre pour la variété et la beauté des ces concrétions carbonatées. Dans certaines salles du réseau, long d'environ 400 m, se sont développés des planchers stalagmitiques qui peuvent atteindre plus de deux mètres d'épaisseur. En 1984, Henry de Lumley et Yuji Yokoyama y firent réaliser plusieurs carottages et l'étude de ces carottes me fut confiée lors de mon arrivée au Muséum en 1986 pour mon DEA, puis cette étude fut poursuivie lors de ma thèse de doctorat.

Une étude magnétostratigraphique me permit d'observer à la base d'un de carottes relevées dans la salle du Fascio la présence d'une polarité magnétique négative alors que la plus grande partie du plancher s'était mis en place pendant une période normale. Les analyses U-

Th réalisées lors de ma thèse me permirent de proposer que cette inversion de polarité magnétique correspondait très probablement à l'inversion Matuyama – Brunhes, datée de 780 ka. Ceci a depuis été appuyé par des analyses TIMS réalisées par Shen Guanlung de la Normal University de Nanjing en Chine.

La partie ESR de mon travail me permit de montrer que sur la partie supérieure du plancher les paléodoses déterminées à partir des signaux h-3, LR et h-1 sont tout à fait équivalentes ce qui veut dire que les âges ESR obtenus pour ces trois signaux le seront également. Par contre après une partie où les valeurs de paléodoses restent dans les marges d'incertitude mais commencent à s'éloigner les unes des autres, dans la partie basse du plancher les paléodoses obtenues à partir de h-3 sont sensiblement inférieures à celles obtenues par les deux autres signaux. Dans ces épais planchers stalagmitiques, l'essentiel de la dose annuelle y compris de la dose gamma est issue de la formation stalagmitique elle-même et la dose interne représente ainsi la contribution principale à la dose annuelle. Dans ce type d'environnement peu radioactif, la détermination du facteur d'efficacité alpha k prend une importance considérable. Lors de mon travail, j'ai déterminé un facteur k de 0,17 pour un échantillon de cette carotte et les âges ESR calculés en l'utilisant semblent donner raison à Yuji, puisque les âges ESR déterminés à partir de h-1 et de la large raie sont très cohérents vis-à-vis des autres données disponibles. Il faut cependant souligner que l'utilisation d'un facteur k plus faible, de l'ordre de 0,05, comme préconisé dans la littérature, conduit à une conclusion diamétralement opposé et les âges ESR dérivant de h-3 se rapprochent plus des données indépendantes. Cet imbroglio ne permet donc pas complètement de résoudre le problème.

A la même période, au début des années 1990, on assista au développement des méthodes U-Th par spectrométrie de masse (notamment du TIMS). Sur cet exemple, que Christophe avait d'ailleurs présenté lors de sa soutenance d'HDR il y a 5 ans, on peut se rendre compte de la révolution que cela entraîna en ce qui concerne l'étude géochronologique des carbonates. Cette stalagmite du site ardéchois d'Ornac fut successivement datée par spectrométrie alpha, par ESR puis par TIMS. On observe clairement que si l'ESR présentait un intérêt vis-à-vis de la spectrométrie alpha sur des échantillons relativement anciens, son utilisation à des fins chronologiques ne revêt plus la même importance à la vue des incertitudes associées aux dates TIMS. C'est donc vers cette dernière méthode et vers l'ICP-MS que la majeure partie des études chronologiques sur carbonates s'orienta par la suite, y compris au Muséum.

Passons maintenant à la datation des restes paléontologiques de grands mammifères. Ossements et dents sont fréquemment récoltés sur les sites archéologiques où ils sont généralement des indicateurs de l'activité des préhistoriques. Leur datation permet donc de dater directement des faits archéologiques. Il est par contre apparu très rapidement que contrairement à la majeure partie des carbonates, ossements et dents n'étaient pas des systèmes géochimiquement clos et qu'ils incorporaient divers éléments au cours de la fossilisation et notamment de l'uranium. Il est donc nécessaire de décrire l'évolution de la teneur en uranium dans les différents tissus osseux et dentaires pour reconstruire les variations de dose annuelle et calculer un âge ESR. En 1988, Grün, Schwarcz et Chadam proposèrent un modèle couplant ESR et U-Th, modèle qui permettait de déterminer pour chaque tissu analysé un paramètre d'incorporation p rendant compte de la cinétique d'incorporation de l'uranium. Dès les premières utilisations d'émail dentaire comme support analytique au Muséum, lors de ma thèse, Yuji m'incita à utiliser ce modèle de préférence aux modèles plus fixistes utilisés auparavant. L'un des avantages de ce modèle US, qui respecte donc à la fois les données analytiques U-Th et ESR, est qu'il permet d'obtenir un seul et unique âge pour chaque échantillon analysé. L'émail dentaire présente par ailleurs l'avantage de subir moins de modifications lors de la fossilisation que les autres tissus osseux et semble donc mieux convenir aux études géochronologiques.

Nous tentâmes également d'appliquer ce modèle sur les ossements mais les fortes teneurs en uranium généralement observées dans ces derniers nous incitèrent à proposer un modèle dans lequel nous considérions que le signal ESR observé était liée aux zones pauvres en uranium de l'échantillon, car nous pensions que dans les zones riches en uranium, les particules alpha émises lors de la désintégration de l'uranium détruisaient complètement le réseau cristallin local et que la création de pièges ESR était nulle, ce qui revient à utiliser un facteur k égal à 0. L'utilisation des ossements comme support analytique n'est donc qu'une solution de fortune, qu'il faut proscrire chaque fois que cela est possible. Cependant, pour vérifier qu'il s'agissait d'une possibilité permettant de dater des gisements sur lesquels les autres supports classiques n'étaient pas disponibles, des analyses comparées os- dents provenant des mêmes niveaux ont été tentées sur différents gisements. On voit sur ce diagramme que les âges moyens obtenus sur les deux types de supports ne sont pas très différents mais ce n'est qu'une illusion ; En fait la reproductibilité des résultats obtenus sur ossements est beaucoup moins bonne que sur dents.

Lorsque l'on applique le modèle US, trois cas de figures peuvent généralement être observés :

- 1- l'âge ESR (EU) est supérieur aux âges U-Th obtenus sur chacun des tissus dentaires, les facteurs p sont alors calculable pour tous les tissus et l'âge US est bien représentatif de l'âge du support.
- 2- L'âge ESR (EU) est inférieur aux âges U-Th obtenus sur chacun des tissus dentaires. Le modèle US n'est alors par définition pas applicable et je considère personnellement que l'âge ESR (EU) est le seul calculable et représente la meilleure approximation possible de l'âge de l'échantillon.
- 3- Maintenant si l'âge ESR (EU) est supérieur à au moins l'un des âges U-Th, un facteur p est calculable pour le tissu correspondant à la condition de considérer que les autres tissus ont incorporé l'uranium de façon précoce (c'est-à-dire en bloquant le facteur p de ces derniers à $p=-1$). On observe ce type de comportement pour deux classes d'échantillons : tout d'abord, les échantillons récents, du Pléistocène supérieur récent et ceci reflètent souvent en fait la difficulté de réaliser des analyses U-Th précise, en raison des faibles teneurs en uranium, des teneurs encore plus faible en thorium et des petites quantité d'échantillon disponible. Il faut cependant signaler que pour ces échantillons la contribution principale à la dose totale est liée à la dose externe, notamment gamma qui représente souvent plus de 90% de la dose totale. La détermination de la dose interne revêt donc une importance moins cruciale et l'approximation engendrée par le blocage des facteurs p me parait raisonnable. Par contre, si ce type de comportement est observé sur des échantillons anciens, ceci est du à quelque chose de complètement différent. Pour ces derniers, on est généralement hors du domaine classique d'utilisation de la spectrométrie alpha et les rapports Th/U observés sont généralement supérieurs à 1. Il devient alors très difficile d'utiliser le modèle US car la détermination de paramètres cruciaux dans le calcul de la dose interne, comme la teneur en uranium initiale, prend une importance considérable.

Troisième type de support dont je voulais vous parler aujourd'hui, le quartz est un minéral extrêmement courant de la nature et qui a fait l'objet de nombreuses études minéralogiques et notamment ESR ce qui fait que sa structure est bien définie. Au Muséum, on utilise généralement le centre aluminium pour la datation mais le quartz présente d'autres centres ESR potentiellement utilisables dont les centres titane également observables sur cette figure.

L'un des spécificités du quartz est que ce n'est pas la formation du minéral que l'on cherche à dater mais un événement postérieur à celle-ci, recuit ou blanchiment lié à une exposition à la lumière. Ceci complique un peu le protocole de détermination de la paléodose à partir du centre aluminium pour les quartz blanchis, car la remise à zéro du signal n'est que partielle.

On doit donc d'abord déterminer l'intensité maximale de blanchiment de chaque échantillon en effectuant un blanchiment artificiel de ce dernier en laboratoire, puis cette intensité est utilisée pour déterminer la dose totale de radiation reçue par l'échantillon depuis sa dernière exposition à la lumière, c'est-à-dire en fait depuis son enfouissement. Malgré cette légère complication du protocole d'analyse, le reste de l'étude reste très classique.

Je vais maintenant vous présenter quelques-uns des thématiques sur lesquelles j'ai travaillé au cours de ces vingt années. Comme Christophe il y a cinq ans, je parlerai de l'établissement d'un cadre chronologique des premiers peuplements de l'Eurasie à travers la datation des sites paléanthropologiques et archéologiques, j'insisterai aujourd'hui également sur des études plus géologiques et notamment sur l'intérêt de travailler sur des systèmes géologiques régionaux disposant d'un moyen de contrôle chronostratigraphique indépendant, notamment sur l'étude des systèmes fluviaux étagés et des séquences pédosédimentaires en zone loessique.

L'étude de système de terrasses fluviales est dans ce sens particulièrement intéressante, car la géométrie même de ces étagements est un point de repère chronologique. Depuis quelques années, les travaux menés en collaboration avec Pierre Voinchet et Jackie Despriée sur plusieurs affluents de la Loire relève de cette approche mais c'est de la vallée de la Somme que je vais vous parler aujourd'hui. Outre son intérêt archéologique, la vallée de la Somme présente également l'intérêt d'être étudiée géologiquement depuis plus d'un siècle et demi et d'avoir un cadre stratigraphique très bien établi, notamment grâce aux travaux menés ces dernières années par Pierre Antoine. Un système de dix nappes alluviales étagées a pu ainsi être mis en évidence et dans le cadre de différents programmes de recherche et des fouilles organisées par Alain Tuffreau et Jean-Luc Lochet, Michel Laurent et moi avons eu la chance de pouvoir échantillonner plusieurs de celles-ci. Voici les résultats obtenus sur ces dernières : On voit aisément que l'âge ESR obtenu sur les différents échantillons analysés augmente en même temps que l'altitude relative de la terrasse dont ils proviennent. Ces données chronologiques permettent de confirmer que chaque nappe alluviale est le bilan d'un cycle

glaciaire-interglaciaire et que le début de l'incision dans la région d'Amiens date du Pléistocène inférieur. Ceci est également confirmé par l'étude de la couverture pédosédimentaire de ces formations alluviales, le nombre de paléosols de rang interglaciaire augmentant avec l'altitude relative des nappes.

Sur des périodes plus récentes, de la fin du Pléistocène moyen et du Pléistocène supérieur, on peut également utiliser le cadre pédosédimentaire comme point de repère géochronologique à la vue de la précision de cet enregistrement. Comme de nombreux niveaux paléolithiques sont interstratifiés dans ces formations, la datation de restes paléontologiques issus de ces derniers m'a semblé particulièrement intéressante. Je vais l'illustrer ici avec l'exemple du site de Biache-Saint-Vaast dans le Pas de Calais. Sur ce site paléanthropologique du Pléistocène moyen, des échantillons de dents et d'ossements provenant de différents niveaux de la stratigraphie ont été analysés. Les âges U-Th obtenus sur la quasi-totalité des échantillons sont supérieurs aux âges ESR (EU). Malgré ce phénomène, les âges ESR (EU) obtenus sur les différents échantillons sont très reproductibles et cohérents avec la stratigraphie qui présente deux paléosols de rang interglaciaire et un de rang inférieur que nous proposons d'attribuer au stade 7.3. Un âge de l'ordre de 230 ka est proposé pour les deux crânes humains recueillis sur le gisement.

Pour illustrer maintenant l'intérêt de la méthode ESR pour préciser la chronologie des premiers peuplements d'Eurasie au Pléistocène, je vous parlerai du site de Ca' Belvedere di Monte Poggiolo, en Romagne, dans le nord de l'Italie. Ce site, fouillé dans les années 1980-1990 par Carlo Peretto, a livré des milliers d'artefacts lithiques, découverts principalement dans des dépôts deltaïques azoïques. Des sédiments furent donc analysés par ESR sur différentes localités marines ou littorales de cette région, parallèlement à une étude magnétostratigraphique réalisée par Jean Gagnepain. Ces travaux montrèrent que tous ces dépôts s'étaient donc mis en place au cours du Pléistocène inférieur et que l'âge du site paléolithique était d'environ 1 million d'années.

L'ESR permet surtout d'obtenir des données intéressantes sur des sites du Pléistocène moyen et du Pléistocène supérieur ancien. Je voudrais vous illustrer ceci avec l'étude de la Grotta di Fumane menée avec Giulia Gruppioni il y a quelques années. Ce site de Vénétie, fouillée par Alberto Broglio de l'université de Ferrare est une séquence majeure du Paléolithique moyen d'Europe occidentale. La stratigraphie peut se subdiviser en quatre ensembles correspondant

de la base au sommet à des sables résiduels, à un ensemble de brèches, à des niveaux fortement anthropisés, puis à des dépôts de versants. Les premières données chronologiques obtenues par C-14 et par TL sur silex chauffés proposaient d'attribuer l'ensemble de la séquence archéologique au Pléistocène supérieur. Par contre, les âges ESR (US) que nous avons obtenu nous ont conduit à proposer une autre chronologie, plus longue pour la mise en place de ce remplissage et des niveaux archéologiques qu'il contient.

Pour conclure cet exposé, je voudrais vous parler de l'orientation future de mes recherches, dans la continuité de celles réalisées depuis ma prise de fonction au Muséum, il y aura dix ans dans dix jours. En terme de supports, même si dents et quartz blanchis vont rester les supports privilégiés, je souhaite reprendre un peu l'étude des carbonates notamment en raison de la reprise des travaux menés sur la Grotta della Basura dans le cadre d'études paléoclimatiques menées dans le cadre d'un programme Eclipse sous la coordination de Louis Rousseau. J'espère également poursuivre l'étude des systèmes fluviaux du Bassin de Paris, pour aboutir assez rapidement à une synthèse régionale, qui nous sera pourquoi pas présentée lors de l'HDR de Pierre Voinchet. Je souhaite également poursuivre les études des formations loessiques et travertineuses qui permettent des approches pluridisciplinaires indispensables pour consolider les résultats ESR. Au niveau méthodologique, une tentative d'adaptation des protocoles d'analyse des dents pour permettre la datation des échantillons anciens doit absolument être tentée même si elle est très délicate comme l'ont montré ces dernières années les travaux de Tristan Garcia, Jean-Michel Dolo et aujourd'hui de Mathieu Duval. Par ailleurs la confrontation systématique des données ESR sur sédiments avec celles obtenues par OSL ou TL me semble aujourd'hui nécessaire de même que la comparaison ESR –TMS ou ICP-MS sur carbonates. A ces développements purement géochronologiques, l'utilisation de l'ESR pour caractériser des traitements anthropiques, comme la cuisson, effectué dans le cadre de la thèse de Matthieu Lebon me semble devoir être une piste de recherche à poursuivre au cours des prochaines années. Enfin, il est bien évident que je compte poursuivre les études entreprises sur la datation de sites paléolithiques à travers notamment la datation de niveaux archéologiques du Pléistocène inférieur et moyen, pour préciser notamment la chronologie du Peuplement acheuléen de l'Eurasie et le cadre chronostratigraphique des sites paléolithiques de Chine

Merci de votre attention !!

Université Michel de Montaigne Bordeaux 3
 Demande d'habilitation à diriger des recherches

*La méthode de datation par résonance de spin électronique (ESR)
 au Muséum national d'histoire naturelle*

*Vingt ans de recherches méthodologiques
 et d'applications géochronologiques*

présenté par

Jean-Jacques BAHAIN

Maître de Conférences
 Département de Préhistoire du Muséum national d'Histoire naturelle,
 USM 0204 du Muséum national d'Histoire naturelle - UMR 5198 du CNRS

Vendredi 21 décembre 2007

**La méthode de datation par résonance de spin électronique
 = une méthode paléodosimétrique**

basée sur l'accumulation d'électrons piégés au cours du temps dans des défauts du système cristallin des minéraux

Equation d'âge

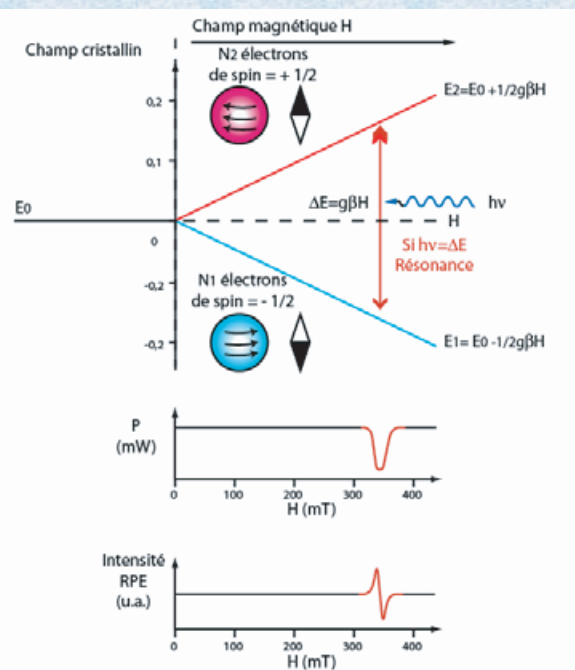
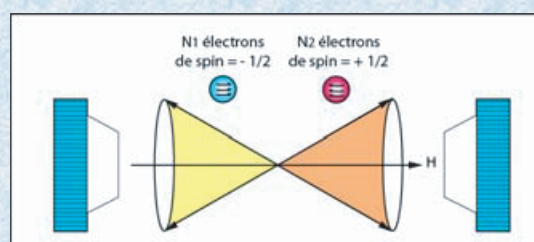
$$D = \int_0^T d_a(t) \cdot dt$$

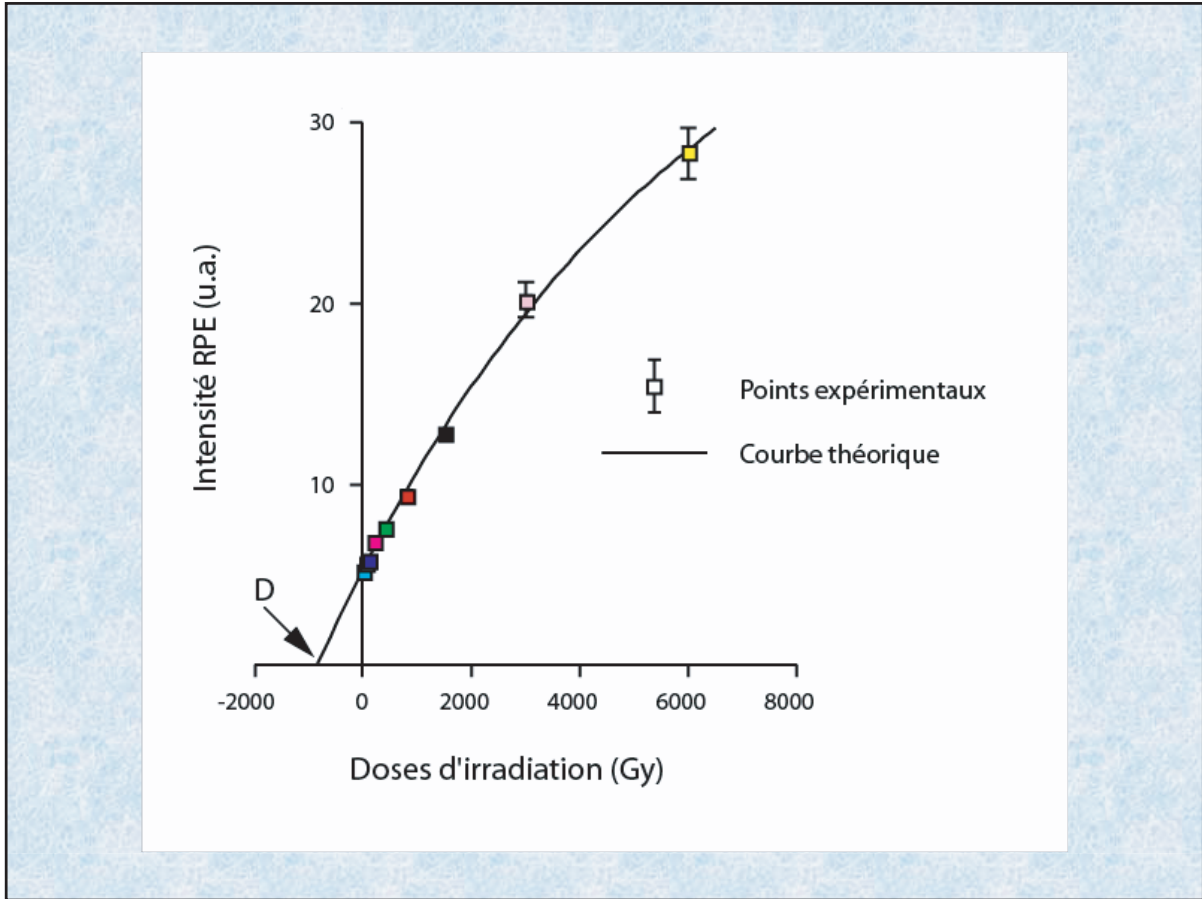
D = Dose de radiations reçues par l'échantillon
 au cours de son histoire géologique (Paléodose)

$d_a(t)$ = Dose de radiations reçues par l'échantillon
 en un an (dose annuelle)

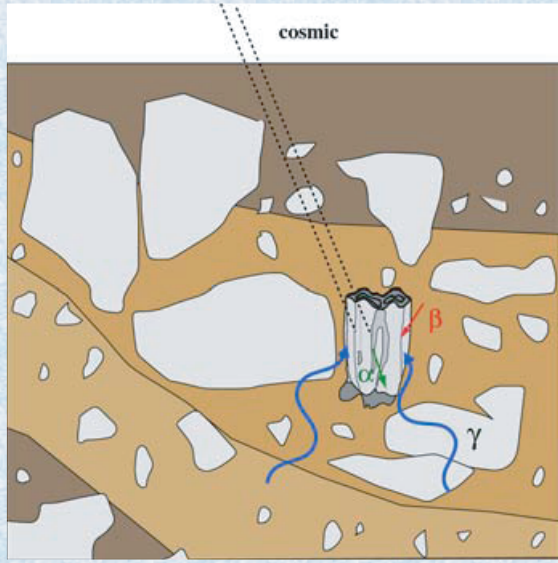
T = Age de l'échantillon

Détermination de la paléodose par spectrométrie ESR





Détermination de la dose annuelle



$$d_a = kd_\alpha + d_\beta + d_\gamma + d_{\text{cosmique}}$$

avec k = facteur d'efficacité α

$$d_a = d_{\text{externe}} + d_{\text{interne}}$$

d_{interne} : calculée à partir des teneurs

d_{externe} : soit calculée à partir des teneurs, soit mesurée *in situ*

Historique des recherches sur la datation ESR menées au Muséum national d'Histoire naturelle

1981

Pr. Henry de LUMLEY



Institut de Paléontologie Humaine

Yuji YOKOYAMA



1989



Spectrométrie alpha

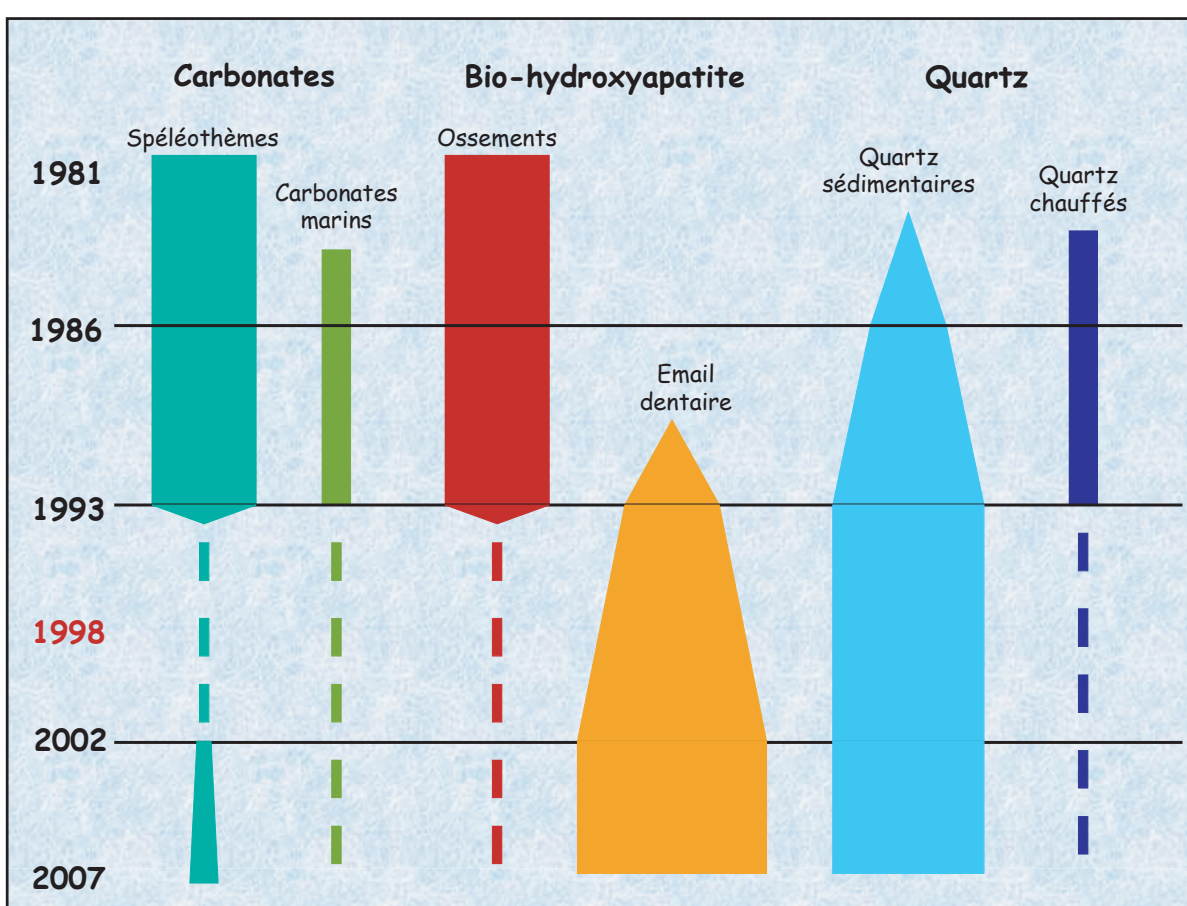
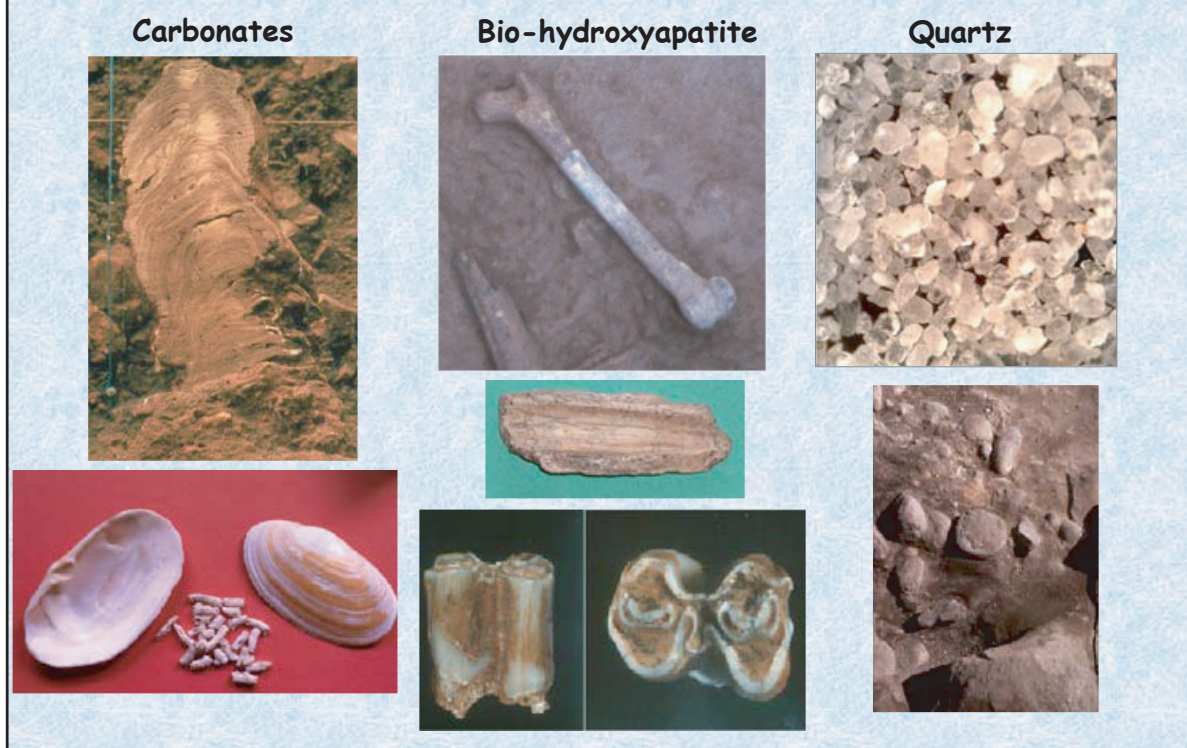


Christophe FALGUÈRES



Spectrométrie gamma

Principaux matériaux archéologiques et géologiques utilisés en datation ESR au Muséum



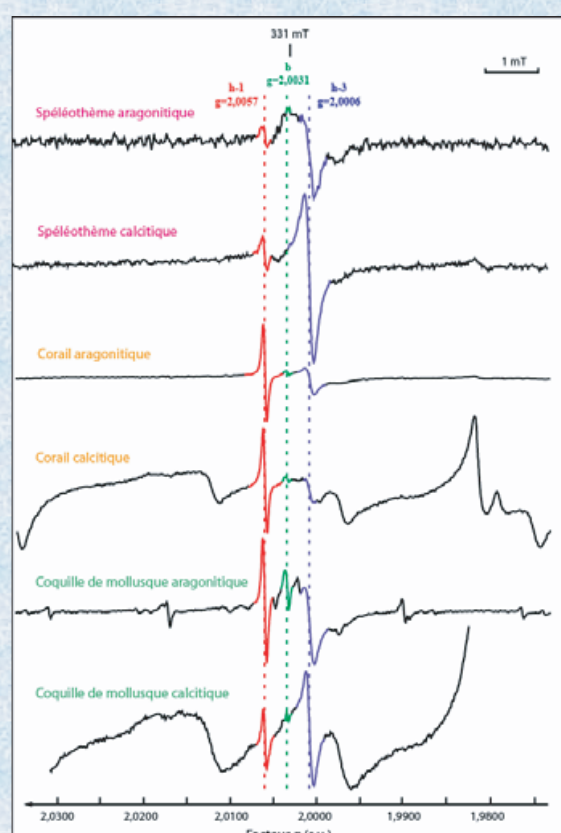
Datation de carbonates

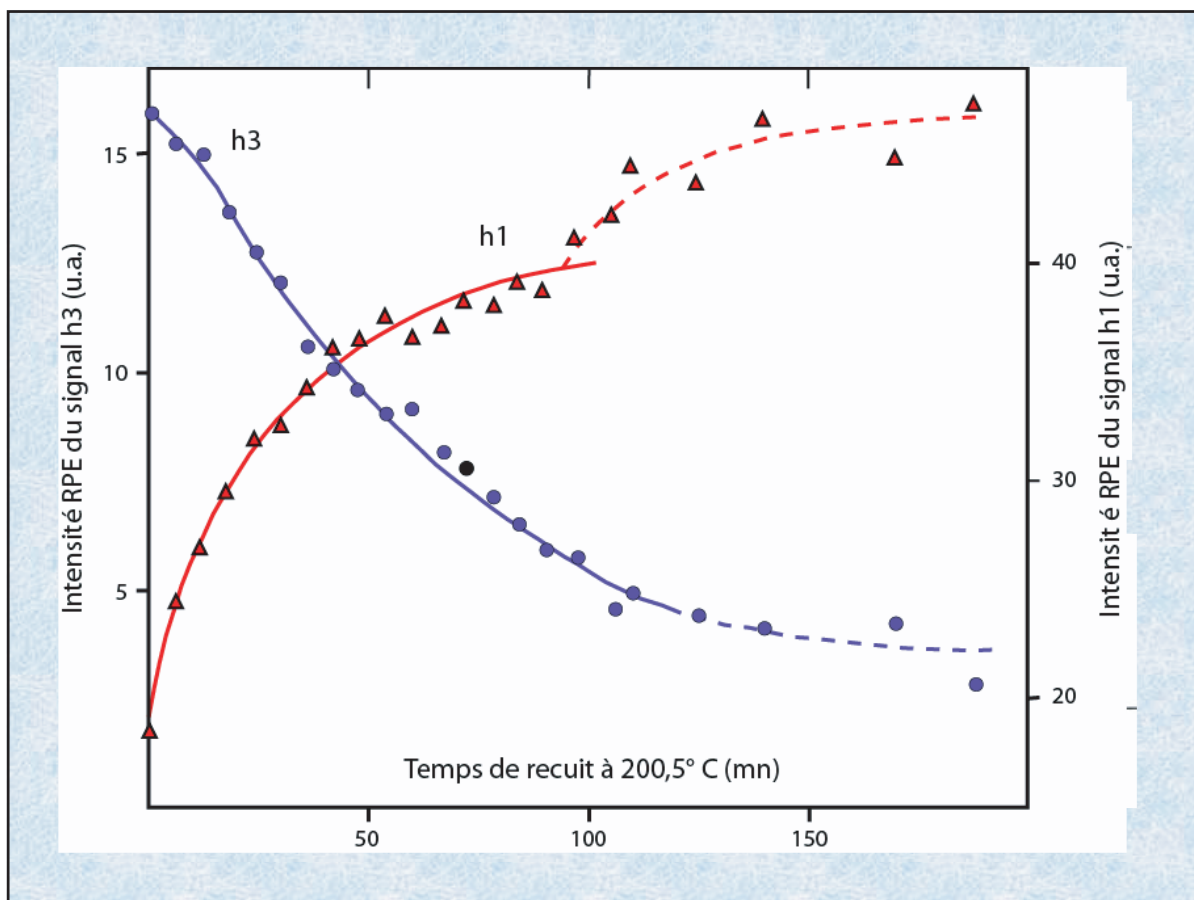
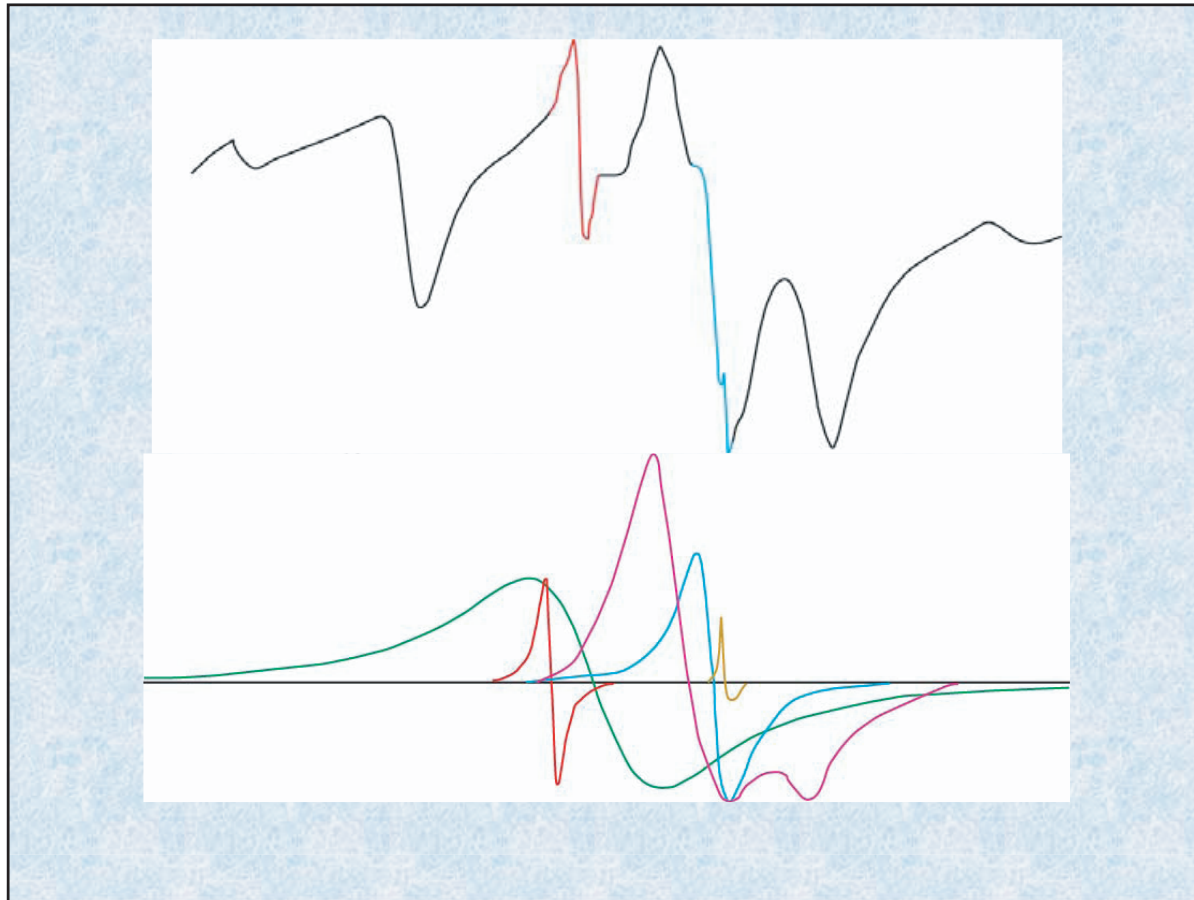
Bon indicateur climatique
 Bon support pour les analyses chronologiques (système fermé)

Spectres ESR relativement simples mais différents selon la nature de l'échantillon (spéléothèmes, corail, coquilles de mollusque) et sa minéralogie (calcite ou aragonite).

Trois raies radio-sensibles isotropes à $g=2,0057$ (h-1), $g=2,0036$ (b) et $g=2,0007$ (h-3), attribuées respectivement à des radicaux $SO_2^{\cdot-}$, $SO_3^{\cdot-}$ et $CO_2^{\cdot-}$ associé à une molécule d'eau sont généralement observées.

Dans les spectres de spéléothèmes, on observe ainsi fréquemment un signal large, centré sur $g = 2,0040$, appelé large raie (LR), qui semble être stabilisé par la présence d'acides humiques dans l'échantillon.





Paléodoses obtenues à partir des différents signaux observés dans des calcites de spéléothèmes provenant de différents sites pléistocènes du Bassin méditerranéen (essentiellement dans des études effectuées de 1981 à 1986)

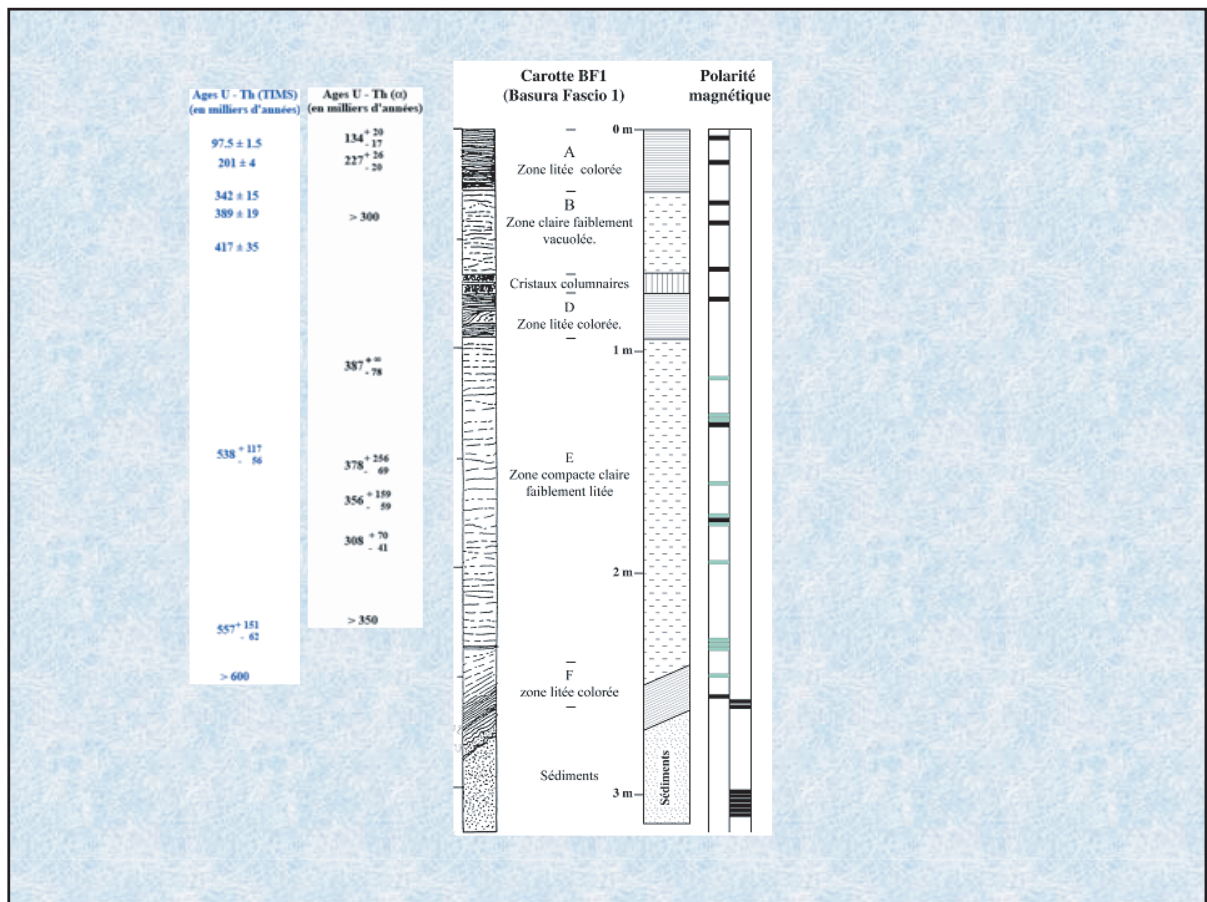
$$D_E \text{ h-3} < D_E \text{ LR} \approx D_E \text{ h-1}$$

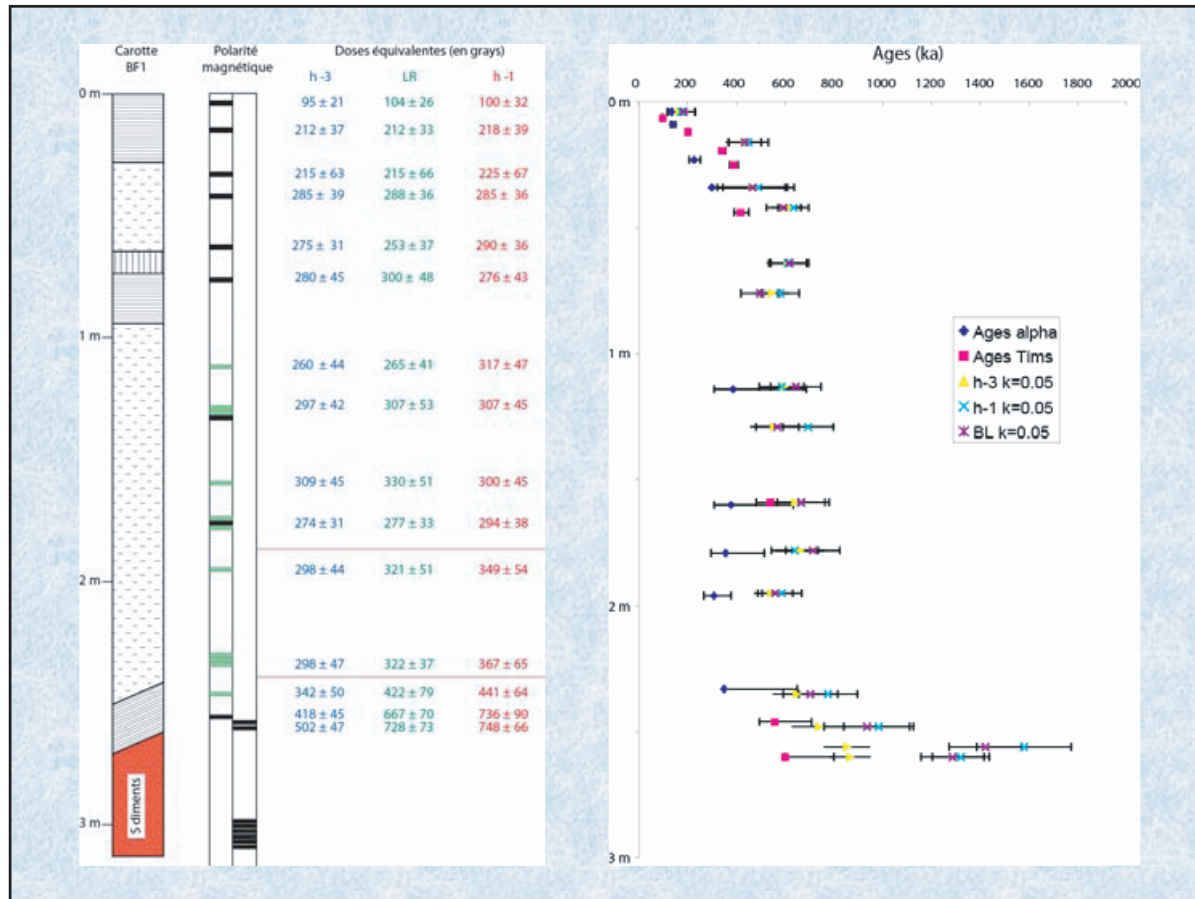


Sous-estimation des paléodoses en utilisant h-3 en raison d'une plus faible stabilité thermique



Utilisation de h-1 ou LR préconisée pour les échantillons anciens
Mais nécessité d'estimer la stabilité géologique de h-3 avant de conclure

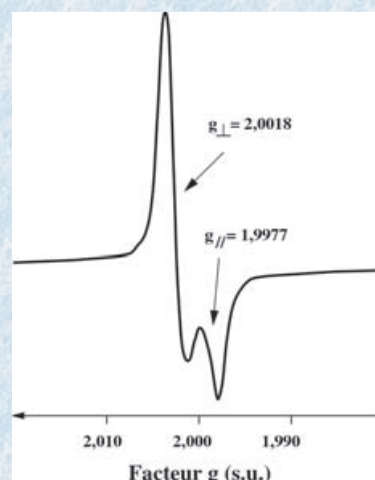




| Echantillons | U (ppm) | Signal | DE (Gy) | Age (ka) | | |
|--------------|---------|--------|---------|--------------------------|-------------------------------|------------------------|
| | | | | RPE | U-Th | TIMS |
| ORG82-2 | 0.097 | h1 | --- | --- | --- | --- |
| | | h3 | 50 ± 7 | non dét. | 356 +266 / -76 ⁽²⁾ | --- |
| | | LR | 110 ± 4 | 309 ± 34 ⁽¹⁾ | --- | --- |
| ORG94-4 | 0.101 | h1 | 81 ± 16 | 349 ± 111 ⁽³⁾ | --- | --- |
| | | h3 | 54 ± 20 | 239 ± 99 | --- | 318 ± 9 ⁽⁴⁾ |
| | | LR | 82 ± 4 | 355 ± 88 | --- | --- |

Ages RPE et U-Th (spectrométrie alpha et TIMS) obtenus sur deux calcites de la base du plancher stalagmitique d'Orgnac 3, entre les niveaux 6 et 5b.
 (1) Falguères, 1986 ; (2) Shen, 1985 ; (3) Masaoudi, 1995 ; (4) Ayliffe, non publié

Datation de bio-hydroxyapatite (ossements et dents de grands mammifères)

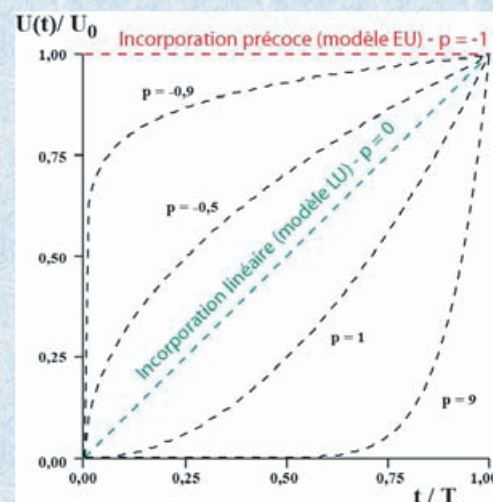



Datation directe des niveaux d'occupation humaine du Pléistocène...

... mais l'histoire de l'incorporation d'uranium dans les différents tissus dentaires après l'enfouissement conduit à utiliser des modèles mathématiques pour décrire le phénomène.

$$U(t) = U_0(t/T)^{p+1}$$

(Grün et al., 1988)





| | Email | Dentine | Cément et ossement |
|---|--------------------|------------------|--------------------|
| Composés organiques (%) | 0,4 - 0,8 | 20 | 25 |
| Eau (%) | 3,2 - 3,6 | 10 | 25 |
| Phase minérale (%) | 96 - 97 | 70 | 50 |
| dont : Hydroxyapatite (%) | 100 | 50 | 50 |
| Phase amorphe (%) | 0 | 50 | 50 |
| Taille moyenne des cristaux (angströms) | 260 x 300 x 680 | 30x 500 x 500 | 50 x 400 x 400 |

Email dentaire = tissu entièrement cristallisé, pauvre en eau et en matière organique

⇒ subit moins de modifications chimiques et structurales au cours de la fossilisation que la dentine, le cément et les ossements

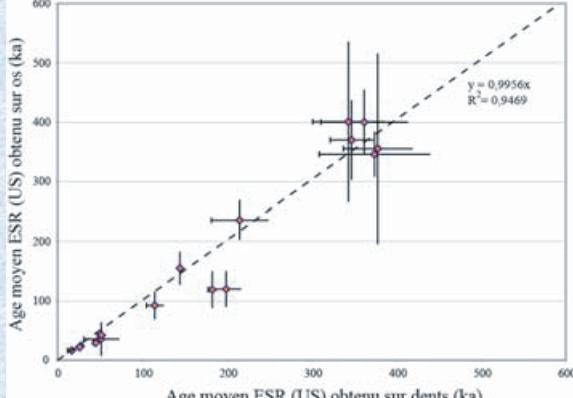
⇒ convient donc mieux aux études géochronologiques.

Ossement = incorporation d'uranium souvent très importante

⇒ impossibilité d'utiliser les modèles d'incorporation classique

⇒ nécessité de tenir compte d'une anti-corrélation entre signal ESR et teneur en uranium

⇒ Support à n'utiliser que par obligation



Trois groupes d'échantillons

Age ESR (EU) < Age U-Th (EU) _{c,d,e}


Le modèle US n'est pas applicable

L'âge ESR (EU) est le seul calculable et représente un âge maximum

Echantillons récents

Teneurs en U et Th faibles

Prépondérance de la dose externe



Age ESR (EU) < Age U-Th (EU) _{c ou d ou e}

Le modèle US n'est applicable qu'en bloquant le facteur p = -1 pour le(s) tissu(s) en question

L'âge ESR (US) est calculable et représente une estimation raisonnable de l'âge de l'échantillon

Echantillons anciens

Rapports ²³⁰Th/²³⁴U >> 1

Difficulté à utiliser le modèle US

Ages moins solides

Age ESR (EU) > Age U-Th (EU) _{c,d,e}

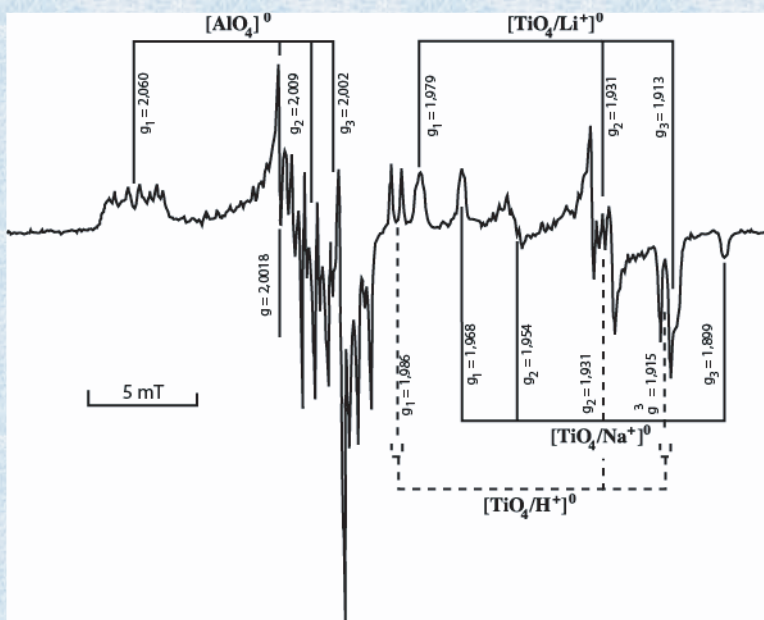
Le modèle US est applicable et un facteur p calculable pour chaque tissu

L'âge ESR (US) est le plus représentatif de l'âge de l'échantillon

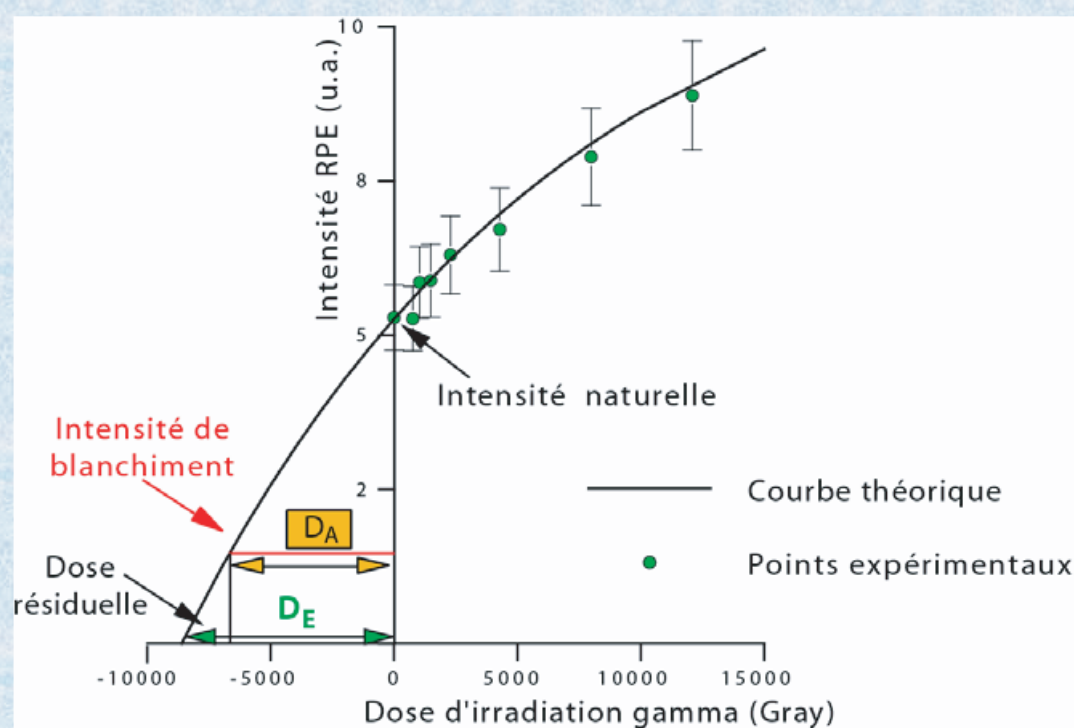
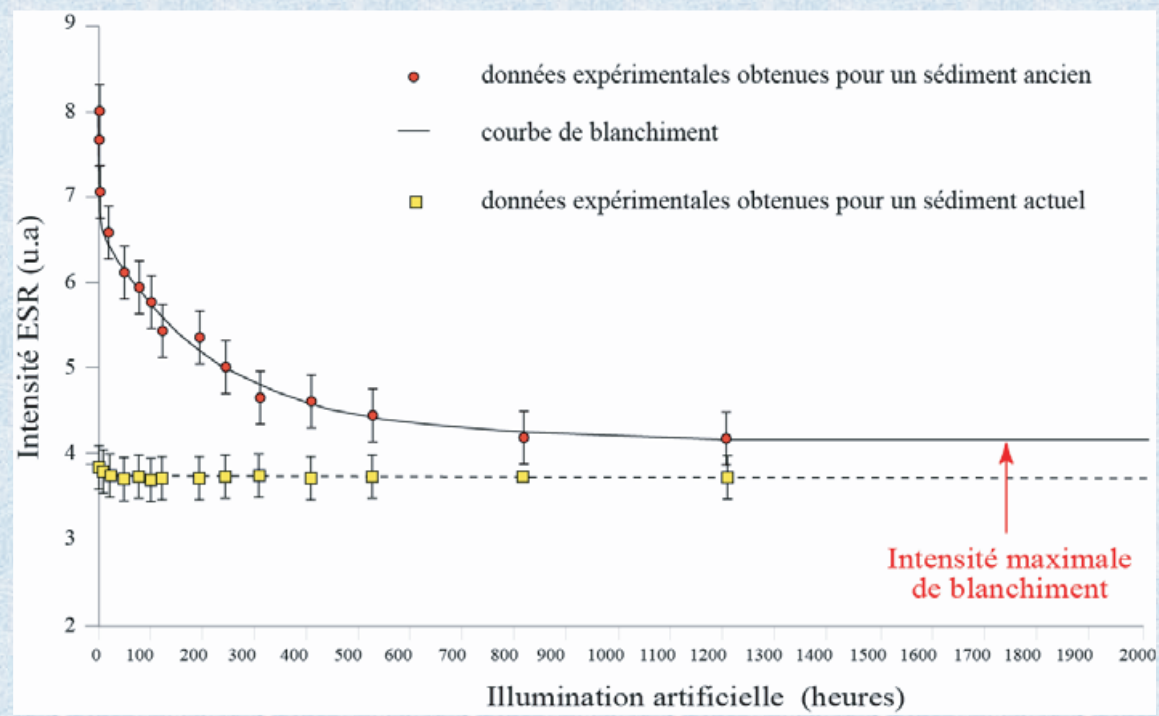
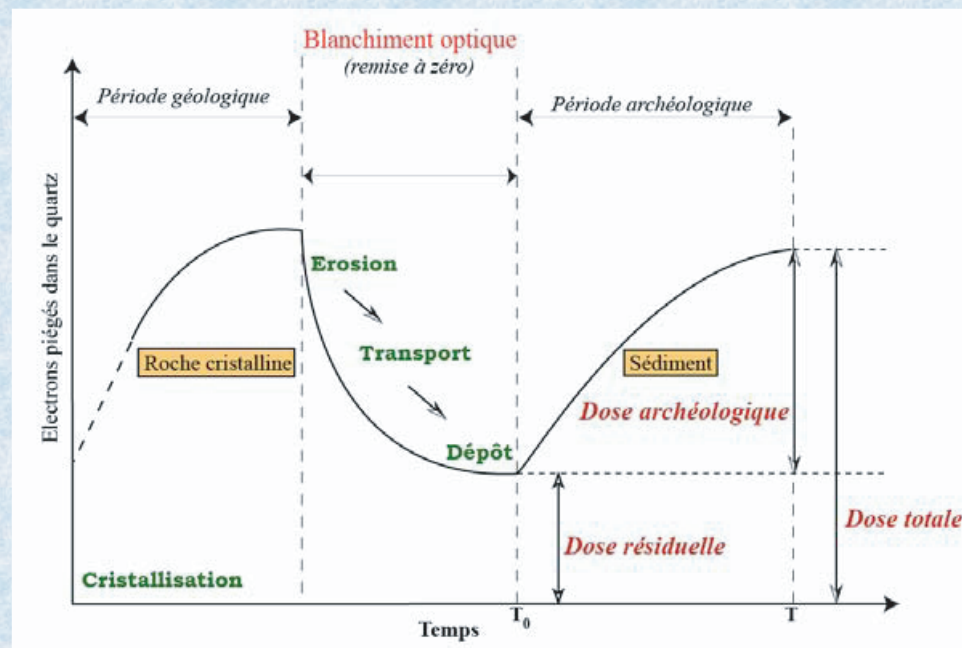
Matériel ubiquiste Quartz

Spectres ESR assez complexes mais structure cristalline bien connue

Centre Aluminium généralement utilisé pour la datation...



... mais ce n'est pas la formation du cristal qui est datée mais un événement postérieur à celle-ci (recuit ou exposition à la lumière), événement qui peut n'entraîner qu'une remise à zéro partielle du signal ESR



Contribution à la chronologie des occupations paléolithiques d'Europe occidentale à travers la datation de matériaux archéologiques et géologiques

Etablissement de cadres chronostratigraphiques régionaux

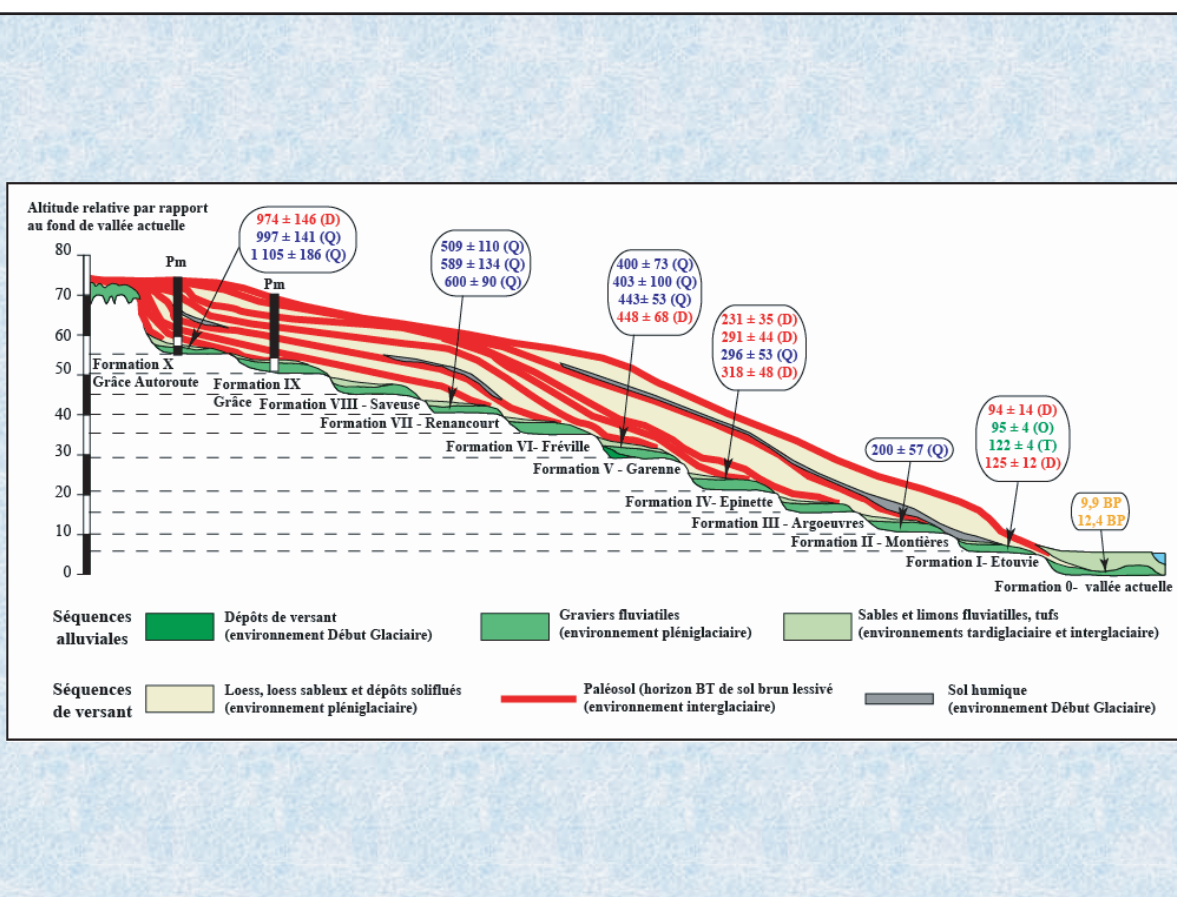
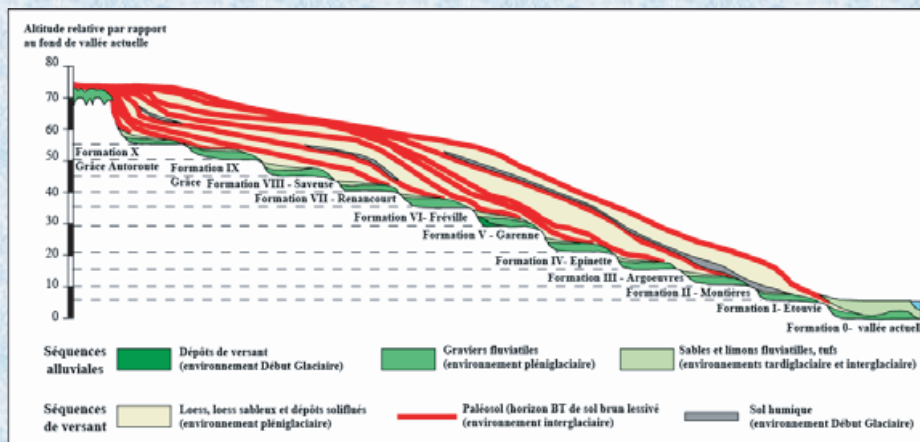
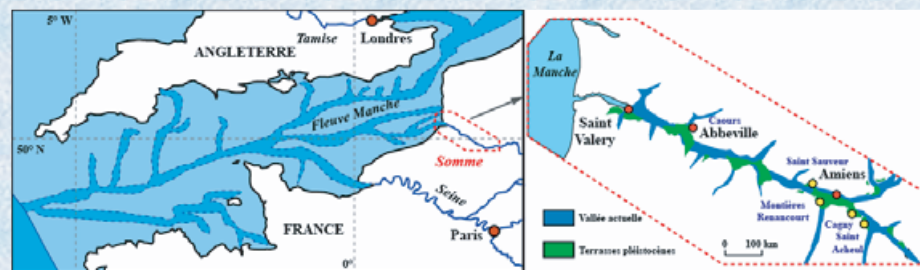
- Etude des systèmes fluviatiles pléistocènes
- Séquences pédosédimentaires pléistocènes en contexte loessique

Chronologie des premiers peuplements de l'Eurasie au Pléistocène

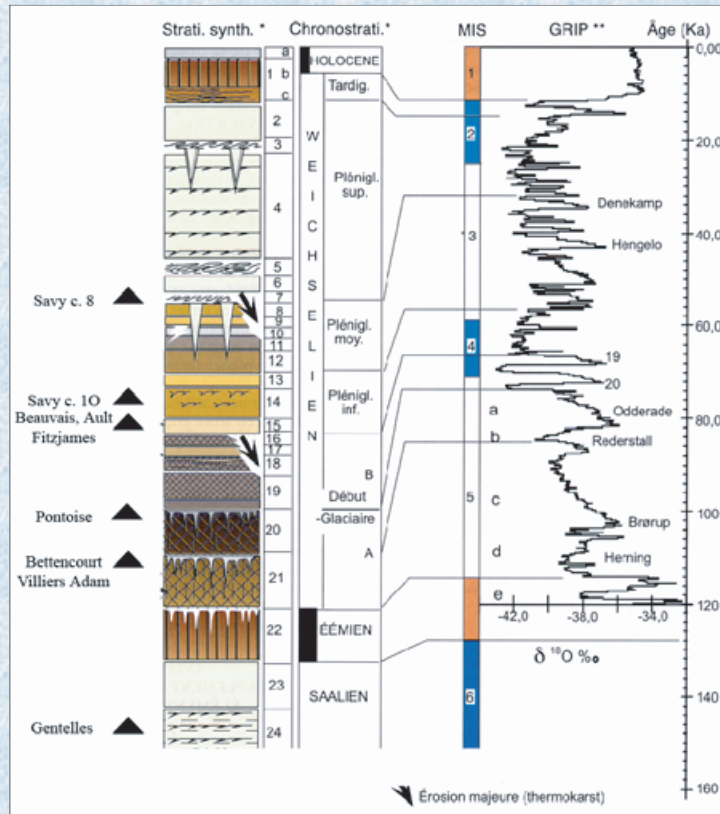
- Peut-on dater par ESR des échantillons du Pléistocène inférieur ?
- Datation de séquences archéologiques du Pléistocène moyen final et du Pléistocène supérieur

Etablissement de cadres chronostratigraphiques régionaux

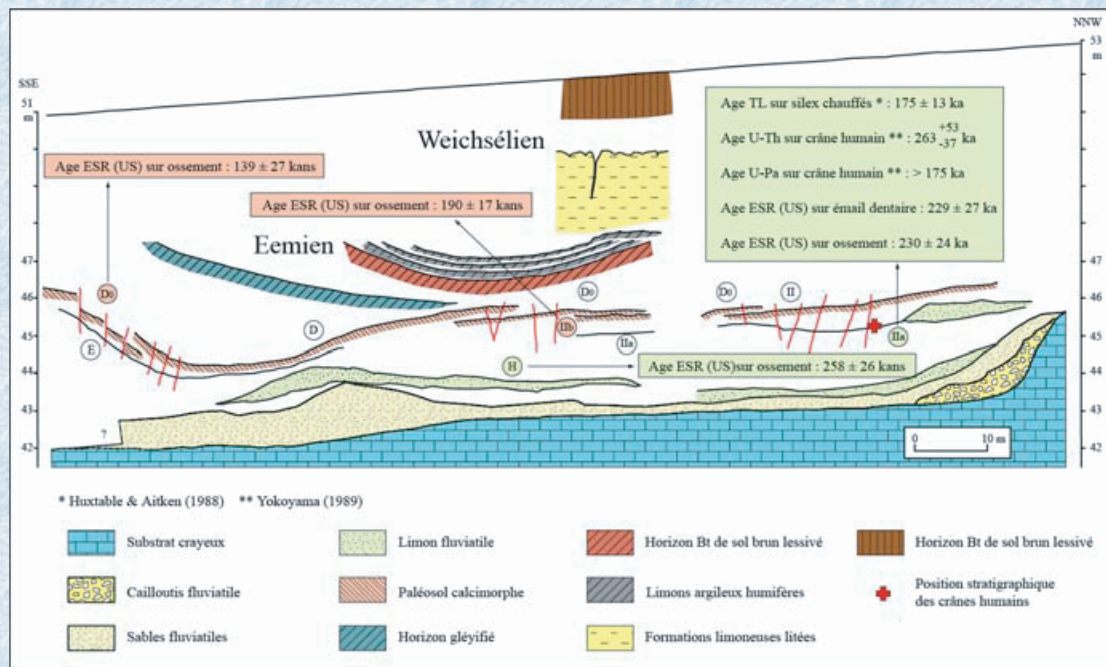
Etude des systèmes fluviatiles pléistocènes L'exemple du système de la Somme



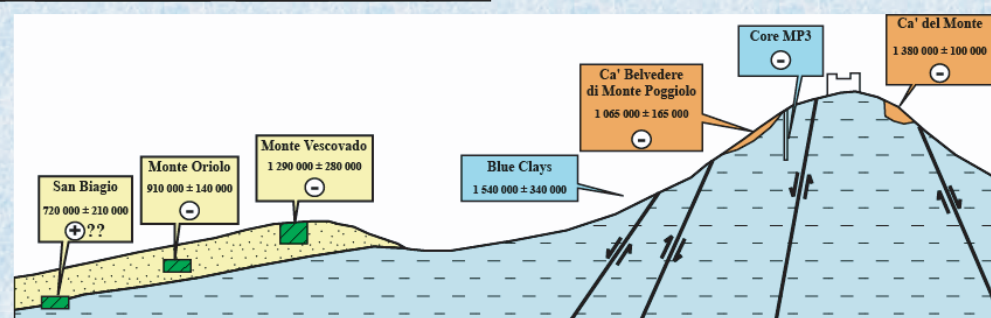
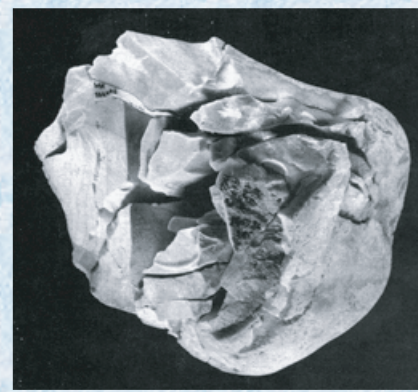
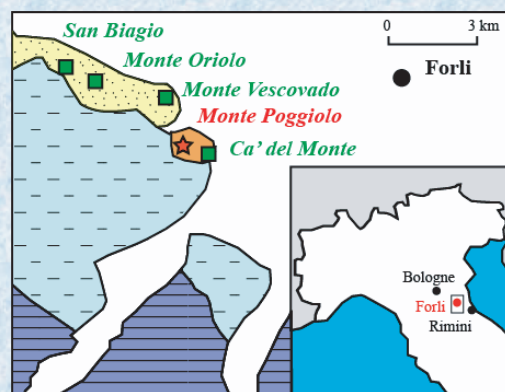
Séquences pédosédimentaires pléistocènes en contexte loessique



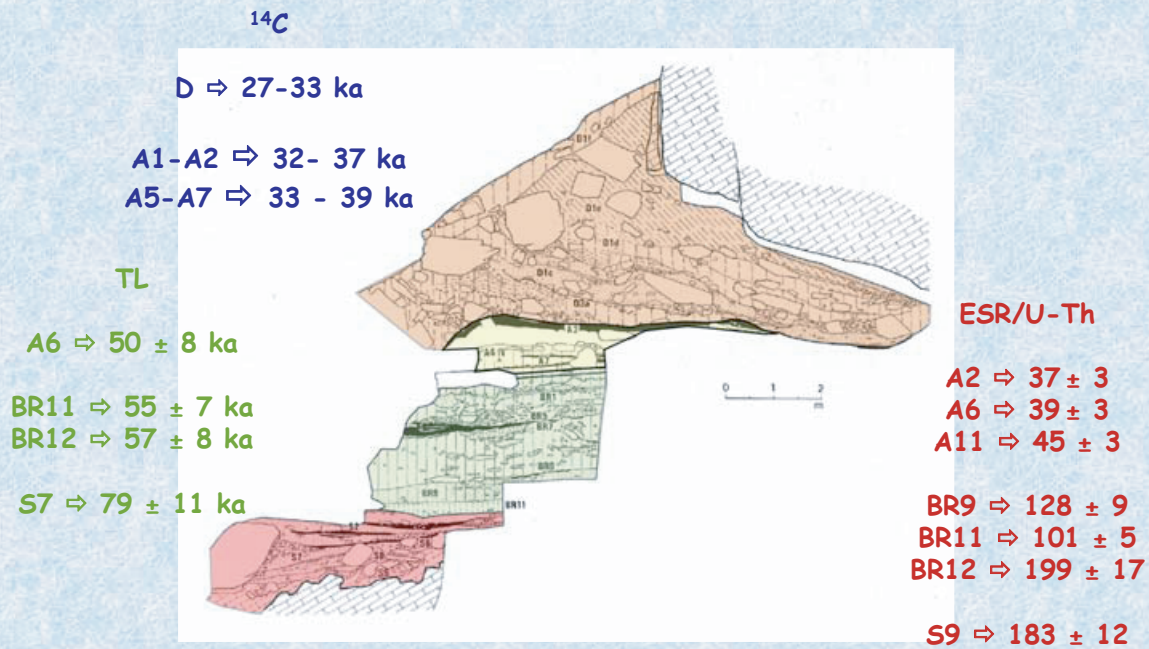
Exemple : le site paléanthropologique de Biache-Saint-Vaast (Pas-de-Calais)



Chronologie des premiers peuplements de l'Eurasie au Pléistocène Peut-on dater par ESR des échantillons du Pléistocène inférieur ? Les formations littorales d'Emilie-Romagne

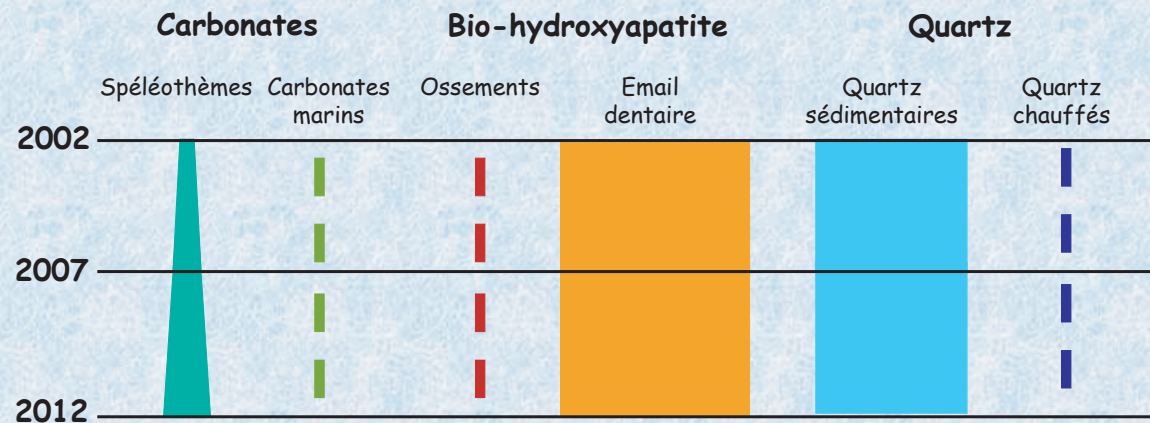


Datation de séquences archéologiques du Pléistocène moyen final et du Pléistocène supérieur
L'exemple de la Grotta di Fumane



Bilan et perspectives

Supports utilisés



Thématiques privilégiées

Géologie du Quaternaire

- Mises en place des systèmes fluviaux du Bassin de Paris
- Datation des formations loessiques et travertineuses
- Reprise de l'étude ESR des carbonates continentaux

Développement méthodologique

- Poursuite des études sur des sites du Pléistocène inférieur et moyen et adaptation des protocoles d'analyse
- Comparaison ESR - TL - OSL sur sédiments blanchis et autres supports
- Comparaison U-Th MS-ESR sur carbonates

Archéologie paléolithique



- Chronologie des occupations archéologiques du Pléistocène moyen et supérieur
- Datation du peuplement Acheuléen de l'Europe
- Datation des sites pléistocènes de Chine

Résumé - La méthode de datation par résonance de spin électronique (ESR) a considérablement évolué depuis ses premières utilisations au début des années 1980. Les échantillons classiquement utilisés jusqu'au milieu des années 1990, carbonates et ossements, ont été peu à peu délaissés au profit des dents et des quartz blanchis. Les progrès analytiques et les développements méthodologiques liés à l'étude de ces deux derniers matériaux ont considérablement fait évoluer d'une part la précision et la justesse des résultats obtenus, en les confrontant à ceux dérivés d'autres techniques géochronologiques, et d'autre part le domaine chronologique d'application de la méthode. Même si la méthode ESR connaît encore aujourd'hui de nombreux développements méthodologiques, elle présente en effet un incontestable potentiel géochronologique et demeure l'une des rares méthodes utilisables sur les gisements du Pléistocène moyen voire inférieur en zone non volcanique. Son application revêt ainsi une importance considérable pour l'étude des premiers peuplements humains de l'Eurasie. La possibilité de travailler sur différents supports provenant d'un même niveau archéologique, conjointement par ESR et par différentes autres techniques géochronologiques, en permettant une intercalibration des résultats, offre par ailleurs un moyen de juger de la fiabilité des âges obtenus. Quelques-uns des résultats les plus significatifs obtenus au Département de Préhistoire du Muséum national d'histoire naturelle sont évoqués dans ce mémoire et illustre à la fois le potentiel et les limites actuelles de cette méthode.

***Abstract** - The Electronic Spin Resonance (ESR) dating method has considerably evolved since its first uses in France at the early 1980's. The samples classically used until the middle part of the 1990's, carbonates and bones, were forsaken progressively and replaced by teeth and bleached quartz. Analytical progresses and methodological developments related to the study of these two materials have considerably increase on one hand the precision and the accuracy of the obtained results, allowing a comparison with those derived from other geochronological techniques, and on the other hand the chronological range of application of the ESR method. Even if the ESR method experiences still today many methodological developments, it has an undeniable geochronological potential and it is one of the rare methods permitting the direct dating of the Lower and Middle Pleistocene layers in non volcanic areas. Then its application is of a considerable importance for the study of the first human settlements of Eurasia and the possibility to date various types of materials carried out from the same archaeological level, jointly by ESR and different other geochronological techniques, by allowing a intercalibration of the results, offers in addition a tool to evaluate the reliability of the obtained ages. Some of the most significant results obtained at the Department of Prehistory of the National Museum of Natural History are evoked in this memory and illustrates both the potential and the current limits of this method.*