



HAL
open science

Apport de la datation $40\text{Ar}/39\text{Ar}$ à la compréhension de l'évolution culturelle des pré-néanderthaliens en Italie centrale et méridionale entre 750 et 250 ka

Alison Pereira

► To cite this version:

Alison Pereira. Apport de la datation $40\text{Ar}/39\text{Ar}$ à la compréhension de l'évolution culturelle des pré-néanderthaliens en Italie centrale et méridionale entre 750 et 250 ka. Archéologie et Préhistoire. Museum national d'histoire naturelle - MNHN PARIS; Università degli studi (Ferrare, Italie), 2017. Français. NNT : 2017MNHN0010 . tel-01734933

HAL Id: tel-01734933

<https://theses.hal.science/tel-01734933>

Submitted on 15 Mar 2018

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.



MUSEUM NATIONAL D'HISTOIRE NATURELLE
Ecole Doctorale Sciences de la Nature et de l'Homme – ED 227

Année 2017

N°attribué par la bibliothèque



THESE

**Préparée en co-tutelle avec l'Università degli Studi di Ferrara et en
collaboration avec L'Ecole française de Rome**

Pour obtenir le grade de

DOCTEUR DU MUSEUM NATIONAL D'HISTOIRE NATURELLE

Spécialité : Quaternaire Préhistoire

Présentée et soutenue publiquement par

Alison Pereira

Le 17/10/2017

Apport de la datation $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ à la compréhension de l'évolution culturelle
des pré-néanderthaliens en Italie centrale et méridionale entre 750 et 250 ka

Sous la direction de : **M. Bahain Jean-Jacques (Professeur MNHN), M. Nomade
Sébastien (Chercheur CEA) et Mme. Arzarello Marta (Professeur UNIFE)**

JURY :

M. Falguères, Christophe	Directeur de Recherche, Muséum national d'histoire naturelle, Paris (75013)	Président
M. Nomade, Sébastien	Chercheur CEA, CNRS (LSCE), Université Paris Saclay, Gif-sur-Yvette (91190)	Directeur de Thèse
M. Bahain, Jean-Jacques	Professeur, Muséum national d'histoire naturelle, Paris (75013)	Directeur de Thèse
Mme. Arzarello Marta	Professeur, Università Degli Studi di Ferrara (44121)	Directeur de Thèse
Mme. Schreve, Danielle	Professeur, Royal Holloway, University of London, Egham Hill, Egham	Rapporteur
M. Villa, Igor Maria	Professeur Universität Bern (Suisse, 3012) et Università degli Studi di Milano-Bicocca (Italie 20126)	Rapporteur
Mme. Bertini, Adele	Professeur, Università degli Studi di Firenze, (Italie, 50121)	Examinatrice
Mme. Limondin-Lozouet, Nicole	Directrice de Recherche CNRS, Université de Paris 1 Panthéon-Sorbonne (92195)	Examinatrice



UNIVERSITÀ FRANCO ITALIANO
ITALIENNE FRANCESE



Remerciements

Ma thèse de doctorat étant maintenant terminée, il est temps de remercier toutes les personnes ayant contribué au bon développement de ce travail qui n'a été pour moi que bonheur et enrichissement. Je tiens tout d'abord à remercier mes trois directeurs de thèse, Sébastien Nomade, Jean-Jacques Bahain et Marta Arzarello, aussi bien pour leurs grandes qualités humaines que pour leur investissement constant dans ce travail. Le projet qu'ils m'ont proposé était un sujet incroyable qui m'a passionné pendant plus de trois ans et je suis réellement chanceuse d'avoir pu travailler avec eux trois sur cette thématique.

Travailler au quotidien avec Sébastien fut un réel plaisir, aussi bien sur la thèse que sur les autres projets au sein desquels il m'a associé sans réserve. Il a été un excellent encadrant qui a vraiment eu à cœur de partager ses connaissances et j'ai tout à fait conscience de la chance qui m'a été offerte. Encore merci pour tout !

Je tiens bien évidemment à remercier les très nombreux archéologues et géologues, avec lesquels j'ai pu interagir pendant ma thèse, qui m'ont permis de travailler sur des sites variés, présentant des problématiques très diverses. Merci notamment à Marcello Piperno et Italo Biddittu sans qui ce travail de synthèse n'aurait jamais pu avoir lieu. Je suis également très reconnaissante envers les membres de mon jury de thèse : Christophe Falguères, Danielle Schreve, Igor M. Villa, Adele Bertini et Nicole Limondin-Lozouet, qui ont considéré mon travail avec intérêt et bienveillance et qui m'ont prodigué de précieux conseils. Il est également primordial de rappeler que cette thèse n'aurait pas eu lieu sans l'Ecole française de Rome qui m'a attribué son contrat doctoral en 2014, et sans le programme *Erasmus mundus*. Je remercie également l'Université Franco-Italienne pour m'avoir attribuée la bourse AAP Vinci sans laquelle le financement de mes déplacements et missions de terrain en Italie au cours de ces trois années aurait été plus difficile.

Au Muséum, je tiens particulièrement à exprimer ma gratitude à Pierre Voinchet qui, en plus d'être toujours de bonne humeur, s'avère être toujours disponible et à l'écoute des autres (mes connaissances filmographiques sont également grandement enrichies grâce à lui). Je remercie également mes amis de Master du Muséum qui, eux aussi, sont en train de passer par cette étape importante qu'est la thèse (Omar, Lou, Delphine, Eslem ...) !!!! Bon courage à tous pour la suite !

Je remercierai maintenant mes chers collègues du LSCE, à commencer par l'équipe Paléocéan, pour m'avoir intégrée et aidée pendant ces trois ans. Je suis particulièrement reconnaissante envers Dominique Blamart, Hervé Guillou (l'ami de Dominique), Vincent Scao et Mathieu Daëron (sans oublier encore une fois Sébastien) pour leur bonne humeur et leur sens de l'humour toujours, reconnaissons-le, de très haut niveau et dans un timing parfait. Mon éducation humoristique, mais pas que, s'est largement enrichie grâce à eux ! Concernant les contrepèteries je n'ai malheureusement pas beaucoup progressé, désolée... Je tiens également à dire un grand merci Marion ma collègue de bureau et amie pour avoir partagé tout cela avec moi (notamment les histoires de Père Castor) et m'avoir soutenu dans les moments les plus ardues de la thèse. Merci également à mes deux autres « collocs » du bureau 304, Dariouche et Clément pour leur finesse d'esprit (bien différente du commun des mortels). Je remercie bien sûr tous les autres thésards du LSCE pour la bonne ambiance du 3^{ème} étage et les amitiés créées : Laurine, Claire, Kristan, Lise, Mirian, Rana, Naoufel (et Anouk bien évidemment), Marion L, Virginie et Laurie ! Mes pensées vont également à tous mes amis d'Italie qui m'ont fait découvrir le monde de l'archéologie (et les apéros italiens) notamment sur les sites de Pirro Nord, la Ciota Ciara, Valle Giumentina ou encore Isernia la Pineta. Merci à Marta mais également Julie, Sarà, Claudio, Gabbro et tous les fouilleurs de ces sites d'avoir pris le temps de m'enseigner quelques notions d'italien. Grazie a tutti !

Je suis de plus très reconnaissante envers Valentina Villa qui m'a aidée à rédiger mon oral de thèse en italien. Echanger avec Valentina fut un réel plaisir et j'espère vraiment que notre collaboration ne fait que commencer !

Enfin je remercie naturellement Mathieu (oui, oui, je le sais j'ai été insupportable avec toi !) ainsi que toute ma famille pour leur soutien, patience et amour pendant ces trois ans (même toi Gwen !). Enfin je dédie grandement cette thèse à mon grand-père qui me pousse toujours à réaliser ce que je souhaite tout en m'incitant à me cultiver et m'ouvrir au monde.

Merci à tous !

Sommaire

Préambule.....	5
Liste des illustrations de l'introduction générale	12
Introduction générale.....	13
I/ L'Evolution humaine en Europe durant le Pléistocène inférieur et moyen.....	13
1. Arrivée des premiers hominins en Europe occidentale : le contexte déterminant du Pléistocène inférieur	13
2. Innovations et évolutions au Pléistocène moyen : Emergence des premiers « acheuléens ».....	17
3. De la chronologie du peuplement acheuléen en Europe occidentale	20
4. L'Acheuléen une culture au cœur des discussions.....	23
II/ Le Pléistocène : un contexte climatique déterminant.....	26
1. La « Early Middle Pleistocene Transition (EMPT) », une transition climatique majeure entre 1,4 Ma et 420 ka.....	26
2. Conséquences environnementales et impacts de la EMPT sur les hominins	31
III/ Nécessité d'un cadre chronologique juste et précis	33
1. Apport d'un schéma chronologique robuste.....	33
2. Méthodes de datation applicables au Pléistocène moyen : avantages et limites	34
3. le cas particulier de la péninsule Italienne : volcanisme potassique intense et tectonique active ..	43
IV/ Références bibliographiques	45
Liste des illustrations du Chapitre I.....	56
Chapitre I : L'Italie centrale et méridionale, territoire d'étude unique en Europe pour appréhender la chronologie du/des peuplement(s) acheuléen(s)	59
I/ Un contexte tectonique très actif	59
1. Un volcanisme potassique intense et continu depuis plus de 1,0 Ma.....	59
2. Les bassins tectoniques d'Italie centrale et méridionale : des archives paléo-environnementales et archéologiques de premier ordre	65
3. Les terrasses du Tibre et les variations du niveau marin au Pléistocène moyen.....	69
II/ L'Italie, un territoire riche en occupations humaines au cours du Pléistocène moyen	73
1. Une richesse et une diversité archéologique sans équivalent en Europe	73
2. Sites d'étude : problématiques chronologiques et archéologiques des gisements	74
3. Synthèse des données chronologiques disponibles avant ma thèse (2013-2014).....	106
III/ Références bibliographiques	108
Liste des illustrations du Chapitre II	116
Chapitre II : La méthode $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$: principes et applications en archéologie	117
I/ La datation $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$: principes et applications.....	117
1. Principes physiques et méthodologiques.....	117
2. Standardisation et constantes de désintégration	123
3. Mesures et présentations de résultats	127
II/ Protocole de séparation et d'analyse.....	131
1. Préparation des échantillons	131
2. Protocole analytique.....	134
III/ Références bibliographiques	138
Liste des illustrations du chapitre III.....	142

Chapitre III : Résultats $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ et implications archéologiques	149
I/ Le Latium.....	150
1. Province de Viterbe	150
2. Province romaine	154
3. Province de Frosinone	205
4. Province latine.....	243
II/ Les Abruzzes	248
Valle Giumentina.....	248
III/ La Molise	295
Isernia la Pineta et Guado San Nicola	295
IV/ La Basilicate.....	337
1. Notarchirico.....	337
2. Loreto.....	356
3. Cimitero di Atella.....	360
V/ Synthèse des résultats obtenus.....	365
1. Sites datés entre 700 et 500 ka.....	365
2. Sites datés entre 500 et 200 ka.....	367
VI/ Références bibliographiques	370
Liste des illustrations du chapitre IV	386
Chapitre IV : Discussion.....	387
I/ Un cadre chronologique pour mieux comprendre les relations entre Homme, environnement et climat au Pléistocène moyen	387
II/ Emergence de l'Acheuléen en Italie et Europe occidentale, synthèse chronologique	396
1. Apport de la nouvelle chronologie à la connaissance de l'arrivée de l'Acheuléen en Italie.....	396
2. Les sites acheuléens anciens d'Italie dans le contexte européen	399
III/ Des cultures au sein de l'Acheuléen ?.....	400
1. Le cas des assemblages d'outils microlithiques	401
2. Développements et comportements régionaux à partir du MIS 11	401
IV/ L'émergence du Paléolithique moyen en Italie	404
V/ Implications des nouvelles datations $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ sur la chronologie du corpus de fossiles pré-néanderthaliens d'Italie.....	407
VI/ Apport des datations obtenues à la biochronologie de l'Italie centrale et méridionale ...	410
VII/ Confrontation des chronologies isotopiques ($^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$) et paléodosimétriques (ESR sur quartz et ESR-U/Th sur dent).....	411
VIII/ Références bibliographiques.....	415
Perspectives générales	423
Illustrations et références bibliographiques	430

PRÉAMBULE

Préambule

Le Pléistocène moyen (117-780 ka) est un étage géologique qui climatiquement est marqué par un changement de durées et d'amplitudes des cycles glaciaires-interglaciaires et donc caractérisé par l'établissement progressif de périodes glaciaires de plus en plus froides, longues et arides (Berger et al., 1994). Parallèlement à ces changements climatiques et environnementaux majeurs, de nombreuses innovations à la fois technologiques et culturelles témoins de nombreuses acquisitions comportementales, émergent en Europe occidentale. C'est en effet au début de cette période que l'on voit s'établir en Europe de l'ouest l'Acheuléen, culture lithique de mode 2 représentée par un outil directeur emblématique nommé biface (Moncel et al., 2016a, Moncel et Schreve., 2016), puis plus tardivement la culture moustérienne (mode 3) autour de 300 ka (Adler et al., 2014) qui est elle, principalement dominée par les industries discoïdes et levalloisiennes. L'arrivée de l'Acheuléen est de plus dans la littérature reliée en Europe de l'ouest à l'apparition de nouvelles populations d'homininés présentant des caractéristiques morphologiques variées. Ces individus sont souvent regroupés sous l'appellation « *Homo heidelbergensis* » et attribués à la lignée néanderthaliennne. C'est d'ailleurs vers 200 ka que la spéciation de l'espèce *Homo neanderthalensis* s'opère de manière définitive. L'étude et la compréhension de l'évolution humaine au cours du Pléistocène moyen et plus particulièrement pendant la première partie de cet étage géologique (i.e. 780-300 ka), gamme de temps sur laquelle se focalise mon travail de thèse, nécessitent de disposer d'un cadre chronologique précis et robuste sans lequel la comparaison des gisements archéologiques demeure hasardeuse. Un tel contexte est aujourd'hui encore loin d'être établi en raison des difficultés inhérentes à la datation des sites archéologiques et notamment de la faible précision des techniques utilisées pour cette période temporelle. Bien que les méthodes de datation relatives comme la biochronologie ou l'étude du degré d'évolution anthropologique des fossiles humains soient d'une aide précieuse pour replacer les gisements les uns par rapport aux autres, les âges obtenus demeurent relatifs et la détermination de la contemporanéité ou de la relation temporelle entre deux sites archéologiques, en absence de donnée chronologique absolue, reste problématique. La progression dans la compréhension de l'Evolution humaine nécessite dans un premier temps que l'absence d'outil marqueur, attribué à une culture où « tradition » particulière ne soit plus considérée comme preuve d'inexistence de cette dernière lors de la période d'occupation du gisement. La nature et la fonction du site (i.e. habitat, site

de boucherie) doivent davantage être prises en compte comme c'est le cas pour la plupart des études les plus récentes (voir dans la suite du manuscrit) même si ces paramètres restent parfois difficiles à appréhender en raison de la mauvaise préservation de nombreux gisements de plein air pendant le Pléistocène moyen. Le faible nombre de fossiles humains datés de cette époque et par conséquent de données anthropologiques, rend également difficile la validation ou infirmation de nombreuses hypothèses évolutives actuelles. Pourtant, la détermination des chemins évolutifs suivis par la lignée pré-néanderthaliennne ainsi que son intégration dans le schéma climatique et environnemental global maintenant bien connu pour cette période, sont primordiales pour la compréhension de cette période charnière et pour la construction de scénarii évolutifs plus solides. Les hypothèses visant à établir des voies de migrations des populations et/ou des technologies et à replacer chronologiquement ces événements restent, sans cadre chronologique juste et précis, le plus souvent malheureusement invérifiables. Dans ce contexte, l'objectif principal de ma thèse de doctorat était l'obtention d'une chronologie robuste d'une quinzaine de gisements du Paléolithique inférieur d'Italie centrale et méridionale, recouvrant d'après la littérature, la période allant du début de l'Acheuléen jusqu'à la transition vers le Paléolithique moyen (i.e. 750-300 ka).

Mon travail s'est centré pendant trois ans sur l'utilisation de la méthode isotopique $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ par fusion laser pour la datation de monocristaux de feldspaths potassiques contenus au sein de séquences archéologiques et plus précisément dans des niveaux de téphras primaires et/ou parfois remaniés. La méthode $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ est considérée comme l'une des plus précises existantes à l'heure actuelle pour la gamme temporelle qui nous intéresse ici. Elle a d'ailleurs contribué à l'établissement d'un tel cadre chronologique au cours des trente dernières années en Afrique de l'Est et en Indonésie (e.g. Swisher et al., 1994, Potts et, Deino 1995, Swisher et al., 1996, Semaw et al., 1997, deHeinzelin et al., 1999, Deino et Hill 2002 ; WoldeGabriel et al., 2004 ; McDougall et al., 2005 ; Morgan et Renne, 2008 ; Sutikna et al., 2016), notamment pour la datation de nombreux sites et niveaux archéologiques emblématiques comme par exemple les empreintes de pas de Laetoli (Tanzanie) fossilisées dans un niveau de téphra (3.85-3.63 Ma, Deino et al., 2011), ou encore le célèbre squelette de *Australopithecus afarensis* Lucy (Ethiopie, âges calculés pour deux niveaux volcaniques sous- et sus-jacents de $3,20 \pm 0,01$ Ma et $3,18 \pm 0,01$ Ma, Walter, 1994). Cette technique a ainsi apporté un grand nombre

de nouvelles données cruciales pour la compréhension du tempo de l'évolution de la lignée humaine en général.

Sur le continent européen, un tel cadre chronologique n'a jamais été réalisé en raison du nombre restreint de zones géographiques présentant une activité volcanique continue au cours des derniers millions d'années et du faible nombre de minéraux volcaniques reconnus dans les séquences archéologiques de ce territoire. Les larges incertitudes induites par la plupart des méthodes de datations, qu'elles soient absolues ou relatives, sont donc un obstacle considérable dans l'établissement d'un contexte chronologique précis des sites du Paléolithique. La péninsule italienne dans sa partie centrale et méridionale est une exception dans le cadre géologique européen, elle présente en effet une activité volcanique continue depuis 1 Ma. La chronologie obtenue dans le cadre de ma thèse, reposant sur l'étude de gisements italiens pour la période entre 700-250 ka, est donc unique et devrait permettre entre autre :

- 1) D'offrir un cadre temporel cohérent et homogène depuis les prémices de l'Acheuléen jusqu'à la transition vers le moustérien en Italie.
- 2) A terme permettre de replacer ces évolutions culturelles et morphologiques de la lignée pré-néanderthaliennne par-rapport aux changements climatiques et environnementaux du Pléistocène moyen dans un contexte chronologique connu et global du continent européen.
- 3) Contribuer à l'inter-calibration de plusieurs méthodes de datations grâce à la comparaison des résultats obtenus par $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ avec ceux calculés par des méthodes paléodosimétriques (e.g. ESR sur quartz blanchis ; ESR-U/Th ; TL ; OSL...) qui sont des techniques utilisables dans la plupart des séquences archéologiques européennes.

Organisation du manuscrit

Le manuscrit de thèse se découpe en quatre chapitres :

- L'introduction générale s'attache à présenter les différents concepts et problématiques évolutives du Pléistocène moyen ancien en Europe de l'ouest ainsi que les enjeux de mon étude qui vise à améliorer notre compréhension de la chronologie de l'évolution de la lignée pré-néanderthaliennne. Une revue rapide des différentes

méthodes de datations applicables à la période du Pléistocène moyen ainsi que les particularités de la méthode $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ par rapport aux autres techniques et approches est également présentée.

- Le chapitre I se consacre au territoire italien du point de vue géologique et archéologique. Il se focalise en particulier sur la période chronologique entre 700 et 250 ka. Les complexes volcaniques du centre et sud de la péninsule italienne actifs au cours du Pléistocène moyen ainsi que les bassins tectoniques et terrasses alluviales correspondants aux archives sédimentaires principales abritant les sites archéologiques que j'ai datés durant ces trois années y sont de plus présentés. Certains enregistrements environnementaux et climatiques italiens bien connus, corrélables à ces archives et disponibles dans la littérature, sont également mis en relation avec les données téphrochronologiques existantes. Ce chapitre a également pour objectif la présentation des sites étudiés régionalement du nord au sud ainsi que de leurs contextes stratigraphiques. Mon manuscrit inclue sept articles publiés et/ou soumis, afin d'éviter les répétitions la description des gisements associés faite dans le chapitre 1 n'est que très concise et a pour seul objectif de présenter l'échantillonnage effectué pour ces gisements.
- Le chapitre II est une présentation des principes de la méthode $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ et de l'approche méthodologique suivie au cours de ma thèse. Un article de méthodologie destiné aux étudiants de Master 1 et 2, publié dans la revue française *Quaternaire* (Pereira et al., 2017) est intégré dans les annexes du manuscrit (annexe 1-1). Afin d'éclairer le lecteur, il est dès à présent mentionné que l'ensemble des âges $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ présentés dans ce manuscrit et dans les articles associés, ont été calculés avec la constante de désintégration du ^{40}K de Steiger et Jäger (1977) et le standard ACs-2 avec un âge de 1,193 Ma (Nomade et al., 2005). Les erreurs sur les âges sont données avec un intervalle de confiance à 95% incluant l'incertitude sur le flux de neutron (J). J'ai aussi ajouté pour mes données l'erreur incluant l'incertitude sur la constante de désintégration totale du ^{40}K de Steiger et Jäger, 1977 (i.e. 3,6%) car ces dernières seront comparées avec d'autres méthodes de datations dans un certain nombre de cas. Par

conséquent, les âges $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ cités provenant de la littérature et comparés avec ceux obtenus durant ma thèse ont été re-calculés si cela était nécessaire avec la même constante de désintégration et l'âge associé pour le standard ACs-2. Lorsque ce n'est pas le cas, cela est précisé dans le texte et les raisons sont explicitées.

- Le chapitre III présente l'intégralité des résultats pour les quinze sites archéologiques étudiés. Ces derniers sont classés par région. Comme dit précédemment, mes travaux étant partiellement présentés sous la forme d'articles scientifiques, seuls les résultats non intégrés dans des articles sont décrits en détail dans ce chapitre. Une synthèse chronologique des résultats obtenus est réalisée à la fin de ce chapitre.
- Dans le chapitre IV, les résultats présentés dans le chapitre III régionalement sont discutés à l'échelle de la péninsule italienne et de l'Europe de l'ouest. L'ensemble des sites étudiés est replacé dans un cadre un paléo-environnemental grâce aux enregistrements marins et continentaux globaux (courbes climatiques et diagrammes polliniques) et surtout méditerranéens datés pour certains d'entre eux par $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$. C'est à cette occasion que les implications archéologiques de ces nouvelles contraintes chronologiques et environnementales sont explorées.

INTRODUCTION GENERALE

Liste des illustrations de l'introduction générale

Figure 1 : Localisation des principaux gisements d'Europe de l'ouest antérieurs à la transition Brunhes/Matuyama (i.e. 781 ka) et de quelques sites du Pléistocène moyen (< 500 ka).....	14
Figure 2 : Figure synthétique remplaçant l'échelle chronostratigraphique et paléomagnétique globale du Quaternaire corrélée à certains sites archéologiques et espèces d'homininés de référence pour la période jusqu'à 250 ka. La stratigraphie isotopique correspond à la courbe climatique globale obtenue par Lisiecki et Raymo en 2005.....	16
Figure 3 : De gauche à droite, compilation des enregistrements isotopiques marins globaux obtenus à partir de l'analyse d'assemblages de foraminifères benthiques (Lisiecki et Raymo, 2005); courbe de dDeutérium du site EPICA Dome C pour les derniers 800 ka (Bazin et al., 2013) ; courbe de CH ₄ du site EPICA Dome C (Bazin et al., 2013) ; courbe de δ ¹⁸ O d'assemblages de foraminifères planctoniques (ruber) pour la carotte KC01B (derniers 1,2 Ma, Lourens, 2004) ; schéma montrant la transition entre des cycles climatiques d'une durée de 41 ka à des cycles de 100 ka ; courbes des paramètres orbitaux définis par Milankovitch (d'après Laskar et al., 2004).....	29
Figure 4 : Schéma illustrant les paramètres orbitaux définis par Milankovitch; excentricité, obliquité et précession.	30
Figure 5 : Positions chronologiques des MNQ et FUs, figure modifiée d'après Nomade et al., 2014.	37
Figure 6 : Gamme d'applicabilité des principales méthodes de datation absolues utilisables pour le Pléistocène moyen.....	40

Introduction générale

I/ L'Evolution humaine en Europe durant le Pléistocène inférieur et moyen

1. Arrivée des premiers hominins en Europe occidentale : le contexte déterminant du Pléistocène inférieur

En Europe occidentale l'émergence du Paléolithique inférieur est assez tardive, les premières traces attestées d'outils taillés sont estimées de manière peu précise entre 1,6 et 1,2 Ma et sont associées à l'apparition d'industries lithiques qualifiées « d'oldowayennes » (nom emprunté aux gorges d'Olduvai, Tanzanie, Leakey, 1960). Cette culture est caractérisée par des industries de type galets aménagés, nucléus ou éclats bruts utilisés ou retouchés (Clark, 1969, Leakey, 1960). L'Oldowayen, aussi qualifié de culture lithique de « mode technique 1 », défini pour la première fois par Clark en 1969, a prospéré puis s'est dispersé dans le sud et l'est de l'Afrique entre 2,6 et 1,9 Ma, avant d'être finalement exporté vers le continent eurasiatique. Les plus anciennes occurrences d'outils en pierres taillées par un hominidé hors d'Afrique ont été mises en évidence sur le site de Dmanisi en Géorgie (fin sub-chron normal Olduvai aux alentours de ~1.8 Ma, Ferrer et al., 2011). Les données actuelles suggèrent parallèlement une dispersion rapide jusqu'en Asie aux alentours de 1,7-1,6 Ma, d'abord en Indonésie et Chine (Swisher et al., 1994, Zhu et al., 2003) puis vers l'Europe à partir de 1.6-1.2 Ma (références ci-dessous).

La majorité des gisements les plus anciens d'Europe sont localisés au sud-ouest du continent, principalement sur le pourtour du bassin méditerranéen (Fig. 1). Les premières traces d'activités humaines sont ainsi enregistrées en Espagne sur les sites de la Sima del Elefante (Atapuerca, $1,2 \pm 0,2$ Ma, Carbonell et al., 2008), Fuente Nueva 3 (1,5-1,0 Ma, Duval et al., 2012), Barranco León (1.73-1.02 Ma, Toro-Moyano et al., 2013) ou encore Alto de la Picarazas (1,4-1,2 Ma, Gabarda et al., 2016). En Italie, les sites de Cà Belvedere (Monte Poggiolo, $1,07 \pm 0,17$ Ma, Bahain et al., 2007) et Pirro Nord (1,5-1,3 Ma, Peretto, 2006, Arzarello et al., 2015) sont parmi les plus remarquables. Au sud-ouest de la France deux sites sont également contemporains ou légèrement plus récents que cette période : Lézignan la Cèbe (>780 ka Ma, âge proposé : 1,2 Ma, Crochet et al., 2009, Bourguignon et al., 2016) et le Vallonnet (1,2-1,1 Ma, Yokoyama et al., 1988, Michel et al., 2017, Fig. 1). Bien que le bassin méditerranéen semble avoir été une zone propice au développement des populations du Pléistocène inférieur,

certaines gisements ont également été découverts plus au nord du continent : en France à Pont de Lavaud ou Lunery, tous deux datés autour de 1,1 Ma (Despriée et al., 2006)) ou encore en Allemagne sur le site de Untermassfeld (~ 1.0 Ma ?, Landeck, 2010). Il est également important de mentionner le site anglais d'Happisburgh 3 dont l'âge est suggéré autour de 900 ka (Parfitt et al., 2010) même si l'ancienneté de celui-ci a été remise en question par Rob Westaway en 2011 qui émet l'hypothèse d'un âge plus jeune, contemporain du stade isotopique 15 (vers 600 ka). A l'exception d'une molaire retrouvée sur le site de Barranco León dans le bassin de Guadix-Baza en Andalousie (Fig. 1, Toro-Moyano et al., 2013) et d'un fragment de mandibule trouvé dans le niveau TE9 du site de la Sima del Elefante à Atapuerca près de Burgos (Castille) (1,3- 1,1 Ma, pré-Olduvai, Carbonell et al., 2008, Martínón-Torres et al., 2011), aucun fossile du genre *Homo* antérieur à 1,0 Ma n'a été trouvé en Europe de l'Ouest.



Figure 1 : Localisation des principaux gisements d'Europe de l'ouest antérieurs à la transition Brunhes/Matuyama (i.e. 781 ka) et de quelques sites du Pléistocène moyen (< 500 ka).

Hormis ces deux exceptions les plus anciens ossements hominés d'Europe de l'ouest ont également été découverts à Atapuerca dans le niveau TD6 du site de Gran Dolina (Fig. 1) (Carbonell et al., 1995). Dans cet horizon archéologique plus de 140 restes humains ont été découverts (Bermúdez-de-Castro et al., 1997, Bermúdez-de-Castro et al., 2015). Ces derniers

sont chronologiquement antérieurs à l'inversion paléomagnétique du Brunhes/Matuyama (Falguères et al., 2009, Berger et al., 2008, Moreno et al., 2015) et donc de la transition entre Pléistocène inférieur et moyen. Ces restes qui pourraient être contemporains du MIS 21 présentent généralement des caractères plésiomorphes (taille, morphologie crânienne...etc) plutôt associés aux fossiles africains d'*Homo habilis* et/ou *Homo rudolfensis*, (Lordkipanidze et al., 2007). Certains présentent cependant des caractéristiques les reliant par certains aspects à la fois aux taxons *Homo sapiens* et *Homo neanderthalensis* illustrant ainsi la grande diversité intra-spécifique qui semble avoir existé à la fin du Pléistocène inférieur (Bermúdez-de-Castro et al., 2015). Ces premières populations européennes sont communément regroupées sous l'appellation *Homo antecessor* (Carbonell et al., 1995) et, à l'exception des occupations du site de La Boëlla en Espagne où un biface a été découvert (Vallverdú et al., 2014), sont datées de la fin du Pléistocène inférieur et uniquement associées à des industries lithiques de mode 1. Cependant, il est à noter que le faible nombre de sites ayant livré des fossiles humains datant de cette période géologique ainsi que la grande diversité de caractères morphologiques des fossiles retrouvés permettent difficilement de confirmer ou infirmer avec certitude l'existence d'une espèce unique (*Homo antecessor*) ou de plusieurs. La compréhension des migrations et de leurs implications dans le développement à la fois génétique et morphologique des individus du Pléistocène d'Europe de l'ouest est donc au cœur de nombreux débats dans la littérature scientifique. Même si ma thèse ne concerne pas directement ces premières populations il était pour moi important de présenter, même succinctement, les données existantes pour replacer mon étude dans un cadre plus général de l'évolution des populations et techniques lithiques depuis les premières occupations de l'Europe occidentale.

Afin d'illustrer le contexte d'étude de ma thèse, l'échelle chronostratigraphique et paléomagnétique globale du Quaternaire est représentée figure 2 (ci-dessus). Sur cette dernière sont indiqués les sites archéologiques emblématiques et les espèces d'homininés depuis 2.6 Ma jusqu'à il y a 250 ka.

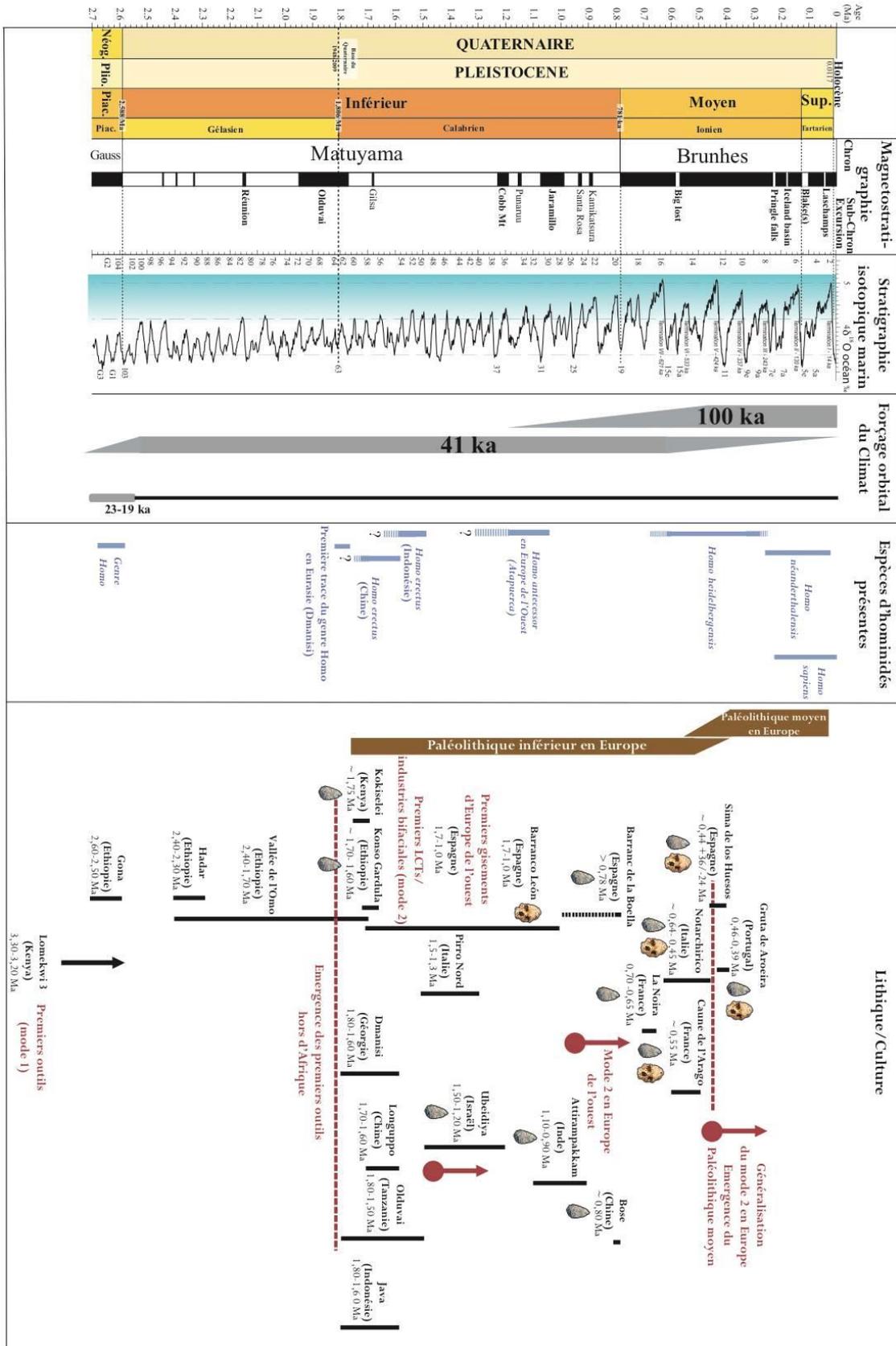


Figure 2 : Figure synthétique replaçant l'échelle chronostratigraphique et paléomagnétique globale du Quaternaire corrélée à certains sites archéologiques et espèces d'hominidés de référence pour la période jusqu'à 250 ka. La stratigraphie isotopique correspond à la courbe climatique globale obtenue par Lisiecki et Raymo en 2005.

2. Innovations et évolutions au Pléistocène moyen : Emergence des premiers « acheuléens »

2.1 Une espèce controversée : *Homo heidelbergensis*

Avant la dernière inversion du champ magnétique terrestre (~781 ka, limite Brunhes/Matuyama), correspondant à la transition officielle entre Pléistocène inférieur et moyen (Head et Gibbard, 2015), il a été proposé qu'une nouvelle vague d'homininés d'origine africaine soit arrivée en Europe (Bar-Yosef et Belfer-Cohen, 2001, Moncel et al., 2013, Vallverdú et al., 2014, Mosquera et al., 2016). Ces populations sont considérées comme porteuses de nouvelles technologies lithiques (Acheuléen, mode 2, Vallverdú et al., 2014) requérant un savoir-faire et des capacités cognitives plus développés que ceux nécessaires à l'élaboration d'industries de mode 1 (e.g. Boëda, 1997 ; Nicoud, 2011).

Les fossiles reliés à ces homininés démontrent un volume crânien plus important que ceux découverts à Gran Dolina (TD6) attribués à *Homo antecessor* mais de la même façon soulignent une grande diversité de caractères morphologiques rendant la notion d'espèce discutable (voir discussion dans Manzi, 2016). Par certains caractères, ces homininés sont morphologiquement à la fois proches des lignées néanderthaliennes et sapiens (Hublin, 2009, Manzi et al., 2010). Il est aujourd'hui usuel de regrouper les fossiles datés entre 700 et 250 ka en Europe sous l'appellation générique *Homo heidelbergensis* (Rightmire, 1998, Hublin, 2009, Manzi et al., 2010). Ce terme a été proposé pour la première fois par O. von Schoentensack en 1908 suite à la découverte de la mandibule de Mauer près de la ville d'Heidelberg en Allemagne. Ce fossile, aujourd'hui daté par ESR-U/Th à 609 ± 40 ka (Wagner et al., 2010) est donc contemporain du stade isotopique 16 (MIS 16, ~ 620-560 ka, d'après Lisiecki et Raymo, 2005), et est l'holotype de l'espèce. Cependant, la grande variabilité morphologique des fossiles du Pléistocène moyen et le fait qu'aucun moment de spéciation particulier ne soit précisément défini ont conduit à la proposition de plusieurs schémas évolutifs potentiels (Hublin, 2009, Manzi, 2016). Hublin en 2009 suggéra une acquisition progressive de nouveaux caractères morphologiques, en partie dépendante de la zone géographique de vie des populations et donc liée aux variations climatiques et environnementales. Ces facteurs externes de spéciations auraient conduit selon lui à l'émergence de sous-espèces. Manzi en 2016, soutient davantage un schéma plus global suggérant une origine africaine du taxon nommé *Homo heidelbergensis* dont la lignée aurait

mené en Afrique à la sous-espèce *Homo heidelbergensis rhodesiensis* (Woodward, 1921). Les innovations évolutives acquises par ce dernier auraient alors entraîné autour de 200 ka la spéciation vers *Homo sapiens* en Afrique. En Europe, un schéma évolutif selon lui parallèle se serait produit ; le taxon *Homo heidelbergensis heidelbergensis* aurait subi des modifications génétiques qui auraient conduit à l'apparition d'une autre sous-espèce qu'il nomme *Homo heidelbergensis steinheimensis* (Berckhemer, 1936) qui, *in fine*, aurait elle-même mené à la lignée néanderthaliennne. Manzi, tout comme Hublin, propose que ces évolutions spécifiques seraient dues aux changements du climat qui auraient affecté l'Europe de l'ouest. En effet, entre 781 et 250 ka, il est avéré que cette région du monde a été soumise à des variations climatiques considérables qui auraient entraîné des contractions et expansions successives des zones de vie des populations humaines liées à une alternance de périodes chaudes et humides (périodes interglaciaires) et de périodes plus sèches et arides (périodes glaciaires) (Muttoni et al., 2010). De telles alternances peuvent avoir entraîné selon Hublin (2009) et Manzi, (2016) la disparition et/ou isolement de populations pendant les périodes froides (glaciaires) notamment au nord de l'Europe ou l'avancée des glaciers a entraîné la réduction des terres habitables. Ces contraintes environnementales et climatiques, qui seront davantage discutées par la suite, auraient alors entraîné la sélection génétique de certains caractères morphologiques et/ou cognitifs nécessaires à la survie des individus. Le non-développement de ces caractères a probablement mené à l'extinction de nombreuses sous-populations d'homininés mais également d'espèces fauniques. Ces deux schémas sont les plus repris actuellement dans la littérature, mais ils demeurent difficilement testables en raison du faible nombre de sites ayant livré des restes humains et du manque de données chronologiques suffisamment robustes pour autoriser une inter-comparaison en toute confiance des sites archéologiques et fossiles associés. Il faut ajouter enfin, qu'il est également possible que la répétition et intensité des périodes glaciaires aient empêché la bonne conservation des traces laissées par les activités humaines dans les régions les plus septentrionales d'Europe introduisant ainsi un biais dans les données archéologiques en Europe de l'ouest.

Les modes de migration et/ou dispersion des populations d'*Homo heidelbergensis* sont également encore très hypothétiques. Il est cependant généralement soutenu, en raison du faible nombre de gisements plus anciens que 550 ka actuellement connus en Europe de l'ouest (Fig. 1) et de la diversité des témoignages culturels retrouvés sur ces sites, que ces populations

aient commencé à coloniser cette partie du continent seulement sporadiquement (Moncel et Schreve, 2016). Certains auteurs privilégient des arrivées par l'est du continent, faisant suite à une sortie d'Afrique le long du Nil et à la traversée de la zone du Levant (Derricourt, 2005, Vermeersch, 2006, Muttoni et al., 2010). L'hypothèse d'un passage par l'est du continent européen se heurte cependant au faible nombre de sites d'Europe centrale antérieurs à 500 ka, à l'exception de quelques rares gisements peu contraints chronologiquement (Bosinski, 2006, Rocca, 2016), et à la quasi-absence d'industrie bifaciale avant la première partie du Paléolithique moyen (~ 300 ka, Bosinski, 2006, Adler et al., 2014, Rocca, 2016). D'autres recherches proposent des voies de passage plus directes par l'Afrique du Nord et le sud de l'Europe par franchissement du Déroit de Gibraltar et/ou de Sicile lors de périodes de bas niveau marin (i.e. Villa, 2001, Muttoni et al., 2010, Manzi, 2016). Le passage par le déroit de Gibraltar (et/ou de Sicile) est très controversé en raison des forts courants qu'il était nécessaire de traverser (Palombo, 2013).

2.2 L'Acheuléen (le mode technique 2)

Les technologies reliées à *Homo heidelbergensis* à partir du début du Pléistocène moyen (i.e. 700-500 ka) en Europe démontrent une transition technique associée à l'acquisition de nouvelles capacités cognitives (Nicoud, 2011). Il s'agit selon Clark (1969) de la transition définie en Afrique par l'apparition d'outils lithique façonnés sur les deux faces ou « Bifaces ». Alors que les outils de mode 1, notamment en Europe datés d'avant le début du Pléistocène moyen, étaient peu travaillés et élaborés principalement en fonction de la matière première disponible (Arzarello et al., 2007, 2015), le passage du mode 1 au mode 2 démontre comme dit précédemment une stratégie beaucoup plus réfléchie et une volonté de faire des outils plus aboutis techniquement. Ces industries sont en effet prédéfinies et les gestes anticipés. L'objet final est pensé avant l'initiation de la taille et la complexité de cette approche semble suggérer le besoin de transmission de ce savoir aux générations suivantes (Nicoud, 2011, Moncel et Schreve., 2016). Les outils élaborés le sont pour la plupart sur de larges éclats et sont façonnés symétriquement des deux côtés, d'où le nom de l'outil emblématique de cette nouvelle culture, le biface. Cette tradition techno-lithique, majoritairement définie par la présence sur un site paléolithique d'outils bifaciaux, de bifaces, hachereaux, outils à grand tranchant (LCTs, large cutting tools) ou encore de pics, est communément appelée « Acheuléen ».

L'Acheuléen tient son nom du site paléolithique de Saint-Acheul découvert à Amiens dans la Somme (France) au XIX^{ème} siècle (Tuffreau et al., 1982). En 1869, Gabriel de Mortillet, préhistorien alors en charge du site, proposa une classification chronologique des produits de l'industrie du paléolithique qu'il subdivisa en quatre époques : le Chelléen (qui sera appelé plus tard Abbevillien avant d'être abandonné), le Moustérien, le Solutréen et le Magdalénien. En 1872, il rajouta l'Acheuléen désigné comme intermédiaire entre l'Abbevillien (pré-Acheuléen) et le Moustérien (Paléolithique moyen, mode technique 3). Le terme acheuléen s'est ensuite généralisé à tous les sites archéologiques présentant des industries bifaciales, permettant ainsi d'associer un type d'outil à une époque particulière et ainsi développer une nouvelle approche chronologique basée sur la présence ou non d'un type d'industrie, facilitant alors la classification chrono-archéologique des sites paléolithiques.

3. De la chronologie du peuplement acheuléen en Europe occidentale

3.1 Une arrivée tardive et sporadique

Les plus vieux outils bifaciaux découverts à ce jour l'ont été en Afrique de l'Est et sont datés d'environ 1,75 Ma (Lepre et al., 2012, Beyene et al., 2013). Ils ont été mis au jour au nord du Kenya près du lac Turkana (site de Kokiselei) ainsi qu'au sud-ouest de l'Ethiopie (région de Konso Gardula, voir Fig. 2). Cette technique s'est ensuite généralisée rapidement dans tout le continent africain. Les premières traces d'industries de mode 2 hors d'Afrique ont été recueillies sur les sites d'Ubeidiya en Israël et estimées entre 1,5 et 1,2 Ma (Martínez-Navarro et al., 2009), puis en Inde et Chine sur les sites d'Attirampakkam (Pappu et al., 2011) et du bassin de Bose dans la province du Guangxi (Hou et al., 2000) il y a entre 1,1 Ma et 900 ka et environ 800 ka respectivement. L'arrivée des industries lithiques de mode 2 en Europe occidentale est, comme en Chine, relativement tardive. Tout comme pour les industries de mode 1, près de 1,0 Ma se sont en effet écoulées entre l'émergence de ce savoir en Afrique et son arrivée en Europe occidentale, soulignant le fossé culturel séparant ces deux continents. Les premiers gisements démontrant ce type d'industries à l'ouest de l'Europe sont localisés, comme c'était le cas pour les industries de mode 1 (oldowayennes), principalement autour du bassin méditerranéen, le plus ancien étant le site de Barranc de la Boella (Tarragone, Espagne). Ce gisement paléolithique est de manière avérée plus ancien que 780 ka, car

stratigraphiquement en dessous de la transition paléomagnétique Brunhes/Matuyama. Son âge d'occupation est grâce aux données paléontologiques (macro et micro-faunes) et à des datations par la méthode cosmogénique, ($^{26}\text{Al}/^{10}\text{Be}$, Mosquera et al., 2015) estimé par les auteurs, malgré de larges incertitudes, autour de 1 Ma (âge minimum de 1.00 ± 0.068 Ma.) (Vallverdú et al., 2016). Deux autres sites « acheuléens » estimés de la fin du Pléistocène inférieur furent mis au jour en Espagne : Solana del Zamborino et la Cueva negra del Estrecho del Quípar (Scott et Gibert, 2009). Néanmoins la chronologie de ces gisements est largement contestée par la communauté scientifique qui remet en question la méthode de datation utilisée (paléomagnétisme), suggérant une mauvaise interprétation des données paléomagnétiques obtenues, et l'interprétation des données paléontologiques publiées (Jimenez-Arenas et al., 2011). Un article publié par Alvarez-Posada et al. en 2017 suggère maintenant un âge entre 480 et 300 ka pour les industries lithiques du site de Solana del Zamborino. De récentes études, menées en 2016 suggèrent également un âge entre 680 ± 60 ka et 780 ka (transition Brunhes/Matuyama) pour le niveau archéologique US4 du site de Lézignan la Cèbe (Fig. 1, Bourguignon et al., 2016). Ce niveau présente un assemblage lithique varié mettant en évidence de larges éclats façonnés et quelques bifaces démontrant son appartenance à une phase ancienne de l'Acheuléen (Bourguignon et al., 2016). Le cadre chronologique de ce site a été obtenu grâce à des corrélations géologiques et à des datations d'isotopes cosmogéniques encore préliminaires et reste donc fragile. Il faut ensuite attendre la période temporelle contemporaine des stades isotopiques 16 et 15 (~ 680-575 ka) pour commencer à voir émerger des industries façonnées en Europe occidentale, notamment à la Noira dans le nord de la France (630-700 ka, (Moncel et al., 2013, 2016a), en Italie sur le site de Notarchirico (Bassin de Venosa, Piperno et al., 1997 ; Lefèvre et al., 2010,) ou encore à la Caune de l'Arago (niveau P-Q datés autour de 550 ka, Falguères et al., 2015). Le développement de ces technologies semble donc sporadique en Europe et initialement localisé au sud du continent, même si de plus en plus de sites antérieurs à 550 ka abritant des industries de mode 2, sont découverts au nord du continent (i.e. site de la Noira, Moncel et al., 2013, Amiens, rue du Manège ou encore de Abbeville dans la carrière Carpentier (Antoine et al., 2015, 2016) ou Moulin Quignon (J.J Bahain communication personnelle).

3.2 Expansion et généralisation après 450 ka

L'utilisation de bifaces et des méthodes de façonnage, sporadique au début du Pléistocène moyen, se généralise et se standardise à partir des stades isotopiques 12 et 11 (~ 460-370 ka, Moncel et al., 2016b). Des outils sont alors de plus en plus taillés suivant une chaîne opératoire de façonnage qui est commune dans toute l'Europe de l'ouest. Cette standardisation est associée également à de nouvelles innovations culturelles et/ou technologiques comme la domestication du feu, probablement d'abord de manière opportuniste par récupération de braises issues d'incendies naturels comme cela a été proposé dans le cas de la Gruta de Aroeira au Portugal ou des os brûlés ont été mis en évidence (Daura et al., 2017), puis par l'élaboration de foyers. Les plus anciens foyers incontestables d'Europe sont datés entre 350 et 400 ka et sont localisés en Hongrie à Vérteszsolos (Kretzoi et Dobosi, 1990), en Angleterre à Beeches Pit (Gowlett et al., 2005), et en France à Menez-Dregan (Monnier et al., 1996) et Terra Amata (de Lumley, 1976). Ces derniers se multiplient ensuite largement dès 300 ka. C'est également à cette période charnière qu'apparaissent les prémices d'outils plus travaillés et plus réfléchis correspondant au mode technique 3 qui est associé au Paléolithique moyen (industries discoïdes ou Levallois). Le plus ancien gisement européen démontrant ce type d'outils en Europe est Cagny la Garenne (France), daté du début du stade isotopique 12 (Tuffreau et al., 2008). La fin du Paléolithique inférieur est également marquée par la fabrication d'outils en bois (i.e. Schönningen, vers 300 ka Thieme, 2005) et en os comme sur certains sites du Latium en Italie comme Fontana Ranuccio (Biddittu et al., 1979), Castel di Guido (Boschian et Saccà, 2010, 2015), Torre in Pietra (Villa et al., 2016a) ou Rignano Flaminio (Petronio et al., 2017). De tels outils sur os de pachydermes ont été également mis en évidence pour des gisements datés d'il y a entre 400 et 300 ka en France et Espagne notamment sur les sites de Terra Amata (de Lumley, 1969) et Gran Dolina (TD 10, Rosell et al., 2015). C'est également au Pléistocène moyen que les premières traces de rituels post-mortem avérées apparaissent, notamment sur le site de la Sima de los Huesos (« le puits aux os ») à Atapuerca (Burgos, Espagne) où plus de trente individus semblent avoir été délibérément jetés dans une cavité naturelle (MIS 12/MIS 11, 434 ± 36/-24 ka, Arnold et al., 2014, Bischoff et al., 2007, Arsuaga et al., 2014). La seule pièce lithique taillée associée à ces restes humains est un biface nommé par les auteurs « *excalibur* », réalisé en quartzite rouge et jaune ne montrant aucune trace d'usure. L'absence d'utilisation

ainsi que la qualité esthétique de l'objet (matière première de choix) suggèrent potentiellement une dimension symbolique de celui-ci (Arsuaga et al., 1997).

4. L'Acheuléen une culture au cœur des discussions

4.1 Le mode de dispersion de cette culture : une question d'actualité

L'Acheuléen est la culture lithique qui a perduré sur la plus longue gamme de temps : environ 1,5 Ma (Gallotti, 2016). Clairement originaire de l'Afrique (Beyene et al., 2013 ; Santonja et Villa, 2006), son évolution et mode de dispersion/émergence sont encore au cœur de nombreuses discussions et demeurent loin d'être compris. Parmi les questions encore débattues par la communauté scientifique, une est particulièrement d'actualité : cette culture est-elle uniquement héritée d'une tradition africaine ou s'est-elle spontanément développée régionalement, voir micro-régionalement comme semble le suggérer son apparition sporadique en Europe (Moncel et Schreve, 2016). La diversité des chaînes opératoires utilisées et des objets (matières premières variées, tailles) retrouvés en Europe de l'ouest entre 800 et 500 ka ainsi que le nombre très restreint de sites (environ une quinzaine) de cette période ayant livré de tels outils rendent l'étude de la dispersion de l'Acheuléen et la question de son/ces origines difficile à appréhender.

De nombreux auteurs ont dans un premier temps suggéré un peuplement de l'Europe en deux phases, une première phase précoce autour de 1,6-1,2 Ma par des populations utilisant uniquement des outils de mode technique 1 (oldowayenne ; Out of Africa I ou première dispersion hors d'Afrique, Cann et al., 1987, Arzarello et Peretto, 2010, Prat, 2017) et une seconde plus tardive autour de 700 ka par des populations possédant des industries de mode 2 (Out of Africa II) (Bar-Yosef et Belfer-Cohen, 2001, Piperno, 1997, Barsky et de Lumley, 2010, Moncel et al., 2013, 2015, Vallverdù et al., 2014). Cependant la découverte récente d'industries lithiques acheuléennes sur le site de Barranc de la Boella datées du Pléistocène inférieur (Vallverdù et al., 2014) ainsi que les questionnements chronologiques autour des sites de Solana del Zamborino, la Cueva negra del Estrecho del Quípar (Scott et Gibert, 2009) ou de Lézignan la Cèbe (Bourguignon et al., 2016) suggèrent que cette hypothèse est peut-être simpliste. Aujourd'hui, une théorie supportant l'occurrence de plusieurs vagues migratoires est avancée (Moncel et al., 2016a, Moncel et Schreve, 2016). Chacune de ces vagues migratoires serait porteuse de savoirs techno-lithiques différents répondant néanmoins toutes à la

définition stricte de l'Acheuléen qui ne repose, et il faut le rappeler, que sur la présence de larges éclats façonnés symétriquement (Nicoud, 2011). Ces arrivées de populations ont également pu être largement dépendantes et/ou contrôlées par les variations climatiques ayant eu lieu au Pléistocène moyen (Moncel et al., 2017). Il n'est pas dans le propos de ma thèse de discuter de manière approfondie les différentes hypothèses existantes et de prendre position pour l'une ou l'autre car mon travail a concerné uniquement une zone géographique très limitée. Néanmoins, à l'échelle de la péninsule italienne ces problématiques seront abordées et discutées dans la suite du manuscrit. Il était donc important de replacer ces discussions dans un contexte plus général.

4.2 L'Acheuléen, terme obsolète ?

La notion même « d'Acheuléen » est de nos jours remise en question. Ce fut d'ailleurs déjà le cas dans le passé, lorsque de nombreux auteurs soulignèrent la grande hétérogénéité des assemblages lithiques associés à cette culture lithique (Dubalen, 1924, Breuil et Lantier, 1959, Bordes, 1961). Ils tentèrent alors de déterminer les limites entre un Acheuléen inférieur, moyen et supérieur pour les industries lithiques d'Afrique de l'Est. En Europe de l'ouest sur certains gisements, surtout pour des sites plus anciens que 500 ka, ces industries bifaciales sont souvent associées au sein d'un même niveau archéologique à des industries de mode 1 (choppers, chopping tools), alors qu'à partir du stade isotopique 12 (~ 470 ka, Lisiecki et Raymo., 2005) elles peuvent également être trouvées avec des outils de mode 3 (débitage récurrent) rendant la stricte séparation chronologique de ces cultures probablement impossible. De nombreux sites d'Europe, comme Isernia la Pineta (Peretto et al., 2015) ou Pakefield (Parfitt et al., 2005) ne présentent d'ailleurs pas d'industrie travaillée de manière symétrique mais au contraire des industries caractérisées par un outillage riche en petits éclats de débitage nommés micro-tools (Fig. 1, Barsky, 2013, Gallotti et Peretto, 2015, Rocca, 2016) qui apparaissent à partir de 800 ka et sont ensuite retrouvés de manière continue en Europe.

Bien qu'elles soient aujourd'hui également largement remises en question, deux autres cultures lithiques, le Clactonien et le Tayacien, sub-contemporaines de l'Acheuléen, ont également été proposées en Europe, remettant la dominance de l'Acheuléen en question (Grifoni et Tozzi, 2006). Le Clactonien, proposé pour la première fois par Breuil en 1932, est constitué principalement de larges éclats à talons peu préparés alors que les industries tayaciennes étaient considérées comme évolution du Clactonien et prémices du Levallois

(mode technique 3). Elles sont toutes deux caractérisées par de petits éclats montrant des talons et bulbes facettés (Breuil et Lantier, 1959, McPherron et al., 2012). Ces industries sont très rarement associées à des outils bifaciaux. L'homogénéité de ces assemblages a, dès 1948, été contestée ré-ouvrant les questionnements autour de la légitimité à définir des cultures par la présence ou l'absence de quelques outils. Aujourd'hui, il est admis que l'absence d'outil bifacial ou d'une manière générale d'un type d'industrie ou de faunes ou flores particulières ne peut plus être considérée comme marqueur chronologique (e.g. Nicoud en 2011). Le terme « Acheuléen » devient de plus en plus associé à la gamme de temps d'existence de cette culture et nombre d'études récentes tendent à proposer le terme au pluriel « Acheuléens » pour souligner sa complexité (Nicoud, 2013, Moncel, 2016, Rocca, 2016). De plus, on assiste parfois à une surinterprétation d'un site, basée uniquement sur la présence de quelques outils lithiques. On notera ici qu'il est nécessaire de connaître la fonction d'un site archéologique afin mieux comprendre la nécessité ou utilité de certains outils. L'absence d'un outil dans un assemblage lithique peut également être simplement due au fait que la zone de fouille n'est pas suffisamment étendue ou que les activités des hominins présents sur le gisement ne nécessitaient pas ce type d'outils.

Beaucoup de questions restent ouvertes quant à l'usage de ces outils bifaciaux. Certains auteurs suggèrent que l'utilisation du biface était similaire à celle d'un couteau suisse (avec une large gamme d'utilisation Boeda, 1997 ; Nicoud, 2011). Ces industries surtout au début du Pléistocène moyen, démontrent une diversité de techniques de taille et une grande variété de matières premières utilisées. A partir des années 1980-90 les chercheurs ne se sont plus contentés d'étudier les caractéristiques typologiques des outils et ont commencé à étudier la fonction de ces derniers et des gisements associés et à relier ces informations au cadre paléoenvironnemental des sites et régions d'études. Les recherches, notamment d'Eric Boëda depuis 1997, suggèrent que la variabilité de façonnage pouvait être due à la fois à la diversité de matières premières utilisées et disponibles mais également à la contrainte du maintien du volume final de l'objet désiré (Nicoud, 2011). Boëda puis ensuite Nicoud proposent la notion de bifaces « outils » et de bifaces « supports d'outils », soulignant le fait qu'un biface n'est pas forcément un outil unique, façonné en une seule fois mais peut également être retravaillé, repensé au cours sa période de temps d'utilisation. L'utilité et le développement de telles industries restent aujourd'hui très débattus, il semble donc nécessaire pour avancer dans la

compréhension de l'évolution technique et culturelle des populations d'homininés au Pléistocène moyen en Europe occidentale d'établir un contexte chronologique unifié, fiable mais aussi de progresser dans l'étude de la fonction des gisements archéologiques (site de chasse, d'habitat, de boucherie).

Entre 450 et 400 ka, le mode 2 semble exploser et se « diffuser » dans toute l'Europe. Il y a une généralisation et standardisation des outils bifaciaux qui sont retrouvés associés entre 350 et 300 ka aux premières industries de mode 3. Le nombre de restes fossiles humains découverts augmente aussi et semble démontrer une homogénéité croissante des populations qui sont morphologiquement beaucoup plus proches les unes des autres avec des caractères néanderthaliens de plus en plus marqués. Cette période de temps correspond climatiquement à l'installation définitive de cycles climatiques glaciaires/ interglaciaires d'une durée moyenne d'environ 100 ka. Cette coïncidence temporelle suggère pour certains chercheurs une influence des changements climatiques dans la dispersion et/ou l'évolution technologique des hominés peuplant l'Europe (Hublin, 2009, Muttoni et al., 2010, Moncel et al., 2017). Ces bouleversements climatiques et environnementaux sont présentés de façon synthétique ci-dessous.

II/ Le Pléistocène : un contexte climatique déterminant

1. La « *Early Middle Pleistocene Transition (EMPT)* », une transition climatique majeure entre 1,4 Ma et 420 ka

1.1 La « *Early Middle Pleistocene Transition (EMPT)* »

A la fin du Pléistocène inférieur (1,4 Ma-781 ka) puis au cours du Pléistocène moyen jusqu'à il y a environ 420 ka s'opère un changement climatique global, qui a largement impacté le climat terrestre et donc probablement l'évolution de la lignée humaine : la « *Early Middle Pleistocene Transition (EMPT)* ou *Revolution (EMPR)* (Head et Gibbard., 2015). Il s'agit d'une transition climatique progressive au cours de laquelle les cycles glaciaires/interglaciaires, qui avant le stade isotopique MIS 36, avaient une rythmicité d'environ 41 ka, dominée par l'obliquité de l'axe de rotation de la Terre, vont peu à peu laisser place à des cycles plus longs, d'une durée proche de 100 ka (Kent et al., 1971). Les cycles deviennent alors progressivement

de plus grande amplitude et plus marqués conduisant ainsi au développement de périodes glaciaires plus arides et plus longues. Sont présentés figure 3 différents enregistrements de cette transition avec un zoom sur les derniers 1,2 Ma. Cette illustration montre tout d'abord en bas de la figure la courbe isotopique moyenne de variations du $\delta^{18}O$ enregistrées par des foraminifères benthiques (Lisiecki et Raymo, 2005). Cette courbe moyenne, reflète la variation de quantité de glace stockée sur les continents à l'échelle de la planète (donc indicateur du niveau des mers) et donc indirectement, fournit des informations sur les températures globales de la Terre. Deux des autres courbes présentées ont été obtenues sur la carotte de glace de Dome C (EPICA, Antarctique, Bazin et al., 2013) et montrent : 1) Les variations de températures au dessus de cette zone de l'Antarctique déduites de la mesure de l'excès en deutérium de glace ($\delta_{\text{deutérium}}$, courbe bleue) ; 2) Les variations de la concentration en méthane (CH_4 , courbe orange) dans les bulles d'airs piégées dans cette dernière qui sont liées à l'activité biologique globale (un climat tempéré et plus humide conduisant à une quantité plus importante de méthane dans l'atmosphère). Comme mon travail est centré sur la zone méditerranéenne, il est important de mentionner que l'expression de la EMPT est variable d'une zone géographique à une autre. J'ai donc également reporté sur cette figure les variations de $\delta^{18}O$ enregistrées par mesure de foraminifères planctoniques (*G. ruber*, vivants en surface de la mer) provenant de la carotte marine méditerranéenne du site KC01B (mer ionienne, Lourens, 2004, courbe verte). Cette courbe reflète les variations des températures de surface de la mer pour cette zone de la Méditerranée et ceci pour les derniers 1,1 Ma. On notera que la transition EMPT est moins marquée dans la zone méditerranéenne que pour les enregistrements marins et de l'Antarctique par exemple (Fig. 3).

1.2 Rôle des paramètres orbitaux dans la EMPT

L'astronome Milutin Milankovitch au début du XX^{ème} siècle puis plus tardivement d'autres études menées par Hays et al., en 1976 ont montré que les facteurs majeurs déterminant le climat terrestre à court terme (< 100 ka) et donc la durée et l'intensité d'un cycle climatique glaciaire/interglaciaire étaient les variations et alternances de dominance de trois paramètres orbitaux majeurs : l'obliquité de l'axe de rotation par rapport à la perpendiculaire au plan de l'écliptique, la variation d'excentricité de l'orbite terrestre et la précession des équinoxes et du périhélie de la Terre. L'obliquité correspond à la variation de l'inclinaison de l'axe de rotation

terrestre par rapport à la perpendiculaire au plan de l'écliptique (variation entre 22° et 25°). Ce phénomène s'effectue avec une rythmicité d'environ 41 ka. La précession des équinoxes est quant à elle associée à des oscillations de l'axe de rotation de la Terre. Ces oscillations cycliques sont les conséquences des forces gravitationnelles induites par la Lune, le Soleil et les autres planètes du système solaire ainsi que de la force centrifuge subie par le globe terrestre. La Terre n'étant pas une sphère parfaite mais étant légèrement aplatie au niveau des pôles et gonflée à l'équateur, les forces d'attractions sont ainsi non uniformes. Enfin, l'excentricité terrestre caractérise la forme de l'orbite décrite par la Terre en un an autour du Soleil (elliptique) et correspond à la variation de la distance moyenne Terre-Soleil, la principale composante de cette variation fluctuant sur une période de 413 ka alors que d'autres fluctuent sur des périodes entre 95 et 125 ka.

Les trois paramètres présentés ci-dessus vont agir en même temps sur le bilan radiatif arrivant à la surface de la terre (quantité d'énergie solaire) ce sont donc les facteurs majeurs des changements du climat terrestre passé. Je précise pour les climats passés car l'activité humaine depuis la révolution industrielle et les changements majeurs de la composition de l'atmosphère terrestre associés (i.e. gaz à effet de serre (GES)) représentent aujourd'hui la force principale qui surpasse le forçage orbital (voir le rapport du GIEC 2015). Avant 1,4 Ma, les cycles climatiques étaient symétriques suggérant une réponse au forçage orbital plus ou moins linéaire (Ruddiman et al., 1986). Plusieurs études, notamment celle de Ruddiman et al. (1986), ont démontré pour le Pléistocène inférieur une dominance du paramètre d'obliquité, expliquant ainsi la cyclicité climatique régulière d'une durée d'environ 41 ka (Head et Gibbard., 2015, Maslin et Brierley., 2015). Au début de l'EMPT, lors de l'allongement progressif des cycles climatiques, la fréquence de ces derniers devient de moins en moins linéaire et il a longtemps été proposé que l'influence de l'obliquité ait peu à peu diminué laissant progressivement place à une dominance de l'excentricité forcée soit par la précession des équinoxes soit par le paramètre d'obliquité (e.g. Head et Gibbard., 2015, Maslin et Brierley., 2015). Cependant la réelle influence du forçage orbital sur les cycles climatiques est aujourd'hui au cœur de nombreux débats et les hypothèses sur l'origine de la « Early Middle Pleistocene Transition (EMPT) » sont nombreuses.

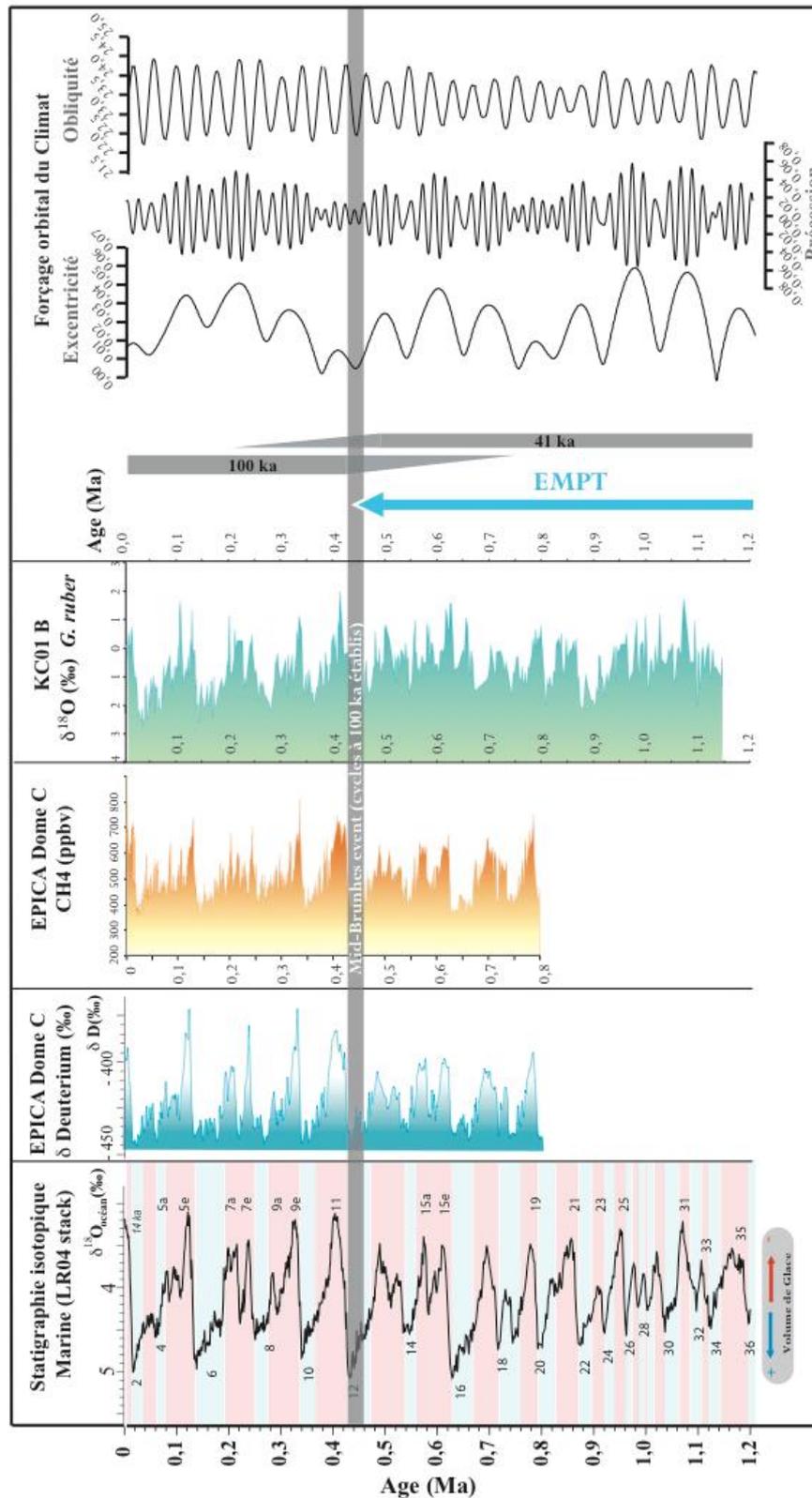


Figure 3 : De bas en haut, compilation des enregistrements isotopiques marins globaux obtenus à partir de l'analyse d'assemblages de foraminifères benthiques (Lisiecki et Raymo, 2005); courbe de δ Deutérium du site EPICA Dome C pour les derniers 800 ka (Bazin et al., 2013) ; courbe de CH_4 du site EPICA Dome C (Bazin et al., 2013) ; courbe de $\delta^{18}\text{O}$ de foraminifères planctoniques (*G. ruber*) pour la carotte KC01B (derniers 1,2 Ma, Lourens, 2004) ; schéma montrant la transition entre des cycles climatiques d'une durée de 41 ka à des cycles de 100 ka ; courbes des paramètres orbitaux définis par Milankovitch (d'après Laskar et al., 2004)

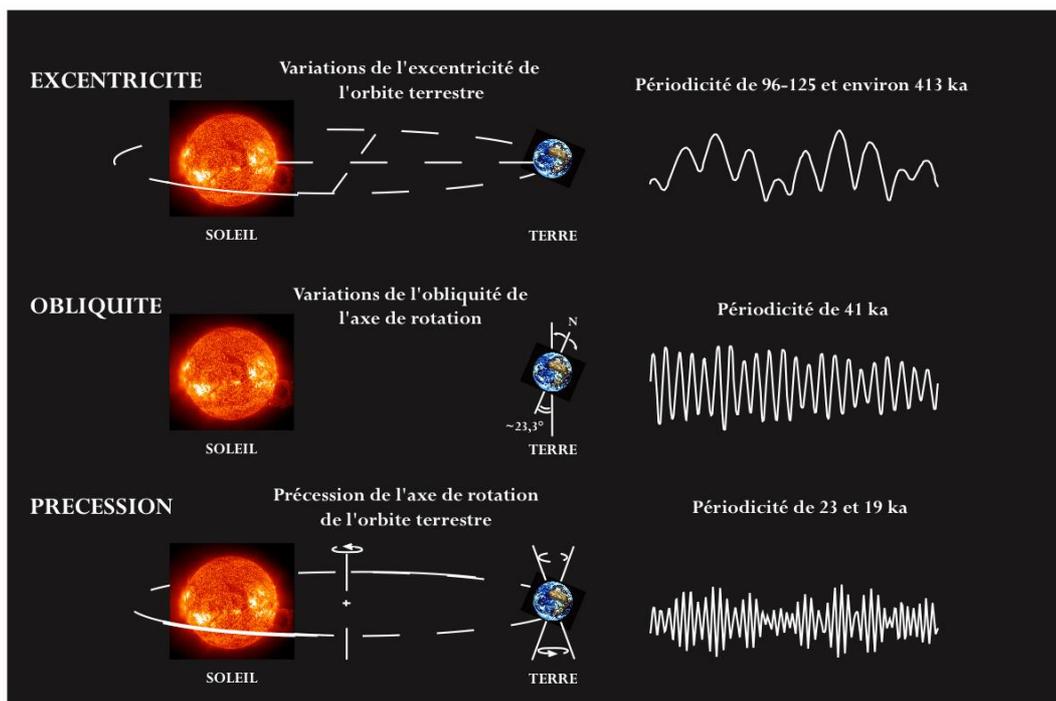


Figure 4 : Schéma illustrant les paramètres orbitaux définis par Milankovitch; excentricité, obliquité et précession.

Certains auteurs proposent maintenant un maintien au cours de cette transition de la dominance du paramètre d'obliquité, potentiellement forcé par les autres paramètres orbitaux. En effet, l'excentricité est caractérisée par des cycles ayant des périodes de 96, 125 and 413 ka et l'absence d'un pic remarquable dans les enregistrements climatiques tous les 413 ka a conduit à la remise en question de son rôle dans les cycles climatiques du dernier million d'années (*e.g.* Maslin et Ridgwell, 2005). Huybers a proposé en 2006 et 2007 que le système climatique est actuellement sous contrôle principal du paramètre d'obliquité avec une accumulation de deux ou trois cycles d'obliquité par cycle climatique, certains enregistrements tendant à confirmer cette hypothèse comme les analyses faites sur les spéléothèmes de Corchia en Italie (*e.g.* Bajo et al., 2015). Finalement, une autre théorie proposée par Head et Gibbard en 2015 et soutenue par Hodell et al., 2015 suggère que ces cycles d'obliquité aient également été largement influencés par le paramètre de précession, les périodes au cours desquelles commencent les déglaciations ne suivant pas un schéma périodique régulier. Les influences du système orbital sur cette transition climatique ne sont donc pas encore totalement comprises et les recherches actuelles proposent également que ces variations climatiques non linéaires, surtout au début de la EMPT, aient de plus été influencées par des paramètres terrestres indirectement liés aux données orbitales. Pour exemples ces paramètres terrestres

peuvent être : les variations de concentrations de gaz à effet de serre, la réorganisation de la circulation à la fois atmosphérique et océanique, les phénomènes d'érosion massives des régolithes, une tectonique très active ou encore l'augmentation du phénomène d'albédo dues aux périodes glaciaires plus intenses (voir une présentation des différentes hypothèses dans Head et Gibbard., 2015). Si l'origine de cette transition est encore énigmatique à bien des égards il est aujourd'hui avéré que celle-ci a eu une influence sur l'évolution humaine et les faunes et flores. Ce point est présenté avec plus de détails ci-dessous :

2. Conséquences environnementales et impacts de la EMPT sur les hominins

Entre les stades isotopiques 36 et 11, c'est-à-dire entre 1,2 Ma et 420 ka, la EMPT a conduit à de nombreux changements environnementaux qui ont de façon directe influencé les déplacements des faunes, flores et hominins. En Europe de l'ouest, l'augmentation de l'amplitude des oscillations climatiques à partir du stade isotopique MIS 36 a eu pour conséquence majeure l'augmentation de l'intensité et de la durée des périodes glaciaires, avec une première glaciation continentale majeure au cours du MIS 22 (dont l'optimum glaciaire s'est produit il y a ~ 870 ka, Muttoni et al., 2010). Ces changements climatiques ont entraîné un bouleversement environnemental, principalement dans les territoires de hautes latitudes qui deviennent inhabitables pour les pré-néanderthaliens pendant le maximum des périodes glaciaires en absence de maîtrise du feu (donc avant 400 - 450 ka, de Lumley, 1976, Kretzoi et Dobosi, 1990, Monnier et al., 1996, Gowlett et al., 2005). L'abaissement du niveau marin dû au stockage massif d'eau par les calottes glaciaires continentales a entraîné un assèchement périodique de l'atmosphère et donc généré localement des sécheresses mais aussi permis l'ouverture de zones terrestres inaccessibles en périodes tempérées. C'est notamment le cas entre les continents africain et eurasiatique (Muttoni et al., 2009). Ces routes sont alors potentiellement devenues de nouvelles voies migratoires pour les populations d'hominins.

L'intensification des cycles climatiques a également mené durant les périodes froides les plus marquées (MIS 22 (~915 - ~850 ka) et 16 (~675 - ~620ka) en particulier) à une aridification de nombreuses zones, rendant celles-ci inhospitalières (par exemple le Sahara et le sud de l'Afrique). Cela a éventuellement conduit les hominins mais également les faunes de grands mammifères à migrer notamment vers le nord du continent, le long de la vallée du Nil (Larrasoana et al., 2003, Muttoni et al., 2009, 2010). L'Europe orientale ou encore le nord de

l'Italie sont caractérisés pendant ces périodes par des plaines lœssiques qui s'étendent pour certaines jusqu'aux côtes de la Mer noire, attestant pour les stades glaciaires MIS 22 et MIS 16 de l'influence de ces périodes froides sur certaines zones comme le site de Leffe dans les Alpes italiennes (Muttoni et al., 2007).

Les changements de températures annuelles, de saisonnalité et l'augmentation de l'aridité générale en période glaciaire ont également entraîné des changements et/ou formation de nouvelles niches écologiques forçant les espèces à s'adapter rapidement à leurs environnements, créant ainsi une compétition et coévolution aussi bien des macro que des micro-mammifères (Martínez-Navarro et al., 2010, Palombo et al., 2005, Palombo, 2013). Les enregistrements paléontologiques montrent ainsi au début de la EMPT une transition faunique progressive en Europe à partir de 1,2 Ma caractérisée par des extinctions et migrations en masse de plusieurs espèces. La présence et/ou (dans certains cas) l'absence de ces taxons servent d'ailleurs aujourd'hui couramment de repères biochronologiques pour dater des gisements archéologiques (Palombo et al., 2005). Longtemps cette transition climatique a été associée à un passage entre une faune dite villafranchienne et une faune galérienne (Palombo et al., 2005, Palombo, 2013), puis il a été suggéré l'existence d'une période dite « épi-villafranchienne » (Bourdier, 1961, Kahlke, 2007, Martínez-Navarro et al., 2010, Bellucci et al., 2015), chronologiquement intercalée entre le Villafranchien (enregistrant en Italie les unités fauniques (UFI) Tasso, Farneta et Pirro, voir Milli et Palombo, 2005) et le Galérien (UFI: Ponte Galeria, Isernia et Fontana Ranuccio, Milli et Palombo, 2005, Marra et al., 2014, Bellucci et al., 2015). L'épivillafranchien est considéré comme couvrant la période de temps comprise entre environ 1,2 Ma et 0,9- 0,8 Ma (UFI : Colle Curti et Slivia, Bellucci et al., 2015) et est associé à l'arrivée de nouveaux taxons en Europe de l'ouest, tels que *Mammuthus trogontherii* ou *Sus scrofa piscus*, ne provenant pas du continent africain mais plutôt d'Europe de l'est ou d'Asie (Rook et Navarro-Martínez, 2010). Les grands mammifères, notamment les herbivores *Hippopotamus antiquus* ou *Mammuthus trogontherii* ainsi que certains carnivores dépendants de la migration de troupeaux d'herbivores comme les hyènes *Pachycrocuta brevirostris* et *Crocuta crocuta*, ont semble-t-il été impactés par l'aridification du continent africain et de l'Europe de l'est, entraînant ainsi leur migration massive vers le sud de l'Europe de l'ouest pour suivre leurs proies (e.g. Rook et Navarro-Martínez, 2010). Certains auteurs suggèrent également une

deuxième vague migratoire de grands mammifères autour de 650-600 ka pendant le MIS 16 vers l'Europe de l'ouest, région où la végétation est restée malgré une ouverture globale des paysages, tempérée principalement autour du bassin méditerranéen (Orain et al., 2013). Les espèces animales les plus emblématiques de cette période sont l'auroch *Bos primigenius* (Martínez-Navarro et al., 2010), le lion *Panthera leo* et le léopard *Panthera pardus*.

Dans ce contexte particulier, le bassin méditerranéen est parfois qualifié de « warm spot » européen, ayant joué le rôle de zone refuge pour certaines espèces mais surtout pour la végétation tempérée au cours des périodes glaciaires (Tzedakis, 2007), notamment au cours des stades isotopiques 16 (~ 680-625 ka) et 12 (~ 450-425 ka) qui sont les plus rudes du dernier million d'années. Cette persistance de zones à végétation tempérée expliquerait en partie la migration lors des phases glaciaires des troupeaux et hominins vers ces territoires. La subsistance de ces derniers étant principalement dictée par les ressources disponibles sur un territoire donné (Orain et al., 2013).

III/ Nécessité d'un cadre chronologique juste et précis

1. Apport d'un schéma chronologique robuste

L'Europe de l'ouest est riche en sites paléolithiques datés ou dont l'âge est estimé entre 780 et environ 250 ka, mais néanmoins les modalités évolutives de la lignée pré-néanderthaliennne sont encore très discutées et ce, principalement en raison de la rareté de contraintes chronologiques justes et fiables. La plupart des sites européens de cette période sont des sites de plein air dont les séquences stratigraphiques sont peu ou mal préservées, limitant ainsi le nombre de méthodes de datation robustes et fiables utilisables. Très souvent, le contexte chronologique des sites archéologiques de cette gamme de temps repose sur l'interprétation des données paléontologiques (biochronologie), archéologiques ou environnementales disponibles, restreignant dans la plupart des cas l'âge d'un gisement à un stade isotopique. Sur certains sites, des schémas et idées préétablis depuis plusieurs décennies et ancrés dans la littérature soutiennent des interprétations parfois dépassées. Le site archéologique de Campogrande (Ceprano) est un exemple typique d'une telle surinterprétation de données : un crâne morphologiquement « archaïque » y a été découvert en 1994 et dans un premier temps, sur des bases géologiques et archéologiques, estimé autour de 800-900 ka, faisant de ce dernier

un fossile pionnier en Europe et l'un des rares crânes témoignant de l'arrivée d'homininés morphologiquement proches d'*Homo erectus* venus d'Afrique (Ascenzi et al., 2000). Des analyses paléomagnétiques (Muttoni et al., 2009) ainsi que des datations $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ (Nomade et al., 2011) ont récemment prouvé que ce crâne ne datait en fait que de 360 à 400 ka, rajeunissant ce fossile de plus de 400 ka. Cet exemple souligne la nécessité de l'obtention d'un cadre chronologique juste et robuste des occupations « acheuléennes » européennes pour repositionner précisément les peuplements associés dans un contexte climatique et environnemental qui est la plupart du temps chronologiquement bien mieux contraint. Sans données chronologique fiable à l'échelle continentale mais également régionale (voir micro-régionale), relier et comparer les sites les uns par rapport aux autres est difficile, voire impossible. La confrontation des données archéologiques européennes avec une échelle chronologique continue et/ou unifiée du Paléolithique inférieur permettrait à terme de préciser davantage le mode de vie et l'évolution des populations humaines ainsi que le cadre de la transition vers le Paléolithique moyen. C'est dans ce cadre que ma thèse s'inscrit. Elle a pour objectif d'apporter pour la péninsule italienne des données chronologiques d'une précision améliorée en Europe de l'ouest. Les méthodes de datation disponibles pour le Pléistocène moyen, en particulier le début de celui-ci, présentent des résultats hétérogènes dans leurs précisions et justesses. Il est ainsi nécessaire avant d'aller plus loin de présenter les méthodes utilisables pour cette période avec leurs avantages et inconvénients (voir paragraphe suivant).

2. Méthodes de datation applicables au Pléistocène moyen : avantages et limites

Les méthodes de datation utilisables entre 781 et 117 ka sont relativement nombreuses et reposent sur différents principes, physiques mais également paléontologiques ou environnementaux. Ces techniques ou approches sont utilisables sur un large panel de matériaux offrant ainsi la possibilité d'obtenir des contraintes chronologiques (absolues ou relatives) pour la majorité des gisements européens de cette période. Cependant la précision et justesse de ces techniques ne sont pas toutes du même ordre et, lorsque le gisement étudié le permet, la confrontation des résultats obtenus par plusieurs d'entre elles est importante si l'on veut obtenir un âge plus fiable et/ou précis que l'attribution à un ou deux stades

isotopiques, ce qui est souvent le cas. Les méthodes de datations dites relatives, dans un premier temps, puis « absolues » (ou « numériques ») seront présentées succinctement ci-dessous. Les différentes méthodes absolues ainsi que leurs gammes de temps d'applicabilités concernant la période qui nous intéresse ici (i.e. 700-250 ka) sont synthétisées figure 5.

2.1 Datations relatives

Plusieurs méthodes de datations relatives sont utilisées pour la période du Pléistocène moyen. Elles conduisent principalement à l'obtention d'âges pour un gisement par rapport à un autre ou à une référence. Ces âges sont principalement basés sur les principes d'analyse stratigraphique et d'identité paléontologique des sites :

- L'analyse stratigraphique d'un site est primordiale pour la compréhension d'un gisement. Elle permet de déterminer les conditions de dépôt des sédiments (par exemple fluvatile, lacustre, palustre...) et l'occurrence ou non de remaniement sédimentaire ou lacune(s) de sédimentation pouvant remettre en question la continuité d'une séquence. Sans remaniement sédimentaire et/ou processus tectonique post-dépositionnel, le principe de superposition des couches peut être appliqué (i.e. les couches inférieures étant plus anciennes que les couches les recouvrant). Malheureusement dans beaucoup de sites du Paléolithique inférieur d'Europe occidentale, (hormis les sites en grottes qui sont minoritaires), les séquences stratigraphiques sont mal conservées, souvent très courtes et/ou tronquées et ne comptent, dans beaucoup de cas, qu'un unique niveau archéologique, rendant cette approche inapplicable.
- Lorsque des téphras sont incorporés dans des séquences stratigraphiques il est parfois possible de les étudier chimiquement (analyse des éléments majeurs contenus dans des verres volcaniques) et ainsi déterminer la source volcanique qui en est à l'origine, il s'agit alors d'études téphrochronologiques. Cette approche permet également dans certains cas, lorsque les séquences volcaniques de référence ont fait au préalable l'objet d'études détaillées, d'identifier à quelle éruption volcanique correspond le téphra étudié. Il est donc possible de parfois donner indirectement un âge robuste à une séquence stratigraphique. La téphrochronologie est dans ce cas proche d'une méthode

absolue *sensu stricto*.

- L'étude paléontologique d'un site archéologique est également primordiale, lorsque cela est possible, pour l'établissement d'un contexte chronologique et environnemental cohérent pour un site donné. Les assemblages fauniques (macro et/ou micro-mammifères, malacofaunes) sont en effet des indicateurs climatiques (espèces associées à des périodes glaciaires ou interglaciaires) et environnementaux qui dominaient lors de l'occupation d'un gisement (environnement aride, humide, sec, ouvert, forestier, steppique...). Il est également possible, lorsque des sites paléontologiques sont contraints par l'intermédiaire de méthode(s) absolue(s), de dater de manière relative des sites voisins présentant des assemblages fauniques similaires ou proches. En Europe, dès le début des années 1980, des unités fauniques rassemblées sous l'étiquette MNQ (mammifères du Néogène et Quaternaire, Guérin et al., 1990 ; Fig. 5) ont été définies de manière à établir des biochronologies relatives régionales ou globales des biozones européennes. Les MNQ et leurs limites chronologiques sont définies à partir de plusieurs critères et informations. Certains gisements sont considérés, d'un point de vue paléontologique, comme sites de référence et permettent lorsque les assemblages fauniques des sites étudiés sont bien conservés de contraindre « chronologiquement » ces derniers. L'extinction ou apparition de nouvelles espèces ainsi que leurs acquisitions de synapomorphies ou mutations au cours du temps permettent aux paléontologues de déterminer des séquences biochronologiques régionales et parfois globales associées à la présence ou absence de certains taxons emblématiques. Les principaux critères pour définir une MNQ sont dans un premier temps d'identifier les périodes temporelles associées à des extinctions ou apparitions de nouveaux taxons au niveau de la zone d'étude. Bien souvent, ces mouvements migratoires ou évolutions locales (menant à un changement d'espèce) sont associés à des contraintes climatiques ou environnementales importantes comme la transition EMPT. Il est également primordial de définir, pour des espèces dont la lignée est bien connue par les paléontologues, le stade évolutif de ces dernières. Finalement, c'est l'association systématique de plusieurs taxons qui permet de définir une unité faunique majeure. Certains sites comme Pirro Nord (López-García et al., 2015) en Italie

ou Alto de la Picarazas (Gabarda et al., 2016) en Espagne sont par exemple contraints chronologiquement grâce aux données obtenues par l'étude des assemblages de micro-faunes présents sur les gisements. L'occurrence de l'espèce *Allophaiomys ruffoi* sur les deux sites mentionnés ci-dessus est marqueur de la gamme temporelle entre 1,4 et 1,1 Ma. En Italie, les MNQ sont remplacées par des unités fauniques appelées FUs. Les MNQ comme les FUs (Gliozzi et al., 1997, Milli et Palombo, 2005, Milli et al., 2008) ont initialement été calibrées chronologiquement grâce aux données magnéto-stratigraphiques régionales disponibles (Agusti et al., 2001, Van Dam, 2001).

- Les études anthropologiques lorsque les sites archéologiques abritent un ou plusieurs fossile(s) humain(s) sont également d'une aide précieuse pour donner une indication chronologique supplémentaire. Cependant, pour le Pléistocène moyen, les données obtenues sont, en raison du faible nombre de spécimens découverts et de leur grande diversité morphologique, peu précises et ne permettent pas de contraindre de manière robuste la chronologie d'un gisement.

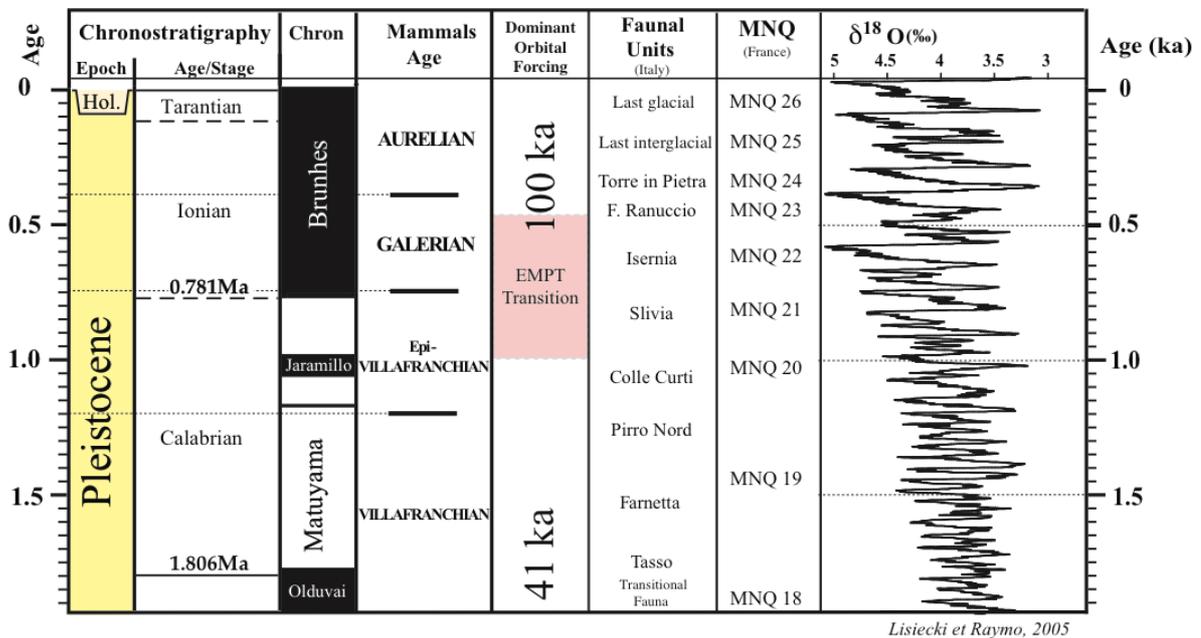


Figure 5 : Positions chronologiques des MNQ et FUs, figure modifiée d'après Nomade et al., 2014.

Ces approches ne sont pas des méthodes de datation absolue et permettent dans la majorité des cas d'attribuer une occupation humaine à un ou plusieurs stades isotopiques ce qui est malheureusement insuffisant pour répondre aux problématiques évolutives actuelles.

2.2 Datations absolues (ou numériques)

Les méthodes de datation absolues utilisables sur les deux derniers millions d'années ainsi que leurs gammes d'applicabilité sont présentées figure 6. Le ^{14}C ayant un temps de demi-vie très court ($t_{1/2} = 5370$ ans) la méthode radiocarbone est uniquement applicable pour les échantillons du Pléistocène supérieur final et pour l'Holocène, dans la limite supérieure d'environ 45 ka. C'est pour cette raison que cette technique ne fera pas l'objet d'une présentation dans la suite du manuscrit celui-ci étant focalisé sur le Pléistocène moyen.

Méthodes isotopiques

Les méthodes isotopiques sont celles qui aujourd'hui permettent d'obtenir la meilleure justesse et précision pour l'âge d'un site archéologique du Pléistocène moyen. Les plus utilisées, également les plus fiables, sont les méthodes basées sur le déséquilibre de la famille de l'uranium ($^{230}\text{Th}/^{234}\text{U}$, $^{238}\text{U}/^{206}\text{Pb}$, Nier, 1939, Patterson, 1956, Ku, 1976, Ivanovich et al., 1992, Getty et DePaolo, 1995), et les méthodes reposant sur la décroissance radioactive du ^{40}K en ^{40}Ar ($^{40}\text{K}/^{40}\text{Ar}$ et $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$, Dalrymple et Lanphere, 1969, McDougall et Harrison, 1988). Les constantes de désintégration, en particulier de la famille de l'uranium et dans une moindre mesure du potassium (voir ci-dessous), étant connues avec une bonne précision et les hypothèses de bases nécessaires étant vérifiables, les âges obtenus sont en général précis et robustes.

La méthode $^{234}\text{U}/^{230}\text{Th}$ est applicable aux matériaux carbonatés tels que les coquilles de mollusques, les spéléothèmes, les coraux ou encore dans certains rares cas les ossements. Cependant la gamme chronologique de cette technique dépasse difficilement les 500 ka (environ 6 périodes du ^{230}Th rendant les sites du début du Pléistocène moyen et du Pléistocène inférieur inapprochables par cette approche, Andersen et al., 2008). A contrario, le temps de demi-vie associé à la désintégration de l'uranium en plomb est beaucoup plus long que pour l'U/Th, il est ainsi possible de dater des échantillons plus anciens (jusqu'à l'âge de la Terre, Richards et al., 1998). Cette technique basée sur la mesure de deux isotopes pères de l'uranium et de leurs isotopes fils ($^{235}\text{U}/^{207}\text{Pb}$, $t_{1/2} = 700$ Ma et $^{238}\text{U}/^{206}\text{Pb}$, $t_{1/2} = 4.5$ Ga) est cependant, utilisable sur un type de matériaux plus restreint, majoritairement des minéraux qui au moment de leur cristallisation ne contenaient pas de plomb, comme les zircons, les cassitérites ou encore parfois les monazites (Richards et al., 1998). L'U/Pb a également démontré de bons

résultats pour la datation de spéléothèmes ou planchés stalagmitiques relativement riches en uranium, ajoutant un intérêt majeur à cette technique dans les études archéologiques, notamment pour la datation de sites anciens en grottes (Woodhead et al., 2006, Michel et al., 2017).

Les méthodes $^{40}\text{K}/^{40}\text{Ar}$ et $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ sont quant à elles principalement applicables à la datation de matériels d'origine majoritairement plutonique et volcanique, en particulier laves ou téphras. Le fait que le temps de demi-vie du ^{40}K soit très long ($T_{1/2} = 1,25 \text{ Ga}$) et que la quantité de potassium dans la croûte terrestre soit importante (7^{ème} élément le plus commun) font de ces méthodes et en particulier de la méthode $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$, un outil très versatile permettant de dater des roches/minéraux vieux de plusieurs milliards d'années (McDougall et Harrison, 1988) mais aussi de quelques milliers d'années (Renne et al., 2000). Ces techniques, leurs avantages à la fois géologiques et archéologiques ainsi que leurs contraintes et limites d'applications seront présentés plus en détail dans la suite du manuscrit (chapitre 2), la méthode $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ sur monocristaux étant l'outil géochronologique utilisé pour mener à bien ma thèse de doctorat.

Une autre méthode isotopique très utilisée à l'heure actuelle, mais encore en plein développement utilise les nucléides cosmogéniques, c'est-à-dire les isotopes créés dans l'atmosphère ou la croûte terrestre lors de réactions nucléaires induites par les rayonnements cosmiques. Les principaux nucléides cosmogéniques produits sont l' ^3He , le ^{10}Be , l' ^{26}Al , le ^{21}Ne et le ^{36}Cl . Ils sont pour la plupart radioactifs (à l'exception de l' ^3He). Le ^{14}C est aussi un élément cosmogénique mais comme dit en début de partie son temps de demi-vie est très court, c'est pourquoi son utilisation pour la datation de nucléides cosmogéniques ne sera également pas discutée. Les radionucléides cosmogéniques, principalement l' ^{26}Al et le ^{10}Be sont produits par des rayonnements cosmiques secondaires, piégés dans des minéraux (comme le quartz) retrouvés proches de la surface du dépôt sédimentaire (Shen et al., 2012). Bien que les teneurs en ^{26}Al et ^{10}Be dans les minéraux de quartz varient selon les latitudes, le rapport $^{26}\text{Al}/^{10}\text{Be}$ en tout point du globe est supposé quasi-constant ($\sim 6,75$) (Lal et Arnold, 1985). Lors de l'enfouissement de ces dépôts à grande profondeur les rayonnements cosmiques n'atteignent plus les minéraux de quartz et le rapport $^{26}\text{Al}/^{10}\text{Be}$ commence à décroître de manière exponentielle avec une demi-vie de 1,48 Ma (les demi-vies respectives de l' ^{26}Al et du ^{10}Be étant connues mais peu précisément (i.e. 15-20% d'incertitude). La mesure du rapport $^{26}\text{Al}/^{10}\text{Be}$ des

dépôts sableux d'un gisement archéologique ou directement d'artéfacts fabriqués à partir de quartzite permet de donner un âge à l'enfouissement des fossiles ou assemblages lithiques (Rixhon et al., 2011, Pappu et al., 2011).

Cette technique est aujourd'hui de plus en plus utilisée car c'est souvent la seule méthode isotopique utilisable sur certains sites européens, notamment les plus anciens. Cependant les résultats obtenus présentent encore de grandes incertitudes et sont à manipuler avec précaution. Seuls pour le moment, des sites plus anciens que 1 Ma sont concernés, la précision restant de l'ordre de $\pm 20\%$ (exemple : *Homo erectus* de Kocabas, Denizli Turquie daté à 1,3 – 1,1 Ma par Lebatard et al., 2014).

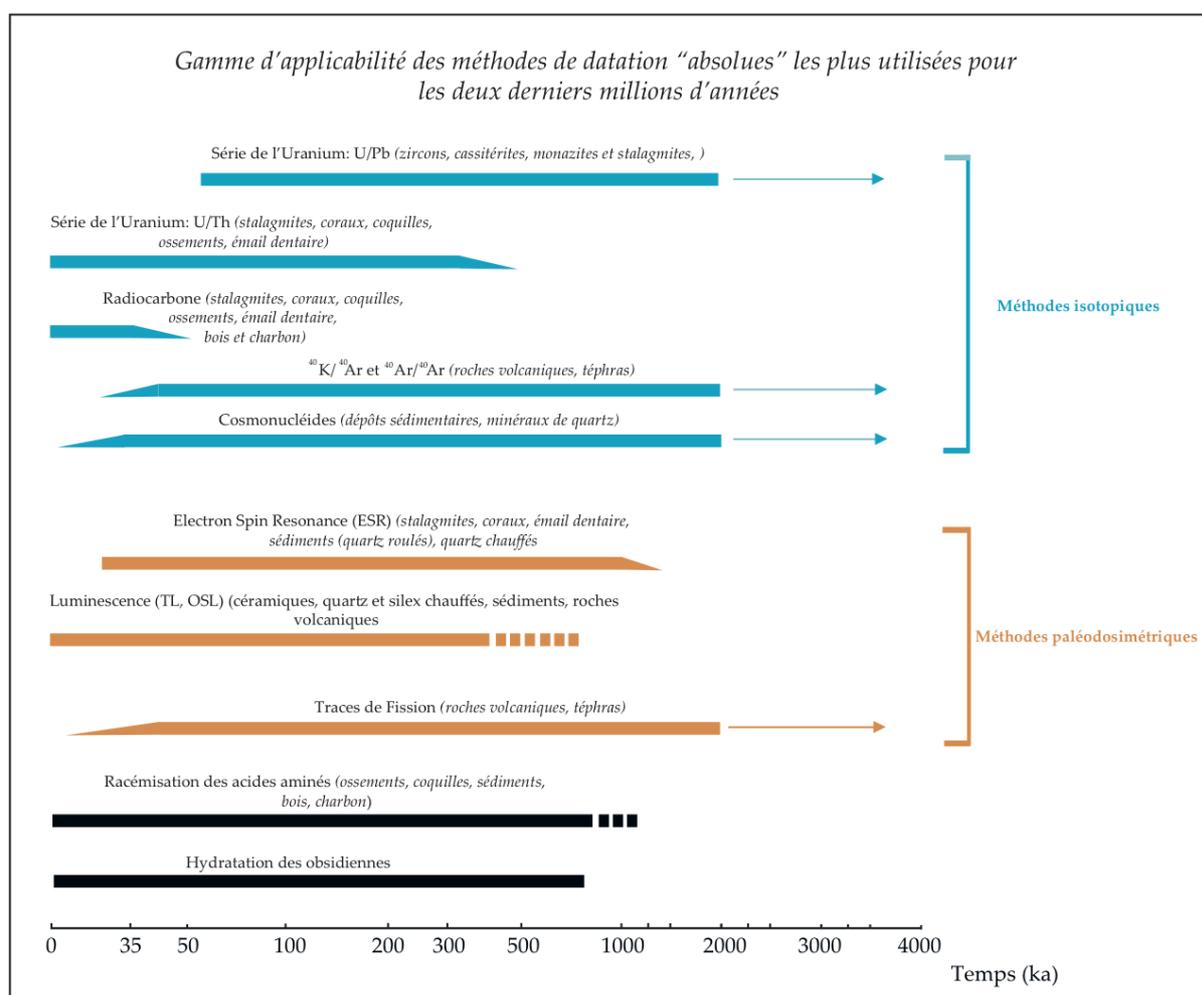


Figure 6 : Gamme d'applicabilité des principales méthodes de datation absolues utilisables pour le Pléistocène moyen.

Méthodes Paléodosimétriques

D'autres techniques très utilisées pour la gamme de temps du Pléistocène moyen reposent sur l'étude des dommages créés par la radioactivité naturelle dans des systèmes cristallins, ce sont les méthodes paléodosimétriques. Ces techniques comme l'ESR (electron spin resonance), la TL (thermoluminescence), l'OSL/IRSL (optical stimulated luminescence/ infrared stimulated luminescence) ou encore le comptage des traces de fission principalement sur apatites (Naeser et Naeser, 1984) utilisent le potentiel qu'ont certains échantillons d'être des dosimètres naturels. Ces derniers ont enregistré la dose totale de radiation reçue depuis leur formation ou leur enfouissement (Bahain et al., 2007). Sous l'effet de la radioactivité ambiante, des électrons sont alors piégés au sein de défauts structuraux des réseaux cristallins de divers matériaux (quartz, feldspaths, silex...). En calculant la dose totale de radiation reçue par un échantillon depuis sa formation ou son enfouissement et compte tenu de la dose reçue par ce dernier en une année, il est possible d'estimer l'âge de cet échantillon.

La TL correspond à la luminescence induite par une stimulation thermique. Lorsque des minéraux sont chauffés et à condition qu'ils aient été au préalable soumis à une irradiation naturelle ou artificielle, ils émettent de la lumière. Cette approche permet de déterminer avec précision la dernière fois qu'un échantillon (quartz ou silex) a été chauffé à température élevée (Valladas et al., 1988, Mercier et al., 1992) alors que l'OSL et IRSL (Mercier, 2008) offrent la possibilité de déterminer l'âge de la dernière exposition à une lumière naturelle d'un échantillon (principalement les grains de quartz pour l'OSL et ceux de feldspaths potassiques pour l'IRSL). Lorsque l'on éclaire certains minéraux, soumis préalablement à une irradiation naturelle ou artificielle, ils émettent de la lumière à une longueur d'onde plus courte que celle servant à la stimulation (par exemple, en éclairant en infra-rouge, on constate une émission bleue pour les feldspaths potassiques). Les électrons piégés dans le système cristallin depuis la dernière exposition à la lumière sont alors libérés et émettent une énergie.

Deux méthodes différentes reposant sur le principe de l'ESR (Bahain, 2007) sont couramment utilisées pour effectuer des datations de sites du Pléistocène moyen : l'ESR sur quartz optiquement blanchis (Yokoyama et al., 1985, Voinchet et al., 2004) qui permet de calculer l'âge de dépôts de formations sableuses fluviales ou éoliennes (riches en minéraux de quartz) et l'ESR combiné aux déséquilibres de la famille de l'uranium sur émail de dents

de certaines espèces d'herbivores (ESR-U/Th, Grün, 1989, Falguères et Bahain, 2002) qui permet alors d'augmenter la gamme d'applicabilité de l'U/Th (limitée normalement à 450-500 ka) et surtout de tenir compte de l'incorporation post-mortem d'uranium dans les tissus osseux et dentaires lors de la fossilisation.

Les méthodes paléodosimétriques sont très utilisées pour dater des sites archéologiques datant du Pléistocène moyen car elles sont applicables à des matériaux variés (dents, silex chauffés, quartz, feldspaths...) presque toujours présents sur les sites. Cependant leurs précisions sont limitées en raison de nombreux paramètres et incertitudes à prendre en compte, notamment dans la détermination de la dose annuelle.

Autres méthodes

Une autre méthode encore en développement qui fournit par conséquent des résultats encore peu précis et dont la justesse dépend de nombreux paramètres encore mal déterminés est la technique basée sur l'étude de la racémisation des acides aminés, visant à déterminer le taux de racémisation d'un échantillon, c'est à dire le niveau de chiralité de ce dernier (Masters et al., 1977, Wehmiller et al., 1995, Koppel et al., 2017).

La datation par hydratation de l'obsidienne (verre volcanique), qui est une technique qui a vu le jour au début des années 1960 (Obsidian Hydration Dating (OHD), Friedman et Smith, 1960), peut également être utilisée. Elle permet à la fois de dater des événements géologiques, des activités volcaniques et parfois même des artefacts archéologiques en obsidienne. Cette technique est basée sur la réaction et diffusion de l'eau dans la partie superficielle de ce verre volcanique amorphe (Liritzis et Laskaris, 2011). Lors du façonnage ou débitage d'un outil en obsidienne une couche hydratée se forme progressivement autour de l'objet taillé en fonction de l'obsidienne et de la source volcanisme de provenance (composition chimique de l'obsidienne). Cette épaisseur d'hydratation peut se voir et se mesurer par microscopie optique à transmission. Cette couche croît avec le temps de manière constante et est fonction de la température et de l'humidité de l'environnement de résidence. La quantification de l'épaisseur de cette couche par microscopie permet de calculer un âge depuis l'élaboration de l'objet que l'on souhaite dater. En raison de la méconnaissance du phénomène d'hydratation, des effets

des paramètres environnementaux et de la composition chimique de l'obsidienne sur l'âge obtenu cette technique est toujours en intense développement (Tremaine et Fredrickson, 1988, Ridings, 1996)

Au début de ma thèse, l'essentiel des âges disponibles dans la littérature pour les sites européens du Pléistocène moyen avait été obtenu par des techniques paléodosimétriques (ESR sur quartz blanchis, ESR-U/Th, TL, OSL) ou par utilisation des isotopes cosmogéniques. Seuls quelques sites comme par exemples les sites italiens d'Isernia la Pineta (Coltorti et al., 2005) ou de Ceprano Campogrande (Nomade et al., 2011) avaient fait l'objet de datations $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$. Enfin, de nombreux sites en grotte du Pléistocène moyen ont été datés par la méthode U/Th, notamment des sites de référence comme la Sima de los Huesos (Bischoff et al., 2003) ou la Caune de l'Arago (Falguères et al., 2004).

3. le cas particulier de la péninsule Italienne : volcanisme potassique intense et tectonique active

L'Italie est le siège d'une activité tectonique très importante, en particulier depuis le Miocène au cours duquel des mouvements tectoniques ont entraîné la création des reliefs actuels italiens, notamment de la chaîne des Apennins qui a été associée à la formation de nombreux bassins tectoniques, principalement dans la partie centrale de la péninsule (Locardi, 1988, Sani et al., 2004). Ces dépressions intra-montagneuses sont des archives sédimentaires précieuses témoins des conditions environnementales de l'époque d'activité de ces derniers (Combourieu-Nebout et al., 2015; Giaccio et al., 2013). Les variations glacio-eustatiques induites par les changements climatiques majeurs dus à la EMPT ont par ailleurs mené à la formation de terrasses alluviales, principalement dans le delta du Tibre, riches pour certaines en minéraux de quartz autorisant ainsi l'utilisation de méthodes de datation paléodosimétriques (ESR sur quartz blanchis). Ces terrasses ont largement été étudiées depuis les années 1990 et ont permis d'identifier pour certaines séquences sédimentaires les limites des cycles climatiques glaciaires/interglaciaires à l'échelle méditerranéenne (Milli et Palombo, 2005, Milli et al., 2008, Marra et al., 2009, Marra et al., 2016b). Ces dernières enregistrent, tout comme les bassins tectoniques de nombreuses séquences riches en assemblages fauniques et/ou restes archéologiques qui sont pour certaines des sections de référence paléolithiques comme Castel di Guido ou Torre in Pietra (Boschian et Saccà, 2010, Villa et al., 2016a). En plus

de cette activité tectonique, l'Italie a été sujette au cours du Pléistocène moyen à un volcanisme explosif intense depuis au moins 1 Ma. La régularité des éruptions (au moins une majeure tous les dix-mille ans selon les activités respectives des volcans, d'après Civetta et al., 1979, Giannetti et al., 2001, Karner et al., 2001, Buettner et al., 2006, Rouchon et al., 2008, Marra et al., 2009, Sottili et al., 2010) a entraîné le dépôt de téphras (dépôts cendreux) dans des bassins tectoniques et des formations fluviatiles et lacustres dans le centre et sud de la péninsule italienne (voir chapitre I pour plus de détails). Ce volcanisme calco-alkalin a généré des dépôts riches en minéraux potassiques et sodiques (comme les leucites et les sanidines) qui sont facilement datables par la méthode $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ sur monocristaux (voir chapitre 2 « La méthode $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$: principes et applications en archéologie »). Ces caractéristiques font de l'Italie une zone d'étude unique en Europe de l'ouest qui permet d'envisager l'établissement d'une chronologie précise du Paléolithique inférieur et du début du Paléolithique moyen entre 700 et 250 ka grâce à cette technique.

Mon travail de thèse a consisté grâce à la datation par $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ à dater une quinzaine de gisements d'Italie centrale et méridionale de cette période. Lorsque les contextes géologiques le permettaient, les sites ont également parallèlement à mon étude, fait l'objet de datations paléodosimétriques réalisées par Pierre Voinchet (ESR sur quartz blanchis, UMR 7194, MNHN), Jean-Jacques Bahain, Christophe Falguères, (UMR 7194, MNHN) et Amina Vietti (MNHN & Université de Turin) (ESR-U/Th). L'objectif principal de cette approche comparative était de confronter les résultats obtenus par diverses méthodes de datation et d'obtenir les âges les plus robustes possibles pour chacun des sites étudiés. Le second objectif, plus méthodologique, visait à inter-calibrer les méthodes paléodosimétriques moins robustes mais plus ubiquistes et utilisables dans la quasi-totalité de l'Europe avec la méthode $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ une des techniques les plus fiables existantes mais présentant un domaine d'application plus restreint pour des raisons géologiques.

Dans les chapitres suivants l'objectif est pour rappel dans un premier temps de présenter la zone d'étude, les sites archéologiques ainsi que l'échantillonnage réalisé (chapitre I), dans un second temps la méthode utilisée $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ (chapitre II) puis les résultats détaillés site par site à l'échelle régionale (chapitre III). Le dernier chapitre est une synthèse et discussion des résultats (chapitre IV).

IV/ Références bibliographiques

- Adler, D.S., Wilkinson, K.N., Blockley, S., Mark, D.F., Pinhasi, R., Schmidt-Magee, B.A., Nahapetyan, S., Mallol, C., Berna, F., Glauberman, P.J., Raczynski-Henk, Y., Wales, N., Frahm, E., Jöris, O., MacLeod, A., Smith, V.C., Cullen, V.L., et Gasparian, B., 2014. Early Levallois technology and the Lower to Middle Paleolithic transition in the Southern Caucasus. *Science* 345, 1609–13. doi:10.1126/science.1256484
- Alvarez-Posada, C., Parés, J., Sala, R., Viseras, C., Pla-Pueyo, S., 2017. New magnetostratigraphic evidence for the age of Acheulean tools at the archaeo-palaeontological site “ Solana del Zamborino ” (Guadix – Baza Basin , S Spain). *Sci. Rep.* 7, 1–9.
- Agusti, J., Cabrera, L., Garcés, M., Krijgsman, W., Oms, O., et Parés, J.M., 2001. A calibrated mammal scale for the Neogene of Western Europe. *State of the art. Earth-Sci. Rev.* 52, 247–260.
- Andersen, M.B., Stirling, C.H., Potter, E.K., Halliday, A.N., Blake, S.G., Mc Culloch, M.T., Ayling, B.F., et O’Leary, M., 2008. High-precision U-series measurements of more than 500,000 years old fossil corals. *Earth Planet. Sci. Lett.* 265, 229–245. doi:10.1016/j.epsl.2007.10.010
- Ascenzi, A., Mallegni, F., Manzi, G., Segre, A.G., et Segre Naldini, E., 2000. A re-appraisal of Ceprano calvaria affinities with *Homo erectus*, after the new reconstruction. *J. Hum. Evol.* 39, 443–450. doi:10.1006/jhev.2000.0425
- Arnold, L.J., Demuro, M., Parés, J.M., Arsuaga, J.L., Aranburu, A., Bermudez de Castro, J.M., et Carbonell, E., 2014. Luminescence dating and palaeomagnetic age constraint on hominins from Sima de los Huesos, Atapuerca, Spain. *J Hum Evol* 67, 85–107.
- Antoine, P., Moncel, M., Locht, J., Limondin-lozouet, N., Auguste, P., Stoetzel, E., Dabkowski, J., Voinchet, P., Bahain, J., Falguères, C., 2015. Dating the earliest human occupation of Western Europe : New evidence from the fluvial terrace system of the Somme basin (Northern France). *Quat. Int.* 370, 77–99. doi:10.1016/j.quaint.2014.08.012
- Antoine, P., Moncel, M.H., Limondin-Lozouet, N., Locht, J.L., Bahain, J.J., Moreno, D., Voinchet, P., Auguste, P., Stoetzel, E., Dabkowski, J., Bello, S.M., Parfitt, S.A., Tombret, O., Hardy, B., 2016. Palaeoenvironment and dating of the Early Acheulean localities from the Somme River basin (Northern France): New discoveries from the High Terrace at Abbeville-Carrière Carpentier. *Quat. Sci. Rev.* 149, 338–371. doi:10.1016/j.quascirev.2016.07.035
- Arsuaga, J.L., Bermudez-de Castro, J.M., et Carbonell, E., 1997. Special Issue «The Sima de los Huesos Homind Site». *J. Hum. Evol.* 33 (2/3).
- Arsuaga, J.L., Martínez, I., Arnold, L.J., Aranburu, A., Gracia-Téllez, A., Sharp, W.D., Quam, R.M., Falguères, C., Pantoja-Pérez, A., Bischoff, J., Poza-Rey, E., Parés, J.M., Carretero, J.M., Demuro, M., Lorenzo, C., Sala, N., Martínón-Torres, M., García, N., Alcázar de Velasco, A., Cuenca-Bescós, G., Gómez-Olivencia, A., Moreno, D., Pablos, A., Shen, C.C., Rodríguez, L., Ortega, A.I., García, R., Bonmatí, A., Bermúdez de Castro, J.M., et Carbonell, E., 2014. Neandertal roots: Cranial and chronological evidence from Sima de los Huesos. *Science* 344, 1358–63. doi:10.1126/science.1253958.
- Arzarello, M., Marcolini, F., Pavia, G., Pavia, M., Petronio, C., Petrucci, M., Rook, L., et Sardella, R., 2007. Evidence of earliest human occurrence in Europe: the site of Pirro Nord (Southern Italy). *Naturwissenschaften* 94, 107–112 <http://dx.doi.org/10.1007/s00114-006-0173-3>
- Arzarello, M., Peretto, C., et Moncel, M.H., 2015. The Pirro Nord site (Apricena, Fg, Southern Italy) in the context of the first European peopling: Convergences and divergences. *Quat. Int.* 389, 255–263. doi:10.1016/j.quaint.2014.08.051
- Bahain, J.J., Falguères, C., Laurent, M., Voinchet, P., Dolo, J.M., Antoine, P., et Tuffreau, A., 2007. ESR chronology of the Somme River Terrace system and first human settlements in Northern France. *Quat. Geochronol.* 2, 356–362. doi:10.1016/j.quageo.2006.04.012
- Bajo, P., Drysdale, R., Woodhead, J., Hellstrom, J., Ferretti, P., Wolff, E., Zanchetta, G., Frisia, S., Spot, C., Fallick, A., 2015. Obliquity pacing of ice-age terminations at the Middle Pleistocene Transition. Abstracts volume. INQUA Congress, Nagoya, Japan. July 27–August 2.
- Barsky, D., de Lumley, H., 2010. Early European Mode 2 and the stone industry from the Caune de l’Arago’s archeostratigraphical levels “P”. *Quat. Int.* 223–224, 71–86, <http://dx.doi.org/10.1016/j.quaint.2009.12.005>.
- Barsky, D., Garcia, J., Martinez, K., Sala, R., Zaidner, Y., Carbonell, E., Toro-Moyano, I., 2013. Flake modification in European Early and Early-Middle Pleistocene stone tool assemblages. *Quat. Int.* 316, 140–154. doi:10.1016/j.quaint.2013.05.024.
- Bar-Yosef, O., et Belfer-Cohen, A., 2001. From Africa to Eurasia early dispersals. *Quat. Int.* 75, 19–28.

- Bazin, L., Landais, A., Lemieux-Dudon, B., Toyé Mahamadou Kele, H., Veres, D., Parrenin, F., Martinerie, P.; Ritz, C., Capron, E., Lipenkov, V.Y., Loutre, M.F., Raynaud, D., Vinther, B.M., Svensson, A., Rasmussen, S.O., Severi, M., Blunier, T., Leuenberger, M., Fischer, H., Masson-Delmotte, V., Chappellaz, J.A., et Wolff, E.W., 2013. The Antarctic ice core chronology (AICC2012). doi:10.1594/PANGAEA.824894
- Bellucci, L., Sardella, R., et Rook, L., 2015. Large mammal biochronology framework in Europe at Jaramillo: The Epivillafranchian as a formal biochron. *Quat. Int.* 389, 84–89. doi:10.1016/j.quaint.2014.11.012
- Berger, A., et Loutre, M.F., 1994. Precession, eccentricity, obliquity, insolation and paleoclimates. In: Duplessy, J.-C., Spyridakis, M.-T. (Eds.), *Long-term Climatic Variations*, NATO ASI Series, vol. I22. Springer-Verlag, Berlin, Heidelberg, 107-151.
- Berger, G.W., Perez-Gonzalez, A., Carbonell, E., Arsuaga, J.L., Bermudez de Castro, J.M., et Ku, T.L., 2008. Luminescence chronology of cave sediments at the Atapuerca paleoanthropological site, Spain. *J. Hum. Evol.* 55, 300–311.
- Berckhemer, F., 1936. Der Urmenschenschädel aus den zwischeneiszeitlichen Fluss-Schottern von Steinheim an der Murr. *Forschungen und Fortschritte* 12, 349-350.
- Bermúdez de Castro, J.M., Arsuaga, J.L., Carbonell, E., Rosas, A., Martínez, I., et Mosquera, M., 1997. A hominid from the Lower Pleistocene of Atapuerca, Spain: possible ancestor to Neandertals and modern humans. *Science* 276, 1392-1395
- Bermúdez-de-Castro, J.M., Martín-Torres, M., Martín-Francés, L., Modesto-Mata, M., Martínez-de-Pinillos, M., García, C., et Carbonell, E., 2015. Homo antecessor: The state of the art eighteen years later. *Quat. Int.* doi:10.1016/j.quaint.2015.03.049
- Beyene, Y., Katoh, S., WoldeGabriel, G., Hart, W.K., Uto, K., Sudo, M., Kondo, M., Hyodo, M., Renne, P.R., Suwa, G., et Asfaw, B., 2013. The characteristics and chronology of the earliest. *Pnas* 110, 1584-1591. doi:10.1073/pnas.1221285110/-DCSupplemental.www.pnas.org/cgi/doi/10.1073/pnas.1221285110.
- Biddittu, I., Cassoli, P.F., Di Brozzolo, F., Segre, A.G., Segre Naldini, E., et Villa, I.M., 1979. Anagni a K-Ar dated lower and middle-pleistocene site, central Italy: preliminary report. *Quaternaria* 21, 53-71.
- Bischoff, J.L., Shamp, D.D., Aramburu, A., Arsuaga, J.L., Carbonell, E., Bermudez de Castro, J.M., 2003. The Sima de los Hueso hominids date to beyond U/Th equilibrium (>350 kyr) and perhaps to 400e500 kyr: new radiometric dates. *Journal of Archaeological Science* 30, 275-280.
- Bischoff, J.L., Williams, R.W., Rosenbauer, R.J., Aramburu, A., Arsuaga, J.L., Garcia, N., Cunca-Bescos, G., 2007. High-resolution U-series dates from the Sima de los Huesos hominids yields 600 \pm 66 kyrs : Implications for the evolution of the early Neanderthal lineage. *J Archaeol Sci* 34, 763–770.
- Boëda, E., 1997. *Technogénèse des systèmes de production lithique au Paléolithique inférieur et moyen en Europe occidentale et au Proche-Orient*, Habilitation à diriger les recherches, Université Paris X-Nanterre.
- Bordes, F., 1961. *Typologie du Paléolithique inférieur et moyen*. Publication de l'Institut de Préhistoire de l'Université de Bordeaux 1. Éditions Delmas, Bordeaux.
- Boschian, G., et Saccà, D., 2010. Ambiguities in human and elephant interactions? Stories of bones, sand and water from Castel di Guido (Italy). *Quat. Int.* 214, 3-16. doi:10.1016/j.quaint.2009.10.016
- Boschian, G., et Saccà, D., 2015. In the elephant, everything is good: Carcass use and re-use at Castel di Guido (Italy). *Quat. Int.* 361, 288-296. doi:10.1016/j.quaint.2014.04.030
- Bosinski, G., 2006. Les premiers peuplements de l'Europe centrale et de l'Est. *Comptes Rendus Palevol* 5, 311–317. doi:10.1016/j.crpv.2005.09.004
- Bourdier, F., 1961. Le Bassin du Rhone au Quaternaire. In : *Géologie et Préhistoire*, Tome 1. CNRS, Paris. Texte
- Bourguignon, L., Barsky, D., Ivorra, J., de Weyer, L., Cuartero, F., Capdevila, R., Cavallina, C., Oms, O., Bruxelles, L., Crochet, J.Y., et Garaizar, J.R., 2016. The stone tools from stratigraphical unit 4 of the Bois-de-Riquet site (Lézignan-la-Cèbe, Hérault, France): A new milestone in the diversity of the European Acheulian. *Quat. Int.* 411, 160–181. doi:10.1016/j.quaint.2016.01.065.
- Breuil, H., 1932. Les industries à éclat du Paléolithique ancien, I : Le Clactonien. *Préhistoire* 1, 125–190. Breuil, H., Lantier, R., 1959. *Les Hommes de la Pierre Ancienne*. Payot, Paris
- Breuil, H., et Lantier, R., 1959. *Les Hommes de la Pierre Ancienne*. Payot, Paris.
- Buettner, A., Principe, C., Villa, I.M., et Brocchini, D., 2006. Geochronologia $^{39}\text{Ar}/^{40}\text{Ar}$ del Monte vulture. In *La Geologia del Monte Vulture, Principe C* (ed.). Grafiche Finiguerra : Lavello Press 73–86.
- Cann, R.I., Stoneking, M., et Wilson, A.C., 1987. Mitochondrial DNA and human evolution. *Nature* 325, 31-36.
- Carbonell, E., Bermudez de Castro, J.M., Arsuaga, J.L., Diez, J.C., Rosas, A., Cuenca-Bescos, G., Sala, R., Mosquera, M., Rodriguez, X.P., 1995. Lower Pleistocene hominids and artifacts from Atapuerca-TD6 (Spain). *Science* 269, 826–829
- Carbonell, E., Bermudez de Castro, J.M., Pares, J.M., Pérez- Gonzalez, A., Cuenca-Bescos, G., Olle, A., Mosquera, M., Huguet, R., van der Made, J., Rosas, A., Sala R., Vallverdu, J., Garcia, N., Granger, D. E., Martinon-Torres,

- M., Rodriguez, X.P., Stock, G.M., Verges, J.M., Allue, E., Burjachs, F., Caceres, I., Canals, A., Benito, A., Diez, C., Lozano, M., Mateos, A., Navaz, M., Rodriguez, J., Rosell, J., et Arsuaga, J.L. 2008. The first hominin of Europe. *Nature* 452, 465–470.
- Civetta, L., Innocenti, F., Lirer, L., Manetti, P., Munno, R., Peccirillo, A., Poli, G., Serri, G., 1979. Serie potassica ed alta in potassio dei Monti Ernici (Lazio Meridionale) : considerazioni petrologiche e geochimiche. *Rend. Soc. Ital. Mineral. Petrol.* 35, 227-249
- Clark, G., 1969. *World Prehistory: A New Outline*. Cambridge University Press, London, 284 pp.
- Coltorti, M., Feraud, G., Marzoli, A., Peretto, C., Tonthat, T., Voinchet, P., Bahain, J., Minelli, A., Thun Hohenstein, U., 2005. New Ar/Ar, stratigraphic and palaeo-climatic data on the Isernia La Pineta Lower Palaeolithic site, Molise, Italy. *Quaternary International* 131, 11-22. <http://dx.doi.org/10.1016/j.quaint.2004.07.004>.
- Combourieu-Nebout, N., Bertini, A., Russo-ermolli, E., Peyron, O., Klotz, S., Montade, V., Fauquette, S., Allen, J., Fusco, F., Goring, S., Huntley, B., Joannin, S., Lebreton, V., Magri, D., Martinetto, E., Orain, R., et Sadori, L., 2015. Review of Palaeobotany and Palynology Climate changes in the central Mediterranean and Italian vegetation dynamics since the Pliocene. *Rev. Palaeobot. Palynol.* 218, 127–147. doi:10.1016/j.revpalbo.2015.03.001
- Crochet, J.Y., Welcomme, J.L., Ivorra, J., Ruffet, G., Boulbes, N., Capdevila, R., Claude, J., Firmat, C., Métais, G., Michaux, J., et Pickford, M., 2009. Une nouvelle faune de vertébrés continentaux, associée à des artefacts dans le Pléistocène inférieur de l'Hérault (Sud de la France), vers 1,57 Ma. *Comptes Rendus - Palevol* 8, 725–736. doi:10.1016/j.crpv.2009.06.004
- Dalrymple, G.B., et Lanphere, M.A., 1969. *Potassium-Argon Dating*. Freeman, San Francisco. 258.
- Daura, J., Sanz, M., Arsuaga, J.L., Hoffmann, D.L., Quam, R., Ortega, M.C., Santos, E., Gómez, S., Rubio, A., Villaescusa, L., Souto, P., Mauricio, J., Rodrigues, F., Ferreira, A., Godinho, P., Trinkaus, E., et Zilhão, J., 2017. New Middle Pleistocene hominin cranium from Gruta da Aroeira (Portugal). *Proc. Natl. Acad. Sci.* in press, 1–6. doi:10.1073/pnas.1619040114
- Deino, A.L., et Hill, A., 2002. $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ dating of Chemeron Formation strata encompassing the site of hominid KNM-BC 1, Tugen Hills, Kenya. *Journal of Human Evolution* 42, 141-151.
- Deino, A.L., 2011. $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ dating of Laetoli, Tanzania. In: Harrison, T. (Ed.), *Paleontology and Geology of Laetoli: Human Evolution in Context. Geology, Geochronology, Paleoecology and Paleoenvironment*, vol. 1. Springer, Dordrecht, 77-97.
- DeHeinzelin, J., Clark, J.D., White, T.D., Hart, W.K., Renne, P.R., WoldeGabriel, G., Beyene, Y. et Vrba, E., 1999. Environment and behavior of 2.5-million-year-old Bouri hominids. *Science* 284, 625-629.
- Derricourt, R., 2005. Getting “out of Africa”: sea crossings, land crossings and culture in the hominin migrations. *Journal of World Prehistory* 19, 119–132
- Despriée, J., Gageonnet, R., Voinchet, P., Bahain, J.J., Falguères, C., Varache, F., Courcimault, G., et Dolo, J.M., 2006. Une occupation humaine au Pléistocène inférieur sur la bordure nord du Massif central. *Comptes Rendus - Palevol* 5, 821–828. doi:10.1016/j.crpv.2006.03.001.
- Dubalen, P., 1924. Le Pré-Chelléen de la Chalosse (Chalossien). *Extraits des Procès-verbaux de la Société linéenne de Bordeaux LXXV*.
- Duval, M., Falguères, C., Bahain, J.J., Grün, R., Shao, Q., Aubert, M., Dolo, J.M., Agusti, J., Martinez-Navarro, B., Palmqvist, P., et Toro-Moyano, I., 2012. On the limits of using combined U-series/ESR method to date fossil teeth from two Early Pleistocene archaeological sites of the Orce area (Guadix-Baza basin, Spain). *Quat. Res.* 77 (3), 482-491.
- Falguères, C. et Bahain, J.J., 2002. La datation par résonance paramagnétique électronique (RPE) In Miskovsky JC dir « Géologie de la Préhistoire », seconde édition, Geopre, Presses universitaires de Perpignan, 1273-1296.
- Falguères, C., Yokoyama, Y., Shen, G., Bischoff, J.L., Ku, T.L., et De Lumley, H., 2004. New U-series dates at the Caune de l'Arago, France. *Journal of Archaeological Science*, 31 (7), 941-952.
- Falguères, C., Shao, Q., Han, F., Bahain, J.J., Richard, M., Perrenoud, C., Moigne, A.M., et Lumley de, H., 2015. New ESR and U-series dating at Caune de l'Arago, France: A key-site for European Middle Pleistocene. *Quat. Geochronol.* 30, 547–553. doi:10.1016/j.quageo.2015.02.006
- Ferring, R., Oms, O., Agustí, J., Berna, F., Nioradze, M., Shelia, T., Tappen, M., Vekua, A., Zhvania, D., et Lordkipanidze, D., 2011. Earliest human occupations at Dmanisi (Georgian Caucasus) dated to 1.85-1.78 Ma. *Pnas* 108, 10432–10436. doi:10.1073/pnas.1106638108
- Gabarda, V., Martínez Valle, M., Guillem, R., Calatayud, P.M., Garay Martí, P., Pueyo, E., et Casabó, J., 2016. The Lower Palaeolithic site Alto de las Picarazas (Andilla-Chelva, Valencia). *Quat. Int.* 393, 83–94. doi:10.1016/j.quaint.2015.04.049.
- Gallotti, R., et Peretto, C., 2015. The Lower/Early Middle Pleistocene small débitage productions in Western Europe: New data from Isernia La Pineta t3c (Upper Volturino Basin, Italy). *Quat. Int.* 357, 264-281.

- Gallotti, R., 2016. The East African origin of the Western European Acheulean technology: Fact or paradigm? *Quat. Int.* 411, 9–24. doi:10.1016/j.quaint.2015.10.115
- Getty, S.R., et DePaolo, D.J., 1995. Quaternary Geochronology using the U-Th-Pb method. *Geochimica et Cosmochimica Acta* 95 (15), 3267-3272.
- Giaccio, B., Arienzo, I., Sottili, G., Castorina, F., Gaeta, M., Nomade, S., Galli, P., et Messina, P., 2013. Isotopic (Sr-Nd) and major element fingerprinting of distal tephras: An application to the Middle-Late Pleistocene markers from the Colli Albani volcano, central Italy. *Quat. Sci. Rev.* 67, 190–206. doi:10.1016/j.quascirev.2013.01.028.
- Giannetti, B., 2001. Origin of the calderas and evolution of the Roccamonfina volcano (Roman region, Italy). *J. Volcanol. Geotherm. Res.* 106, 301-319.
- Gliozzi, E., Abbazi, L., Ambrosetti, P., Argenti, P., Azzaroli, A., Caloi, L., Capasso Barbato, L., Di Stefano, G., Esu, D., Ficarelli, G., Girotti, O., Kotsakis, T., Masini, F., Mazza, P., Mezzabotta, C., Palombo, M.R., Petronio, C., Rook, L., Sala, B., Sardella, R., Zanalda, E., et Torre, D., 1997. Biochronology of selected Mammals, Molluscs, Ostracods from the Middle Pliocene to the Late Pleistocene in Italy. The state of the art. *Rivista Italiana di Paleontologia e Stratigrafia* 103 (3), 369–388.
- Gowlett, J.A.J., Hallos, J., Hounsell, S., Brant, V., et Debenham, N.C., 2005. Beeches Pit: archaeology, assemblage dynamics and early fire history of a Middle Pleistocene site in East Anglia, UK. *J. Eurasian Prehistory* 3, 3-38.
- Grifoni, R., et Tozzi, C., 2006. L'émergence des identités culturelles au Paléolithique inférieur : le cas de l'Italie. *Comptes Rendus Palevol* 5, 137–148. doi:10.1016/j.crpv.2005.12.004
- Grün, R., 1989. Electron spin resonance (ESR) dating. *Quat. Int.* 1, 65-109
- Guérin, C., 1990. Biozones or Mammal Units ? Methods and limits in biochronology. In: Lindsay, E.H., Fahlbush, V., Mein, P. (Eds.), *European Neogene Mammal Chronology*. Springer, New York, pp. 119-130.
- Hays, J.D., Imbrie, J., et Shackleton, N.J., 1976. Variations in the Earth's orbit: pacemaker of the Ice Ages. *Science* 194, 1121-1132.
- Head, M.J., et Gibbard, P.L., 2015. Early-Middle Pleistocene transitions: Linking terrestrial and marine realms. *Quat. Int.* 389, 7–46. doi:10.1016/j.quaint.2015.09.042
- Hodell, D., Lourens, L., Crowhurst, S., Konijnendijk, T., Tjallingii, R., Jiménez-espejo, F., Skinner, L., Shackleton, T., Project, S., Abrantes, F., Acton, G.D., Zirikian, C.A.A., Bahr, A., Balestra, B., Barranco, E.L., Carrara, G., Ducassou, E., Flood, R.D., Flores, J., Furota, S., Grimalt, J., Grunert, P., Hernández-molina, J., Kim, J.K., Krissek, L.A., Kuroda, J., Li, B., Lo, J., Margari, V., Martrat, B., Miller, M.D., Nanayama, F., Nishida, N., Richter, C., Rodrigues, T., Rodríguez-tovar, F.J., Cristina, A., Roque, F., Goñi, M.F.S., Sánchez, F.J.S., Singh, A.D., Sloss, C.R., Stow, D.A. V, Takashimizu, Y., Tzanova, A., Voelker, A., Xuan, C., Williams, T., 2015. A reference time scale for Site U1385 (Shackleton Site) on the SW Iberian Margin 133, 49–64. doi:10.1016/j.gloplacha.2015.07.002
- Hou, Y., Potts, R., Yuan, B., Guo, Z., Deino, A., Wang, W., Clark, J., Xie, G., et Huang, W., 2000. Mid-Pleistocene Acheulean-like Stone Technology of the Bose Basin, South China. *Science* 287, 1622 – 1626.
- Hublin, J.J., 2009. The origin of Neandertals. *Proc. Natl. Acad. Sci.*, 106, 16022–16027
- Huybers, P., 2006. Early Pleistocene glacial cycles and the integrated summer insolation forcing. *Science* 313, 508-511.
- Huybers, P., 2007. Glacial variability over the last two million years: an extended depth-derived age model, continuous obliquity pacing, and the Pleistocene progression. *Quat. Sci. Rev.* 26, 37-55.
- Ivanovich, M., Latham, A.G., et Ku, T.L., 1992. Uranium-series disequilibrium applications in geochronology : in Ivanovich, M. and Harmon, R.S., eds., *Uranium-Series Disequilibrium, Applications to earth, Marine and Environmental Sciences*, 2nd edition, Oxford University Press, 910p.
- Jimenez-Arenas, J.M., Santonja, M., Botella, M., Palmqvist, P., 2011. The oldest handaxes in Europe: Fact or artefact? *J. Archaeol. Sci.* 38, 3340–3349. doi:10.1016/j.jas.2011.07.020
- Kahlke, R.D., 2007. Late Early Pleistocene European large mammals and the concept of an Epivillafranchian biochron. *Courier Forschungs-Institut Senckenberg* 259, 265–278.
- Karner, D.B., Marra, F., et Renne, P.R., 2001. The history of the Monti Sabatini and Alban Hills volcanoes: groundwork for assessing volcanic-tectonic hazards for Rome. *J. Volcanol. Geotherm. Res.* 107, 185-219.
- Kent, D.V., Opdyke, N.D., et Ewing, M., 1971. Climate change in the North Pacific using ice-rafted detritus as a climatic indicator. *Geological Society of America Bulletin* 82, 2741–2754.
- Koppel, B., Szabo, K.A., Moore, M.W., et Morwood, M.J., 2017. Isolating downward displacement: The solutions and challenges of amino acid racemisation in shell midden archaeology 427. doi:10.1016/j.quaint.2015.09.052
- Kretzoi, M., et Dobosi, V.T., 1990. (Eds.), *Vértesszőlős, Site, Man and Culture*, Akadémiai Kiado, Budapest.
- Ku, T.L., 1976. The Uranium-series methods of age determination : *Annual Review of Earth and Planetary Science* 4, 347-379.

- Lal, D., et Arnold, J., 1985. Tracing quartz through the environment. *Journal of Earth System Science* 94, 1–5.
- Landeck, G., 2010. Further Evidence of a Lower Pleistocene Arrival of Early Humans in Northern Europe - The Untermassfeld Site (Germany). *Coll. Antropol.* 34, 1229–1238.
- Larrasoana, J.C., Roberts, A.P., Rohling, E.J., Winkhofer, M., et Wehausen, R., 2003. Three million years of monsoon variability over the northern Sahara. *Climate Dynamics* 21 (7-8), 689-698.
- Laskar, J., Robutel, P., Joutel, F., Boudin, F., Gastineau, M., Correia, A.C.M., Levrard, B., 2004. A long-term numerical solution for the insolation quantities of the Earth. *Astronomy & Astrophysics* 428, 261-285.
- Leakey, M.D. *Olduvai Gorge, Vol. 3. Excavations in Beds I and II 1960–1963* (Cambridge Univ. Press, 1971).
- Lebatard, A.E., Alçiçek, M.C., Rochette, P., Khatib, S., Vialet, A., Boulbes, N., Bourlès, D.L., Demory, F., Guipert, G., Mayda, S., Titov, V. V., Vidal, L., et de Lumley, H., 2014. Dating the Homo erectus bearing travertine from Kocabas (Denizli, Turkey) at least 1.1 Ma. *Earth Planet. Sci. Lett.* 390, 8–18. doi:10.1016/j.epsl.2013.12.031
- Lepre, C.J., Roche, H., Kent, D.V., Harmand, S., Quinn, R.L., Brugal, J.-P., Texier, P.-J., Lenoble, A., Feibel, C.S., 2012. An earlier origin for the Acheulian. *Nature* 477, 82–85. doi:10.1038/nature10372
- Lisiecki, L.E., Raymo, M.E., 2005. A Pliocene-Pleistocene stack of 57 globally distributed benthic delta O18 records. *Paleoceanography* 20, PA1003.
- Locardi, E., 1988. The origin of Apenninic arcs. *Tectonophysics* 146, 105–123.
- López-García, J.M., Luzi, E., Berto, C., Peretto, C., et Arzarello, M., 2015. Chronological context of the first hominin occurrence in southern Europe: The *Allophaiomys ruffoi* (Arvicolinae, Rodentia, Mammalia) from Pirro 13 (Pirro Nord, Apulia, southwestern Italy). *Quat. Sci. Rev.* 107, 260–266. doi:10.1016/j.quascirev.2014.10.029
- Lordkipanidze, D., Jashashvili, T., Vekua, A., de León, M.S.P., Zollikofer, C.P.E., Rightmire, G.P., Pontzer, H., Ferring, R., Oms, O., Tappen, M., Bukhsianidze, M., Agusti, J., Kahlke, R., Kiladze, G., Martinez-Navarro, B., Mouskhelishvili, A., Nioradze, M., et Rook, L., 2007. Postcranial evidence from early Homo from Dmanisi, Georgia. *Nature* 449, 305–310. doi:10.1038/nature06134
- Lourens, L.J., 2004. Revised tuning of Ocean Drilling Program Site 964 and KC01B (Mediterranean) and implications for the $\delta^{18}\text{O}$, tephra, calcareous nannofossil, and geomagnetic reversal chronologies of the past 1.1 Myr. *Paleoceanography* 19, 1–20. doi:10.1029/2003PA000997
- de Lumley, H., de Lumley, M.A., Miskovsky, J.C., et Renault-Miskovsky, J., 1976. Le site de Terra Amata. In: de Lumley, H., Barral, L. (dirs.), *Sites paléolithiques de la région de Nice et grottes de Grimaldi*, IX Congrès UISPP, Livret-guide Excursion B1, Nice, 15-49.
- Manzi, G., Magri, D., Milli, S., Palombo, M.R., Margari, V., Celiberti, V., Barbieri, M., Barbieri, Mz, Melis, R.T., Rubini, M., Ruffo, M., Saracino, B., Tzedakis, P.C., Zarattini, A., Biddittu, I., 2010. The new chronology of the Ceprano calvarium (Italy). *J. Hum. Evol.* 59, 580-585.
- Manzi, G., 2016. Humans of the Middle Pleistocene: The controversial calvarium from Ceprano (Italy) and its significance for the origin and variability of *Homo heidelbergensis*. *Quat. Int.* 411, 254–261. doi:10.1016/j.quaint.2015.12.047
- Marra, F., Karner, D.B., Freda, C., Gaeta, M., et Renne, P.R., 2009. Large mafic eruptions at the Alban Hills Volcanic District (Central Italy): chronostratigraphy, petrography and eruptive behavior. *J. Volcanol. Geotherm. Res.* 179, 217–232.
- Marra, F., Sottili, G., Gaeta, M., Giaccio, B., Jicha, B., Masotta, M., Palladino, D.M., et Deocampo, D.M., 2014. Major explosive activity in the Monti Sabatini Volcanic District (central Italy) over the 800-390ka interval: Geochronological-geochemical overview and tephrostratigraphic implications. *Quat. Sci. Rev.* 94, 74–101.
- Marra, F., Florindo, F., Jicha, B., Nomade, S., Pereira, A., Renne, P., et Rohlings, E., 2016. Independent $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ and ^{14}C age constraints on the last five glacial terminations from the aggradational successions of the Tiber River, Rome (Italy). *Earth Planet. Sci. Lett.* 449, 105-117.
- Martínez-Navarro, B., Rook, L., Papini, M., et Libsekal, Y., 2010. A new species of bull from the Early Pleistocene paleoanthropological site of Buia (Eritrea): Parallelism on the dispersal of the genus *Bos* and the Acheulian culture. *Quat. Int.* 212, 169–175. doi:10.1016/j.quaint.2009.09.003
- Martinon-Torres, M., Martin-Francés, L., Gracia, A., Olejniczak, A., Prado-Simon, L., Gomez-Robles, A., Lapresa, M., Carbonell, E., Arsuaga, J.L., et Bermudez de Castro, J.M., 2011. Early Pleistocene human mandible from Sima del Elefante (TE) cave site in Sierra de Atapuerca (Spain): A palaeopathological study. *J. Hum. Evol.* 61, 1–11. doi:10.1016/j.jhevol.2011.01.004
- Maslin, M.A., et Ridgwell, A.J., 2005. Mid-Pleistocene revolution and the 'eccentricity myth'. In: Head, M.J., Gibbard, P.L. (Eds.), *Early Middle Pleistocene Transitions: The Landeocean Evidence*, Special Publications, vol. 247. Geological Society, London, 19-34.
- Maslin, M.A., et Brierley, C.M., 2015. The role of orbital forcing in the Early Middle Pleistocene Transition. *Quat. Int.* 389, 47–55. doi:10.1016/j.quaint.2015.01.047.
- Masters, P.M., et Bada, J.L., 1977. Racemization of isoleucine in fossil molluscs from Indian middens and interglacial

- terraces in southern California. *Earth Planet. Sci. Lett.* 37 (2), 173-183.
- McDougall, I., et Harrison, T.M., 1988. Geochronology and thermochronology by the $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ method. In: Oxford Monographs on Geology and Geophysics. Oxford University Press, Oxford. 9, 212.
- McDougall, I., Brown, F.H., Fleagle, J.G., 2005. Stratigraphic placement and age of modern humans from Kibish, Ethiopia. *Nature* 433 (7027), 733-736.
- McPherron, S.P., Dibble, H.L., Chiotti, L., Chase, P., Debénath, A., et Farrand, W.R., 2012. Processus de formation des sites et concept du Tayacien : L'exemple de Fontéchevade (Charente, France). *L'Anthropologie* 116, 321-347. doi:10.1016/j.anthro.2012.05.002
- Mercier, N., Valladas, H., et Valladas, G., 1992. Some observations on palaeodose determination in burnt flints, *Ancient TL*, 10, 3, 28-32.
- Mercier, N., 2008. Datation des sédiments quaternaires par luminescence stimulée optiquement : Un état de la question. *Quaternaire* 19, 195-204.
- Michel, V., Shen, C., Woodhead, J., Hu, H., Wu, C., Moullé, P.-E., Khatib, S., Cauche, D., Moncel, M.-H., Valensi, P., Chou, Y.-M., Gallet, S., Echassoux, A., Orange, F., De Lumley, H., 2017. New dating evidence of the early presence of hominins in Southern Europe. *Sci. Rep.* 7:10074. doi:10.1038/s41598-017-10178-4
- Milli, S., et Palombo, M.R., 2005. The high-resolution sequence stratigraphy and the mammal fossil record: A test in the Middle-Upper Pleistocene deposits of the Roman Basin (Latium, Italy). *Quat. Int.* 126-128, 251-270. doi:10.1016/j.quaint.2004.04.025
- Milli, S., Moscatelli, M., Palombo, M.R., Parlagreco, L., et Paciucci, M., 2008. Incised valleys, their filling and mammal fossil record - A case study from Middle-Upper Pleistocene deposits of the Roman Basin (Latium, Italy). In: Amorosi, A., Haq, B.U., Sabato, L. (Eds.), *Advances in Application of Sequence Stratigraphy in Italy. GeoActa (Special Publication) 1*, 667-687.
- Moncel, M.H., Despriée, J., Voinchet, P., Tissoux, H., Moreno, D., Bahain, J.J., Courcimault, G., et Falguères, C., 2013. Early evidence of acheulean settlement in northwestern Europe - La noira site, a 700 000 year-old occupation in the center of France. *PLoS One* 8. doi:10.1371/journal.pone.0075529.
- Moncel, M.H., Pleurdeau, D., Pinhasi, R., Yeshurun, R., Agapishvili, T., Chevalier, T., Lebourdonnec, F.X., Poupeau, G., Nomade, S., Jennings, R., Higham, T., Tushubramishvili, N., et Lordkipanidze, D., 2015. The Middle Palaeolithic record of Georgia : a synthesis of the technological, economic and paleoanthropological aspects. *Anthropologie (Brno) LIII (1-2)*, 93-125.
- Moncel, M.H., Despriée, J., Voinchet, P., Courcimault, G., Hardy, B., Bahain, J.J., Puaud, S., Gallet, X., Falguères, C., 2016a. The Acheulean workshop of la Noira (France, 700 ka) in the European technological context. *Quat. Int.* 393, 112-136. doi:10.1016/j.quaint.2015.04.051
- Moncel, M.H., Arzarello, M., et Peretto, C., 2016b. The Holsiteinian period in Europe (MIS 11-9). *Quat. Int.* 409. doi:10.1016/j.quaint.2016.06.006
- Moncel, M.H., et Schreve, D., 2016. The Acheulean in Europe: Origins, evolution and dispersal. *Quat. Int.* 411, 1-8. doi:10.1016/j.quaint.2016.08.039.
- Monnier, J.L., 1996. Acheuléen et industries archaïques dans le Nord-Ouest de la France, in Truffeau A, *L'Acheuléen dans l'Ouest de l'Europe, actes du colloque de Saint-Riquier, 6-10 juin 1989. Publications du CERP, Lille, n°4*, 145-153
- Moreno, D., Falguères, C., Pérez-González, A., Voinchet, P., Ghaleb, B., Despriée, J., Bahain, J.J., Sala, R., Carbonell, E., Bermúdez de Castro, J.M., et Arsuaga, J.L., 2015. New radiometric dates on the lowest stratigraphical section (TD1 to TD6) of Gran Dolina site (Atapuerca, Spain). *Quat. Geochronol.* 30, 535-540. doi:10.1016/j.quageo.2015.05.007
- Morgan, L.E., et Renne, P.R., 2008. Diachronous dawn of Africa's Middle Stone Age: New $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ ages from the Ethiopian Rift. *Geology*, 36, 967-970.
- Mosquera, M., Saladié, P., Ollé, A., Caceres, I., Huguet, R., Villalain, J.J., Carrancho, A., Bourlès, D., Braucher, R., et Vallverdu, J., 2015. Barranc de la Boella (Catalonia, Spain): An Acheulean elephant butchering site from the European late Early Pleistocene. *J. Quat. Sci.* 30, 651-666. doi:10.1002/jqs.2800.
- Mosquera, M., Ollé, A., Saladié, P., Caceres, I., Huguet, R., Rosas, A., Villalain, J., Carrancho, A., Bourlès, D., Braucher, R., Pineda, A., et Vallverdu, J., 2016. The Early Acheulean technology of Barranc de la Boella (Catalonia, Spain). *Quat. Int.* 393, 95-111. doi:10.1016/j.quaint.2015.05.005
- Muttoni, G., Ravazzi, C., Breda, M., Pini, R., Laj, C., Kissel, C., Mazaud, A., et Garzanti, E., 2007. Magnetostratigraphic dating of an intensification of glacial activity in the southern Italian Alps during marine isotope stage 22. *Quat. Res.* 67, 161-173.

- Muttoni, G., Scardia, G., Kent, D. V., Swisher, C.C., et Manzi, G., 2009. Pleistocene magnetochronology of early hominin sites at Ceprano and Fontana Ranuccio, Italy. *Earth Planet. Sci. Lett.* 286, 255–268. doi:10.1016/j.epsl.2009.06.032.
- Muttoni, G., Scardia, G., et Kent, D.V., 2010. Human migration into Europe during the late Early Pleistocene climate transition. *Palaeogeogr. Palaeoclimatol. Palaeoecol.* 296, 79–93. doi:10.1016/j.palaeo.2010.06.016.
- Naeser, N.D., Naeser, C.W., 1975. Fission-track dating.
- Nicoud, E., 2011. *Le phénomène acheuléen en Europe occidentale : Approche chronologique, technologie lithique et implications culturelles*, Thèse de doctorat de l'Université de Provence Aix-Marseille III.
- Nier, A.O., 1939. The isotopic constitution of radiogenic leads and the measurements of geologic times, III. *Physics Reviews* 60, 112–116.
- Nomade, S., Renne, P.R., Vogel, N., Deino, A.L., Sharp, W.D., Becker, T.A., Jaouni, A.R., Mundil, R., 2005. Alder Creek sanidine (ACs-2), A Quaternary $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ dating standard tied to the Cobb Mountain geomagnetic event. *Chemical Geology* 218, 315–338.
- Nomade, S., Muttoni, G., Guillou, H., Robin, E., Scardia, G., 2011. First $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ age of the Ceprano man (central Italy). *Quat. Geochronol.* 6, 453–457. doi:10.1016/j.quageo.2011.03.008
- Orain, R., Lebreton, V., Russo Ermolli, E., Sémah, A.M., Nomade, S., Shao, Q., Bahain, J.J., Thun Hohenstein, U., Peretto, C., 2013. Hominin responses to environmental changes during the Middle Pleistocene in central and southern Italy. *Clim. Past* 9, 687–697. doi:10.5194/cp-9-687-2013
- Palombo, M.R., Filippi, M.L., Iacumin, P., Longinelli, A., Barbieri, M., Maras, A., 2005. Coupling tooth microwear and stable isotope analyses for palaeodiet reconstruction: The case study of Late Middle Pleistocene *Elephas (Palaeoloxodon) antiquus* teeth from Central Italy (Rome area). *Quat. Int.* 126–128, 153–170. doi:10.1016/j.quaint.2004.04.020.
- Palombo, M.R., 2013. What about causal mechanisms promoting early hominin dispersal in Eurasia? A research agenda for answering a hotly debated question. *Quat. Int.* 295, 13–27. doi:10.1016/j.quaint.2011.12.019.
- Pappu, Y., Gunnell, K., Akhilesh, R., Braucher, M., Taieb, F., 2011. Demory, N. Thouvery Early Pleistocene presence of Acheulian hominins in South India. *Science* 331, 1596–1599.
- Parfitt, S.A., Barendregt, R.W., Breda, M., Candy, I., Matthew, J.C., Coope, G.R., Durbridge, P., Field, M.H., Lee, J.R., Lister, A.M., Mutch, R., Penkman, K.E.H., Preece, R.C., Rose, J., Singer, C.B., Symmons, R., Whittaker, J.E., Wymer, J.J., Stuart, A.J., 2005. The earliest record of human activity in northern Europe. *Nature* 438 (15), 1008–1012.
- Parfitt S.A., Ashton N., Lewis S.G., Abel R.L. et Coope G.R. 2010. Early Pleistocene human occupation at the edge of the boreal zone in northwest Europe. *Nature* 466, 229–233.
- Patterson, C.C., 1956. Age of meteorites and the earth. *Geochimica et Cosmochimica Acta* 10, 230–237.
- Peretto, C., 2006. The first peopling of southern Europe: the Italian case. *Comptes Rendus Palevol* 5, 283–290. doi:10.1016/j.crpv.2005.11.006
- Peretto, C., Arnaud, J., Moggi-Cecchi, J., Manzi, G., Nomade, S., Pereira, A., Falguères, C., Bahain, J.J., Grimaud-Hervé, D., Berto, C., Sala, B., Lembo, G., Muttillio, B., Gallotti, R., Hohenstein, U.T., Vaccaro, C., Coltorti, M., Arzarello, M., 2015. A human deciduous tooth and new $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ dating results from the Middle Pleistocene archaeological site of Isernia La pineta, southern Italy. *PLoS One* 10, 1–19. doi:10.1371/journal.pone.0140091.
- Petronio, C., Ceruleo, P., Marra, F., Pandolfi, L., Rolfo, M.F., Salari, L., Sottili, G., Moro, P.A., 2017. A novel multidisciplinary bio- and geo-chronological approach for age determination of Palaeolithic bone artifacts in volcanic settings: An example from eastern Sabatini, Latium, Italy. *Quat. Int.* 1–9. doi:10.1016/j.quaint.2017.02.010.
- Piperno, M., 1997. Notarchirico, un sito del Pleistocene medio iniziale nel bacino di Venosa. Osanna edition: Venosa.
- Potts, R., et Deino, A., 1995. Mid-Pleistocene change in large mammal faunas of East Africa. *Quat. Res.* 43(1), 106–113.
- Prat, S., 2017. First hominin settlements out of Africa. Tempo and dispersal. *Comptes rendus - Palevol.* doi:10.1016/j.crpv.2016.04.009
- Richards, D.A., Bottrell, S.H., Cliff, R.A., Ströhle, K., Rowe, P.J., 1998. U-Pb dating of a speleothem of Quaternary age. *Geochim. Cosmochim. Acta* 62, 3683–3688. doi:10.1016/S0016-7037(98)00256-7
- Ridings, R., 1996. Where in the world does obsidian hydration dating work? *American Antiquity*, 61, 136–148
- Rightmire, G.P., 1998. Human evolution in the Middle Pleistocene: the role of *Homo heidelbergensis*. *Evolutionary Anthropology* 6, 218–227.
- Rixhon, G., Braucher, R., Bourlès, D., Siame, L., Bovy, B., Demoulin, A., 2011. Quaternary river incision in NE Ardennes (Belgium) – Insights from $^{10}\text{Be}/^{26}\text{Al}$ dating of river terraces. *Quat. Geochronol.* 6 (2), 273–284.
- Rocca, R., 2016. Depuis l'Est ? Nouvelles perspectives sur les premières dynamiques de peuplement en Europe From the East ? New perspective on the first settlement dynamic in Europe. *Anthropologie.* 120, 209–236.

- Rook, L., Martínez-Navarro, B., 2010. Villafranchian: The long story of a Plio-Pleistocene European large mammal biochronologic unit. *Quat. Int.* 219, 134–144. doi:10.1016/j.quaint.2010.01.007.
- Rosell, J., Blasco, R., Fernandez Peris, J., Carbonell, E., Barkai, R., Gopher, A., 2015. Recycling bones in the middle pleistocene: Some reflections from gran dolina TD10-1 (Spain), bolomor cave (Spain) and qesem cave (Israel). *Quat. Int.* 361, 297–312. doi:10.1016/j.quaint.2014.08.00
- Rouchon, V., Gillot, P.Y., Quidelleur, X., Chiesa, S., Floris, B., 2008. Temporal evolution of the Roccamonfina volcanic complex (Pleistocene), Central Italy). *J. Volcanol. Geotherm. Res.* 177, 500-514.
- Ruddiman, W.F., Raymo, M., McIntyre, A., 1986. Matuyama 41,000-year cycles: North Atlantic Ocean and northern hemisphere ice sheets. *Earth Planet. Sci. Lett.* 80, 117-129.
- Sani, F., Del Ventisette, C., Montanari, D., Coli, M., Nafissi, P., Piazzini, A., 2004. Tectonic evolution of the internal sector of the Central Apennines, Italy. *Marine and Petroleum Geology* 21, 1235–1254.
- Schoetensack, O., 1908. *Der Unterkiefer des Homo heidelbergensis aus den Sanden von Mauer bei Heidelberg* (The lower jaw of the Homo heidelbergensis out of the sands of Mauer near Heidelberg). Leipzig: Wilhelm Engelmann.
- Scott G.R. and Gibert L. 2009. The oldest handaxes in Europe. *Nature* 461, 82–85.
- Semaw, S., Renne, P.R., Harris, J.W.K., Feibel, C.S., Bernor, R.L., Fesseha, N. and Mowbray, K., 1997. 2.5 million years old stone tools from Gona, Ethiopia. *Nature* 385, 333-336.
- Shen, G., Michel, V., Despriée, J., Han, F., Granger, D.E., 2012. Datation d'enfouissement par $^{26}\text{Al}/^{10}\text{Be}$ et son application préliminaire à des sites du Paléolithique Inférieur en Chine et en France. *Anthropologie.* 116, 1–11. doi:10.1016/j.anthro.2011.12.007
- Sottili, G., Palladino, D.M., Marra, F., Jicha, B., Karner, D.B., Renne, P., 2010. Geochronology of the most recent activity in the Sabatini Volcanic District, Roman Province, central Italy. *J. Volcanol. Geotherm. Res.* 196, 20-30.
- Steiger, R.H., Jäger, E., 1977. Subcommission on geochronology: convention on the use of decay constants in geo- and cosmochronology. *Earth Planet. Sci. Lett.* 6, 359-362.
- Sutikna, T., Tocheri, M.W., Morwood, M.J., Saptomo, E.W., Jatmiko, Due Awe, R., Wasisto, S., Westaway, K.E., Aubert, M., Li, B., Zhao, J., Storey, M., Alloway, B.V., Morley, M.W., Meijer, H.J.M., Van den Bergh, G.D., Grün, R., Dosseto, A., Brumm, A., Jungers, W.L., Roberts, R.G., 2016. Revised stratigraphy and chronology for Homo floresiensis at Liang Bua in Indonesia. *Nature* 532, 266-369.
- Swisher C.C., Curtis G.H., Jacob T., Getty A.G., Suprijo A., Widiasmoro, 1994. Age of the earliest known hominids in Java, Indonesia. *Science*, volume 263, n° 5150, 1118-1121
- Swisher, C.C., Rink, W.J., Anton, S.C., Schwarcz, H.P., Curtis, G.H., Suprijo, A. and Widiasmoro, 1996. Latest Homo Erectus of Java; Potential Contemporaneity with Homo Sapiens in Southeast Asia. *Science*, 274(5294): 1870-1874.
- Thieme, H., 2005. The Lower Palaeolithic art of hunting: The case of Schöningen 13 II–4, Lower Saxony, Germany. In C.S. Gamble & M. Porr (eds.) *The Hominid Individual in Context: Archaeological investigations of Lower and Middle Palaeolithic landscapes, locales and artefacts*, 115–132. London: Routledge.
- Toro-Moyano, I., Martínez-Navarro, B., Agustí, J., Souday, C., Bermúdez de Castro, J.M., Martinon-Torres, M., Fajardo, B., Duval, M., Falguères, C., Oms, O., Parès, J.M., Anadon, P., Julià, R., Garcia-Aguilar, J.M., Moigne, A.M., Espigares, M.P., Ros-Montoya, S., Palmqvist, P., 2013. The oldest human fossil in Europe, from Orce (Spain). *J. Hum. Evol.* 65, 1–9. doi:10.1016/j.jhevol.2013.01.012
- Tremaine, K. J., et Fredrickson, D. A., 1988. Induced obsidian hydration experiments : an investigation in relative dating. *Materials Research Society Symposium Proceedings*, volume 123, Material Issues in Art and Archaeology. Symposium April 6-8, Reno, Nevada, Eds. E. V. Sayre, P. andiver, J. Druzik et C. Stevenson, 271-278.
- Tuffreau, A., Munaut, A.V., Puisségur, J.J., Sommé, J., 1982. Stratigraphie et environnement des industries acheuléennes de la moyenne terrasse du bassin de la Somme (région d'Amiens). *Bull. l'Association française pour l'étude du Quat.* 19, 73–81. doi:10.3406/quate.1982.1423
- Tuffreau, A., Lamotte, A., Goval, E., 2008. Les Industries acheuléennes de la France septentrionale. *L'Anthropologie* 112, 104-139.
- Tzedakis, P.C., 2007. Seven ambiguities in the Mediterranean palaeoenvironmental narrative. *Quat. Sci. Rev.* 26, 2042–2066. doi:10.1016/j.quascirev.2007.03.014.
- Vallverdú, J., Saladi, P., Rosas, A., Huguet, R., Caceres, I., Mosquera, M., Garcia-Taberner, A., Estalrich, A., Lozano-Fernandez, I., Pineda-Alcala, A., Carrancho, A., Villalain, J.J., Bourlès, D., Braucher, R., Lebatard, A., Vilalta, J., Esteban-Nadal, M., Bennisar, M.L., Bastir, M., Lopez-Poli, L., Olle, A., Verges, J.M., Ros-Montoya, S., Martínez-Navarro, B., Garcia, A., Martinell, J., Exposito, I., Burjachs, F., Agustí, J., Carbonell, E., 2014. Age and date for early arrival of the Acheulian in Europe (Barranc de la Boella, la Canonja, Spain). *PLoS One* 9 (7). <http://dx.doi.org/10.1371/journal.pone.0103634>

- Valladas, H., Reys, J.L., Joron, J.L., Valladas, G., Bar-Yosef, O., Vandermeersch, B., 1988. Thermoluminescence dating of mousterian 'Proto-Cro-Magnon' remains from Israel and the origin of modern man. *Nature* 331, 614-616
- Van Dam, J.A., 2001. The upper Miocene mammal record from the Teruel-Alfambra region (Spain). The MN system and continental Stage/Age concepts discussed. *Journal of Vertebrate Paleontology* 21, 367-385.
- Vermersch, P.M., 2006. La vallée du Nil et le Sahara oriental : une population préhistorique fluctuante sous l'effet des variations climatiques. *Comptes Rendus Palevol* 5, 255-262.
- Villa, P., 2001. Early Italy and the colonization of Western Europe. *Quat. Int.* 75, 113-130.
- Villa, P., Soriano, S., Grün, R., Marra, F., Nomade, S., Pereira, A., Boschian, G., Pollarolo, L., Fang, F., Bahain, J.J., 2016. The acheulian and early middle paleolithic in latium (Italy): Stability and innovation. *PLoS One* 11. doi:10.1371/journal.pone.0160516
- Voinchet, P., Bahain, J.-J., Falguères, C., Laurent, M., Dolo, J.-M., Despriée, J., Gageonnet, R., Chaussé, C., 2004. ESR dating of quartz extracted from Quaternary sediments: application to fluvial terraces system of Northern France. *Quaternaire* 15, 135-141.
- Wagner, G.A., Krbetschek, M., Degering, D., Bahain, J.-J., Shao, Q., Falguères, C., Voinchet, P., Dolo, J.-M., Garcia, T., Rightmire, G.P., 2010. Radiometric dating of the type-site for *Homo heidelbergensis* at Mauer, Germany. *Proc. Natl. Acad. Sci. U. S. A.* 107, 19726-30. doi:10.1073/pnas.1012722107
- Walter R.C., 1994. Age of Lucy and the first family: single-crystal $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ dating of the Denen Dora and lower Kada Hadar members of the Hadar Formation, Ethiopia. *Geology* 22, 6-10.
- Wehmiller, J.F., York, L.L., Bart, M.L., 1995. Amino acid racemization geochronology of reworked Quaternary mollusks on U.S. Atlantic coast beaches: implications for chronostratigraphy, taphonomy, and coastal sediment transport. *Marine Geology* 124, 303-337.
- Westaway, R., 2011. A re-evaluation of the timing of the earliest reported human occupation of Britain: The age of the sediments at Happisburgh, eastern England. *Proc. Geol. Assoc.* 122, 383-396. doi:10.1016/j.pgeola.2011.03.002.
- WoldeGabriel, G., Renne, P.R., Hart, W.K., Ambrose, S., Asfaw, B., and White, T.D., 2004. Geoscience Methods Lead to Paleo-anthropological Discoveries in Afar Rift, Ethiopia. *EOS*, 85 (29) 273-280.
- Woodhead, J., Hellstrom, J., Maas, R., Drysdale, R., Zanchetta, G., Devine, P., Taylor, E., 2006. U-Pb geochronology of speleothems by MC-ICPMS. *Quat. Geochronol.* 1, 208-221. doi:10.1016/j.quageo.2006.08.002
- Woodward, A.S., 1921. A new cave man from Rhodesia, South Africa. *Nature* 108, 371-372.
- Yokoyama, Y., Falguères, C., Quaegebeur, J.P., 1985. ESR dating of quartz from Quaternary sediments: first attempts, *Nuclear Tracks* 10, 921-928.
- Yokoyama, Y., Bibron, R., Falguères, C., 1988. Datation de planchers stalagmitiques de la grotte du Vallonnet à Roquebrune-Cap-Martin (Alpes-Maritimes) France, par la méthode de la résonance de spin électronique (ESR). *L'Anthropologie*, 92, 429-436.
- Zhu, R, An, Z, Potts, R, Hoffman, K.A, 2003. Magnetostratigraphic dating of early humans in China. *Earth-Sci. Rev.* 61, 341-359.

CHAPITRE I

*L'Italie centrale et méridionale, territoire d'étude unique en
Europe pour appréhender la chronologie du/des peuplement(s)
acheuléen(s)*

Liste des illustrations du Chapitre I

Figure 1- 1 : Carte de localisation des principaux complexes volcaniques d'Italie actifs au Pléistocène moyen (hormis les monts Cimini) dont les éruptions sont retrouvées dans les bassins et séquences sédimentaires qui abritent les gisements archéologiques étudiés au cours de la thèse.	59
Figure 1- 2 : Téphrostratigraphie simplifiée des principaux complexes volcaniques actifs au cours du Pléistocène moyen d'Italie centrale et méridionale.	61
Figure 1- 3 : Carte des principaux bassins sédimentaires (bleu clair) contenant des archives environnementales ou climatiques de la période d'étude (700 – 300 ka).	66
Figure 1- 4 : Enregistrements polliniques (Index AP/NAP uniquement) des bassins de Vallo di Diano, Acerno et Boiano. Les séquences téphrochronologiques de ces bassins ainsi que celles des bassins de Sulmona, Sessano et Mercure sont également présentées. Les barres rouges montrent les téphras identifiés et datés au sein de ces bassins, les bleues correspondent aux téphras identifiés chimiquement et les noires aux téphras présents au sein des séquences mais non datés et/ou identifiés.	67
Figure 1- 5 : Localisation et enregistrement pollinique de la séquence du lac Ohrid, d'après les données de Sadori et al., (2016) et Leicher et al., (2016).	69
Figure 1- 6 : Chronostratigraphie et schéma stratigraphique des dépôts pléistocènes du bassin romain en comparaison avec les unités fauniques italiennes. Tableau extrait d'Anzidei et al., 2012, modifié d'après Milli et al., 2008.....	71
Figure 1- 7 : Figure extraite de l'article de Marra et al., 2016 montrant les successions sédimentaires du Tibre avec en couleurs les phases d'aggradation et donc séquences sédimentaires associées. Ces successions sont corrélées aux variations glacio-eustatiques, les terminaisons glaciaires (TX-TI) correspondant aux phases les plus rapides des remontées du niveau marin.....	72
Figure 1- 8 : Localisation des gisements étudiés durant ma thèse.	74
Figure 1- 9 : Log stratigraphique du site de la Ficoncella extrait d'Aureli et al., 2015. L'âge $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ obtenu par Aureli et al., 2015 pour l'ignimbrite FIC-2 est recalculé (voir Introduction).	79
Figure 1-10 : Carte localisant les gisements datés au cours de ma thèse de la province romaine.....	80
Figure 1- 11 : Stratigraphie et photos du site de la Polledrara di Cecanibbio. Pour plus de détails stratigraphiques se référer à l'article de Pereira et al., 2017 au sein du chapitre 3.	81
Figure 1-12 : Séquence du site de Torre in Pietra (Biddittu et al., 1984) illustrant la position des cinq échantillons prélevés pour la datation $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$. Des détails sur la géologie du site sont présentés au sein de l'article publié dans PlosOne par Villa et al. (2016a) (chapitre 3 du manuscrit).	83
Figure 1-13 : Photo du site de Casal de' Pazzi et position de l'échantillon prélevé pour la datation $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$	84
Figure 1-14 : a) : Photo d'un biface provenant du site d'Osteria Moricone, recouvert de matériel volcanique. b) : Photo prise à la loupe binoculaire des sanidines piquées sur ce matériel avant irradiation et datation $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$	85
Figure 1-15 : Stratigraphie du site de Quarto delle Cintonare modifiée d'après Peretto et al., 1997.....	87
Figure 1- 16 : Carte topographique de la province de Frosinone. Les localisations des gisements étudiés durant ma thèse sont indiquées par des carrés bleus. Les autres sites voisins mentionnés dans le manuscrit sont indiqués par un carré noir : Anagni/Fontana Ranuccio, Campogrande/Ceprano (CG/Cep) et Devil's Footsteps. Les sites d'Isernia la Pineta et Guado San Nicola (GSN) sont aussi indiqués sur la figure bien qu'ils soient localisés dans la région voisine de la Molise.	88
Figure 1- 17 : Colonnes lithostratigraphiques des gisements de Cava Pompei, Isoletta et Lademagne modifiées d'après Biddittu et al., 1979 et Comerci et al., 2015. La stratigraphie du site d'Isoletta n'est pas encore publiée, celle présentée ici a été réalisée par C. Perrenoud (MNHN, Univ Perpignan).....	90
Figure 1- 18 : Séquence d'Isoletta (photo Italo Biddittu, communication personnelle).	91
Figure 1- 19 : Biface découvert sur le site de Lademagne (découvert dans un niveau situé juste au-dessus de l'échantillon Lad Inf).....	92
Figure 1- 20 : Stratigraphie du site de Valle Giumentina (carotte VG1 et affleurement VV1). (V. Villa, thèse de doctorat en cours, communication personnelle).	95
Figure 1- 21 : Stratigraphie du site d'Isernia la Pineta modifiée d'après Coltorti et al. (2005).	97
Figure 1- 22 : Stratigraphie et position des échantillons prélevés du site de Guado San Nicola.	99
Figure 1- 23 : carte montrant la localisation des sites de Notarchirico, Atella et Loreto.	100
Figure 1- 24 : Stratigraphie des sites de Notarchirico et Loreto (d'après Lefèvre et al., 2010). La position des échantillons $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$, ESR sur quartz blanchis et ESR-U/Th prélevés est aussi indiquée.....	102

Figure 1- 25 : Stratigraphie du site de Cimitero di Atella (R. Rocca communication personnelle). Sur cette stratigraphie ont été localisées les positions des échantillons que j'ai prélevés en 2015 pour la datation $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ et ESR sur quartz blanchis.	106
Figure 1- 26 : Chronologique des gisements étudiés avant le début de ma thèse (2014). J'ai indiqué en noir les sites de Campo Grande, Fontana Ranuccio et Devil'footsteps qui étaient déjà datés ou en cours de datation (Muttoni et al., 2009, Nomade et al., 2011 et Devil's footsteps, Scaillet et al., 2008). En violet les deux sites qui n'étaient pas prévus au début de ma thèse mais qui ont été rajoutés au printemps 2015.	107
Tableau 1- 1 : Résumé des données archéologiques et chronologiquement disponibles dans la littérature pour les sites étudiés au cours de ma thèse. Le contexte géologique de chaque gisement y est également brièvement rappelé.	75

Chapitre I : L'Italie centrale et méridionale, territoire d'étude unique en Europe pour appréhender la chronologie du/des peuplement(s) acheuléen(s)

I/ Un contexte tectonique très actif

1. Un volcanisme potassique intense et continu depuis plus de 1,0 Ma

De nombreux complexes volcaniques italiens étaient actifs durant le Pléistocène moyen. Ils se sont formés dans un contexte tectonique complexe (probable action combinée de la subduction de la plaque adriatique sous la plaque eurasiatique et de l'ouverture de la mer tyrrhénienne, Patacca et al., 1990, Doglioni et al., 1994, Peccerillo, 2005, Vezzani et al., 2010). Ces volcans ont entraîné le dépôt « quasi-continu » de matériels pyroclastiques dans la plupart des séquences fluviales et lacustres de cette région. Ces édifices, majoritairement ultra-potassiques (K-alcalins), sont orientés NO-SE et s'étendent sur environ 1500 km le long de la marge tyrrhénienne (Fig. 1-1, Karner et al., 2001).

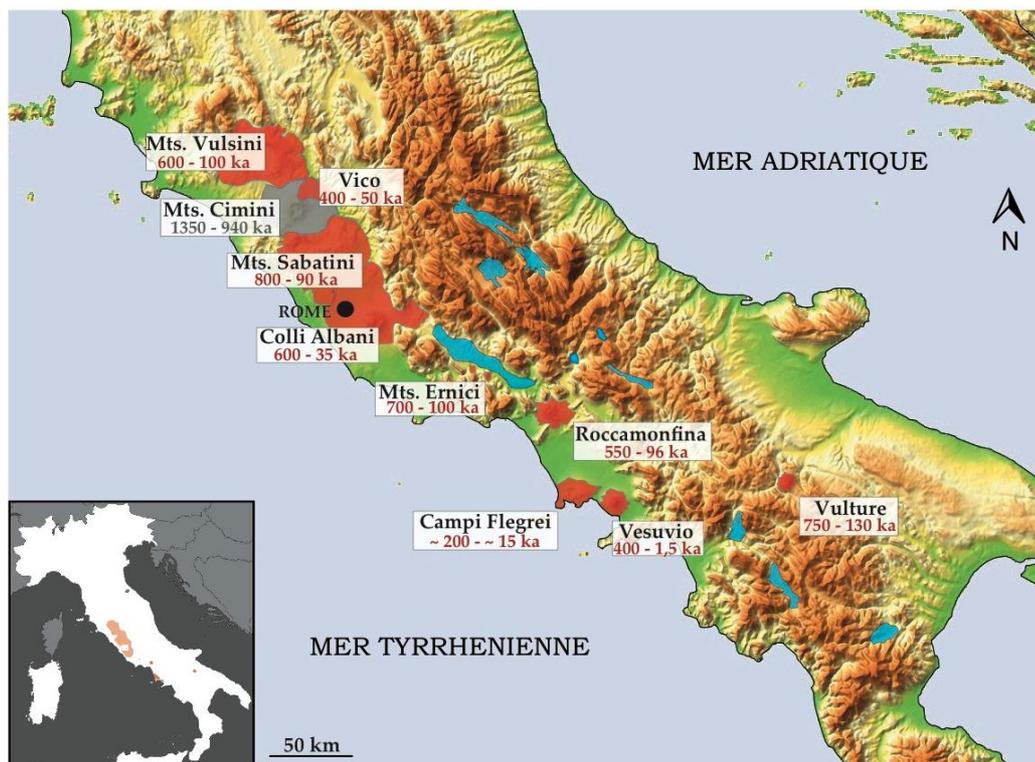


Figure 1-1 : Carte de localisation des principaux complexes volcaniques d'Italie actifs au Pléistocène moyen (hormis les monts Cimini) dont les éruptions sont retrouvées dans les bassins et séquences sédimentaires qui abritent les gisements archéologiques étudiés au cours de la thèse.

Les complexes volcaniques les plus anciens sont localisés au nord de la péninsule alors que les plus récents, dont certains sont encore actifs comme les volcans des îles éoliennes ou les édifices siciliens, sont situés plus au sud. Cette activité a débuté au cours du Pliocène puis s'est intensifiée au cours du Pléistocène. Les volcans en activité entre 800 et 250 ka ainsi que leurs périodes d'activités sont présentés figure 1-1. Les complexes volcaniques associés sont caractérisés par une large diversité de magmas, illustrée par la variété lithologique de roches présentes sur le territoire italien, depuis des basaltes-andésitiques jusqu'aux rhyolites, en passant par phonolites, trachytes et trachy-andésites (Peccerillo, 2005). Plusieurs provinces magmatiques ont été individualisées, dont un nombre important démontre un volcanisme explosif actif au cours du Pléistocène moyen, principalement les provinces de Toscane, de Rome, des Ernici/Roccamonfina (limite Latium/Campanie) et du mont Vulture (Basilicate). Dans la province romaine plusieurs districts volcaniques ont influencé la géomorphologie de l'Italie centrale et méridionale, les principaux sont les monts Vulsini (actifs entre 600 et ~100 ka, Nappi et al., 1994), le Vico (400 – ~ 50 ka Marcolini et al., 2003), les monts Sabatini (800 – 40 ka) et les Colli Albani (600 – 35 ka, Karner et al., 2001) (Fig. 1-1). Ce sont des complexes composés de plusieurs centres volcaniques à l'exception du Vico qui présente un unique cône. Plus au sud à environ 70 km de Rome dans la vallée latine, sont localisés les monts Ernici-Vallée Latine qui sont délimités au nord et au sud par deux failles majeures orientées nord-sud, liées à la rotation antihoraire des Apennins (Locardi, 1988) : les failles Ancona-Anzio au nord et Ortona-Roccamonfina au sud. Les séquences téphrostratigraphiques des principaux complexes éruptifs ayant présenté une activité durant le Pléistocène moyen ainsi que leurs différentes phases d'activité et éruptions majeures largement retrouvées régionalement au sein des séquences fluviatiles, lacustres et palustres, sont synthétisées figure 1-2.

- Les Vulsini : La phase d'activité la plus ancienne (il y a environ 600 ka) est associée au complexe des Paleovulsini (Palladino, 2010), ou Paleobolsena (Nappi et al., 1994) dont l'origine se situe dans le secteur nord du lac Bolsena. Quatre phases majeures se sont ensuite succédées, toutes caractérisées par une phase initiale strombolienne/effusive suivie par la formation de caldeiras, puis par une phase explosive dominée par des éruptions pliniennes riches en dépôts de ponces qui sont retrouvés dans les séquences sédimentaires environnantes.

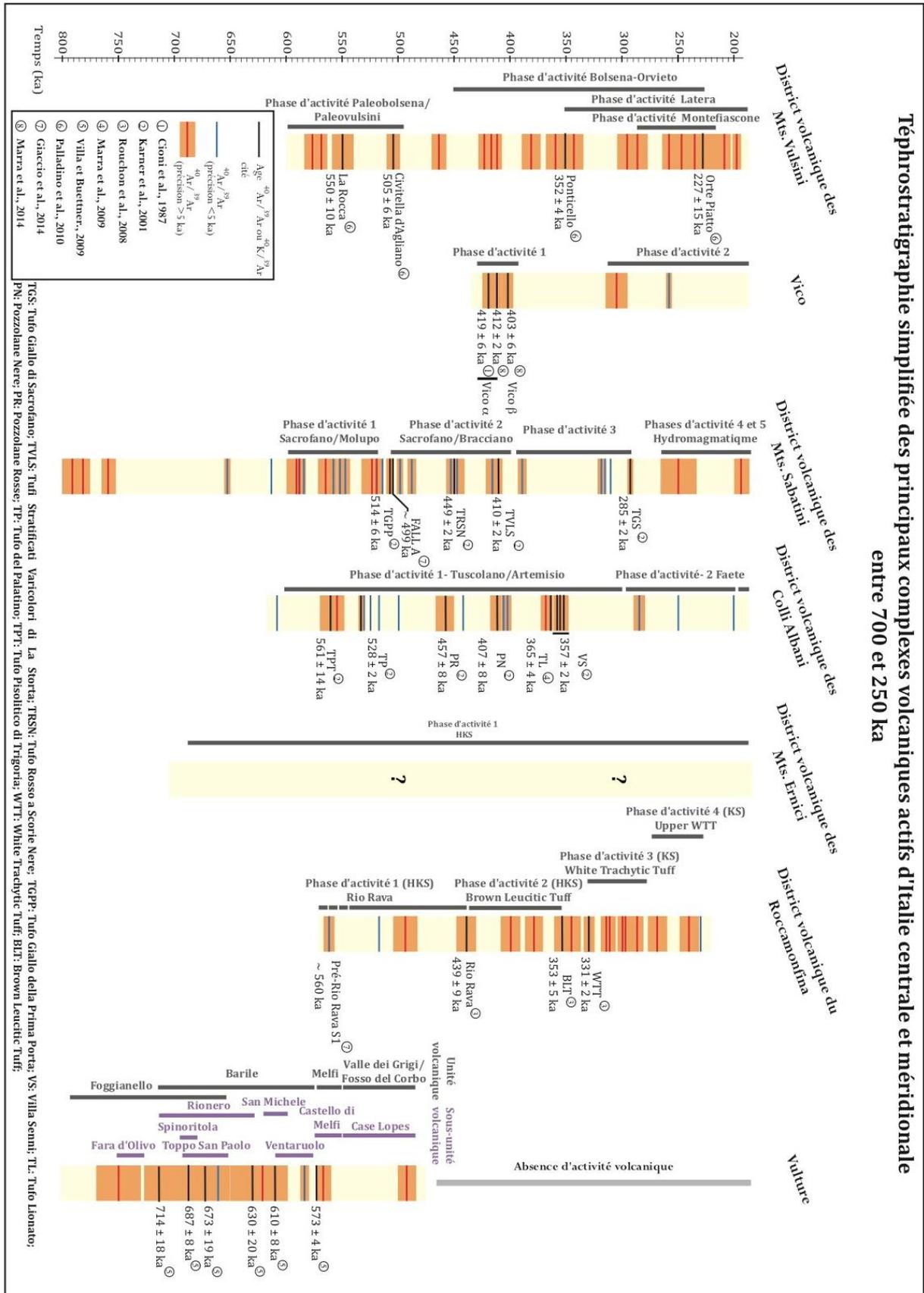


Figure 1-2 : Téphrostratigraphie simplifiée des principaux complexes volcaniques actifs au cours du Pléistocène moyen d'Italie centrale et méridionale.

Ces phases d'activité se terminent toutes par une phase hydromagmatique (Nappi et al., 1994). Les principales phases éruptives des Vulsini ainsi que les éruptions majeures associées sont reportées sur la Fig. 1-2.

- Le Vico est un centre volcanique se situant au sud des Vulsini (Fig. 1-1). Il recouvre partiellement les monts Cimini qui étaient actifs au cours du Pléistocène inférieur (1,3-0,9 Ma). Trois phases d'activité majeures ont été identifiées pour ce massif (Vezzani, 2010) : une phase initiale autour de 400 ka ; une seconde entre 305 et 138 ka, associée à la formation du cône ainsi que plus tardivement à l'effondrement de la caldeira centrale ; une phase finale caractérisée par une activité post-caldeira principalement dominée par du phréatomagmatisme (lac Vico, Locardi, 1965). Les éruptions Vico α et β (datées de \sim 415 et 400 ka, Fig. 1-2, Cioni et al., 1987, Marra et al., 2014), dont les produits sont bien connus, sont des niveaux repères dans les séquences fluviaux-lacustres environnantes (e.g. Marra et al., 2014).
- Les Colli Albani (3 phases d'activité, Fig. 1-2) et les Monts Sabatini (5 phases d'activité, Fig. 1-2) sont les plus importants districts volcaniques de par leurs surfaces. Ils recouvrent un large territoire respectivement au sud et au nord de Rome (Fig. 1-2). Ils sont tous-deux caractérisés par une période d'activité longue et quasi-continue à partir d'environ 800 ka pour les Monts Sabatini et 600 ka pour les Colli-Albani (Figs. 1-1 et 1-2). Ce sont les deux complexes volcaniques dont les produits volcaniques sont les plus retrouvés dans les séquences sédimentaires du Latium et dans de nombreux bassins apennins (Marra et al., 2014, Giaccio et al., 2012). Leurs produits éruptifs sont retrouvés dans certaines séquences archéologiques étudiées au cours de ma thèse.
- Les Monts Sabatini sont constitués de deux multi-centres volcaniques principaux dont les volcans principaux respectifs sont le Sacrofano et le Bracciano. L'activité la plus ancienne des Sabatini, datée de la fin du Pléistocène inférieur (802-783 ka ; Florindo et al 2007) est reconnue en forage mais également dans les dépôts distaux contenus dans le bassin de Sulmona (Giaccio et al., 2015). Elle marque le début de l'activité explosive

qui est suivie, après une période de repos de plus de 180 ka, par une phase d'activité majeure (600-530 ka) à l'est du district dans les secteurs de Sacrofano et Morlupo. La phase d'activité suivante datée entre 510-430 ka est principalement explosive et est associée aux Sacrofano et Bracciano. La troisième phase (410-280 ka) caractérisée par des phases éruptives explosives, correspond à la formation de la caldeira du volcan Sacrofano (De Rita et al., 1983). Les dernières phases sont associées à de l'hydromagmatisme corrélé à des centres volcaniques parasitiques. L'activité la plus jeune enregistrée est autour de 40 ka (Karner et al., 2001).

- La première phase d'activité (Tuscolano-Artemisio) des Colli Albani débutée il y a environ 600 ka a permis la création du cône principal et s'est terminée autour de 300 ka par l'effondrement de la caldeira associée. Ce fut la phase la plus active de ce district volcanique de 283 km³. Elle est principalement caractérisée par des dépôts de type ignimbritiques et des retombées pliniennes et de ponces. Comme pour le Vico, certaines éruptions ou séquences éruptives sont des repères stratigraphiques régionaux, notamment pour exemple la séquence éruptive de Villa Senni (série de dépôts pyroclastiques) dont fait partie le *Tufo Lionato* (357 ± 2 ka, Karner et al., 2001). Ces éruptions ont entraîné l'effondrement de la caldeira principale qui a par conséquent mis fin à la première phase éruptive des Colli Albani *sensu-stricto*. La seconde phase d'activité dite « Faete » correspond à l'activité de l'intra-cône du même nom, c'est cette dernière qui a conduit autour de 200 ka à l'effondrement interne de la caldeira associée. Les produits volcaniques induits par cette période sont principalement des laves et des scories. Finalement, la dernière phase d'activité des Colli Albani correspond à des épisodes phréatomagmatiques ayant eu lieu jusqu'à il y a environ 2 ka. Plusieurs cratères ont été concernés et ont principalement engendré des débris pyroclastiques et des lahars (Vezzani, 2010).
- Les Ernici sont formés d'une vingtaine de centres volcaniques monogéniques (cônes formés à la suite d'une éruption) ayant projeté des produits à la fois effusifs et explosifs dont la signature géochimique (rapport du Nd/Sr des verres volcaniques) est proche de celle du stratovolcan du Roccamonfina, situé plus au sud (Fig. 1-1, Civetta et al.,

1979). Les facteurs ayant mené à leur formation sont encore très discutés (Civetta et al., 1979) mais l'hypothèse la plus probable, majoritairement soutenue aujourd'hui, est celle selon laquelle la formation de ces cônes serait directement liée à l'intense activité tectonique régionale du centre des Apennins. Cette zone géographique subit en effet simultanément des forces de compression, en raison de l'orogénèse de cette chaîne de montagnes, et l'action de failles normales développées pendant le Pléistocène (Boari et al., 2009). Les produits volcaniques des Ernici sont issus d'une activité éruptive faible à modérée. La chronologie de l'activité volcanique des monts Ernici est mal connue et est suggérée majoritairement entre 700 et 350 ka par K/Ar même si certaines phases d'activités semblent datées autour de 100 ka (Basilone et Civetta 1975).

- Le Mont Roccamonfina, dont le flanc est se situe au niveau de la faille Ortona–Roccamonfina, est un complexe éruptif aujourd'hui éteint ayant présenté quatre phases d'activité principales (Fig. 1-2, Gianetti et al., 2001, Rouchon et al., 2008). Les deux premières phases ont entraîné la construction de plusieurs centres volcaniques (entre 550 ka et ~ 353 ka), la première étant principalement effusive alors que la deuxième fut majoritairement explosive. Les produits de ces deux phases sont caractérisés par leur richesse en potassium (d'où l'appellation HKSeries magma, Rouchon et al., 2008). La troisième phase d'activité entre 330 et 230 ka (appelée KSeries magma) correspond à l'effondrement de la caldeira du stratovolcan principal. Finalement, la dernière phase active du Roccamonfina a entraîné une activité phréatomagmatique au nord du complexe.
- Le complexe volcanique du Vulture localisé en Basilicate est également associé à plusieurs centres éruptifs. La plupart des dépôts volcaniques du Pléistocène retrouvés dans cette région sont des produits de ce stratovolcan (Giannandrea, 2006, Villa et Buettner, 2009). Les dépôts pyroclastiques témoins de leurs activités respectives ont permis au cours des trente dernières années de reconstituer leurs histoires éruptives respectives (Brocchini, 1994, Giannandrea et al., 2006, Villa et Buettner, 2009). Les différentes phases d'activité du Vulture (unités et sous-unités) sont synthétisées figure 1-2. Certaines éruptions du Vulture ont également été chimiquement identifiées plus

au sud, notamment dans la séquence de Montalbano Jonico entre environ 800 et 670 ka (Petrosino et al., 2015). La majorité des dépôts de ce complexe éruptif ont été drainés dans des bassins sédimentaires voisins, notamment dans les bassins de Venosa et Atella connus pour leurs gisements archéologiques du Pléistocène moyen (Raynal et al., 1998, Giannandrea et al., 2006 ; Lefèvre et al., 2010,).

2. Les bassins tectoniques d'Italie centrale et méridionale : des archives paléo-environnementales et archéologiques de premier ordre

Le territoire italien, principalement la région tyrrhénienne, est caractérisé par un contexte géologique et tectonique dominé par la chaîne montagneuse des Apennins, l'une des plus récentes chaînes orogéniques sur Terre, et l'extension du bassin tyrrhénien. Les Apennins, dont la surrection a débuté au cours du Néogène il y a environ 6 Ma, sont une des conséquences de l'orogénèse alpine d'âge mésozoïque/cénozoïque et de la subduction vers l'ouest de la plaque adriatique (ou apulienne) sous la plaque tectonique eurasiatique (Patacca et al., 1990, Doglioni et al., 1994, Vezzani et al., 2010, Villa et al., 2016b). Cette subduction est d'ailleurs un des moteurs du volcanisme dont j'ai parlé ci-dessus. Le substratum de cette ceinture tectonique, étendue sur 1500 km du nord-ouest au sud-est, est constitué majoritairement de calcaires cénozoïques et mésozoïques (Vezzani et al., 2010).

A partir du Pliocène la surrection de Apennins, parallèlement à la mise en place de systèmes de failles normales et décrochantes orienté est-ouest, s'est considérablement intensifiée. Ces failles toujours actives sont la cause majeure de l'importante sismicité de la zone centrale des Apennins comme en témoignent les séismes de 2009 et 2016 qui se sont produits dans le bassin de l'Aquila et près de la ville d'Amatrice respectivement. Ce système de failles a également entraîné le développement de bassins d'extension tectoniques intra-montagneux (grabens ou héli-grabens) dont les sédiments, majoritairement des boues carbonatées, sont d'excellentes archives plio-pléistocènes (e.g. Russo Ermolli et Cheddadi, 1997, Giaccio et al., 2013b, Orain et al., 2013, Combourieu-Nebout et al., 2015). Certains d'entre eux, en particulier ceux démontrant un enregistrement paléoenvironnemental entre 700 et 300 ka, sont localisés figure 1-3. Ils ont pour la plupart été à un moment donné des lacs durant les derniers 800 ka. L'étude des sédiments accumulés, notamment des pollens, pendant ces

périodes lacustres a permis dans certains cas la reconstitution des conditions environnementales de la période de remplissage des bassins (Fig. 1-4).



Figure 1-3 : Carte des principaux bassins sédimentaires (bleu clair) contenant des archives environnementales ou climatiques de la période d'étude (700 – 300 ka).

Les bassins d'Acerno, Sessano, Vallo di Diano et Boiano sont ceux qui ont actuellement les meilleurs enregistrements polliniques étudiés pour la période du Pléistocène moyen (Russo-Ermolli et Cheddadi, 1997 ; Russo-Ermolli et al., 2010 ; Orain et al., 2013 ; Petrosino et al., 2014a, voir Fig. 1-4). Ce sont donc des archives précieuses des changements environnementaux entre 650 et 400 ka (MIS 15-MIS 11) (Fig. 1-4). Ces séquences sédimentaires abritent également pour certaines, des niveaux de téphras qui sont témoins de l'activité volcanique de la marge tyrrhénienne durant cette même période. Ils ont pour certains d'entre eux été datés par la méthode $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ (Karnier et al., 2001 ; Giaccio et al., 2013b ; 2014 ; Petrosino et al., 2014a et b) ou corrélés chimiquement (téphrochronologie) à d'autres dépôts volcaniques datés eux directement sur les séquences des principaux volcans italiens actifs de cette époque (Fig. 1-4, Rouchon et al., 2008, Marra et al., 2009, Sottili et al., 2010, Giaccio et al., 2014).

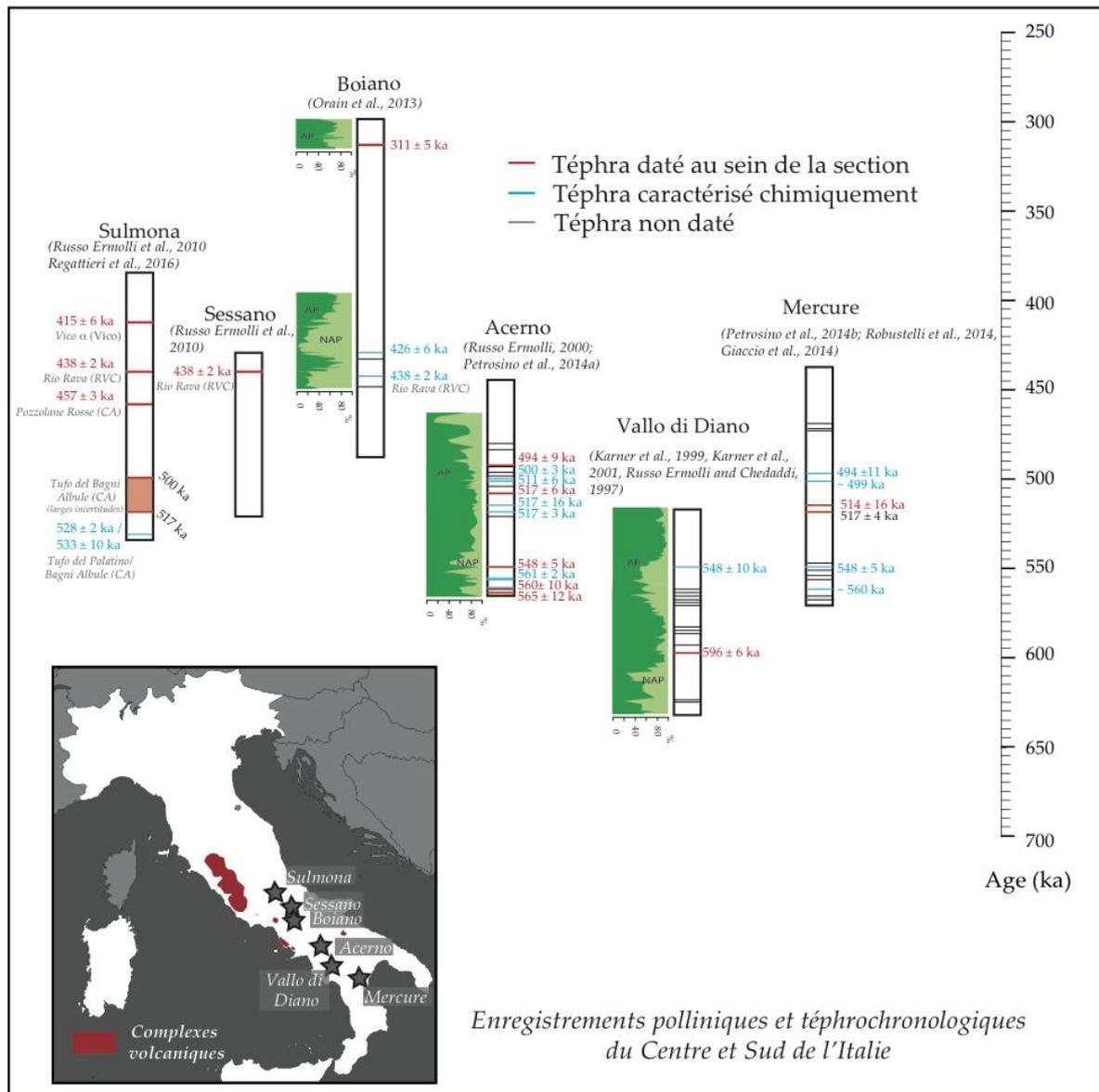


Figure 1-4: Enregistrements polliniques (Index AP/NAP uniquement) des bassins de Vallo di Diano, Acerno et Boiano. Les séquences téphrochronologiques de ces bassins ainsi que celles des bassins de Sulmona, Sessano et Mercure sont également présentées. Les barres rouges montrent les téphras identifiés et datés dans ces bassins, les bleues correspondent aux téphras identifiés chimiquement et les noires aux téphras présents au sein des séquences mais non datés et/ou identifiés géochimiquement.

La composition chimique (éléments majeurs ou traces) des verres volcaniques ainsi que les rapports des isotopes du strontium et/ou du néodyme dans les clinopyroxènes permettent en effet dans certaines conditions (voir Giaccio et al., 2013a) de déterminer le district ou centre volcanique à l'origine d'un téphra. Lorsque la séquence de référence du volcan à l'origine du dépôt étudié est bien connue il est également parfois possible de déterminer l'éruption même, à l'origine du téphra (voir Giaccio et al., 2013a; Giaccio et al., 2014). Pour la période qui est le cœur de mon étude (700-250 ka), un exemple de séquence de référence hors d'Italie est celle

du lac Ohrid (Albanie, Macédoine) (Fig. 1-5) sur laquelle une étude multidisciplinaire est effectuée depuis 2014 (Leicher et al., 2016, Wagner et al., 2017). Cet enregistrement lacustre de 569 m est situé à environ 400 km à l'est de la Basilicate (Fig. 1-5). Il a livré un enregistrement pollinique continu couvrant pour le moment les 500 derniers milliers d'années. Il reflète l'évolution de la végétation à l'échelle régionale (est du bassin méditerranéen) depuis le stade isotopique 13 jusqu'à l'actuel (Sadori et al., 2016). Douze niveaux de téphras ont pu y être identifiés chimiquement jusqu'à présent (Leicher et al. en 2016) et certains d'entre eux ont pu être corrélés à des éruptions connues des monts Sabatini et Colli Albani, comme par exemple l'éruption *Fall A*, daté à 496 ± 9 ka (monts Sabatini, Marra et al., 2014), et les éruptions du *Pozzolane Rosse* et *Tufo di Bagni Albule*, datées respectivement à 457 ± 8 ka et 527 ± 2 ka (Colli Albani, Karner et al., 2001, Marra et al., 2009). Certaines de ces éruptions, caractérisées chimiquement à Ohrid, ont également été identifiées au sein des bassins sédimentaires d'Acerno et Mercure (Leicher et al., 2016) permettant ainsi la corrélation entre ces enregistrements. L'association d'analyses polliniques et téphrochronologiques sur ces bassins offre ainsi un schéma environnemental bien contraint qui permettra de replacer des sites archéologiques datés avec la même méthode que ces enregistrements dans un schéma environnemental juste.

Il est à noter que certains des bassins tectoniques présentés figure 1-3 abritent parfois eux-mêmes des sites archéologiques, comme c'est le cas pour les bassins d'Isernia en Molise (sites d'Isernia la Pineta et Guado San Nicola, deux des sites étudiés dans le cadre de cette thèse, (Peretto et al., 2015, Peretto et al., 2016), d'Anagni et Ceprano dans la province de Frosinone (Latium, sites de Fontana Ranuccio ou Campo Grande, Biddittu et Segre, 1977, Manzi et al., 2010, Nomade et al., 2011) ou de Venosa en Basilicate (Notarchirico, Piperno et al., 1999 ou Atella, Abruzzese et al., 2016) qui pour un bon nombre ont été étudiés dans le cadre de ma thèse.

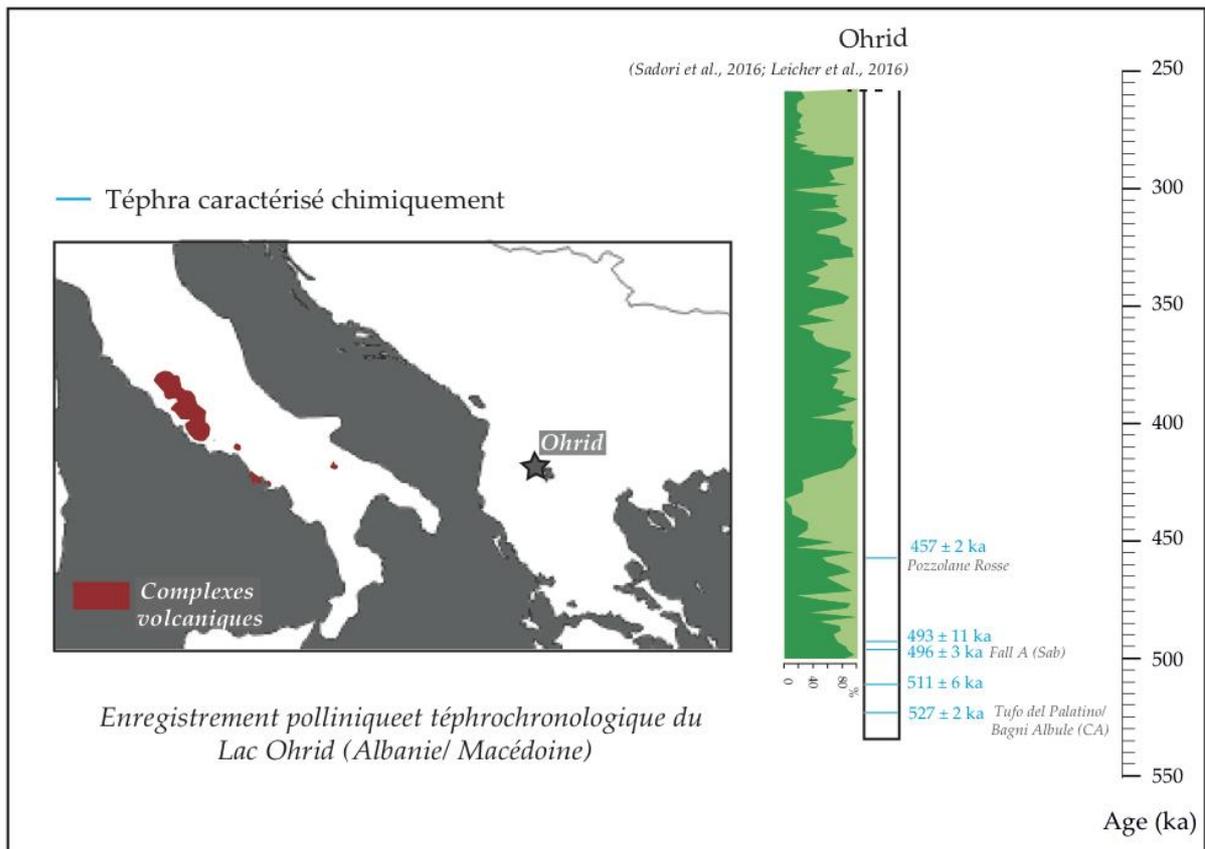


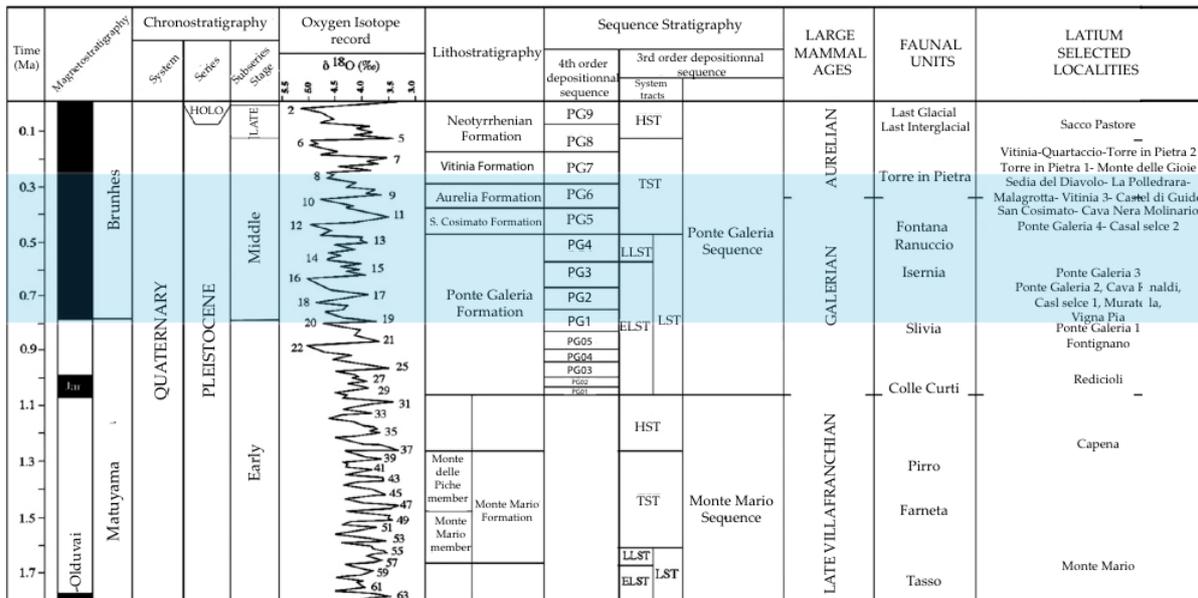
Figure 1-5 : Localisation et enregistrement pollinique de la séquence du lac Ohrid, d'après les données de Sadori et al., (2016) et Leicher et al., (2016).

3. Les terrasses du Tibre et les variations du niveau marin au Pléistocène moyen

Après le stade isotopique 22, les changements climatiques du Pléistocène moyen ont largement influé sur la sédimentation des vallées fluviales, principalement à travers le dépôt de terrasses alluviales qui sont d'excellents marqueurs de ces variations (Berger et al., 1994). C'est le cas dans la province romaine (Latium) où les variations du niveau marin, liées à l'alternance entre des périodes glaciaires et interglaciaires, ont une forte empreinte dans les dépôts sédimentaires du Tibre (vallées orientées NE-SW) et de ses affluents (vallées orientées NO-SE, e.g. Karner et Renne, 1998, Florindo et al., 2007 ; Milli et al., 2008, Marra et al., 2014). Les variations glacio-eustatiques entraînent en effet l'alternance de phases d'aggradation et de régression. Ces dernières sont représentées d'un point de vue sédimentaire par des surfaces d'érosion qui délimitent une paléo-incision, suivie par des remplissages sédimentaires à granoclassement normal avec à la base du niveau des dépôts graveleux et au sommet des dépôts plus fins principalement argileux (Marra et al., 2014, Marra et al., 2016b). Dans le bassin romain, l'action combinée des oscillations glacio-eustatiques, de l'ouverture du bassin

tyrrhénien et de la surrection continue des Apennins (De Rita, 1997) a entraîné la formation de nombreuses unités sédimentaires qualifiées par Milli, 1997 et Milli et al., 2008 de « 4^{ème} ordre » qui ont été regroupées par ces auteurs en deux séquences de référence : Monte Mario et Ponte Galeria (nommées communément séquences de « 3^{ème} ordre »). La séquence Monte Mario recouvre ainsi la période du Pléistocène inférieur et a une extension limitée principalement aux zones côtières, alors que la séquence Ponte Galeria recouvre la période temporelle du Pléistocène moyen à l'Holocène et est majoritairement associée à des dépôts fluviatiles et lacustres (Milli et Palombo, 2005, Milli et al., 2008, Anzidei et al., 2012 voir dans la Fig. 1-6). L'unité sédimentaire Ponte Galeria (MIS 21 à MIS 1), correspond ainsi à la période étudiée au cours de ma thèse. Elle regroupe dix phases de dépôt indexées de la plus ancienne (PG0) à la plus récente (PG9) dans la figure 1-6 (PG0 étant subdivisée en 5 sous-unités). De nombreux niveaux de graviers grossiers sont retrouvés au sein de ces séquences stratigraphiques, ils témoignent d'une période de flux importante du Tibre et de ses affluents et sont caractéristiques de phases de terminaisons glaciaires (réchauffement abrupte d'une phase climatiquement froide) ; la fonte des glaces sur les Apennins induisant l'augmentation du débit des rivières significativement pendant ces phases. La période temporelle recouvrant les unités PG0 à PG3 (Fig. 1-6) correspond à une phase de dépôt associée à une période de bas niveau marin, l'unité PG4 est témoin d'une phase transitionnelle caractérisée par une augmentation progressive du niveau de la mer ; les unités PG 5 à PG 8 correspondent à une période de transgression marine ; la séquence englobant les unités PG8 et PG 9 est reliée à une phase de haut niveau marin (Milli et al., 2008). L'étude climatique et environnementale de la région romaine et du Latium en général permet ainsi par l'analyse sédimentologique des dépôts fluviatiles mais également par la datation ou identification chimique des téphras intercalés dans ces séquences, d'identifier de manière robuste les différents cycles climatiques enregistrés (Marra et al., 2009, Petronio et al., 2017).

Dans le Latium, dix terminaisons glaciaires majeures (relatives aux unités PG0 à PG9) pour la gamme de temps entre le stade isotopique 21 et 1 ont été mises en évidence (*e.g.* Marra et al., 2016b). Il est important de préciser que les différentes terrasses alluviales retrouvées sur la côte romaine, ayant été formées au cours d'un même stade isotopique, sont ainsi localisées généralement à la même altitude.



Période étudiée au cours de la thèse

Figure 1-6 : Chronostratigraphie et schéma stratigraphique des dépôts pléistocènes du bassin romain en comparaison avec les unités fauniques italiennes. Tableau extrait d'Anzidei et al., 2012, modifié d'après Milli et al., 2008.

Pour exemples, les terrasses du stade isotopique (MIS) 5 sont ainsi pour la plupart situées à environ 30 m d'altitude par rapport au niveau de la mer (Marra et al., 2014). La connaissance de l'altitude des séquences est donc pour le Latium un avantage pour l'émission d'hypothèses quant à la chronologie des gisements étudiés. La figure 1-7, extraite de l'article de Marra et al. (2016) auquel j'ai participé pour la partie datation $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ (voir Annexe 1-2), synthétise les phases d'aggradation et les formations sédimentaires recensées dans le Latium en donnant un âge absolu à chacune de ces formations, grâce à des contraintes isotopiques $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$. Cette approche combinant analyses stratigraphiques et datations absolues a permis à Marra et al. (2015, et 2017) d'établir un cadre chronologique robuste de plusieurs séquences de la vallée du Tibre abritant des fossiles néanderthaliens comme c'est par exemple le cas pour le gisement de Saccopastore maintenant attribué au stade isotopique 7 (Sergi, 1931, Bruner et Manzi, 2006, Marra et al., 2015, 2017).

Cette approche géologique et géochronologique permet également dans certains cas d'identifier les dépôts liés à des d'oscillations moins longues du niveau marin (suborbitales) correspondant aux pics secondaires mis en évidence par les courbes climatiques de $\delta^{18}\text{O}$ régionales (Marra et al., 2016).

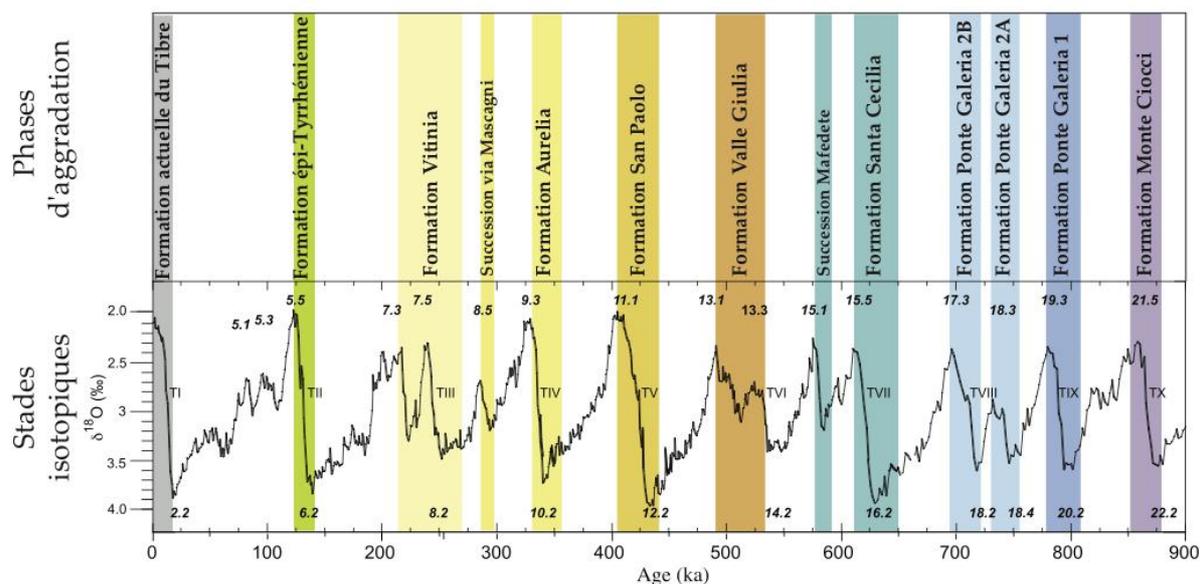


Figure 1-7: Modifiée d'après Marra et al., 2016. Cette figure présente les successions sédimentaires du Tibre avec en couleurs les phases d'aggradation et donc séquences sédimentaires associées. Ces successions sont corrélées aux variations glacio-eustatiques, les terminaisons glaciaires (TX-TI) correspondant aux phases les plus rapides des remontées du niveau marin.

Il est à noter que les terrasses alluviales de la région romaine sont de plus caractérisées par une très bonne conservation de restes de grands et micro-mammifères dont l'étude permet d'apporter des informations sur les conditions paléoclimatiques et environnementales du bassin romain au cours du Pléistocène (Milli et Palombo, 2005, Masini et Sala, 2006, 2011). Milli et Palombo en 2005 ont d'ailleurs déterminé des assemblages fauniques locaux (LFAs, Fig. 1-6) regroupés en « Large Mammal Ages » qui sont pour le Pléistocène moyen majoritairement associés à deux biozones: le Galérien (jusqu'au MIS 10) et l'Aurélien (MIS 9- MIS 2, Milli et Palombo, 2005). Pour de plus amples informations le lecteur est renvoyé vers l'article de Marra et al., (soumis à *Quaternary Science Reviews*) inséré en annexe 1-6, qui est une révision de plusieurs sections géologiques et assemblages fauniques auréliens du Latium corrélée à de nouvelles données géochronologiques auxquelles j'ai participé par la réalisation de datation $^{40}Ar/^{39}Ar$ parallèlement à ma thèse. C'est dans ce contexte sédimentaire relativement bien contraint que se trouvent plusieurs des sites archéologiques du Pléistocène moyen que j'ai étudiés au cours de ma thèse : La Polledrara di Cecanibbio (Anzidei et al., 2012), Torre in Pietra (Malatesta, 1978), Casal de' Pazzi (Gioia, 2015) et Osteria Moricone (Ceruleo et al., 2015).

II/ L'Italie, un territoire riche en occupations humaines au cours du Pléistocène moyen

1. Une richesse et une diversité archéologique sans équivalent en Europe

En raison de son contexte climatique et géologique particulier, l'Italie était pendant le Pléistocène moyen un territoire propice au développement et à la subsistance des hominins ainsi qu'à la bonne préservation des gisements. Archéologiquement, cette zone abrite un grand nombre de sites et est caractérisée par une occupation humaine continue entre 700 et 250 ka. Des dizaines de gisements, plus ou moins bien datés, ont été mis en évidence pour cette gamme de temps (voir Palma di Cesnola, 1996, Mussi, 2001). La majorité d'entre eux se situe le long de la côte tyrrhénienne dans des vallées encaissées du massif des Apennins. Cette zone de l'Europe de l'ouest est ainsi un territoire privilégié pour l'étude des premiers peuplements humains en Europe au Pléistocène inférieur, notamment pour la compréhension du développement des cultures « acheuléennes » et « moustériennes » (mode technique 3, Tuffreau et al., 2008, Falguères et al., 2013, Adler et al., 2014). Des gisements comme Notarchirico ou Cimitero di Atella (Basilicate) sont souvent cités comme des exemples des prémices de l'Acheuléen en Europe avec la présence d'industries bifaciales sommaires alors que parallèlement d'autres sites archéologiques d'âges plus ou moins équivalents comme Isernia la Pineta n'ont pas livré d'outil bifacial mais majoritairement des industries de mode 1 (choppers, outils microlithiques). Ces exemples soulignent l'émergence de la grande diversité culturelle de la partie méridionale de l'Italie durant le début du Pléistocène moyen (Lefèvre et al., 2010, Peretto et al., 2015, Abruzzese et al., 2016). La plupart des cultures lithiques associées au Paléolithique inférieur en Europe sont présentes en Italie : l'Acheuléen comme cela a déjà été dit précédemment, mais également le Clactonien (exemple de Valle Giumentina, Radmilli et Demangeot, 1953) et le Tayacien (exemple de Loreto (niveau A), Grifoni et Tozzi, 2006), cultures aujourd'hui largement remises en question (voir l'introduction générale). L'obtention d'un contexte chronologique fiable pour positionner les différents gisements et les témoignages de ces différentes « cultures » est aujourd'hui une nécessité pour pouvoir avancer vers une meilleure compréhension de cette période. Dans la suite de ce chapitre je m'attacherai à présenter les sites sur lesquelles j'ai travaillé ainsi que l'échantillonnage réalisé sur chacun d'entre eux.

2. Sites d'étude : problématiques chronologiques et archéologiques des gisements

Dans le cadre de ma thèse, quinze gisements italiens du Pléistocène moyen ont fait l'objet d'une étude radio-isotopique par $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ sur monocristaux de feldspaths potassiques (Fig. 1-8). Les données archéologiques, paléontologiques, environnementales et chronologiques disponibles avant le début de ma thèse pour les gisements étudiés sont résumées dans le tableau 1-1 page de droite.



Figure 1-8 : Localisation des gisements étudiés durant ma thèse.

Ces gisements sont tous situés en Italie centrale et méridionale, ils sont répartis sur quatre régions administratives : le Latium, les Abruzzes, la Molise et la Basilicate (Fig. 1-8). Ils sont tous localisés à moins de 100 km de complexes volcaniques très actifs pendant le Pléistocène moyen (Figs. 1-1 et 1-8, pour la majorité à moins de 30 km). Les périodes d'occupation de ces sites étaient au début de ma thèse (2014) estimées chronologiquement entre les stades isotopiques 16 et 8 (Fig. 1-26, fin du chapitre I).

REGION	PROVINCE	SITE	ASSEMBLAGE PALÉONTOLOGIQUE	ASSEMBLAGE LITHIQUE	ENVIRONNEMENT	FOSSILE HOMININE	AGE ESTIMÉ	REFERENCES	
LATIUM	VITERBE	La Ficoncella	Peu de fossiles, 1 carcasse de <i>Palaeoxodon antiquus</i> , quelques restes de <i>Equus</i> sp. 2, <i>Hippopotamus</i> sp., <i>Dama</i> sp., <i>El</i> Bos <i>primitivus</i> .	Petits éclats de mode 1 majoritairement en silex, 296 pièces sur 409 de taille inférieure à 5 mm, 5 éclats de plus grande taille.	Dépôt de plaine alluviale. Niveau archéologique riche en sables, argiles et matériel.		MIS 13, Entre 500 et 450 ka	Aureli et al., 2012 Aureli et al., 2015	
		Ostera Moricone	De nombreux restes: <i>Palaeoxodon antiquus</i> , <i>Bos primitivus</i> , <i>Dama</i> sp., <i>Cervus</i> sp.	Abondance d'industries de mode 1 et 2 et d'outils sur os, mais pas encore de fouille organisée.	Environnement lacustre (Gassin de Cetone), 1 site parmi potentiellement une vingtaine de séquences archéologiques.		MIS 15/13 ?	Cerullo et al., 2015	
	ROMAINE	La Polledrara di Ceanibbio	20 000 restes. Principaux taxons: <i>Bos primitivus</i> , <i>Palaeoxodon antiquus</i> , <i>Staphanorhinus hemiochus</i> , <i>Equus</i> <i>frans</i> , <i>Sus scrofa</i> , <i>Cervus elaphus</i> . Activités de boucherie.	1100 outils lithiques et sur os (mode 1 uniquement). Absence de blanc.	Succession fluvio-lacustre riche en pontons.	1 molette d'enfant âgé entre 5 et 10 ans	Formation aurélienne, MIS 9 ?	Anzidei et al., 2015	
		Torre in Pietra	Espèces principales niveau adéclatent : <i>Cervus elaphus</i> , <i>Bos primitivus</i> , <i>Equus caballus</i> , <i>Palaeoxodon antiquus</i> , niveau mousterien- <i>Cervus elaphus</i> , <i>Caprolia caprolia</i> , <i>Dama dama</i> , <i>Bos primitivus</i> , <i>Palaeoxodon antiquus</i> , <i>Equus orbicularis</i> , <i>Tesalio bernartii</i> .	Assemblage de mode 2 (niveau "n"), démontrant des industries lithiques et sur os (rares blancs). Un niveau mousterien "e" au sommet de la séquence.	Dépôts côtiers de pluge en alternance avec des niveaux de gales.		Base: MIS 9? (Acheuléen), Sommet: MIS 7? (Mousterien)	Malatesta, 1978, Villa et al., 2016	
	LATINE	Casal de Pazzi	200 restes de vertèbres; principalement <i>Palaeoxodon antiquus</i> , <i>Bos primitivus</i> , <i>Cervus elaphus</i> , <i>Hippopotamus</i> sp.	1500 outils lithiques de mode 1 (principalement des éclats microolithiques, 1 nucléus).	Dépôts de terrasse alluviale	1 fragment d'os pariétal (<i>Homo sapiens</i> archaïque)	MIS 7-8 ?	Anzidei et al., 2001	
		Quarto delle Chiofane	Peu d'ossements: <i>Palaeoxodon antiquus</i> , bivalves	1057 outils lithiques de mode 1 (principalement des éclats microolithiques, 1 nucléus)	Dépôts sablo-argileux riches en matériel volcanique remanié		MIS 13 ?	Shackleton et Opedyke, 1976 Pevero et al., 1997	
	PESCARA	PESCARA	Cava Tomppi	Faune galérienne, cervides, magreros sp., macacos sp.	Outils uniquement de mode 1 . Présence d'industries sur os et de rares manufactures en laves.	Séquence principalement constituée de dépôts pyroclastiques rémanents	1 ulna, 1 tibia, 1 morceau de crâne	MIS 11 ?	Bidditù et Segre, 1978.
			Isolaletta	Faune galérienne: <i>Palaeoxodon antiquus</i> , <i>Staphanorhinus</i> sp., <i>Cervus elaphus</i> , <i>Dama</i> cf. <i>dactoniana</i> , <i>Equus</i> sp., <i>Equus</i> sp.	Industries de mode 2 . Présence de blancs en silex et quartzite, outils sur os	Séquence de terrasses alluviales (sables, graviers, argiles) riches en matériel volcaniques. Présence de léghas.		MIS 11 ?	Bidditù et al., 1979
	ABRUZZIS	PESCARA	Ladernaghe	Faune galérienne, <i>Palaeoxodon antiquus</i> , <i>Staphanorhinus</i> sp., <i>Cervus elaphus</i> , <i>Dama</i> et <i>dactoniana</i> , <i>Equus</i> sp. sp.	Deux niveaux archéologiques démontrant des industries de mode 2 , (1 éclat de type Levallois)	Dépôts de terrasses alluviales (sables, graviers, argiles) riches en matériel volcaniques. Téphras.		MIS 11 ?	Bidditù et al., 2012, Caracci et al., 2015
			Valle Ciumanina	Principalement des cervidés, activités de boucherie	Milliers d'artefacts de silex et adréclatent (Niveau au sommet de la stratigraphie attribué au Paléolithique moyen)	Séquence de remplissage lacustre, enregistrant au minimum deux cycles climatiques		MIS 8 - dernier glaciaire ?	Radmilli et Demargool, 1953
	MOIUSE	ISERNIA	Isernia la Pineta	Faune galérienne, <i>Bos schoetensacki</i> , <i>Palaeoxodon antiquus</i> , <i>Staphanorhinus</i> cf. <i>handleyensis</i> , <i>Hippopotamus</i> cf. <i>antiquus</i> , <i>Primitivus soliliacus</i> , <i>Cervus</i> cf. <i>acomutus</i> , <i>Dama</i> cf. <i>noheri</i> , <i>Sus scrofa</i> ... Activités de boucherie	Outils uniquement de mode 1 . Milliers de pièces microolithiques. Présence de micro-tools en os de <i>Palaeoxodon antiquus</i>	Dépôts de terrasses alluviales (sables, graviers, argile et dépôts volcaniques remaniés)	1 dent déciduade d'enfant	MIS 15-16 ?	Colorti et al., 2005, Calabi et Pevero, 2015
			Guido San Nicola	Faune du Galérien final, <i>Cervusacomutus</i> , <i>Equus frans</i> , <i>Palaeoxodon antiquus</i> , <i>Sus scrofa</i> , <i>Staphanorhinus</i> sp.	4 niveaux archéologiques de mode 2 . Présence de blancs en silex et quartzite. Déblage discordé et Levallois dans 3 niveaux archéologiques.	Séquence sédimentaire fluviale riche en matériel volcanique (niveaux primaires ou remaniés)		MIS 10-8 ?	Mutilli et al., 2014
BASILICATE	POTENZA	Notarchirio	Faune de l'unité Ponte Galeria (Galérien): <i>Palaeoxodon antiquus</i> , <i>Dama dactoniana</i> , <i>Bos primitivus</i> , <i>Bison schoetensacki</i> , <i>Bison schoetensacki</i> mal conservé. Activités de boucherie	Plusieurs niveaux adréclatent. Présence de choppers, bifaces, nucléus en silex et quartzite	Séquence fluviale alternant niveaux sablo-argilo-limoneux et pyroclastiques	1 fragment de fémur de femme adulte	MIS 16/15 ?	Lefèvre et al., 1999 Raynal et al., 1998	
		Akella	<i>Palaeoxodon antiquus</i> , <i>Bos primitivus</i> , <i>Dama</i> sp., <i>Caprolia</i> sp., <i>Cervus</i> sp. Faune mal conservée	Industrie lithique principalement d'éclats et outils retouchés, principalement des outils microolithiques. Présence de quelques outils de mode 2 ; blancs altérés en radiolites.	Séquence de rive de lac. Constitue de dépôts limoneux, sableux et volcanoclastiques.		MIS 15-13 ?	Bazzati et al., 1997	
		Loreto (ntv A)	Faune galérienne: <i>Palaeoxodon antiquus</i> , <i>Bos primitivus</i> , <i>Staphanorhinus</i> sp., <i>Bison schoetensacki</i> , <i>Equus aff. Suschobertius</i> , <i>Equus alcidans</i> , <i>Hippopotamus</i> sp.	Assemblage de mode 1 . Quelques industries qualifiées de myocènes (pointes de Quinson et Teyac).	Niveaux sédimentaires de plages ou rives de lac		MIS 13 ?	Piperno, 1997, 1999, Lefèvre et al., 2010	

Tableau 1-1 : Résumé des données archéologiques et chronologiquement disponibles dans la littérature pour les sites étudiés au cours de ma thèse. Le contexte géologique de chaque gisement y est également brièvement rappelé.

Les nouvelles données chronologiques sur ces gisements ont pour objectif principal l'obtention d'un cadre temporel homogène entre 700 et 250 ka pour cette zone de l'Europe qui doit permettre aux archéologues, en s'astreignant des problématiques chronologiques, de comparer des industries lithiques du point de vue technique et évolutif. Cela permettra également aux paléontologues et paléoanthropologues de placer précisément faunes et restes humains dans un cadre chronologique le plus juste possible en incorporant ces derniers dans

un cadre paléo-environnemental robuste grâce notamment aux nombreuses études palynologiques (énoncées ci-dessus), malacologiques ou encore géomorphologiques portant sur l'Italie.

Sur ces sites archéologiques deux approches méthodologiques dépendantes du contexte géologique et de la stratigraphie des gisements ont été utilisées :

- 1) Lorsque les restes archéologiques étaient directement contenus dans des dépôts volcaniques dits « primaires », correspondant donc à des dépôts volcaniques directs, les datations de ceux-ci ont alors donné, aux incertitudes près, les âges des niveaux archéologiques eux-mêmes. En Italie, un exemple concret de cette approche est l'étude réalisée sur le site de Devil's Footsteps (Ciampate del Diavolo), gisement localisé sur les flancs du district volcanique du Roccamonfina. Ce site a livré des empreintes de pas d'homininés fossilisées sur un niveau volcanique cendreux qui a été corrélé à l'éruption « Brown Leucitic Tuff » (BLT) de ce stratovolcan (Scaillet et al., 2008). Ce dépôt cendreux a ainsi été daté par Scaillet et al. (2008) à 345 ± 12 ka, ce qui suggère que ces empreintes ont été laissées durant le stade glaciaire 10 par des homininés contemporains d'*Homo heidelbergensis*.
- 2) La deuxième approche utilisée est plus complexe, elle consiste en une datation d'un niveau archéologique par encadrement stratigraphique. La connaissance et la continuité des séquences étudiées sont pour cette approche primordiales. Plusieurs cas sont alors possibles :
 - Lorsque les niveaux archéologiques étaient encadrés par des dépôts volcaniques primaires, la datation de ces niveaux volcaniques permettait par encadrement de contraindre précisément l'âge du niveau archéologique que l'on souhaitait dater. C'est une approche qui est couramment utilisée en Afrique de l'Est et qui a notamment permis la datation des restes fossilisés de l'*Australopithecus afarensis* « Lucy » (Walter, 1994).
 - Dans le cas où il y avait seulement un ou pas de niveau volcanique primaire dans la séquence étudiée, j'ai choisi de travailler sur les ponces et /ou minéraux volcaniques remaniés provenant des différents niveaux stratigraphiques, notamment fluviatiles ou lacustres. En effet il a été démontré qu'en Italie, principalement durant les périodes humides, les effluents volcaniques ont été remobilisés et déposés dans les bassins

adjacents peu de temps après les éruptions (Zanchetta et al., 2004). La récurrence des éruptions et le nombre de sources potentielles des dépôts volcaniques représentent un grand avantage pour la datation d'une séquence stratigraphique en Italie. Par l'approche sur monocristaux, il est ainsi possible d'identifier les populations de minéraux correspondant au corpus des différentes éruptions volcaniques remaniées pour un niveau donné. La population la plus jeune identifiée donne alors l'âge maximum du dépôt. Cette approche nécessite bien évidemment un échantillonnage bien pensé sur la séquence sédimentaire.

Je vais maintenant présenter ci-dessous les sites et échantillonnages en commençant par la région la plus septentrionale : Le Latium.

2.1. Le Latium

Les sites du Latium étudiés sont au nombre de neuf (Fig. 1-8, Tableau 1-1). Ces gisements étaient jusqu'à présent principalement contraints chronologiquement grâce aux assemblages de faunes, qui sont pour ces sites dominés par le taxon *Palaeoxodon antiquus* (Gliozzi et al., 1997, Palombo, 2005), caractéristique du Galérien final et de l'Aurélien. Hormis les sites archéologiques de La Ficoncella (Aureli et al., 2012, 2015, territoire de Tarquinia, Province de Viterbe, (Figs. 1-8 et 1-9) et Quarto delle Cinfonare (Fig. 1-8, plaine Pontine, Province latine, Peretto et al., 1997), les gisements étudiés sont localisés dans deux grandes provinces : la province Romaine (La Polledrara di Cecanibbio, Torre in Pietra, Casal de'Pazzi, Osteria Moricone) et la province de Frosinone (Cava Pompei, Isoletta et Lademagne).

La Province de Viterbe

a) La Ficoncella (42°18'28,60"N-11°43'15,00"E)

Ce site est localisé à moins de dix kilomètres de la côte tyrrhénienne dans le bassin de Tarquinia (Aureli et al., 2012, Figs. 1-8 et 1-9). Il a livré un unique niveau archéologique dont la pièce principale est un crâne de *Palaeoxodon antiquus* associé à quelques vertèbres et aux deux défenses correspondantes fragmentées. L'assemblage paléontologique associé à ce proboscidiien est limité à quelques restes d'équidés (*Equus sp. ?*), d'hippopotames (*Hippotamus sp.*) et de bovidés (*Bos primigenius*). L'assemblage lithique est constitué jusqu'à présent de 409 pièces lithiques de mode technique 1 (culture oldowayenne) bien préservées dont environ 75 % sont de taille inférieure à 5 mm et principalement élaborées en silex avec quelques éclats en

calcaire et quartz (Aureli et al., 2015). La séquence de Ficoncella, comprise entre 75 et 95 m d'altitude au-dessus du niveau de la mer est principalement constituée de dépôts alluviaux de plaines d'inondations. Après avoir étudié un affleurement de 10 m de long au bord de la rivière Mignone et afin de mieux caractériser la stratigraphie du gisement Aureli et al. (2015) ont effectué un forage de 25 m de profondeur au sommet de la terrasse alluviale abritant le gisement archéologique. Trois unités sédimentaires (FIC 1, 2 et 3 de la base au sommet) ont pu alors être identifiées (Fig. 1-9). Le niveau sédimentaire contenant les restes archéologiques est situé dans l'unité FIC 1 (Fig. 1-9). Il est principalement constitué de sables, silts et matériels volcaniques remaniés (scories, lapilli, cendres). Une ignimbrite avec une puissance variable latéralement de 2 à 3 m d'épaisseur recouvre le site archéologique et constitue l'unité FIC 2. Elle a été datée de 444 ± 16 par $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ (Aureli et al., 2015), donnant ainsi un âge minimum au gisement. En raison de sa lithologie (faible taille des minéraux notamment) et de son âge, malgré des incertitudes analytiques importantes, ce dépôt ignimbritique a été associé à une éruption des monts Sabatini nommée *Tufo Rosso a Scorie Nere* (TRSN) qui fut précédemment datée à 449 ± 2 ka (Karner et al., 2001). Un autre niveau de téphra (FIC-12,9 sur la stratigraphie) localisé 4,7 m sous la base de l'horizon archéologique a été découvert lors de ce sondage. La composition chimique en éléments majeurs des verres volcaniques associés ainsi que la lithologie et texture de ce téphra tendent à le relier également à une éruption originale des monts Sabatini appelée *FALL A* et datée à 499 ± 9 ka (Jicha et al., 2016) et 499 ± 3 ka, (Marra et al., 2014).

Mon travail à la Ficoncella avait pour objectif de vérifier cette hypothèse de corrélation du niveau volcanique FIC-12,9 avec l'éruption *FALL A*, basée sur la signature géochimique du téphra et ainsi de confirmer l'âge de l'occupation humaine proposé par Aureli et al., 2015. Un échantillon prélevé par D. Aureli dans le forage a été utilisé pour mon travail.

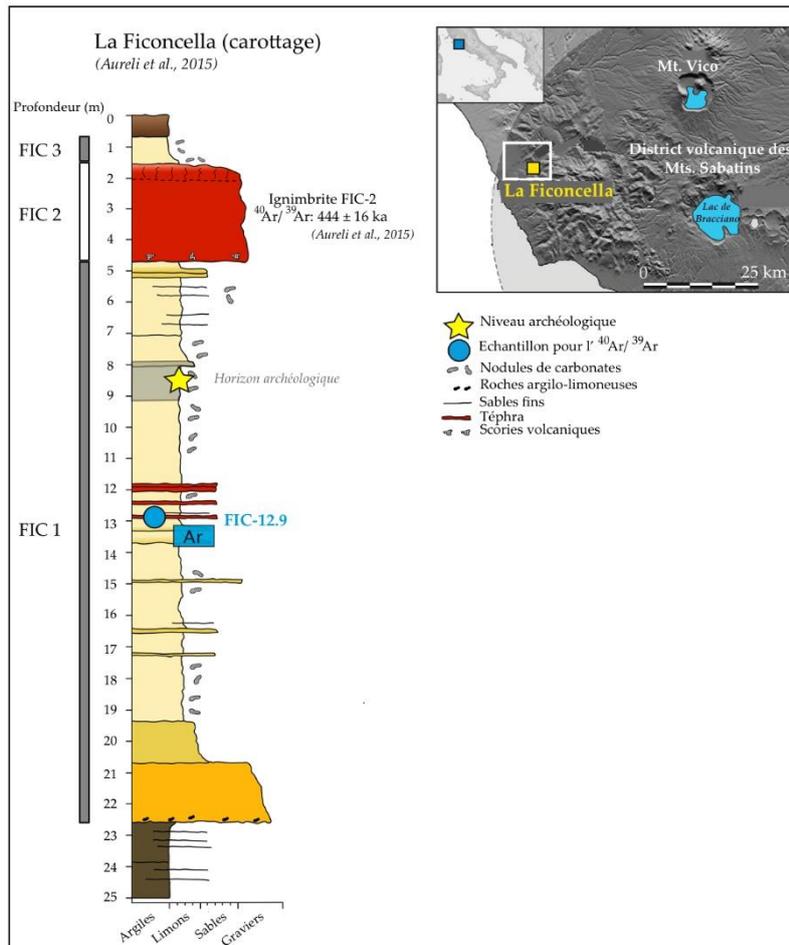


Figure 1-9 : Log stratigraphique du site de la Ficoncella extrait d'Aureli et al., 2015. L'âge $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ obtenu par Aureli et al., 2015 pour l'ignimbrite FIC-2 est recalculé (voir Introduction).

La Province romaine

Les sites de la province romaine ayant fait l'objet de datations $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ sur monocristaux de feldspaths potassiques durant ma thèse sont les gisements de La Polledrara di Ceganibbio (Anzidei et al., 2012), Torre in Pietra (Villa et al., 2016a), Casal de' Pazzi (Manzi et al., 1990), et Osteria Moricone (Ceruleo et al., 2015) (Fig. 16). Ces sites ont en commun la particularité d'avoir livré des industries taillées sur os d'éléphant. Comme les résultats que j'ai obtenus sur les sites de La Polledrara di Ceganibbio et Torre in Pietra ont d'ores et déjà fait l'objet de deux publications (Villa et al., 2016a ; Pereira et al., 2017 voir chapitre 3), et afin d'éviter une redondance dans le manuscrit, seuls les contextes géologiques et archéologiques et les échantillonnages sont brièvement résumés ci-dessous pour ces sites.



Figure 1-10 : Carte localisant les gisements datés au cours de ma thèse de la province romaine.

a) La Polledrara di Cecanibbio (41°55'53,97''N-12°18'5,55''E)

Le gisement de la Polledrara di Cecanibbio a été découvert en 1984 et est fouillé de manière continue depuis cette date (Anzidei et al., 2004). Il est situé à moins de 20 km à l'ouest du centre de Rome à 80 m d'altitude par rapport au niveau de la mer. Le site est caractérisé par une séquence sédimentaire réduite d'une puissance de 2 m, principalement constituée de dépôts fluviaux riches en éléments volcanoclastiques (Figs. 1-10 et 1-11). Plus de 1100 artefacts incluant des technologies de mode 1 et notamment des os retouchés de *Palaeoxodon antiquus* ont été mises en évidence (Anzidei et al., 2012). Il est à noter l'absence d'industrie bifaciale au sein de l'assemblage lithique. L'assemblage faunique représenté par plus de 20 000 restes de vertébrés est typique de l'Aurélien, avec comme taxons dominants *Bos primigenius* et *Palaeoxodon antiquus* (Anzidei et al., 2004). Les espèces de micro-faunes retrouvées sur le site sont *Apodemus sylvaticus*, *Pliomys* cf. *episcopalis*, *Aroicola* sp. et *Iberomys breccensis* (Anzidei et al., 2004). Une dent humaine, attribuée à un enfant âgé de 5 à 10 ans, y a également été découverte (Manzi et al., 2011). Compte-tenu de l'âge biochronologique du gisement, cette dent a été attribuée au taxon *Homo heidelbergensis* (Anzidei et al., 2012). L'unique niveau archéologique du site (divisé en deux sous-niveaux) est contenu dans un dépôt associé par Anzidei et al. (2012) à des sédiments fluviaux relatifs à une inondation suivie d'une phase marécageuse. Le dépôt fossilifère est très riche en blocs pyroclastiques altérés centimétriques et granoclassés de façon normale (Fig. 1-11).

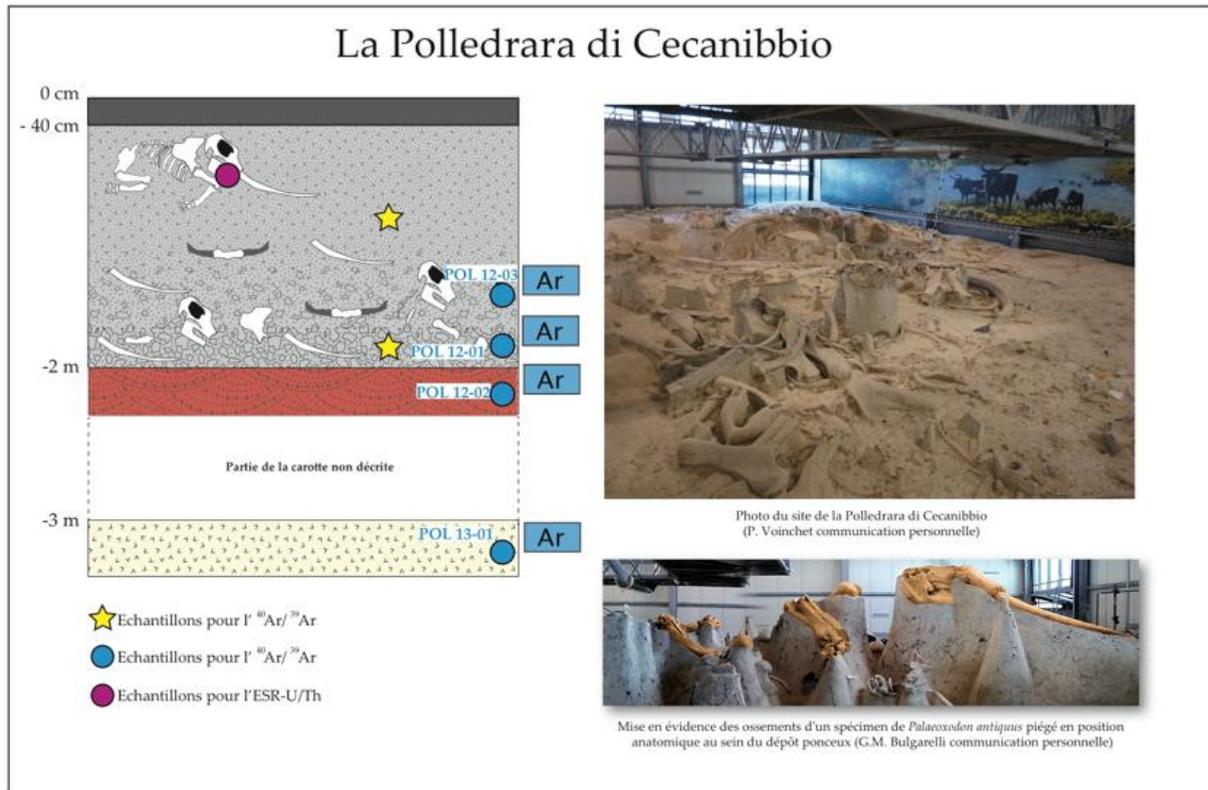


Figure 1-11 : Stratigraphie et photos du site de la Polledrara di Cecanibbio. Pour plus de détails stratigraphiques se référer à l'article de Pereira et al., 2017 (voir chapitre 3).

Les fossiles et outils contenus à la base de la stratigraphie ont été transportés, puis accumulés au sein d'un paléo-chenal. Au sommet de la séquence, trois individus de l'espèce *Palaeoxodon antiquus* ont été piégés plus tardivement lors d'une phase moins dynamique et ont été retrouvés en connexion anatomique (Santucci et al., 2016). La stratigraphie ainsi que le contexte archéologique du site sont détaillés plus en détail dans Pereira et al., 2017 (*Journal of Archaeological Science : Reports*) intégré au chapitre III.

L'objectif de mon travail sur ce site était de dater le niveau archéologique en procédant à des datations $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ sur des blocs volcaniques de tailles différentes, prélevés à des profondeurs variables dans la séquence (Fig. 1-11), et ainsi de vérifier si ces derniers appartenaient à une seule éruption. Afin d'effectuer un travail complet et ainsi mieux comprendre la mise en place de la séquence de la Polledrara di Cecanibbio, le niveau fluvatile localisé immédiatement sous le niveau archéologique a également fait l'objet d'une étude géochronologique de façon à déterminer l'âge de l'éruption la plus jeune remaniée en son sein. Enfin, un dépôt volcanique clair, fin et homogène, stratigraphiquement 2,5 m sous le niveau archéologique (récupéré par forage, Fig. 1-11) a également fait aussi l'objet d'une datation $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$. Ce niveau caractérisé par un faciès très homogène correspond probablement à une

retombée directe cendreuse (Pereira et al., 2017, chapitre 3). C. Falguères, J-J. Bahain et P. Voinchet ont également prélevé un total de sept dents de grands herbivores en différents points du niveau fossilifère afin de réaliser des datations ESR-U/Th (Pereira et al., 2017) (voir Fig. 1-11).

b) Torre in Pietra (41°55'36,16" N-12°13'15,77"E)

La séquence archéologique de Torre in Pietra, découverte en 1954, est localisée à moins de trente kilomètres au nord-est de Rome dans la commune de Fiumicino (zone de Torre in Pietra) et à seulement 6 km de la côte tyrrhénienne (Fig. 1-10). La séquence stratigraphique de Torre in Pietra est épaisse de 9 m et est principalement constituée de sables assimilables à des niveaux de plage. Deux niveaux archéologiques y ont été mis au jour : un niveau acheuléen (niveau stratigraphique « m », Fig. 1-12, Malatesta, 1978) riche en bifaces, en éclats majoritairement en silex, en outils microlithiques sur ossements, et, au sommet de la stratigraphie, un niveau paléolithique moyen de culture de mode 3 (niveau « d », Fig. 1-12) incluant un large pourcentage d'éclats Levallois (Malatesta, 1978). Cette séquence repose en discordance sur la formation Ponte Galeria PG 2 (MIS 17, Malatesta, 1978). Il a été suggéré par ce même auteur en 1978 que le niveau acheuléen « m » faisait partie de la phase d'aggradation Aurelia (MIS 9) et le niveau moustérien à la formation Vitinia (MIS 7). Cependant aucune contrainte chronologique fiable n'avait encore été obtenue sur cette séquence archéologique en 2014. Bien qu'aucun niveau de téphra n'y ait été identifié, les différents niveaux sédimentaires contiennent un grand pourcentage de minéraux volcaniques et ponces centimétriques et ceci sur la totalité de la séquence. Mon objectif, malgré le probable remaniement dans cette séquence de nombreuses éruptions volcaniques, était de dater les ponces remaniées dans plusieurs niveaux sédimentaires afin de déterminer s'il était possible de mieux contraindre l'âge de cette section par une approche stratigraphique détaillée. Ont été analysés des minéraux volcaniques extraient de ponces du niveau archéologique « m » (TOR 1), du niveau argilo-sableux « 8H » (localisé environ 2,5 m au-dessus de celui-ci (Fig. 1-12) et de trois échantillons situés au sommet de la séquence : 1) TIP B0 en dessous d'une discontinuité stratigraphique, supposée marquée la transition entre les formations Aurelia et Vitinia. 2) TIP B2 prélevé juste au-dessus du niveau archéologique « d » du Paléolithique moyen. 3) TIP B1 tout au sommet de la séquence (Fig. 1-12).

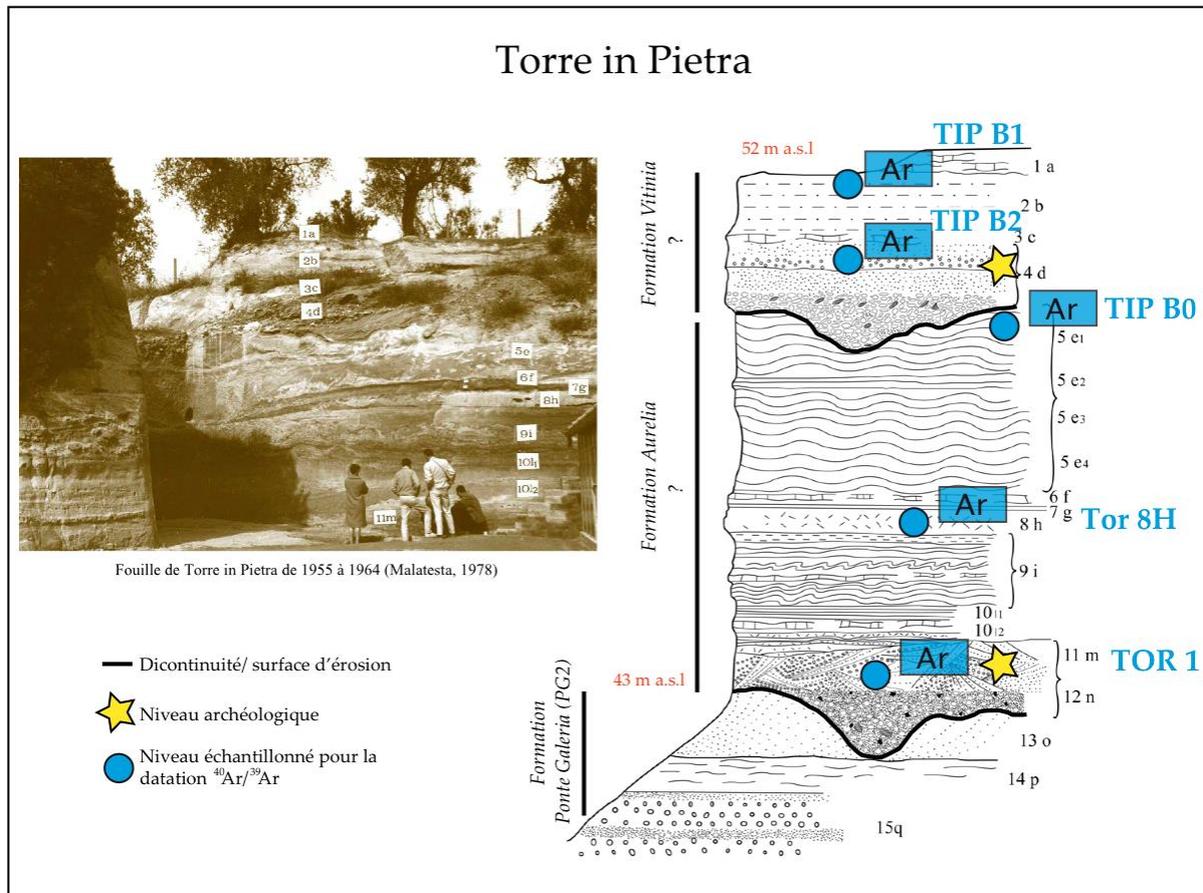


Figure 1-12 : Séquence du site de Torre in Pietra (Biddittu et al., 1984) illustrant la position des cinq échantillons prélevés pour la datation $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$. Des détails sur la géologie du site sont présentés dans l'article de Villa et al. (2016a) (voir chapitre 3).

c) Casal de' Pazzi (41°55'21,97"N-12°34'22,44"E)

Le site de Casal de' Pazzi est localisé dans l'agglomération romaine (métro Rebibbia), dans une terrasse fluviale fossile de la rivière Aniene, un affluent du Tibre. Ce gisement a été fouillé entre 1981 et 1986 et plus de 2000 restes paléontologiques et 1500 outils lithiques y ont été découverts (Anzidei, 2001). Ce site est aujourd'hui conservé dans un bâtiment ouvert au public et illustré, à son entrée, par une présentation muséographique (Gioia, 2015 ; Fig. 1-13). L'assemblage faunique reconstitué à Casal de' Pazzi est dominé par *Palaeoxodon antiquus*, *Bos primigenius*, *Hippopotamus antiquus*, *Cervus elaphus* et *Equus ferus* (Anzidei et Cerilli, 2001). Le matériel lithique associé est riche en industries de mode 1 (Anzidei et Cerilli, 2001). Un os pariétal humain (*CdP H1*) a été mis au jour et étudié par Manzi et al. (1990). Ces derniers ont conclu à une forme de « *sapiens* archaïque » démontrant cependant des caractères

morphologiques communs avec les néanderthaliens. Géologiquement, tous les fossiles et pièces lithiques sont contenus dans un niveau fluviatile riche en graviers et en galets, correspondant à la première phase de remplissage du lit de la rivière après une phase d'incision (Fig. 1-13).

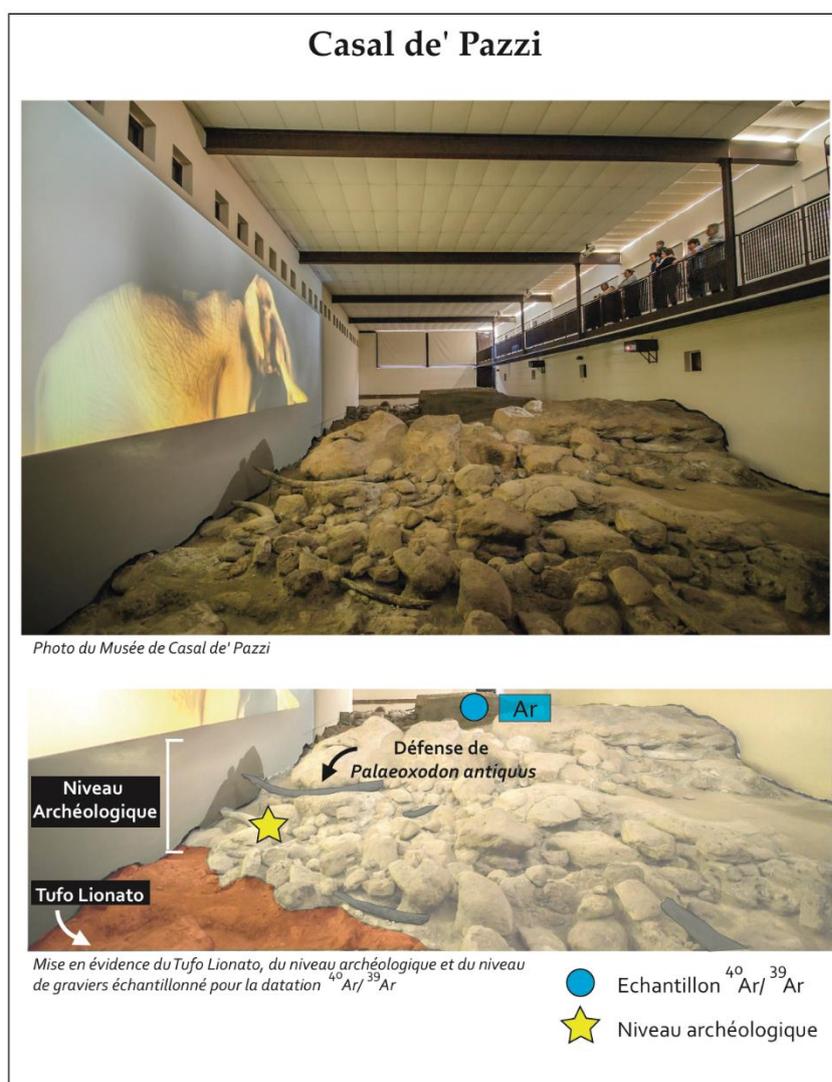


Figure 1-13 : Photo du site de Casal de' Pazzi et position de l'échantillon prélevé pour la datation $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$.

Cette séquence fluviatile recouvre en discordance le *Tufo Lionato*, reconnu à Fontana Ranuccio situé dans la province de Frosinone à moins de 5 km à l'ouest de la ville d'Anagni ou il a été datée par $^{40}\text{K}/^{40}\text{Ar}$ de 366 ± 5 ka (Biddittu et al., 1979). Un log stratigraphique de la séquence, modifié d'après Marra et al., 2017, est intégré pour plus de clarté au chapitre 3. Sur ces bases géologiques, A.P. Anzidei (2001) a proposé d'attribuer le site de Casal de' Pazzi à la

formation lithostratigraphique Vitinia (PG7, MIS 7). Afin de tenter de préciser l'âge du site, j'ai daté au cours de ma thèse des feldspaths potassiques extraits des graviers fluviatiles recouvrant stratigraphiquement le site (Fig. 1-13).

d) Osteria Moricone (42°5'4,79"N-12°41'29,00"E)

Osteria Moricone est situé à une trentaine de kilomètres au nord de Rome et est l'une des nombreuses localités (une vingtaine) du bassin de Cretone à avoir livré des restes paléontologiques et des industries paléolithiques (Ceruleo et al., 2015). De par leur proximité avec les Colli Albani et monts Sabatini les terrasses alluviales de ce bassin sont très riches en dépôts pyroclastiques issus de ces deux districts volcaniques. Ceruleo et al. (2015) ont suggéré que la plupart des dépôts du bassin de Cretone, d'après l'altitude des terrasses qu'ils ont étudiées, se seraient mis en place au cours des stades isotopiques 15 à 13. Il est à noter cependant que certains vestiges paléontologiques semblent être associés selon Ceruleo et al. (2015) à l'assemblage faunique majeur « aurélien », suggérant donc un âge beaucoup plus récent que le stade isotopique 13. Marra et al., en 2016(a) ont d'ailleurs émis l'hypothèse selon laquelle il aurait été possible que dans la partie ouest du bassin de Cretone (Osteria Moricone) une phase de surrection tectonique et d'érosion ait eu lieu et aurait pu conduire à la formation d'un petit bassin tectonique dans lequel la sédimentation lacustre aurait pu persister au cours de la période contemporaine des stades isotopiques marins 13 à 5. Cette hypothèse sera plus amplement discutée au cours du chapitre III.

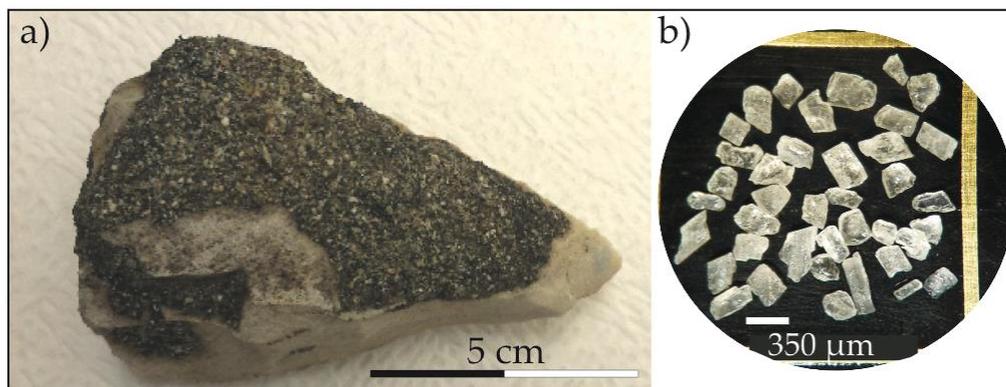


Figure 1-14 : a) : Photo d'un biface provenant du site d'Osteria Moricone, recouvert de matériel volcanique. b) : Photo prise à la loupe binoculaire des sanidines piquées sur ce matériel avant irradiation et datation $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$.

Lors de prospections géologiques, F. Marra et P. Ceruleo ont échantillonné une unité pyroclastique sur la localité d'Osteria Moricone. Cette dernière est en contact direct avec des industries lithiques acheuléennes et des industries sur os (voir Fig. 1-14). Afin de vérifier les hypothèses chronologiques émises par Ceruleo et al., 2015 et Marra et al., 2017, j'ai analysé des feldspaths potassiques (sanidines) directement prélevés sur un témoin direct : un biface (voir Fig. 1-14).

La Province latine

Quarto delle Cintonare (41°27'17,79"N-12°44'50,62"E)

Le site de Quarto delle Cintonare a été découvert à la fin des années 1980. La séquence stratigraphique de ce gisement est localisée dans la plaine pontine dans la vallée du fleuve Astura (rive droite) à environ 50 km au sud-est de Rome (Figs. 1-8 et 1-15, Peretto et al., 1997). La plaine pontine, qui au nord s'étend des monts Lepini jusqu'à la côte tyrrhénienne, est principalement constituée de dépôts de plaine alluviale datant du Pléistocène supérieur et remaniant des dépôts argilo-sableux rouges (Peretto et al., 1997). L'incision de la plaine par l'Astura permet d'y observer des dépôts du Pléistocène inférieur et moyen, incluant le site de Quarto delle Cintonare à environ 30 m d'altitude par rapport au niveau de la mer (La Rosa et al., 1989-90). La zone fouillée est actuellement recouverte d'arbustes et la localisation exacte est aujourd'hui perdue. Néanmoins, il a été possible de retrouver latéralement la séquence décrite par La Rosa et al. dans une zone moins végétalisée à quelques dizaines de mètres de celle-ci, grâce aux couleurs et à la lithologie très facilement reconnaissable des dépôts. La base de la séquence étant caractérisée par une formation volcanique rouge et le sommet par des limons sableux riches en matériel volcaniques (voir ci-dessous). Les niveaux archéologiques de Quarto delle Cintonare se situent dans un dépôt sédimentaire côtier sableux caractéristique dans cette région de niveaux de plages. L'absence d'ossement et la présence de quelques coquilles de bivalves sont probablement dues à la nature géologique du site. L'assemblage lithique retrouvé (1057 pièces, dont 90% de produits de débitage) est principalement constitué d'outils microlithiques de mode technique 1 mesurant de 1 à 3 cm (denticulés, racloirs, micro-choppers, un nucléus, éclats retouchés, Peretto et al., 1997). La stratigraphie du site a été pour la dernière fois décrite en 1997 par Peretto et al. Deux niveaux archéologiques, tout-deux techniquement similaires (couches 49 et 50, Fig. 1-15) sont stratigraphiquement situés au-

dessus d'un niveau pyroclastique lithoïde orange, d'une granulométrie fine et homogène, zéolithisé (Peretto et al., 1997).

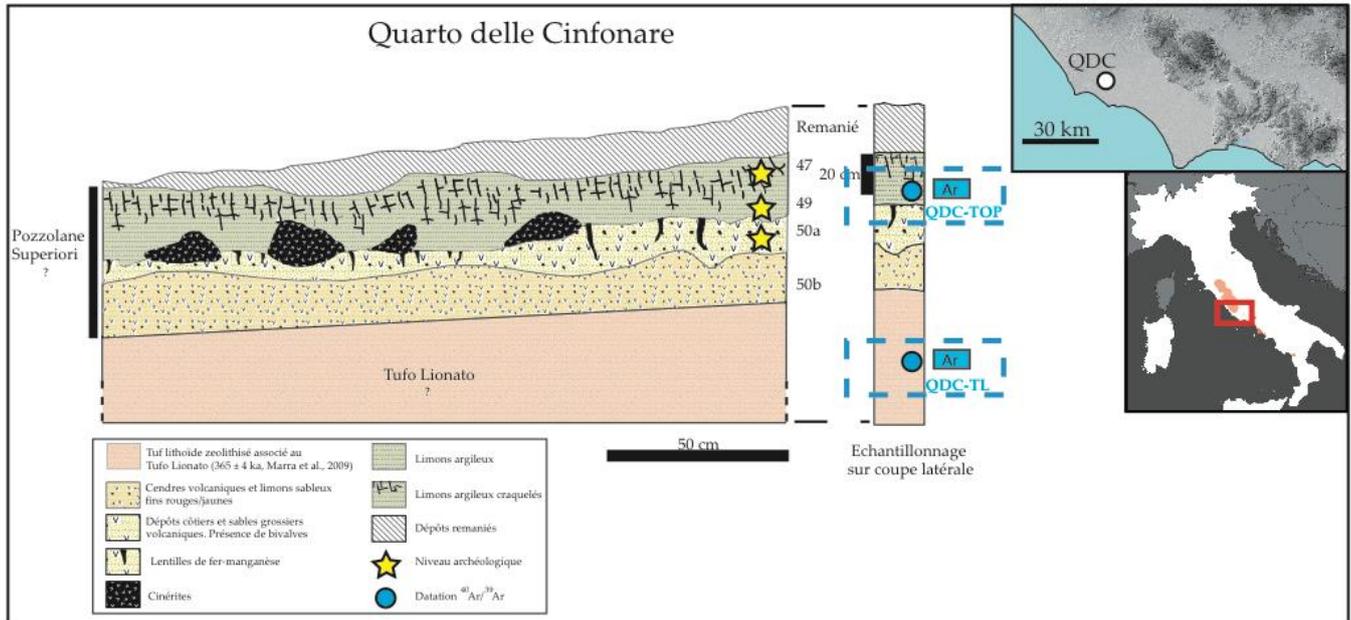


Figure 1-15 : Stratigraphie du site de Quarto delle Cintonare modifiée d'après Peretto et al., 1997

Ce dépôt volcanique épais a comme source volcanique la plus probable les Colli Albani étant donné la localisation géographique du gisement au cœur de ce district volcanique. Le *Tufo Lionato*, ignimbrite évoquée précédemment, présente une couleur caractéristique rouge parfois lie de vin avec des taches blanches (leucites altérées), retrouvée sous l'ensemble de la plaine pontine (Peretto et al., 1997). Marra et al. (2009) ont obtenu par $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ un âge de 365 ± 4 ka pour ce téphra directement sur la séquence du Colli Albani et Biddittu et al., 1979 avaient obtenu un âge de 366 ± 5 ka sur la séquence de Fontana Ranuccio. Cependant à Quarto delle Cintonare, des datations $^{40}\text{K}/^{40}\text{Ar}$ effectuées sur ce niveau volcanique par De Wit et al. (1987) ont donné un âge plus ancien de 500 ± 70 ka laissant planer le doute sur l'âge du site. Cette estimation semble confirmée par la datation par traces de fission de 520 ± 100 ka (De Wit et al., 1987). Le niveau sableux de Quarto delle Cintonare au-dessus du téphra relié au *Tufo Lionato* est censé, de par sa nature sableuse, correspondre à un dépôt de type littoral riche en matériel volcanique ; il est qualifié de *Pozzolane superiori* (Peretto et al., 1997). Ces Pozzolane ont été datées de 610 ± 70 ka et 540 ± 70 ka par $^{40}\text{K}/^{40}\text{Ar}$ et de 530 ± 150 ka et 490 ± 150 ka par traces de fission. Tous ces âges ainsi que l'assemblage lithique, plutôt « archaïque », ont conduit Peretto

et al. (1997) à proposer un âge d'occupation pour le site de Quarto delle Cintonare au cours du stade isotopique 15 (610-570 ka).

L'objectif de mon travail sur ce gisement était de vérifier l'âge du site en datant par la méthode $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ sur monocristaux à la fois le dépôt initialement corrélé au *Tufo lionato* (QDC-TL, Fig. 1-15) et les dépôts littoraux très riches en petites ponces et minéraux volcaniques libres (QDC-TOP) le recouvrant (Fig. 1-15). Il faut cependant noter que nous n'avons pas prélevé ces deux niveaux directement sur la séquence de fouille de Peretto et al. (1997) mais latéralement, à une altitude identique (i.e. 30 m).

La Province de Frosinone

Plusieurs sites de la province de Frosinone, à environ 70 km au sud-est de Rome ont également été étudiés. Ils sont localisés au coeur de la vallée latine, une dépression tectonique située sur la face tyrrhénienne de la chaîne des Apennins et s'étendant des Colli Albani à l'ouest jusqu'au stratovolcan Roccamonfina à l'est (Fig. 1-16). Deux bassins sont individualisés dans cette dépression, Anagni au nord et Ceprano au sud (Fig. 1-16). Les sites de la province de Frosinone que j'ai étudiés sont Cava Pompei (Pofi, Biddittu et al., 1979), Isoletta (Biddittu and Segre, 1984) et Lademagne (Comerci et al., 2015) (Fig. 1-16). Ils sont tous localisés dans le bassin de Ceprano (Fig. 1-16) où se trouve également le site de Campogrande abritant le calvarium dit de Ceprano (Ascenzi et al., 1996).

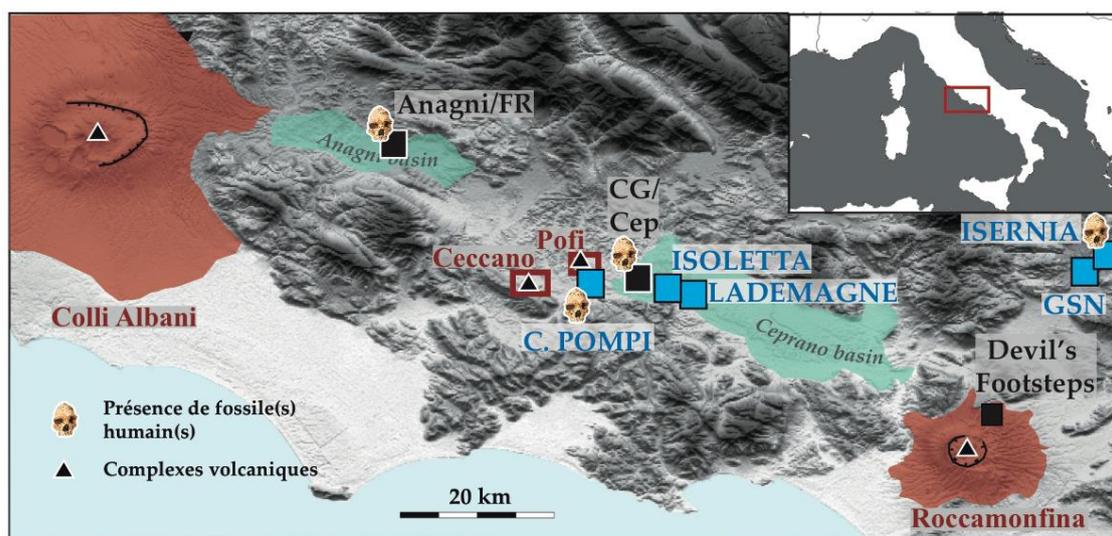


Figure 1-16 : Carte topographique de la province de Frosinone. Les localisations des gisements étudiés durant ma thèse sont indiquées par des carrés bleus. Les autres sites voisins mentionnés dans le manuscrit sont indiqués par un carré noir : Anagni/Fontana Ranuccio, Campogrande/Ceprano (CG/Cep) et Devil's Footsteps. Les sites d'Isernia la Pineta et Guado San Nicola (GSN) sont aussi indiqués sur la figure bien qu'ils soient localisés dans la région voisine de la Molise.

Ce fossile a récemment été daté par $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ (Nomade et al., 2011). D'autres gisements très connus sont également localisés dans cette province, comme le site de « Devil's Footsteps » situé sur le flanc nord du Roccamonfina (Fig. 1-16) (Scaillet et al., 2008, 345 ± 12 ka) ou encore les gisements de Fontana Ranuccio (MIS 13- 11, 458 ± 12 ka Biddittu et al., 1979) et Anagni (MIS 17 ?) (Segre Naldini et al., 2009). Concernant les trois sites étudiés pendant ma thèse ceux de Isoletta et Lademagne présentent tous deux des industries acheuléennes et des outils sur os d'éléphants. Le site de Cava Pompei ne présente pas d'industrie bifaciale, I. Biddittu qui était en charge du gisement pense que la faible taille de l'aire de fouille excavée peut expliquer en partie cette absence d'outils de mode 2. Je n'ai pas daté le site de Fontana Ranuccio car une étude avait déjà été initiée préalablement par S. Nomade et une équipe du CNR de Rome menée par B. Giaccio (IGAG). Les résultats obtenus sur ce site sont cependant présentés avec ceux des trois sites que j'ai datés dans un article de synthèse présenté dans le chapitre 3 du manuscrit (Pereira et al., 2017b). Les colonnes stratigraphiques associées aux gisements datés pendant ma thèse ainsi que les positions stratigraphiques des différents échantillonnages réalisés sont présentées figure 1-17.

a) Cava Pompei (41°33'31,24"N-13°26'18,58"E)

Le site de Cava Pompei découvert en 1961, se situe à proximité immédiate de la ville de Pofi au coeur de la vallée du Sacco, au cœur de la province de Frosinone (Biddittu et Segre, 1978). La séquence fouillée sur 4 m de profondeur (Fig. 1-17) s'étend sur 40 m² et abrite deux niveaux archéologiques (niveaux stratigraphiques 3 et 5 sur la Fig. 1-17). Elle n'est actuellement plus accessible car la carrière abritant le gisement est aujourd'hui abandonnée ; la végétation ayant totalement recouvert la séquence originale. La plupart des industries lithiques ont été découvertes dans le niveau 5 (Fig. 1-17). Plusieurs fossiles humains attribués à *Homo heidelbergensis* ont également été mis au jour pour ce niveau : un ulna, un tibia et un fragment de crâne (Biddittu and Segre., 1977). Quelques artefacts en os et en andésite ont été également découverts (Biddittu and Segre., 1978). La faune associée est typique du Galérien et inclut des fossiles d'éléphants, de cervidés (dont du mégacéros) et de primates, notamment des macaques, suggérant l'association de cet assemblage à un environnement forestier et humide interglaciaire (Biddittu and Segre., 1978). Dans le niveau 3 de rares artefacts lithiques et fossiles d'équidés sont mentionnés. Italo Biddittu au vu des faunes et industries, a proposé d'attribuer

l'occupation du gisement au stade isotopique 11 (~ 425-375 ka). Etant donné l'inaccessibilité du gisement, mon objectif pour le site de Cava Pompei a été de dater un échantillon prélevé environ 200 m au sud-est du site original sur un affleurement de la carrière encore accessible. Cet échantillonnage a été réalisé en présence d'Italo Biddittu, qui a confirmé que celui-ci correspondait à un paléosol argileux rouge, riche en matériel volcanique, localisé stratigraphiquement juste sous le niveau archéologique 5 (Fig. 1-17). Le couleur et épaisseur de ce paléosol argileux témoignent selon lui d'une formation au cours d'un stade interglaciaire sous un climat chaud et humide.

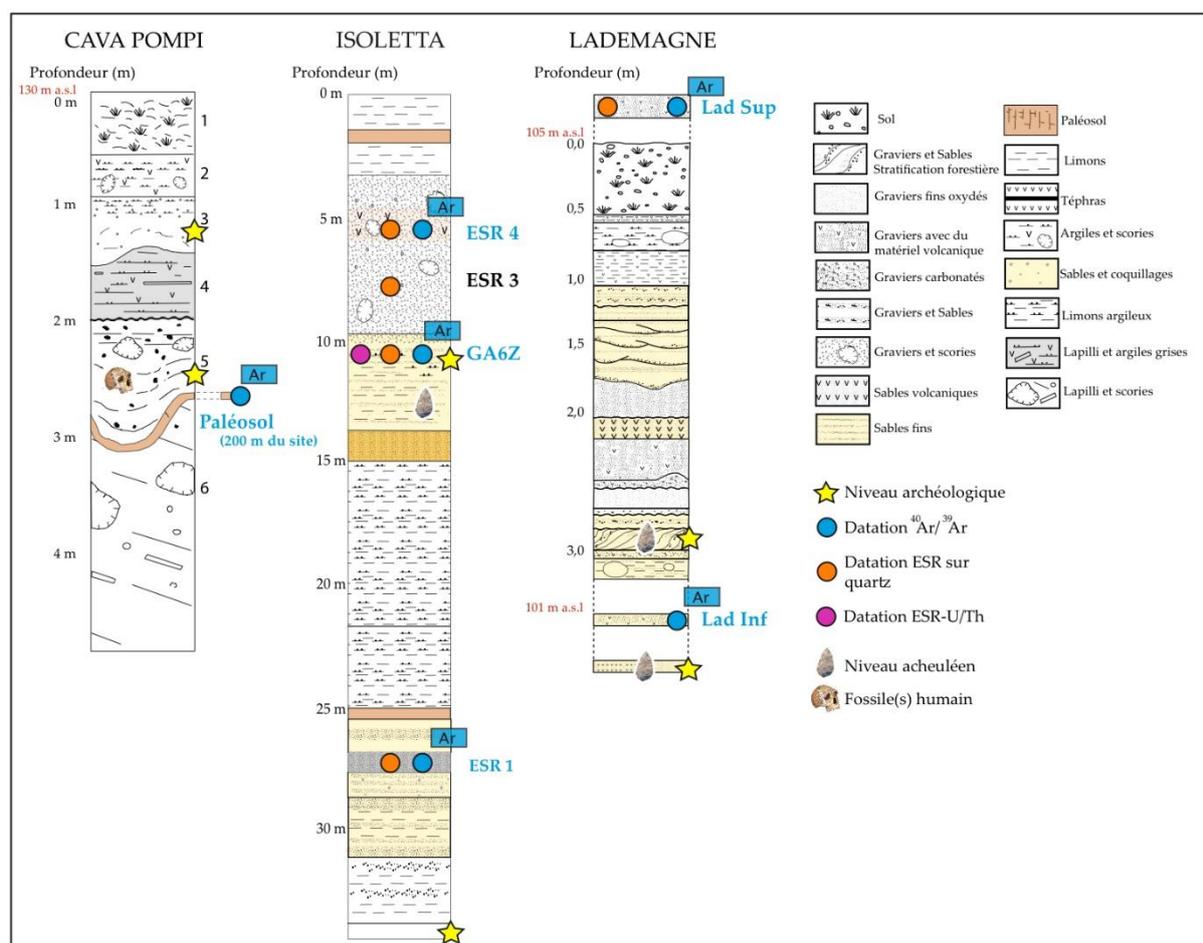


Figure 1-17 : Colonnes lithostratigraphiques des gisements de Cava Pompei, Isoletta et Lademagne modifiées d'après Biddittu et al., 1979 et Comerci et al., 2015. La stratigraphie du site d'Isoletta n'est pas encore publiée, celle présentée ici a été réalisée par C. Perrenoud (MNHN, Univ Perpignan).

b) Lademagne et Isoletta (41°31'10,48''N-13°35'0,33E et 41°31'23,16N-13°32'46,01''E)

Lademagne et Isoletta, sites découverts respectivement en 1965 et dans les années 1970, sont localisés dans le bassin tectonique de Ceprano, à seulement 5 km de distance l'un de l'autre. Du point de vue lithologique, ces deux gisements sont très similaires (Biddittu et al., 1974, Comerci et al., 2015) ; leurs séquences sont majoritairement constituées de dépôts alluviaux (sables, graviers) riches en minéraux pyroclastiques remaniés. Plusieurs niveaux de téphras ont également été identifiés dans la séquence d'Isoletta (Fig. 1-17). La séquence stratigraphique de référence de ce site, dégagée sur près de 30 m d'épaisseur par les travaux de construction d'une voie de chemin de fer pour train à grande vitesse, a pu être étudiée à la fin des années 1990 (Fig. 1-18). Deux niveaux archéologiques ont été mis en évidence sur ce site : un niveau inférieur caractérisé par des industries de mode 1 et des pièces sur os (Biddittu et al., 1974) et un niveau supérieur (niveau GA6Z) avec des industries de mode 2 et des éclats retouchés associés à une faune galérienne (Fig. 1-18, Biddittu et al., 1974).



Figure 1-18 : Séquence d'Isoletta (photo Italo Biddittu, communication personnelle).

La séquence de Lademagne est moins développée (seulement 3 m d'épaisseur ; Fig. 1-17), mais deux niveaux archéologiques y ont aussi été mis en évidence, avec des faunes galériennes et industries assez similaires. Les industries bifaciales sont représentées significativement dans les deux niveaux (Biddittu et al., 2012). I. Biddittu suggéra rapidement la contemporanéité archéologique du niveau acheuléen enregistré à Isoletta (GA6Z) avec les deux niveaux retrouvés à Lademagne (I. Biddittu, communication personnelle). Il estima que les occupations humaines de ces niveaux devaient avoir eu lieu au cours de la période du stade isotopique 11 tout comme pour le site de Cava Pompei, en se basant sur la ressemblance des assemblages lithiques et paléontologiques. Cependant aucune donnée chronologique directe n'était jusqu'à

ce jour disponible pour ces deux gisements. Au cours de ma thèse, mon objectif a été de dater trois niveaux sédimentaires de la séquence d'Isoletta : 1) le niveau GA6Z correspondant au niveau acheuléen et contenant une grande quantité de ponces centimétriques non altérées (Fig. 1-17) ; 2) un niveau fluviatile localisé 5 m au-dessus de celui-ci (ESR 4, Figs. 1-17 et 1-18) afin d'y rechercher d'éventuels minéraux témoins d'éruptions plus récentes ; 3) un niveau situé à 27 m de profondeur (ESR 1, Fig. 1-17), riche en ponces, afin de déterminer si une éruption plus ancienne y était enregistrée. Parallèlement à mon étude $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$, P. Voinchet a analysé par ESR des minéraux de quartz optiquement blanchis extraits de quatre niveaux fluviatiles de la séquence (Fig. 1-17). A. Vietti (Master 2, MNHN, Université de Turin) et J.J Bahain (MNHN) ont procédé à la datation par ESR-U/Th d'une dent de cervidé retrouvée dans le niveau acheuléen GA6Z au cours de son Master 2 (Fig. 1-17). Sur le site de Lademagne, deux niveaux pour analyse $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ ont été échantillonnés : un premier situé entre les deux couches archéologiques (Lad Inf) et un second au sommet de la stratigraphie (Lad Sup, Fig. 1-17). Il n'avait alors pas été possible de prélever un échantillon provenant d'un niveau situé sous le niveau archéologique le plus ancien à cause de la couverture végétale trop importante. P. Voinchet a également prélevé le niveau Lad Sup pour datation par ESR sur quartz blanchis. Il est à signaler que quelques mois après notre échantillonnage un biface de grande taille (~12 cm) a été trouvé en position stratigraphique par I. Biddittu juste au-dessus de l'échantillon LAD Inf. (photo Fig. 1-19).

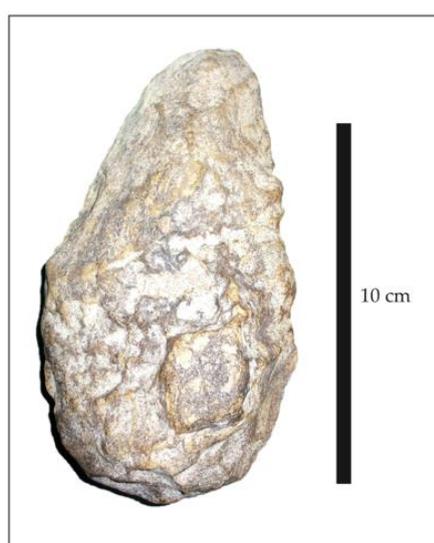


Figure 1-19 : Biface découvert sur le site de Lademagne (découvert dans un niveau situé juste au-dessus de l'échantillon Lad Inf)

2.2. Les Abruzzes

a) Valle Giumentina (42°10'20,06"N-14°2'22,80"E)

Le site de Valle Giumentina, dans les Abruzzes (Fig. 1-20) (Demangeot et Radmilli, 1953), est situé à une trentaine de kilomètres de la côte adriatique dans le bassin de Valle Giumentina (seulement 1 km²), dans une petite vallée suspendue (740 m d'altitude) orientée NE-SO. Cette dépression tectonique, située au nord du massif montagneux de la Majella, est imbriquée entre deux canyons perpendiculaires, nommés San Bartolomeo et Orfento (Villa et al., 2016b). Le site de Valle Giumentina fut étudié pour la première fois au cours des années 1950-1960 par Demangeot et Radmilli (1953, 1966) qui mirent en évidence, au sein d'une séquence complexe de 70 m d'épaisseur, neuf niveaux d'occupation humaine ayant livré plusieurs milliers de pièces lithiques et de restes paléontologiques. Des industries « acheuléennes » mais également « clactoniennes » furent découvertes dans plusieurs niveaux. Au sommet de la stratigraphie, Radmilli et Demangeot (1953, 1956) identifièrent un niveau archéologique qu'ils qualifièrent de « Levalloisien ». En 2012, la fouille du site de Valle Giumentina a été reprise par Elisa Nicoud, Marina Pagli et Daniele Aureli lors d'un programme d'étude quinquennal, supporté par l'Ecole française de Rome. Les premières campagnes de fouille ont permis de remettre au jour plusieurs niveaux d'occupations humaine et d'en découvrir au moins quatre supplémentaires, dont un niveau à pièces bifaciales (Fig. 1-20, Nicoud et al., 2016). Toute la séquence de Valle Giumentina avait initialement été corrélée avec le Riss/Würm, ce qui correspond à la période du MIS 8 jusqu'au dernier épisode glaciaire, mais l'absence de donnée chronologique robuste handicapait la compréhension de cette longue séquence unique en Italie centrale (Nicoud et al., 2016).

Depuis 2012, Valle Giumentina fait l'objet d'une étude pluridisciplinaire de grande ampleur. Les techniques utilisées sont la sédimentologie, la susceptibilité magnétique, la téphrochronologie, la malacologie, l'étude du $\delta^{18}\text{O}$ des carbonates, la palynologie, la géochronologie, la tracéologie, la paléontologie et enfin l'archéologie. Le but de cette étude pluridisciplinaire est de reconstruire et comprendre le cadre environnemental, climatique, chronologique des occupations de ce gisement. Lors de la réouverture du gisement une étude stratigraphique, sujet de thèse de Valentina Villa (EFR et CNRS Meudon, thèse qui sera soutenue le 6 octobre 2017), a permis grâce à l'analyse sédimentologique et minéralogique

d'une coupe dégagée sur 25 m de hauteur (VV1, Fig. 1-20) et d'un forage de 30 m de profondeur (coupe VG1, Fig. 1-20) d'identifier cinq unités stratigraphiques principales correspondant principalement à des dépôts lacustro-palustres parfois marécageux. Le niveau argileux ALB de VV1 (Fig. 1-20) a fait l'objet d'études archéologiques approfondies. Ces fouilles ont permis de recueillir 223 pièces lithiques de production simple à opportuniste (Nicoud et al., 2016), soulignant des activités de boucherie. Le terme « clactonien » utilisé par Radmilli et Demangeot (1953, 1956) pour qualifier les longs éclats de silex retrouvés sur ce gisement a été remis en question par les archéologues en charge du site (D. Aureli, E. Nicoud et M. Pagli). La faune retrouvée dans le niveau ALB est mal conservée et atteste uniquement de la présence de *Cervus elaphus* (peut-être un seul individu, Nicoud et al., 2016). Cette séquence de Valle Giumentina est également caractérisée par la présence de plusieurs niveaux de téphras pédogénéisés, facilement identifiables de par leur couleur brune foncée. Ceci a facilité l'échantillonnage pour la datation $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ effectué par V. Villa. J'ai effectué une campagne de fouilles en 2015 et une campagne d'échantillonnage en 2016 sur ce site. L'objectif à Valle Giumentina durant ma thèse était la datation sept niveaux de téphras par méthode $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ (positions des échantillonnages présentées Fig. 1-20) et de confronter la chronologie ainsi établie aux données environnementales nombreuses disponibles (i.e. malacologie, palynologie) et aux autres méthodes de datation utilisées (IRSL par C. Lahaye, (Université Bordeaux Montaigne) et ESR-U/Th, par J-J Bahain, (MNHN) et A. Vietti, (MNHN, université de Turin)) (Fig. 1-20). Pour plus de détails sur la séquence de Valle Giumentina le lecteur doit se référer aux articles de Villa et al., 2016b (chapitre 3) et Limondin-Lozouet et al., 2017 (présenté en annexe 1-3).

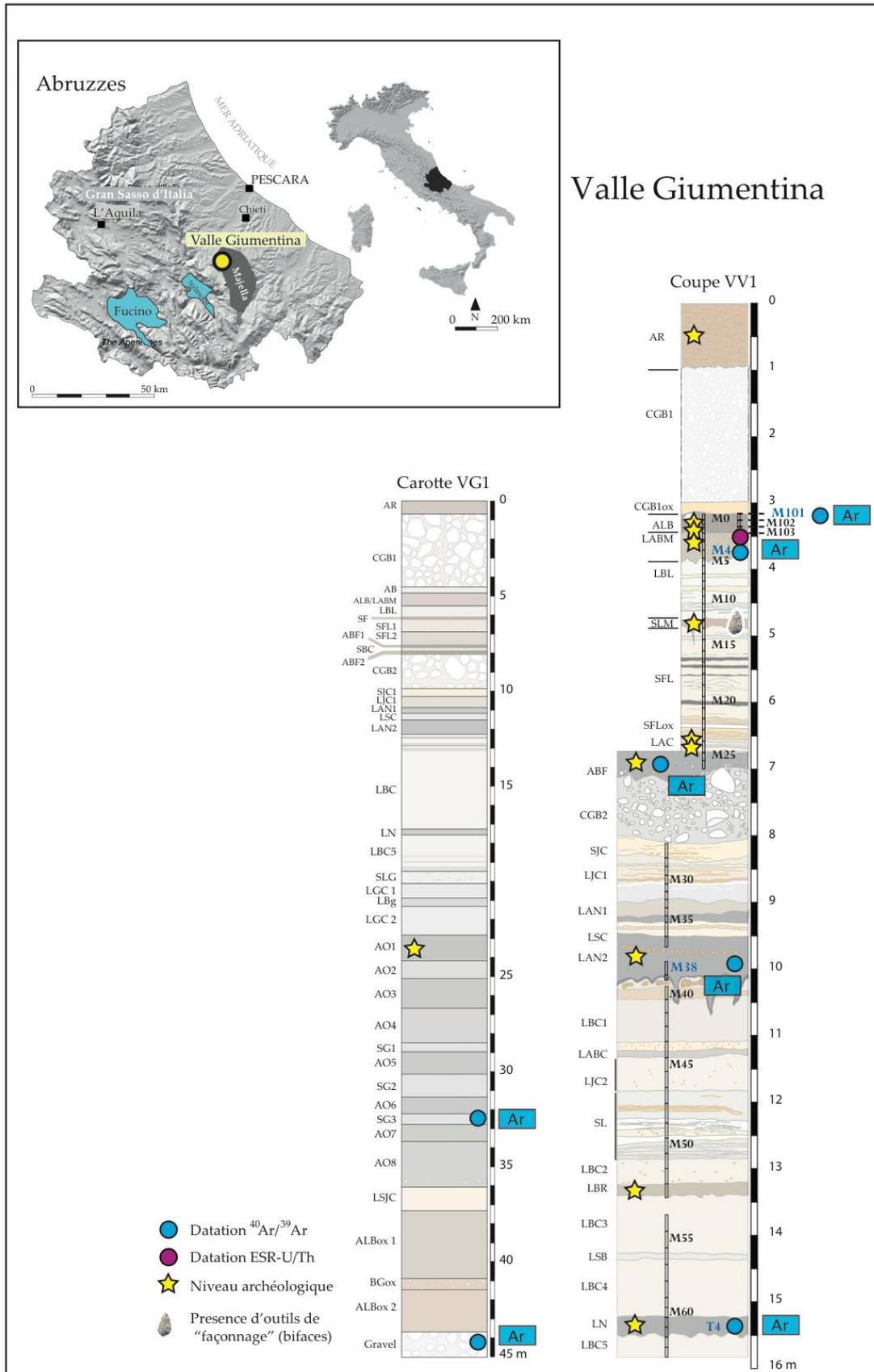


Figure 1-20 : Stratigraphie du site de Valle Giumentina (carotte VG1 et affleurement VV1). (V. Villa, thèse de doctorat en cours, communication personnelle).

2.3. La Molise

En Molise deux gisements, Isernia la Pineta et Guado San Nicola ont fait l'objet d'une étude géochronologique $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$. Ils sont tout-deux localisés dans le bassin d'Isernia (Fig. 1-8 et 1-16). Si les mesures $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ ont commencé lors de mon master 2 celles-ci ont été complétées et les articles associés écrits au cours de ma thèse (Peretto et al., 2015 ; Pereira et al., 2016) justifiant donc leur présence dans mon manuscrit de thèse, voir chapitre 3).

a) Isernia la Pineta (41°31'31,61"N-14°13'57,27"E)

Isernia la Pineta site découvert en 1978 lors de travaux routiers, est localisé dans la vallée du Volturno à 457 m d'altitude par rapport au niveau de la mer (Fig. 1-16, Sevink et al., 1981, Peretto, 2006). Ce site abrite cinq niveaux archéologiques nommés de la base de la stratigraphie vers le sommet, t 3c, t 3a, US (unité sédimentaire 3SColl, 3S10 et 3S6-9 (Fig. 1-21, Peretto, 2006, Gallotti et Peretto, 2015, Peretto et al., 2015). Beaucoup d'industries lithiques en calcaire et en silex (chopper-cores, rostres, éclats) y ont été mises au jour (Gallotti et Peretto, 2015). L'assemblage est principalement constitué d'industries lithiques de mode 1, majoritairement d'outils microlithiques, cependant la présence de nombreux éclats de façonnage en fait un site archéologique de mode 2, l'absence ou présence d'industrie bifaciale n'étant plus considérée comme assez pertinente pour distinguer ces deux modes techniques (Gallotti et Peretto, 2015, Peretto et al., 2015). Les quatre premiers niveaux sont également très riches en restes paléontologiques. Vingt-mille restes archéologiques (lithiques et fauniques) ont ainsi été découverts à ce jour rien que dans l'unité sédimentaire t 3a, toutes les unités sédimentaires présentant des industries lithiques. L'assemblage de mammifères reconnu sur ce site démontre une importante biodiversité et suggère des paléo-environnements variés. La plupart des espèces représentées témoignent d'un milieu ouvert, plutôt sec et tempéré (grandes prairies boisées). La présence de certaines espèces aquatiques comme *Hippopotamus antiquus* ou certaines tortues et oiseaux aquatiques, suggère la présence continue d'étendues d'eaux et d'une saison humide (Gallotti et Peretto, 2015). Les assemblages polliniques des unités US 3S6-9 et 3S10 soulignent une diversification des espèces arborées. En plus de *Pinus* et *Quercus*, des espèces mésophiles caducifoliées, telles que *Corylus*, *Castanea*, *Fagus*, *Fraxinus*, *Alnus*, *Carpinus* et *Betula*, y sont enregistrées. Cette végétation semble refléter un climat légèrement plus chaud et plus humide qu'à l'actuel (Lebreton et al., 2002). Il est à noter qu'une dent humaine

déciduale a été découverte dans le niveau de colluvions U3 SColl, pour plus de détails sur ce fossile se référer à l'article de Peretto et al., 2015 retranscrit dans le chapitre III.

La stratigraphie d'Isernia la Pineta, constituée de quatre unités reposant sur un socle de calcaires tertiaires est complexe (Peretto, 2006, Fig. 1-21). A la base de la séquence archéologique se situe le niveau U4 (UT4) qui est un épais travertin dont la partie supérieure est un dépôt pyroclastique primaire cimenté par des carbonates déposés lors d'une période chaude et humide (correspondants peut-être à un optimum interglaciaire ?). La majorité des dépôts situés au-dessus de celui-ci sont des dépôts fluviatiles lacustres contenant des graviers, des limons et des argiles, très riches en matériaux volcaniques. Pour plus de détails, se référer à l'article de Peretto et al. (2015) présenté chapitre 3. Des datations radiométriques avaient été faites par $^{40}\text{K}/^{40}\text{Ar}$ pour le niveau archéologique t 3a (736 ± 40 ka, Coltorti et al., 1982) et par $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ pour les unités US 1 (474 ± 6 ka) et US 3 SColl (610 ± 9 ka) sur des populations de sanidines (Coltorti et al., 2005) suggérant une période d'occupation pour le site autour de 600-630 ka (MIS 15).

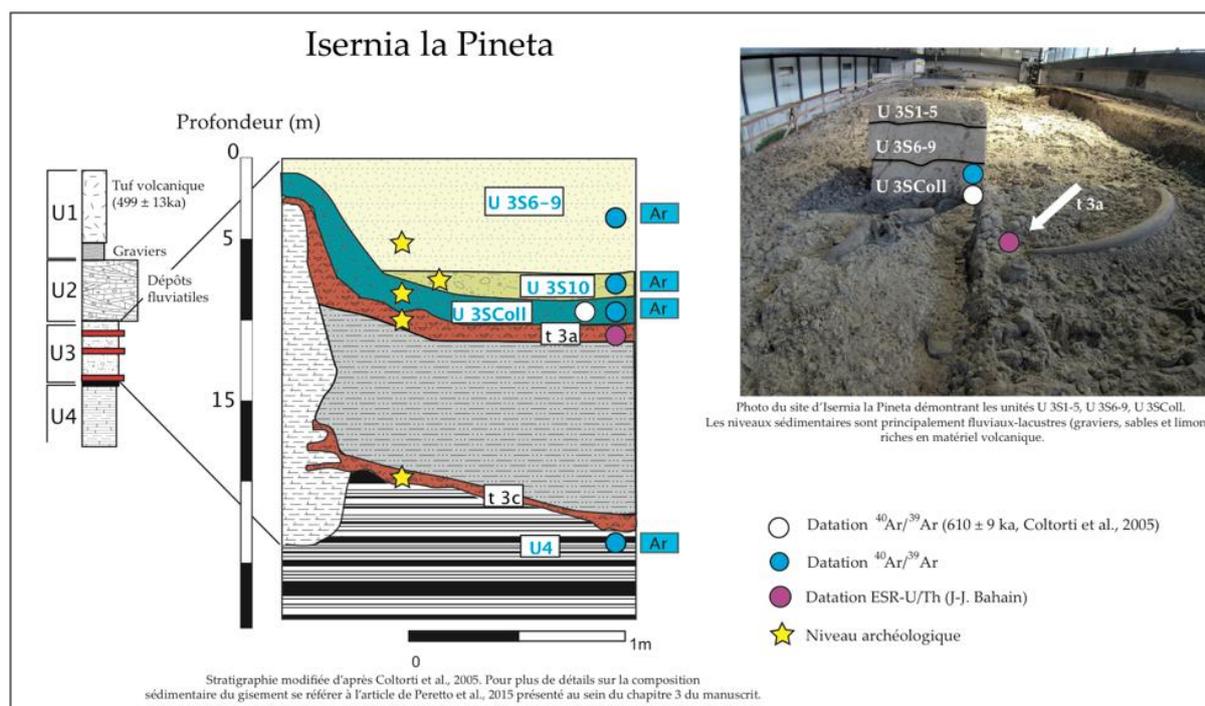


Figure 1- 21 : Stratigraphie du site d'Isernia la Pineta modifiée d'après Coltorti et al. (2005).

L'objectif pour ce site dont j'ai commencé l'étude en master 2, était de dater les niveaux U4, US 3 SColl, US 3 S10 et US 3 S6-9 afin d'identifier et de quantifier le remaniement de matériels volcaniques témoin des éruptions enregistrées dans ce type de dépôts (majoritairement

fluviales ou de versant) grâce à l'approche sur monocristaux. La datation du niveau U4 offre la possibilité d'attribuer pour la première fois et de façon directe un âge maximum au site d'Isernia la Pineta, qui par ailleurs s'est avéré indatable par ESR (absence de quartz dans les dépôts fluviales ; Voinchet, comm. Pers.) et ESR/U-Th (incorporation récente et massive d'Uranium dans les restes paléontologiques ayant modifié la dose externe reçue par les dents ; Shao et al., 2011). Un autre point important était de confronter les résultats obtenus par Coltorti et al. (2005) il y a maintenant plus de dix ans sur un spectromètre équipé d'un détecteur analogique avec une sensibilité insuffisante pour permettre l'analyse sur monocristaux.

b) Guado San Nicola (41°31'54,52"N-14°8'54,44"E)

Guado San Nicola est localisé à seulement quelques kilomètres au sud-ouest de la ville d'Isernia la Pineta, près du village de Monteroduni (Figs. 1-16 et 1-22). Ce gisement aujourd'hui totalement rebouché, se trouve sur la berge gauche de la rivière Volturno (Peretto et al., 2016) au sein d'un ancien cône alluvial de la Lorna, affluent de cette dernière. Quatre niveaux archéologiques (indexés du haut vers le bas A*B, B, B*C, C) y ont été découverts sur une aire de fouille de 98 m² entre 2005 et 2014 (Fig. 1-22). Ils ont tous livré des industries acheuléennes associées pour certains d'entre eux (B, B*C, C) à des éclats de débitage de type discoïdes ou Levallois (Peretto et al., 2016). La faune de Guado San Nicola est caractéristique d'environnement mixte du Galérien final (unité faunique locale de Fontana Ranuccio, Milli et al., 2008, Masini et Sala, 2011) mêlant prairie et couvert forestier. Ce site est dominé par des espèces de cervidés (*Cervus elaphus acoronatus*) et de chevaux (*Equus sp.*). D'après le professeur B. Sala (communication personnelle), cet assemblage semble être le résultat d'une sélection anthropique car la répartition des restes ne correspond pas aux proportions généralement trouvées sur d'autres sites galériens « naturels ». D'autres espèces comme *Palaeoxodon antiquus*, *Bos primigenius*, *Stephanorhinus sp.* *Ursus sp.* et *Dama sp.* sont également très représentées pour cet assemblage (Muttillio et al., 2014). Mon approche concernant ce gisement a également été une approche stratigraphique continue (Fig. 1-22).

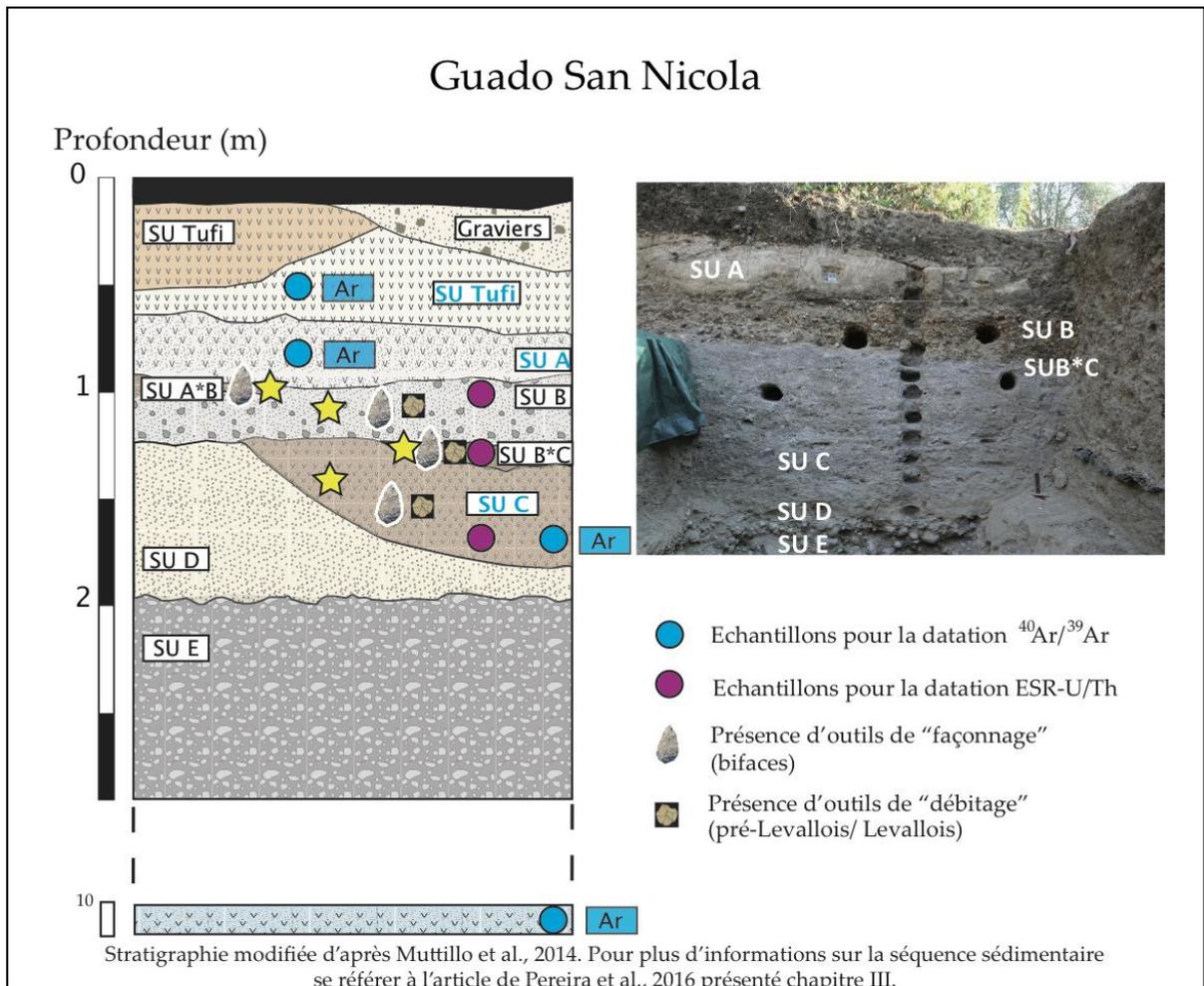


Figure 1-22 : Stratigraphie et position des échantillons prélevés du site de Guado San Nicola.

Quatre niveaux ont fait l'objet de datations $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ sur monocristaux : 1) un niveau de sables volcaniques prélevés en forage à environ 10 m de profondeur afin de donner un âge maximum aux niveaux d'occupation ; 2) L'unité SU C, niveau archéologique le plus profond ; 3) Le niveau sédimentaire SU A constitué de sables argileux riches en minéraux volcaniques ; 4) Le niveau SU Tufi correspond à une retombée volcanique directe qui permettra de donner un âge minimum au site (Fig. 1-22). Des datations ESR/U-Th ont par ailleurs été réalisées par J.-J. Bahain, C Falguères et Q. Shao sur des dents provenant des niveaux B, B*C et C. Tous les détails stratigraphiques et archéologiques de cette étude sont présentés dans l'article Pereira et al., (2016) inséré dans le chapitre III.

2.4. La Basilicate

Trois gisements ont été datés par $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ au cours de ce travail : Notarchirico, dont les datations avaient été initiées au cours de mon master 2, Cimitero di Atella et Loreto (Fig. 1-23).

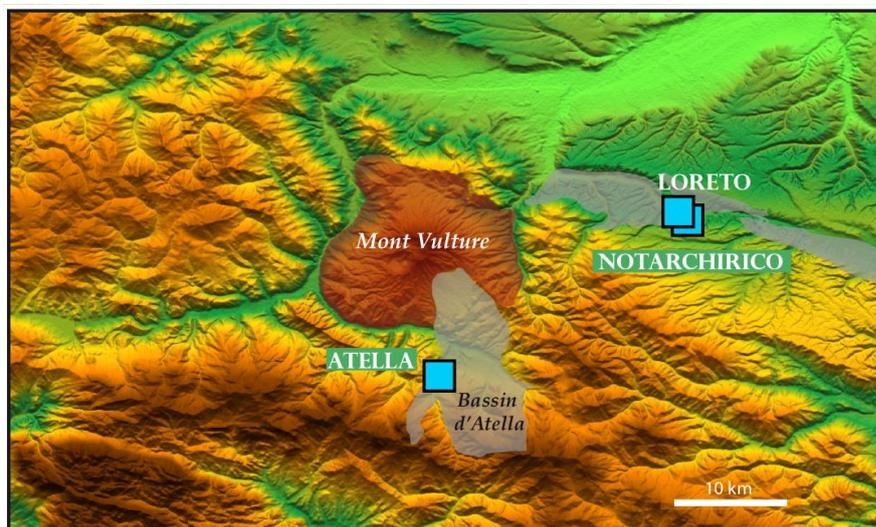


Figure 1-23 : carte montrant la localisation des sites de Notarchirico, Atella et Loreto.

Notarchirico et Loreto sont tous deux situés dans le bassin de Venosa dont les sédiments sont caractérisés par leurs richesses en dépôts pyroclastiques primaires et/ou remaniés ayant pour origine le mont Vulture localisé à seulement une vingtaine de kilomètres à l'ouest de Venosa (Fig. 1-23, Raynal et al. 1998, Lefèvre et al., 1999).

a) Notarchirico (40°57'57,55"N-15°51'53,89"E)

La séquence de Notarchirico (7 m d'épaisseur) abrite un minimum de onze niveaux archéologiques démontrant pour certains des activités de boucherie (*e.g.* aire de l'éléphant, niveau B). Cette séquence est composée de 4 unités distinctes, (Lefèvre et al., 2010) constituées de dépôts riches en éléments volcaniques, sables, sables argileux et carbonates pédogéniques, typiques d'un faciès de séquence fluvatile. Un niveau de téphra complexe avec 4 sous-unités, produit par une éruption plinienne, a été identifié à la base de l'unité 2 et nommé « téphra de Notarchirico (NTC) » (Fig. 1-24). Ce gisement découvert en 1979 est parmi les plus anciens d'Italie, il témoigne d'après la littérature de l'arrivée de l'Acheuléen en Europe du sud, car il présente une alternance de niveaux archéologiques caractérisés par la présence d'outils bifaciaux peu travaillés, démontrant un acheuléen primitif (niveaux F, E/E1, B, A/A1, Piperno

et al., 1997, Santagata, 2016), mais aussi des niveaux archéologiques sans biface (niveaux α , C, G). La faune, assez mal conservée, inclut *Palaeoloxodon antiquus*, *Dama clactoniana*, *Bos primigenius* et *Bison schoetensacki* et est décrite comme appartenant à l'unité faunique de Ponte Galeria (PG2, Marra et al., 2014). La plupart des restes fauniques proviennent de la paléosurface archéologique B, appelée « aire de l'éléphant », dans laquelle a été découvert un crâne de *Palaeoloxodon antiquus* sur lequel des traces de découpe ont été décrites (Piperno et Tagliacozzo, 2001). Un fragment de fémur humain d'une « femme » adulte a été découvert dans le niveau stratigraphique 1-4 (α) au sommet de la séquence (Fig. 1-24). Il fut daté par une datation U/Th (spectroscopie gamma) à $359 \pm 154/-97$ ka au début des années 1990 (Piperno et al., 1990, 1999) et attribué chronologiquement à *Homo heidelbergensis* (Piperno et al., 1990). Plusieurs datations par thermoluminescence ont été par ailleurs effectuées sur des quartz provenant de trois niveaux différents incluant le téphra de Notarchirico (Pilleyre et al., 1992) (Fig. 1-24). Elles ont démontré des résultats assez variables : 230 ± 50 ka, 304 ± 50 ka et 640 ± 70 ka rendant l'interprétation de la chronologie du site difficile. Le contexte géologique du bassin de Venosa ainsi que la séquence de Notarchirico sont décrits en détail dans l'article de Pereira et al. (2015) présenté davantage dans le chapitre 3. Des recherches antérieures suggèrent la corrélation de la majorité de la séquence de Notarchirico avec la formation Piano Regio du bassin de Venosa, associée aux unités volcaniques *Toppo San Paolo* et de la séquence du Mont Vulture (Fig. 1-2, Raynal et al., 1999 Lefèvre et al. en 2010). Ces études proposèrent également d'associer le sommet de la séquence de Notarchirico à la formation sédimentaire *Tufarelle* du bassin de Venosa (Raynal et al., 1999, Villa et Buettner, 2009) en raison de la similarité de composition chimique et lithologique du téphra de Notarchirico et du « marqueur M8 » de l'unité volcanique *Masseria Boccalie* de la séquence du Vulture, datée de 654 ± 11 ka (Brocchini et al., 1994). Pour plus d'informations sur la géologie du bassin de Venosa et sur le site archéologique lui-même le lecteur peut se référer à l'article Pereira et al., (2015) inséré au chapitre III.

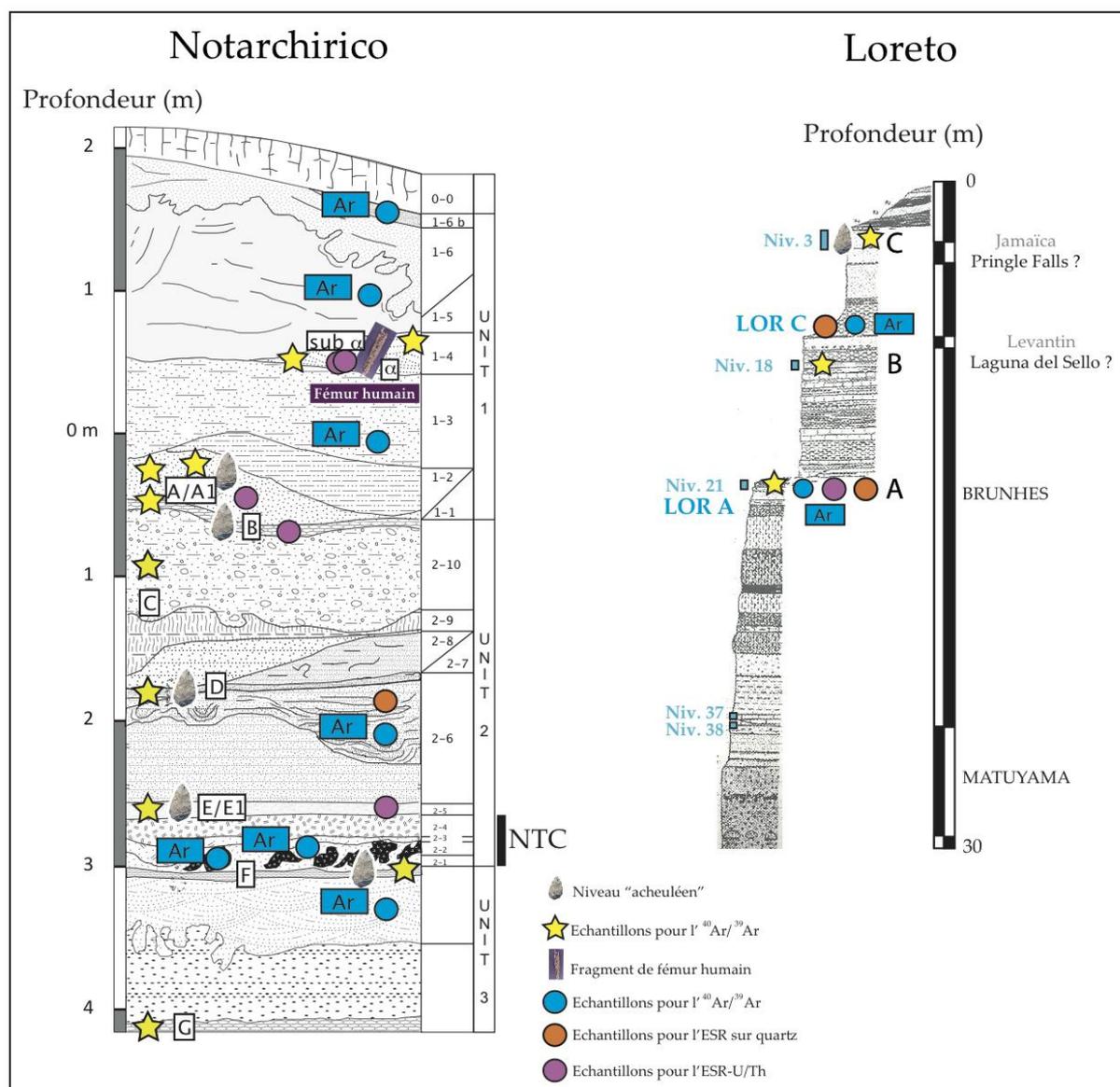


Figure 1-24 : Stratigraphie des sites de Notarchirico et Loreto (d'après Lefèvre et al., 2010). La position des échantillons $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$, ESR sur quartz blanchis et ESR-U/Th prélevés est aussi indiquée.

Au cours de mon master 2 puis ensuite de ma thèse, un total de sept niveaux (U3, NOT 2-1, 2-2, 2-6, 1-3, 1-5 et 1-6, Fig. 1-24) a été analysé à Notarchirico afin d'identifier les différentes éruptions qui y sont enregistrées. Seul le niveau NOT 2-2 correspond à un dépôt primaire : le téphra de Notarchirico. Parallèlement à cette étude P. Voinchet (MNHN) a réalisé une datation ESR sur quartz blanchis afin de déterminer l'âge de dépôt du niveau 2-6 et J.-J. Bahain, C. Falguères et Q. Shao ont analysé des dents provenant des niveaux E, A, B, α et sub- α .

b) Loreto (40°58'32,60"N-15°52'30,33"E)

Le site de Loreto est localisé dans le bassin de Venosa à une vingtaine de kilomètres du Vulture. Il fut découvert au début du XX^{ème} siècle et étudié plus amplement à partir de 1932 (Blanc, 1953, Chiappella, 1964, Baissas, 1980). Cette séquence de 30 m d'épaisseur abrite 42 niveaux sédimentaires différents remaniant pour la plupart majoritairement des dépôts pyroclastiques (Mussi, 2001). Trois niveaux archéologiques furent identifiés : A, B et C (Fig. 1-24). En 1980, Baissas pensa mettre en évidence dans la séquence du gisement les excursions paléomagnétiques de « Levantin » et « Jamaïca », respectivement dans les niveaux sédimentaires 9 à 8 et 4 à 2, apportant ainsi des informations chronologiques pour le sommet de la séquence (Baissas, 1980, Jamaïca : environ 200 ka). Cependant l'échelle d'instabilité géomagnétique la plus récente durant le chron normal actuel Brunhes ne suggère plus l'existence de ces excursions (Singer, 2014). Les excursions identifiées à Loreto pourraient être plutôt associables aux excursions Pringle Falls (211 ka) et Laguna del Sello (341 ka ?) ou simplement n'être que des ré-aimantations des sédiments, ce qui est probable, les méthodes de désaimantation dans les années 1980 ne permettant pas de mettre en évidence ce type de problèmes. La limite Brunhes/Matuyama a été considérée par Baissas comme étant située dans les niveaux 37 et 38 (Baissas, 1980, Fig. 1-24). Dans notre étude nous ne nous intéresserons qu'au niveau paléolithique inférieur principal : le niveau A. Ce niveau, constitué de dépôts interprétés comme « rive de lac », est compris dans la couche sédimentaire 21 épaisse de 40 à 60 cm latéralement (Mussi, 2001). Attribué dans un premier temps à une période contemporaine au stade isotopique 13 (Baissas, 1980), son âge a été vieilli car la faune retrouvée dans le niveau A a rapidement été qualifiée de villafranchienne (Bonifay, 1977) en raison de la présence d'espèces considérées à l'époque comme archaïques telles que les chevaux *Equus aff. süssenbornensis* ou *Equus altidens*. L'assemblage paléontologique comprend de plus par ordre de présence décroissante *Bos primigenius*, *Bison schoetensacki*, *Hippopotamus sp.*, et *Stephanorhinus sp.*, ce qui suggère un âge antérieur à l'unité faunique italienne de Fontana Ranuccio associée aux stades isotopiques 13 et 11 (Petronio et al., 2017). Bien que le bison retrouvé à Loreto présente des caractères morphologiques plus anciens que celui retrouvé à Isernia la Pineta, Piperno et al. (1999) proposèrent un âge pour le niveau A de Loreto compris entre 550 et 500 ka. L'industrie lithique retrouvée dans le niveau A de Loreto est principalement constituée d'industries de mode 1 : choppers, chopping tools et outillage en silex (raclours simples,

retouches Quina, Mussi, 2001). Des industries attribuées à l'époque à la culture tayacienne ont également été mises en évidence (pointes de Tayac, et Quinson, Grifoni et Tozzi, 2006). Seul un proto-biface est évoqué dans le niveau A. Des ossements cassés d'herbivores présentent des traces d'usures ou de découpe suggérant que Loreto puisse avoir été un site de boucherie (Barral et Simone, 1983). Lefèvre et al., en 2010, en étudiant parallèlement la géologie du bassin de Venosa et la séquence de Notarchirico, proposèrent l'attribution du niveau A du site de Loreto au membre C de la Formation Tufarelle du bassin de Venosa, corrélée à la sous-unité Casa Lopes du mont Vulture, à la base du centre volcanique de Monticchio (484 ± 8 ka, Brocchini et al., 1994, Fig. 1-2). Ils suggérèrent alors un âge pour le niveau A de Loreto entre 484 ± 8 ka et 530 ± 22 ka (Villa et Buettner, 2009).

Afin de répondre aux problématiques archéologiques et géochronologiques proposées par ce gisement, deux niveaux ont été datés par $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$: LOR A et C (Fig. 1-24). Les résultats seront présentés au chapitre 3. Des datations ESR sur grains de quartz blanchis seront effectuées par P. Voinchet (MNHN) afin de confronter les résultats obtenus par les deux méthodes. Des datations ESR/U-Th ont été faites préalablement à mon travail par Q. Shao et J.J. Bahain également sur le niveau archéologique LOR A mais les résultats n'ont pas encore été analysés.

c) Cimitero di Atella (40°51'0,60"N-15°38'50,89"E)

Le site de Cimitero di Atella est situé dans le bassin d'Atella sous le cimetière de la ville du même nom (i.e. 20 kilomètres des sites de Notarchirico et Loreto Figs. 1-23 et 1-25) à 90 m au-dessus de l'actuelle rivière Fiumara di Atella. Ce site découvert en 1990 et fouillé par le Professeur E. Borzatti est caractérisé par une séquence volcanoclastique présentant des faciès sédimentaires plutôt lacustres à la base et fluviatiles et de rive de lac au sommet. Cette séquence d'un peu moins de 5 m d'épaisseur, a été fouillée sur 30 m² par une équipe de l'université de Florence (Fig. 1-25, Borzatti et al., 1997, Abruzzese et al., 2016). La séquence associée au Paléolithique inférieur s'étend des niveaux A à M (Fig. 1-25). Le niveau archéologique principal est le niveau F, il est très riche en dépôts pyroclastiques (ponces centimétriques). Ce niveau est associé géologiquement à un environnement de rive de lac, expliquant en partie la mauvaise conservation de la faune d'Atella (Borzatti et al., 1997). Les

principales espèces enregistrées sont *Palaeoxodon antiquus*, *Bos primigenius*, *ceruus sp.*, *Dama sp.*, et *Capreolus sp.* (Zucchelli et al., 2002). Deux défenses d'éléphant retrouvées à des profondeurs différentes ont été mises en évidence pour le niveau F. Les industries lithiques de ce niveau sont de mode 1 et 2, majoritairement des industries microlithiques, en silex, quartzite et radiolarite (Abruzzese et al., 2016). Quelques bifaces en radiolarite poreuse assez mal conservés ont été également découverts (Abruzzese et al., 2016). Un faible nombre de pièces lithiques du même type a également été recueilli dans le niveau sédimentaire L, très riche lui aussi en matériel pyroclastique. La stratigraphie du gisement de Cimitero di Atella présentée Fig. 1-25 a été réalisée par Marcello Schiattarella et Paolo Giannandrea de l'Università degli Studi della Basilicata (Potenza) lors de la reprise des fouilles en 2015. Borzatti et al. en 1997 ont d'abord interprété la séquence comme s'étant déposée entre 600 et 500 ka puis De Muro en 1999 a suggéré que les niveaux stériles A à E en dessous du niveau archéologique F (Fig. 1-25), pouvaient être corrélables à l'unité Masseria Boccaglie du Mont Vulture (654 ± 11 ka, Villa et Buettner, 2009). Ce dernier tenta également la corrélation du niveau archéologique F avec l'unité volcanique Masseria Granata/Case Lopes du Vulture estimée autour de 484 ka (La Volpe et Principe, 1989). L'âge proposé aujourd'hui pour la section d'Atella est contemporain du stade isotopique 15 (~ 620-565 ka, Abruzzese et al., 2016).

Néanmoins en absence de donnée chronologique directe, cette hypothèse restait à tester. Au cours de ma thèse j'ai donc daté, afin de mieux contraindre l'âge des dépôts et des restes archéologiques de ce site, des feldspaths contenus dans des petits blocs pyroclastiques extraits de quatre niveaux sédimentaires (Fig. 1-25) : 1) Atella INF, stratigraphiquement 5 m sous la séquence archéologique afin de donner un âge maximum aux occupations humaines ; 2) le niveau paléolithique F ; 3) le niveau sédimentaire I ; 4) le niveau volcanoclastique peu remanié L (sous unité L2).

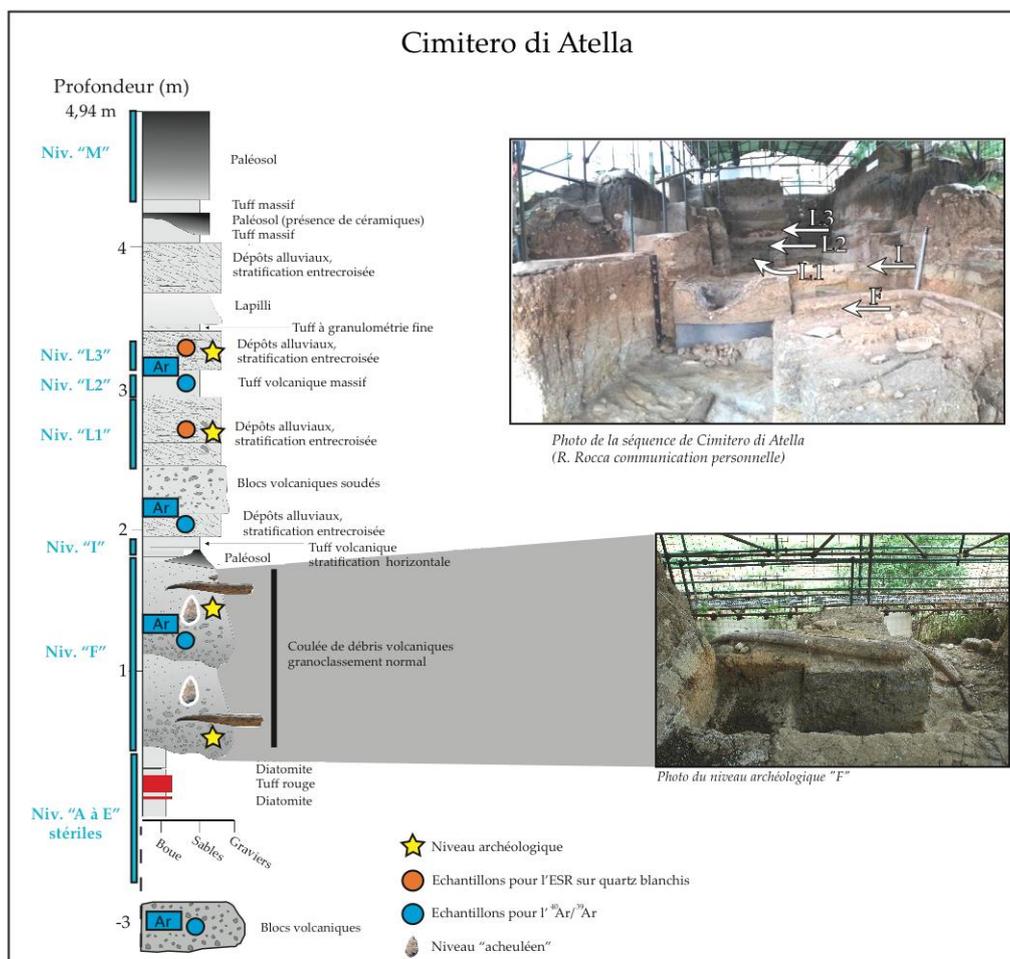


Figure 1-25 : Stratigraphie du site de Cimitero di Atella (R. Rocca communication personnelle). Sur cette stratigraphie ont été localisées les positions des échantillons que j'ai prélevés en 2015 pour la datation $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ et ESR sur quartz blanchis.

3. Synthèse des données chronologiques disponibles avant ma thèse (2013-2014)

Les âges trouvés dans la littérature pour les différents sites cités avant 2014 sont synthétisés figure 1-26. Dans l'ensemble, les contraintes chronologiques disponibles avant 2014 sur les sites que j'ai étudiés étaient peu précises et reposaient majoritairement sur les interprétations archéologiques et paléontologiques. Les gisements ayant fait l'objet de datations isotopiques pour la gamme de temps d'étude étaient très peu nombreux (Isernia la Pineta, Quarto delle Cintonare, Coltorti et al., 2005, Peretto et al., 1997), la plupart des sites étant des occupations de plein air ne permettant pas l'utilisation des méthodes U/Th et U/Pb. Les datations obtenues par $^{40}\text{K}/^{40}\text{Ar}$ et $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ étaient de plus, souvent imprécises voir probablement erronées en raison du grand nombre de cristaux analysés et donc de la présence potentielle de xéno-cristaux. Deux gisements italiens avaient cependant été récemment re-daté et daté par

$^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ sur monocristaux de feldspaths potassiques au Laboratoire des Sciences du Climat et de l'Environnement (Gif sur Yvette) : Campogrande (Nomade et al., 2011), gisement où a été découvert le crâne de Ceprano, et Devil's footsteps (Ciampate del Diavolo, 345 ± 12 ka, erreur analytique à 2σ , (Scaillet et al., 2008) localisé sur les flancs du Roccamonfina. L'âge obtenu par Nomade et al., (2011) pour le site de Ceprano a contribué à la remise en question des hypothèses évolutives basées sur les caractéristiques morphologiques « archaïques » du fossile qui avaient conduit à une première estimation de son âge autour de 700-800 ka (Manzi et al., 2001).

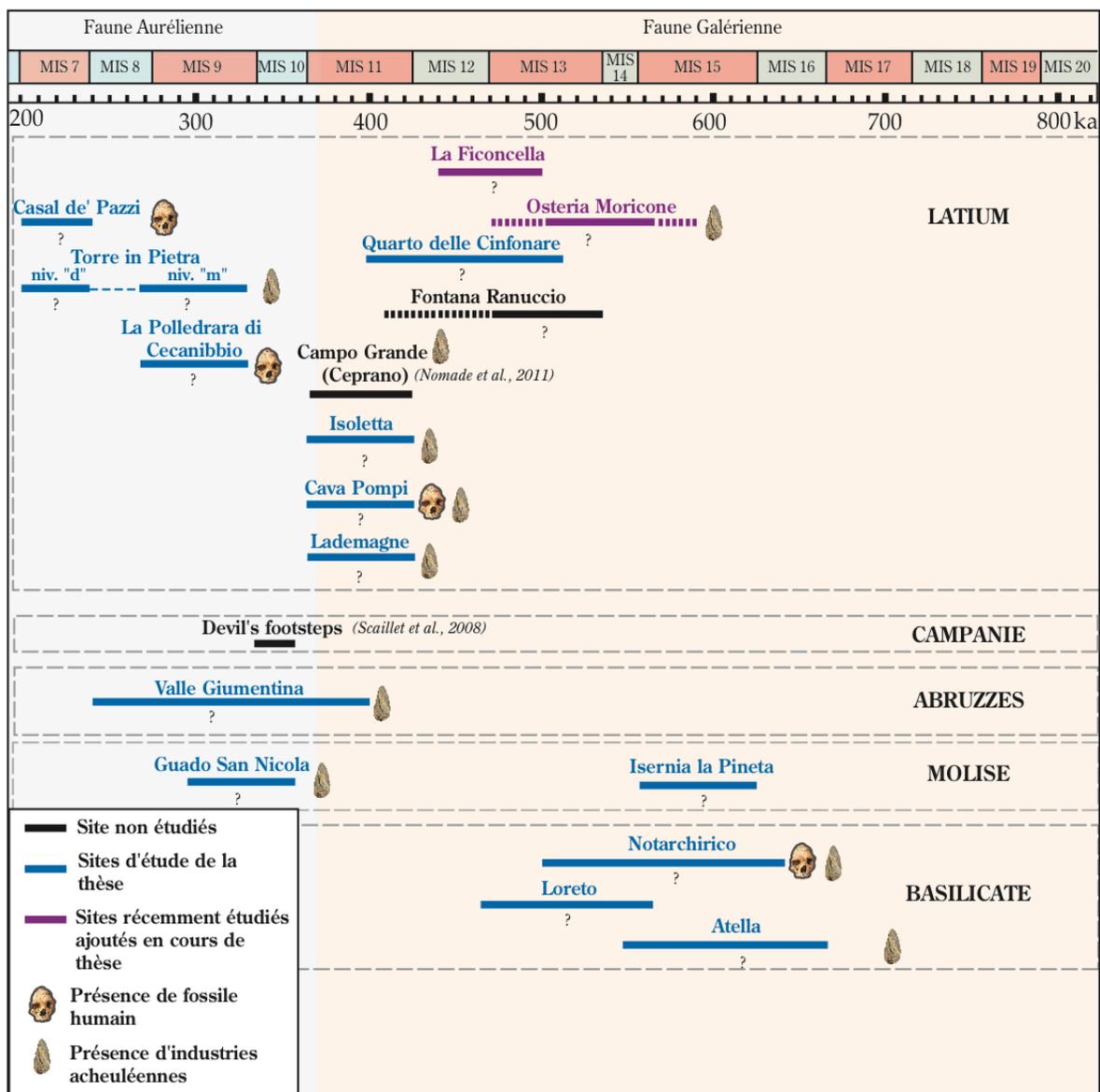


Figure 1-26 : Chronologique des gisements étudiés avant le début de ma thèse (2014). J'ai indiqué en noir les sites de Campo Grande, Fontana Ranuccio et Devil's footsteps qui étaient déjà datés ou en cours de datation (Muttoni et al., 2009, Nomade et al., 2011 et Devil's footsteps, Scaillet et al., 2008). En violet les deux sites qui n'étaient pas prévus au début de ma thèse mais qui ont été rajoutés au printemps 2015.

III/ Références bibliographiques

- Abruzzese, C., Aureli, D., Rocca, R., 2016. Assessment of the Acheulean in Southern Italy: New study on the Atella site (Basilicata, Italy). *Quat. Int.* 393, 158–168. doi:10.1016/j.quaint.2015.06.005
- Adler, D.S., Wilkinson, K.N., Blockley, S., Mark, D.F., Pinhasi, R., Schmidt-Magee, B. A., Nahapetyan, S., Mallol, C., Berna, F., Glauberman, P.J., Raczynski-Henk, Y., Wales, N., Frahm, E., Jöris, O., MacLeod, A., Smith, V.C., Cullen, V.L., Gasparian, B., 2014. Early Levallois technology and the Lower to Middle Paleolithic transition in the Southern Caucasus. *Science* 345, 1609–13. doi:10.1126/science.1256484
- Anzidei, A., 2001. Tools from elephant bones at La Polledrara di Cecanibbio and Rebibbia-Casal de'Pazzi. *World Elephants-International Congr. Rome*, 415–418.
- Anzidei, A.P., et Cerilli, E., 2001. The fauna of La Polledrara di Cecanibbio and Rebibbia-Casal de' Pazzi (Rome, Italy) as an indicator for site formation processes in a fluvial environment. *1st Int. Congr. La terra degli elefanti* 167–171.
- Anzidei, A.P., Arnoldus Huizendveld, A., Palombo, M.R., Argenti, P., Caloi, L., Marcolini, F., Lemorini, L., et Mussi, M., 2004. Nouvelles données sur le gisement Pléistocène moyen de La Polledrara di Cecanibbio (Latium, Italie). In: Baquedano, E., Rubio, S. (Eds.), *Miscelánea en homenaje a Emiliano Aguirre*. Zona Arqueologica 4. Archeologia. Museo Arqueológico Regional, Madrid, 20-29.
- Anzidei, A.P., Bulgarelli, G.M., Cerilli, C., Gallotti, R., Lemorini, C., Manzi, G., Milli, S., Palombo, M.R., et Santucci, E., 2010. The Middle Pleistocene Paleolithic site with large mammal fauna of La Polledrara di Cecanibbio (Rome, Italy): recent data and prospects. *Quaternaire, Hors-série* 3, 119-121.
- Anzidei, A.P., Bulgarelli, G.M., Catalano, P., Cerilli, E., Gallotti, R., Lemorini, C., Milli, S., Palombo, M.R., Pantano, W., et Santucci, E., 2012. Ongoing research at the late Middle Pleistocene site of La Polledrara di Cecanibbio (central Italy), with emphasis on human-elephant relationships. *Quat. Int.* 255, 171–187. doi:10.1016/j.quaint.2011.06.005
- Ascenzi, A., Biddittu, I., Cassoli, P.F., Segre, A.G., et Segre Naldini, E., 1996. A calvarium of late *Homo erectus* from Ceprano, Italy. *Journal of Human Evolution* 31, 409-423.
- Aureli, D., Contardi, A., Giaccio, B., Jicha, B., Lemorini, C., Madonna, S., Magri, D., Marano, F., Milli, S., Modesti, V., Palombo, M.R., Rocca, R., 2015. Palaeofoxodon and human interaction: Depositional setting, chronology and archaeology at the Middle Pleistocene Ficoncella site (Tarquinia, Italy). *PLoS One* 10, 1–27. doi:10.1371/journal.pone.0124498
- Aureli, D., Contardi, A., Giaccio, B., Modesti, V., Palombo, M.R., Rozzi, R., Sposato, A., Trucco, F., 2012. Straight-tusked elephants in the Middle Pleistocene of northern Latium: Preliminary report on the Ficoncella site (Tarquinia, central Italy). *Quat. Int.* 255, 29–35. doi:10.1016/j.quaint.2011.06.052
- Baissas, P., 1980. Données paleomagnetique et sedimentologique sur les dépôts de la coupe de Loreto (Venosa, Basilicate, Italie). *Bulletin du Musée d'Anthropologie Préhistorique de Monaco* 24, 13-56.
- Barral, L., Simone, S., 1983. Le bassin fluvio-lacustre de Venosa (Basilicate, Italie). *Bulletin du Musée d'Anthropologie Préhistorique de Monaco* 27, 5-19.
- Basilone, P., et Civetta, L., 1975. The volcanic activity of the Monti Ernici dated by the K–Ar method (In Italian). *Bull. Soc. It. Mineral Petrol.* 31, 175–179.
- Berger, A., Loutre, M.F., 1994. Precession, eccentricity, obliquity, insolation and paleoclimates. In: Duplessy, J.-C., Spyridakis, M.-T. (Eds.), *Long-term Climatic Variations*, NATO ASI Series, vol. I22. Springer-Verlag, Berlin, Heidelberg, 107-151.
- Biddittu, I., 1974. Giacimento pleistocenico ad amigdale acheuleane nel territorio di Ceprano, Frosinone. *Memoria dell'Istituto Italiano di Paleontologia Umana* 2, 61–67.
- Biddittu, I., et Segre, A.G., 1977. Giacimenti preistorici e quaternario della provincial di Frosinone. *Boll. Ist. St. e. Arte del Lazio meridionale* 9, 1-2.
- Biddittu, I., et Segre, A.G., 1978. Paleolitico inferiore a Cava Pompei presso Pofi, Frosinone. *Quad. Arch. Etrusco-Italica* 1, 78-79.
- Biddittu, I., Cassoli, P.F., Di Brozzolo, F., Segre, A.G., Segre Naldini, E., et Villa, I.M., 1979. Anagni a K-Ar dated lower and middle-pleistocene site, central Italy: preliminary report. *Quaternaria* 21, 53-71.
- Biddittu, I., Segre, A.G., et Piperno, M., 1984. Torre in Pietra, Lazio. In : *I primi abitanti d'Europa*, Catalogo della mostra, Roma, De Luca, 168-173.
- Biddittu, I., Canetri, E., Comerci, V., Germani, M., Picchi, G., 2012. Nuove ricerche nel giacimento del Paleolitico inferiore di Lademagne, S. Giovanni Incarico (Frosinone). In: (Ghini, G., Mari, Z., eds). *Lazio e Sabina*. Edizioni Quasar 9, 437-443.

- Blanc, A.C., 1953. Venosa, gisement à industrie tayacienne et micoquienne de Loreto. IV Congress Internationale INQUA, Livret guide, 63-68.
- Boari, E., Tommasini, S., Laurenzi, M.A., et Conticelli, S., 2009. Transition from ultrapotassic kamafugitic to sub-alkaline magmas: Sr, Nd, and Pb isotope, trace element and ^{40}Ar - ^{39}Ar age data from the Middle Latin Valley volcanic field, Roman Magmatic Province, Central Italy. *J. Petrol.* 50, 1327-1357. doi:10.1093/petrology/egp003
- Bonifay, M.F., 1977. Liste préliminaire de la grande faune du gisement préhistorique de Venosa. *Bulletin du Musée d'Anthropologie Préhistorique de Monaco* 21, 115-125.
- Borzatti von Löwenstern, E., Palchetti, A., Sozzi, M., 1997. Témoignages de l'Acheuléen inférieur en Italie méridionale : Le gisement du Cimitero di Atella (Basilicata). *L'Anthropologie* 101, 617-638.
- Brocchini, D., La Volpe, L., Laurenzi, M.A., et Principe, C., 1994. Storia evolutiva del Mt. Vulture. *Plinius* 12, 22-25.
- Bruner, E., Manzi, G., 2006. Saccopastore 1 : the earliest Neanderthal ? A new look at an old cranium. In : Harvati, K., Harrison, T. (Eds.), *Neanderthals Revisited : New Approaches and Perspectives*. Springer, Dordrecht, 23-36
- Buettner, A., Principe, C., Villa, I.M., et Brocchini, D., 2006. Geocronologia $^{39}\text{Ar}/^{40}\text{Ar}$ del Monte vulture. In *La Geologia del Monte Vulture*, Principe C (ed.). Grafiche Finiguerra : Lavello Press 73-86.
- Capotondi, L., Girone, A., Lirer, F., Bergami, C., Verducci, M., Vallefucio, M., Afferri, A., Ferraro, L., Pelosi, N., De Lange, G.J., 2016. Central Mediterranean Mid-Pleistocene paleoclimatic variability and its association with global climate. *Palaeogeogr. Palaeoclimatol. Palaeoecol.* 442, 72-83. doi:10.1016/j.palaeo.2015.11.009
- Ceruleo, P., Marra, F., Pandolfi, L., Petronio, C., Salari, L., 2015. The archaic Acheulean lithic industry of the Cretone basin (Latium, central Italy). *Jasrep.* 3, 480-492. doi:10.1016/j.jasrep.2015.07.008
- Chiappella, G., 1964. Il Paleolitico inferiore di Venosa. *Bollettino della Società Paleontologica Italiana* 73, 7-23.
- Cioni, R., Sbrana, A., Bertagnini, A., Buonasorte, G., Landi, P., Rossi, U., and Salvati, L., 1987. Tephrostratigraphic correlations in the Vulcini, Vico and Sabatini volcanic successions. *Periodico di Mineralogia*, 56, 137-155.
- Civetta, L., Innocenti, F., Lirer, L., Manetti, P., Munno, R., Peccirillo, A., Poli, G., Serri, G., 1979. Serie potassica ed alta in potassio dei Monti Ernici (Lazio Meridionale) : considerazioni petrologiche e geochemiche. *Rend. Soc. Ital. Mineral. Petrol.* 35, 227-249
- Coltorti, M., Cremaschi, M., Delitala, M.C., Esu, D., Fornaseri, M., McPherson, A., Nicoletti, M., Van Otterlo, R., Peretto, C., Sala, B., Schmidt, V., Sevink, J., 1982. Reversed magnetic polarity at Isernia La Pineta, a new lower paleolithic site in Central Italy. *Nature* 300, 173-176.
- 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. *Quat. Int.* 131, 11-22. doi:10.1016/j.quaint.2004.07.004
- Combourieu-Nebout, N., Bertini, A., Russo-ermolli, E., Peyron, O., Klotz, S., Montade, V., Fauquette, S., Allen, J., Fusco, F., Goring, S., Huntley, B., Joannin, S., Lebreton, V., Magri, D., Martinetto, E., Orain, R., Sadori, L., 2015. Review of Palaeobotany and Palynology Climate changes in the central Mediterranean and Italian vegetation dynamics since the Pliocene. *Rev. Palaeobot. Palynol.* 218, 127-147. doi:10.1016/j.revpalbo.2015.03.001
- Comerci, V., Biddittu, I., Di Manna, P., Germani, M., Piccardi, L., Ventura, G., Vittori, E., 2015. Tectonic evidence in the Palaeolithic site of Lademagne (San Giovanni Incarico - FR, Southern Latium, Italy). 6th International INQUA Meeting on Paleoseismology, Active Tectonics and Archaeoseismology 19-24 April 2015, Pescara, Fucino Basin, Italy. INQUA Focus Group on Paleoseismology and Active Tectonics.
- Demangeot, J., et Radmilli, A.M., 1953. Le gisement quaternaire de la Valle Giumentina (Abruzzes adriatiques), Stratigraphie et Palethnologie. *Contributi di Scienze geologiche, supplemento alla Ricerca Scientifica* 3, 11-123.
- Demangeot, J., et Radmilli, A.M., 1966. Le gisement paléolithique de Valle Giumentina (Apennin central) et ses problèmes. *Eiszeitalter und Gegenwart* 17, 159-299.
- De Rita, D., Funicello, R., Rossi, U., Sposato, A., 1983. Structure and evolution of the Sacrofano-Baccano Caldera, Sabatini volcanic complex, Rome. *J. Volcanol. Geotherm. Res.* 17, 219-236.
- De Rita, D., Bertagnini, A., Faccenna, C., Landi, P., Rosa, C., Zarlunga, F., Di Filippo, M., Carboni, M.G., 1997. Evoluzione geopetrografica-strutturale dell'area tolfaiana. *Bollettino della Società Geologica Italiana* 116, 143-175.
- De Wit, H.E., Sevink, J., Andriessen, P.A.M., et Hebeda, E.H., 1987. Stratigraphy and radiometric datings of a Mid-Pleistocene transgressive complex in the Agro Pontino (Central Italy). *Geologica Romana*, 26, 449-460.
- Di Muro, A., 1999. Inquadramento tefrostratigrafico del sito acheuleano del Cimitero di Atella (Basilicata e Italia). *Studi per l'Ecologia del Quaternario* 21, 7-14.

- Dogliani, C., Mongelli, F., and Pieri, P., 1994. The Puglia uplift (SE-Italy): an anomaly in the foreland of the Apenninic subduction due to buckling of a thick continental lithosphere. *Tectonics* 13, 1309-1321.
- Falguères, C., Bahain, J.J., Bischoff, J.L., Pérez-González, A., Ortega, A.I., Ollé, A., Quiles, A., Ghaleb, B., Moreno, D., Dolo, J.M., Shao, Q., Vallverdú, J., Carbonell, E., Bermúdez de Castro, J.M., et Arsuaga, J.L., 2013. Combined ESR/U-series chronology of acheulian hominid-bearing layers at trinchera galeria site, atapuerca, spain. *J. Hum. Evol.* 65, 168–184. doi:10.1016/j.jhevol.2013.05.005
- Ferranti, L., et Oldow, J.S., 2005, Latest Miocene to Quaternary horizontal and vertical displacement rates during simultaneous contraction and extension in the Southern Apennines orogen, Italy: *Terra Nova* 17, 209–214, doi: 10.1111/j.1365-3121.2005.00593.x
- Florindo, F., Karner, D.B., Marra, F., Renne, P.R., Roberts, A.P., Weaver, R., 2007. Radioisotopic age constraints for Glacial Terminations IX and VII from aggradational sections of the Tiber River delta in Rome, Italy. *Earth and Planetary Science Letters* 256, 61–80.
- Gallotti, R., et Peretto, C., 2015. The Lower/Early Middle Pleistocene small débitage productions in Western Europe: New data from Isernia La Pineta t3c (Upper Volturino Basin, Italy). *Quat. Int.* 357, 1–18. doi:10.1016/j.quaint.2014.06.055.
- Giaccio, B., Galli, P., Messina, P., Peronace, E., Scardia, G., Sottili, G., Sposato, A., Chiarini, E., Jicha, B., Silvestri, S., 2012. Fault and basin depocentre migration over the last 2 Ma in the L'Aquila 2009 earthquake region, central Italian Apennines. *Quat. Sci. Rev.* 56, 69-88. <http://dx.doi.org/10.1016/j.quascirev.2012.08.016>.
- Giaccio, B., Arienzo, I., Sottili, G., Castorina, F., Gaeta, M., Nomade, S., Galli, P., Messina, P., 2013a. Isotopic (Sr-Nd) and major element fingerprinting of distal tephra: An application to the Middle-Late Pleistocene markers from the Colli Albani volcano, central Italy. *Quat. Sci. Rev.* 67, 190–206. doi:10.1016/j.quascirev.2013.01.028.
- Giaccio, B., Galli, P., Peronace, E., Arienzo, I., Nomade, S., Cavinato, G.P., Mancini, M., Messina, P., et Sottili, G., 2014. A 560-440 ka tephra record from the Mercure Basin, southern Italy: Volcanological and tephrostratigraphic implications. *J. Quat. Sci.* 29, 232–248. doi:10.1002/jqs.2696
- Giannandrea, P., 2006. Il bacino fluvio-lacustre di Venosa. In *La geologia del Monte Vulture*, Principe C (ed.). Grafiche Finiguerra : Lavello Press; 55–73.
- Giannetti, B., 2001. Origin of the calderas and evolution of Roccamonfina volcano (Roman region, Italy). *J. Volcanol. Geotherm. Res.* 106, 301–319
- Gioia, P., 2015. The Casal de Pazzi Museum: a Pleistocene deposit in the suburbs of the imperial city. *Annali online della Didattica e della Formazione docente* – n 10/2015 - ISSN 2038-1034
- Gliozzi, E., Abbazi, L., Ambrosetti, P., Argenti, P., Azzaroli, A., Caloi, L., Capasso Barbato, L., Di Stefano, G., Esu, D., Ficarelli, G., Girotti, O., Kotsakis, T., Masini, F., Mazza, P., Mezzabotta, C., Palombo, M.R., Petronio, C., Rook, L., Sala, B., Sardella, R., Zanalda, E., et Torre, D., 1997. Biochronology of selected Mammals, Molluscs, Ostracods from the Middle Pliocene to the Late Pleistocene in Italy. The state of the art. *Rivista Italiana di Paleontologia e Stratigrafia* 103 (3), 369–388.
- Grifoni, R., Tozzi, C., 2006. L'émergence des identités culturelles au Paléolithique inférieur : le cas de l'Italie. *Comptes Rendus Palevol* 5, 137–148. doi:10.1016/j.crpv.2005.12.004
- Jicha, B.R., Singer, B.S., Sobol, P., 2016. Re-evaluation of the ages of $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ sanidine standards and supereruptions in the western U.S. using a Noblesse multi-collector mass spectrometer. *Chem. Geol.* 431, 54–66. doi:10.1016/j.chemgeo.2016.03.024
- Karner, D.B., et Renne, P.R., 1998. $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ geochronology of Roman Volcanic Province tephra in the Tiber River Valley: age calibration of middle Pleistocene sea-level changes. *Geological Society of America Bulletin* 110, 740–747.
- Karner, D.B., Marra, F., et Renne, P.R., 2001. The history of the Monti Sabatini and Alban Hills volcanoes: groundwork for assessing volcanic-tectonic hazards for Rome. *J. Volcanol. Geotherm. Res.* 107, 185-219.
- La Rosa, M., Mazza, P., Rustioni, M., et Vianello, F., 1989-1990. Agro-Pontino (Prov. Latina e Roma), *Notiziario della Rivista delle Scienze Preistoriche* 42, 356-359.
- La Volpe, L., et Principe, C., 1989. Stratigrafia e storia eruttiva del Monte Vulture : revisione ed aggiornamenti. *Bollettino del Gruppo Nazionale per la Vulcanologia* (2), 889-902.
- Lebreton, V., 2002. Végétation et climat au Pléistocène inférieur et moyen à La Pineta (Isernia, Italie). *Comptes Rendus Palevol* 1, 11-17.
- Lefèvre, D., Raynal, J.P., Vernet, G., Pilleyre, T., Piperno, M., Sanzelle, S., Fain, J., Miallier, D., et Montret, M., 1994. Sédimentation, volcanisme et présence humaine dans le bassin de Venosa (Basilicata, Italie) au Pléistocène moyen : exemple du site de Notarchirico. *Bull. la Soc. Prehist. Fr.* 91, 103–112.
- Lefèvre, D., Raynal, J.P., Vernet, G., 1999. Un bassin, un volcan. Enregistrements pléistocènes dans le bassin de Venosa. In *Notarchirico: un sito del Pleistocene medio-antico nel bacino di Venosa (Basilicata)*, Piperno M (ed.). Osanna edition: Venosa; 139–173.

- Lefèvre, D., Raynal, J.P., Vernet, G., Kieffer, G., et Piperno, M., 2010. Tephro-stratigraphy and the age of ancient Southern Italian Acheulean settlements: The sites of Loreto and Notarchirico (Venosa, Basilicata, Italy). *Quat. Int.* 223–224, 360–368. doi:10.1016/j.quaint.2010.02.020.
- Leicher, N., Zanchetta, G., Sulpizio, R., Giaccio, B., Wagner, B., Nomade, S., Francke, A., et Del Carlo, P., 2016. First tephrostratigraphic results of the DEEP site record from Lake Ohrid (Macedonia and Albania). *Biogeosciences* 13, 2151–2178. doi:10.5194/bg-13-2151-2016
- Limondin-Lozouet, N., Villa, V., Pereira, A., Nomade, S., Bahain, J.J., Stoetzel, E., Aureli, D., Nicoud, E., 2017. Middle Pleistocene molluscan fauna from the Valle Giumentina (Abruzzo, Central Italy): Palaeoenvironmental, biostratigraphical and biogeographical implications. *Quat. Sci. Rev.* 156, 135–149. doi:10.1016/j.quascirev.2016.11.029.
- Lisiecki, L.E., et Raymo, M.E., 2005. A Pliocene-Pleistocene stack of 57 globally distributed benthic delta O-18 records. *Paleoceanography* 20, PA1003.
- Locardi, E., 1965. Tipi ignimbrici di magmi mediterranei : le ignimbriti del vulcano di Vico. *Atti Soc Tosc Sci Nat* A72, 55-174.
- Locardi, E., 1988. The origin of Apenninic arcs. *Tectonophysics* 146, 105–123.
- Lourens, L.J., 2004. Revised tuning of Ocean Drilling Program Site 964 and KC01B (Mediterranean) and implications for the $\delta^{18}\text{O}$, tephra, calcareous nannofossil, and geomagnetic reversal chronologies of the past 1.1 Myr. *Paleoceanography* 19, 1–20. doi:10.1029/2003PA000997.
- Marcolini, F., Bigazzi, G., Bonadonna, F.P., Centamore, E., Cioni, R., Zanchetta, G., 2003. Tephrochronology and tephrostratigraphy of two Pleistocene continental fossiliferous successions from central Italy. *J. Quat. Sci.* 18, 545–556. doi:10.1002/jqs.768
- Malatesta, A., 1978. La serie di Torre del Pagliaccetto e il bacino di Torre in Pietra. *Quaternaria* 20, 237–246.
- Manzi, G., Salvadei, L., et Passarello, P., 1990. The Casal de'Pazzi archaic parietal: comparative analysis of new fossil evidence from the late Middle Pleistocene of Rome. *J. Hum. Evol.* 19, 751-752.
- Manzi, G., Mallegni, F., et Ascenzi, A., 2001. A cranium for the earliest Europeans : phylogenetic position of the hominid from Ceprano, Italy. *Proceedings of the National Academy of Sciences of the United States of America* 98, 10011-10016.
- Manzi, G., Magri, D., Milli, S., Palombo, M.R., Margari, V., Celiberti, V., Barbieri, M., Barbieri, Mz, Melis, R.T., Rubini, M., Ruffo, M., Saracino, B., Tzedakis, P.C., Zarattini, A., et Biddittu, I., 2010. The new chronology of the Ceprano calvarium (Italy). *J. Hum. Evol.* 59, 580-585.
- Manzi, G., Magri, D., Palombo, M.R., 2011. Early-Middle Pleistocene environmental changes and human evolution in the Italian peninsula. *Quat. Sci. Rev.* 30, 1420–1438. doi:10.1016/j.quascirev.2010.05.034.
- Marra, F., Karner, D.B., Freda, C., Gaeta, M., Renne, P.R., 2009. Large mafic eruptions at the Alban Hills Volcanic District (Central Italy): chronostratigraphy, petrography and eruptive behavior. *J. Volcanol. Geotherm. Res.* 179, 217–232.
- Marra, F., Sottili, G., Gaeta, M., Giaccio, B., Jicha, B., Masotta, M., Palladino, D.M., et Deocampo, D.M., 2014. Major explosive activity in the Monti Sabatini Volcanic District(central Italy) over the 800-390ka interval: Geochronological-geochemical overview and tephrostratigraphic implications. *Quat. Sci. Rev.* 94, 74–101.
- Marra, F., Ceruleo, P., Jicha, B., Pandolfi, L., Petronio, C., Salari, L., 2015. A new age within MIS 7 for the Homo neanderthalensis of Saccopastore in the glacio-eustatically forced sedimentary successions of the Aniene River Valley, Rome. *Quat. Sci. Rev.* 129, 260–274. doi:10.1016/j.quascirev.2015.10.027.
- Marra, F., Florindo, F., Jicha, B., Nomade, S., Pereira, A., Renne, P., et Rohlings, E., 2016. Independent $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ and ^{14}C age constraints on the last five glacial terminations from the aggradational successions of the Tiber River, Rome (Italy). *Earth Planet. Sci. Lett.* 449, 105-117.
- Marra, F., Ceruleo, P., Pandolfi, L., Petronio, C., Rolfo, M.F., Salari, L., 2017. The aggradational successions of the aniene river valley in Rome: Age constraints to early neanderthal presence in Europe. *PLoS One* 12, 1–25. doi:10.1371/journal.pone.0170434
- Masini, F., Sala, B., 2006. Large and small-mammal distribution patterns and chronostratigraphic boundaries from the Late Pliocene to the Middle Pleistocene of the Italian peninsula. *Quat. Int.* 160, 43–56. doi:10.1016/j.quaint.2006.09.008.
- Masini, F., et Sala, B., 2011. Considerations on an integrated biochronological scale of Italian Quaternary continental mammals. *Il Quaternario e Italian.* *J. Quat. Sci.* 24, 193-198.
- Milli, S., et Palombo, M.R., 2005. The high-resolution sequence stratigraphy and the mammal fossil record: A test in the Middle-Upper Pleistocene deposits of the Roman Basin (Latium, Italy). *Quat. Int.* 126–128, 251–270. doi:10.1016/j.quaint.2004.04.025
- Milli, S., Moscatelli, M., Palombo, M.R., Parlagreco, L., et Paciucci, M., 2008. Incised valleys, their filling and mammal fossil record - A case study from Middle-Upper Pleistocene deposits of the Roman Basin (Latium,

- Italy). In: Amorosi, A., Haq, B.U., Sabato, L. (Eds.), *Advances in Application of Sequence Stratigraphy in Italy*. GeoActa (Special Publication), 1, 667–687.
- Moncel, M.H., Landais, A., Lebreton, V., Combourieu-Nebout, N., Nomade, S., Bazin, L., 2017. Linking environmental changes with human occupations between 900 and 400 ka in Western Europe. *Quat. Int.* 0–17. doi:10.1016/j.quaint.2016.09.065.
- Mussi, M., 2001. *Earliest Italy. An overview of the Italian Palaeolithic and Mesolithic*. Plenum Publishing Company, New York.
- Muttillo, B., Lembo, G., et Peretto, C., 2014. L'insediamento a bifacciali di Guado San Nicola, Monteroduni, Molise, Italia. *Ann. dell' Università degli Studi Ferrara* 10/1, 166. Sez. Museologia Scientifica e Naturalistica.
- Muttoni, G., Scardia, G., Kent, D. V., Swisher, C.C., et Manzi, G., 2009. Pleistocene magnetochronology of early hominin sites at Ceprano and Fontana Ranuccio, Italy. *Earth Planet. Sci. Lett.* 286, 255–268. doi:10.1016/j.epsl.2009.06.032.
- Nappi, G., Capaccioni, B., Mattioli, M., Mancini, E., Valentini, L., 1994. Plinian fall deposits from Vulsini Volcanic District (Central Italy). *Bull. Volcanol.* 56, 502–515. doi:10.1007/BF00302831
- Nicoud, E., Aureli, D., Pagli, M., Villa, V., Chaussé, C., Agostini, S., Bahain, J.J., Boschian, G., Degeai, J.P., Fusco, F., Giaccio, B., Hernandez, M., Kuzucuoglu, C., Lahaye, C., Lemorini, C., Limondin-Lozouet, N., Mazza, P., Mercier, N., Nomade, S., Pereira, A., Robert, V., Rossi, M.A., Virmoux, C., Zupancich, A., 2016. Preliminary data from Valle Giumentina Pleistocene site (Abruzzo, Central Italy): A new approach to a Clactonian and Acheulian sequence. *Quat. Int.* 409, 182–194. doi:10.1016/j.quaint.2015.08.080
- Nomade, S., Renne, P.R., Vogel, N., Deino, A.L., Sharp, W.D., Becker, T.A., Jaouni, A.R., Mundil, R., 2005. Alder Creek sanidine (ACs-2), A Quaternary $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ dating standard tied to the Cobb Mountain geomagnetic event. *Chemical Geology* 218, 315–338.
- Nomade, S., Muttoni, G., Guillou, H., Robin, E., et Scardia, G., 2011. First $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ age of the Ceprano man (central Italy). *Quat. Geochronol.* 6, 453–457. doi:10.1016/j.quageo.2011.03.008
- Orain, R., Lebreton, V., Russo Ermolli, E., Sémah, A.M., Nomade, S., Shao, Q., Bahain, J.J., Thun Hohenstein, U., et Peretto, C., 2013. Hominin responses to environmental changes during the Middle Pleistocene in central and southern Italy. *Clim. Past* 9, 687–697. doi:10.5194/cp-9-687-2013
- Palladino, D.M., Simeì, S., Sottili, G., 2010. geology of Quaternary volcanic terrains : An application to the Vulsini Volcanoes (central Italy) 2464, 63–84. doi:10.1130/2010.2464(04).
- Palma Di Cesnola, A., 1996. *Le Paléolithique inférieur et moyen en Italie*. Éditions Jérôme Million, Grenoble, Préhistoire d'Europe 1.
- Palombo, M.R., Filippi, M.L., Iacumin, P., Longinelli, A., Barbieri, M., Maras, A., 2005. Coupling tooth microwear and stable isotope analyses for palaeodiet reconstruction: The case study of Late Middle Pleistocene Elephas (Palaeoloxodon) antiquus teeth from Central Italy (Rome area). *Quat. Int.* 126–128, 153–170. doi:10.1016/j.quaint.2004.04.020.
- Patacca, E., Sartori, R., Scandone, P., 1990. Tyrrhenian basin and Apenninic arcs: kinematic relations since late tortonian times. *Memorie della Società Geologica Italiana* 45, 425–451
- Peccerillo, A., 2005. *Plio-Quaternary volcanism in Italy*. Petrology, Geochemistry, Geodynamics Springer, Heidelberg, 1–365.
- Pereira, A., Nomade, S., Voinchet, P., Bahain, J.J., Falguères, C., Garon, H., Lefèvre, D., Raynal, J.P., Scao, V., et Piperno, M., 2015. The earliest securely dated hominin fossil in Italy and evidence of Acheulian occupation during glacial MIS 16 at Notarchirico (Venosa, Basilicata, Italy). *J. Quat. Sci.* 30, 639–650. doi:10.1002/jqs.2809.
- Pereira, A., Nomade, S., Shao, Q., Bahain, J.J., Arzarello, M., Douville, E., Falguères, C., Frank, N., Garcia, T., Lembo, G., Muttillo, B., Scao, V., et Peretto, C., 2016. $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ and ESR/U-series dates for Guado San Nicola, Middle Pleistocene key site at the Lower/Middle Palaeolithic transition in Italy. *Quat. Geochronol.* 36, 67–75. doi:10.1016/j.quageo.2016.08.005
- Pereira, A., Nomade, S., Falguères, C., Bahain, J.J., Tombret, O., Garcia, T., Voinchet, P., Bulgarelli, G.M., et Anzidei, A.P., 2017. New $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ and ESR/U-series data for La Polledrara di Cecanibbio archaeological site (Lazio, Italy). *Journal of Archaeological Science: Reports* (accepted).
- Peretto, C., La Rosa, M., Liboni, A., Milliken, S., Sozzi, M., et Zarattini, A., 1997. Le gisement de Quarto delle Cinfonare dans le cadre du paléolithique inf érieur de l'Italie ouest-centrale. *L'Anthropologie* 101 (4), 597–615.
- Peretto, C., 2006. The first peopling of southern Europe: the Italian case. *Comptes Rendus Palevol* 5, 283–290. doi:10.1016/j.crpv.2005.11.006
- Peretto, C., Arnaud, J., Moggi-Cecchi, J., Manzi, G., Nomade, S., Pereira, A., Falguères, C., Bahain, J.J., Grimaud-Hervé, D., Berto, C., Sala, B., Lembo, G., Muttillo, B., Gallotti, R., Hohenstein, U.T., Vaccaro, C., Coltorti, M., et Arzarello, M., 2015. A human deciduous tooth and new $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ dating results from the Middle

- Pleistocene archaeological site of Isernia La pineta, southern Italy. *PLoS One* 10, 1–19. doi:10.1371/journal.pone.0140091.
- Peretto, C., Arzarello, M., Bahain, J.J., Boulbes, N., Dolo, J.M., Douville, E., Falguères, C., Frank, N., Garcia, T., Lembo, G., Moigne, A.M., Muttillio, B., Nomade, S., Pereira, A., Rufo, M.A., Sala, B., Shao, Q., Thun Hohenstein, U., Tessari, U., Turrini, M.C., Vaccaro, C., 2016. The Middle Pleistocene site of Guado San Nicola (Monteroduni, Central Italy) on the Lower/Middle Palaeolithic transition. *Quat. Int.* 411, 301–315. doi:10.1016/j.quaint.2015.11.056
- Petronio, C., Ceruleo, P., Marra, F., Pandolfi, L., Rolfo, M.F., Salari, L., Sottili, G., et Moro, P.A., 2017. A novel multidisciplinary bio- and geo-chronological approach for age determination of Palaeolithic bone artifacts in volcanic settings: An example from eastern Sabatini, Latium, Italy 1–9. doi:10.1016/j.quaint.2017.02.010
- Petrosino, P., Jicha, B.R., Mazzeo, F.C., et Russo Ermolli, E., 2014a. A high resolution tephrochronological record of MIS 14-12 in the Southern Apennines (Acerno Basin, Italy). *J. Volcanol. Geotherm. Res.* 274, 34–50. doi:10.1016/j.jvolgeores.2014.01.014
- Petrosino, P., Jicha, B.R., Mazzeo, F.C., Ciaranfi, N., Girone, A., Maiorano, P., Marino, M., 2015. The Montalbano Jonico marine succession: An archive for distal tephra layers at the Early-Middle Pleistocene boundary in southern Italy. *Quat. Int.* 383, 89–103. doi:10.1016/j.quaint.2014.10.049
- Pilleyre, T., Montret, M., Fain, J., Miallier, D., et Sanzelle, S., 1992. Attempts at dating ancient volcanoes using the red TL of quartz. *Quaternary Science Reviews*, 11, 13–17.
- Piperno, M., Mallegni, F., Yokoyama, Y., 1990. Découverte d'un femur humain dans les niveaux acheuléens de Notarchirico (Venosa, Basilicata, Italie). *C.R. Academy of Science Paris* 311-II, 1097-1102.
- Piperno, M., 1997. Notarchirico, un sito del Pleistocene medio iniziale nel bacino di Venosa. *Osanna edition: Venosa*.
- Piperno, M., Lefèvre, D., Raynal, J.P., Tagliacozzo, A., 1999. Conclusioni generali. In *Un sito del Pleistocene medio-antico nel bacino di Venosa (Basilicata)*, Piperno M (ed.). *Osanna edition: Venosa* 537–543.
- Piperno, M., Tagliacozzo, A., 2001. The elephant butchery area at the Middle Pleistocene site of Notarchirico (Venosa, Basilicata, Italy). In: Cavarretta G, Gioia P, Mussi M, Palombo MR. (Eds.), *The World of Elephants in Proceedings of the 1st International Congress*. Consiglio Nazionale delle Ricerche, Roma, 230–236.
- Raynal, J.P., Lefevre, D., Vernet, G., Pilleyre, T., Sanzelle, S., Fain, J., Miallier, D., et Montret, M., 1998. Sedimentary dynamics and tecto-volcanism in the Venosa Basin (Basilicata, Italia). *Quat. Int.* 47–48, 97–105. doi:10.1016/S1040-6182(97)00075-X
- Raynal, J.P., Lefèvre, D., Vernet, G., avec la collaboration de G. Papy, 1999. Lithostratigraphie du site acheuléen de Notarchirico. In: Piperno, M. (Ed.), *Notarchirico. Un sito del Pleistocene medio iniziale nel bacino di Venosa*, Edizioni Osanna, Venosa, pp. 175-206.
- Rouchon, V., Gillot, P.Y., Quidelleur, X., Chiesa, S., et Floris, B., 2008. Temporal evolution of the Roccamonfina volcanic complex (Pleistocene), Central Italy). *J. Volcanol. Geotherm. Res.* 177, 500-514.
- Russo Ermolli, E., et Cheddadi, R., 1997. Climatic reconstruction during the Middle Pleistocene: A pollen record from Vallo di Diano (Southern Italy). *Geobios* 30, 735–744. doi:10.1016/S0016-6995(97)80176-3;
- Russo Ermolli, E., Aucelli, P.P.C., Di Rollo, A., Mattei, M., Petrosino, P., Porreca, M., et Rosskopf, C.M., 2010. An integrated stratigraphical approach to the Middle Pleistocene succession of the Sessano basin (Molise, Italy). *Quat. Int.* 225, 114–127. doi:10.1016/j.quaint.2009.04.008.
- Sadori, L., Koutsodendris, A., Panagiotopoulos, K., Masi, A., Bertini, A., Combourieu-Nebout, N., Francke, A., Kouli, K., Joannin, S., Mercuri, A.M., Peyron, O., Torri, P., Wagner, B., Zanchetta, G., Sinopoli, G., et Donders, T.H., 2016. Pollen-based paleoenvironmental and paleoclimatic change at Lake Ohrid (south-eastern Europe) during the past 500 ka. *Biogeosciences* 13, 1423–1437. doi:10.5194/bg-13-1423-2016.
- Santagata, C., 2016. Operating systems in units B and E of the Notarchirico (Basilicata, Italy) ancient Acheulean open-air site and the role of raw materials. *Quat. Int.* 411, 284–300. doi:10.1016/j.quaint.2015.12.074.
- Santucci, E., Marano, F., Cerilli, E., Fiore, I., Lemorini, C., Palombo, M.R., Anzidei, A.P., et Bulgarelli, G.M., 2016. Palaeoloxodon exploitation at the Middle Pleistocene site of La Polledrara di Cecanibbio (Rome, Italy). *Quaternary international* 406 (B), 169-182.
- Scaillet, S., Vita-Scaillet, G., et Guillou, H., 2008. Oldest human footprints dated by Ar/Ar. *Earth Planet. Sci. Lett.* 275, 320–325. doi:10.1016/j.epsl.2008.08.026
- Segre Naldini, E., Muttoni, G., Parenti, F., Scardia, G., et Segre, A.G., 2009. Nouvelles recherches dans le bassin Plio-Pléistocène de Anagni (Latium méridional, Italie). *L'Anthropologie* 113, 66-77
- Sergi, S., 1931. Le crâne neandertalien de Saccopastore (Rome). *L'Anthropologie* 41, 241-247.
- Sevink, J., et Hebeda, E., 1981. A note on an approximately 730,000-year-old mammal fauna and associated human activity sites near Isernia, central Italy. *J. Archaeol. Sci.* 8, 105–106.

- Shao, Q., Bahain, J.J., Falgures, C., Peretto, C., Arzarello, M., Minelli, A., Thun Hohenstein, U., Dolo, J.M., Garcia, T., Frank, N., Douville, E., 2011. New ESR/U-series data for the early Middle Pleistocene site of Isernia la Pineta, Italy. *Radiat. Meas.* 46, 847–852. doi:10.1016/j.radmeas.2011.03.026
- Singer, B.S., 2014. A quaternary geomagnetic instability time scale. *Quat. Geochronol.* 21, 29–52. doi:10.1016/j.quageo.2013.10.003.
- Sottili, G., Palladino, D.M., Marra, F., Jicha, B., Karner, D.B., et Renne, P., 2010. Geochronology of the most recent activity in the Sabatini Volcanic District, Roman Province, central Italy. *J. Volcanol. Geotherm. Res.* 196, 20–30.
- Steiger, R.H., et Jäger, E., 1977. Subcommittee on geochronology: convention on the use of decay constants in geo- and cosmochronology. *Earth Planet. Sci. Lett.* 6, 359–362.
- Tuffreau, A., Lamotte, A., Goual, E., 2008. Les Industries acheuléennes de la France septentrionale. *L'Anthropologie* 112, 104–139.
- Vezzani, L., Festa, A., et Ghisetti, F.C., 2010. Geology and Tectonic Evolution of the Central-Southern Apennines, Italy. The Geology Society of America special paper 469.
- Villa, I.M., et Buettner, A., 2009. Chronostratigraphy of Monte Vulture volcano (southern Italy): Secondary mineral microtextures and ^{39}Ar - ^{40}Ar systematics. *Bull. Volcanol.* 71, 1195–1208. doi:10.1007/s00445-009-0294-6
- Villa, P., Soriano, S., Grün, R., Marra, F., Nomade, S., Pereira, A., Boschian, G., Pollarolo, L., Fang, F., et Bahain, J.J., 2016a. The acheulian and early middle paleolithic in latium (Italy): Stability and innovation. *PLoS One* 11. doi:10.1371/journal.pone.0160516
- Villa, V., Pereira, A., Chaussé, C., Nomade, S., Giaccio, B., Limondin-Lozouet, N., Fusco, F., Regattieri, E., Degeai, J.P., Robert, V., Kuzucuoglu, C., Boschian, G., Agostini, S., Aureli, D., Pagli, M., Bahain, J.J., Nicoud, E., 2016b. A MIS 15-MIS 12 record of environmental changes and Lower Palaeolithic occupation from Valle Giumentina, central Italy. *Quat. Sci. Rev.* 151, 160–184. doi:10.1016/j.quascirev.2016.09.006.
- Villa, P., Soriano, S., Grün, R., Marra, F., Nomade, S., Pereira, A., Boschian, G., Pollarolo, L., Fang, F., Bahain, J.J., 2016. The acheulian and early middle paleolithic in latium (Italy): Stability and innovation. *PLoS One* 11. doi:10.1371/journal.pone.0160516
- Wagner, B., Wilke, T., Francke, A., Albrecht, C., Baumgarten, H., Bertini, A., Combourieu-Nebout, N., Cvetkoska, A., D'Addabbo, M., Donders, T.H., Föllner, K., Giaccio, B., Grazhdani, A., Hauffe, T., Holtvoeth, J., Joannin, S., Jovanovska, E., Just, J., Kouli, K., Koutsodendris, A., Krastel, S., Lacey, J.H., Leicher, N., Leng, M.J., Levkov, Z., Lindhorst, K., Masi, A., Mercuri, A.M., Nomade, S., Nowaczyk, N., Panagiotopoulos, K., Peyron, O., Reed, J.M., Regattieri, E., Sadori, L., Sagnotti, L., Stelbrink, B., Sulpizio, R., Tofilovska, S., Torri, P., Vogel, H., Wagner, T., Wagner-Cremer, F., Wolff, G.A., Wonik, T., Zanchetta, G., Zhang, X.S., 2017. The environmental and evolutionary history of Lake Ohrid (FYROM / Albania): interim results from the SCOPSCO deep drilling project 2033–2054. doi:10.5194/bg-14-2033-2017
- Walter, R.C., 1994. Age of Lucy and the first family: single-crystal $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ dating of the Denen Dora and lower Kada Hadar members of the Hadar Formation, Ethiopia. *Geology* 22, 6–10.
- Zanchetta, G., Sulpizio, R., et Di Vito, M.A., 2004. The role of volcanic activity and climate in alluvial fan growth at volcanic areas: An example from southern Campania (Italy). *Sediment. Geol.* 168, 249–280. doi:10.1016/j.sedgeo.2004.04.001
- Zucchelli, M., 2002. I cervidi dell'Acheuleano antico nel Cimitero di Atella (Potenza). *Studi per l'Ecologia del Quaternario* 24, 13–17.

CHAPITRE II

La méthode $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$: principes et applications en archéologie

Liste des illustrations du Chapitre II

Figure 2-1 : Principe de la datation par $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ (Fig. 1, Pereira et al., 2017, annexe 1-5) : a/ Schéma montrant la proportion des différents isotopes du potassium dans la nature, la constante de décroissance de Steiger et Jäger (1977) ainsi que l'équation relative à la décroissance radioactive du ^{40}K en ^{40}Ar . b/ Schéma illustrant la décroissance radioactive du ^{40}K en ^{40}Ar ainsi que l'équation d'âge relative. c/ Schéma illustrant la transformation du ^{39}K en ^{39}Ar résultant de l'activation neutronique. L'équation du facteur de flux J est intégrée dans l'équation d'âge.	119
Figure 2-2 : Principaux matériaux datables par $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ et gamme de temps d'applicabilité associée (modifiée d'après Guillou et al., 2012).	126
Figure 2-3 : Présentation de résultats de mesures $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ par step heating. Exemples de trois spectres d'âges : a) âge plateau concordant (Sasco, 2015, <i>thèse de doctorat</i>) ; b) spectre d'âge discordant en U typique d'un excès d'argon ; c) spectre d'âge discordant typique d'une perte de $^{40}\text{Ar}^*$ due à l'altération pouvant être dû à l'altération de l'échantillon ou à un problème survenu au cours de la mesure.	128
Figure 2-4 : Présentation des résultats de mesures $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ sous la forme de diagrammes de probabilité a) Exemple d'un diagramme de probabilité simple démontrant une unique population de cristaux. L'âge moyen pondéré des cristaux de cette population juvénile est de 1050 ± 55 ka. b) Exemple d'un diagramme multimodal démontrant plusieurs populations de cristaux. La population la plus jeune est dans ce cas représentée uniquement par deux cristaux. L'âge moyen pondéré associé est de 365 ± 19 ka (MSWD : Mean Square Weighted Deviation ; P : probabilité).	129
Figure 2-5 : Présentation des résultats de mesures $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ par diagramme de probabilité et isochrone inverse a) Exemple d'un diagramme de probabilité simple. b) Isochrone inverse associée. Le diagramme de probabilité démontrant une unique population de cristaux tous les points sont situés sur l'isochrone inverse. Dans ce cas le rapport $^{40}\text{Ar}/^{36}\text{Ar}$ calculé par l'isochrone pour t_0 est de $298,8 \pm 9,0$ (2σ), équivalent au rapport $^{40}\text{Ar}/^{36}\text{Ar}$ atmosphérique (Lee et al., 2006). Il n'y a donc pas d'excès de ^{40}Ar dans cet échantillon ..	131
Figure 2-6 : Séparation minéralogique par liqueur dense a) Ajustement de la densité du lithium métatungstate par pesée. b) Tri densimétrique des minéraux par décantation.	132
Figure 2-7 : Effet du nettoyage des cristaux par attaque à l'acide fluorhydrique (HF) a) Minéraux de sanidines vus à la loupe binoculaire avant traitement à l'acide fluorhydrique. b) Sanidines vues à la loupe binoculaire après traitement à l'HF.	132
Figure 2-8 : Préparation des échantillons en vue de l'irradiation. a) exemple d'un disque en aluminium en cours de chargement et emballage. b) Fermeture des disques en aluminium chargés et conditionnement des disques dans du papier aluminium (navette) afin d'être envoyés à l'irradiation.	133
Figure 2-9 : Préparation des échantillons pour la mesure a) Porte échantillon en cuivre au sein duquel sont chargés individuellement les cristaux que l'on souhaite dater. b) Chargement des minéraux après irradiation dans le porte-échantillon en cuivre. c) hublot en ZnSe contenant les échantillons sous ultra-vide.	135
Figure 2-10 : Ligne de purification des gaz et spectromètre de masse VG 5400 du Laboratoire des sciences du climat et de l'environnement.	136
Figure 2-11 : Exemple d'une droite de calibration de la mesure des aliquotes d'air permettant le calcul de la discrimination D. L'axe des abscisses donne le signal d' ^{40}Ar mesuré en Volts et l'axe des ordonnées le rapport $^{40}\text{Ar}/^{36}\text{Ar}$ mesuré.	137
Tableau 2-1 : Liste, âges et références des principaux standards utilisés en $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$. L'âge des standards est dépendant de la valeur de la constante de désintégration du ^{40}K choisie.	124
Tableau 2-2 : Résumé des différentes calibrations (constantes et âges des standards FCs et ACs-2) couramment utilisées dans la littérature.	125
Tableau 2-3 : Flux nominaux de neutrons (ϕ) du tube $\beta 1$ du réacteur OSIRIS (Saclay).	134

Chapitre II : La méthode $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$: principes et applications en archéologie

Le chapitre II est dédié à la méthode $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$. Il se focalise en particulier sur son utilisation pour la datation de sites archéologiques. Ce chapitre est divisé en deux parties : la première présente les principes généraux de la technique ainsi que les différentes approches qu'elle offre, notamment pour l'établissement d'un cadre chronologique des sites archéologiques et séquences géologiques du Quaternaire ; la seconde décrit la méthodologie spécifique que j'ai utilisée au Laboratoire des Sciences du Climat et de l'Environnement, depuis la préparation des échantillons jusqu'à leur analyse par spectrométrie de masse. En 2017, j'ai publié un court article de synthèse sur l'utilisation de la méthode $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ pour les sciences archéologiques dans un fascicule de la revue française *Quaternaire* (Pereira et al., 2017, annexe 1-5) destiné à présenter aux étudiants de master les méthodes et disciplines permettant d'étudier les paléoclimats et paléo-environnements de cette ère géologique. Cet article constitue une présentation synthétique de la méthode $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ sur monocristaux de feldspaths potassiques ainsi que ses avantages et limites pour l'établissement de contextes chronologiques en archéologie. Afin d'illustrer le potentiel de la méthode $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ par fusion laser totale, certains des résultats obtenus au cours de ma thèse sur le site paléolithique inférieur de Notarchirico y sont présentés. Ces résultats sont également intégrés dans un article publié en 2015 dédié entièrement à l'étude de ce gisement (Pereira et al., 2015 ; *Journal of Quaternary Science*) (voir chapitre III, partie Basilicate).

I/ La datation $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$: principes et applications

1. Principes physiques et méthodologiques

1.1 Principe physique général

La méthode $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ est une méthode de datation isotopique dérivée de la méthode $^{40}\text{K}/^{40}\text{Ar}$. Elles sont basées toutes les deux sur la décroissance radioactive d'un des isotopes du potassium, le ^{40}K , qui est un élément radioactif naturel qui décroît suivant le schéma illustré figure 2-1. Les deux produits de cette décroissance sont le $^{40}\text{Ca}^*$ (* : radiogénique) (88,80 %) et l' $^{40}\text{Ar}^*$ (11,20 %) qui est un gaz rare. Le $^{40}\text{Ca}^*$ est très difficile à distinguer du calcium

« commun », très abondant dans la nature, et par conséquent, seule la chaîne de désintégration menant à l' $^{40}\text{Ar}^*$ est utilisée actuellement comme géochronomètre. La demi-vie du ^{40}K (durée au bout de laquelle dans un système clos le nombre initial d'atomes pères est égal au nombre d'atomes fils formés) étant connue ($t_{1/2} = 1.25 \cdot 10^9$ ans, soit une constante de désintégration $\lambda = 5.543 \cdot 10^{-10} \text{ a}^{-1}$ selon Steiger et Jäger, 1977) (Fig. 2-1a et b), il est possible, lorsque l'on connaît la quantité d'atomes « pères » (dans ce cas le ^{40}K) restant au sein d'un minéral en système clos ainsi que la quantité d'atomes « fils » ($^{40}\text{Ar}^*$) formés au cours du temps, de déterminer l'âge de formation de la roche ou des cristaux analysés (voir Equation 1, Fig. 2-1a).

La décroissance radioactive du ^{40}K suit la loi de décroissance radioactive classiquement écrite de la façon suivante :

$$N = N_0 e^{-\lambda t} \quad (\text{Eq. 1})$$

Où N représente le nombre d'atomes parents ^{40}K au temps t, N_0 le nombre d'atomes radioactifs à t_0 et λ la constante de décroissance radioactive).

Connaissant le pourcentage des produits de la décroissance radioactive du ^{40}K (en ^{40}Ca et ^{40}Ar) et les valeurs associées (Fig. 2-1a d'après Steiger et Jäger, 1977), il est possible, grâce à l'équation 2 ci-dessous, de déterminer la quantité d' $^{40}\text{Ar}^*$ radiogénique formée au cours du temps à partir du ^{40}K (NB : dans un système clos).

$$^{40}\text{Ar}^* = \lambda \varepsilon / \lambda_{\text{tot}} ^{40}\text{K} (e^{-\lambda t} - 1) \quad (\text{Eq. 2})$$

où $\lambda \varepsilon$ représente la constante de désintégration du ^{40}K en ^{40}Ar et λ_{tot} représente la constante de désintégration totale du ^{40}K : $\lambda_{\text{tot}} = \lambda_{\alpha} + \lambda_{\beta}$.

En réorganisant l'équation 2, il est alors possible d'obtenir l'équation 3 permettant de déterminer l'âge d'un échantillon :

$$\text{Age}(t) = 1 / \lambda_{\text{tot}} \ln (^{40}\text{Ar}^* / ^{40}\text{K} (\lambda_{\text{totale}} / \lambda \varepsilon) + 1) \quad (\text{Eq. 3})$$

Aujourd'hui, trois constantes de désintégration totale du ^{40}K peuvent être trouvées dans la littérature. Selon celle utilisée, l'âge obtenu peut varier de $\pm 0,6$ %. Il convient, si l'on souhaite comparer des âges reportés dans la littérature, de bien vérifier quelle constante a été utilisée et de si besoin, recalculer ces âges avec une même constante de désintégration.

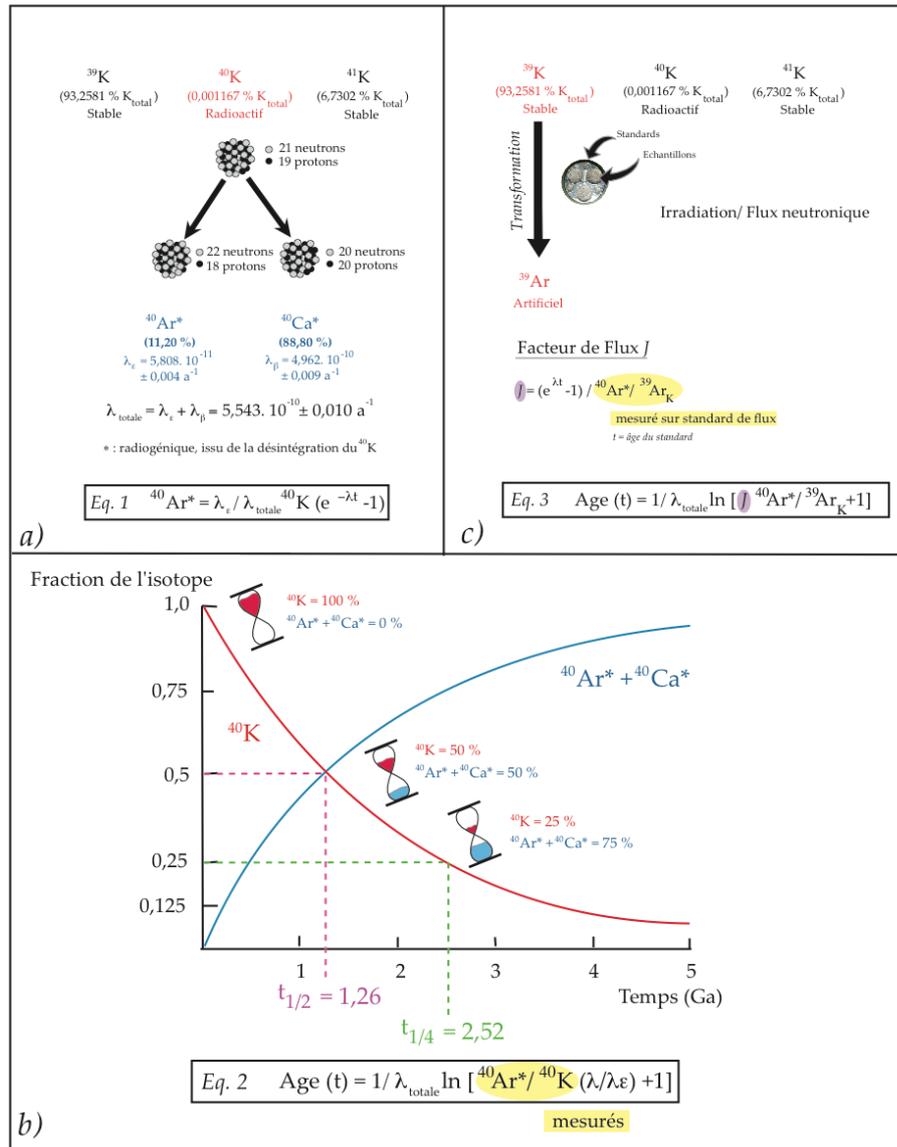


Figure 2-1 : Principe de la datation par $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ (Fig. 1, Pereira et al., 2017, annexe 1-5) : a/ Schéma montrant la proportion des différents isotopes du potassium dans la nature, la constante de décroissance de Steiger et Jäger (1977) ainsi que l'équation relative à la décroissance radioactive du ^{40}K en ^{40}Ar . b/ Schéma illustrant la décroissance radioactive du ^{40}K en ^{40}Ar ainsi que l'équation d'âge relative. c/ Schéma illustrant la transformation du ^{39}K en ^{39}Ar résultant de l'activation neutronique. L'équation du facteur de flux J est intégrée dans l'équation d'âge.

Ci-dessous j'ai indiqué les trois constantes de désintégration du ^{40}K trouvées dans la littérature:

Steiger et Jäger (1977)

Min et al. (2000)

Renne et al. (2011)

$$\lambda = 5,5305 \cdot 10^{-10} \text{ a}^{-1}$$

$$\lambda\beta = 4,9548 \pm 0,0134 \cdot 10^{-10} \text{ a}^{-1}$$

$$\lambda\varepsilon = 5,757 \pm 0,016 \cdot 10^{-11} \text{ a}^{-1}$$

$$\lambda = 5,4755 \cdot 10^{-10} \text{ a}^{-1}$$

$$\lambda\beta = 4,8440 \pm 0,099 \cdot 10^{-10} \text{ a}^{-1}$$

$$\lambda\varepsilon = 5,800 \pm 0,014 \cdot 10^{-11} \text{ a}^{-1}$$

$$\lambda = 5,5305 \cdot 10^{-10} \text{ a}^{-1}$$

$$\lambda\beta = 4,9548 \pm 0,013 \cdot 10^{-10} \text{ a}^{-1}$$

$$\lambda\varepsilon = 5,757 \pm 0,016 \cdot 10^{-11} \text{ a}^{-1}$$

Incertitude : 3,00 % (2σ)

Incertitude : 4,20 % (2σ)

Incertitude : 0,36 % (2σ)

1.2 Mesure du ^{40}K (élément père)

Contrairement à la méthode $^{40}\text{K}/^{40}\text{Ar}$, la méthode $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ ne nécessite pas la mesure directe du ^{40}K . En effet, les échantillons sont soumis avant analyse par spectrométrie de masse à un flux neutronique dans un réacteur nucléaire. Au cours de cette irradiation, une proportion quantifiable du ^{39}K qui est un autre isotope naturel du potassium, est transformée en $^{39}\text{Ar}^*$ (isotope artificiel de l'argon) par capture électronique ($^{39}\text{K}(n,p)^{39}\text{Ar}^*$, Merrihue & Turner, 1966). Les abondances relatives dans la nature des différents isotopes du potassium étant constantes et bien connues (^{39}K : 93,2581 % ; ^{40}K : 0,01167 % et ^{41}K : 6,7302 %, Garner et al., 1975), la teneur en $^{39}\text{Ar}^*$ mesurée dans un échantillon reflète la quantité d' ^{39}K de ce dernier et est donc proportionnelle à la quantité d'élément père (^{40}K) présente dans l'échantillon. Grâce à cette irradiation, il devient ainsi possible, en une seule mesure par spectrométrie de masse, de quantifier le rapport $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ qui est directement proportionnel au rapport $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{K}$ (donc de l'âge) de l'échantillon. Cette approche permet de réduire les incertitudes analytiques, le dosage du ^{40}K en $^{40}\text{K}/^{40}\text{Ar}$ étant limité techniquement à une précision de 1%.

1.3 Mesure de la quantité d' $^{40}\text{Ar}^*$ présente dans un échantillon (élément fils)

La quantité d' $^{40}\text{Ar}^*$ dans un échantillon est déterminée grâce à la mesure du rapport $^{40}\text{Ar}/^{36}\text{Ar}$ dans celui-ci. Lors du refroidissement de la roche ou des minéraux qui la constituent juste après l'éruption (t_0), ce rapport correspond idéalement au rapport atmosphérique ($\text{Ar}_{\text{initial}} = 298,56$; Lee et al., 2006). L' ^{36}Ar étant un isotope « stable » et l' $^{40}\text{Ar}^*$ se formant par décroissance du ^{40}K , le rapport $^{40}\text{Ar}/^{36}\text{Ar}$ va par conséquent augmenter avec le temps dans la roche ou le minéral considéré. La différence entre le rapport $^{40}\text{Ar}/^{36}\text{Ar}_{\text{total}}$ mesuré dans l'échantillon et le rapport atmosphérique (mesuré dans le spectromètre à partir de l'air ambiant $\text{Ar}_{\text{initial}}$) permet de calculer la quantité d' $^{40}\text{Ar}^*$ formée depuis la cristallisation (Eq. 4).

$$^{40}\text{Ar}^* = ^{40}\text{Ar}_{\text{total}} - ^{40}\text{Ar}_{\text{initial}} \quad (\text{Eq. 4})$$

La correction d' $^{40}\text{Ar}_{\text{initial}}$, c'est à dire d' ^{40}Ar présent dans le minéral ou roche lors de la cristallisation, est faite en supposant qu'à t_0 la proportion du rapport $^{40}\text{Ar}/^{36}\text{Ar}$ était bien atmosphérique ($^{40}\text{Ar}/^{36}\text{Ar} = 298,56$, Lee et al., 2006). Par conséquent, pour calculer l' $^{40}\text{Ar}^*$, il suffit de soustraire $298,56 * ^{36}\text{Ar}$ à l' $^{40}\text{Ar}_{\text{total}}$ mesuré. La quantité d' ^{40}Ar restant à partir de ce calcul est connue sous le nom de "pourcentage d'argon radiogénique". A la différence du $^{40}\text{K}/^{40}\text{Ar}$, la méthode $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ permet ainsi de vérifier qu'il n'y avait pas d'excès d'argon (non

atmosphérique) piégé dans l'échantillon à t_0 par le biais des isochrones (inverse ou normale, voir ci-dessous).

1.4 Réactions d'interférences

Lors de l'irradiation, des réactions dites « d'interférences » ont lieu et entraînent la production non désirée d'isotopes de l'argon à partir de divers isotopes du calcium et du potassium (McDougall et Harrison, 1999). Ces isotopes d'interférences doivent être quantifiés lors de la mesure en même temps que l' $^{40}\text{Ar}^*$, l' ^{39}Ar et l' ^{36}Ar afin de corriger ces effets.

Les principales réactions d'interférence qu'il faut prendre en compte sont les suivantes :

- $^{40}\text{Ca} (n, n\alpha) ^{36}\text{Ar}$ $t_{1/2} = 35,1$ jours
- $^{40}\text{Ca} (n, n\alpha) ^{37}\text{Ar}$
- $^{42}\text{Ca} (n, \alpha) ^{39}\text{Ar}$
- $^{40}\text{K} (n, p) ^{40}\text{Ar}$
- $^{35}\text{Cl} (n, \gamma) ^{36}\text{Cl} \rightarrow ^{36}\text{Ar}$ (négligeable) $t_{1/2} = 3,0 \cdot 10^5$ ans
- $^{37}\text{Cl} (n, \gamma) ^{38}\text{Cl} \rightarrow ^{38}\text{Ar}$ (négligeable) $t_{1/2} = 37,3$ minutes

Les réactions $^{42}\text{Ca}(n, \alpha) ^{39}\text{Ar}$ ou $^{40}\text{Ca}(n, \alpha) ^{36}\text{Ar}$ sont importantes, car elles créent des surplus en ^{39}Ar et en ^{36}Ar respectivement dans l'échantillon (Brereton, 1970). La quantification de la valeur d' ^{37}Ar , isotope uniquement produit à partir du calcium au moment de l'irradiation, est utile pour quantifier les réactions d'interférence produisant de l' ^{39}Ar et ^{36}Ar lors de l'irradiation. Dans le cas où l'on souhaite dater des minéraux associés à une faible concentration en calcium, notamment les feldspaths potassiques, le rapport K/Ca dans les minéraux mesurés sera alors élevé et les corrections liées aux isotopes interférents produits par le calcium seront très faibles. La quantité d' ^{37}Ar contenue dans l'échantillon sera alors peu importante. À l'inverse lorsque l'on souhaite dater par $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ des échantillons riches en calcium, comme des plagioclases ou les roches basaltiques, les corrections liées au calcium sont primordiales (McDougall, 2013). Le temps de demi-vie de l' ^{37}Ar étant très court (~ 35 jours, Stoenner et al., 1965), il est important pour ce type de matériau de mesurer l'échantillon en moins de six mois après l'irradiation pour pouvoir quantifier l' ^{37}Ar de façon précise. Afin de corriger ces isotopes d'interférences, des sels de calcium purs comme la fluorine (CaF_2) sont régulièrement irradiés et analysés pour connaître les rapports $(^{37}\text{Ar}/^{39}\text{Ar})_{\text{Ca}}$, $(^{36}\text{Ar}/^{37}\text{Ar})_{\text{Ca}}$ produits lors de l'irradiation. De plus, afin de corriger la teneur en ^{40}Ar formée lors de l'irradiation (réaction $^{40}\text{K}(n, p) ^{40}\text{Ar}$) en raison de la présence de neutrons thermiques (flux

variable d'un réacteur à l'autre), des sels de potassium (KF ou K₂SO₄) sont également régulièrement irradiés et mesurés.

La réaction permettant de calculer la teneur d'³⁶Ar formée par la réaction d'interférence ⁴⁰Ca (n, nα) ³⁶Ar est la suivante :

$${}^{36}\text{Ar}_N = {}^{36}\text{Ar}_{\text{tot}} - {}^{37}\text{Ar}_{\text{Ca}} ({}^{36}\text{Ar} / {}^{37}\text{Ar})_{\text{Ca}} \quad (\text{Eq. 5})$$

où *N* correspond à la valeur nucléogénique à corriger.

La réaction permettant de calculer la teneur d'⁴⁰Ar formée par la réaction d'interférence ⁴⁰K (n, p) ⁴⁰Ar est la suivante :

$${}^{40}\text{Ar}_N = {}^{40}\text{Ar}_{\text{tot}} - {}^{39}\text{Ar}_K ({}^{40}\text{Ar} / {}^{39}\text{Ar})_K \quad (\text{Eq. 6})$$

Finalement, l'équation permettant de déterminer la valeur d'³⁹Ar induit par la réaction d'interférence ⁴²Ca (n, α) ³⁹Ar est la suivante :

$${}^{39}\text{Ar}_N = [{}^{37}\text{Ar}_{\text{tot}} - {}^{39}\text{Ar}_{\text{tot}} ({}^{37}\text{Ar} / {}^{39}\text{Ar})_K] / ({}^{37}\text{Ar} / {}^{39}\text{Ar})_{\text{Ca}} - ({}^{37}\text{Ar} / {}^{39}\text{Ar})_K \quad (\text{Eq. 7})$$

$$\text{Où } {}^{37}\text{Ar}_{\text{Ca}} = {}^{39}\text{Ar}_{\text{Ca}} ({}^{37}\text{Ar} / {}^{39}\text{Ar})_{\text{Ca}}, {}^{37}\text{Ar}_K = {}^{37}\text{Ar}_{\text{tot}} - {}^{37}\text{Ar}_{\text{Ca}} \text{ et } {}^{39}\text{Ar}_K = {}^{39}\text{Ar}_{\text{tot}} - {}^{39}\text{Ar}_{\text{Ca}}$$

La plupart des réacteurs nucléaires utilisés pour irradier les échantillons en ⁴⁰Ar/³⁹Ar sont équipés d'un blindage en cadmium dans le but d'absorber une partie des neutrons thermiques et ainsi limiter la réaction d'interférence menant à la production d'⁴⁰Ar (⁴⁰K(n, p) ⁴⁰Ar).

1.5 Recul de l'³⁹Ar_K et ³⁷Ar_{Ca}

La réaction ³⁹K (n, p) ³⁹Ar lors de l'irradiation étant uniquement liée à des neutrons de hautes énergies dits « rapides » (i.e. <1,3 MeV), les neutrons qui ont des énergies supérieures vont créer des atomes d'³⁹Ar dans un état excité. L'énergie résiduelle cinétique correspondante sera ensuite perdue par l'atome d'³⁹Ar par un phénomène dit de « recul ». La distance de recul va dépendre de la densité des matériaux analysés et du réacteur utilisé (chaque réacteur ayant un spectre énergétique des neutrons rapides qui lui est propre). Ce recul entraîne donc une redistribution et/ou une perte d'une partie de l'³⁹Ar formé, ce qui a pour première conséquence l'obtention d'un âge trop vieux. Ce problème devient critique pour la datation de minéraux de petite taille (< 50 μm), comme les minéraux argileux, ou pour la datation de minéraux ayant un rapport surface sur volume très important, comme les micas (Paine et al., 2006) ou les verres

volcaniques très fins. Lorsque le rapport Ca/K des échantillons est élevé, notamment dans le cas des amphiboles, une perte d' $^{37}\text{Ar}_{\text{Ca}}$ par recul peut également se produire pour des cristaux de petites tailles ($< 50 \mu\text{m}$), en raison des interférences produites par le calcium lors de l'irradiation. Cela peut avoir pour conséquence de sous-corriger l' $^{39}\text{Ar}_{\text{K}}$ mesuré et ainsi rajeunir l'âge de l'échantillon (à l'inverse du recul de l' ^{39}Ar , Jourdan et al., 2007). Lorsque les minéraux contiennent une quantité faible de calcium, ce qui est le cas des minéraux que j'ai datés au cours de ma thèse, cet effet de recul est négligeable pour des minéraux de taille supérieure à $10 \mu\text{m}$ (Jourdan et al., 2007).

2. Standardisation et constantes de désintégration

2.1 Les standards de flux

Afin de déterminer le flux de neutrons et donc le rendement de la réaction entre ^{39}K et $^{39}\text{Ar}_{\text{K}}^*$, il est nécessaire de co-irradier des cristaux « standards » d'âge connu avec les échantillons que l'on souhaite analyser. Ce facteur de conversion est classiquement nommé J . Pour le quantifier, il est nécessaire de mesurer la composition en argon du standard, c'est-à-dire le rapport $^{40}\text{Ar}^*/^{39}\text{Ar}_{\text{K}}$ de ce dernier :

$$J = (e^{-\lambda t} - 1) / ^{40}\text{Ar}^*/^{39}\text{Ar}_{\text{K}} \quad (\text{Eq. 8})$$

J est ensuite intégré à l'équation 3 afin de calculer l'âge de l'échantillon (Eq. 9) :

$$\text{Age}(t) = 1/\lambda_{\text{tot}} \ln (J ^{40}\text{Ar}^*/^{39}\text{Ar}_{\text{K}} + 1) \quad (\text{Eq. 9})$$

Il existe de nombreux standards, les plus communément utilisés pour la datation d'échantillons plio-pléistocènes étant *Alder Creek sanidine* (ACs-2, ~1.19 Ma), *Fish Canyon sanidine* (FCs ~28.21 Ma) et plus rarement *Ga1550 biotite* (~ 97.9 Ma) (Tableau. 2-1). La valeur du rapport $^{40}\text{Ar}^*/^{39}\text{Ar}$ mesuré après irradiation est fonction de la place du standard dans le porte-échantillons. Comme un âge $^{40}\text{Ar}^*/^{39}\text{Ar}$ est un âge relatif, l'âge obtenu n'est donc pas indépendant du standard utilisé. Plus l'âge du standard choisi est proche de l'âge de l'échantillon, plus le rapport $^{40}\text{Ar}^*/^{39}\text{Ar}_{\text{K}}$ mesuré sur le standard sera proche de celui de l'échantillon et connu précisément, ce qui optimisera l'une des sources d'incertitude. Il est

donc nécessaire de bien estimer l'âge de l'échantillon que l'on souhaite dater avant l'analyse mais aussi de connaître de façon la plus précise et juste possible l'âge du standard. Les standards couramment utilisés en $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ sont regroupés dans le Tableau 2-1 extrait de Guillou et al., 2012. Les âges $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ étant dépendants de la justesse et précision des standards de flux utilisés, de nombreuses études depuis 2005 ont eu pour objectif l'amélioration de la détermination de l'âge absolu de ces derniers, en particulier les âge d'ACs-2 et FCs qui sont les plus largement utilisés (Nomade et al., 2005 ; Kuiper et al., 2008 ; Rivera et al., 2013 ; Phillips et Matchan, 2013 ; Jicha et al., 2016 ; Niespolo et al., 2017).

Nom	Minéral	Age (Ma)	Référence
Hb-3gr	Horneblende	1 072 ± 11	Turner et al., 1971
MMhb-1	Horneblende	520, 4 ± 1,7	Samson et Alexander, 1987
LP-6	Biotite	127,9 ± 1,1	Odin et al., 1982
SB-2	Biotite	162,1 ± 2,0	Dalrymple et al., 1981
GA-1550	Biotite	97,9 ± 0,9	McDougall et al., 1974
B4M	Muscovite	18,6 ± 0,4	Flisch, 1982
B4B	Biotite	17,3 ± 0,2	Flisch, 1982
FCs	Sanidine	28,02 ± 1,9	Renne et al., 1998b
ACs-2	Sanidine	1,193 ± 0,01	Nomade et al., 2005

Tableau 2-1 : Liste, âges et références des principaux standards utilisés en $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$. L'âge des standards est dépendant de la valeur de la constante de désintégration du ^{40}K choisie.

Le tableau 2-2 synthétise les différents âges proposés dans la littérature pour ces standards de flux. Les différences sur les âges absolus des standards et leurs impacts sur les âges calculés restent dans une gamme de variation de l'ordre de 1% (i.e. < 10 ka pour un échantillon de moins de 1 Ma). J'ai choisi dans le cadre de ma thèse de calculer l'ensemble des âges $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ en utilisant un âge de 1,193 Ma pour le standard ACs-2 (Nomade et al., 2005) et la constante de désintégration totale de Steiger et Jäger (1977) (voir les raisons expliquées ci-dessous). Le Tableau 2-2 permet au lecteur de se rendre compte de la complexité actuelle de la standardisation des âges $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ et par conséquent de la nécessité pour la communauté $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ de rapidement choisir l'une ou l'autre des propositions existantes.

Références	Renne et al., 1998	Nomade et al., 2005	Kuiper et al., 2008	Renne et al., 2011	Rivera et al., 2013
λ ^{40}K (a^{-1})	$5,543 \cdot 10^{-10} \text{ a}^{-1}$	$5,543 \cdot 10^{-10} \text{ a}^{-1}$	$5,4755 \cdot 10^{-10} \text{ a}^{-1}$	$5,5305 \cdot 10^{-10} \text{ a}^{-1}$	$5,4755 \cdot 10^{-10} \text{ a}^{-1}$
σ λ ^{40}K % (2 σ)	3,00%	3,00%	4,20%	0,36%	4,20%
R FCs/ACs	0,04229	0,0423	0,04229	0,04229	0,041754
2 σ	0,00012	0,00012	0,00012	0,00012	0,00003
Age FCs (Ma)	28,02	28,02	28,201	28,294	28,172
2 σ (Ma)	0,28	0,28	0,046	0,036	0,018
Age ACs (Ma)	1,194	1,194	1,201	1,2056	1,185
2 σ (Ma)	0,014	0,001	0,001	0,0019	0,0016
Spectromètre utilisé	MAP 215	VG 5400	MAP 215	MAP 215	Noblesse

Références	Phillips et Matchan, 2013	Jicha et al., 2016	Niespolo et al., 2016	Niespolo et al., 2016
λ ^{40}K (a^{-1})	$5,4755 \cdot 10^{-10} \text{ a}^{-1}$	$5,4755 \cdot 10^{-10} \text{ a}^{-1}$	$5,4755 \cdot 10^{-10} \text{ a}^{-1}$	$5,5305 \cdot 10^{-10} \text{ a}^{-1}$
σ λ ^{40}K % (2 σ)	4,20%	4,20%	4,20%	0,36%
R FCs/ACs	0,04175	0,04176	0,04229	0,04229
2 σ	0,00003	0,000008	0,00012	0,00012
Age FCs (Ma)	28,01	28,201	28,201	28,294
2 σ (Ma)	0,28	0,046	0,046	0,036
Age ACs (Ma)	1,178	1,1864	1,1848	1,1891
2 σ (Ma)	0,002	0,0003	0,0006	0,0008
Spectromètre utilisé	ARGUS VI	Noblesse	Nexus/ MAP 1 /Noblesse	Nexus/ MAP 1 /Noblesse

	Steiger et Jäger, 1977
	Min et al., 2000
	Renne et al., 2011

Tableau 2-2 : Résumé des différentes calibrations (constantes et âges des standards FCs et ACs-2) couramment utilisées dans la littérature.

2.2 La constante de désintégration du ^{40}K

Comme dit précédemment, trois constantes de désintégration totale du ^{40}K (i.e. λ) sont couramment utilisées dans la littérature : celles de Steiger et Jäger (1977), Min et al. (2000) et Renne et al. (2011). Si les deux premières sont issues des mesures directes de la désintégration du ^{40}K , celle publiée par Renne et al., (2011), plus précise (0,36 % contre 3,00 et 4,20 % pour les deux autres) a été calculée par comparaison d'âges $^{238}\text{U}/^{206}\text{Pb}$ et $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ obtenus pour les mêmes roches. La constante de désintégration de ^{238}U étant mieux connue et plus précise que celle du ^{40}K , elle a servi de référence à Renne et al. (2011) pour faire une optimisation mathématique des valeurs les plus probables pour la constante de désintégration du ^{40}K et de l'âge du standard FCs. Même si la constante de désintégration de Min et al (2000) est recommandée par la Geological Time Scale 2012 (Schmitz, 2012), elle reste la moins précisément connue et aucun consensus officiel n'existe malheureusement dans la communauté des géosciences.

Comme déjà dit dans le préambule, j'ai choisi d'utiliser dans ce travail la constante de désintégration de Steiger et Jäger (1977) et un âge de 1,193 Ma pour le standard ACs-2 pour calculer l'âge de tous les échantillons, car la plupart des données chronologiques $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ en Italie dans les domaines de la volcanologie et de l'archéologie ont été calculées en utilisant ces paramètres. Il est possible, grâce aux données mentionnées dans le tableau 2-2, de recalculer

les âges obtenus avec d'autres calibrations (constante ou standard) en utilisant la valeur de R indiquée par chacune des standardisations dans le tableau 2-2.

2.3 Matériaux datables et gamme de temps d'application

La méthode $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ est l'une des méthodes de datation les plus précises existantes à l'heure actuelle (< 1-5% de précision selon la gamme de temps et les échantillons étudiés).

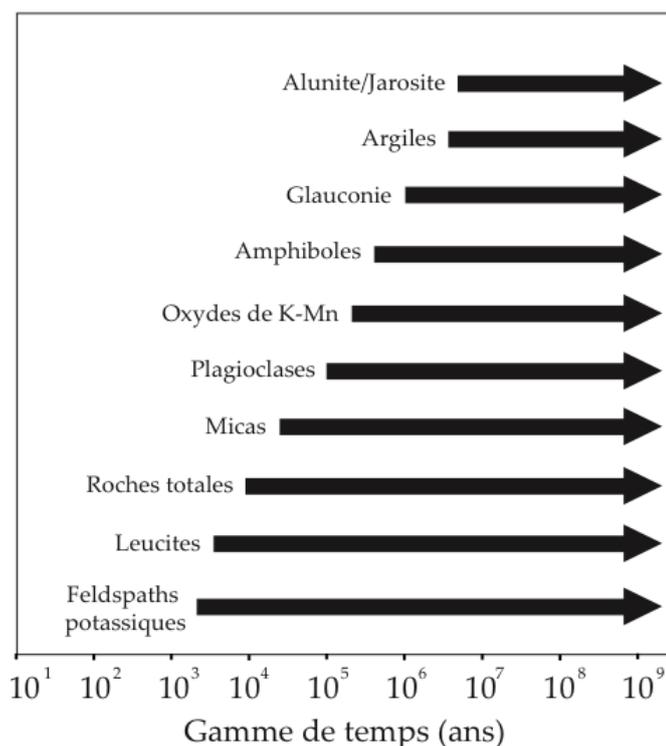


Figure 2-2 : Principaux matériaux datables par $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ et gamme de temps d'applicabilité associée (modifiée d'après Guillou et al., 2012).

Bien qu'elle soit largement utilisée pour dater des roches volcaniques, cette méthode peut également s'appliquer aux roches métamorphiques, plutoniques, sédimentaires (argiles, évaporites, cryptomélanes) ou hydrothermales (alunites, jarosite) pour peu qu'elles ne soient pas altérées, qu'elles soient riches en potassium et capables de retenir en leur sein l'argon formé par désintégration du potassium (Fig. 2-2). Grâce au temps de demi-vie très long du ^{40}K , il est possible d'utiliser cette technique sur une gamme d'âge étendue, allant de la naissance du système solaire (4.568 Ga) à quelques milliers d'années seulement, comme l'éruption plinienne du Vésuve de 79AD (datée par Renne et al. (1997) de 1925 ± 94 ans)). Cette technique est donc applicable à la totalité de la période quaternaire à l'exclusion des roches datant de

l'Holocène et pauvres en potassium. Comme pour toutes les méthodes isotopiques, une datation $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ et/ou $^{40}\text{K}/^{40}\text{Ar}$ est cependant soumise à un certain nombre de conditions requises pour être valide :

- Lors de l'éruption volcanique et de la solidification du magma (= instant t_0) que l'on cherche à dater, l'argon piégé doit être uniquement atmosphérique et la valeur du rapport $^{40}\text{Ar}/^{36}\text{Ar}$ de l'échantillon doit être équivalente à celle de ce rapport dans l'atmosphère (298,56, Lee et al., 2006), le gaz contenu dans le minéral ou de la mésostase s'équilibrant avant clôture du système avec l'atmosphère.
- Une fois cristallisée la mésostase ou le cristal étudié ne doivent pas avoir été re-chauffés et/ou altérés, car cela peut entraîner des pertes de ^{40}K et/ou d' $^{40}\text{Ar}^*$.

3. Mesures et présentations de résultats

Il existe différentes approches pour dater une roche et/ou des minéraux par la méthode $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$. Les plus couramment utilisées sont le chauffage par étape de chauffage (« *step-heating* ») préféré pour la datation de laves (Guillou et al., 2017) et la fusion laser totale de monocristaux, privilégiée pour la datation des dépôts pyroclastiques. Cette dernière a été pour la première fois testée par LoBello et al., en 1987 pour des roches pléistocènes puis très vite en archéologie (e.g. Deino et Potts, 1992).

3.1 « Step heating »

La méthode du « *step-heating* » ou chauffage par étapes peut être réalisée grâce à un four ou par l'intermédiaire d'un laser CO_2 défocalisé dont on fait varier la puissance. Les différentes étapes de l'analyse sont caractérisées par une augmentation régulière de la température de chauffe de l'échantillon qui permet d'extraire les gaz de façon progressive. A chaque étape, les isotopes de l'argon (^{40}Ar , ^{39}Ar , ^{38}Ar , ^{37}Ar , ^{36}Ar) sont mesurés, ce qui permet de calculer un âge pour chaque étape. Les données sont ensuite présentées sous la forme d'un spectre d'âge (Fig. 2-3).

Cette technique permet notamment de mettre en évidence la potentielle perte d' ^{40}Ar due à l'altération, les âges des étapes de basses températures étant alors plus jeunes que ceux des étapes de plus hautes températures (voir Fig 2-3). Dans le cas d'un spectre concordant (Fig. 2-3a), la pente du plateau obtenu est généralement nulle et la moyenne de toutes les étapes

donne un âge moyen pondéré à l'échantillon analysé. On parle alors d'âge plateau concordant. Parfois, les spectres obtenus peuvent être discordants (Fig. 2-3b et c). Ils sont alors le résultat soit d'un excès d'argon (Fig. 2-3b), soit d'une perte d'argon radiogénique (Fig. 2-3c) ou peuvent être le résultat du recul de l' ^{39}Ar et/ou du ^{37}Ca . Le calcul d'un âge dans le cas d'un excès d'argon est difficile. Il reste alors cependant possible malgré tout de calculer dans certains cas un âge grâce à l'approche par isochrone (voir ci-dessous). Le lecteur notera que le calcul d'un âge plateau nécessite qu'à t_0 le rapport $^{40}\text{Ar}/^{36}\text{Ar}$ initial soit atmosphérique.

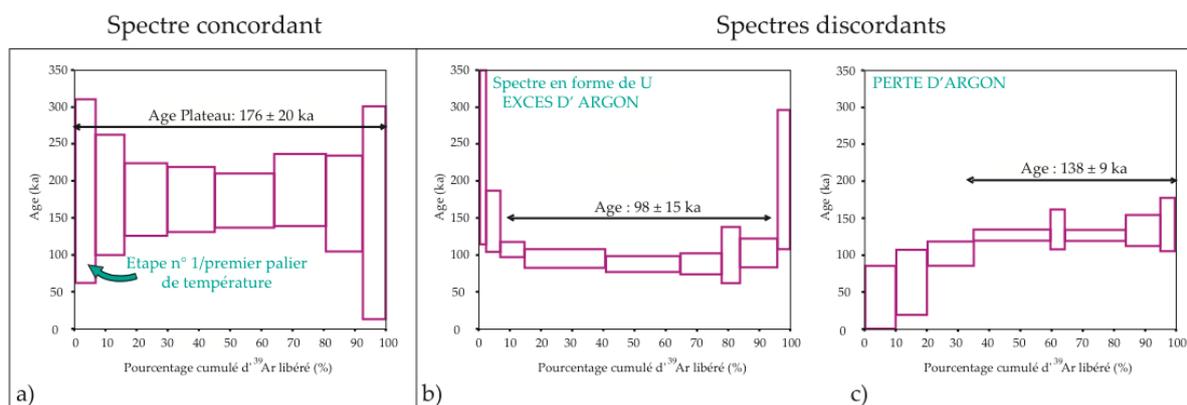


Figure 2-3 : Présentation de résultats de mesures $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ par step heating. Exemples de trois spectres d'âges : a) âge plateau concordant (Sasco, 2015, thèse de doctorat) ; b) spectre d'âge discordant en U typique d'un excès d'argon ; c) spectre d'âge discordant typique d'une perte d' $^{40}\text{Ar}^*$ due à l'altération pouvant être dû à l'altération de l'échantillon ou à un problème survenu au cours de la mesure.

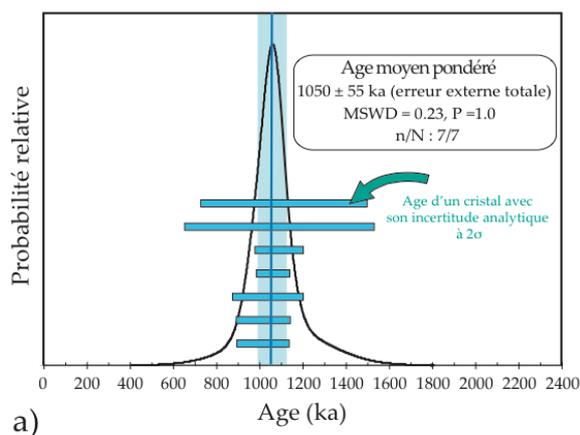
Un âge plateau est considéré comme valable si plus de 50% du gaz extrait démontre un âge statistiquement homogène. Il est également possible grâce aux nouveaux spectromètres de masse multicollecteurs à haute sensibilité de faire du « *step-heating* » sur monocristaux d'âge pléistocène supérieur (e.g. Giaccio et al., 2017).

3.2 Fusion laser totale de monocristaux

Dans le cas de l'étude de dépôts volcaniques issus d'éruptions explosives, l'approche par fusion laser totale individuelle de monocristaux présente l'avantage de permettre l'identification éventuelle de minéraux plus anciens remaniés (i.e. xénocristaux, Lo Bello et al., 1997). Ces cristaux sont généralement incorporés au magma au moment de l'éruption et ne sont donc pas, et/ou seulement partiellement, remis à zéro du point de vue du chronomètre $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$. Les principaux minéraux pouvant être datés selon cette approche sont, pour le Quaternaire, les feldspaths et feldspathoïdes (sanidines, leucites) riches en potassium. Plus rarement, en l'absence de tels cristaux dans le niveau étudié, il est également possible de dater

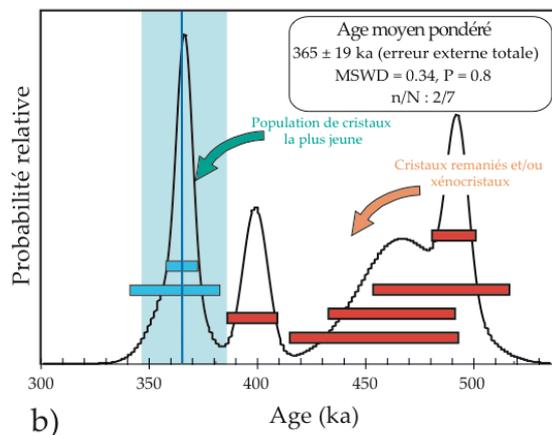
des biotites, des amphiboles et des plagioclases, mais les âges obtenus sont moins précis en raison de la moindre quantité de potassium présente dans ces minéraux et des corrections liées à la présence de calcium dans le cas de l'amphibole. Des âges trop vieux sur des biotites sont également parfois reportés en raison d'excès d'argon (e.g. Salisbury et al., 2011). Un minimum de 10 à 15 cristaux, d'une taille variant entre 1 mm et 300 μm , est généralement nécessaire pour dater avec confiance un niveau pyroclastique ou un téphra d'âge pléistocène afin de détecter la présence d'éventuels xénocristaux. Les âges individuels obtenus pour les cristaux sont présentés sous forme de diagramme de probabilité (Deino & Potts, 1990 ; exemple Fig. 2-4).

Diagramme de probabilité simple



a)

Diagramme de probabilité multimodal



b)

Figure 2-4 : Présentation des résultats de mesures $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ sous la forme de diagrammes de probabilité a) Exemple d'un diagramme de probabilité simple démontrant une unique population de cristaux. L'âge moyen pondéré des cristaux de cette population juvénile est de 1050 ± 55 ka. b) Exemple d'un diagramme multimodal démontrant plusieurs populations de cristaux. La population la plus jeune est dans ce cas représentée uniquement par deux cristaux. L'âge moyen pondéré associé est de 365 ± 19 ka (MSWD : Mean Square Weighted Deviation ; P : probabilité).

L'âge et l'incertitude pour chaque minéral sont représentés sous forme de barres (Fig. 2-4). Deux types de diagrammes peuvent être obtenus : 1) un diagramme de probabilité simple montrant une unique population de cristaux (Fig. 2-4a) ; 2) un diagramme de probabilité multimodal (plusieurs populations de cristaux) signalant un mélange entre des minéraux juvéniles (provenant de l'éruption) et des xénocristaux plus anciens (Fig. 2-4b).

Dans le cas d'un diagramme de probabilité avec un seul mode, l'âge de l'éruption est calculé comme étant la moyenne pondérée des âges individuels mesurés. Dans le cas plus complexe de la présence de xénocristaux, c'est la population de cristaux la plus jeune qui est utilisée pour calculer l'âge de l'éruption, s'il s'agit d'un dépôt primaire, ou du matériel volcanique le plus

jeune remanié. Dans ce dernier cas l'âge calculé correspond à l'âge minimum du dépôt sédimentaire dans lequel ce matériel volcanique a été trouvé.

3.3 Utilisation des diagrammes isochrones

Afin de vérifier si lors de l'éruption que l'on cherche à dater, les minéraux et/ou roches analysés se sont équilibrés avec l'atmosphère et n'ont pas été contaminés par de l' ^{40}Ar non radiogénique, on utilise l'approche par diagrammes isochrones. L'isochrone normale est un diagramme présentant les rapports $^{36}\text{Ar}/^{40}\text{Ar}$ en abscisses et $^{39}\text{Ar}/^{36}\text{Ar}$ en ordonnées. Ce type d'isochrone est très peu utilisé. Le plus souvent on choisit d'utiliser l'isochrone inverse présentée figure 2-5. Le graphique d'isochrone inverse est défini en abscisses par le rapport $^{39}\text{Ar}/^{40}\text{Ar}$ de l'échantillon daté et en ordonnées par le rapport $^{36}\text{Ar}/^{40}\text{Ar}$ correspondant. La pente de l'isochrone est fonction du rapport $^{40}\text{Ar}^*/^{39}\text{Ar}$ et donc de l'âge. L'intersection à l'axe des ordonnées dans le cas d'une isochrone inverse correspond à l'inverse du rapport $^{40}\text{Ar}/^{36}\text{Ar}$ initial, donc à t_0 (fermeture du système = éruption). Il est ainsi possible de vérifier qu'à t_0 le rapport $^{40}\text{Ar}/^{36}\text{Ar}$ initial était équivalent au rapport atmosphérique (i.e. 298,56). Si le rapport $^{40}\text{Ar}/^{36}\text{Ar}$ initial est statistiquement au-dessus du rapport atmosphérique, cela suggère dans l'échantillon la présence d'argon non radiogénique (qui est donc en excès !). Dans un tel cas, il peut être néanmoins possible, dans les cas simples, de calculer l'âge de l'échantillon, car dans le cas des isochrones, contrairement à ce qui se passe lors du calcul d'âge plateau, le rapport initial $^{40}\text{Ar}/^{36}\text{Ar}$ n'est pas fixe mais utilise celui donné par l'isochrone. Il a ainsi été observé dans des obsidiennes des rapports initiaux $^{40}\text{Ar}/^{36}\text{Ar}$ en dessous du rapport atmosphérique (sous atmosphérique) (e.g. Morgan et al., 2009). Il s'agit dans ce cas particulier d'un fractionnement cinétique ayant lieu lors d'un refroidissement rapide de la roche. Ceci est le résultat d'une vitesse de diffusion plus importante de l' ^{36}Ar (plus léger) dans l'échantillon par rapport à l' ^{40}Ar et l' ^{38}Ar qui lors d'un refroidissement très rapide rentrera préférentiellement dans ce dernier au détriment de l' ^{38}Ar et de l' ^{40}Ar . La datation par isochrone permet d'obtenir un âge valide pour ce type de cas. L'approche par isochrone peut être utilisée aussi bien pour une mesure par paliers de chauffage que pour les mesures sur monocristaux. Chaque point sur l'isochrone correspond alors à une étape ou à un monocristal.

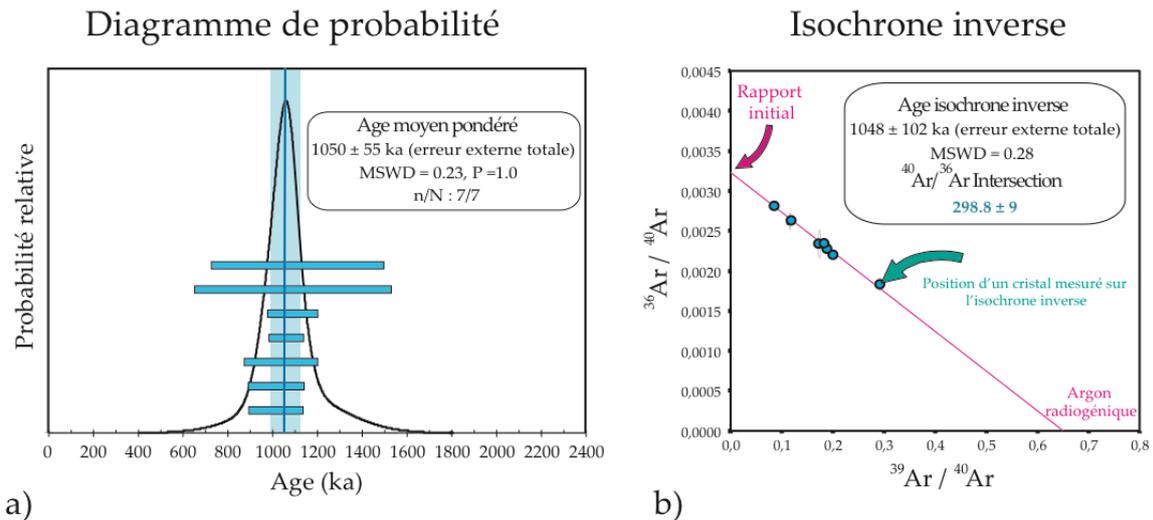


Figure 2-5 : Présentation des résultats de mesures $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ par diagramme de probabilité et isochrone inverse a) Exemple d'un diagramme de probabilité simple. b) Isochrone inverse associée. Le diagramme de probabilité démontrant une unique population de cristaux tous les points sont situés sur l'isochrone inverse. Dans ce cas le rapport $^{40}\text{Ar}/^{36}\text{Ar}$ calculé par l'isochrone pour t_0 est de $298,8 \pm 9,0$ (2σ), équivalent au rapport $^{40}\text{Ar}/^{36}\text{Ar}$ atmosphérique (Lee et al., 2006). Il n'y a donc pas d'excès de ^{40}Ar dans cet échantillon

II/ Protocole de séparation et d'analyse

1. Préparation des échantillons

Au cours de de mon master 2 puis de ma thèse, environ cinquante niveaux sédimentaires et/ou archéologiques ont été datés par $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ sur monocristaux de feldspaths potassiques ou leucites, ce qui représente un total d'environ 650 cristaux individuellement analysés par spectrométrie de masse.

Les cristaux sélectionnés ont été, en fonction des gisements étudiés, extraits de niveaux de téphras ou de niveaux fluviatiles remaniant du matériel volcanique. Les échantillons ont été dans un premier temps broyés lorsque cela était nécessaire, puis tamisés entre 1 mm et 250 μm avant d'être lavés dans un bain d'eau distillée dans une cuve à ultrasons. Des cristaux de feldspaths potassiques (sanidines) ou de feldspathoïdes (leucites) de taille comprise entre 250 μm et 1 mm (majoritairement entre 500 μm et 1 mm), ont ensuite été individuellement sélectionnés sous loupe binoculaire pour chaque niveau échantillonné (positive picking). Dans le cas où les échantillons contenaient une grande quantité de minéraux lourds et/ou de particules légères (micro-ponces ; verres volcaniques...), un tri densimétrique préalable a été effectué en utilisant une solution de lithium-métatungstate (LMT). La densité normale du LMT

est de 3,10 alors que celle des sanidines pures est de 2,56. En ajoutant de l'eau dé-ionisée à la solution pure de LMT, il est facile d'ajuster la densité du liquide à 2,66 pour une première séparation afin d'éliminer les minéraux lourds (amphiboles, biotites, micas, pyroxènes...). Une seconde liqueur de LMT, ajustée cette fois à une densité de 2,54, permet d'éliminer les microponces, les verres et la mésostase (Fig. 2-6a et b). La fraction de densité entre 2,65 et 2,54 est alors lavée et séchée. Ce processus est le même pour les cristaux de leucites en ré-ajustant la densité, les leucites étant un peu plus légères ($d \approx 2,46$).

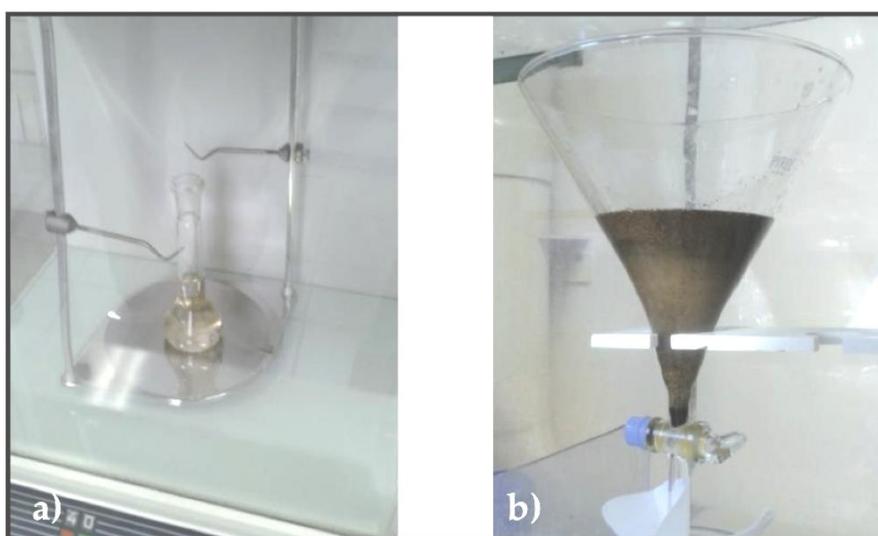


Figure 2-6 : Séparation minéralogique par liqueur dense a) Ajustement de la densité du lithium métatungstate par pesée. b) Tri densimétrique des minéraux par décantation.

Une fois piqués, les cristaux sont nettoyés grâce à une solution d'acide fluorhydrique (HF) concentrée à environ 7% afin d'éliminer la mésostase ou les oxydes de fer fixés à leur surface (Fig. 2-7).

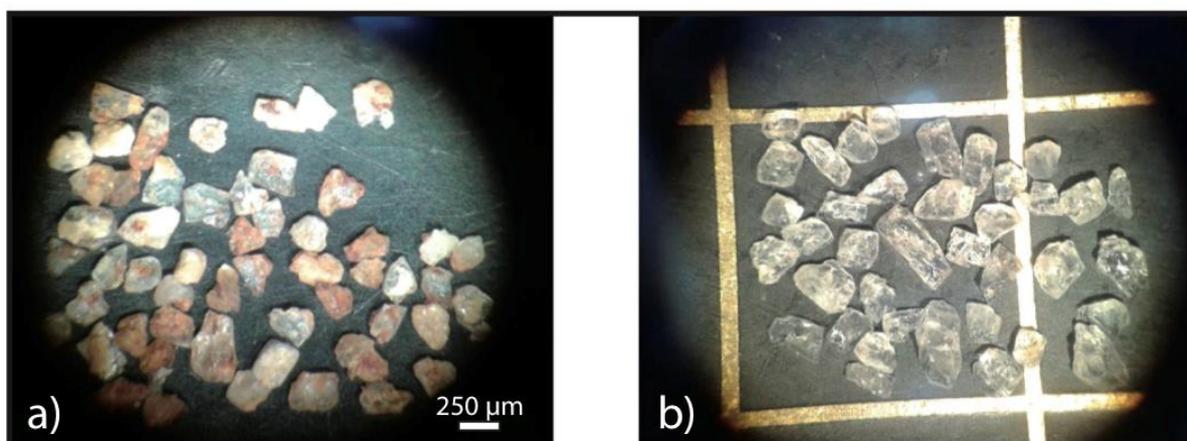


Figure 2-7 : Effet du nettoyage des cristaux par attaque à l'acide fluorhydrique (HF) a) Minéraux de sanidines vus à la loupe binoculaire avant traitement à l'acide fluorhydrique. b) Sanidines vues à la loupe binoculaire après traitement à l'HF.

Pour les leucites, plus fragiles que les sanidines, le nettoyage a uniquement été effectué par bains répétés d'eau déionisée. Après ces traitements, environ trente cristaux sont choisis par échantillon sous loupe binoculaire. Les cristaux sectionnés pour l'irradiation doivent être transparents et ne pas présenter d'inclusion visible sous un grossissement de $\times 40$. Les cristaux sélectionnés sont ensuite chargés dans des disques en aluminium préalablement pesés et marqués (de manière à identifier la position des échantillons). Une fois chargés, les échantillons sont accompagnés d'un minimum de six cristaux de sanidines du standard ACs-2 (voir Fig. 2-8).

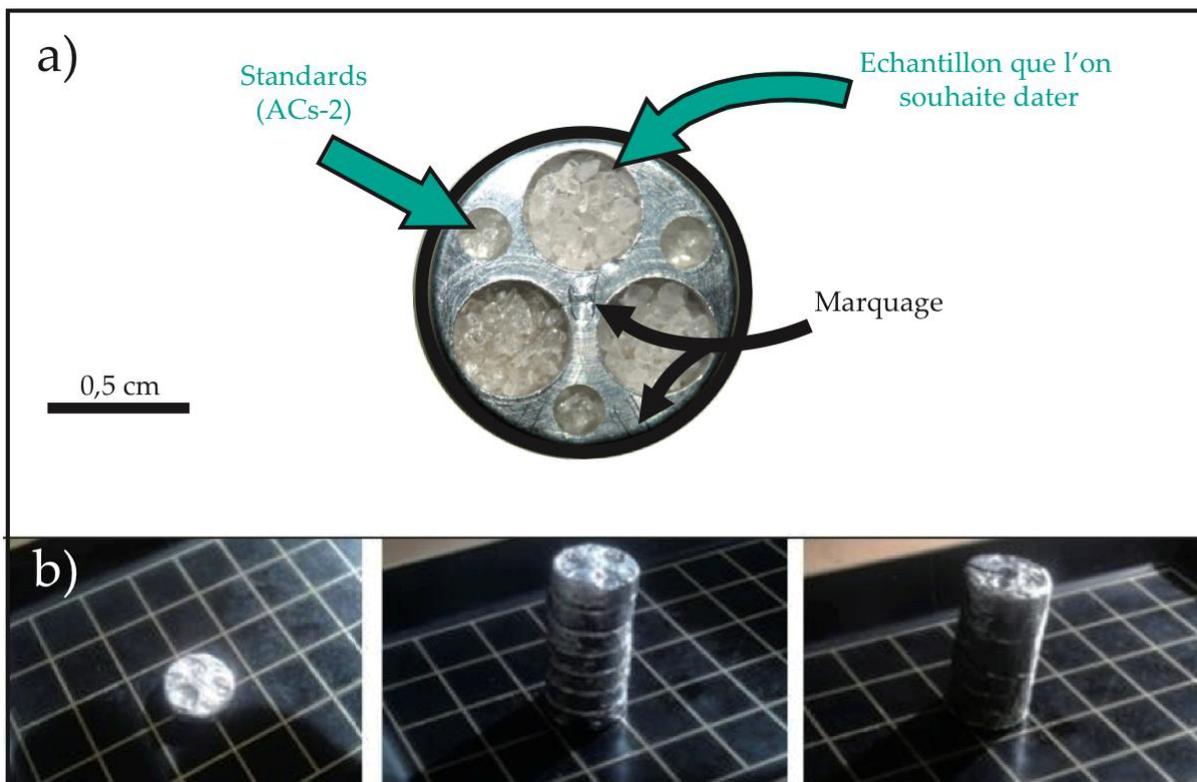


Figure 2-8 : Préparation des échantillons en vue de l'irradiation. a) exemple d'un disque en aluminium en cours de chargement et emballage. b) Fermeture des disques en aluminium chargés et conditionnement des disques dans du papier aluminium (navette) afin d'être envoyés à l'irradiation.

Étant donné les tailles relativement importantes des minéraux datés pendant ma thèse seuls les plus grands trous des disques ont été chargés, à raison de deux ou trois trous par échantillon (Fig. 2-8). Une fois remplis, les disques ont de nouveau été pesés afin de connaître le poids exact des échantillons puis ont été conditionnés dans du papier aluminium sous forme de « navettes » (Fig. 2-8). L'irradiation se fait ensuite dans un réacteur nucléaire. Au cours de ma thèse, tous les échantillons ont été irradiés par le réacteur OSIRIS du Commissariat à l'Énergie Atomique et aux énergies alternatives (CEA) du centre d'études nucléaires de Saclay

dans un tube $\beta 1$ avec des flux nominaux de neutrons donnés dans le Tableau 2-3 ci-dessous :

ϕ en $n.cm^{-2}.s^{-1}$	$\beta 1$
thermiques	$1,2.10^{14}$
épithermiques	$4,0.10^{12}$
rapides	$2,3.10^{13}$

Tableau 2-3 : Flux nominaux de neutrons (ϕ) du tube $\beta 1$ du réacteur OSIRIS (Saclay).

Les durées d'irradiations sont variables et dépendent de l'âge « estimé » des échantillons. Dans chaque article présenté pour le chapitre III, les durées et numéros d'irradiation sont précisés pour chaque niveau daté. Pour les résultats non publiés, les informations relatives aux irradiations sont bien entendu mentionnées dans le texte. Lors d'une irradiation, il est possible que des échantillons chargés dans une même navette soient parfois d'âges estimés légèrement différents. Pour des cristaux datés entre 500 et 300 ka, nous programmons habituellement une irradiation d'une durée comprise entre 40 min et 1h30.

2. *Protocole analytique*

Après irradiation, un délai de repos d'environ trois semaines est nécessaire avant de récupérer les échantillons. Il faut en effet attendre que la décroissance d'éléments radioactifs au temps de demi-vie très court et donc potentiellement dangereux se soit effectuée. Les navettes sont alors rapportées au laboratoire et contrôlées avant d'être ouvertes. Pour chaque échantillon, la position à l'intérieur de la navette d'irradiation a été initialement reportée dans un schéma qui est utilisé pour décharger les échantillons et les placer ensuite individuellement dans un porte-échantillon en cuivre. Pour celui-ci, chaque cristal est chargé dans un trou repéré par un numéro d'analyse propre (Fig. 2-9). Le porte-échantillon plein est finalement placé dans un hublot en inox à double pompage, puis mis sous ultravide. Le hublot est ensuite étuvé à environ 120 °C pour une durée de deux à trois jours. Lorsqu'une pression interne de l'ordre de 2.10^{-9} Torr est atteinte, l'analyse peut commencer. La fusion individuelle des cristaux s'effectue avec un Laser Synrad à tube CO_2 à environ 10 à 15 % de la puissance nominale (c.a 25 Watts).

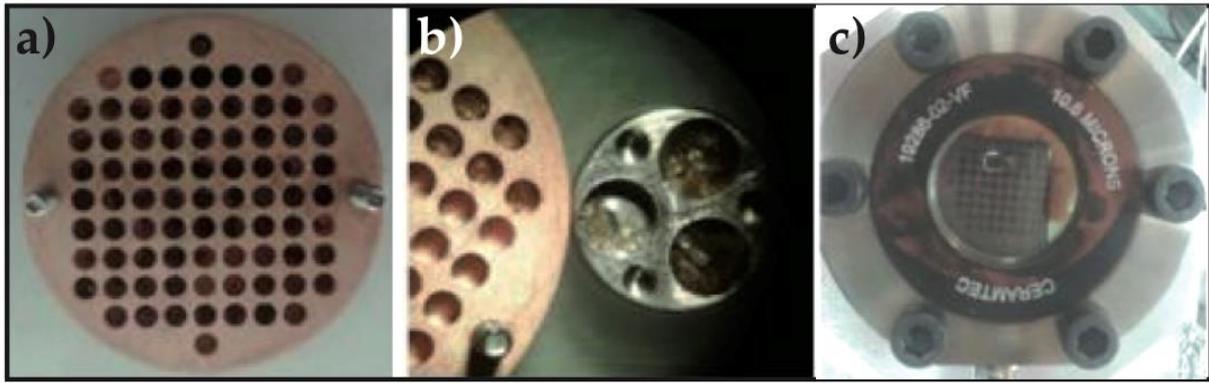


Figure 2-9: Préparation des échantillons pour la mesure a) Porte échantillon en cuivre au sein duquel sont chargés individuellement les cristaux que l'on souhaite dater. b) Chargement des minéraux après irradiation dans le porte-échantillon en cuivre. c) hublot en ZnSe contenant les échantillons sous ultra-vide.

La fusion est alors contrôlée grâce à une caméra CCD. Le hublot est en séléniure de zinc (ZnSe), matière transparente à la longueur d'onde du laser CO₂ (10 200 à 10 800 nm). Le faisceau laser est focalisé sur l'échantillon que l'on souhaite analyser grâce à un agencement de miroirs à traitement anti reflet pour la longueur d'onde du laser. Lorsque le minéral est complètement fondu, le gaz extrait est purifié dans la ligne d'extraction pendant 10 min grâce à quatre getters : deux GP10 (ZrAl) et deux GP50 (Fig. 2-10). Ils ont pour rôle de piéger le gaz actif (e.g. H₂O, N₂O et CO₂) dont la présence est indésirable dans le spectromètre de masse. Le gaz purifié est finalement introduit, via la ligne d'extraction, et analysé avec un spectromètre Micromass VG 5400. Ce dernier est équipé d'une source Nier, d'une coupelle de Faraday et d'un multiplicateur d'électrons (Balzer 217 SEV SEN) couplé à un compteur d'ions. La quantité de gaz extraite des cristaux étant faible (entre 5,0 10⁻¹⁵ et 5,0 10⁻¹³ moles d'⁴⁰Ar et entre 8,0 10⁻¹⁹ et 3,0 10⁻¹⁸ moles d'³⁶Ar), seul le multiplicateur d'électrons a été utilisé lors de la thèse. Pour chaque mesure (donc chaque cristal analysé), les cinq isotopes de l'argon (⁴⁰Ar, ³⁹Ar, ³⁸Ar, ³⁷Ar, ³⁶Ar) sont mesurés par saut de pics. Une mesure de ces cinq isotopes correspond à un bloc. Vingt blocs sont effectués pour chaque cristal, soient environ 25 minutes de mesure. Le même protocole analytique est utilisé pour les standards. Des mesures de blancs, suivant le même protocole que pour le gaz d'un échantillon, sont effectuées tous les deux ou trois cristaux mesurés. Pour des mesures de blancs d'environ 10 min, les valeurs typiques respectives d'⁴⁰Ar et ³⁶Ar mesurées sont comprises entre 2,0 et 3,0.10⁻¹⁷ et entre 5,0 et 6,0.10⁻¹⁹ moles. Il est à noter que le rapport atmosphérique ⁴⁰Ar/³⁶Ar expérimental, mesuré par le spectromètre de masse ne correspond pas au rapport réel (i.e. 298,56), l'efficacité de l'ionisation des isotopes de l'argon

dans un spectromètre de masse étant fonction de leur masse et les détecteurs de type multiplicateur d'électrons amplifiant de façon préférentielle les isotopes les plus légers.

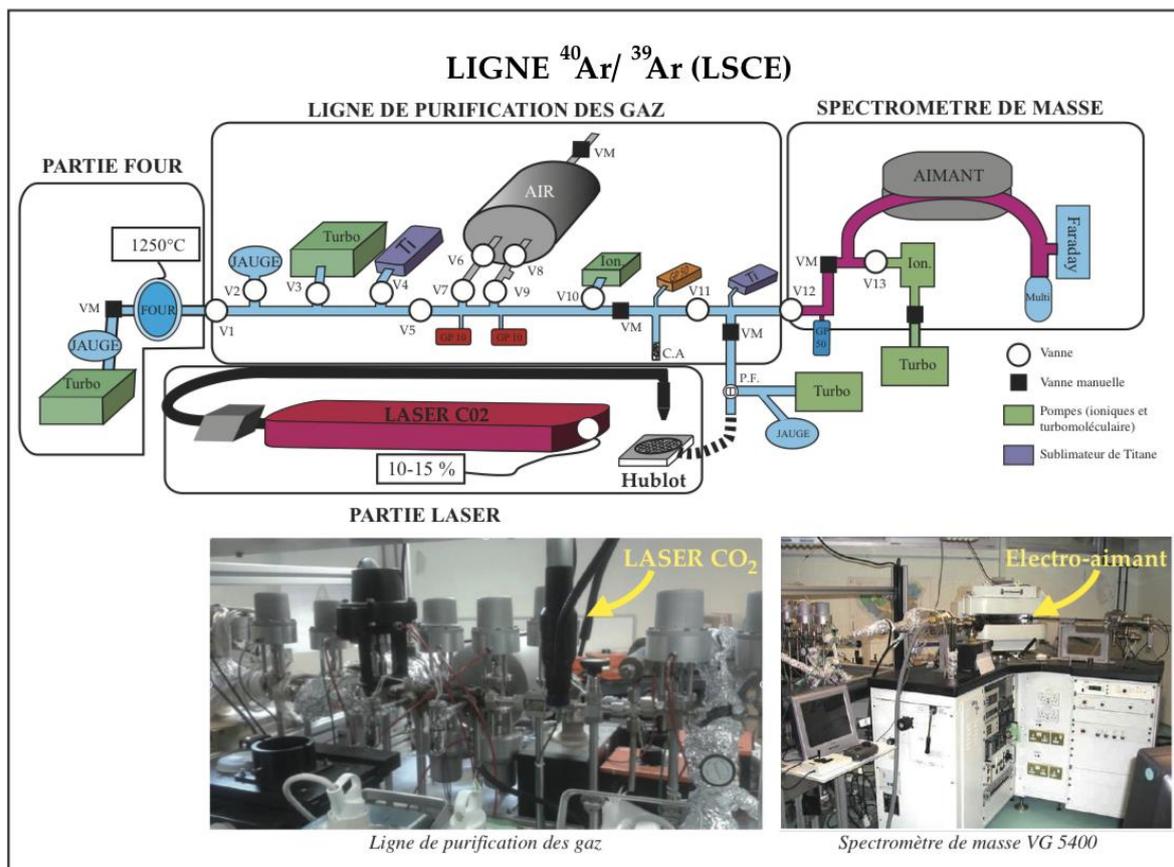


Figure 2-10 : Ligne de purification des gaz et spectromètre de masse VG 5400 du Laboratoire des sciences du climat et de l'environnement.

C'est une combinaison de ces deux effets qui est connue sur le nom de *discrimination isotopique*. Il convient ainsi de déterminer le rapport $^{40}\text{Ar}/^{36}\text{Ar}$ instrumental et de calibrer le spectromètre en mesurant très régulièrement des doses d'airs (aliquotes) pour calculer la discrimination de masse notée D comme indiqué ci-dessous :

$$D = \left[\frac{R_t}{R_m} \right]^{\frac{1}{\Delta M}} \quad (\text{Eq. 10})$$

R_t correspondant à la valeur théorique ou réelle du rapport isotopique (i.e. 298,56 pour $^{40}\text{Ar}/^{36}\text{Ar}$) ; R_m la valeur du rapport mesuré et ΔM la différence de masse entre les deux isotopes (^{40}Ar et ^{36}Ar). Ces doses d'airs et donc cette discrimination de masse D sont calculées grâce à des mesures sur des volumes de gaz proches de ceux des échantillons. La valeur obtenue de D est alors appliquée à tous les échantillons ainsi qu'aux blancs et minéraux

standards mesurés afin de corriger les rapports isotopiques mesurés. Il a été démontré que ce rapport D pouvait évoluer en fonction de la quantité de gaz mesurée en raison de l'effet de temps mort (« *dead time* ») du système de détection.

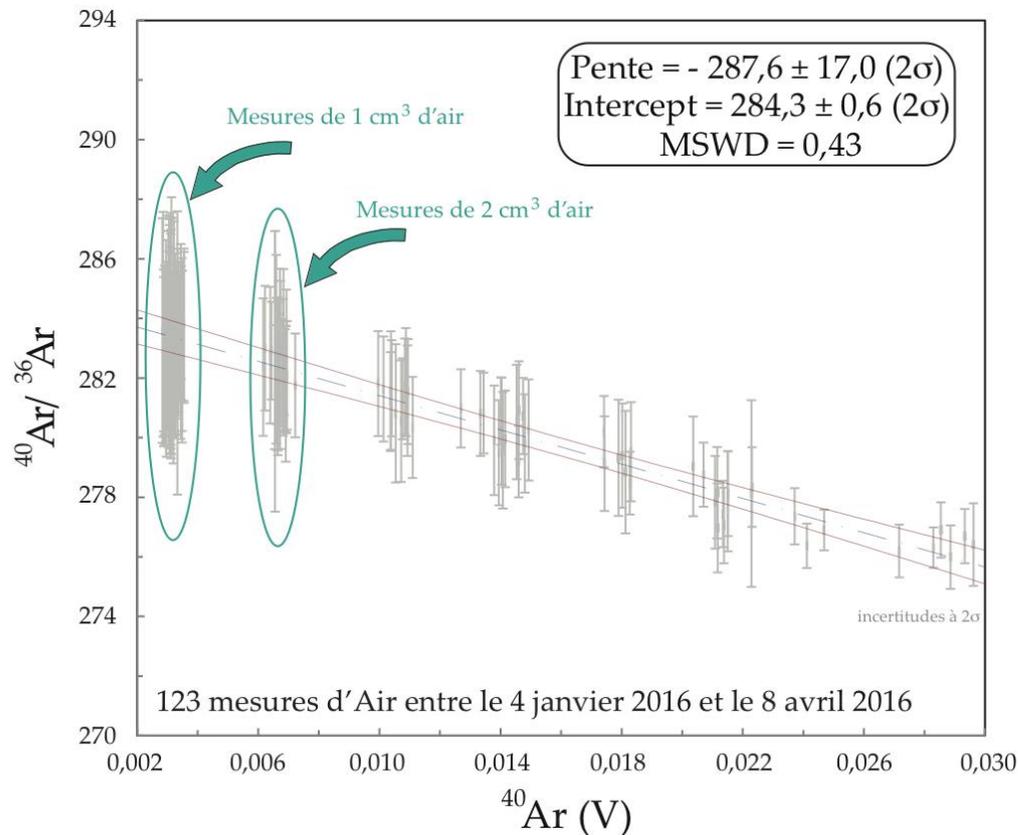


Figure 2-11: Exemple d'une droite de calibration de la mesure des aliquotes d'air permettant le calcul de la discrimination D. L'axe des abscisses donne le signal d' ^{40}Ar mesuré en Volts et l'axe des ordonnées le rapport $^{40}\text{Ar}/^{36}\text{Ar}$ mesuré.

Il convient donc d'établir la relation entre quantité de gaz et valeur de D pour pouvoir corriger de façon pertinente les mesures. Il est d'usage de fixer une valeur de temps mort afin que le D reste constant quelle que soit la taille du signal mesuré. Néanmoins, cette valeur de temps mort évoluant avec le vieillissement de l'électronique, le choix a été fait au LSCE d'imposer un temps mort de 0 seconde et donc de fabriquer une droite de calibration de cet effet du temps mort sur les rapports isotopiques mesurés. Cette droite de calibration permet, pour chaque volume de gaz mesuré, d'avoir une valeur de D (voir exemple de droite de calibration ci-dessus, figure 2-11). Lorsque le spectromètre a terminé sa mesure, les résultats sont traités avec le logiciel ArArCALC (Koppers, 2002) (i.e. soustraction des blancs, correction de la discrimination et des effets des interférences...). Les âges moyens pondérés pour les populations de cristaux identifiées sont calculés avec le logiciel isoplot 3.0 (Ludwig, 2003).

III/ Références bibliographiques

- Brereton, N.R., 1970. Corrections for interfering isotopes in the $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ dating method. *Earth and Planetary Science Letters* 8, 427–433.
- Dalrymple, G.B., Alexander, E.C. Lanphere, M. et Kraker, G. P. 1981. « Irradiation of Samples for $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ Dating Using the Geological Survey TRIGA Reactor », U.S. Geological Survey Professional Paper, 1 176.
- Deino, A., et Potts, R., 1990. Single-crystal $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ dating of the Olorgesailie Formation, Southern Kenya Rift. *Journal of Geophysical Research* 95, 8453-8470.
- Deino, A., Potts, R., 1992. Age-probability spectra for examination of single-crystal $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ dating results : Examples from Olorgesailie, Southern Kenya Rift. *Quaternary International* 13-14, 47-53.
- Flisch, M. 1982. « Potassium-Argon Analysis », Odin, G. S. (Ed.), *Numerical Dating in Stratigraphy*, John Wiley & Sons, New York, 151-158.
- Garner, E.L., Murphy, T.J., Gramlich, J.W., Paulsen, P.J. et Barnes I.L., 1975. Absolute Isotopic Abundance Ratios and the Atomic Weight of a Reference Sample of Potassium. *Journal of research of the national bureau of Standards*, 79A (6), 713-725.
- Giaccio, B., Hajdas, I., Isaia, R., Deino, A., et Nomade, S., 2017. Dating of the Campanian Ignimbrite (Y-5) reconciles the time-scales of climatic-cultural processes at 40 ka. *Nat. Publ. Gr.* 1–10. doi:10.1038/srep45940
- Guillou, H., Nomade, S., et Scaillet, S., 2012. Méthodes $^{40}\text{K}/^{40}\text{Ar}$ et $^{40}\text{Ar}/^{40}\text{Ar}$ dans Paléoclimatologie, Enquête sur les climats anciens. *In* CNRS (ed), Tome 1 : Trouver, dater et interpréter les indices. EDP Sciences 4, 83-112.
- Guillou, H., Scao, V., Nomade, S., Plateynet, B. et Blamart, D., 2017. De la justesse des âges K-Ar : Exemple de la datation de deux dômes trachytiques du Gölcük (Turquie). *Quaternaire* 28 (2), 141-148.
- Jicha, B.R., Singer, B.S. et Sobol, P., 2016. Re-evaluation of the ages of $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ sanidine standards and super eruptions in the western U.S. using a Noblesse multi-collector mass spectrometer. *Chemical Geology* 431, 54-66.
- Jourdan, F., Matzel, J.P., Renne, P.R., 2007. Ar recoil loss during neutron irradiation of sanidine and plagioclase 71, 2791–2808. doi:10.1016/j.gca.2007.03.017
- Koppers, A.A.P., 2002. ArArCALC software for $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ age calculations. *Computer and Geosciences* 28, 605-619.
- Kuiper, K.F., Deino, A., Hilgen, F.J., Krijgsman, W., Renne, P.R. et Wijbrans, J.R., 2008. Synchronizing rock clocks of Earth history. *Science* 320 (5875), 500-504.
- Lee, J.Y., Marti, K., Severinghaus, J.P., Kawamura, K., Hee-Soo, Y., Lee, J.B. et Kim, J.S., 2006. A redetermination of the isotopic abundances of atmospheric Ar. *Geochimica et Cosmochimica Acta*, 70 (17), 4507-4512. doi: 10.1016/j.gca.2006.06.1563.
- LoBello, P., Féraud, G., Hall, C.M., York, D., Lavina, P., et Bernat, M., 1987. $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ step-heating and laser fusion dating of Quaternary pumice from Neschers, Massif Central, France: The defeat of xenocrystic contamination. *Chemical Geology* 66, 61-71.
- Ludwig, K.R., 2003. User's Manual for Isoplot 3.00. Manual. Berkeley Geochronology Center, Berkeley, CA.
- McDougall, I., et Roksandic, Z., 1974. « Total Fusion $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ Ages Using HIFAR Reactor », Geological Society of

- Australia, J. 21, 81-89.
- McDougall, I., et Harrison, T.M., 1999. *Geochronology and thermochronology by the $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ method*, 2nd ed., Oxford University Press, 269 p.
- McDougall, I., 2013. *K/Ar and $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ Isotopic Dating Techniques as Applied to Young Volcanic Rocks, Particularly Those Associated with Hominin Localities*, 2nd ed, *Treatise on Geochemistry: Second Edition*. Elsevier Ltd. doi:10.1016/B978-0-08-095975-7.01201-8
- Merrillhue, C., et Turner, G., 1966. Potassium-Argon Dating by Activation with Fast Neutrons, *Journal of Geophysical Research* 71 (11), 2852-2857.
- Min, K., Mundil, R., Renne, P.R. et Ludwig K.R., 2000. A test for systematic errors in $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ geochronology through comparison with U/Pb analysis of a 1.1 Ga rhyolite. *Geochimica et Cosmochimica Acta* 64 (1), 73-98.
- Morgan, L.E., Renne, P.R., Taylor, R.E., Woldegabriel, G., 2009. Quaternary Geochronology Archaeological age constraints from extrusion ages of obsidian: Examples from the Middle Awash, Ethiopia. *Quat. Geochronol.* 4, 193–203. doi:10.1016/j.quageo.2009.01.001
- Niespolo, E.M., Rutte, D., Deino, A. et Renne, P.R., 2016 - Intercalibration and age of the Alder Creek sanidine $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ standard. *Quaternary Geochronology* in press. <http://dx.doi.org/10.1016/j.quageo.2016.09.004>
- Nomade, S., Renne, P.R., Vogel, N., Deino, A.L., Sharp, W.D., Becker, T.A., Jaouni, A.R. et Mundil, R., 2005. Alder Creek sanidine (ACs-2), A Quaternary $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ dating standard tied to the Cobb Mountain geomagnetic event. *Chemical Geology* 218 (3-4), 315-338.
- Odin, G.S., 1982. « Interlaboratory Standards for Dating Purposes », Odin, G. S., (Ed.), *Numerical Dating in Stratigraphy*, John Wiley & Sons, New York, 123-158.
- Paine, J.H., Nomade, S., et Renne, P.R., 2006. Quantification of ^{39}Ar recoil ejection from GA1550 biotite during neutron irradiation as a function of grain dimensions. *Geochim. Cosmochim. Acta* 70, 1507–1517.
- Pereira, A., Nomade, S., Voinchet, P., Bahain, J.J., Falguères, C., Garon, H., Lefèvre, D., Raynal, J.P., Scao, V. et Piperno, M., 2015. The earliest securely dated hominin fossil in Italy and evidence of Acheulian occupation during glacial MIS 16 at Notarchirico (Venosa, Basilicata, Italy). *Journal of Quaternary Science* 30 (7), 639-650.
- Pereira, A., Nomade, S., Bahain, J.J., Piperno, M., 2017. Datation par $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ sur monocristaux de feldspaths potassiques : exemple d'application sur le site Pléistocène moyen ancien de Notarchirico (Basilicate, Italie). *Quaternaire* 28 (2), 149-154.
- Phillips, D., et Matchan, E.L., 2013. Ultra-high precision $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ ages for Fish Canyon Tuff and Alder Creek Rhyolite sanidine: New dating standards required? *Geochimica et Cosmochimica Acta* 121, 229-239.
- Renne, P.R., Sharp, W.D., Deino, A.L., Orsi, G., Civetta, L., 1997. $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ Dating into the Historical Realm: Calibration Against Pliny the Younger 40. *Science* 277, 1279-1280. doi:10.1126/science.277.5330.1279.
- Renne, P.R., Karner, D.B., Ludwig, K.R., 1998a. Radioisotope dating-Absolute ages aren't exactly. *Science* 282, 1840-1841.
- Renne, P.R., Swisher, C.C., Deino A.L., Karner, D.B., Owens, T.L., et De Paolo, D.J., 1998b. Inter-calibration of standards, absolute ages and uncertainties in $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ dating. *Chem Geol* 145, 117-152.
- Renne, P.R., Mundil, L.R., Balco, G., Min, K. et Ludwig, K.R., 2011. Joint determination of ^{40}K decay constants and $^{40}\text{Ar}^*/^{40}\text{K}$ for the Fish Canyon sanidine standard, and improved accuracy for $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ geochronology. *Response*

- to the comment by W.H. Schwarz et al. *Geochimica Cosmochimica Acta* 75, 5097-5100.
- Rivera, T.A., Storey, M., Schmitz, M.D. et Crowley J.L., 2013. Age intercalibration of $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ sanidine and chemically distinct U/Pb zircon populations from the Alder Creek Rhyolite Quaternary geochronology standard. *Chemical Geology* 345, 87-98.
- Sasco, R., Développement d'un outil chronostratigraphique pour les archives climatiques : datations absolues (K/Ar, Ar/Ar) et paléomagnétisme appliqués aux laves. Sciences de la Terre. Université Paris Sud - Paris XI, 2015. Français. <NNT : 2015PA112009>. <tel- 01266050>.
- Salisbury, M.J., Jicha, B.R., Silva, S.L. De, Singer, B.S., Jiménez, N.C., Ort, M.H., 2011. $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ chronostratigraphy of Altiplano-Puna volcanic complex ignimbrites reveals the development of a major magmatic province 1–20. doi:10.1130/B30280.1
- Samson, S.D., et Alexander, E.C. Jr., 1987. « Calibration of Interlaboratory $^{40}\text{Ar}-^{39}\text{Ar}$ Dating Standard, MMhb-1», *Chemical Geology* 66, 27-34.
- Schmitz, M.D., 2012. Chapter 6- Radiogenic Isotope Geochronology. *The Geologic Time Scale*, 115-126.
- Steiger, R.H., et Jäger, E., 1977. Subcommission on geochronology : convention on the use of decay constants in geo- and cosmo-chronology. *Earth and Planetary Science Letters* 36 (3), 359-362.
- Stoenner, R.W., Schaeffer, O.A., et Katcoff, S., 1965. Half-lives of argon-37, argon-39 and argon-42. *Science* 148, 1325–1328.
- Turner, G., Huneke, J.C., Podosek, F.A. et Wasserburg, G.J., 1971. « $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ Ages and Cosmic Ray Exposure Rays of Appolo 14 Samples », *Earth and Planetary Science Letters* 12, 19-35.

CHAPITRE III

Résultats $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ et implications archéologiques

Articles présentés dans le chapitre :

- *Pereira et al., 2017. Journal of Archeological Science Reports*
- *Villa et al., 2016a. Plos One*
- *Pereira et al., Soumis.*
- *Villa et al., 2016b. Quaternary Science Reviews*
- *Peretto et al., 2015. Plos One*
- *Pereira et al., 2016, Quaternary Geochronology*
- *Pereira et al., 2015, Journal of Quaternary Sciences*

Liste des illustrations du chapitre III

Figure 3-1 : Stratigraphie du site de la Ficoncella, extraite de l'article d'Aureli et al., 2015 avec la localisation de l'échantillon prélevé (FIC-12,9) qui est l'unique niveau sédimentaire daté pour ce site durant ma thèse.....	150
Figure 3-2 : Diagramme de probabilité obtenu pour le niveau FIC-12,9.....	151
Figure 3-3 : Age obtenu pour le niveau FIC-12,9 de Ficoncella mis en corrélation avec les courbes climatiques de Capotondi et al. (2016), montrant l'évolution du $\delta^{18}\text{O}$ au sein de tests d'assemblages de foraminifères planctoniques (<i>N. pachyderma</i>) pour le site KC01B, et de Girone et al. (2013) montrant l'évolution des températures de surface de la mer Méditerranée entre 550 et 250 ka (site ODP 975).....	153
Figure 3-4 : Geological map showing the location of La Polledrara di Cecanibbio and the neighbouring archaeological sites of Torre in Pietra, Casal de'Pazzi, Castel di Guido and Osteria moricone (Villa et al., 2016a, Manzi et al., 1990, Anzidei et al., 1999, Barbattini et al., 1982, Saccà, 2012 and Ceruleo et al., 2015) and with the active volcanic complexes of the Middle Pleistocene (Karner et al., 2001, Sottili et al., 2010, Marra et al., 2011).....	157
Figure 3-4.1 : a) Schematic stratigraphy of La Polledrara di Cecanibbio highlighting the sampling positions for the $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ and ESR/U-series dating. b) Photo highlighting the white volcanic block where sample 12-03 was collected. c) Photo demonstrating sample 12-01 and the cross-laminated sediments (sample 12-02).....	159
Figure 3-4.2 : $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ results for La Polledrara di Cecanibbio presented as probability diagrams. MSWD = Mean Square Weighted Deviation, P = Probability fit. For the archaeological layer two different samples were taken (POL 12-01 and POL 12-03) and combined in the same probability diagram.....	166
Figure 3-4.3 : U-uptake kinetics and contributions to the dose rate modeled for teeth from La Polledrara di Cecanibbio, Lazio, Italy from p parameters determined by US-ESR dating approaches.	168
Figure 3-4.4 : Age density probability plots (top) and isochron curves (bottom) obtained for teeth from La Polledrara di Cecanibbio, Lazio, Italy. Analytical uncertainties are given with $\pm 1\sigma$	170
Figure 3-4.5 : a) $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ and ESR/U-series chronological constraint obtained for La Polledrara di Cecanibbio in correlation with the estimated age at Torre in Pietra for the Acheulian archaeological level and at Castel di Guido (Villa et al., 2016a, Michel et al., 2008). Major volcanic eruptions of the Lazio (Colli Albani (CA) and Monti Sabatini volcanic district (SVD)) between 450 and 300 ka are correlated to the archaeological sections. CA: Pozzolane Nere (PN), Villa Senni sequence (VN). SVD: Tufi Stratificati Varicolori di La Storta (TVLS) and Tufo di Bracciano (TB) (Karner et al., 2001, Sottili et al., 2010). These results and eruptions are compared with the $\delta^{18}\text{O}$ climatic curve of KC01b obtained by the analyses of <i>N. Pachyderma</i> dx foraminifera (Capotondi et al., 2016). b) Pollen diagram obtained by Sadori et al. in 2015 based on the analyses of the Ohrid Lake sequence (Macedonia and Albania), pinus excluded. c) Locations of the KC01b core site and Ohrid Lake.....	173
Figure 3-5 : Rappel de la position des cinq échantillons prélevés pour la datation $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ à Torre in Pietra.....	177
Figure 3-6 : Diagramme de probabilité pour le niveau 8H de la section de Torre in Pietra.....	178
Figure 3-7 : a) : Log stratigraphique simplifié du site de Casal de' Pazzi, modifié d'après l'article de Marra et al., 2017. b) : Localisation du site de Casal de'Pazzi.....	200
Figure 3-8 : Diagramme de probabilité obtenu pour le niveau daté à Casal de' Pazzi.	201
Figure 3-9 : Localisation de la ville d'Osteria Moricone et du site du même nom.....	203
Figure 3-10 : Diagramme de probabilité obtenu pour le niveau volcanoclatique OM 1 d'Osteria Moricone.....	204

Figure 3-11 : Reference map of the Latina Valley with the location of the archaeological sites of Fontana Ranuccio, Cava Pompei (C. Pompei), Campogrande (CG), Isoletta and Lademagne and of the main neighbours volcanic centres (black triangles).	210
Figure 3-11.1 : Simplified lithostratigraphic columns of the studied sites and sampling position: Fontana Ranuccio (modified from Segre and Ascenzi, 1984), Cava Pompei (modified from Biddittu et al., 1979), Isoletta (C. Perrenoud pers. communication) and Lademagne (modified from Biddittu et al., 2012, Comerci et al., 2015).	213
Figure 3-11. 2 : Cervidae mandible collected at Isoletta for combined ESR/U-series dating. In red, the lower second molar M ₂ (ISOL1401) chosen for the analysis (Vietti, 2016).	219
Figure 3-11. 3 : Equivalent dose determination of ISOL1401 using Microcal OriginPro 8 software	220
Figure 3-11. 4 : Geomorphological and stratigraphic setting of Fontana Ranuccio site (for the general location of the site see Fig. 3-11). a) 3D digital terrain model of the area surrounding the archaeological site. b) Stratigraphic succession and pictures of the main sedimentary units outcropping at site.	223
Figure 3-11. 5 : Ages diagrams obtained by the different methods for Fontana Ranuccio, Cava Pompei, Isoletta and Lademagne sites. The ⁴⁰ Ar/ ³⁹ Ar technic results are shown as probability diagrams and written in blue while the ages obtained by ESR/U-series (purple) and ESR on quartz (red) analyses are presented as points with their uncertainties. Detailed data are in supplementary dataset (Tables S3 to S9). All error bars take into account the full external errors at 2σ	225
Figure 3-11. 6 : Total alkali versus silica classification diagram and representative bi-plots for the tephra FR3 (glass-WDS) and Pozzolane Nere proximal deposits (glass-WDS; Marra et al., 2009).	227
Figure 3-11. 7 : Examples of bifacial tools from the upper archaeological level of Lademagne and CG 10, intermediate level. Photos M-H Moncel	231
Figure 3-11. 8 : “Levallois-type” flake from the lower archaeological level of Lademagne. Photo M-H Moncel	233
Figure 3-11. 9 : Ages provided in this study compared with climatic records from the ODP 975 (SST°C Mediterranean surface, Girone et al., 2013) and Lake Ohrid (pollen profile spanning between 250 and 480 ka; Sadori et al., 2016). PR (Pozzolane Rosse): 457± 8 ka, PN (Pozzolane nere): 407 ± 8 ka (Karner et al., 2001), TF (Tufo Lionato): 365 ± 4 ka (Marra et al., 2009). The PR eruption is recorded in the Ohrid sequence (Leicher et al., 2016). Ages and location of selected sites highlighting similar industries as the ones described in our study are correlated. CDG: Castel di Guido; TIP: Torre in Pietra; GSN: Guado San Nicola.	236
Figure 3-12 : Stratigraphie du site de Quarto delle Cinfonare (Peretto et al., 1997) et position des échantillons prélevés pour la datation ⁴⁰ Ar/ ³⁹ Ar.	243
Figure 3-13 : Diagrammes de probabilité obtenus pour les niveaux QDC-TL et QDC-TOP prélevés latéralement au site de Quarto delle Cinfonare. Chaque barre bleue/rouge correspond à l'âge obtenu pour un cristal avec sa barre d'erreur à 95% de probabilité.	245
Figure 3-14 : Ages obtenus pour les niveaux QDC-TL et QDC-TOP sur la courbe « climatique » globale de Lisiecki et Raymo, 2005 et des différentes périodes des formations lithostratigraphiques du Latium (Marra et al., 2016b).....	247
Figure 3-15 : Intégralité des résultats ⁴⁰ Ar/ ³⁹ Ar obtenus reportés sur la stratigraphie du site (V. Villa, comm. pers.). L'âge ESR-U/Th calculé par J.J. Bahain et A. Vietti est également reporté.....	249
Figure 3-16 : Diagrammes de probabilité obtenus pour les niveaux ABF et ALB de Valle Giumentina.	250
Figure 3-17 : Reference maps and view of the Valle Giumentina basin. (a): location of the Valle Giumentina basin, other Apennine intermountain basins and successions cited in the text (blue boxes) and main Italian volcanic centres (red circles), are also shown. P-SD-Cn basin: Paganica-San Demetrio-Castelnuovo basin. (b): digital terrain model of the Valle Giumentina basin, the Quaternary infilling is highlighted in blue. (c): geological map (modified after Vezzani and Ghisetti, 1998) and location of the studied stratigraphic sections and of the VG1 borehole. (d): aerial view of the ravine and location of the stratigraphic records studied (© M.Crea).	255

- Figure 3-17. 1 : Correlations between the investigated successions of the VG1 core, and the VV1 profile and the section described by Demangeot and Radmilli in the 1950s (modified). Position of key layers (archaeological levels and tephra layers) is also shown. 260
- Figure 3-17. 2 : VG1 core succession: Grain-size, CaCO₃ content, TOC (total organic carbon), magnetic susceptibility. Results are correlated with VV1 profile (this study) on the basis of key layers (archaeological levels and tephras). ⁴⁰Ar/³⁹Ar ages from both VG1 and VV1 sequences are placed in relationship with the Sulmona Sul-5 isotopic curve (Regattieri et al., 2015) and the planktonic climatic curve from ODP 975 (Pierre et al., 1999; Girone et al., 2013). 264
- Figure 3-17. 3 : Palustrine and lacustrine carbonates from unit SU4. The occurrence of redoximorphic features is due to repeated water table oscillations and subaerial exposure of the sediments. a) Impregnative Fe/Mn nodules at the base of unit ALBox 1. The yellowish-brownish groundmass is Fe oxide-depleted around some of the nodules, as indicated by its grey colour. Plane polarized light (PPL) b) Lacustrine authigenic carbonates showing weakly developed Fe impregnative nodules (PPL). These sediments correspond to the stable isotopes sample VG3981; the isotopic composition of these deposits confirms their lacustrine origin (Fig. 3-17. 4). c) Mottled carbonates from unit ALBox1, showing a strong red planar impregnation of Fe oxides. Cross-polarized light (XPL). d) Dendritic Fe/Mn oxide nodules impregnating the micrite groundmass at the transition from layer ALBox1 to layer LSJC (XPL). e) Lacustrine authigenic micrite from unit LSJC (PPL). Sediments show no traces of pedogenic alteration, indicating a stable lacustrine environment. f) Fe oxide coatings with associated Fe oxide hypocoatings along channels at the transition from layer LSJC to the marshy deposits of unit SU3. 268
- Figure 3-17. 4 : Comparison between stable isotope compositions of the silty samples from Valle Giumentina (VV1 section and VG1 core) and from MIS11-MIS12 lacustrine carbonates and alluvial gravels from the nearby Sulmona basin (Regattieri et al., 2016). Note that the Valle Giumentina values overlap the isotope composition of the detrital calcareous deposits from the marine Meso-Cenozoic bedrock, except for sample VG3981, which match the authigenic precipitated lacustrine carbonates. 271
- Figure 3-17. 5 : Semi-quantitative pollen diagram from VG1 core. The studied interval (from 36.15 m to 11.80 m) is divided into seven sub-intervals. Each sub-interval is composed of samples with similar features of pollen assemblages. The pollen diagram indicates a deforested landscape dominated by *Pinus* and non-arboreal steppic elements (*Ephedra* and Asteraceae Cichorioideae). This open vegetation developed under cold and dry climatic conditions referred to a glacial interval. 273
- Figure 3-17. 6 : Mollusc zones from Valle Giumentina VV1 section with tephra dating. On the curve of the number of shells, a red line indicates the minimum threshold of 100 shells. Species are distributed within four ecological groups whose variations reflect palaeoenvironmental successions. Thermophiles characterize the development of forest their expansion corresponds to interglacial conditions. Xerophilous taxa indicate dry open habitats and are representative of glacial periods (modified after Limondin-Lozouet et al, submitted). 274
- Figure 3-17. 7 : Total alkali vs silica and representative diagrams (EMPA-WDS compositions) for interstitial glass (Giaccio et al., 2013a) and glass melt inclusions in clinopyroxene crystals (melt-cpx; this study) from Pozzolane Rosse tephra (this study), Case Picconetto tephra (Marcolini et al., 2003) and for T5 tephra in VG1 core, equivalent to the layer T103b in VV1 profile (Figs. 3-17. 1 and 3-17. 2). Compositions of glass melt inclusions in clinopyroxene from Pozzolane Rosse are from samples collected at sites 3, 4 and 5 of Giaccio et al. (2013a). Full analytical data for the individual measurements are given in Supplementary Table S1. 276
- Figure 3-17. 8 : Probability age diagrams obtained for the five volcanic layers dated in this study. MSWD = Mean Square Weighted Deviation, P = Probability fit. n/N = number of grains taken into account to calculate the weighted mean age on the total number of dated grains. 277
- Figure 3-17. 9 : Correlations between Valle Gumentina and the sedimentary successions from Apennine intermountain basins cited in the text (see Fig. 3-17 for location). The correlations are

based on the occurrence of common tephra and are ranked as (i) very reliable, if $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ dating and/or geochemical fingerprinting are available, (ii) reliable, if they rely on geochemical fingerprinting and stratigraphic position, and (iii) possible, when they rely on stratigraphic position and/or $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ dating.	283
Figure 3-17. 10 : Synthesis of the environmental change and human occupation history at Valle Giumentina. The possible correlations with the palaeoclimatic marine records from ODP 975 (Pierre et al., 1999; Girone et al., 2013) and from LR04 stack (Lisiecki and Raimo, 2005), are also shown. Note that the temporal scale between 400 ka and present is contracted.	288
Figure 3-17. 11 : Reference map of the main European Lower Palaeolithic sites spanning the MIS 16-MIS 12 temporal interval. The sites yielding human remains dated between 850 and 350 ka are also shown.	292
Figure 3-17. 12 : Correlations between the Valle Giumentina archaeological sequence and the main European Lower Palaeolithic sites spanning the MIS 16-MIS 12 temporal interval. All the sequences are correlated with the palaeoclimatic marine records from LR04 stack (Lisiecki and Raymo, 2005).	293
Figure 3-18 : Contextes stratigraphiques d'Isernia la Pineta et Guado San Nicola. Les positions des échantillonnages effectués sont indiquées par des cercles bleus.	296
Figure 3-19 : Schematic geographical map of the Isernia basin, showing the Roccamonfina volcanic complex and the Guado San Nicola and Isernia la Pineta sites location.	323
Figure 3-19. 1 : Photo and schematic stratigraphy of Guado San Nicola showing the sampling positions for the $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ and ESR/U-series methods and the archaeological deposits. The photo shows the excavation squares P11 and P12. S.U. Tufi is present on the first sector of the archaeological site not in the second one, that's why this layer isn't represented on the photo.	325
Figure 3-19. 2 : $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ results presented as probability diagrams and ESR/U-series ages calculated for S.U. B gamma dose-rate. Dotted curve, for the ESR/U-series results, demonstrates the weighted mean age for the six teeth measured. Ages are put in correlation with the LR04, $\delta^{18}\text{O}$ benthic curve (Lisiecki and Raymo., 2004) and with the ODP 975 Foraminiferal SST°C curve (Girone et al., 2013) and KC01b $\delta^{18}\text{O}$ planctonic curve (Capotondi et al., 2016).	331
Figure 3-19. 3 : Location of the archaeological sites of Cagny la Garenne, Cagny l'Épinette, Atapuerca Grand Dolina, Orgnac 3, Guado San Nicola and Ambrona.	335
Figure 3-20 : Schematic geological map of the Venosa region modified from Raynal et al, (1998).	342
Figure 3-20. 1 : Stratigraphic log showing the various volcanic and sedimentary subsyntheses of the Monte Vulture volcano (modified from Giannandrea, 2006). $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ ages are from (A) Petrosino et al., (2014), (B) Villa and Buettner, (2009), (C) Brocchini (1993). All ages are recalculated relative to ACS-2 at 1.193 Ma (Nomade et al., 2005) and using the total decay constant of ^{40}K recommended by Steiger and Jäger (1977). M8: Monte Vulture's geological marker (Lefèvre et al., 2010). NTC: Notarchirico Tephra Complex.	343
Figure 3-20. 2 : Schematic cross-section of the Venosa Basin from Lefèvre et al., (2010). The archaeological site of Notarchirico is reported.	345
Figure 3-20. 3 : Stratigraphy of the Notarchirico site modified from Raynal et al., (1999). The levels dated in this study and also the levels where handaxes have been found are highlighted.	346
Figure 3-20. 4 : 1/ Example of one handaxe from level B; 2/ Example of one handaxe from level D; 3/ Example of one handaxe from level F. Drawings extracted from Piperno et al., (1999).	347
Figure 3-20. 5 : $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ results presented as probability diagram (Deino and Potts, 1990) for levels U3, 2-1, 2-2, 2-6, 1-3, 1-5 and 1-6. These results are correlated to the stratigraphic sequence of Notarchirico. The three lithostratigraphic units characterized by Lefèvre et al (2010) are also correlated to the Monte Vulture's subsyntheses.	351
Figure 3-20. 6 : Benthic foraminifera stack (LR04) (Lisiecki and Raymo. 2005) and planktonic climatic curve from ODP 975 (Pierre et al., 1999) put in relationship with our $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ and ESR ages. We also put on this figure the Monte Vulture's associated subsyntheses (Buettner et al., 2006) (Fig. 3-	

20. 1) and the previous thermoluminescence result obtained on the Notarchirico Tephra Complex.....	353
Figure 3-21 : Stratigraphie du site de Loreto (Lefèvre et al., 2010) et positionnement des échantillons prélevés.....	357
Figure 3-22 : Diagrammes de probabilité obtenus pour les niveaux LOR A et LOR C du site de Loreto.	358
Figure 3- 23 : a) Lithostratigraphie du site de Loreto (modifiée d'après Lefèvre et al., 2010). b) Corrélation entre les unités stratigraphiques volcaniques du Mont Vulture et les unités sédimentaires décrites dans le bassin de Venosa (modifiée d'après Giannandrea, 2006).....	359
Figure 3-24 : Stratigraphie du site de Cimitero di Atella (M. Schiattarella et P. Giannandrea) et position des échantillons prélevés pour les datations par $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ et ESR sur quartz blanchis.....	361
Figure 3-25 : Diagrammes de probabilité obtenus pour les niveaux Atella INF, F, I et L2.....	363
Figure 3-26 : Synthèse des âges obtenus pour les sites datés entre 700 et 500 ka en corrélation avec les principales éruptions volcaniques du Roccamonfina, du mont Vulture, des monts Sabatini et des Colli Albani.	365
Figure 3-27 : Synthèse des âges obtenus pour les sites datés entre 500 et 200 ka en corrélation avec les principales éruptions volcaniques du mont Vico, des monts Sabatini, des Colli Albani et du Roccamonfina pour cette gamme de temps.	367
Tableau 3-1 : U-series data (α -spectrometry) and samples thicknesses determined on teeth from La Polledrara di Cecanibbio (Lazio, Italy). Analytical uncertainties are given with $\pm 1\sigma$	164
Tableau 3-1.1 : Dose rates and ESR/U-series ages obtained on teeth from La Polledrara di Cecanibbio, Lazio, Italy. Analytical uncertainties are given with $\pm 1\sigma$	167
Tableau 3-2 : Radioelements contents in the sediment surrounding the dated tooth from Isoletta.	221
Tableau 3-2. 1 : U-series data (alpha-spectrometry) obtained for the dated tooth from Isoletta.	221
Tableau 3-2. 2 : Average major element compositions (normalized to 100 wt%) of the glass in scoria fragments from the layer FR3 and the Pozzolane Nere proximal deposits (Marra et al., 2009)...	227
Tableau 3-2. 3 : ESR results obtained on quartz extracted from sediments. Analytical uncertainties are given with $\pm 1\sigma$. Water contents (%) were estimated by the difference in mass between the natural sample and the same sample dried for a week in an oven at 50°C. Dose rates were determined taking into account alpha and beta attenuations estimated for the selected grain sizes from the tables of Brennan (2003); k-value of 0.15 (Yokoyama et al., 1985), cosmic dose rate calculated from the equations of Prescott and Hutton (1994). The bleaching rate δ_{bl} (%) is determined by comparison of the ESR intensities of the natural (I _{nat}) and bleached (I _{bl}) aliquotes: $\delta_{bl} = ((I_{nat} - I_{bl})/I_{nat}) \times 100$. Mean ages are weighted average calculation using Isoplot software.	229
Tableau 3-2. 4 : ESR/U-series data and age obtained for the Isoletta sample at 1σ uncertainties.....	230
Tableau 3-3 : Description of the stratigraphic units and correlations with the succession studied by Demangeot and Radmilli (1953, 1956). Stratigraphic units comprising tephra layers are highlighted in grey.....	266
Tableau 3-3. 1 : Stable isotope composition for calcareous silty sediments in VV1 profile and VG1 core and their stratigraphic position (Fig. 3-17. 2).....	271
Tableau 3-3. 2 : Comparison between the Valle Giumentina archaeological sequence and the main European Lower Palaeolithic sites spanning the MIS 16-MIS 12 temporal interval (see Fig.12 for location).....	291
Tableau 3- 4 : U-series data obtained by Q-ICP-MS on dental tissues of analyzed teeth from Guado San Nicola site. Analytical uncertainties are given at 2σ confidence.....	327
Tableau 3-4. 1 : $^{226}\text{Ra}/^{230}\text{Th}$ and $^{222}\text{Rn}/^{230}\text{Th}$ isotopic ratios and enamel preparation data measured on dental tissues of analyzed teeth from Guado San Nicola site. Analytical uncertainties are given at 1σ confidence.....	328

Tableau 3-4. 2 : Radionuclides contents of sediments from Guado San Nicola site measured by laboratory gamma-ray spectrometry. Analytical uncertainties are given at 1σ confidence.	328
Tableau 3-4. 3 : Equivalent doses, U-uptake parameters, different dose-rate contributions and ESR/U-series ages obtained on dental tissues of analyzed teeth from Guado San Nicola site. Analytical uncertainties are given with $\pm 2\sigma$. For samples SN1003 and SN1004 the highlighted results are calculated using level B- γ dosimetry.	332
Tableau 3- 5 : ESR data and ages obtained for the Notarchirico sample taken in the level 2.6. The following analytical data are showed: maximal bleaching percentage (Bl.), equivalent dose (De), sediment water content (W), dose rate (Da) and obtained age.	352

Chapitre III : Résultats $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ et implications archéologiques

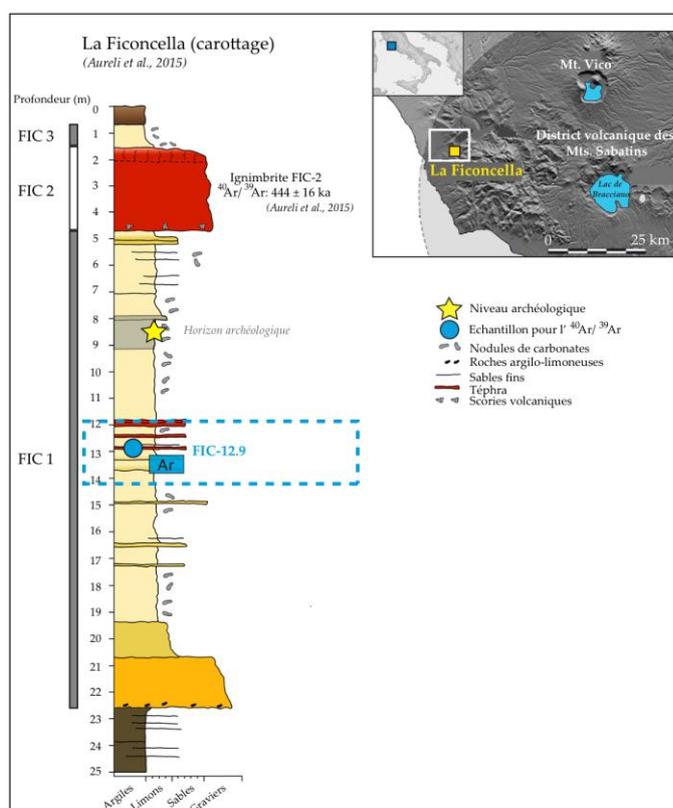
Ce chapitre présente les résultats obtenus pour les sites datés au cours de ma thèse régionalement du nord au sud, comme dans le chapitre 1. Comme de nombreux résultats sur plusieurs gisements archéologiques ont été publiés au cours de ma thèse, les articles associés sont directement insérés dans ce chapitre. Dans le cas où les données $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ n'ont pas encore été soumises ou publiées au moment de la rédaction de mon manuscrit, j'ai choisi de détailler ces âges de manière indépendante au sein de leurs contextes stratigraphiques respectifs. Les résultats de tous les niveaux datés sont illustrés sous forme de diagrammes de probabilité (Deino and Potts, 1992). Une population de cristaux homogène est considérée comme pertinente lorsque la moyenne pondérée de ces cristaux démontre les caractéristiques statistiques suivantes : MSWD (Mean Square Weighted Deviation) $< 2,0$, et une probabilité $P \geq 0,1$. Les âges moyens pondérés sont calculés avec IsoPlot 3.0 (Ludwig, 2001) et sont donnés à 95% de probabilité en tenant compte de l'erreur sur le flux de neutrons J. Les erreurs totales tenant compte de l'incertitude sur la constante de désintégration sur la constante de Steiger et Jäger (1977) sont également présentées. Pour la plupart des échantillons datés les isochrones inverses démontrent un rapport $^{40}\text{Ar}/^{36}\text{Ar}$ à l'initial proche de ce même rapport dans l'atmosphère excluant ainsi la possibilité d'excès d'argon dans l'échantillon. Dans le cas contraire cela est discuté spécifiquement dans le texte. Tous les résultats obtenus (i.e. données pour chaque cristal daté) sont intégrés sous forme de tableaux en annexe 2 suivant les recommandations de Renne et al., (2009).

I/ Le Latium

1. Province de Viterbe

La Ficoncella

Le site de la Ficoncella (75-95 m a.s.l, bassin de Tarquinia) dont la stratigraphie est principalement constituée de dépôts de plaines d'inondations a, pour rappel, livré un unique niveau archéologique démontrant un assemblage lithique principalement constitué d'outils microlithiques de mode 1 et des restes paléontologiques dominés par l'espèce *Palaeoxodon antiquus* (Aureli et al., 2015). Trois unités sédimentaires (FIC 1, 2 et 3, voir Fig. 3-1) sont individualisées et reportées figure 3-1. L'horizon archéologique est géologiquement constitué de sables, silts et matériels volcaniques (scories, lapilli, cendres). L'ignimbrite constituant l'unité FIC 2 présentée dans le chapitre 1, avait été datée de 444 ± 16 par $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ (Aureli et al., 2015) donnant ainsi un âge minimum au niveau archéologique. Un niveau de téphra (FIC-12,9 sur la stratigraphie) localisé 4,7 m sous la base du niveau archéologique a été découvert lors d'un sondage et prélevé. La géochimie de ce téphra ainsi que la lithologie ont poussé Aureli et al., 2015 à le relier à l'éruption des monts Sabatini *FALL A* (499 ± 9 ka, Jicha et al., 2016).



Objectifs pour la Ficoncella :

- Datation du téphra FIC-12,9, corrélé géochimiquement à l'éruption *FALL A* des monts Sabatini.
- Affiner ainsi l'âge du niveau archéologique chronologiquement actuellement intercalé entre environ 500 et 444 ± 16 ka (MIS 13).

Figure 3-1 : Stratigraphie du site de la Ficoncella, extraite de l'article d'Aureli et al., 2015 avec la localisation de l'échantillon prélevé (FIC-12,9) qui est l'unique niveau sédimentaire daté pour ce site durant ma thèse.

▪ Résultats $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$

Pour le niveau FIC-12,9 dix cristaux de sanidine ont été mesurés. Le diagramme de probabilité obtenu est simple (i.e. gaussienne) démontrant une population unique de cristaux (Fig. 3-2). L'âge moyen pondéré pour cette population correspondant donc au dépôt de l'éruption est de 505 ± 3 ka (MSWD = 0,9 et $P = 0,5$). L'erreur totale externe (i.e. tenant compte de l'erreur sur la constante de désintégration totale) est de 11 ka.

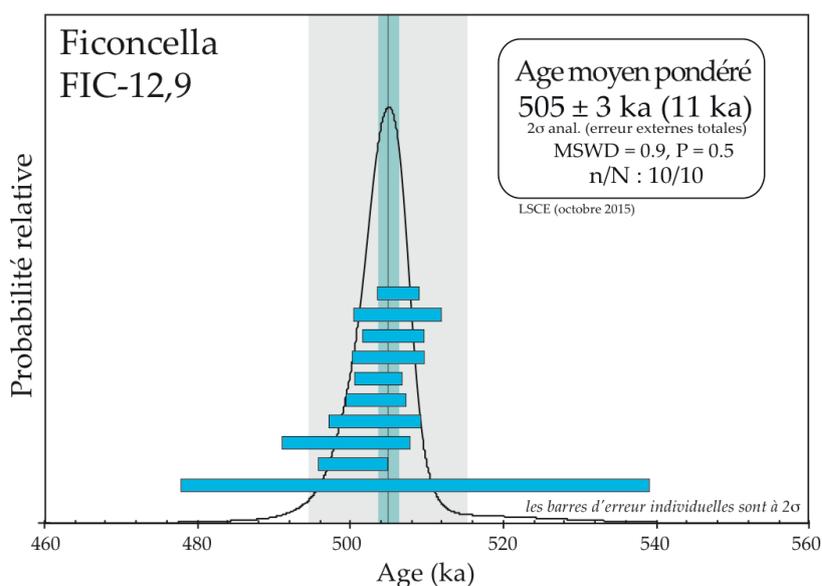


Figure 3-2 : Diagramme de probabilité obtenu pour le niveau FIC-12,9.

▪ Interprétations chronologiques

Ce niveau avait été interprété par Aureli et al. (2015) comme chimiquement corrélé à l'éruption *Fall A* originaire des monts Sabatini et datée à environ 500 ka (499 ± 9 ka, Marra et al., 2014, âge recalculé avec ACs-2 à 1,193 Ma à partir de l'âge suggéré par Niespolo et al., 2017 pour ACs -2 avec l'utilisation de la constante de désintégration de Min et al., 2000, voir tableau 2-2 (1,1848 Ma)). L'âge que nous avons calculé de 505 ± 3 ka (11 ka) pour ce niveau est donc chronologiquement compatible avec l'hypothèse d'Aureli et al. (2015). L'horizon archéologique est donc désormais bien contraint par deux datations $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ entre 505 ± 11 ka et 444 ± 16 ka (Fig. 3-2).

- **Interprétations archéologiques**

Conditions paléo-environnementales

Aureli et al. (2015) ont mentionné la présence de nodules de carbonates dans le niveau archéologique, suggérant selon eux des conditions environnementales plutôt tempérées, typiques d'environnements sub-humides. Ces nodules sont nettement moins présents à la base de l'unité FIC-1 ce qui a poussé les archéologues en charge du site à proposer un changement environnemental important entre la base et le sommet de l'unité (Aureli et al., 2012, 2015). Les sédiments de l'unité FIC-1 correspondent majoritairement à un environnement de plaine d'inondation, voire à un environnement palustre. Les assemblages paléontologiques retrouvés dans le niveau archéologique, bien que peu nombreux, sont d'âge galérien et sont associés généralement à un climat et environnement plutôt tempéré et humide (avec notamment la présence d'*Hippopotamus* sp.). Un téphra, équivalent chimiquement à FIC-12,9 a été décrit dans les bassins tectoniques de Mercure et Acerno (A9) (Giaccio et al., 2014, Petrosino et al., 2014a et b). Dans ce dernier bassin, un enregistrement pollinique continu entre 570 et 450 ka, bien contraint chronologiquement grâce à la présence de plusieurs téphras datés par $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$, permet d'avoir un enregistrement climatique et environnemental régional de grande qualité pour une période contemporaine de l'occupation humaine de Ficoncella (voir chapitre 1, Russo-Ermolli, et al., 1997, Petrosino et al., 2014a). A Acerno, ce téphra chimiquement similaire à FIC-12,9 (Fall A) nommé A9 est localisé climatostratigraphiquement à la fin du stadiaire MIS 13.2 (Fig. 3-3), où il semble précéder stratigraphiquement une augmentation significative de la présence du Chêne *Quercus* sp. attribué au MIS 13.1 (Petrosino et al., 2014a, Aureli et al., 2015). Le niveau archéologique de la Ficoncella a ainsi été interprété par Aureli et al. (2015) comme datant de l'optimum climatique de cet interstadiaire (MIS 13.1, Fig. 3-3). La datation $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ obtenue pour le téphra FIC-12,9 (505 ± 11 ka) va dans le sens de cette interprétation, mais les barres d'erreur obtenues sont toutefois importantes et ne permettent pas d'exclure que l'occupation ait été plus tardive et date de la transition entre MIS 13 et MIS 12 (Fig. 3-3).

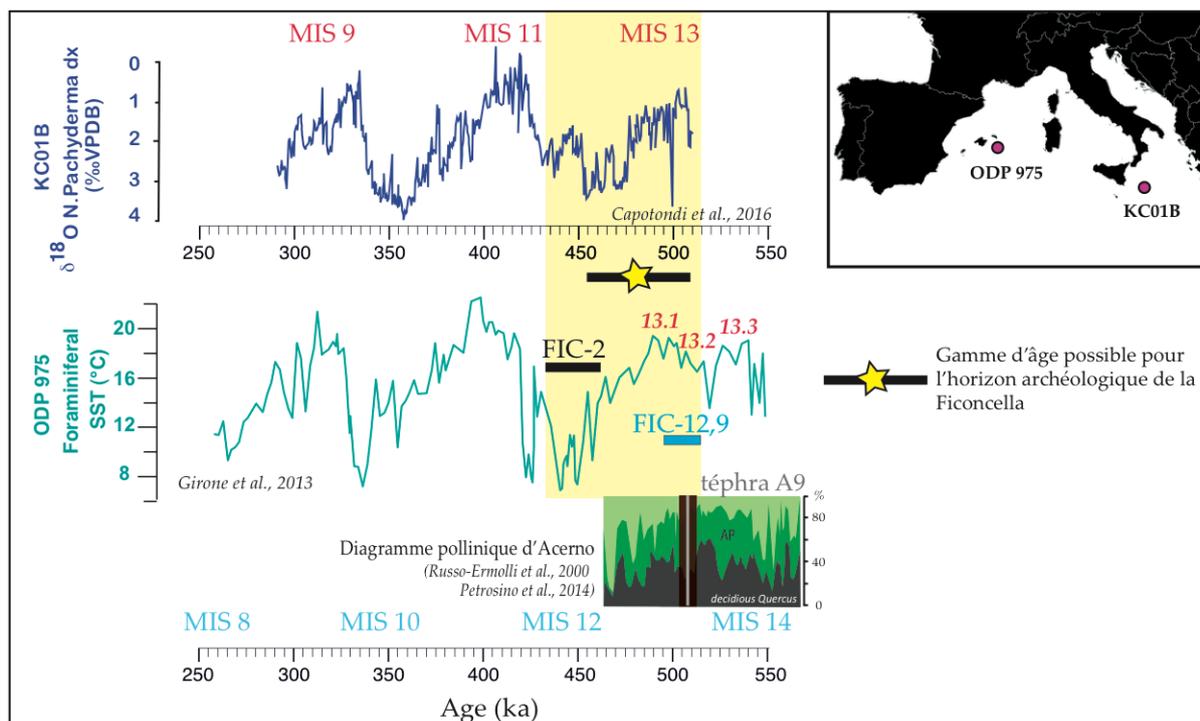


Figure 3-3 : Age obtenu pour le niveau FIC-12,9 de Ficoncella mis en corrélation avec les courbes climatiques de Capotondi et al. (2016), montrant l'évolution du $\delta^{18}\text{O}$ au sein de tests d'assemblages de foraminifères planctoniques (*N. pachyderma*) pour le site KC01B, et de Girone et al. (2013) montrant l'évolution des températures de surface de la mer Méditerranée entre 550 et 250 ka (site ODP 975).

Informations sur les assemblages lithiques

A la Ficoncella, un outillage constitué d'outils microlithiques a été découvert mais pas d'industrie bifaciale. La proximité des outils retrouvés avec les ossements d'éléphants incite à émettre l'hypothèse d'un site de boucherie (Aureli et al., 2015) cependant la mauvaise préservation des ossements empêche toute lecture de potentielles traces de découpes. Pour obtenir de plus amples informations sur la fonction du site archéologique, l'ouverture d'une surface de fouille plus importante sera nécessaire dans le futur.

2. Province romaine

2.1. La Polledrara di Cecanibbio

La Polledrara di Cecanibbio (20 km à l'ouest de Rome) caractérisée par une séquence sédimentaire de 2 m est un site du Latium très connu pour son important assemblage paléontologique (20 000 restes de vertébrés) et pour ses nombreuses attestations d'activités humaines (1100 outils de mode 1, une dent attribuée à *Homo heidelbergensis* (Manzi et al., 2011), traces d'activités de chasse et boucherie...) (Anzidei et al., 2012). Tous les vestiges archéologiques et paléontologiques de cette séquence sont piégés dans un dépôt fluviatile de type boue volcanique (lahar) granoclassée, très riche en fragments de pyroclastites (principalement de la pierre ponce). Il est à noter l'absence d'industrie bifaciale dans l'assemblage lithique. L'assemblage faunique du site est typique de l'Aurélien (Anzidei et al., 2004).

Objectifs pour La Polledrara di Cecanibbio :

- Datation $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ d'un niveau volcanique POL 13-01 localisé à environ 2 m sous la paléosurface ainsi que du niveau fluviatile localisé directement sous le niveau archéologique (POL 12-02). Donner ainsi un âge maximum aux vestiges archéologiques en procédant par approche stratigraphique continue.
- Datation $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ du niveau contenant les vestiges (POL 12-01 et 12-03) afin de vérifier la nature primaire de cette boue volcanique et donner ainsi un âge direct aux restes paléontologiques et archéologiques qu'elle contient (à l'incertitude sur l'âge $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ près).

La stratigraphie du gisement ainsi que les résultats $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ obtenus pour la Polledrara di Cecanibbio sont présentés dans l'article reproduit dans son intégralité ci-dessous (Pereira et al., 2017), sous presse dans la revue *Journal of Archaeological Science : Reports* 15, 20-29. Ces résultats sont confrontés à des datations ESR-U/Th effectuées par Jean-Jacques Bahain, Christophe Falguères, Olivier Tombret et Tristan Garcia. Les implications chronologiques et archéologiques pour le niveau d'occupation humaine du site y sont décrites.



Contents lists available at ScienceDirect

Journal of Archaeological Science: Reports

journal homepage: www.elsevier.com/locate/jasrep

$^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ and ESR/U-series data for the La Polledrara di Cecanibbio archaeological site (Lazio, Italy)



Alison Pereira^{a,b,c,d,*}, Sébastien Nomade^b, Christophe Falguères^a, Jean-Jacques Bahain^a, Olivier Tombret^a, Tristan Garcia^e, Pierre Voinchet^a, Grazia-Maria Bulgarelli^f, Anna-Paola Anzidei^g

^a Département Homme et environnement, Muséum national d'Histoire naturelle, UMR 7194 du CNRS, 1 rue René Panhard, 75013 Paris, France

^b Laboratoire des Sciences du Climat et de l'Environnement, LSCE/IPSIL, CEA-CNRS-UVSQ, Université Paris-Saclay, F-91191 Gif-sur-Yvette, France

^c Sezione di Scienze Preistoriche e Antropologiche, Dipartimento di Studi Umanistici, Università degli Studi di Ferrara, C.so Ercole d'Este I, 32, Ferrara, Italy

^d Ecole française de Rome, Piazza Farnese, IT-00186 Roma, Italy

^e CEA, LIST, Laboratoire National Henri Becquerel, 91191 Gif-sur-Yvette Cedex, France

^f Museo Nazionale Preistorico ed Etnografico "L. Pigorini", Rome, Italy

^g Soprintendenza Speciale Archeologia, Belle Arti e Paesaggio di Roma, Rome, Italy

Abstract

La Polledrara di Cecanibbio (20 km from Rome) discovered in 1984, is a famous Middle Pleistocene site of the Italian peninsula (Lazio) mainly thanks to its excellent preservation state and its richness in archaeological and faunal remains. This deposit presents a typical Aurelian faunal assemblage with a large number of “elephants” specimens. A human tooth and scavenging traces on “elephants” bones were also pointed out. Palaeontological and archaeological remains are located in deposits characterized by its high percentage of white volcanic material blocks embedded in a fine matrix, laying on a fluvial volcano-sedimentary sequence. This archaeological sequence belongs to the Aurelia Formation, and was correlated to the MIS 10-9. To refine this age assignment, we provided a multi-methods investigation including both $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ and ESR/U-series methods. $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ measurements made on single K-feldspars minerals extracted from white pumices within the archaeological horizon suggest a deposition age of 325 ± 6 ka while the ESR/U-series analyses applied on fossil enamel teeth highlighted a minimum age of 304 ± 25 ka, in agreement with the $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ ages. These results allowed us to place with confidence the occupation as well as palaeontological assemblage of La Polledrara di Cecanibbio contemporaneously to the middle part of the MIS 9 period just after the interglacial optimum s.s. La Polledrara di Cecanibbio is hence now the most precisely and accurately dated Lower Palaeolithic site among the numerous sites from the Lazio province.

Keywords

$^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ on single crystal ; ESR/U-series ; MIS 9 ; Italy

Introduction

La Polledrara di Cecanibbio is one of the numerous Middle Pleistocene sites of the Roman area, Italy. It was discovered in 1984 through a program of territorial surveys led by the “Soprintendenza per i Beni Archeologici di Roma”. After thirty years of excavation campaigns, La Polledrara di Cecanibbio is currently considered as one of the richest deposit of the Lazio province but also as one of the landmark sites from the Italian Middle-Pleistocene period (Anzidei et al., 2004, Anzidei et al., 2012, Santucci et al., 2016). More than 20 000 palaeontological fossils and at least 1100 lithic tools and bones artefacts were identified. It is worth mentioning that La Polledrara di Cecanibbio is characterized by the absence of bifacial tools (Anzidei et al., 2012). Furthermore, several *Palaeoloxodon antiquus* carcasses trapped in muddy sediments demonstrate hominids scavenging traces highlighting the opportunistic behaviours of the Pre-Neanderthal populations. These impressive numbers of well-preserved fossils and tools as well as the testimony of opportunistic behaviours with respect to elephants’ skeletons underline the exceptional nature of this deposit within the corpus of Italian’s Lower Palaeolithic sites (Anzidei et al., 2012; Santucci et al., 2016). Since 2000, a building covering 900 m² of the site palaeo-surface is accessible to the public and allows the site protection.

Current geological and palaeontological constraints allowed the attribution of La Polledrara di Cecanibbio to the Aurelian formation. This site was estimated by biochronology between 340 and 320 ka, corresponding to marine isotopic stage (MIS) 9 (Anzidei et al., 2012). However, the chronology of La Polledrara must be refined by geochronological data derived from absolute dating technics as without accurate chronological data the comparison of La Polledrara di Cecanibbio with the numerous nearby sites contemporaneous with this time period remains still hazardous (e.g. Villa et al., 2016a). In 2012, in the frame of an Italian/French collaboration, we started a large program of geochronology that aims at creating a more robust chronological framework for the corpus of Italian’s Lower Palaeolithic sites. We will present in this contribution the detail results obtained for La Polledrara di Cecanibbio using the $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ on single-grains and the ESR/U-series methods on dental tissues; replacing this site in a precise palaeo-climatological context and in the frame of the Roman area’s Lower Palaeolithic sites corpus.



Figure 3-4: Geological map showing the location of La Polledrara di Cecanibbio and the neighbouring archaeological sites of Torre in Pietra, Casal de'Pazzi, Castel di Guido and Osteria moricone (Villa et al., 2016a, Manzi et al., 1990, Anzidei et al., 1999, Barbattini et al., 1982, Saccà, 2012 and Ceruleo et al., 2015) and with the active volcanic complexes of the Middle Pleistocene (Karner et al., 2001, Sottili et al., 2010, Marra et al., 2011).

Geological Setting:

Geological context of the Lazio province

La Polledrara di Cecanibbio is located in the Lazio, close to Rome. This region, hosting the delta of the Tiber River since the beginning of the Middle Pleistocene (e.g. Milli, 1997; Marra and Florindo 2014; Marra et al., 2016), is particularly rich in Middle Pleistocene archaeological sites such as Torre in Pietra, Malagrotta, Castel di Guido or Casal de'Pazzi (e.g. Manzi et al., 1990, Anzidei et al., 1999, Boschian and Saccà, 2010, Villa et al., 2016a, Fig. 3-4). In fact, this particular geological context allows the deposition of lacustrine fluvio-sedimentary successions, in response to the strictly interaction among the glacio-eustatic variations, the tectonic uplift, and the volcanism along the Latium Tyrrhenian margin, so allowing a good correlation with the marine isotopic stages (Milli, 1997; Milli and Palombo, 2005; Marra et al., 2014, 2016). The continued uplift of this region since 800 ka, allows a good exposure of sedimentary successions making this region one of the richest of the Italian peninsula harboring mammalian fauna as well as testimonies of human activities (Marra et al., 2014).

These specific archaeological deposits are, according to Milli and Palombo (2005), related to the informal sequence stratigraphic unit known in the literature as Ponte Galeria Sequence (PGS). Oriented northwest-southeast on 30 km along the Tyrrhenian Sea margin, this sequence was subdivided in twelve depositional sequences limited above and below by unconformity

surfaces (Milli et al., 2016). La Polledrara di Cecanibbio was attributed in the literature to the informal lithostratigraphic unit Aurelia formation, MIS 10/9 whose limits are equal to the PG6 sequence-stratigraphic unit, mainly composed of fluvial and fluvio-palustrine deposits rich in volcanic material (Milli, 1997; Milli and Palombo, 2005).

The volcanic materials found at La Polledrara and in the major part of the Lazio's successions come from Roman volcanic districts very active between 450 and 300 ka (Karner et al., 2001, Sottili et al., 2010, Marra et al., 2011). La Polledrara di Cecanibbio like the neighbouring sites of Torre in Pietra and Castel di Guido is located in the marginal sector of the Monti Sabatini volcanic district and thus presents both reworked volcanic materials and primary fallouts rich in K-Feldspars allowing the use of the $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ radio-isotopic method. Furthermore, Castorina et al. (2015) suggested, on the basis on Sr isotopes analyses, that volcanic materials originated from Monti Sabatini have contributed to the sediments found at La Polledrara di Cecanibbio.

La Polledrara di Cecanibbio stratigraphy

The site of la Polledrara di Cecanibbio displays a 2 m thick stratigraphic succession composed of fluvial deposits rich in volcanic material (80 m a.s.l) (Fig. 3-4. 1). The base of the stratigraphy is made of cross-laminated deposits characteristic of a small river channel (oriented W-NW to E-SE Anzidei et al., 2004). A pit made outside the protected area demonstrated that this fluvio-lacustrine deposit overlaid a white volcanic level discovered 3 m below the fossiliferous area (POL 13-01, Fig. 3-4. 1). This small river channel is currently filled by about 2 m of sediments rich in graded volcanic material, mainly composed by white altered graded blocks of pyroclastic material (Fig. 3-4. 1). These blocks are very rich in sanidines, clino-pyroxenes and apatites. Large size volcanic material blocks are at the base of the layer and the thinnest ones at the top of the level.



Figure 3-4.1 : a) Schematic stratigraphy of La Polledrara di Cecanibbio highlighting the sampling positions for the $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ and ESR/U-series dating. b) Photo highlighting the white volcanic block where sample 12-03 was collected. c) Photo demonstrating sample 12-01 and the cross-laminated sediments (sample 12-02)

The archaeological layer, characterised by its high composition in volcanic material, is described as fluvial-flood sediments by Anzidei et al. (2012). Fossils and artefacts were deposited following the river stream and piled when the flow decayed enough. In the higher part of the fossiliferous level, devoid of visible large volcanic material blocks, were discovered three *Palaeoloxodon antiquus* skeletons found in anatomical articulation (Santucci et al., 2016). It proves that some animals were probably trapped later when this deposit became swampy (Anzidei et al., 2012) and was not totally consolidated (Anzidei et al., 2012). The exceptional preservation state of the archaeological and palaeontological remains is explained by the preponderance in this deposit of volcanic material rich in fluorine (Anzidei et al., 2012, Castorina et al., 2015). In fact, the high percentage of fluorine encompassing the bones allows the rapid exchanges of calcium to form fluoro-apatite (Anzidei et al., 2004).

Palaeontological record:

As mentioned above, more than 20 000 vertebrate fossils were recovered at La Polledrara (Anzidei et al., 2004, 2012). The most represented taxa are *Bos primigenius* and *Palaeoloxodon antiquus*. Some other species like *Stephanorhinus hemitoechus*, *Equus ferus*, *Sus scrofa*, *Cervus elaphus* and *Bubalus murrensis* are also represented. Only few carnivores (*Canis lupus* and *Vulpes vulpes*) and primates (*Macaca sylvanus*) are mentioned. Concerning the micro-mammals species, arvicolids and murids were identified. Arvicolids species are *Iberomys* cf. *I. breccensis*, *Pliomys* cf. *P. episcopalis* and *Arvicola* sp. The only murid species found is *Apodemus sylvaticus* (Anzidei et al., 2004, 2012). The large palaeontological assemblage of La Polledrara di Cecanibbio is associated to the Torre in Pietra faunal unit related to the early “Aurelian mammals ages” (Milli and Palombo., 2005).

Archaeological record and evidence of human activities

Only one human tooth attributed to “*Homo heidelbergensis*” after the estimated age of the site (Manzi et al., 2011) was found. This tooth is a deciduous second maxillary molar, belonging to a child aged between 5 and 10 years old (Anzidei et al., 2012). More than 1100 artefacts were unearthed, 500 pieces were collected mainly at the bottom of the archaeological layer and about 600 flint implements were found around the butchered elephant (Anzidei et al., 2012). Concerning the tools discovered in both base and top of the fossiliferous deposit it is worth mentioning that they were made using flint and, more rarely, siliceous limestone little pebbles. The assemblage includes cores, pebble tools, flakes and retouched tools like denticulates, notches and scrapers. Like at Castel di Guido some tools are made of *Palaeoloxodon antiquus* bones (Anzidei et al., 2012). One particularity of tools assemblages from La Polledrara di Cecanibbio is the lack of handaxes, present in other nearby sites of the Lazio (e.g. Torre in Pietra or Castel di Guido; Fig. 3-4, Anzidei et al., 2012, page. 181). Another characteristic of La Polledrara is the highlighting of the opportunistic nature of the Pre-Neanderthal populations. In fact, the most well-preserved elephant carcass is associated with a lithic industry that was produced *in situ* (cores, tools, flakes and working debris). Some of the flint implements associated present wear traces of use on animal tissues, document human activity related to the exploitation of the carcass by scavenging (Anzidei et al. 2012; Santucci et al., 2016). Furthermore, the femurs show fracture morphology referable to human activity, indicating

that these elements were exploited. The fracturing mode should be attributed to the shaping of the raw material and not just to simple fracturing for marrow exploitation. Finally, some bones of carcass are missing after the butchering episode because of natural factors, or by human activity (Santucci et al. 2016).

Palaeoenvironmental data

$^{87}\text{Sr}/^{86}\text{Sr}$ and stable isotopes ($\delta^{13}\text{C}$ and $\delta^{18}\text{O}$) analyses were made by Palombo et al. (2005) on *Palaeoloxodon antiquus* dental enamel (twenty-three samples). These analyses confirmed the proximal origin of the volcanic products and suggested an intermediate diet for these elephants (herbs, leaves, bark) in agreement with a temperate and/or hot climate (i.e. interglacial conditions). New $^{87}\text{Sr}/^{86}\text{Sr}$ analyses performed on the matrix of the archaeological deposit by Castorina et al. (2015) suggested different sources from the Monti Sabatini volcanic complex. However, the fact that they did not investigate the white volcanic blocks but only the matrix may explain the diversity of sources highlighted by this study for the archaeological level.

Material and Methods

$^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ on sanidines single grains

Three different layers were sampled for $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ dating. The first one is the white volcanic layer located 1 m below the deepest archaeological remains (POL 13-01) (Fig. 3-4. 1). The second sample was taken just under the archaeological layer within the reddish cross-laminated fluvial horizon very rich in volcanic material (POL 12-02). Finally, the last samples were taken within the archaeological layer itself (Anzidei et al., 2012). For this layer (around 1.5 m thick, see Fig. 3-4. 1) we decided to collect pieces of white volcanic material blocks in two different places (see Fig. 3-4. 1). A large one (10 cm in diameter) was taken at the base of the archaeological layer (POL 12-03, Fig. 3-4. 1) whereas smaller ones found 10 cm apart (POL 12-01) were taken closer to the top of the layer (i.e. 3 cm in diameter).

All the $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ analyses were performed at the LSCE laboratory, Gif-sur-Yvette (France). Volcanic materials extracted from the archaeological deposit were separately prepared crushed and sieved. Clear and non-altered sanidine crystals ranging from 500 μm up to 1 mm

in size were concentrated for each sample and handpicked under a binocular microscope. These sanidines were then leached for 5 minutes in a 7 % HF acid solution in order to remove the possibly attached groundmass and then repeatedly rinsed with distilled water in an ultrasonic bath. At least 30 crystals were then chosen for each sample and separately loaded in aluminium disks. Samples POL 13-01 and POL 12-02 were irradiated for 40 min (IRR 77) in the $\beta 1$ tube of the OSIRIS reactor (CEA Saclay, France) and samples POL 12-03 and POL-12-01 were irradiated for 1 hour (IRR 66). After irradiation between 15 and 20 crystals for each sample were individually loaded in a copper sample holder. The sample holder was then put into a double vacuum Cleartran window. Each crystal was then fused using a Synrad CO₂ laser at 10 to 15 % of nominal power (c.a. 25 Watts). The extracted gas was then purified for 10 min by two hot GP 110 and two GP 50 getters (ZrAl). Argon's isotopes (³⁶Ar, ³⁷Ar, ³⁸Ar, ³⁹Ar and ⁴⁰Ar) were analysed by mass spectrometry using a VG5400 equipped with an electron multiplier Balzers 217 SEV SEN coupled to an ion counter. Neutron fluence J for each sample is calculated using co-irradiated Alder Creek Sanidine (ACs-2) standard with an age of 1.193 Ma (Nomade et al., 2005) and the total decay constant of Steiger and Jäger's (1977). For the irradiation 77, mean J-values computed from standard grains are $J = 0.00024170 \pm 0.00000145$ for POL 13-01 and $J = 0.00037885 \pm 0.00000189$ for POL 12-02 and for irradiation 66; $J = 0.00036470 \pm 0.00000182$ and $0.00038070 \pm 0.00000190$ for POL 12-03; POL 12-01 respectively. Mass discrimination was estimated by analysis of Air pipette throughout the analytical period, and was relative to a ⁴⁰Ar/³⁶Ar ratio of 298.56 (Lee et al., 2006). Procedural blank measurements are computed after every two or three unknown samples. For typical 10 min static blank, typical backgrounds are about $2.0\text{-}3.0 \times 10^{-17}$ and 5.0 to 6.0×10^{-19} moles for ⁴⁰Ar and ³⁶Ar respectively. The precision and accuracy of the mass discrimination correction was monitored by weekly measurements of air argon of various beam sizes. Recent revisions of standards and decay constants suggest values of about +/- 1% than the one we used (e.g. Kuiper et al., 2008, Renne et al., 2011, Phillips and Matchan., 2013, Rivera et al., 2013, Jicha et al., 2016; Niespolo et al., 2016). However, the difference implied for the final ages obtained is here negligible, well within the full-propagated reported uncertainties.

ESR/U-series method

Seven bovid teeth (aurochs), recovered directly on the palaeosurface, were analysed both by ESR and U-series in order to estimate their age using ESR/U-series approach by US model (Grün et al., 1988).

ESR measurements were performed on EMX Bruker ESR spectrometer using the following parameters: 10 mW microwave power, 0.1 mT modulation amplitude, room temperature, 10 mT scan range, 4 mins scan time and 100 kHz frequency modulation, at least four measurements for each dose on different days. The ESR intensities were extracted from the $g = 2.00018$ enamel ESR signal through peak-to-peak (T1-B2) amplitude measurements according to Grün (2000). The teeth were prepared following the protocol proposed by Bahain et al (2012). A part of an external enamel layer was extracted from each tooth; the enamel layer was then cleaned on each side by any contamination by sediment or dentine. After grounding and sieving, the 100-200 μm grain-size fraction was split into 10 aliquots. Nine of them were irradiated using ^{60}Co calibrated source (LNHB, CEA, CEN Saclay, France) at doses ranging from 260 to 20,000 grays (Gy), then the ESR intensities I of the whole set of aliquots were measured using a Bruker EMX spectrometer. The equivalent doses D_E were then extrapolated from the obtained dose growth curve using an exponential plus linear fitting function (E+L, according with Shao et al., 2015) with a $1/I^2$ weighting using Origin Pro 8.0 software. For La Polledrara samples, these D_E are similar to those obtained with double saturation exponential function (DSE) generally preconized for high D_E values (Duval and Grün, 2016), but with smaller associated uncertainties. U-series analyses were performed on each dental tissue by both gamma and alpha spectrometries (following the chemical protocol of Bischoff et al., 1988) in order to evaluate eventual radium and radon losses (Bahain et al., 1992) and to determine the U-uptake parameters necessary to the dose rate contributions and age calculations (Shao et al., 2015).

Samples	Tissue	U content (ppm)	²³⁴ U/ ²³⁸ U	²³⁰ Th/ ²³² Th	²³⁰ Th/ ²³⁴ U	²²² Rn/ ²³⁰ Th	Initial thickness (µm)	Removed thickness Internal side (µm)	Removed thickness External side (µm)
Po2012-01	dentine	342.83 ± 9.12	1.215 ± 0.008	20	0.658 ± 0.030	0.351	1270 ± 159	172 ± 21	32 ± 4
	enamel	9.89 ± 0.26	1.131 ± 0.021	> 100	0.760 ± 0.034	0.612			
Po2012-02	dentine	294.18 ± 9.96	1.172 ± 0.033	48	0.617 ± 0.027	0.395	1323 ± 165	116 ± 14	6 ± 1
	enamel	10.11 ± 0.33	1.148 ± 0.039	13	0.798 ± 0.039	1.000			
Po2012-03	dentine	283.76 ± 8.81	1.215 ± 0.031	85	0.575 ± 0.025	0.390	1124 ± 140	191 ± 24	86 ± 11
	enamel	23.52 ± 0.83	1.153 ± 0.044	46	0.629 ± 0.032	0.321			
Po2012-04	dentine	326.73 ± 8.79	1.209 ± 0.026	> 100	0.646 ± 0.026	0.426	1394 ± 174	43 ± 5	114 ± 14
	enamel	13.80 ± 0.49	1.387 ± 0.053	53	0.704 ± 0.034	0.497			
Po2012-05	dentine	273.00 ± 9.22	1.239 ± 0.036	97	0.633 ± 0.033	0.533	1238 ± 155	109 ± 14	78 ± 10
	enamel	9.98 ± 0.28	1.185 ± 0.023	88	0.699 ± 0.033	0.557			
Po2012-06	dentine	340.53 ± 11.61	1.252 ± 0.034	> 100	0.503 ± 0.027	0.385	1339 ± 167	225 ± 28	155 ± 19
	enamel	8.92 ± 0.25	1.164 ± 0.024	> 100	0.679 ± 0.037	0.650			
Po2012-07	dentine	396.22 ± 13.70	1.062 ± 0.030	> 100	0.654 ± 0.035	0.279	1376 ± 172	138 ± 17	75 ± 9
	enamel	5.72 ± 0.24	1.473 ± 0.061	> 100	0.724 ± 0.035	0.780			

Tableau 3-1 : U-series data (α-spectrometry) and samples thicknesses determined on teeth from La Polledrara di Cecanibbio (Lazio, Italy). Analytical uncertainties are given with ± 1σ.

The beta dose contributions were corrected from the enamel part destroyed on each side of the enamel layer during the preparation process (according to Brennan et al., 1997) (Table 3-1).

The radioelement contents of 10 sediment samples associated to the archaeological level were determined by gamma spectrometry and *in situ* gamma dose rate (5 measurements) was also measured using TL Al₂O₃ dosimeters. The cosmic dose rate was estimated using the formula of Prescott and Hutton (1994). The following mean values were then used for any age calculation: U = 12.63 ± 0.35 ppm; Th = 47.10 ± 0.61 ppm; K = 1.27 ± 0.03%; D_{γ+cosm} = 2716 ± 40 µGy/a. As the excavation was open since a long time and covered by a structure, it was not possible to directly measure reliable water contents from the sediments. A fixed value of 15 ± 5 % was therefore assumed for the age calculations. Were also used the following parameters: a k-value (α efficiency) of 0.13 ± 0.02 (Grün and Katzenberger-Apel, 1994); water content of 0 wt% in the enamel and 7 wt% in the dentine; conversion contents-doses factors from Adamiec and Aitken (1998). The “USESR” computer program (Shao et al., 2012) was used for the age calculation.

Results

⁴⁰Ar/³⁹Ar on sanidines single grains

Full analytical details for individual crystals are given in the supplementary dataset. In Fig. 3-4. 2 results are presented for each level as probability diagrams (Deino and Potts, 1990). A homogeneous population is considered relevant when the weighted mean of these crystals has a Probability fit ≥ 0.1 . The weighted average ages are calculated using IsoPlot 3.0 (Ludwig, 2001) and given at 2σ (95% of probability) including J uncertainty throughout the text. The full-propagated uncertainties (including the total ⁴⁰K decay constant) are given between brackets with the statistical characteristics. Individual crystals results are presented in the supplementary dataset in tables S1 to S4.

- POL 13-01

Eighteen sanidines were individually dated. This white volcanic deposit, characterized by a very homogenous granulometry, is a primary volcanic deposit, however it displays a bimodal probability diagram. The volcanic nature of this layer is attested, however as the sample was taken in a borehole, it is not determined if it corresponds to a pyroclastic-flow or to an air-fall deposit. Nevertheless, the homogeneity of the deposit and its lithology suggests that it may correspond to a primary fine ash fall. The main population (juvenile one) of crystals is made of fifteen on the eighteen measured crystals. The three oldest crystals are centred at an age around 433 ka (Fig. 3-4. 2). The juvenile population of sanidine crystals gives a weighted mean age of 411 ± 5 ka (10 ka, MSWD = 0.3 and P = 1). The ⁴⁰Ar/³⁶Ar initial ratio given by the inverse isochron for this population is 295 ± 9 (2σ analytical uncertainties) equivalent within uncertainties to the atmospheric ratio of 298.56.

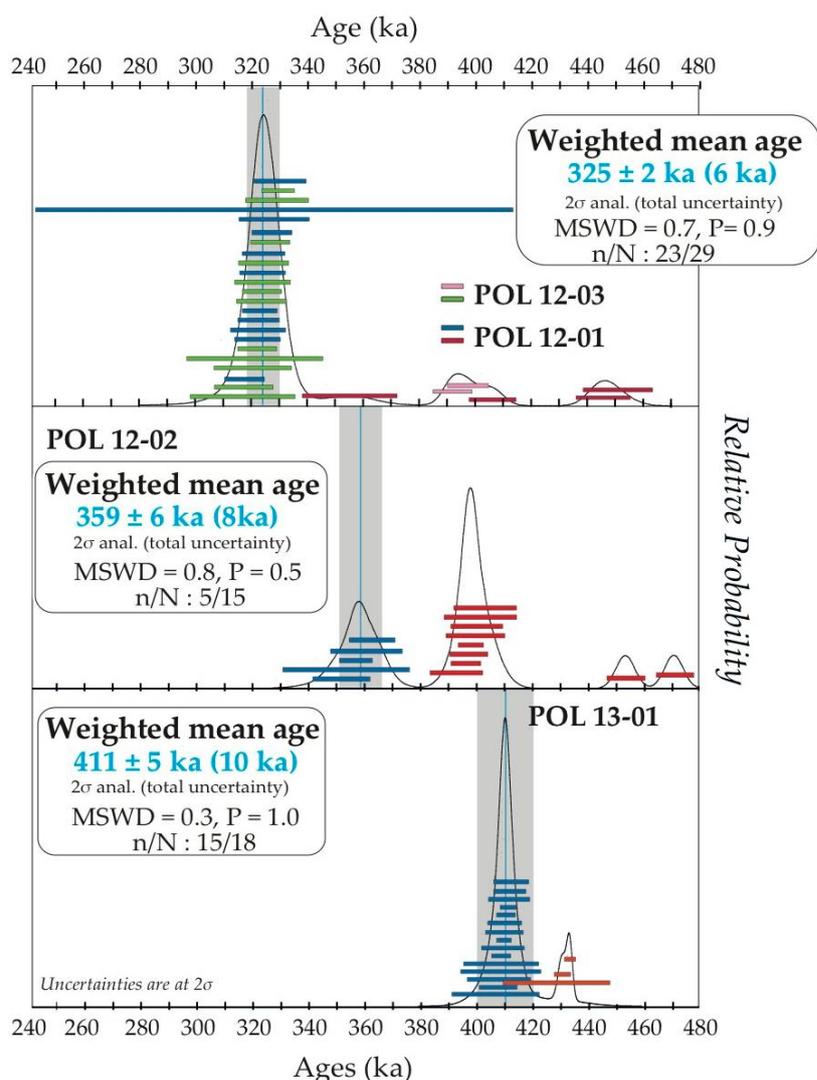


Figure 3-4.2 : $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ results for La Polledrara di Cecanibbio presented as probability diagrams. MSWD = Mean Square Weighted Deviation, P = Probability fit. For the archaeological layer two different samples were taken (POL 12-01 and POL 12-03) and combined in the same probability diagram.

- POL 12-02

We dated fifteen sanidines extracted from the cross-laminated fluvial deposit (Fig. 3-4. 2). As expected for reworked volcanic deposit the probability diagram is multimodal. The main population of sanidines is made of eight crystals centred at 400 ka. The youngest mode, composed of five crystals, allows the calculation of a mean age of 359 ± 6 ka (8 ka, MSWD = 0.8 and P = 0.5). Two older crystals are also highlighted in the probability diagram, dating respectively to 454 ± 7 ka and 471 ± 7 ka. Their presence underlines the presence of much older eruptions reworked within the layer. The inverse isochron calculated using these 5 crystals displays a low scattered and $^{40}\text{Ar}/^{36}\text{Ar}$ initial ratio of 249 ± 41 (2σ , analytical uncertainties).

Even if this ratio is very imprecise it is still within uncertainties equivalent to the atmospheric ratio.

- POL 12-01 and 12-03

A total of twenty-nine crystals extracted from the white volcanic material blocks found in the archaeological level were measured for POL 12-01 and POL 12-03 samples (fifteen for POL 12-01 and fourteen for POL 12-03, Fig. 3-4. 2).

We pooled the results obtained for the two samples in a single diagram, as separated results were within uncertainties equivalent (Fig 3-4. 2). The pumices displayed similar results with one main juvenile population including 23 of the 29 crystals dated (Fig. 3-4. 3). The weighted mean age obtained for this juvenile population is 325 ± 2 ka (6 ka, MSWD = 0.7 and P = 0.9). The six xenocrysts are scattered between 350 ka and 450 ka (Fig. 3-4. 2).

ESR/U-series method

The ESR/U-series data (calculated using US model), dose rate contribution and ages are displayed Table 3-1. 1.

Samples	Tissue	D_E (Gy)	U uptake parameter p	$D_a \alpha$ internal ($\mu\text{Gy/a}$)	$D_a \beta$ ($\mu\text{Gy/a}$)	D_a ($\gamma + \text{cosm}$) ($\mu\text{Gy/a}$)	D_a total ($\mu\text{Gy/a}$)	ESR/U-series ages US model (ka)
Po2012-01	dentine enamel	1664.92 ± 168.64	-0.3600 ± 0.1509 0.2803 ± 0.2477	1779 ± 868	708 ± 183	2716 ± 40	5203 ± 888	320 ± 44
Po2012-02	dentine enamel	1901.67 ± 104.66	-0.5926 ± 0.027 0.2210 ± 0.1719	2691 ± 696	1150 ± 212	2716 ± 40	6557 ± 729	290 ± 28
Po2012-03	dentine enamel	1845.44 ± 140.61	0.2083 ± 0.2341 0.5801 ± 0.2872	2361 ± 487	1074 ± 52	2716 ± 40	6151 ± 702	300 ± 29
Po2012-04	dentine enamel	1717.57 ± 48.33	-0.6826 ± 0.1120 -0.5380 ± 0.1346	3008 ± 955	1902 ± 530	2716 ± 40	7626 ± 1093	183 ± 23
Po2012-05	dentine enamel	1420.99 ± 89.41	-0.0762 ± 0.0883 0.3044 ± 0.1143	1472 ± 314	1230 ± 200	2716 ± 40	5418 ± 375	317 ± 20
Po2012-06	dentine enamel	1499.71 ± 103.76	-0.1283 ± 0.1365 1.0761 ± 0.2634	1388 ± 528	863 ± 233	2716 ± 40	4968 ± 578	286 ± 28
Po2012-07	dentine enamel	1248.43 ± 34.97	-0.6405 ± 0.0680 -0.4890 ± 0.0836	1566 ± 338	1928 ± 360	2716 ± 40	6211 ± 495	201 ± 15

Tableau 3-1.1 : Dose rates and ESR/U-series ages obtained on teeth from La Polledrara di Cecanibbio, Lazio, Italy. Analytical uncertainties are given with $\pm 1\sigma$.

Figure 3-4. 3 presents the U-uptake kinetics reconstructed from corresponding U-uptake p parameters for each tooth and associated modelled dose-contributions. The modelled U-incorporation timing indicates for all the analysed tissues a post-burial uptake, ranging from relatively early uptake (p-values comprised between -1.0 and -0.6 to recent uptake (p > 0). It

leads mechanically to a relatively great impact of the environmental dose rate contribution (gamma plus cosmic) on the age calculation.

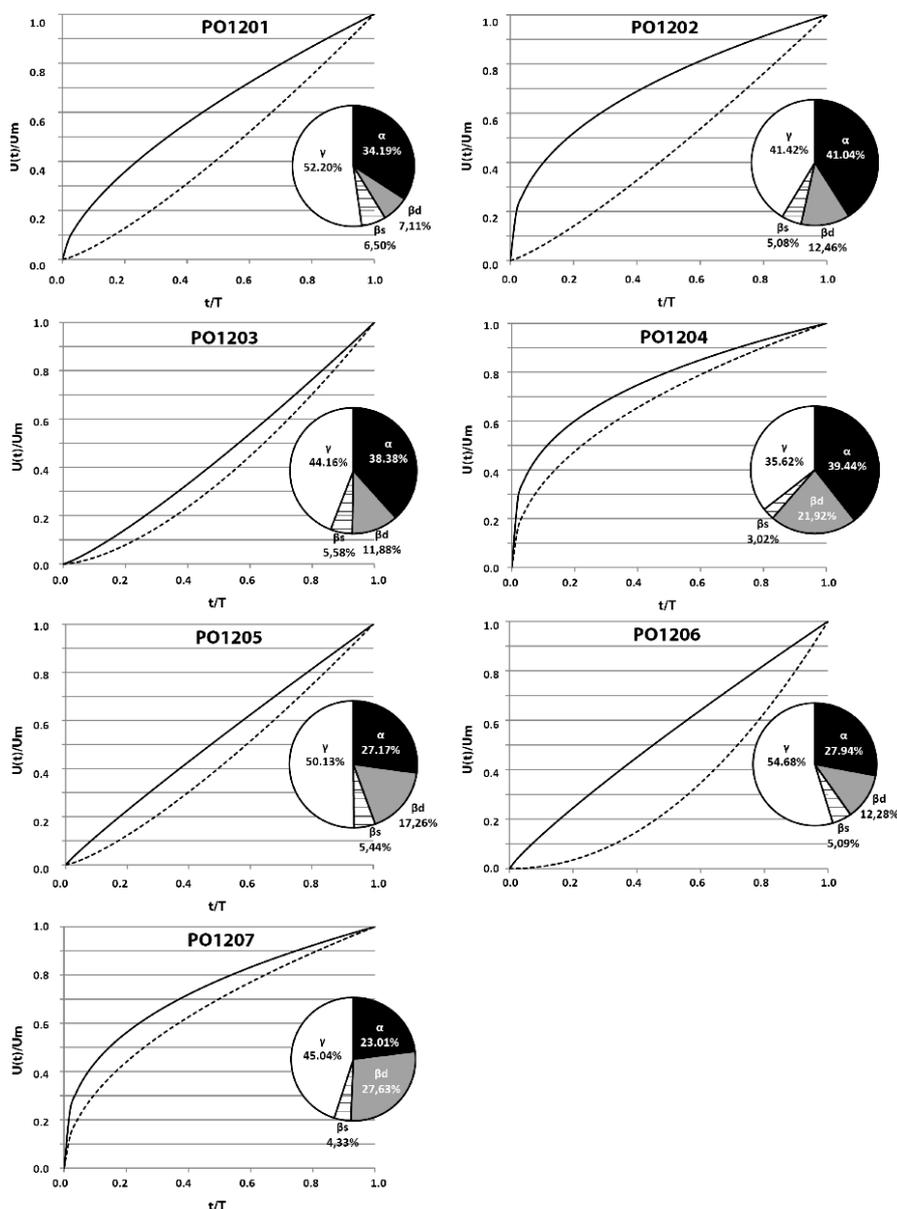


Figure 3-4.3: U-take kinetics and contributions to the dose rate modeled for teeth from La Polledrara di Cecanibbio, Lazio, Italy from p parameters determined by US-ESR dating approaches.

In supplementary data are presented information allowing the reader's better comprehension: in Fig. S1 (voir annexe 2-3), ESR growth curves of the Polledrara tooth enamel samples and corresponding (Exp+Lin) D_E extrapolation for the 7 teeth are shown; In Table. S5, equivalent doses obtained for the Polledrara tooth samples using Exponential + Linear (E+L), Double Saturating Exponential (DSE) and Single Saturating Exponential (SSE) functions respectively

are presented; Fig. S2, demonstrates the comparison of the equivalent doses obtained for the Polledrara tooth samples using Exponential + Linear (E+L) and Double Saturating Exponential (DSE) functions respectively. In Table S6 are found, the radioelement contents of the Polledrara sediments samples determined by low background high purity γ -spectrometry. Table. S7 shows the gamma dose rate measured by TL (α -Al₂O₃:C) dosimeters at La Polledrara (by courtesy of H. Valladas, LSCE, France). Finally, Fig. S3 represents the map of La Polledrara site with locations of the sampled teeth, sediments and dosimeters. Two groups of dates can be observed on the age density plot (Fig 3-4. 4). The first one (5 teeth), around 304 ± 25 ka, fits well with $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ dates, while the second one, centred at 196 ± 25 ka, seems greatly underestimated. These two teeth correspond to those for which the earliest U-uptake reconstructions were obtained.

Isochronous plot showing measured equivalent dose values vs internal doses modelled was therefore build for the La Polledrara teeth (Fig 3-4. 4). The teeth corresponding to the oldest group are highly correlated ($R^2 > 0.99$), indicating that the measured environmental dose rate seems geologically representative for them. The intercept of the obtained correlation line equation with the Y-axis provides then the part of the D_E related to this external dose. By dividing this value by the environmental dose rate including the external beta dose rate related to the sediments, an age estimate of ca 320 ka is obtained. This estimate is close to the age of the oldest population and agrees with the $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ date of the archaeological layer.

On the other hand, the two other teeth are completely out of the line. It could indicate for them an underestimation of the D_E , which could be related to the presence of unstable components in the ESR spectrum (Joannes-Boyau and Grün, 2011). It could be also due to an inaccurate dosimetric reconstruction, in relation with a local change of the environmental dose rate caused by the relatively late U-uptake modelled for the whole set of samples, as evoked recently for teeth from another Italian Middle Pleistocene site, Isernia la Pineta, by Shao et al. (2012).

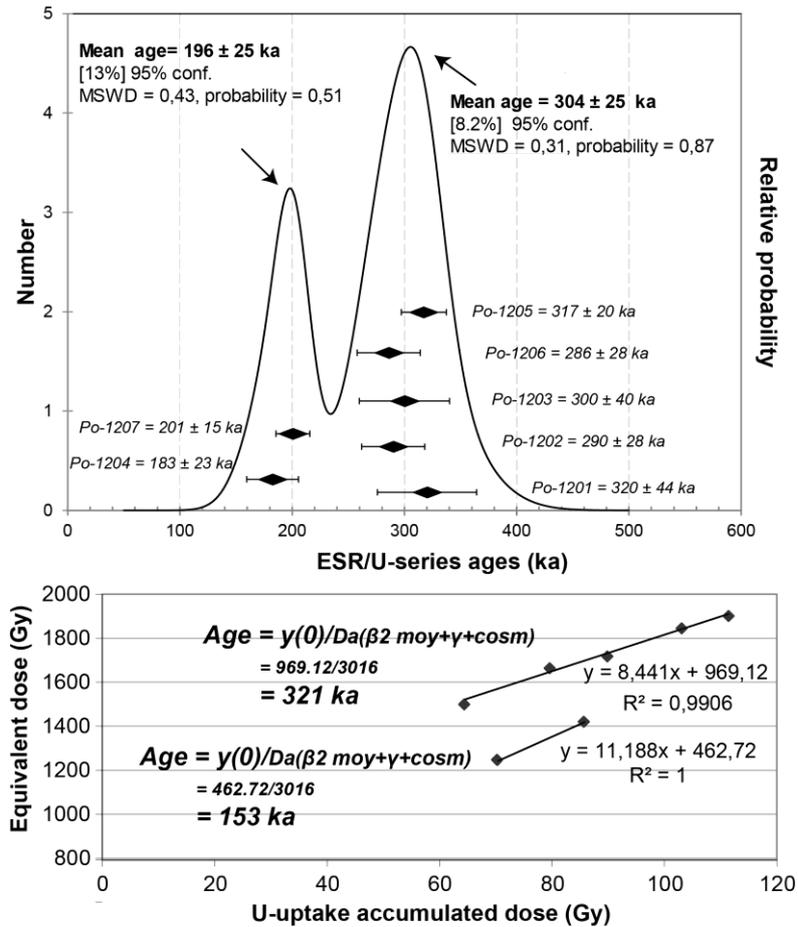


Figure 3-4.4: Age density probability plots (top) and isochron curves (bottom) obtained for teeth from La Polledrara di Cecanibbio, Lazio, Italy. Analytical uncertainties are given with $\pm 1\sigma$.

Discussion

About the age of the archaeological remains:

The $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ method has yielded to the measurement of four different samples for the Polledrara belonging to three different stratigraphic levels (Fig. 3-4.1). The white volcanic layer that is a primary volcanic deposit, located below the site is dated to 411 ± 5 ka (9 ka) whereas the fluvial unit 1 m above, reworks several volcanic eruptions. The youngest one, that brings chronological information for the layer, is dated to 359 ± 6 ka (8 ka) (see Figs. 3-4.1 and 3-4. 2).

This dating leads us to believe that this fluvial layer is younger than 359 ± 6 ka (8 ka) and encourages us to make a correlation with the phase occurred during glacial termination IV at the onset of MIS 9 that led to the Aurelia Formation deposition (Anzidei et al., 2012). The results for POL 12-01 and POL 12-03 samples confirm the geological uniformity of the volcanic

material blocks found in the archaeological deposit, suggesting a unique origin, as demonstrated, within uncertainties, by the same age (see tables S1 to S4 in supplementary dataset) on both largest and thinnest pumices taken in two different locations. We combined the results for these two samples and obtained a pooled age of 325 ± 2 ka (6 ka) (twenty-three on twenty-nine crystals measured). This age should be thus considered, within uncertainties, close to the deposition of the entire layer. As a consequence, the archaeological remains and palaeontological assemblages found at the bottom of this volcano-derived horizon may be considered as well constrained by the age of sanidines extracted from the white blocks. The *Palaeoloxodon antiquus* skeletons trapped in anatomical articulation in the upper part of the deposit are probably slightly younger, but within uncertainties also dated around 325 ± 2 ka (6 ka). In conclusion, $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ results refine the previous hypothesis that placed La Polledrara di Cecanibbio contemporaneous with the interglacial period of the MIS 9 (Anzidei et al., 2012). We can now with confidence place the site occupation slightly after the MIS 9 interglacial optimum (see Fig. 3-4.5).

Results obtained by ESR/U-series analyses on aurochs' teeth are in agreement with the $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ on single-crystals ages. A mean age of 304 ± 25 ka for five on seven teeth dated was obtained, supported by an isochronous age estimated around 320 ka (see Fig. 3-4.5). The two other teeth gave a mean age of 196 ± 25 ka probably due to problems on palaeodose determination or on the palaeodosimetric reconstruction. However, the $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ and ESR/U-series results are complementary and reflect a chronological coherence in the geological deposition of the site, refining the age proposed by Anzidei et al., 2012 (i.e. 340-320 ka). We now with confidence propose that the fossiliferous level can be attributed to the end of MIS 9 (probably after the climatic optimum, Fig. 3-4.5). It is worth mentioning that the same chronological coherence between the ESR/U-series and $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ dating methods was recently demonstrated for the archaeological site of Guado San Nicola (Molise, Pereira et al., 2016) underlying the pertinence of combining ESR/U-series and $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ dating methods for precisely and accurately dating Middle Pleistocene sites.

Volcanic origins of the eruptions recorded

The Lazio during the Middle Pleistocene was subjected to intense and regular volcanism. Several volcanoes, such as the Monti Sabatini, the Colli Albani, the Vico and the Vulsini complexes, were very active between 700 and 250 ka (e.g. Karner et al., 2001, Marra et al., 2011;

2014) and may have led to the deposition of a significant amount of volcanic material in the Tiber delta during the Middle Pleistocene as evidenced by the compositional data of the PGS sequence (Tentori et al., 2016). La Polledrara di Cecanibbio is located in the marginal sector of the influence area of Sabatini volcanic district of the 1800 km² of the Sabatini Volcanic District (SVD) (Fig. 3-4), making this volcanic complex the most probable source for the volcanic material found in the site like previously suggesting by the presence of large sanidines crystals (Conticelli et al., in 1997) and by the ⁸⁷Sr/⁸⁶Sr measurements obtained by Castorina et al., (2015). The new ⁴⁰Ar/³⁹Ar ages obtained in this study bring new and more precise chronological information. They contribute to refine the origin of the volcanic materials found in La Polledrara by making correlations with well-known eruptions from the Roman province.

1) *About the white volcanic layer origin:*

Firstly, the age of 411 ± 5 ka (9 ka) for the white volcanic tuff located below the archaeological sequence is comparable chronologically to known eruptions coming both from the Monti Sabatini and Colli Albani volcanic districts. In fact, for example the “*Tufi Stratificati Varicolori di La Storta*” (TVLS), correspond to a corpus of Monti Sabatini volcanoes eruptions dated to 410 ± 2 ka (Karner et al., 2001). This eruption could be the source of the white volcanic layer found 3 m below La Polledrara di Cecanibbio site (411 ± 5 ka (9 ka)).

Another possibility that deserves to be mentioned is the Pozzolane Nere (PN) eruption dated to 407 ± 8 ka (Karner et al. in 2001, see Fig. 3-4. 5). This volcanic event is also recorded 50 km Southeast from the site, at Fontana Ranuccio in the Frosinone province (Lazio) (S. Nomade, personal communication, Pereira et al. *in prep*). However, according to the known dispersion of this eruption it seems less probable that the Pozzolane Nere reached La Polledrara di Cecanibbio area. It is also interesting to mention the fact the Vico volcano is also very close from the site and one of the most prominent eruptions for this volcano is the Vico α eruption dated to 412 ± 2 ka (Marra et al., 2014). Chronologically the age obtained at La Polledrara for this level is compatible (411 ± 5 ka (9 ka)) with the Vico α age. It is thus important not to overlook this possibility for the volcanic origin of the level.

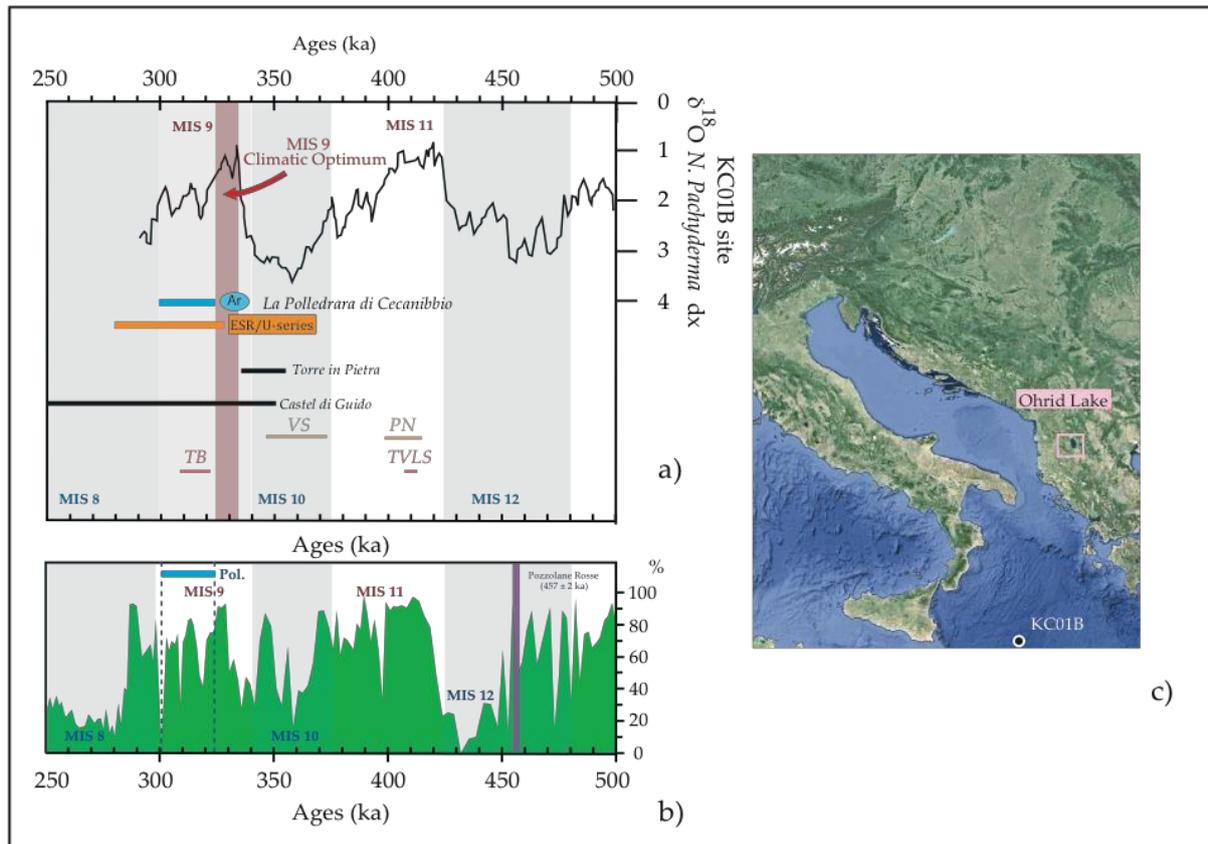


Figure 3-4.5 : a) $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ and ESR/U-series chronological constraint obtained for La Polledrara di Cecanibbio in correlation with the estimated age at Torre in Pietra for the Acheulian archaeological level and at Castel di Guido (Villa et al., 2016a, Michel et al., 2008). Major volcanic eruptions of the Lazio (Colli Albani (CA) and Monti Sabatini volcanic district (SVD)) between 450 and 300 ka are correlated to the archaeological sections. CA: Pozzolane Nere (PN), Villa Senni sequence (VN). SVD: Tufi Stratificati Varicolori di La Storta (TVLS) and Tufo di Bracciano (TB) (Karner et al., 2001, Sottili et al., 2010). These results and eruptions are compared with the $\delta^{18}\text{O}$ climatic curve of KC01b obtained by the analyses of *N. Pachyderma dx* foraminifera (Capotondi et al., 2016). b) Pollen diagram obtained by Sadori et al. in 2015 based on the analyses of the Ohrid Lake sequence (Macedonia and Albania), pinus excluded. c) Locations of the KC01b core site and Ohrid Lake.

2) Origin of the volcanic material contained in the cross-laminated fluvial deposit:

The age of 359 ± 6 ka (8 ka) provided for the youngest sanidines population recorded inside the cross-bedded fluvial layer has also (within uncertainties) been identified on the nearby Middle Pleistocene site of Torre in Pietra (Figs. 3-4 and 3-4. 5). This site unlike La Polledrara di Cecanibbio presents typical Acheulian assemblages rich in handaxes (recently dated around 354 ± 7 ka, Villa et al., 2016a). However, we noticed that the palaeontological assemblage found in Torre in Pietra (level *m*) is almost equivalent to the assemblage highlighted at La Polledrara di Cecanibbio. These two ages are within uncertainty chronologically close to the “Villa-Senni eruptive sequence” (VS) of the Colli Albani, which correspond to several eruptions very close in age (Karner et al., 2001). According to Marra et al., (2011) this eruptive sequence is currently dated between 351 ± 4 ka and 366 ± 7 ka. Future $^{87}\text{Sr}/^{86}\text{Sr}$ analyses on clino-pyroxenes (Cpx)

from these two sites as well from the VS sequence are necessary to confirm or not our hypothesis concerning the origin of the volcanic material found in these layers at La Polledrara di Cecanibbio and Torre in Pietra.

3) *Origin of the volcanic material included into the archaeological layer:*

During the period around 325 ka only few eruptions from the Sabatini volcanic district have been identified (Sottili et al., 2010; Marra et al., 2011; 2014). The main known eruption that could correspond to the age of the white volcanic material (blocks and pieces) embedded into the archaeological layer is the *Tufo di Bracciano* eruption characterized by its richness in white pumices that formed the Bracciano Lake located only 25 km North of the archaeological site (Fig. 3-4). The volcanic event was dated in 2010 by Sottili et al. and two different ages were proposed: 307 ± 5 ka and 316 ± 6 ka (95 % of probability). The nature of this volcanic deposit and the published ages support the correlation with the white blocks embedded in the archaeological layer at La Polledrara.

About the climatostatigraphic position of La Polledrara di Cecanibbio

In figure 3-4. 5 we reported the age obtained for the archaeological layer interpreted as the age of La Polledrara di Cecanibbio deposit. This age is compared to the $\delta^{18}\text{O}$ variations obtained using planktonic foraminifera (*N. Pachyderma dx*) from the KC01B core (Capotondi et al., 2016). Human presence at La Polledrara occurred contemporaneously to the middle part of the interglacial stage 9 but as highlighted figure. 3-4.5, after what is considered to be the interglacial optimum s.s. We tried to further refine the palaeo-environmental condition during this specific period in Mediterranean realm thanks to the recent pollens diagram provided by Sadori et al. (2015) from the Ohrid Lake (Macedonia/ Albania border). This record covers the last fifteen marine isotopic stages and confirms the presence of mainly arboreal taxa in Western Europe after the MIS 9 climatic optimum. This is in agreement with the faunal and microfauna assemblages of La Polledrara di Cecanibbio suggesting rather hot and humid conditions typical of interglacial environment (Anzidei et al., 2004). We would also like to notice that, even if this paleo-environmental record is not located in Italy, it remains the only continuous well-dated continental record in the Mediterranean realm for this time period. In fact, almost a dozen of tephra layers coming from Italian volcanic provinces, like the Pozzolane Rosse eruption (457 ± 2 ka, Fig. 3-4. 5), are recorded in the Ohrid sequence (Leicher et al., 2016). In figure 6, is indicated the recently proposed age for Torre in Pietra acheulian level *m* (Villa et

al., 2016a) compared with the new age proposed for La Polledrara di Cecanibbio. This comparison suggests that level *m* of Torre in Pietra is slightly older (MIS10/MIS9) than La Polledrara di Cecanibbio (MIS 9). However, according to the Ohrid pollen data (Sadori et al., 2015) and $\delta^{18}\text{O}$ climatic curve (Capotondi et al., 2016) of the KC01B site, it seems that climatic conditions weren't dramatically different between these two sites; probably rather drier and colder at Torre in Pietra (Fig. 3-4.5). These climatic conditions are related to the beginning of the MIS 9 interglacial phase and, as said previously, to the early aggradation phase of the Aurelian formation linked to the Mediterranean Sea level rise in response to the improving of the climatic conditions at the end of MIS 10 (Marra et al., 2016). We also compare La Polledrara di Cecanibbio and Torre in Pietra to the proposed age for the neighbouring archaeological deposit of Castel di Guido. This site presents bones tools industries, and a similar paleontological assemblage. Unlike La Polledrara and Torre in Pietra and due to the large uncertainty on the age proposed for Castel di Guido makes any conclusion premature. In fact, no $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ date is currently available for this site and the ESR/U-series ages obtained by Michel et al., (2008) (Fig. 3-4.5) on auroch teeth have displayed a large dispersion of ages between 327 and 260 ka. This time range is too large to currently discuss the chronological position of this site within the Aurelia formation.

Conclusion

For the first time, direct $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ and ESR/U-series constraints were obtained for La Polledrara di Cecanibbio archaeological site. $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ measurements on sanidines extracted from volcanic material blocks found within the archaeological deposit suggest a deposition age of 325 ± 6 ka. ESR/U-series analyses on 5 teeth highlighted a minimum age of 304 ± 25 ka, in agreement with the $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ age. These results allowed us to place with confidence the hominin occupation as well as faunal record of La Polledrara di Cecanibbio during MIS 9 slightly after the interglacial optimum. Despite the fauna similarities, La Polledrara di Cecanibbio is younger than the nearby archaeological site of Torre in Pietra (i.e. acheulian level *m* MIS 10/MIS 9 transition).

2.2. Torre in Pletra

La séquence stratigraphique de Torre in Pietra (~ 30 km au nord-est de Rome), haute d'environ 9 m est pour rappel, principalement constituée de niveaux sableux contenant deux niveaux archéologiques distincts dont les positions stratigraphiques sont reportées Fig. 3-5 : un niveau acheuléen « m » et un niveau moustérien

Objectifs pour Torre in Pietra :

- Datation $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ de deux niveaux fluviatiles stratigraphiquement proches du niveau acheuléen « m » (Tor 8H et TOR 1, voir article de Villa et al., 2016a ci-dessous).
- Datation $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ de trois niveaux fluviatiles de la partie supérieure de la séquence encadrant les industries moustériennes du niveau « d » (TOR B0, B1 et B2, voir article de Villa et al., 2016a ci-dessous).

« d » incluant un grand nombre d'éclats Levallois (Malatesta, 1978). Sur des bases géomorphologiques et archéologiques le niveau acheuléen « m » a été suggéré comme faisant partie de la formation Aurelia (MIS 9) et le niveau moustérien à la formation Vitinia (MIS 7) (Malatesta, 1978). Aucun niveau de téphra n'a été mis en évidence à Torre in Pietra cependant des minéraux volcaniques et ponces centimétriques ont été identifiés dans plusieurs niveaux de la section autorisant l'utilisation de la méthode $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$. Sur ce gisement, mon objectif initial était ainsi de voir s'il était possible d'obtenir des informations chronologiques robustes via la méthode $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ pour le niveau acheuléen, et ce malgré la nature essentiellement fluvatile de la séquence. Fin 2015, nous avons été contactés par Paola Villa (University of Colorado Museum) et Fabrizio Marra (INGV, Rome) qui travaillaient respectivement sur une synthèse des industries lithiques de Torre in Pietra et sur la géomorphologie du Latium. Ces derniers, sachant que nous avons initié une étude géochronologique pour le niveau « m », nous ont proposé d'étendre notre travail au coeur d'un projet commun sur ce site visant à établir une synthèse globale aussi bien pour le niveau acheuléen que pour le niveau moustérien « d » situé au sommet de la section. C'est alors dans le cadre de cette coopération que des minéraux de feldspaths potassiques provenant de cinq niveaux sédimentaires, dont trois au sommet de la séquence, ont été mesurés.

Les analyses faites, incluant la plupart des résultats $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ (TOR 1, TIP-B0, TIP-B2 et TIP-B1) ainsi que des mesures ESR-U/Th effectuées par R. Grün (Griffith University, Brisbane, Australie) sont intégrées dans l'article de synthèse de Villa et al., 2016a présenté ci-dessous, publié dans *Plos One*.

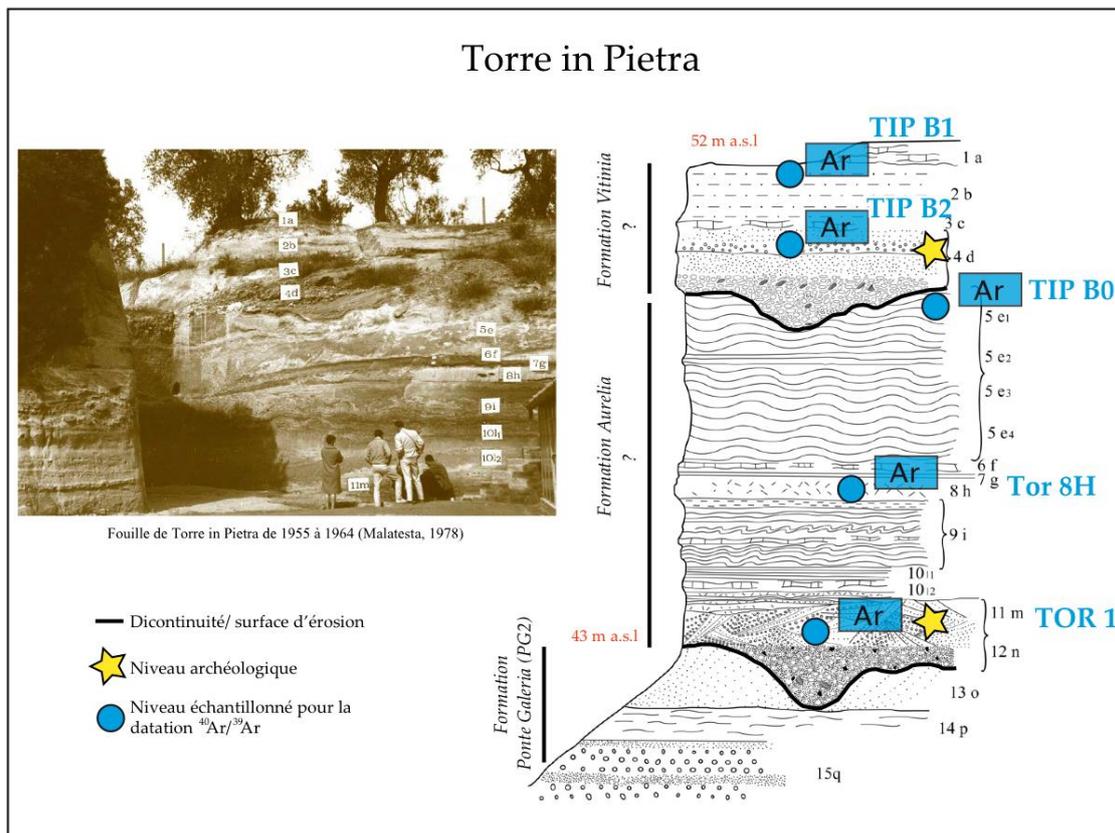


Figure 3-5 : Rappel de la position des cinq échantillons prélevés pour la datation $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ à Torre in Pietra.

Afin de fluidifier la lecture, l'article ci-dessous n'est cependant pas présenté dans son intégralité dans le manuscrit, les parties détaillant l'étude technolithique réalisée ainsi que les différentes informations associées à la méthode ESR-U/Th ont été mis en annexe 2-3. *Plos One* étant une revue en accès libre la mise en page du journal a été ci-dessous conservée et les numéros de figures et tableaux préservés. Ces derniers ne sont donc cependant pas indexés dans la table des illustrations du manuscrit. Concernant la méthode $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$, seuls les résultats obtenus pour le niveau TOR 8H n'ont pas été intégrés dans cet article, ces derniers sont donc directement discutés ci-dessous.

- Résultats $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ pour le niveau TOR 8H

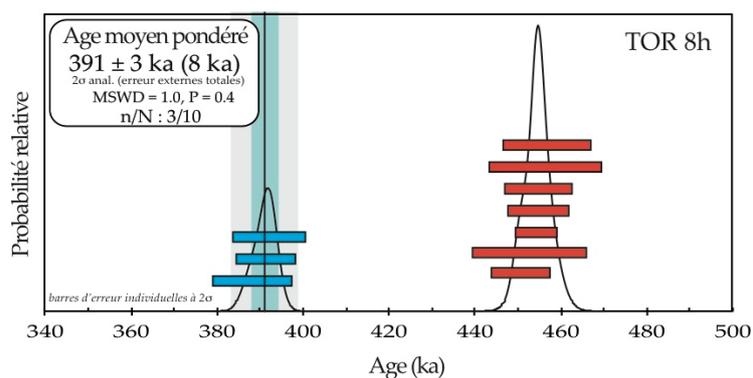


Figure 3-6 : Diagramme de probabilité pour le niveau 8H de la section de Torre in Pietra

Le diagramme de probabilité obtenu pour le niveau TOR 8H est présenté Fig. 3-6, il démontre le remaniement de deux sources volcaniques différentes. La plus récente des populations de cristaux est représentée par seulement trois cristaux sur dix analysés et démontre un âge moyen pondéré de 391 ± 3 ka (MSWD = 1,02 et P = 0,4.) avec une erreur externe totale de 8 ka. La population la plus ancienne est datée entre 450 et 455 ka (voir Fig. 3-6).



 OPEN ACCESS
RESEARCH ARTICLE

The Acheulian and Early Middle Paleolithic in Latium (Italy): Stability and Innovation

Paola Villa^{1,2,3*}, Sylvain Soriano⁴, Rainer Grün^{5,6}, Fabrizio Marra⁷, Sebastien Nomade⁸, Alison Pereira^{8,9,10,11}, Giovanni Boschian¹², Luca Pollarolo^{3,13}, Fang Fang^{5,6}, Jean- Jacques Bahain⁹

1 University of Colorado Museum, Boulder, Colorado, 80309-0265, United States of America, 2 Istituto Italiano di Paleontologia Umana, Rome, Italy, 3 School of Geography, Archaeology and Environmental Studies, University of the Witwatersrand, Johannesburg, South Africa, 4 ArScAn, AnTET, CNRS, Université Paris Ouest, 92023, Nanterre, France, 5 Research School of Earth Sciences, The Australian National University, Canberra, ACT, 2601, Australia, 6 Research Centre of Human Evolution, Griffith University, Nathan, QLD, 4111, Australia, 7 Istituto Nazionale di Geofisica e Vulcanologia, 00147, Roma, Italy, 8 Laboratoire des Sciences du climat et de l'environnement, CEA Saclay, UMR 8212, UVSQ et Université de Paris-Saclay, 91198, Gif-sur-Yvette, France, 9 Département de Préhistoire, Museum National d'Histoire Naturelle, UMR 7194, 75013, Paris, France, 10 Sezione di Scienze Preistoriche e Antropologiche, Dipartimento di Studi Umanistici, Università di Ferrara, Ferrara, Italy, 11 Ecole française, Roma, Italy, 12 Dipartimento di Biologia, Università di Pisa, 56126, Pisa, Italy, 13 Laboratoire Archéologie et Peuplement de l'Afrique, Department of Genetics and Evolution, University of Geneva, 1211, Geneva, Switzerland

* villap@colorado.edu

Abstract

We present here the results of a technological and typological analysis of the Acheulian and early Middle Paleolithic assemblages from Torre in Pietra (Latium, Italy) together with comparisons with the Acheulian small tools of Castel di Guido. The assemblages were never chronometrically dated before. We have now ⁴⁰Ar/³⁹Ar dates and ESR-U-series dates, within a geomorphological framework, which support correlations to marine isotope stages. The Acheulian (previously correlated to MIS 9) is now dated to MIS 10 while the Middle Paleolithic is dated to MIS 7. Lithic analyses are preceded by taphonomic evaluations. The Levallois method of the Middle Paleolithic assemblage is an innovation characterized by the production of thin flake blanks without cortex. In contrast, the small tool blanks of the Acheulian were either pebbles or thick flakes with some cortex. They provided a relatively easy manual prehension. The choice of Levallois thin flake blanks in the Middle Paleolithic assemblage suggest that the new technology is most likely related to the emergence of hafting. Accordingly, the oldest direct evidence of hafting technology is from the site of Campitello Quarry in Tuscany (Central Italy) where birch-bark tar, found on the proximal part of two flint flakes, is dated to the end of MIS 7. Nevertheless, a peculiar feature of the Middle Paleolithic at Torre in Pietra is the continuous presence of small tool blanks on pebbles and cores and on thick flake albeit at a much lower frequency than in the older Acheulian industries. The adoption of the new technology is thus characterized by innovation combined with a degree of stability. The persistence of these habits in spite of the introduction of an innovative technique underlies the importance of cultural transmission and conformity in the behavior of Neandertals.

Introduction

In 1954 the discovery of Acheulian artifacts and mammal remains within fluvio-lacustrine sediments cropping out at the foot of a hill in locality Torre del Pagliaccetto, 26 km northwest of Rome and 6 km from the Tyrrhenian Sea, prompted the start of excavations by AC Blanc. The site was excavated in 1954–1957, in 1963–1964 and in 1977 (Fig 1) and was more frequently reported in the literature with the alternative name of Torre in Pietra, derived from the nearby village.

In 1978 a series of papers were published in the journal *Quaternaria* under the direction of Malatesta covering the geology, stratigraphy, vertebrate, invertebrate and botanical remains, and the stone artifacts from the Acheulian and Middle Paleolithic deposits. In the section published by Malatesta [1] layers 12n and 11m contained Acheulian artifacts and layer 4d contained Middle Paleolithic artifacts. The size of the excavated area was 200 and 40 m² respectively (Figs A–C in S1 File). The sequence of deposits with the Acheulian level at the base was referred to as the Aurelian Formation [1]. The upper deposits with the Middle Paleolithic artifacts were later related to the Vitinia Formation [2].

At the time the chronological context was provided by correlation of the local geological terms with the Alpine sequence of glacial and interglacial periods [1]. The Acheulian was estimated to be of Riss age and the Middle Paleolithic of level *d* was attributed to the Last Interglacial. Since 1980 intensive research on the area in and around Rome, based on paleomagnetism, ⁴⁰Ar/³⁹Ar geochronology, tectonic studies and reconstructions of the structural setting of the region indicates that the area has been characterized by pulses of tectonic uplift and intense volcanic activity starting at about 600 ka with a long series of eruptions from the Monti Sabatini, north of Rome, and the Alban Hills, south of Rome. The volcanic events (ignimbrites, ash-falls) interbedded with fluvial-lacustrine sections have been dated by ⁴⁰Ar/³⁹Ar. The dates show that fining-upward aggradational sequence of deposits occurred rapidly in response to sea-level changes due to glacial melting thus allowing correlations with marine isotopic stages [2–8]. At the same time paleontological studies led to the definition of new faunal units correlated to isotopic stages [9–14]. As part of a project on the Middle and Upper Pleistocene archaeological record of the Latium region (National Science Foundation Award no. 1118143) we reopened the site in 2012 (Fig 1).

Two stratigraphic sections called Lower and Upper, corresponding to the Aurelia and the Vitinia Formations, were cleaned (Figs 2 and 3; Fig D in S1 File), sediment and faunal materials were collected for dating and new lithic

analyses were done on collections stored in the Pigorini Museum (Rome) and in the Italian Institute of Human Paleontology (Anagni and Rome).

The upper part of the Aurelia Formation with the base of the Vitinia Formation at the top is illustrated in Fig 4.

Since 1980 the Aurelia Formation at Torre in Pietra was correlated to MIS 9 and the Vitinia Formation to MIS 7. Nevertheless, the type section of Torre in Pietra lacked geochronological constraints supporting these correlations. We have now radiometric dates and a geochronological framework that refine these correlations. Based on field observations, U-series-ESR and

$^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ dating and geomorphologic data we present here a review of the stratigraphy, age

and lithic technology of the Torre in Pietra sequence within the framework of established volcanic stratigraphy and sequence of glacio-eustatically controlled fluvio-lacustrine deposits in the Latium region.

The goals of our paper are: (a) to place the Torre in Pietra Acheulian and Middle Paleolithic in the chronostratigraphic context of the Rome region based on recently acquired geochronological data; (b) to present the results of a detailed taphonomic and technological analysis of the two lithic assemblages for a more precise characterization of their features; (c) to contribute to the general problem of cultural continuity or discontinuity between the Acheulian and the Middle Paleolithic by adopting a comparative perspective on the mode of production of small tools. The analysis of the Castel di Guido small tools served this purpose.

This paper is part of a larger study of several Lower and Middle Paleolithic assemblages in the Latium region whose aim is to build an overview of Neandertal lithic technology and its changes throughout the whole period of their presence in the region.

Materials and Methods

Permits and repositories

The Torre in Pietra collections are housed in the Pigorini National Museum of Prehistory and Ethnography in Rome and in the Italian Institute of Human Paleontology in the town of Anagni, Italy. Permits to study and take photos of the materials were obtained from the Soprintendenza of the Pigorini Museum (Prot. N. 212, 25.02.03/15, MBAC-S-MNPE Pigorini Cl. 25-02-04/5 and Cl. 23.03.02/1) and from Fabio Parenti, President of the Italian Institute of Human Paleontology. Permits to clean the stratigraphic sections at Torre in Pietra and to take sediment samples for dating were issued by the Soprintendenza of Etruria Meridionale, Rome (Prot. MBAC-SBA-EM N. 5374).

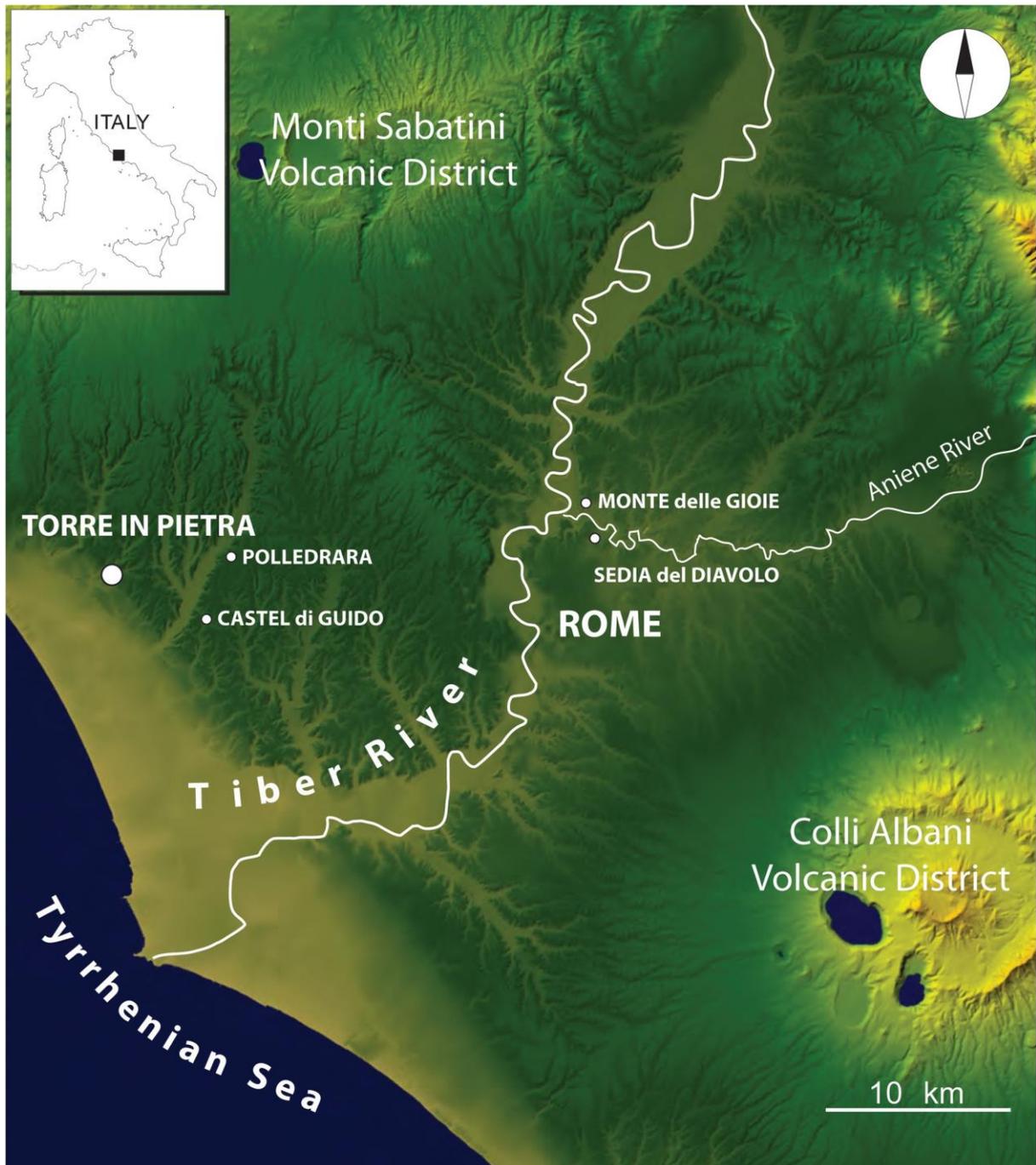


Fig 1. Map of Latium with location of sites mentioned in the text. Modified after Digital Elevation Map (DEM) TINITALY/01 square WA 6570, used with permission by the Istituto Nazionale di Geofisica e Vulcanologia, Rome (S4 File).

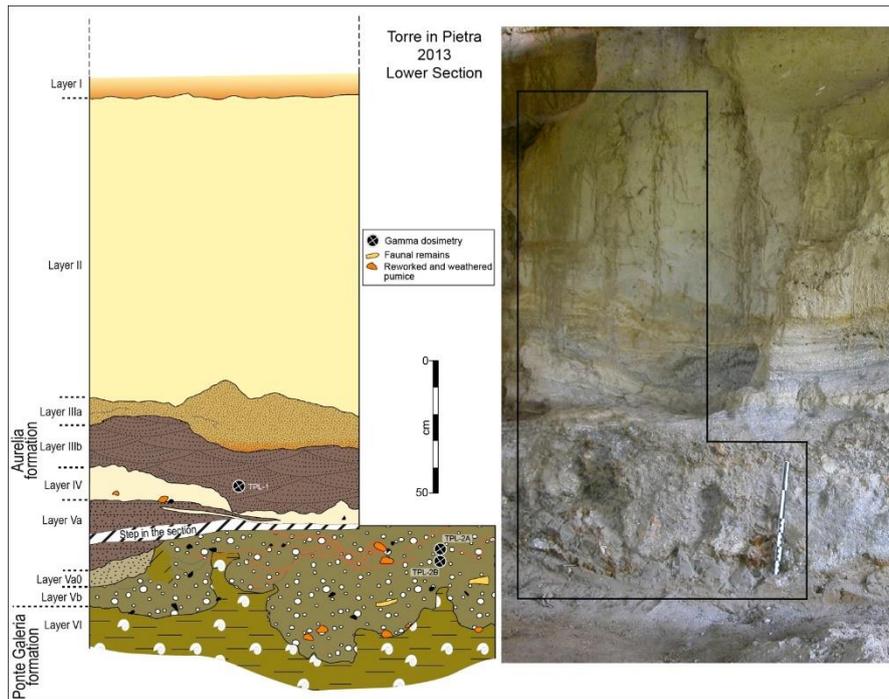


Fig 2. Photo and drawing of Torre in Pietra Lower Section. Photo and drawing show the refreshed section with layers labeled according to the present study.

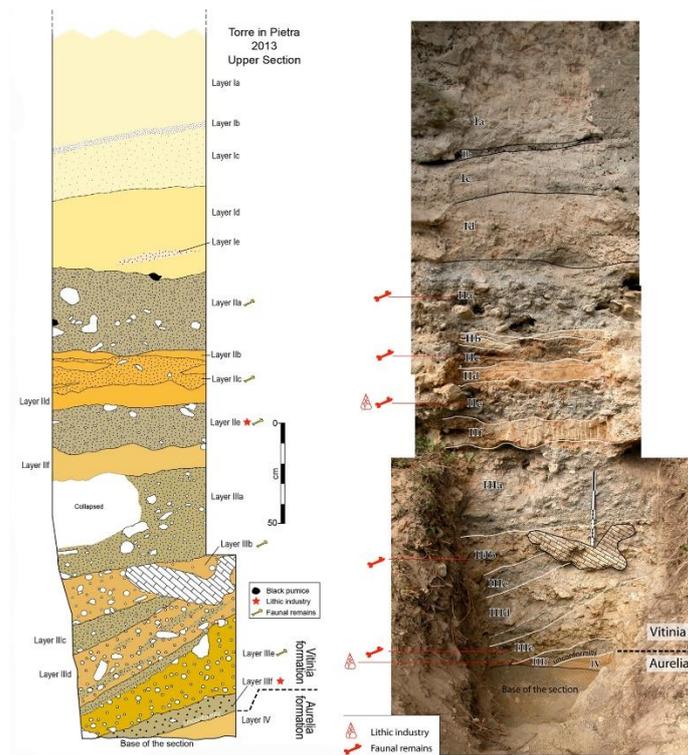


Fig 3. Photo and drawing of Torre in Pietra Upper Section. Photo and drawing show the refreshed section with layers labeled according to the present study.



Fig 4. Upper part of the Aurelia Formation and base of the Vitinia Formation at the top.

Faunal materials for ESR and U-series dating were kindly provided by Antonio Tagliacozzo of the Pigorini Museum. The Castel di Guido collections are housed in the laboratory of Giovanni Boschian at the University of Pisa. Permissions from copyright holders of a few figures are provided in the S4 File.

Sorting and sampling

We followed the sorting procedures used by us in the analysis of other assemblages. We select all cores, core fragments, tools, tool fragments and complete or broken flakes preserving the platform. Retouched pieces and cores are assigned individual catalog numbers, unless already assigned by the Museum or the excavator, and are individually bagged in reusable zipper bags (Minigrips) with pre-printed labels. Our sorting procedures exclude flake fragments (broken flakes without the platform) flakes < 15 mm and

chunks from technological analysis; these materials are bagged by large categories and remain available for specific studies. Further details on sorting are provided in the taphonomy section of each assemblage.

Methods

The study of lithic assemblages is based on quantitative and qualitative analyses including metrical, technological and typological attributes combined with particular attention to the sequence of manufacture. It is preceded by a discussion of the site context and taphonomy. Figs 2, 3, 5 and 6 show the refreshed sections with layers labeled according to the present study and location of dating samples. Analytical details of dating methods are provided in S2 and S3 Files. The analytical criteria used in the technological and taphonomic analyses of the lithic artifacts are described in the S5 File.

Results

Stratigraphy of the Torre in Pietra site

At Torre in Pietra the late Middle Pleistocene stratigraphic sequence is about 9 m thick resting unconformably on the Ponte Galeria Formation (PGF). The Ponte Galeria Formation [2] represents the delta system of the ancient Tiber (Paleotiber) River. It includes the PG1, PG2 and Santa Cecilia Formations which are correlated to MIS 19, MIS 17 and to MIS 15. The upper part of the PGF, directly under the Acheulian layer (Fig 2) is made of clays with littoral shells (*Cerastoderma* and *Venerupis senescens*) reflecting lagoonal deposits. Elevation of this clay section between 40 and 43 m above sea level (a.s.l.) corresponds to that of the clays with *Venerupis senescens* in the PG 2 Formation that are correlated with MIS 17 by combined paleomagnetism and $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ [5–6, 15–16].

Since deposition of the PGF, other six major aggradational successions deposited in the coastal area during periods of sea-level rise in response to deglaciations during MIS 13 through MIS 1, plus a minor succession correlated with sub-stage MIS 8.5 [17]. These aggradational successions are designated by the formation names of Valle Giulia (MIS 13), San Paolo (MIS 11), Aurelia (MIS 9), Vitinia (MIS 7), and Epi-Tyrrhenian (MIS 5), whereas that correlated with MIS 8.5 is informally named Via Mascagni succession ([18], and references therein).

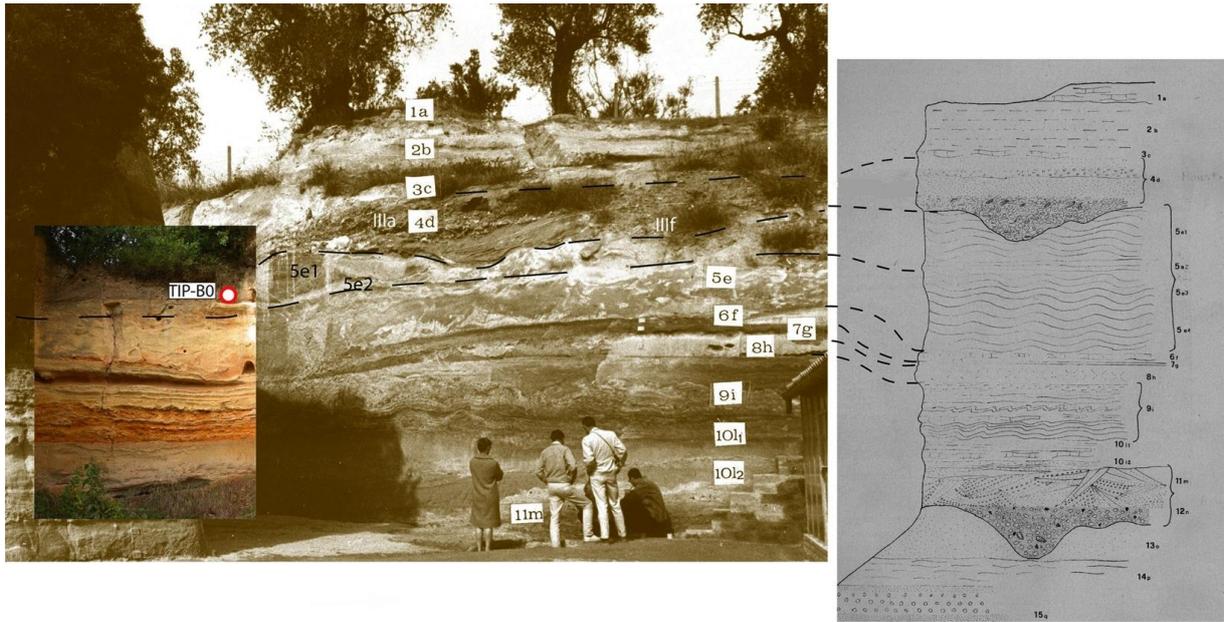


Fig 5. Stratigraphy of the main Torre in Pietra section. Center: the main section of excavations carried out between 1955 and 1964; (left) nupper part of the Aurelia Formation with position of dating sample TIP B0; (right) correlation with layers as drawn by [1]. The center and right panels of the figure are reprinted from [1] with permission by the Italian Institute of Human paleontology (S4 file)

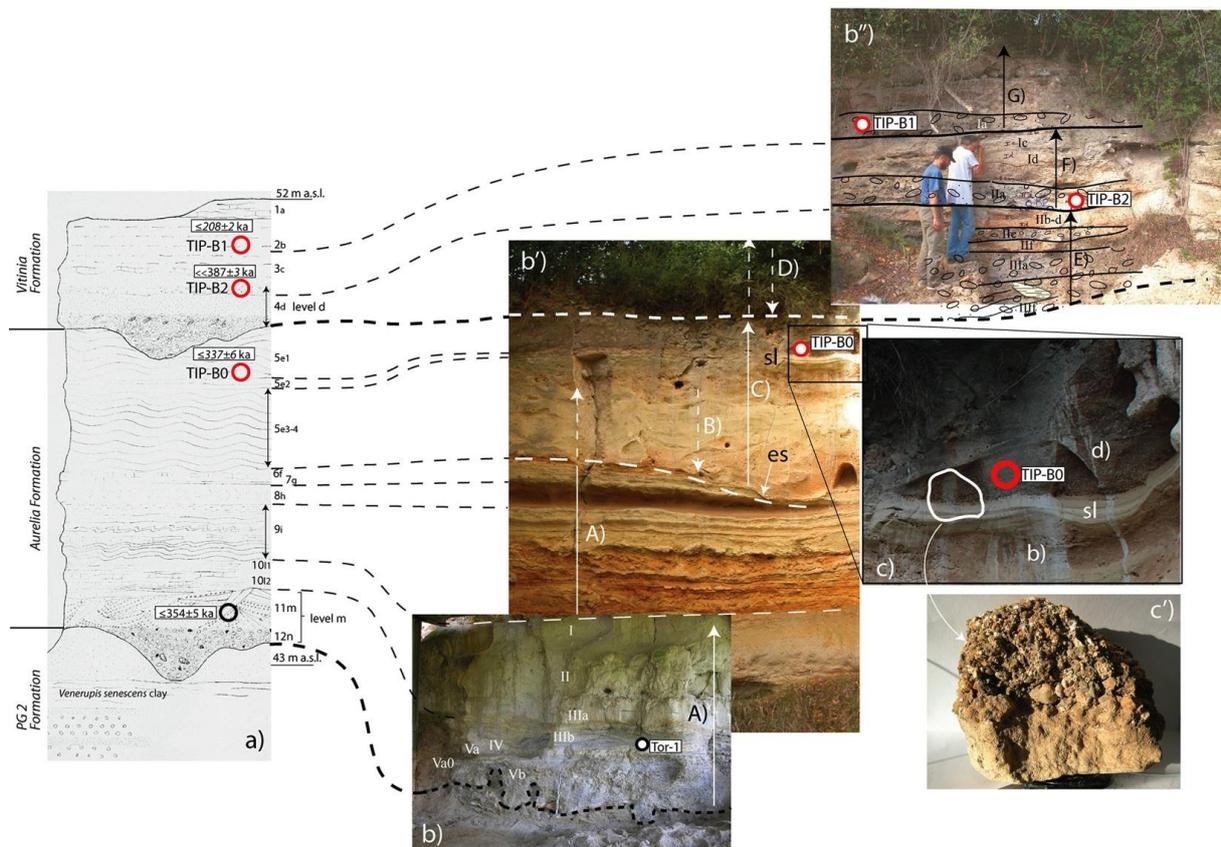


Fig 6. Composite stratigraphy of the Torre in Pietra sections. Photographs show the refreshed Upper and Lower sections with layers labeled according to the present study and with position of the samples dated by $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ method (red circles: this work; black circle: [24]). Layers as labeled in [1] are reported besides the stratigraphic scheme, along with the revised elevations, as inferred from the topographic survey in [29] (Fig C in S1 File). Capital letters indicate phases of sediment aggradation (A, C, E, F, G) and intervening regressive phases (B, D), corresponding to as many sea-level oscillations. The left panel of the figure is modified after [1] with permission by the Italian Institute of Human Paleontology;

Since deposition of the Vitinia Formation, about 60 m of uplift occurred in the coastal area, followed by erosion [19]. As a consequence of this uplift, the marine terraces of MIS 7 and MIS 5 are found around 56 m a.s.l. and around 36 m a.s.l., respectively, along the coast of Latium north of the Tiber mouth [18]. At Torre in Pietra, the Aurelia Formation overlies PG2 with an erosional contact (Fig 2). At its base a sandy conglomerate and the cross-bedded sands above it contain Acheulian bifaces and other lithic and faunal remains, including bivalves from the underlying levels (Fig E in S1 File). The sandy conglomerate also contains reworked and very weathered pumices which were interpreted as deriving from the Red Tuff with black scoria (Tufo Rosso a Scorie Nere). The Red Tuff is an ignimbrite representing an eruptive event of the Monti Sabatini north of Rome, dated to 449 ± 1 by $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ [20] in good agreement with previous results [21, 22]. The Red Tuff outcrops about 1 km north of the site, at slightly higher elevation, see geologic map in [23].

The reworked pumices clearly date the eruptive event, not the younger archaeological level. However, a more recent age determination on a sample collected in the volcanoclastic cross-bedded sands above the sandy conglomerate was performed by the $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ method on sanidine single crystals allowing to identify a youngest population of 3 crystals yielding a weighted mean age of 354 ± 5 ka (2 standard deviations (SD) analytical uncertainty) [24] (see section “ $^{40}\text{Argon}/^{39}\text{Argon}$ dating”) against an older population of 7 crystals yielding 453 ± 4 ka (2SD analytical uncertainty). Besides indicating a possible oldest age within MIS 10, the lack of crystals younger than 354 ± 5 ka within this sample suggests that deposition of the sediment containing the archeological findings occurred not much later, otherwise reworking and incorporation of younger eruptive products would have been probable.

Above the cross-bedded sands of layer 11 *m* there are about five meters of silts and clays with diatoms, fresh-water gastropods and ostracods indicating a lacustrine to marshy deposit, without any artifacts (Figs 4 and 5). According to a supposed age not much younger than 354 ± 5 ka, the sedimentary cycle is referred to as the Aurelia Formation which is correlated with MIS 9 [23, 24] and represents the type-section for the “Torre in Pietra” faunal unit [25].

The faunal association of Torre in Pietra is found in broadly contemporaneous sites such as Castel di Guido and La Polledrara [9]. However, in this last location the faunal assemblages and the lithic industry occur within a sin-eruptive lahar deposit dated 325 ± 2 ka (2 SD analytical

uncertainty) and overlying fluvial sands containing reworked volcanoclastic material providing a youngest age population of 359 ± 6 ka (2 SD analytical uncertainty) [24, 26].

Therefore, the lithic assemblage is about 30 ka younger than that recovered at Torre in Pietra and occurs in a different depositional context. The lithic assemblage of Castel di Guido is found in a stratigraphic-depositional context showing similarity to that of La Polledrara ([27, 28], ongoing research]).

Within the Aurelia Formation a poorly marked erosional surface occurs above layer 6f of [1] ('es' in Fig 6b') and is followed by a massive sandy clay deposit (layer 5e3-4) comprising coarse clastic material, mainly fragments of calcareous sediment, likely eroded from the underlying strata of the Aurelia Formation, suggesting the occurrence of a minor sea-level fall (B, in Fig 6b') prior to its deposition. A ca. 10 cm thick, laminated white silt layer (layer 5e2; sl in Fig 6b') occurs above the massive deposit, indicating conditions of very still water, possibly corresponding to a period of stasis following the new sea-level rise (C, in Fig 6b').

Above this fine-grained layer is a 50 cm-thick, clino-stratified deposit (layer 5e1) entirely composed of mm- to cm-sized dark grey volcanic scoriae, subordinate, mm-sized white pumices, sparse leucite (often analcimized) and sanidine crystals. We collected one sample (TIP-B0) for $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ dating in this layer (Fig 6C–6c').

A major unconformity above this volcanoclastic level marks the passage to a new aggradational cycle, constituted by a repetition of three fining-upward successions with a coarse gravel layer at the base of each one (layer Ia, IIa, IIIa/f in Fig 6b"), suggesting the occurrence of a marked sea-level fall (D in Fig 6b'), followed by as many sea-level oscillations (E, F and G, in Fig 6b").

Overall, these deposits represent a second aggradational succession above that correlated with the Aurelia Formation, and were attributed to the MIS 7 Vitinia Formation [9]. We collected two other samples (TIP-B1, TIP-B2) for $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ dating from thin layers enriched in volcanic material occurring within the uppermost two gravel layers (Ia and IIa, Fig 6b"). An early Middle Paleolithic industry occurs mostly at the base of the deposits of the Vitinia Formation [29] between layers IIIf and IIe of Fig 3.

Geomorphological setting of Torre in Pietra

Recently acquired geochronological and stratigraphic data allowed Marra et al.[18] to recognize the occurrence of the MIS 5 aggradational succession forming a fluvial terrace ca. 37 m a.s.

I. at Cava Rinaldi, in the Fosso Galeria valley near the coast of Rome (Fig 7). The authors correlated this terrace with a paleo-surface occurring around 40 m a.s.l. along the coast and identified it as the marine terrace

of MIS 5.5, revising previous attribution to MIS 7 [19, 30].

In the present work we use the geochronologically constrained terraced deposit of Cava Rinaldi as a reference point to re-assess the chronologic relationships among the different terraced surfaces correlated to highstands of MIS 5, MIS 7 and MIS 9 in the coastal area between Cava Rinaldi and Torre del Pagliaccetto (Fig 7). We mapped coastal terraces following a simple geomorphological approach, based on the identification of a set of flat surfaces characterized by elevation lower than that of the hilltops bordering the coastal plain to the NE (black triangles in Fig 7a'), and ranging few meters around a mean value. The selected topographic culminations of the reconstructed terraced surfaces include all the hilltops (i.e. each elevation point within a closed, 5 m spaced isoline), and other quasi-equivalent points within almost closed isolines bordering plateau-like sectors, as in the example of inset a' in Fig 7A, showing the Torre in Pietra area. The inner (landward) edges of the coastal terraces have been also reported in Fig 7A. Using geomorphologic and geochronological data acquired in the present study, we reconstruct a cross-section perpendicular to the coastline (A-A') in Torre del Pagliaccetto, to compare the better geochronologically constrained, similar cross-section in Fosso Galeria (Fig 7B). We reconstruct this second composite cross-section by projecting on a NE-SW transect (B-B') the suite of aggradational successions and their top surfaces identified based on stratigraphic and geochronological data [14, 18, 19, 24].

Chronometric dating and marine isotope correlations

$^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ dating. Full analytical details for individual crystals from each level are given in the supplementary dataset (S2 File). In Fig 8 results are presented for each level as probability diagrams [32]. For reworked volcanic material, the youngest crystal population corresponds to the age of the last volcanic eruption recorded in the deposit or to the last source of reworked material. A homogeneous population is considered relevant when the weighted mean of these crystals has the following statistical characteristics: MSWD < 1.5, Probability fit < 0.1. The weighted average ages are calculated using IsoPlot 3.00 [33] and given at 2 SD (95% of probability) including J uncertainty throughout the text. As the $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ ages will be compared to another method we also indicate the full external uncertainties within brackets hereafter.

TOR-1. Ten crystals were analyzed for level TOR-1 that corresponds stratigraphically to the archaeological level "m". The probability diagram

obtained demonstrates two main crystal populations. The oldest, constituted by seven crystals, is dated around 453 ka and the youngest one provides a weighted mean age of 354 ± 5 ka (7 ka), MSWD = 1.2 and $P = 0.3$.

TIP-B0. Fifteen crystals were analyzed for this unit. The probability diagram obtained is multimodal, as expected for this kind of fluvial layer, showing an important reworking of the included volcanic material. The ages range from 473 ± 3 ka to 337 ± 6 ka (Fig 8). Only one crystal is dated at 337 ka. This result is thus preliminary. More analyses are needed to confirm the presence of a volcanic eruption dated around 335 ka in this layer.

TIP-B2. Sixteen crystals were analyzed for level TIP-B2. The probability diagram is multimodal as expected for reworked volcanic material. At least nine different eruptions are recorded in this level and the youngest one is represented by only one sanidine crystal dated at 387 ± 3 ka.

TIP-B1. Fifteen crystals were measured for TIP B1. The probability diagram is multimodal, as eight different crystal populations are highlighted. The youngest population recorded constituted by five crystals, is centered at a weighted mean age of 208 ± 3 ka (6 ka, MSWD = 1.4 and $P = 0.3$), (Fig 8). The $^{40}\text{Ar}/^{36}\text{Ar}$ initial intercept calculated using this population is not precise (303 ± 6 , Table C in S2 File) but still equivalent within uncertainties to the atmospheric ratio of 298.56.

Discussion. $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ dating is performed on volcanic crystals which provide direct age for the sedimentary strata only if they are the juvenile fraction of a primary deposit. Otherwise the youngest crystal population provides a post-*quem* age. A very poor fraction of evidently reworked volcanic crystals is present in level *d* and just above (sample TiP B2). In contrast, volcanoclastic materials appear to be less reworked in samples TiP B0 and TiP B1 which are below and above level *d*, respectively (Figs 6A and 9B). Level *d* is thus constrained by a date directly below and one above it, which, combined with comparisons of the aggradational history of the succession and the oxygen isotopes timescale provide an excellent age constraint (see below “Geochronological and morpho-stratigraphic constraints”).

Uranium-series and ESR dating

Samples. Seven teeth (lab numbers 3448 to 3454) were analyzed by U-series and ESR and an additional tusk fragment (3455) by U-series. Samples 3448, 3451, 3452, 3453, 3454 are from level *d* and samples 3449, 3450 and 3455 were from level *m*. Analytical details for individual samples from each level are provided in the S3 File, Tables A–C. In Tables B and C of the S3 File age estimates in agreement with $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ results and other independent lines of chronological evidence, discussed in the text, are indicated in bold green.

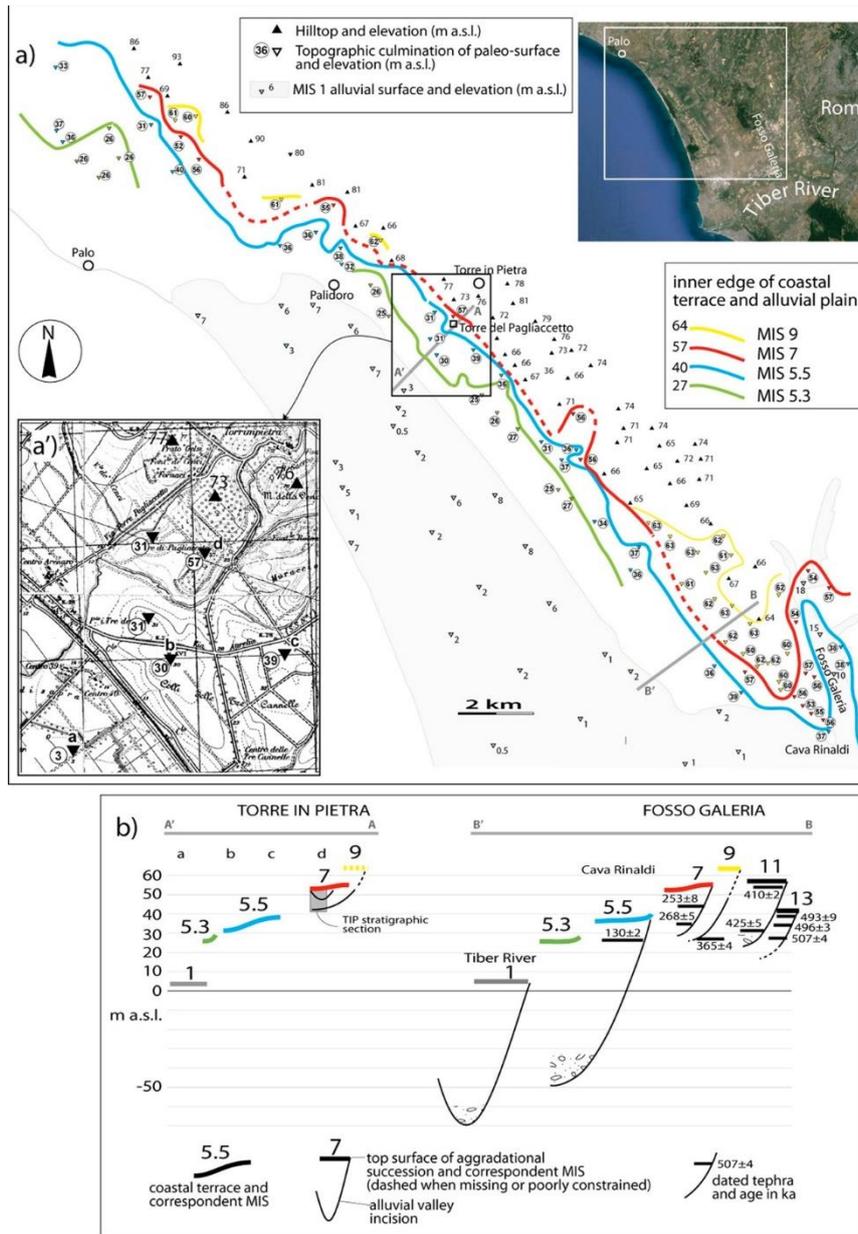


Fig 7. Reconstruction of the coastal terraces and their inner edges in the sector north of the Tiber mouth. **a)** The reconstruction is based on mapping of a set of flat surfaces identified by topographic points (triangles) selected on the 1:25.000 topographic base, as in the detail of inset **a')** and following criteria described in the text. **b)** Cross section A-A' shows the morpho-stratigraphic setting in Torre del Pagliaccetto through the coastal plain with elevation of the terraced surfaces correlated with the high stands of marine isotopic stages (MIS). Composite cross-section B-B' shows the complete suite of aggradational successions and related terraced surfaces in the Fosso Galeria area, whose correlation with the different MISs is provided by $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ ages of intercalated tephra layers and morpho-stratigraphic relationships [5, 18, 31]. The inset top right is a satellite image from Google Earth. Inset **a')** is modified from the 1:25 000 topographic map of the Istituto Geografico Militare d'Italia, Foglio 149, survey of 1949.

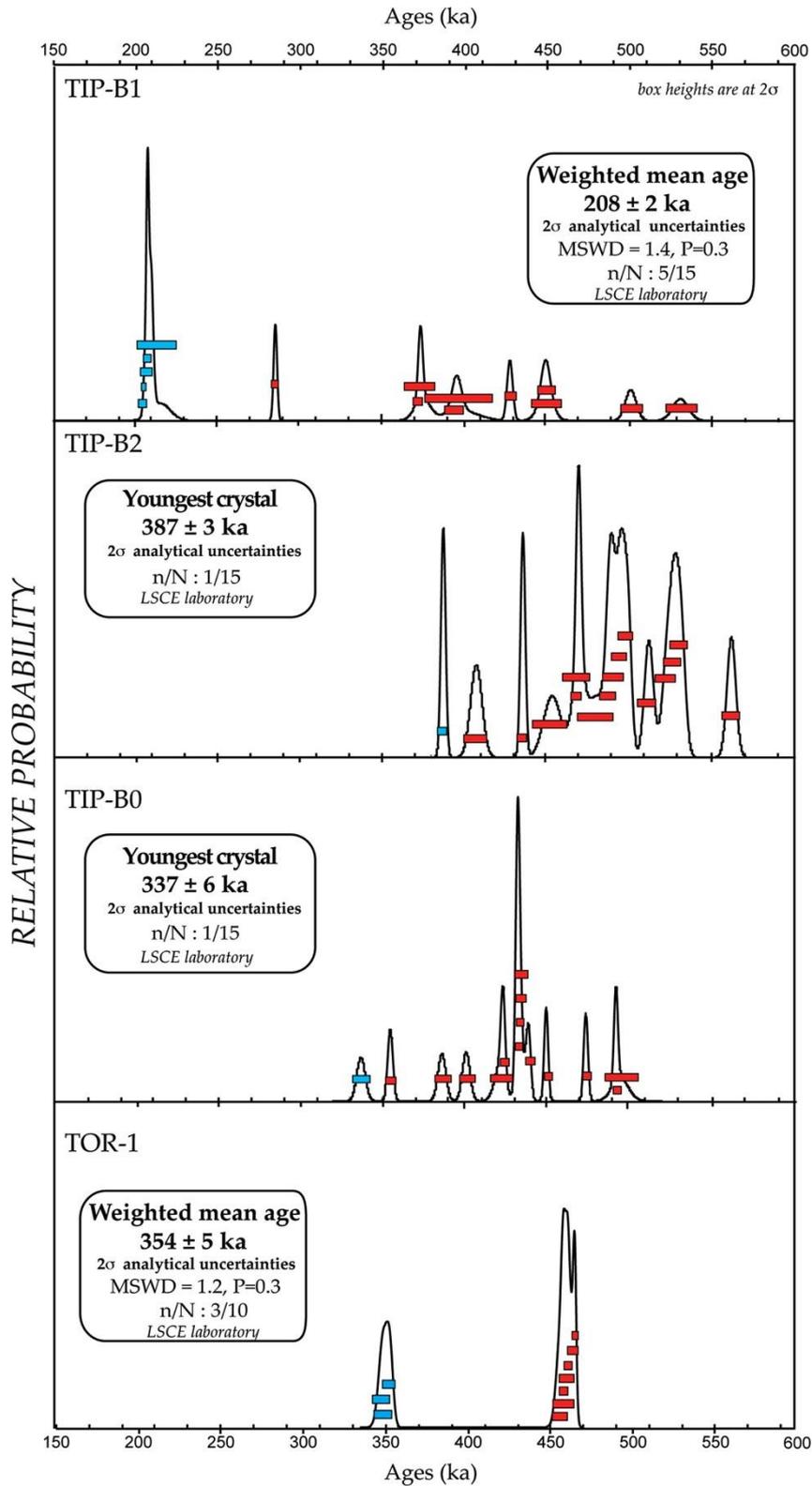


Fig 8. $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ dating. Results are presented as probability diagrams [32] for levels TOR-1, TIP-B0, TIP-B2 and TIP-B1. Each bar corresponds to the age obtained for an individual dated crystal with the corresponding analytical uncertainties at 95% of probability. MSWD = Mean Square Weighted Deviation, P = Probability fit, n/N = number of grains taken into account to calculate the weighted mean age on the total number of dated grains

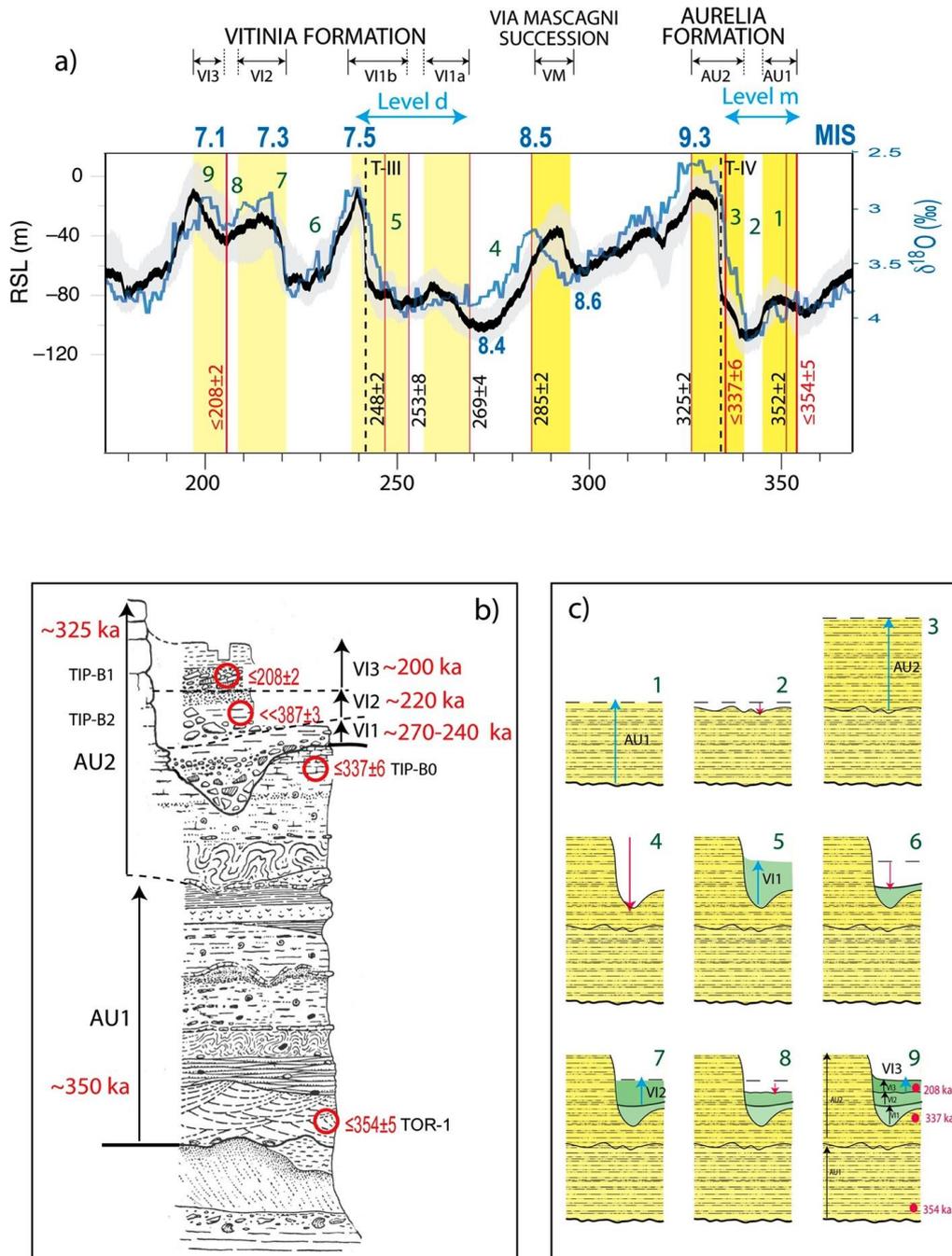


Fig 9. The Torre in Pietra succession within its geochronological framework. **a)** Phases of aggradation in the coastal area of Latium (yellow boxes) with their geochronological constraints (red vertical bars representing the weighted mean $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ ages of volcanic deposits intercalated within the sedimentary successions, [4, 24, 26] and this work) are compared with independently dated phases of sea-level rise (RSL curve by [39] and with an astrochronologically calibrated $\delta^{18}\text{O}$ curve [40]). **b)** Based on the age constraints provided by samples dated in this work and previous work (red circles), and according to [24] who defined early aggradation phases preceding glacial termination four (T-IV) for the Aurelia Fm (AU1), we interpret the two aggradational cycles below the major unconformity as the complete sedimentary record of the Aurelia Formation, with the second cycle (AU2) matching the sea-level rise during glacial termination IV. Similarly, we correlate the three fining-upward successions with gravel at the base recognized in the Torre in Pietra section (VI1, VI2, VI3) with as many sea-level oscillations leading to the deposition of the aggradational successions of the Vitinia Formation. Stratigraphic section from [41]. **c)** Reconstruction of the aggradational and erosional phases leading to the deposition of the different members of the sedimentary succession of Torre in Pietra. See description in the text; numbers also indicate corresponding phases of sea-level fluctuation as detected by RSL curve in Fig 9A.

Conclusions

This research has allowed us: (a) to obtain $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ dates and U-series-

ESR dates which support correlation to marine isotope stages. Prior to this work the Torre in Pietra sequence was not radiometrically dated. The reworked pumices found in level *m* and interpreted as derived from the Red Tuff with black scoria only provided a post quem date of 431ka; (b) to integrate the dating results with geomorphological and geochronological data of the coastal area of Latium thus placing the Torre in Pietra succession into a clear chronostratigraphic scheme. The Acheulian is now securely dated to the end of MIS 10 and the Middle Paleolithic of level *d* to the early part of MIS7 between 270 and 240 ka; (c) to show that the hominins at Torre in Pietra and Castel di Guido had a clear understanding of the specific qualities of flint which came in the form of rather small pebbles and was deemed desirable for the making of small tools. The almost exclusive preference for flint in the presence of other raw materials, and the preference for thick blanks with cortex including negative blanks obtained by splitting a pebble in half by direct percussion imply a technical repertory that was shared by the Acheulian craftsmen in the region and can also be observed in later assemblages. To what extent a significant factor was the choice of raw material (small flint pebbles) can only be decided on the basis of further analyses of assemblages from other regions; (d) to suggest that the Levallois technique of the Middle Paleolithic assemblage which is characterized by the production of thin flakes without cortex is an innovation likely to correlate with the emergence of hafting. Interestingly the oldest direct evidence of hafting is from the site of Campitello in Tuscany dated to end of MIS 7, about 200 ka; (e) to suggest that the recurrence of certain tool-making habits, in spite of the introduction of an innovative technique underlies the importance of learning and conformity in the behavior of Neandertals.

Acknowledgments

Research at Torre in Pietra and on the Castel di Guido lithics was funded by National Science Foundation Grant BCS 1118143 to PV and SS and by a travel grant from CNRS, UMR 7041, ArSca/AnTET, Nanterre to SS. We thank the Pigorini Museum, the Italian Institute of Human Paleontology and the Dipartimento di Biologia of the University of Pisa for access to the Torre in Pietra and Castel di Guido collections and facilities during analysis. We are grateful to Anna Maria Moretti, Alfonsina Russo and Flavia Trucco of the Soprintendenza of Lazio and Etruria Meridionale for access to the Torre in Pietra archeological site, allowing us to clean the two preserved sections and take sediment samples for dating. Salvatore Milli and Maria Rita Palombo have provided us with very valuable information on the Torre in Pietra

stratigraphy. Through- out our analysis we valued the very informative paper on the Torre in Pietra lithic assemblages by Marcello Piperno and Italo Biddittu. Fabio Parenti, President of the Italian Institute of Human Paleontology and Luciano Bruni very graciously allowed us complete access to the lithic material of Torre in Pietra and its transport from the town of Anagni to the Zoology Museum in Rome and keep it there for the duration of this study. We thank Francesco di Gen- naro and Mario Mineo of the Pigorini Museum in Rome for permission to take photos of the materials and allowing us to use the skills of Fabio Naccari for photography. We thanks Luca Galletti for conceiving and making Fig D of the S1 File. Antonio Tagliacozzo of the Paleontol- ogy Section in the Pigorini Museum and Fabio Parenti provided us with faunal materials (teeth and bones) from Torre in Pietra for ESR-U-series dating. PV, SS and LP are particularly grate- ful to Mario Amore of the Pigorini Museum and the staff of the Zoology Museum in Rome for the good humor and quick access to the Museum facilities (including the indispensable coffee machines). We thank two anonymous reviewers for their insightful and helpful comments. We also wish to thank the University of Colorado Interlibrary Loan Service for their efficient and rapid deliveries and the University of Colorado Museum of Natural History for covering the publication cost.

References

1. Malatesta A. La serie di Torre del Pagliaccetto e il bacino di Torre in Pietra. *Quaternaria* 1978; 20: 237-246.
2. Conato V, Esu D, Malatesta A, Zarlenga F. New data on Pleistocene of Rome. *Quaternaria* 1980; 22: 131-176.
3. Marra F, Rosa C. Stratigrafia e assetto geologico dell'area romana. *Mem Descr Carta Geol Italia*. 1995; 50: 49-118.
4. Karner DB, Renne PR. $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ geochronology of Rome volcanic province tephra in the Tiber River valley: Age calibration of middle Pleistocene sea-level changes. *Geol Soc Am Bull* 1998; 110: 740- 747.
5. Karner DB, Marra F. Correlation of fluviodeltaic aggradational sections with glacial climate history; A revision of the Pleistocene stratigraphy of Rome. *Geol Soc Am Bull*. 1998; 110: 748-758.
6. Marra F, Florindo F, Karner DB. Paleomagnetism and geochronology of early Middle Pleistocene depositional sequences near Rome: comparison with the deep sea $\delta^{18}\text{O}$ climate record. *Earth Planet Sci Lett*. 1998; 159: 147-164.
7. Florindo F, Karner DB, Marra F, Renne PR, Roberts AP, Weaver R. Radioisotopic age constraints for Glacial Terminations IX and VII from aggradational sections of the Tiber River delta in Rome, Italy. *Earth Planet Sci Lett*. 2007; 256:61-80.
8. Marra F, Florindo F. The subsurface geology of Rome: sedimentary processes, sea-level changes and astronomical forcing. *Earth Sci Rev*. 2014; 136: 1-20.
9. Caloi L, Palombo MR, Zarlenga F. Late Middle Pleistocene mammals faunas of Latium. *Stratigraphy and environment*. *Quat Int*. 1998; 47/48: 77-86.
10. Gliozzi E, Abbazzi L, Ambrosetti PG, Argenti P, Azzaroli A, Caloi L et al. Biochronology of selected mammals, molluscs and ostracods from the Middle Pliocene to the Late Pleistocene in Italy. The state of the art. *Riv Ital Paleontol Stratigr*. 1997; 103: 369-388.
11. Palombo MR, Milli S, Rosa C. Remarks on the biochronology of the late Middle Pleistocene mamma- lian faunal complexes of the Campagna Romana (Latium, Italy). *Geologica Romana* 2003-2004; 37:135-143.
12. Kotsakis T, Barisone G. I vertebrati fossili continentali del Plio-Pleistocene dell'area romana. In: Funi- ciello R, Praturlon A, Giordano G, editors. *La Geologia di Roma*. *Mem Descr Carta Geol Italia*; 2008; 80:115-143.
13. Milli S, Moscatelli M, Palombo MR, Parlagraeco L, Paciucci M. Incised valleys, their filling and mammal fossil record. A case study from Middle-Upper Pleistocene deposits of the Roman Basin (Latium, Italy). In: Amorosi, A, Haq BU, Sabato L, editors. *Advances in Application of Sequence Stratigraphy in Italy*. *GeoActa, Special Publication 1*; 2008. pp. 667-687.
14. Marra F, Pandolfi L, Petronio C, Di Stefano G, Gaeta M, Salari L. Reassessing the sedimentary deposits and vertebrate assemblages from Ponte Galeria area (Rome, central Italy): An archive for the Middle Pleistocene faunas of Europe. *Earth Sci Rev*. 2014; 139: 104-122.

15. Milli S, Moscatelli M. The Torre in Pietra section: sedimentology and physical stratigraphy. Poster session, First International Congress “The World of Elephants”, Rome, 16-20 October 2001.
16. Milli S, Palombo MR. The high-resolution sequence stratigraphy and the mammal fossil record: a test in the Middle-Upper Pleistocene deposits of the Roman Basin (Latium, Italy). *Quat Int.* 2005; 126-128: 251-270.
17. Marra F, Florindo F, Boschi E. The history of glacial terminations from the Tiber River (Rome): insights to glacial forcing mechanisms. *Paleoceanography* 2008; 23: PA2205.
18. Marra F, Ceruleo P, Jicha B, Pandolfi L, Petronio C, Salari L. A new age within MIS 7 for the *Homo neanderthalensis* of Saccopastore in the glacio-eustatically forced sedimentary successions of the Aniene River Valley, Rome. *Quat Sci Rev.* 2015; 129: 260-274.
19. Karner DB, Marra F, Florindo F, Boschi E. Pulsed uplift estimated from terrace elevations in the coast of Rome: evidence for a new phase of volcanic activity? *Earth Planet Sci Lett.* 2001; 188: 135-148.
20. Karner DB, Marra F, Renne PR. The history of the Monti Sabatini and Alban Hills volcanoes: ground-works for assessing volcanic-tectonic hazards for Rome. *J Volcanol Geothermal Res.* 2001; 107: 185-219.
21. Evernden JF, Curtis GH. The potassium-argon dating of Late Cenozoic rocks in East Africa and Italy. *Curr Anthropol.* 1965; 6: 343-385.
22. Cioni R, Laurenzi MA, Sbrana A, Villa IM. ⁴⁰Ar/³⁹Ar Chronostratigraphy of the initial activity in the Monti Sabatini volcanic complex (Italy). *Boll Soc Geol It.* 1993; 112: 251-263.
23. Malatesta A. La serie di Torre in Pietra nel quadro del Pleistocene Romano. *Quaternaria* 1978; 20: 537-577.
24. Marra F, Rohling EJ, Florindo F, Jicha B, Nomade S, Pereira A, Renne PR. Independent ⁴⁰Ar/³⁹Ar and ¹⁴C age constraints on the last five glacial terminations from the aggradational successions of the Tiber River, Rome (Italy). *Earth Planet Sci Lett.* 2016; 449: 105-117.
25. Caloi L, Palombo MR. Anfibi, rettili e mammiferi di Torre del Pagliaccetto (Torre in Pietra, Roma). *Quaternaria* 1978: 315-428.
26. Nomade S, Guillou H, Bahain JJ, Peretto C, Piperno M, Falguères C et al. La datation ⁴⁰Ar/³⁹Ar (40K/40Ar): applications à la Paléontologie et en archéologie, Abstract book, XVII World UISPP Congress. Burgos 1-7 September 2014.
27. Boschian G, Saccà D. Ambiguities in human and elephant interactions? Stories of bones, sand and water from Castel di Guido (Italy). *Quat Int* 2010; 214: 3-16.
28. Boschian G, Saccà D. In the elephant, everything is good: Carcass use and re-use at Castel di Guido (Italy). *Quat Int.* 2015; 361: 288-296.
29. Piperno M, Biddittu I. Studi tipologico ed interpretazione dell'industria acheuleana e premusteriana dei livelli *m* e *d* di Torre in Pietra (Rome). *Quaternaria* 1978; 20: 441-535.
30. Sorgi C. La successione morfo-litostratigrafica in destra Tevere nell'ambito dell'evoluzione geologica quaternaria dell'area romana. Doctoral thesis, Università di Roma “La Sapienza”; 1994.
31. Marra F, Sottili G, Gaeta M, Giaccio B, Jicha B, Masotta M et al. Major explosive activity in the Sabatini Volcanic District (central Italy) over the 800-390 ka interval: geochronological—geochemical overview and teprostratigraphic implications, *Quat Sci Rev.* 2014; 94, 74-101.
32. Deino A, Potts R. Single-crystal ⁴⁰Ar/³⁹Ar dating of the Olorgesailie Formation, Southern Kenya Rift. *J Geophys Res.* 1990; 95: 8453-8470.
33. Ludwig KR. User's manual for Isoplot 3.00: a geochronological toolkit for Microsoft Excel. Special Publication No. 4, Berkeley Geochronology Center. Berkeley, CA, 2003.
34. Pike AWG, Hedges REM, Van Calsteren P. 2002. U-series dating of bone using the diffusion-adsorption model. *Geochim Cosmochim Acta* 2002; 66, 4273-4286.
35. Sambridge M, Grün R, Eggins S. U-series dating of bone in an open system: The diffusion-adsorption-decay model. *Quat Geochron.* 2012; 9: 42-53.
36. Duval M, Grün R. Are published ESR dose assessments on fossil tooth enamel reliable? *Quat Geochronol.* 2016; 31: 19-27.
37. Grün R, Schwarcz HP, Chadam JM, 1988. ESR dating of tooth enamel: Coupled correction for U-uptake and U-series disequilibrium. *Nucl Tracks Radiat Meas.* 1988; 14: 237-241.
38. Grün R. An alternative for model for open system U-series/ESR age calculations: (closed system U-series)-ESR, CSUS-ESR. *Ancient TL.* 2000; 18: 1-4.
39. Grant KM, Rohling EJ, Bronk Ramsey C, Cheng H, Edwards RL, Florindo F et al. Sea-level variability over five glacial cycles. *Nat Commun.* 2014; 5: 5076. doi: 10.1038/ncomms6076 PMID: 25254503
40. Lisiecki LE, Raymo ME. A Pliocene-Pleistocene stack of 57 globally distributed benthic $\delta^{18}O$ records. *Paleoceanography* 2005; 20: PA1003.
41. Biddittu I, Segre AG, Piperno M. Torre in Pietra, Lazio. In: I primi abitanti d'Europa, Catalogo della mostra, Roma, De Luca; 1984. pp. 168-173.
42. Harding P, Gibbard PL, Lewin J, Macklin MG, Moss EH. The transport and abrasion of flint handaxes in a gravel-bed river. In: Sieveking G de G, Newcomer M, editors. *The Human Uses of Flint and Chert.* Cambridge: Cambridge University Press; 1987. pp. 115-126.
43. Newcomer MH. Some quantitative experiments in handaxe manufacture. *World Archaeology* 1971; 3: 85-104.
44. Bradley B, Sampson CG. Analysis by replication of two Acheulian artefact assemblages. In: Bailey G, Callow P, editors. *Stone Age Prehistory: Studies in Memory of Charles McBurney.* Cambridge: Cambridge University Press; 1986. pp. 29-45.
45. Boëda E. Approche de la variabilité des systèmes de production lithique des industries du Paléolithique inférieur et moyen: chronique d'une variabilité attendue. *Techniques et Cultures* 1991; 17-18: 37-79.
46. Boëda E. Technogenèse de systèmes de production lithique au Paléolithique inférieur et moyen en Europe occidentale et au Proche-Orient. Habilitation à diriger des recherches, Université Paris X- Nanterre. 1997.

47. Boëda E. Techno-logique & Technologie. Une Paléo-histoire des objets lithiques tranchants. Préhistoire au Présent, Prigonrieux: @archéo-éditions.com., 2013.
48. Shea JJ. Making and using stone tools: advice for learners and teachers and insights for archaeologists. *Lithic Technology* 2015; 40 (3): 231-248.
49. Nicoud E. Le paadoxe acheuléen. Paris: Éditions Comité travaux historiques et scientifiques; 2013.
50. Soriano S, Villa P, Delagnes A, Degano I, Pollarolo L, Lucejko JJ et al. The Still Bay and Howiesons Poort at Sibudu and Blombos: Understanding Middle Stone Age Technologies. *PLoS ONE* 2015; 10 (7): e0131127. doi: 10.1371/journal.pone.0131127 PMID: 26161665
51. Bordes F. *The Old Stone Age*. New York: McGraw and Hill. 1968.
52. Herisson D, Airvaux J, Lenoble A, Richter D, Claud E, Primault J. Le gisement acheuléen de la Grande Vallée à Colombier (Vienne, France): stratigraphie, processus de formation, datations préliminaires et industries lithiques. *Paléo* 2012; 23: 137-154.
53. Tavoso A. *Le Paléolithique inférieur et moyen du Haut-Languedoc*. Etudes Quaternaires 5, Institut de Paléontologie Humaine, Paris; 1986.
54. Jörös O. Bifacially backed knives (*Keilmesser*) in the Central European Middle Paleolithic. In: Goren- Inbar N, Sharon G. editors. *Axe Age. Acheulian tool-making from quarry to discard*. London: Equinox Publishing; 2006. pp. 287-310.
55. Boëda E. Caractéristiques techniques des chaînes opératoires lithiques des niveaux micoquiens de Kůlna (Tchécoslovaquie). In: Les industries à pointes foliacées d'Europe centrale. *Paléo* 1995 Sup- plement no. 1. Les Eyzies. pp. 57-72.
56. Boëda E. Détermination des unités techno-fonctionnelles de pièces bifaciales provenant de la couche acheuléenne C'3 base du site de Barbas I. In: Cliquet D, editor, *Les industries à outils bifaciaux du Paléolithique moyen d'Europe occidentale*. Liège: ERAUL; 2001. pp. 51-75.
57. Soriano S. *Outillage bifacial et outillage sur éclat au Paléolithique ancien et moyen. Coexistence et interaction*. Doctoral dissertation, Université Paris X-Nanterre; 2000.
58. Boëda E, Soriano S, Noël-Soriano S. Fonction et fonctionnement d'un site à la fin du Pléistocène moyen. Le niveau acheuléen C'3 base de Barbas I (Creyse, Dordogne). In: Bodu P, Constantin C, editors. *Approches fonctionnelles en Préhistoire*. Paris: Société Préhistorique Française; 2004. pp. 293-305.
59. Turq A. Réflexions sur le biface dans quelques sites du Paléolithique ancien-moyen en grotte ou abri du nord-est du bassin aquitain. In: Cliquet D, editor. *Les industries à outils bifaciaux du Paléolithique moyen d'Europe occidentale*. Liège: ERAUL; 2001. pp. 141-149.
60. Villa P, Soressi M, Henshilwood CS, Mourre V. The Still Bay points of Blombos Cave (South Africa). *J. Archaeol. Sci.* 2009; 36:441-460.
61. Roe DA. *The Lower and Middle Palaeolithic Periods in Britain*. London, Routledge & Kegan Paul; 1981.
62. Lhomme V. Tools, space and behaviour in the Lower Palaeolithic: discoveries at Soucy in the Paris basin. *Antiquity*. 2007; 81: 536-554.
63. Bourguignon L, Djema H, Bertran P, Lahaye C, Guibert P. Le gisement Saalien de Petit-Bost (Neuvic, Dordogne) à l'origine du Moustérien d'Aquitaine? In: Jaubert J, Bordes J-G, Ortega I, editors. *Les sociétés du Paléolithique dans un Grand Sud-Ouest de la France*. Mémoire XLVII Société Préhistorique Française; 2008. pp. 41-55.
64. Bordes F. Observations sur l'Acheuléen des grottes en Dordogne. *Munibe* 1971: 5-23.
65. Villa P. *Terra Amata and the Middle Pleistocene archaeological record of southern France*. Berkeley: University of California; 1983.
66. Soressi M. *Le Mousterien de tradition acheuléenne*. Doctoral dissertation, University of Bordeaux 1; 2002.
67. Turq A, Brenet M, Colonge D, Jarry M, Lelouvier LA, O'Farrell M et al. The first human occupations in southwestern France: A revised summary twenty years after the Abbeville/Saint Riquier colloquium. *Quat Int.* 2010; 223-224: 383-398.
68. Guibert P, Bechtel F, Bourguignon L, Brenet M, Couchoud I, Delagnes A et al. Une base de données pour la chronologie du paléolithique moyen dans le Sud-Ouest de la France. In: Jaubert J, Bordes J-G, Ortega I, editors. *Les sociétés du Paléolithique dans un Grand Sud-Ouest de la France*. Mémoire XLVII Société Préhistorique Française; 2008. pp 41-55.
69. Santucci E, Marano F, Cerilli E, Fiore I, Lemorini C, Palombo MR et al. *Paleoloxodon* exploitation at the Middle Pleistocene site of La Polledrara di Cecanibbio. *Quat Int.* 2016; 406: 169-182.
70. Tuffreau A, Lamotte A, Goval E. Les industries acheuléennes de la France septentrionale. *L'Anthropologie*. 2008; 112:104-139.
71. Radmilli A.M., Boschian G. Gli scavi a Castel di Guido, il piu antico giacimento di cacciatori del Paleolitico inferiore nell' Agro Romano. Firenze, Istituto Italiano di Preistoria e Protostoria; 1996.
72. Michel V, Boschian G, Valensi P. Datation US-ESR de dents d'aurochs du site Paléolithique inférieur de Castel di Guido (Italie). *ArcheoSciences* 2009; 32: 51-58.
73. Saccà D. L'industria ossea di Castel di Guido (Roma) analisi tafonomica di bifacciali e strumenti poco elaborati. *Rivista di Scienze Preistoriche* 2012; LXII: 13-32.
74. Saccà D. Taphonomy of *Palaeoloxodon antiquus* at Castel di Guido (Rome, Italy): Proboscidean carcass exploitation in the Lower Palaeolithic. *Quat Int.* 2012; 276-277: 27-41.
75. Faivre JPh, Geneste JM, Turq A. La fracturation en split, une technique de production dans l'industrie lithique des Tares (Sourzac, Dordogne). *Paléo*. 2009- 2010:133-142.
76. Lai Pannocchia F. 1950. L'industria Pontiniana della Grotta di S. Agostino. *Rivista Scienze Preistoriche*. 1950; V: 67-86.
77. Bietti A, Cancellieri E, Corinaldesi C, Grimaldi S, Spinapoliche E. La percussion sur enclume en Italie centrale Tyrrhénienne. *Paléo*. 2009-2010 (numero special): 143-180.
78. Kuhn SL. *Mousterian lithic technology*. Princeton: Princeton University Press; 1995.

79. Vallois H. The pre-Mousterian human mandible from Montmaurin. *Am J Phys Anthropol.* 1956; 14 (2): 319-323. PMID: 13362495
80. Burkitt M, Childe VG. A chronological table of prehistory. *Antiquity* 1932; 6 (22):185-201.
81. Grimaldi S. Analyse technologique, chaîne opératoire et objectifs techniques. Torre in Pietra (Rome, Italie). *Paléo.* 1998; 10: 109-122.
82. Mazza PPA, Martini F, Sala B, Magi M, Colombini MP, Giachi G et al. A new Palaeolithic discovery: tar-hafted stone tools in a European Mid-Pleistocene bone-bearing bed. *J Archaeol Sci.* 2006; 33: 1310-1318.
83. Roebroeks W, Villa P. On the earliest evidence for habitual use of fire in Europe. *Proc Nat Acad Sci.* 2011; 108: 5209-5214. doi: 10.1073/pnas.1018116108 PMID: 21402905
84. Dutton A, Bard E, Antonioli F, Esat TM, Lambeck K, McCulloch MT. Phasing and amplitude of sea-level climate change during the penultimate interglacial. *Nat Geosci.* 2009; 2 (5): 355-359.
85. Shimelmitz R, Kuhn SL, Ronen A, Weinstein-Evron M. Predetermined Flake Production at the Lower/ Middle Paleolithic Boundary: Yabrudian Scraper-Blank Technology. *PLoS ONE* 2014; 9 (9): e106293. doi: 10.1371/journal.pone.0106293 PMID: 25192429
86. Peretto C, Arzarello M, Bahain JJ, Boubes N, Dolo JM, Douville E et al. The Middle Pleistocene site of Guado San Nicola (Monteroduni, Central Italy) on the Lower/Middle Palaeolithic transition. *Quat Int* 2015 inpress, <http://dx.doi.org/10.1016/j.quaint.2015.11.056>
87. White M, Scott B, Ashton N. The Early Middle Palaeolithic in Britain: archaeology, settlement history and human behaviour. *J Quat Sci.* 2006; 21(5) 525-541
88. Boëda E. Le débitage discoïde et le débitage Levallois recurrent centripète. *Bull Soc Préhist Fr.* 1993; 90 (6):392-404.
89. Boëda E. Le concept Levallois: variabilité des méthodes. Paris: CNRS Editions;1994.
90. Vallin L, Masson B, Caspar JP, Depiereux É. L'outil idéal. Analyse du standard Levallois des sites moustériens d'Hermies (Nord de la France). *Paléo.* 2006; 18: 237-272.
91. Perpère M. Le débitage Levallois d'Ault (Somme, France). *L'Anthropologie.* 1999; 103:43-376.
92. Teheux E. Observations préliminaires sur le site paléolithique moyen de la Minette à Fitz-James (Oise). *Archéopages.* 2000; 1: 30-37.
93. Beyries S, Boëda E. Etude technologique et traces d'utilisation des "éclats débordants" de Corbehem (Pas-de-Calais). *Bull Soc Préhist Fr.* 1983; 80: 275-279.
94. Forestier H. Le clactonien: mise en application d'une nouvelle méthode de débitage s'inscrivant dans la variabilité des systèmes de production lithique au Paléolithique ancien. *Paléo.* 1993; 5: 53-82.
95. Lamotte A. L'apport des remontages dans la compréhension des méthodes de débitage et de façonnage des gisements acheuléens de la Somme: les exemples de la Ferme de l'Épinette et de l'Épinette à Cagny (Somme, France). *Bull Soc Préhist Fr.* 1999; 96: 117-132.
96. White M, Ashton N. Lower Palaeolithic core technology and the origins of the Levallois method in North-Western Europe. *Curr Anthropol.* 2003; 44: 598-609.
97. Marcy J-L, Auguste P, Fontugne M, Munaut A-V, Van Vliet-Lanoë B. Legisement moustérien d'Hémin-sur-Cojeul (Pas-de-Calais). *Bull Soc Préhist Fr.* 1993; 90: 251-256.
98. Brenet M, Folgado M. Relations techno-économiques entre débitage et façonnage sur les gisements du Paléolithique moyen ancien de Cantalouette 1 et Combe Brune 3 (Creysse). *Rivista di Scienze Preistoriche.* 2009; 59: 49-62.
99. Connet N, Bertran P, Debenham N, Neury P, Lhomme V, Rouzo P, et al. Londigny, Charente (16). LGV SEA—La Grande Brousse. Occupations du Paléolithique inférieur au Paléolithique moyen sur le seuil du Poitou. L'Isle d'Espagnac, Bègles: Inrap Report; 2014 p. 215.
100. Jarry M, Colonge D, Lelouvier L-A, Mourre V. Les Bosses 1, Lamagdelaine (Lot): un gisement paléolithique moyen antérieur à l'avant-dernier Interglaciaire sur la moyenne terrasse du Lot. Paris: Société Préhistorique Française, Travaux 7; 2007.
101. Jaubert J, Lorblanchet M, Laville H, Slott-Moller R, Turq A, Brugal J-P. Les chasseurs d'Aurochs de La Borde. Un site du Paléolithique moyen (Livernon, Lot). Paris: Editions de La Maison des Sciences de l'Homme; 1990.
102. Jaubert J, Mourre V. Coudoulous, Le Rescoududou, Mauran: Diversité des matières premières et variabilité des schémas de production d'éclats. *Quaternaria Nova.* 1996; VI: 313-341.
103. Cahen D, Michel J. Le site paléolithique moyen ancien de Mesvin IV (Hainaut, Belgique). *Chronostratigraphie et faciès culturels du Paléolithique inférieur et moyen dans l'Europe du nord-ouest. Supplément au bulletin de l'association française pour l'étude du quaternaire.* 1986; 26:89-102.
104. Green HS. Pontnewydd cave and the earlier Palaeolithic in Wales. *Studia Praehistorica Belgica.* 1983; 3: 29-41.
105. Koehler H. L'apport du gisement des Osiers à Bapaume (Pas-de-Calais) au débat sur l'émergence du Paléolithique moyen dans le Nord de la France. *Bull Soc Préhist Fr.* 2008; 105: 709-735.
106. Monnier JL. Données nouvelles sur le gisement paléolithique moyen de Piégu (Pléneuf-Val-André, Côtes-du-Nord). *Revue archéologique de l'Ouest.* 1985; 2: 7-21.
107. White M, Ashton N. Lower Palaeolithic core technology and the origins of the Levallois method in North-Western Europe. *Curr Anthropol.* 2003; 44: 598-609.
108. Marcy J-L, Auguste P, Fontugne M, Munaut A-V, Van Vliet-Lanoë B. Legisement moustérien d'Hémin-sur-Cojeul (Pas-de-Calais). *Bull Soc Préhist Fr.* 1993; 90: 251-256.
109. Brenet M, Folgado M. Relations techno-économiques entre débitage et façonnage sur les gisements du Paléolithique moyen ancien de Cantalouette 1 et Combe Brune 3 (Creysse). *Rivista di Scienze Preistoriche.* 2009; 59: 49-62.
110. Connet N, Bertran P, Debenham N, Neury P, Lhomme V, Rouzo P, et al. Londigny, Charente (16). LGV SEA—La Grande Brousse. Occupations du Paléolithique inférieur au Paléolithique moyen sur le seuil du Poitou. L'Isle d'Espagnac, Bègles: Inrap Report; 2014 p. 215.

111. Jarry M, Colonge D, Lelouvier L-A, Mourre V. Les Bosses 1, Lamagdelaine (Lot): un gisement paléolithique moyen antérieur à l'avant-dernier Interglaciaire sur la moyenne terrasse du Lot. Paris: Société Préhistorique Française, Travaux 7; 2007.
112. Jaubert J, Lorblanchet M, Laville H, Slott-Moller R, Turq A, Brugal J-P. Les chasseurs d'Aurochs de La Borde. Un site du Paléolithique moyen (Livernon, Lot). Paris: Editions de La Maison des Sciences de l'Homme; 1990.
113. Jaubert J, Mourre V. Coudoulous, Le Rescoundou, Mauran: Diversité des matières premières et variabilité des schémas de production d'éclats. *Quaternaria Nova*. 1996; VI: 313-341.
114. Cahen D, Michel J. Le site paléolithique moyen ancien de Mesvin IV (Hainaut, Belgique). Chronostratigraphie et faciès culturels du Paléolithique inférieur et moyen dans l'Europe du nord-ouest. Supplément au bulletin de l'association française pour l'étude du quaternaire. 1986; 26:89-102.
115. Green HS. Pontnewydd cave and the earlier Palaeolithic in Wales. *Studia Praehistorica Belgica*. 1983; 3: 29-41.
116. Koehler H. L'apport du gisement des Osiers à Bapaume (Pas-de-Calais) au débat sur l'émergence du Paléolithique moyen dans le Nord de la France. *Bull Soc Préhist Fr*. 2008; 105: 709-735.
117. Monnier JL. Données nouvelles sur le gisement paléolithique moyen de Piégu (Pléneuf-Val-André, Côtes-du-Nord). *Revue archéologique de l'Ouest*. 1985; 2: 7-21.

2.3. Casal de' Pazzi

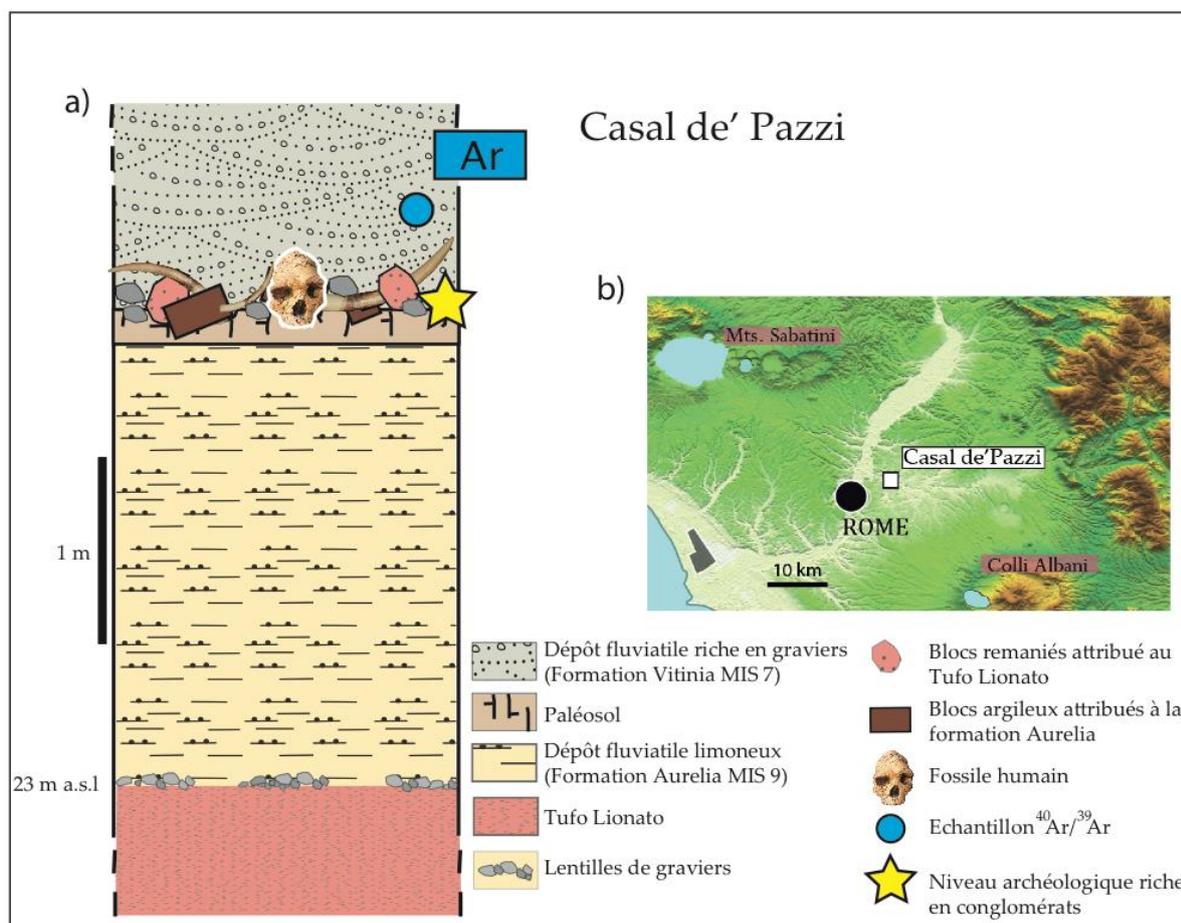


Figure 3-7 : a) Log stratigraphique simplifié du site de Casal de' Pazzi, modifié d'après l'article de Marra et al., 2017. b) Localisation du site de Casal de'Pazzi.

Pour rappel, la séquence de Casal de' Pazzi (Rome) a permis la découverte de plus de 2000 restes de grands mammifères, 1500 pièces lithiques de mode 1 et un fragment d'os pariétal humain (*CdP H1*) (Manzi et al., 1990, Anzidei, 2001). Géologiquement, tous les fossiles et pièces lithiques sont contenus dans un niveau fluviatile riche en graviers, galets, blocs en argiles et matériels volcaniques associés à la première phase de remplissage d'un lit de rivière après une phase d'incision d'un paléosol. Un log stratigraphique simplifié

Objectifs pour Casal de' Pazzi :

Datation $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ du niveau de graviers fins situé directement au-dessus du niveau archéologique afin de donner une information chronologique supplémentaire quant à l'âge du gisement attribué à la formation Vitinia (MIS 7, Anzidei et Cerilli, 2001, Marra et al., 2017).

de la séquence, modifiée d'après Marra et al., 2017 est présenté Fig. 3-7. Cette séquence fluviatile repose en discordance sur le *Tufo Lionato* daté par $^{40}\text{K}/^{40}\text{Ar}$ à Fontana Ranuccio de 366 ± 5 ka (Biddittu et al., 1979).

▪ Analyse $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$

A Casal de' Pazzi (CdP) douze sanidines ont été individuellement analysées (voir annexe 2-4). Le diagramme de probabilité obtenu est bimodal et démontre la présence de deux populations de cristaux majeures (i.e. deux éruptions) (Fig. 3-8). Ce diagramme suggère que la population de cristaux la plus jeune constituée de quatre cristaux est datée d'un âge pondéré de 304 ± 9 ka (MSWD = 0,2 et P = 0,9). L'erreur totale externe tenant compte de l'incertitude sur la constante de désintégration de 12 ka. Bien qu'il soit équivalent au rapport atmosphérique le rapport $^{40}\text{Ar}/^{36}\text{Ar}$ donné par l'isochrone inverse à l'instant t0 est peu précis : 212 ± 182 (95% de probabilité) et ne permet pas de conclure quant à un potentiel excès d'argon. La deuxième éruption mise en évidence par notre analyse est centrée autour de 360 ka (Fig. 3-8).

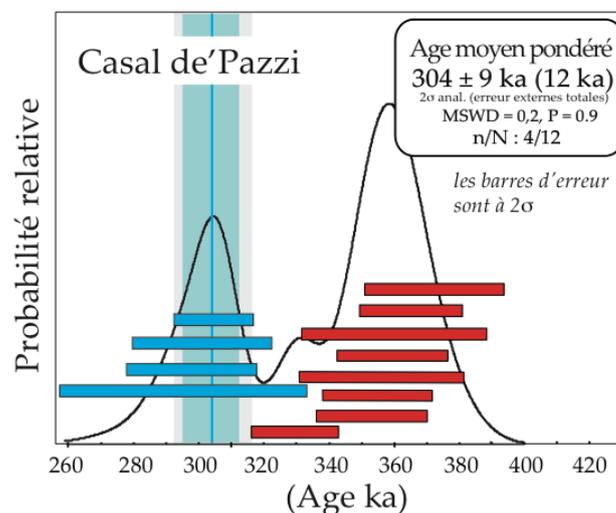


Figure 3-8 : Diagramme de probabilité obtenu pour le niveau daté à Casal de' Pazzi.

▪ Interprétations chronologiques

La datation $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ du niveau de graviers fins de CdP, montrant une stratification entrecroisée, localisé stratigraphiquement juste au-dessus du niveau archéologique (voir Fig. 3-7), a permis de mettre en évidence le fait que les cristaux de sanidine les plus récents sont contemporains de la fin du stade isotopique 9 (vers 304 ± 9 ka). L'âge obtenu met également en évidence l'absence de cristal d'âge plus récent que ~ 300 ka. Tout comme Anzidei et Cerilli (2001) qui se basaient sur l'assemblage paléontologique et la stratigraphie du site, Marra et al. (2017) ont proposé l'attribution du site de Casal de' Pazzi à la formation sédimentaire Vitinia correspondant à la phase d'aggradation du stade isotopique 7.

Cette hypothèse d'un âge MIS 7 repose sur plusieurs critères :

1) tout d'abord l'identification pour le niveau de conglomérats (également niveau archéologique, voir Fig. 3-7) de blocs pyroclastiques et argileux qu'ils associent respectivement au Tufo Lionato et à la Formation Aurelia suggérant un âge pour ces dépôts plus récent que le MIS 9. Selon ces auteurs, les blocs pyroclastiques du Tufo Lionato auraient été érodés puis remaniés au cours de la phase de bas niveau marin associée au stade isotopique 8.

2) l'altitude de la terrasse fluviale abritant le site de Casal de' Pazzi, située entre 20 et 25 m a.s.l, suggère un âge plus récent que celui de la formation Via Mascagni (MIS 8,5) située elle régionalement autour de 30 à 35 m au-dessus du niveau de la mer confirmant ainsi la mise en place des restes archéologiques postérieurement au MIS 8,5, au cours de la formation Vitinia (MIS 7).

La datation $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ ne permet pas de rejeter cette hypothèse même si aucun cristal du MIS 7 (~245 ka-~193 ka) n'a été découvert. La présence de minéraux datés de la transition vers le stade isotopique 8 (304 ± 9 ka) dans la séquence fluviale de Casal de'Pazzi et donc de minéraux plus récents que le stade interglaciaire 9, va cependant dans le sens des hypothèses soutenues par ces auteurs. On notera par ailleurs que la population de cristaux la plus ancienne ($\sim 360 \pm 7$ ka) est très proche de l'âge du Tufo Lionato (365 ± 4 ka, Marra et al., 2009) identifié sous le site de Casal de'Pazzi (Marra et al., 2017).

2.4. Osteria Moricone

Pour rappel, la séquence du bassin tectonique d'Osteria Moricone est intégrée dans un corpus de sites du bassin de Cretone (jamais fouillés) sur lesquels ont été découverts restes paléontologiques et outils de mode 1 et 2 (Ceruleo et al., 2015). La mise en place des dépôts du bassin de Cretone (Fig. 3-9), qui sont très riches en matériaux pyroclastiques, avait été attribuée aux séquences d'aggradation des stades isotopiques 15 à 13 par Ceruleo et al. en 2015.

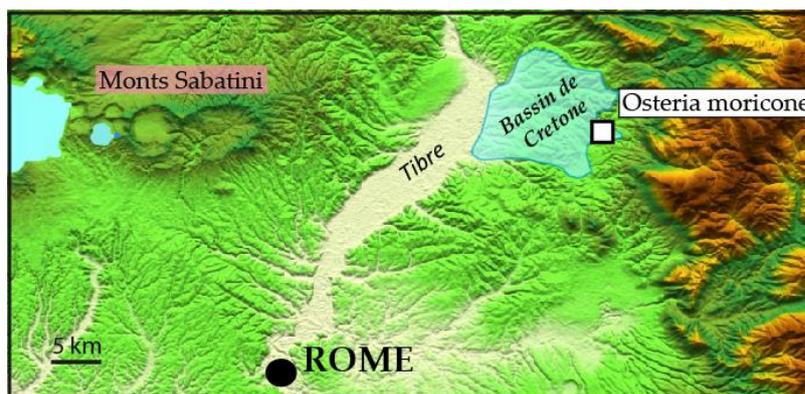


Figure 3-9 : Localisation de la ville d'Osteria Moricone et du site du même nom.

Cependant certains assemblages paléontologiques découverts dans cette zone, constitués de taxons emblématiques de l'unité biochronologique aurélienne ont été considérés comme pouvant être contemporains de la période englobant les stades isotopiques 13 à 5.

Objectifs pour Osteria Moricone :

Datation $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ de cristaux de sanidines prélevés sur une pièce bifaciale provenant d'un niveau acheuléen de la localité d'Osteria Moricone :

- Vérifier si, comme suggéré par Ceruleo et al., 2015, ce niveau archéologique encore non fouillé, a bien été occupé au cours d'une période de temps comprise entre les MIS 15 et 13 ;
- Apporter une information chronostratigraphique supplémentaire quant à l'âge des dépôts du bassin de Cretone.

Certaines espèces dont les premières occurrences ne sont attestées qu'au cours des stades MIS 9 (*Ursus spelaeus*) et MIS 8.5 (*Equus hydruntinus*) ont d'ailleurs été mises en évidence. Marra et al. (2016a) ont récemment interprété que la zone d'Osteria Moricone, à l'ouest du bassin de Cretone, avait connu une phase de surrection tectonique et d'érosion en raison de l'activité volcano-tectonique débutée autour de 600 ka. Cette surrection aurait entraîné selon ces auteurs la quasi-totale érosion de la terrasse du stade isotopique 15 et la réactivation d'un système de faille contrôlant l'actuel cours de la rivière Moricone. Cela aurait pu générer pour ces auteurs la formation d'un petit bassin tectonique dans lequel la sédimentation lacustre aurait persisté

au-cours des stades isotopiques 13 à 5. Afin de clarifier la chronologie et les étapes de formations de cette partie du bassin de Cretone, F. Marra et P. Ceruleo ont échantillonné une unité pyroclastique à Osteria Moricone en contact avec les industries lithiques acheuléennes et sur os découvertes dans cette zone (voir chapitre I).

- **Analyse $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$**

Cristaux prélevés sur le biface d'Osteria Moricone : OM1

Ce dépôt fluviatile très riche en éléments volcanoclastiques (Fig. 1-14) recouvre les industries acheuléennes d'Osteria Moricone. Quatorze sanidines ont été individuellement analysées (voir annexe 2-5). Le diagramme de probabilité obtenu est multimodal (Fig. 3-10) et la population de cristaux la plus jeune est représentée par quatre cristaux. L'âge moyen pondéré calculé pour cette population est de 405 ± 6 ka (erreur analytique à 2σ). L'erreur totale externe tenant compte de l'erreur sur la constante de désintégration est de 12 ka. MSWD = 1,1 et P = 0,4. La plupart des autres cristaux mesurés (7) sont donc plus anciens avec des âges compris entre 445 et 465 ka (Fig. 3-10).

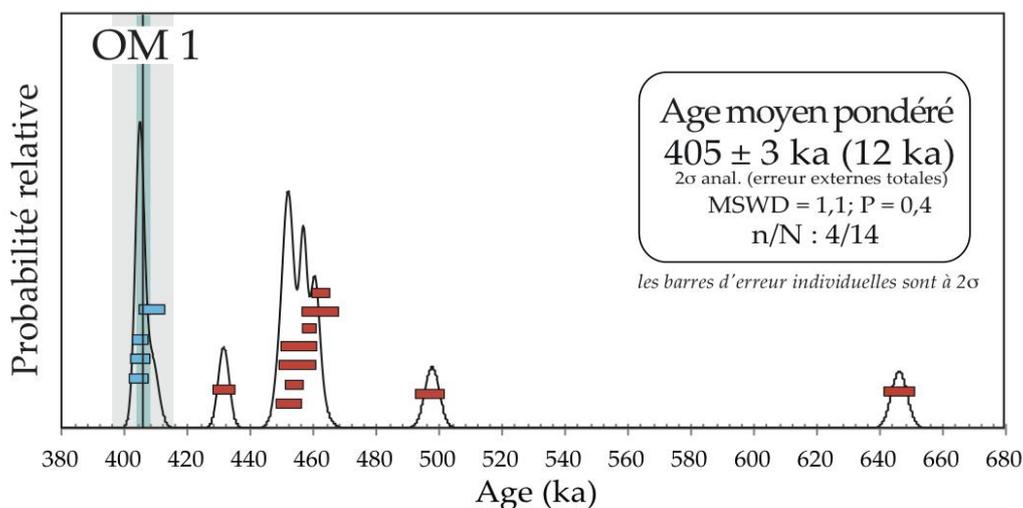


Figure 3-10 : Diagramme de probabilité obtenu pour le niveau volcanoclastique OM 1 d'Osteria Moricone.

- **Interprétations chronologiques**

Le niveau volcanoclastique recouvrant directement à Osteria Moricone des pièces lithiques acheuléennes, des industries sur os et des fossiles de grands mammifères, présente un diagramme de probabilité plurimodal démontrant un remaniement de plusieurs sources volcaniques. Etant donné la localisation du site au coeur du bassin de Cretone il est fort

probable que du matériel volcanique provenant des Colli Albani et monts Sabatini se soit déposé dans la séquence sédimentaire de ce dernier. L'éruption la plus récente enregistrée à OM (405 ± 6 ka (15 ka)) correspond chronologiquement à l'éruption « *Pozzolane Nere* » (Karner et al., 2001) des Colli Albani qui sont localisées à moins de 50 km au sud du bassin. Cette éruption a eu lieu au cours de l'optimum du MIS 11 et est enregistrée dans la plupart des séquences fluviatiles et lacustres du Latium. Les industries acheuléennes piégées directement dans ce niveau sont probablement contemporaines ou proches de l'âge.

▪ **Interprétations archéologiques**

Le dépôt archéologique d'OM contient à la fois des pièces d'industries bifaciales et des pièces sur os d'éléphant. Ce dernier type d'objet n'apparaît dans le Latium qu'au cours du stade isotopique 11 et aucune occurrence plus ancienne de ce type d'outil n'a jusqu'à maintenant été mentionnée en Italie. Il n'est donc pas surprenant d'un point de vue archéologique que l'âge obtenu sur les sédiments fluviatiles recouvrant le niveau archéologique réévalue à la baisse l'âge des restes retrouvés dans ce dernier. Le potentiel du bassin de Cretone en ce qui concerne l'étude des occupations du Paléolithique inférieur et de la transition vers le Paléolithique moyen est clairement avéré et l'âge obtenu donne une information supplémentaire sur l'âge de dépôt de la séquence associée. Il serait maintenant intéressant, à Osteria Moricone et plus largement dans le bassin de Cretone, de faire un ou plusieurs sondages (1-2 m) et de réaliser des fouilles afin de fournir au gisement un contexte archéologique et stratigraphique plus robuste.

3. Province de Frosinone

Cava Pompei, Isoletta et Lademagne

Ces sites situés près de la ville de Pofi dans le bassin de Frosinone (Latium) présentent tous les trois le même type d'assemblage paléontologique (faune galérienne). Les contextes archéologiques des gisements, les stratigraphies respectives ainsi que les données archéologiques associées sont présentés dans l'article intégré ci-dessous (Pereira et al.,) qui est actuellement soumis. Cet article a pour objectif l'établissement d'une chronologie robuste de

ces sites par l'utilisation de plusieurs méthodes de datation ainsi que la comparaison à l'échelle régionale des industries bifaciales de ces gisements (M-H Moncel). Les résultats $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ que j'ai obtenus pour ces gisements sont ainsi dans l'article décrits dans leur totalité et associés aux âges obtenus grâce aux méthodes paléodosimétriques ESR sur quartz blanchis à Isoletta et Lademagne et ESR-U/Th à Isoletta seulement (voir article ci-dessous). Sont également intégrés à cette synthèse la nouvelle datation $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ obtenue sur le site de Fontana Ranuccio réalisée par S. Nomade et jusqu'ici inédite.

Integrated geochronology of Acheulian sites from the southern Latium (central Italy) : insights on the human-environment interaction and the technological innovations during the MIS 11-MIS 10 period.

Alison Pereira^{1,2,3,4}, Sébastien Nomade², Marie-Hélène Moncel¹, Pierre Voinchet¹, Jean-Jacques Bahain¹, Italo Biddittu⁵, Christophe Falguères¹, Biagio Giaccio⁶, Giorgio Manzi⁷, Fabio Parenti^{8,9}, Giancarlo Scardia¹⁰, Vincent Scao², Gianluca Sottili¹¹, Amina Vietti^{1,12}

1 Département Hommes et environnements, Muséum national d'Histoire naturelle, UMR 7194 du CNRS, 1 rue René Panhard, 75013 Paris, France.

2 Laboratoire des Sciences du Climat et de l'Environnement, LSCE/IPSL, CEA-CNRS-UVSQ, Université Paris-Saclay, F-91191 Gif-sur-Yvette, France.

3 Sezione di Scienze Preistoriche e Antropologiche, Dipartimento di Studi Umanistici, Università degli Studi di Ferrara, C.so Ercole d'Este I, 32, Ferrara, Italy

4 Ecole française de Rome, Piazza Farnese, IT-00186, Roma, Italy

5 Istituto italiano di Paleontologia Umana, Piazza Ruggero Bonghi, 2, Anagni (FR), Italy

6 Istituto di Geologia Ambientale e Geoingegneria, CNR, Roma, Italy

7 Sapienza Università di Roma, Dipartimento di Biologia Ambientale, Piazzale Aldo Moro 5, 00185 Roma, Italy

8 Istituto Italiano di Paleontologia Umana, Via Aldrovandi 18, 00197 Roma, Italie

9 Universidade federal do Paraná, Curitiba, Brasil

10 Universidade Estadual Paulista (UNESP), Instituto de Geociências e Ciências Exatas, Rio Claro, SP 13506-900, Brazil

11 Sapienza Università di Roma, Dipartimento di Scienze della Terra, Piazzale Aldo Moro 5, 00185 Roma, Italy

12 Dipartimento di chimica, Università degli Studi di Torino, 10125 Turin, Italy

Abstract

We have explored the multimethod approaches combining $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ on single crystal; ESR on bleached quartz and ESR/U-series on teeth to improve the date of four neighbours "Acheulian" sites of the Frosinone Province (Latium, Italy): Fontana Ranuccio, Cava Pompei (Pofi), Isoletta and Lademagne. Ages obtained by the three methods are in agreement and confirm the potential to date with confidence Middle Pleistocene sites of Italy using these methods.

The $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ age (408 ± 10 ka, full external error at 2σ) and chemical analyses of glass shards performed for the Fontana Ranuccio archaeological layer allowed us to attribute the pyroclastics at base of this layer to the Pozzolane Nere unit, a well-known caldera-forming event originated from the Colli Albani volcanic district. These new data support an age contemporaneous to the marine isotope stage (MIS) 11 for the Fontana Ranuccio Palaeolithic site as well as eponym faunal unit and more specifically to its climatic optimum. Ages obtained on Lademagne, Isoletta and Cava Pompei sites cover a relatively short period of time between 408 and 375 ka, spanning from the MIS 11 climatic optimum to the MIS 11-10 transition period. Technical analysis of small collections of lithic industries, bifacial tools and small cores technologies from Isoletta, Lademagne and the neighbour site

of Ceprano-Campogrande shows common technical strategies for the period comprised between MIS 11 and MIS 9 (410–325 ka) like the elaboration of flaked elephant bone industries found in the entire Latium region. However, some features found only in the Frosinone province area, like bifaces of relatively big size, suggest particular regional behaviours. The presence of one Levallois core in the oldest layer of Lademagne (i.e. $> 405 \pm 9$ ka) indicates a punctual practice of this technology also highlighted as early as MIS 10/11 in the neighbour site of Guado San Nicola (Molise) in central Italy.

1. Introduction

The time interval between 450 and 300 ka is from archaeological and climatic viewpoints a period of emergence of several cultural and technological innovations in hominids evolution and regionalisation of cultural features (Moncel et al., 2017). This time span encompasses the Marine Isotopic Stage (MIS) 11, a low eccentricity interglacial that represents the culmination of a series of modifications of the Earth's climate system, known as the Early Middle Pleistocene Transition (EMPT, Head and Gibbard, 2015). Started around 1.4 Ma, the EMPT transition is characterised by a progressive increase of the length of the climatic cycles, that shifted from ~ 41 ka to ~ 100 ka, and of the amplitude and asymmetry of the climatic excursions, which induced longer, more intense and dryer condition during glacial periods (Berger et al., 2005; Head et al., 2008). Recent studies suggest an influence of the palaeoenvironmental and climatic conditions on possible migrations and techno-cultural developments of human populations that lived in Western Europe over the MIS 12 and MIS 10 (Moncel et al., 2017). After the very cold and dry MIS 12 and particularly during the MIS 11, when 100 ka cycles were definitively established, several lower Palaeolithic sites suggest the expansion and regionalisation of the "Acheulian" culture (technological mode 2 with bifacial technology) to the entire Western European continent. Generalization and high standardization of various types of bifacial tools also occurred during this period linked to a sporadic domestication of the fire (Kretzoi and Dobosi, 1990) and in some punctual cases with the emergence of new behaviours (Mode 3) such as the Levallois core technology (Adler et al., 2014; Peretto et al., 2016, Pereira et al., 2016). However, time and evolutionary modalities of pre-Neanderthalian lineage during the second part of the Middle Pleistocene remain heavily debated as current researches are hampered by the relatively lack of long and well-preserved archaeological

sequences and of precise and accurate chronologies. In particular, the acquisition of a reliable chronology is limited by the low precision of most of the dating methods relevant for the 400-800 ka timespan (e.g. palaeodosimetric methods such as Electron Spin resonance (ESR) and thermoluminescence (TL)) that is near or beyond the limit of more precise dating such as U/Th. Therefore, acquiring a fine and robust chronological framework for the European Lower Palaeolithic is definitively a challenging task. Such a difficulty makes the reconstruction of the evolutionary techno-cultural processes largely uncertain, as they often rely only on speculative correlations that are not fully validated by precise and accurate chronological data.

On this background, the Mediterranean basin and particularly the Italian territory are of particular interest in Western-European Lower Palaeolithic panorama. Three main peculiar features make this area unique in Western Europe for investigating the Lower Palaeolithic times: 1) There is the large number of well-preserved archaeological sites estimated contemporaneous to the MIS 11–9 time range (Moncel et al., 2016), which in turn depends on two favourable factors. The first one is the Quaternary geodynamic context of the Italian Peninsula, featured by the development of continental margin and intermountain tectonic basins filled with fluvial and lacustrine sediments (Vezzani, 2010) that are ideal geological settings for the preservation of the Palaeolithic occupations (e.g., Biddittu et al., 1979; Muttoni et al., 2009; Villa et al., 2016; Nicoud et al., 2016). The second one relies on the fact that the Mediterranean basin and the central, and southern parts of the Italian Peninsula in particular, may have played a role of refuge for temperate vegetation during glacial periods despite the general opening of landscapes (Hofreiter and Stewart, 2008; Orain et al., 2013). The persistence of temperate taxa and fertile volcanic soils may have contributed to the large mammal herds and hominids settlements through this area (Moncel et al., 2017).

2) Indeed, besides being fundamental for preserving the archaeological traces, Italian sedimentary basins are also exceptional archives of the local and regional environmental and climatic changes (e.g., Russo Ermolli and Cheddadi, 1997; Vezzani, 2010; Petrosino et al., 2014; Regattieri et al., 2016). They can provide crucial information for framing the evolution of lithic technology and understanding its potential interplay with the various components of the human ecosystems.

3) Last, but not least, the continuous K-rich explosive volcanism from Italian volcanoes led to the deposition of numerous tephtras and abundant volcanic materials all over Central and

Southern Italy, allowing the use of the $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ method to provide precise and accurate chronological control for both palaeoenvironmental records (e.g., Giaccio et al., 2015; Petrosino et al., 2014; Regattieri et al., 2016) and archaeological sites (e.g., Peretto et al., 2016; Pereira et al., 2015, 2016; Villa et al., 2016). The $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ dating method offers also the opportunity to integrate and eventually test the dates provided by palaeodosimetric methods (e.g., ESR on bleached quartz and ESR/U-series on teeth; Pereira et al., 2015, 2016), commonly used to date Middle Pleistocene sites in Northern Europe where the $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ cannot, or rarely, be used (e.g., Bahain et al., 2007; Voinchet et al., 2010; Moncel et al., 2013).

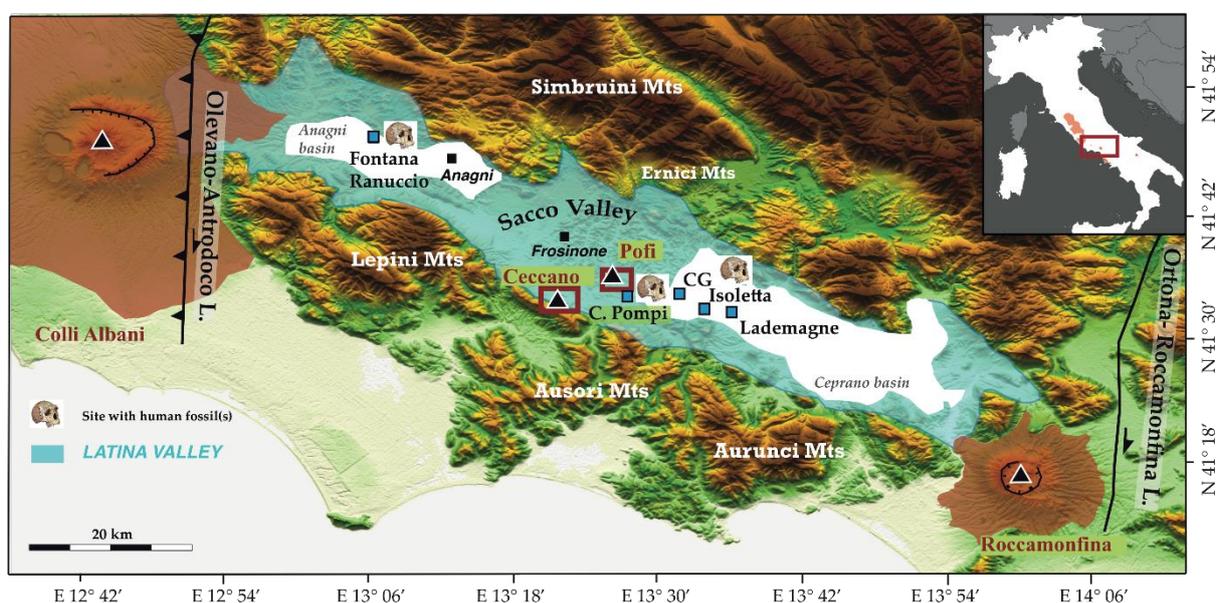


Figure 3-11: Reference map of the Latina Valley with the location of the archaeological sites of Fontana Ranuccio, Cava Pompei (C. Pompei), Campogrande (CG), Isoletta and Lademagne and of the main neighbours volcanic centres (black triangles).

The present study is focused on the Latina valley where numerous Lower Palaeolithic sites have been discovered over the last forty years (Fig. 3-11). The main goal is to build an homogeneous chronological framework for four adjacent Acheulian sites (Fig. 3-11): Fontana Ranuccio, Isoletta, Lademagne and Cava Pompei (Pofi) (Biddittu et al., 1979; Biddittu and Segre 1984; Biddittu et al., 2012). This chronological framework is acquired using several methods based on different physical processes (radioisotopy and palaeodosimetry) to ensure the most accurate chronology following the approach developed in Pereira et al. (2015, 2016).

Applied dating methods in our work are (i) $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ on single crystal of K-feldspars, ESR on bleached quartz grains and ESR/U-series on large mammal teeth. At Fontana Ranuccio we also

applied the tephrochronology approach, an indirect dating method based on chemical fingerprinting of volcanic deposit. This method allows in the most favourable case to identify a specific eruption and therefore the age of the volcanic material. All studied sites are found within alluvial deposits that contain material potentially suitable for each of the considered dating methods; i.e., (i) tephtras or reworked volcanoclastic material originated from the Middle Pleistocene volcanoes located close to the investigated sites (i.e., Colli Albani, Ernici-Valle Latina and Roccamonfina districts; Fig. 3-11, Karner et al., 2001; Marra et al., 2009; Civetta et al., 1981, Rouchon et al., 2008) – (ii) quartz and (iii) mammal teeth.

The new chronological framework will be used to compare for the first time with confidence at local scale, a corpus of bifacial tools from Isoletta, Lademagne (Biddittu and Segre, 1984; Biddittu et al., 2012; Comerci et al., 2015 dated in this study) and Campogrande sites (e.g., Manzi, 2016). The studied industries are also compared in a second time with the bibliographic data available for Fontana Ranuccio (Biddittu and Segre, 1984). Finally, in order to identify possible regional/micro-regional affinities or differences the comparison is extended to other sites sharing a similar age, on a wider regional scale including Latium and Molise (e.g. Torre in Pietra, Castel di Guido; Villa et al., 2016 or Guado San Nicola; Pereira et al., 2016).

1. Geological setting

The Latina Valley is delimited by two major tectonic structures of regional relevance: the Olevano-Antrdoco line to the West and the Ortona-Roccamonfina line to the South (Fig. 3-11, Locardi 1988, Sani et al., 2004). This valley is a tectonic depression located on the Tyrrhenian side of the Apennines fold and thrust belt, imbricated between the Central Apennines, the Lepini and Ausoni ranges (Sani et al., 2004, Fig. 3-11). This area was subjected to NE-SW extensional tectonic and N-S to NNE-SSW trending right strike-slip faulting that led since the end of the Pliocene to the formation of tectonic basins like the ones around Anagni and Ceprano (Carrara et al., 1995, Segre and Ascenzi, 1984, Fig. 3-11). In Frosinone province the Latina valley is bounded at the Northwest by the Colli Albani volcanic district that was active between 610 ka and 35 ka (Marra et al., 2009) and at the South by the Roccamonfina volcanic complex characterised by an intense eruptive activity between 550 and 90 ka (Gianetti et al., 2001, Rouchon et al., 2008). We may also mentionned that the Ernici-Valle Latina volcanic

district consists of about 20 monogenetic volcanic centres (Fig. 3-11) characterized by weak to moderate explosive activity between 700 and 100 ka (Civetta et al., 1979).

3. Stratigraphic and archaeological background

3.1. Fontana Ranuccio

The archaeological site of Fontana Ranuccio, located 60 km Southeast of Rome in the Anagni basin (Fig. 3-11), was discovered in 1976 within a succession of pyroclastic deposits. Lithic industries, bone tools as well as four human fossils were found embedded within volcanoclastic sediments previously dated by $^{40}\text{K}/^{40}\text{Ar}$ to 458 ± 12 ka (2σ analytical uncertainty, see Biddittu et al., 1979) (Fig. 3-11. 1). The human fossils are currently interpreted as belonging to *Homo heidelbergensis* (Rubini et al., 2014). Faunal assemblage is ascribed to the last faunal unit of the Galerian Mammal Age (GMA hereafter; Gliozzi et al., 1997; Sardella et al., 2006) and compatible with a MIS 13 or MIS 11 age (Ascenzi et al., 1993). At the base of a lahar is found a primary pyroclastic tephra layer and at the top of the stratigraphy a lithoid tuff (Fig. 3-11. 1). This youngest tuff is recognized in the literature as the Tufo Lionato (Biddittu et al., 1979) a well-known volcanic unit of the Colli Albani dated to 365 ± 4 ka (Marra et al., 2009, Fig. 3-11. 1).

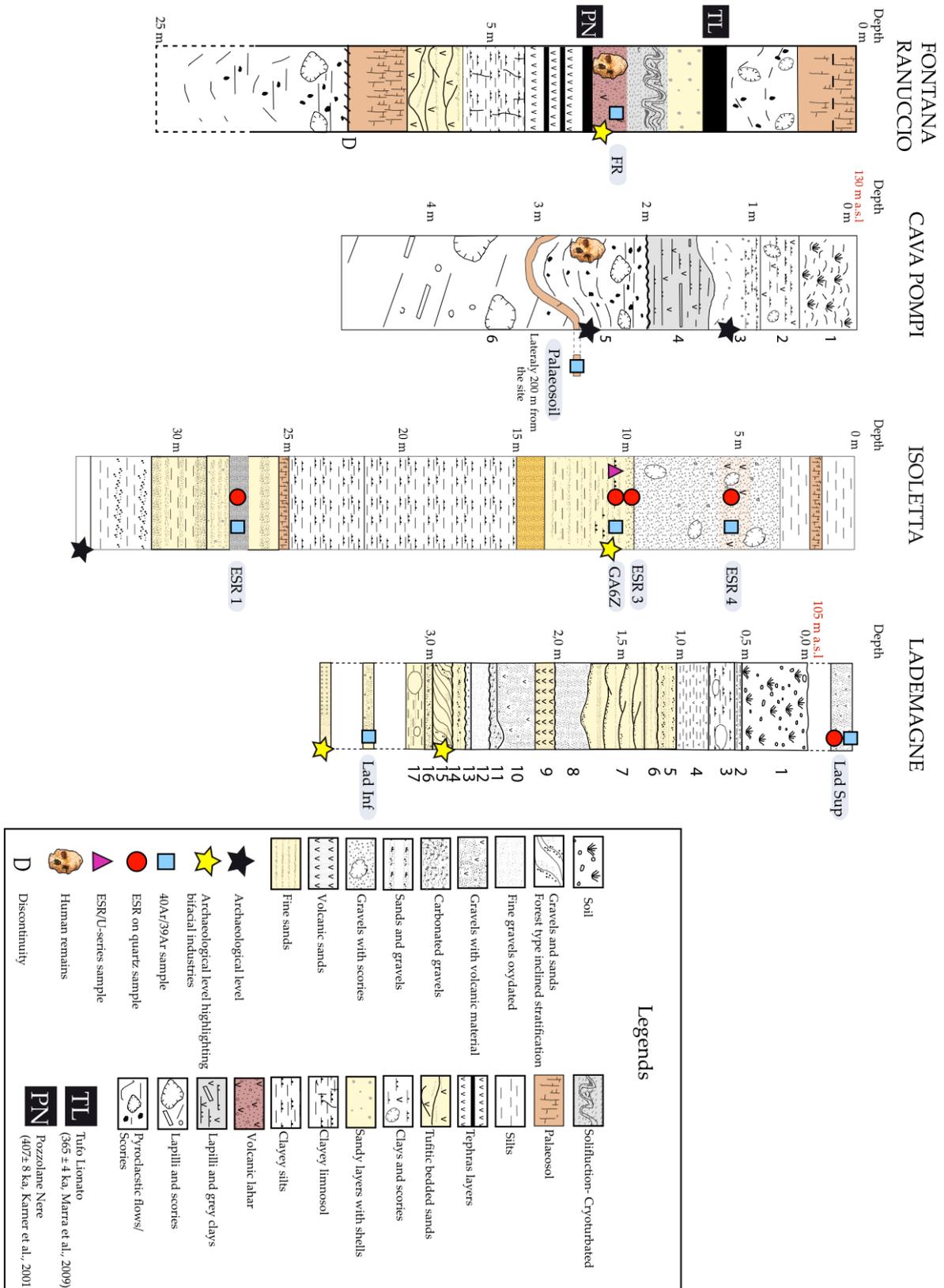


Figure 3-11.1: Simplified lithostratigraphic columns of the studied sites and sampling position: Fontana Ranuccio (modified from Segre and Ascenzi, 1984), Cava Pompei (modified from Biddittu et al., 1979), Isoletta (C. Perrenoud pers. communication) and Lademagne (modified from Biddittu et al., 2012, Comerchi et al., 2015).

3.2. Isoletta, Lademagne and Campogrande (Ceprano basin)

Isoletta, Lademagne and Campogrande localities form a cluster of lithostratigraphically relatively homogenous sites located in the Ceprano tectonic basin, around 30 km SE from the Anagni basin (Fig. 3-11).

Isoletta site is located few kilometres SE from the town of Ceprano, at the confluence of the Liri and Sacco Rivers (Fig. 3-11). Isoletta's sequence (more than 30 m thick) is mainly made of alluvial terraces sediments sands and gravels (Fig. 3-11. 1) discovered in the 1970's during high-speed train railways construction. This sequence is very rich in reworked volcanic material as well as tephra layers (Fig. 3-11. 1). On this site two archaeological levels were identified. The lowermost one is characterized by mode 1 lithic and bones industries (Fig. 3-11. 1, Biddittu, 2004) whereas the uppermost one displayed mode 2 artefacts (**GA6Z**, Fig. 3-11. 1) and "Galerian" fauna (Biddittu et al., 1974, Biddittu, 2004).

Discovered in 1965, the Lademagne site corresponds to an archaeological section located only few kilometres from the San Giovanni Incarico Lake 5 km westwards to Isoletta within the ancient Lirino basin. From lithological aspect Lademagne is very similar to the nearby site of Isoletta (Fig. 3-11. 1) and is mainly composed of sandy-gravelly deposits inter-bedded with volcanic-rich sediments (Comerci et al., 2015). Two archaeological layers with Mode 2 lithic pieces are mentioned in the literature (Biddittu et al., 2012). The deepest one was found 87 m a.s.l and the highest one 102 m a.s.l. (Fig. 3-11. 1). They both present similar palaeontological and archaeological assemblages with bifacial and bones tools (Biddittu et al., 2012). Palaeontological assemblages recovered in both levels are, like Isoletta's upper archaeological layer **GA6Z**, characteristic of the GMA (Biddittu et al., 2012).

The Campogrande site complex corresponds to a corpus of relatively stratigraphically homogenous archaeological sites found in a small area (1 km²). Three different sites were individualised: CG 1 (the discovery site of the human calvarium), CG 9 and CG 10. A calvarium attributed to *Homo heidelbergensis* was discovered within a clay layer at the Ceprano site (Manzi et al., 2001; Manzi, 2016). This level is stratigraphically below the Acheulian levels of the same area (Ascenzi et al., 1996, 2001; Manzi et al., 2001, 2016), namely CG 9 and CG 10. The human calvarium discovered at Ceprano was firstly estimated around 900–800 ka based on stratigraphic inferences, on its "archaic" morphological characteristics (Ascenzi et al., 1996, 2001), and on the possible association with mode 1 lithic tools. Then, palaeomagnetic analyses

(Muttoni et al., 2009) combined with $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ single crystal measurements from a deposit of volcanic sands (K-layer) 30 cm above the calvarium layer (Nomade et al., 2011) constrained the Ceprano hominin to the MIS 11–MIS 10 interval. The obtained age for the youngest eruption recorded in the K-layer was 353 ± 8 ka (2σ analytical error), giving a minimum age for this layer and also for the calvarium. A MIS 11 age (bracketed between 430 and 385 ka) based on stratigraphic, palynological, geochemical, taphonomical, micromorphological and archaeological studies was suggested in fact for the layer where the human specimen was found (Manzi et al., 2010; Manzi, 2016). This fossil adds an amount of unexpected diversities into the range of variations known for the European *Homo heidelbergensis* populations of the Middle Pleistocene (Manzi, 2016). Thanks to the age obtained for the K-layer, stratigraphically above the Ceprano skull, Mode 2 industries found in sections CG9 and CG10 are dated to a maximum age of 353 ± 8 ka.

3.3. Cava Pompei

The Cava Pompei site is located in the *Sacco Valley* near the city of Pofi (Fig. 3-11; Biddittu and Segre, 1978). The site was discovered in 1961 in a quarry and covered an area of 40 m². Two different archaeological levels were identified (level 5 and level 3 in Fig. 3-11. 1). In level 5 were discovered rare lithic industries on flake and several human remains (Fig. 3-11. 1): one ulna, one tibia and a part of skull attributed to *Homo heidelbergensis* (Biddittu and Segre, 1977). Few artefacts in bones and lava were also recovered (Biddittu and Segre, 1978). Fauna from level 5 is mainly typical of Galerian fauna with elephants, cervids, megaceros and primates (macacos). In level 3 rare artefacts and equids bones are mentioned.

4. Material and Methods

4.1. Field investigations and sampling

4.1.1. Fontana Ranuccio

In order to obtain an accurate stratigraphic framework and chronological constraint for Fontana Ranuccio, new field investigations were performed. The layer previously dated by $^{40}\text{K}/^{40}\text{Ar}$ (Biddittu et al., 1979) was re-sampled for the $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ analyses (Fig. 3-11. 1). Another

sample of the same layer was taken at bottom of the sedimentary unit (layer FR3, see details in section 5.1.) for chemical analysis purpose.

4.1.2. Isoletta, Lademagne and Campogrande (Ceprano basin)

Isoletta - Three levels were sampled in the frame of our work for both $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ and ESR on bleached quartz dating methods (see Fig. 3-11. 1): level **GA6Z** corresponding to the “acheulian” layer (Fig. 3-11. 1), **ESR 4** sample was carried out stratigraphically 5 m above **GA6Z** (Fig. 3-11. 1) and finally **ESR 1** sample at 27 m depth (Fig. 3-11. 1). A fourth sediment layer, **ESR 3**, was also sampled but it was only use for ESR analysis on bleached quartz due to the lack of volcanic material. One cervid tooth (**ISOL1401**) was extracted from a mandible recovered from the **GA6Z** archaeological level for ESR/U-series dating.

Lademagne - Two samples were taken for $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ dating on single crystal (stratigraphic position shown in Fig. 3-11. 1), the first one at the top of the stratigraphy (**Lad Sup**) and the second one framed between the two archaeological layers (**Lad Inf**, Fig. 3-11. 1). **Lad Sup** was also sampled for ESR on quartz dating (Fig. 3-11. 1).

Campogrande - Because of the recent chronological constraints provided by Nomade et al. (2011) we did not study once again this site from a geochronological point of view but we however studied the lithic assemblages from CG 9 and CG 10 in the frame of our work.

4.1.3. Cava Pompei

The archaeological section of Cava Pompei is not directly accessible anymore. To obtain a chronological indication for the settlement we recognised and sampled for $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ dating the palaeosol at the base of the main archaeological layer (level 5, Fig. 3-11. 1) in a section outcropping at about 200 m Southeast from the original site, corresponding to the only one exposed area of the original quarry walls that is still not covered by vegetation.

4.2. $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ on single crystal protocol

All the collected samples were crushed and sieved to different meshes, between 1 mm and 250 μm . Transparent and unaltered sanidine and/or leucite crystals, ranging between 0.5 and 1 mm, were handpicked under a binocular (at least 30 crystals for each sample). Selected crystals

were then leached with a 5-7% HF acid solution to remove the groundmass. After being washed in several distilled water baths crystals extracted from each layer were loaded in aluminium disks and irradiated in the $\beta 1$ tube of the Osiris reactor, CEA Saclay (France). After irradiations, samples were separately transferred in a copper sample holder and put into a double vacuum window. Crystals were individually fused using a CO₂ laser (25 Watt, using 10 % of the nominal power). Extracted gases were purified by two GP 110 getters (ZrAl) and argon isotopes measured using a micromass 5400 mass spectrometer equipped with an electron multiplier Balzers 217 SEV SEN coupled with an ion counter (full analytical protocol is detailed in Nomade et al. (2010)). Neutron J fluence for each sample was calculating using co-irradiated Alder Creek Sanidine (ACs-2) standard with an age of 1.193 Ma (Nomade et al., 2005) (Fontana Ranuccio: $J = 0.0002631 \pm 0.0000037$; Cava Pompei: $J = 0.00040070 \pm 0.0000028$; Isoletta: *ESR 4*, $J = 0,00033800 \pm 0.00000068$, *GA6Z*, $J = 0,00035590 \pm 0.00000107$, *ESR 1*, $J = 0,00036664 \pm 0.00000073$, Lademagne: *Lad Sup*, $J = 0,00024860 \pm 0.00000124$, *Lad Inf*, $J = 0,00042210 \pm 0.00000211$). Procedural blank measurements were performed after every three unknown samples. Mass discrimination correction was monitored by measurements of air argon of various beam sizes and was calculated relative to a ⁴⁰Ar/³⁶Ar ratio of 298.56 (Lee et al., 2006).

4.3. Chemical analysis at Fontana Ranuccio

Major and minor oxide element compositions were determined on glassy scoria fragments collected at the base of the archaeological layer (Unit FR3, see stratigraphic details in section 5.1.). The analyses were carried out at the Istituto di Geologia Ambientale e Geoingegneria of the Italian National Research Council (IGAG-CNR) (Rome, Italy) using a Cameca SX50 electron microprobe equipped with a five-wavelength dispersive spectrometer. Operating conditions were set to 15 kV accelerating voltage; 15 nA beam current; 10-15 μ m beam diameter; 20 s per element counting time; wollastonite (for Si and Ca), corundum (for Al), diopside (for Mg), andradite (for Fe), rutile (for Ti), orthoclase (for K), jadeite (for Na), phlogopite (for F), potassium chloride (for Cl), barite (for S), and metals (for Mn) were used as standards. The Ti content was corrected for the overlap of Ti-K α peaks. In order to evaluate the accuracy of the electron microprobe analyses, three international secondary standards (Kakanui augite and rhyolite RLS132 glasses from the United States Geological Survey) were

measured prior of the analytic run. For full details of the secondary standard analyses run alongside with the Fontana Ranuccio layer FR3 refer to the Supplementary Table S1.

4.4. ESR on bleached quartz

In this work, both ESR signals of the Aluminum (Al) and Titanium (Ti) centres were studied. The quartz grains extraction and preparation protocol of quartz is described in Voinchet *et al.*, 2004).

Each sample was after extraction split in eleven aliquots. Nine of them were irradiated with a gamma ^{60}Co source (CEA Saclay, France) emitting 1.25 MeV radiation with a dose rate of around 200 Gy/h. The nine additive doses are 264, 431, 653, 1048, 1663, 2640, 4460, 8010, 12500 Gy. One aliquot was conserved as natural reference. In order to determine the unbleachable part of the ESR-Al signal one other aliquot was exposed in a Dr Honhle SOL2 solar simulator during 1600h to light (light intensity between 3.2 and $3.4 \cdot 10^5$ Lux). Then, each set of eleven aliquots was measured at least three times by ESR at 107 K using an Bruker EMX spectrometer and each aliquot was measured each time three times after an approximately 120° rotation of the tube in the ESR cavity, in order to consider angular dependence of the signal due to sample heterogeneity.

For titanium centre the acquisition parameters used are: 10 mW microwave power, 1024 points resolution, 20 mT sweep width, 100 kHz modulation frequency, 0.1 mT modulation amplitude, 40 ms conversion time, 20 ms time constant and 2 scans. The signal intensity is measured using the Ti-Li option D (Duval and Guillarte, 2015). For the aluminum ESR centre study, the acquisition parameters used are: 5 mW microwave power, 1024 points resolution, 20 mT sweep width, 100 kHz modulation frequency, 0.1 mT modulation amplitude, 40 ms conversion time, 20 ms time constant and 1 scan. The signal intensity is measured between the top of the first peak at $g = 2.018$ and the bottom of the 16th peak at $g = 2.002$ of the Aluminum hyperfine structure (Toyoda and Falguères, 2003). Equivalent doses (D_e) were then determined from the obtained ESR intensities vs doses growth curve using an exponential + linear function (Duval *et al.*, 2009; Voinchet *et al.*, 2013) with Microcal OriginPro 8 software with $1/I^2$ weighting. For the age calculation, the dose rates d_a were calculated from the radionuclides contents of the sediments and taking into account the in-situ gamma-rays data and the location of the samples in the stratigraphic succession.

Dose rate (D_a), provided by sediments surrounding the sample, is obtained from the sum of the alpha, beta, gamma and cosmic-ray contributions. Gamma dose rate is determined by *in situ* measurements using an Inspector 1000 multichannel gamma spectrometer (Canberra). This gamma doses is estimated using the threshold approach (Mercier and Falguères, 2007). External alpha and beta contributions are calculated from the sediment radioelement contents (U, Th and K) determined in laboratory by high resolution and low back ground gamma-spectrometry (Yokoyama and Nguyen 1980). Age calculations are performed using the dose-rate conversions factors from Adamiec and Aitken (1998), a k-value of $0,15 \pm 0,1$ (Yokoyama et al., 1985; Laurent et al., 1998), alpha and beta attenuations from Brennan, (2003) and Brennan et al. (1991), water attenuation formulae from Grün, (1994) and a cosmic dose rate calculated from the equations of Prescott and Hutton, (1994). The internal dose rate was considered as negligible because of the low contents of radionuclides usually found in quartz grains (Murray and Roberts 1997; Vandenbergue et al. 2008). ESR age estimates are given with one sigma error range.

4.5. ESR/U-series

Combined ESR/U-series dating was applied on a lower second molar (M_2) of a mandible of Cervidae collected from the Acheulian layer (GA6Z) (see Fig. 3-11. 2).

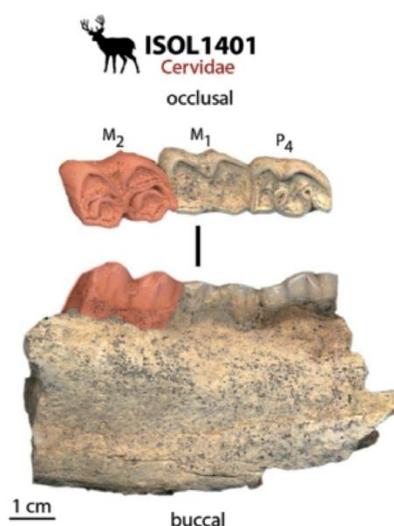


Figure 3-11. 2: Cervidae mandible collected at Isoletta for combined ESR/U-series dating. In red, the lower second molar M_2 (ISOL1401) chosen for the analysis (Vietti, 2016).

The sample was prepared according to the protocol described in Bahain et al., (2010). The different dental tissues were mechanically separated. The outer surface of the enamel layer was precisely cleaned with a dental drill and a part of its surface was removed in order to eliminate the contribution of external alpha-radiations and potential contaminations from dentine and sediments. The enamel was grounded and sieved. The obtained 0-200 μm powder was then split in 10 aliquots, whose 9 were irradiated with increasing gamma-doses using ^{60}Co gamma-source (Saclay) from doses ranging from 264 to 12500 Gy (all the doses are indicated in Table S2). ESR measurements were performed on EMX Bruker ESR spectrometer using the following parameters: 10 mW microwave power, 0.1 mT modulation amplitude, 10 mT scan range, room temperature and 100 kHz frequency modulation. Four measurements were performed for each aliquot in different days. A dose-response curve (ESR intensities *vs* doses) was then built and the equivalent dose (D_E) was determined from the experimental data (Table S2) using a single exponential function following the recommendations of Duval and Grün (2016) (Fig. 3-11. 3).

Gamma-spectrometry was performed using high purity gamma-spectrometers in order to determine the radioelements contents of the sediments associated with the mandible (Table 1). U-series analyses have been performed at MNHN (Paris) on the different dental tissues using alpha-spectrometry according to the protocol developed by Qingfeng Shao (Shao et al., 2011) (Table 2).

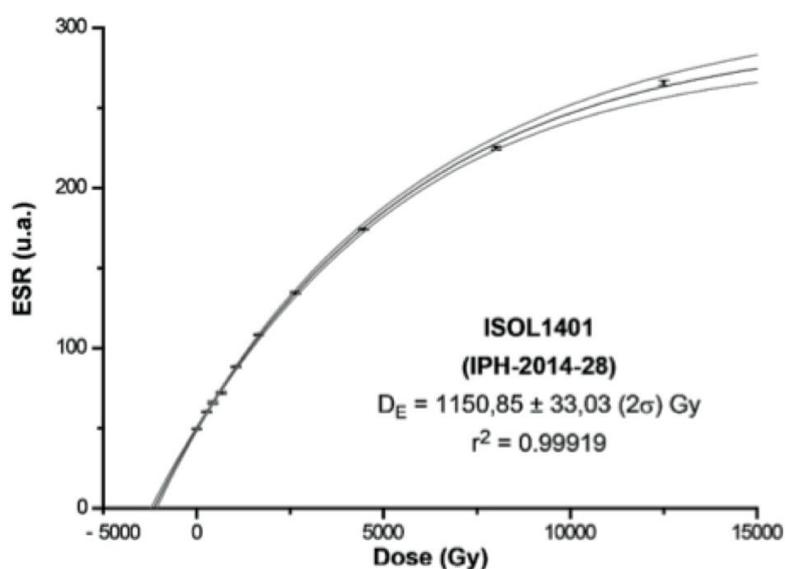


Figure 3-11. 3 : Equivalent dose determination of ISOL1401 using Microcal OriginPro 8 software

Sediment samples	^{238}U (ppm)	^{232}Th (ppm)	^{40}K (%)
Sands above the Acheulian level	1.40 ± 0.06	1.07 ± 0.07	0.23 ± 0.01
Acheulian level (in association with the mandible)	5.18 ± 0.22	23.08 ± 0.38	0.95 ± 0.02
Acheulian level (far from the mandible)	1.62 ± 0.14	9.37 ± 0.23	2.39 ± 0.03
Sands below the Acheulian level	1.79 ± 0.09	2.44 ± 0.13	0.44 ± 0.01

Tableau 3-2 : Radioelements contents in the sediment surrounding the dated tooth from Isoletta.

The external beta dose was calculated using the data of the sediment in close association with the tooth, while the gamma dose was calculated taking into account the sediments located in the vicinity.

Sample	Tissue	^{238}U (ppm)	$^{230}\text{Th}/^{232}\text{Th}$	$^{234}\text{U}/^{238}\text{U}$	$^{230}\text{Th}/^{234}\text{U}$
ISOL1401 (IPH-2014-28)	dentine	149.68 ± 4.05	105.64	1.28 ± 0.03	0.87 ± 0.04
	enamel	1.65 ± 0.07	31.34	1.32 ± 0.06	0.95 ± 0.06

Tableau 3-2. 1 : U-series data (alpha-spectrometry) obtained for the dated tooth from Isoletta.

The ESR/U-series ages were calculated using “combined US and AU” program. The following parameters were used in order to obtain an age: the contents-doses conversion factors of Adamiec and Aitken (1998) were used; beta-attenuation was calculated with Monte Carlo approach (from Brennan et al, 1997); a k-value of 0.13 ± 0.02 was used for enamel (from Grün and Katzenberger-Apel, 1994); gamma dose-rate was calculated using the radioelements content of the Acheulian level, overlying and underlying sediments while beta dose was calculated using only the sediments in close association with the tooth; cosmic-dose rate was calculated using the Prescott and Hutton (1994) formulae, the water content was fixed at 0% wt for enamel and 7% wt for dentine whereas for the sediment 15% wt, the Rn-loss was calculated combining the gamma- and alpha-spectrometry results (Bahain et al., 1992). The uncertainty on the ESR/U-series ages was calculated with Monte Carlo approach (from Shao et al., 2014).

5. Results

5.1. Stratigraphy and volcanological interpretation of Fontana Ranuccio succession

The site of Fontana Ranuccio matches the left side of the Fosso delle Mole stream which drains the relatively wide valley of the small basin of Costa Croce (Fig. 3-11. 4a). Based on litho-morpho-pedo-facies features, the outcropping succession has been subdivided in five main

either para-concordant or unconformity bounded sedimentary units (Unit FR1 to Unit FR5; Fig. 3-11. 4b).

Unit FR1 consists of a up to 2 m-thick (base not outcropping) purple, massive, ash-supported pyroclastic deposits with cm-size blackish-reddish scoria clasts. Based on the general lithological features Unit FR1 can be attributed to the Pozzolane Rosse unit, the largest eruption from Colli Albani volcanic district dated to 457 ± 8 ka (Karner et al., 2001) or 457.4 ± 3 ka (Giaccio et al., 2013).

Unit FR2 is a 1 m-thick volcanoclastic deposit mainly derived from the reworking of the underlying Pozzolane Rosse pyroclasts. A shallow pedogenic horizon affects the top of the Unit FR2.

Unit FR3 is a decimetric-thick pyroclastic layer made of greyish, fine lapilli, leucite-bearing scoria.

Unit FR4, which matches the archaeological horizon, is a 1.5 m-thick volcanoclastic deposit mainly derived from the reworking of the underlying FR3 pyroclastic unit. The lithological feature and the hydrographic setting suggest that likely it is a lahar deposit triggered by the remobilization, from the Costa Croce basin and transport along the Fosso delle Mole stream, of the primary FR3 pyroclastic unit, shortly after its deposition as fallout and/or pyroclastic flow. A depth erosional surface, which locally can involve the whole volcanoclastic layer, affects the Unit FR4.

Unit FR5, unconformably overlying Unit FR4, is a brownish-yellowish lithified (tuff) previously recognized as Tufo Lionato (Biddittu et al., 1979), which is the main component of the Villa Senni eruptive units dated to 365 ± 4 ka (Marra et al., 2009).

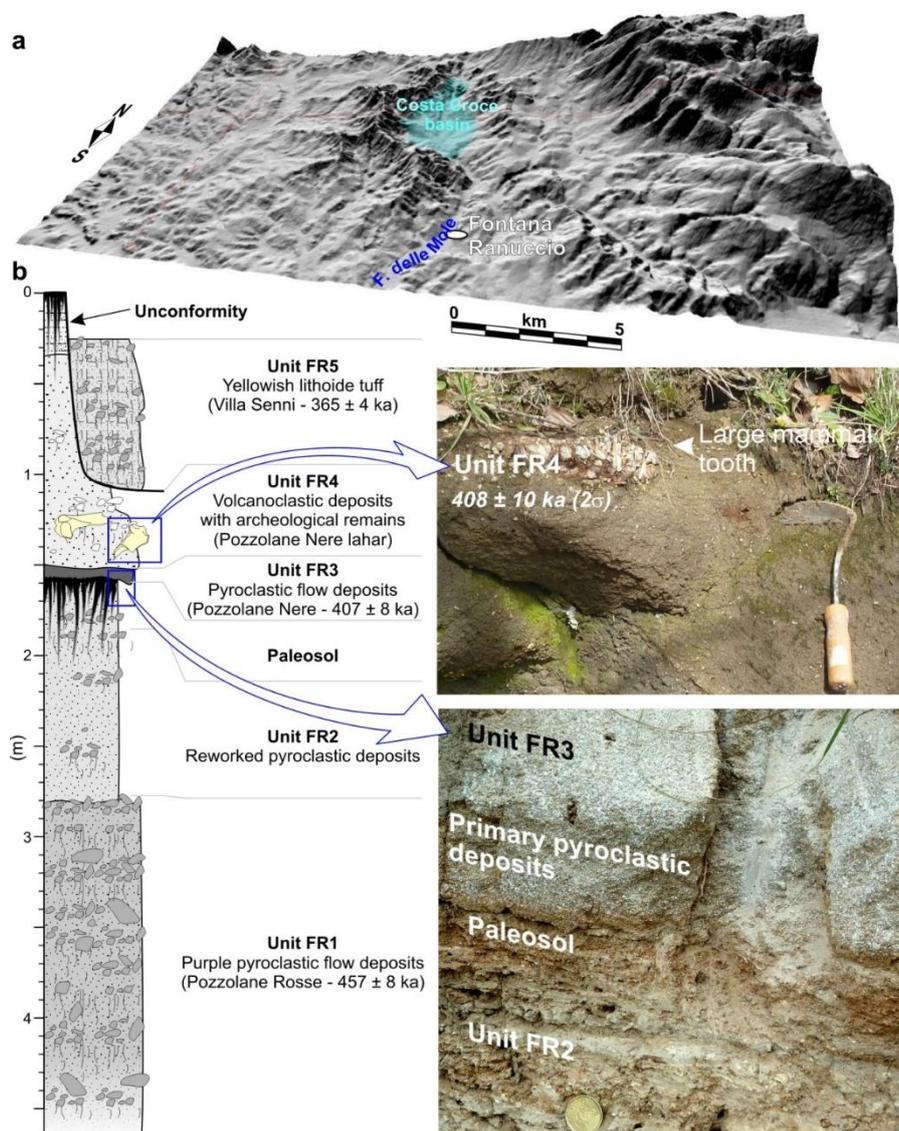


Figure 3-11. 4 : Geomorphological and stratigraphic setting of Fontana Ranuccio site (for the general location of the site see Fig. 3-11). a) 3D digital terrain model of the area surrounding the archaeological site. b) Stratigraphic succession and pictures of the main sedimentary units outcropping at site.

5.2. $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ results

$^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ ages were calculated using the total decay constant of Steiger and Jäger, (1977) and the standard ACs-2 at 1.193 Ma (Nomade et al., 2005). However, considering all recent discussions and debates about $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ methods calibrations (standard age and/or total decay constant) we also put in supplementary data all our ages recalculated using the optimized calibration of Renne et al. (2011) (i.e. ACs-2 at 1.189 Ma; see for details Niespolo et al., 2016).

Result of this new calibration corresponds to a decrease of the mean ages by 0.3% that, within the reported uncertainties, had no consequence on our interpretations. Detailed analytical data and procedural blanks associated could be found in supplementary dataset, tables S3 to S9. Weighted mean ages and full external uncertainties are calculated using IsoPlot 3.0 (Ludwig, 2001) including the decay constant and the J flux value. To be relevant, a homogeneous crystal population should present a probability fit $(P) > 0.1$. For a lower (P) value population of interest is not considered homogeneous and potentially, reworks various eruptions. Inverse isochrones corresponding to our analyses demonstrate in all cases (except sample **ESR 4**, see below) an initial $^{40}\text{Ar}/^{36}\text{Ar}$ ratio compatible with the atmospheric one (298.56; Lee et al., 2006) confirming the absence of argon excess in our samples. Results obtained for each sample are presented as probability diagrams in Figure 3-11.5 (Deino and Potts, 1992).

- 1) *Fontana Ranuccio*: Probability diagram obtained (only leucites were dated (11)) is multimodal (see Fig. 3-11. 5). Identification of the juvenile crystal population is not easy, as two very close eruptions seem to be mixed. The “unmixing” statistical test allowed us to extract a population of five crystals that we considered as juvenile. Including over crystals increased above 2.0 the MSWD suggested excess scattered. Weighted mean age obtained for these five crystals is 408 ± 10 ka (2σ full external error included) with a probability of 0.8 (see Table S3 supplementary dataset). The second eruption composed by also five crystals is centred at 415 ka. One older xenocryst is dated around 440 ka (see Fig. 3-11. 5).
- 2) *Cava Pompei*: for the palaeosol of Cava Pompei 8 crystals were measured (see table S4 supplementary dataset). Diagram underlined only one eruption suggesting that the soil developed on a primary volcanic fallout (Fig. 3-11. 5). Weighted mean age obtained is 397 ± 10 ka (2σ full external error included) with a probability of 1.

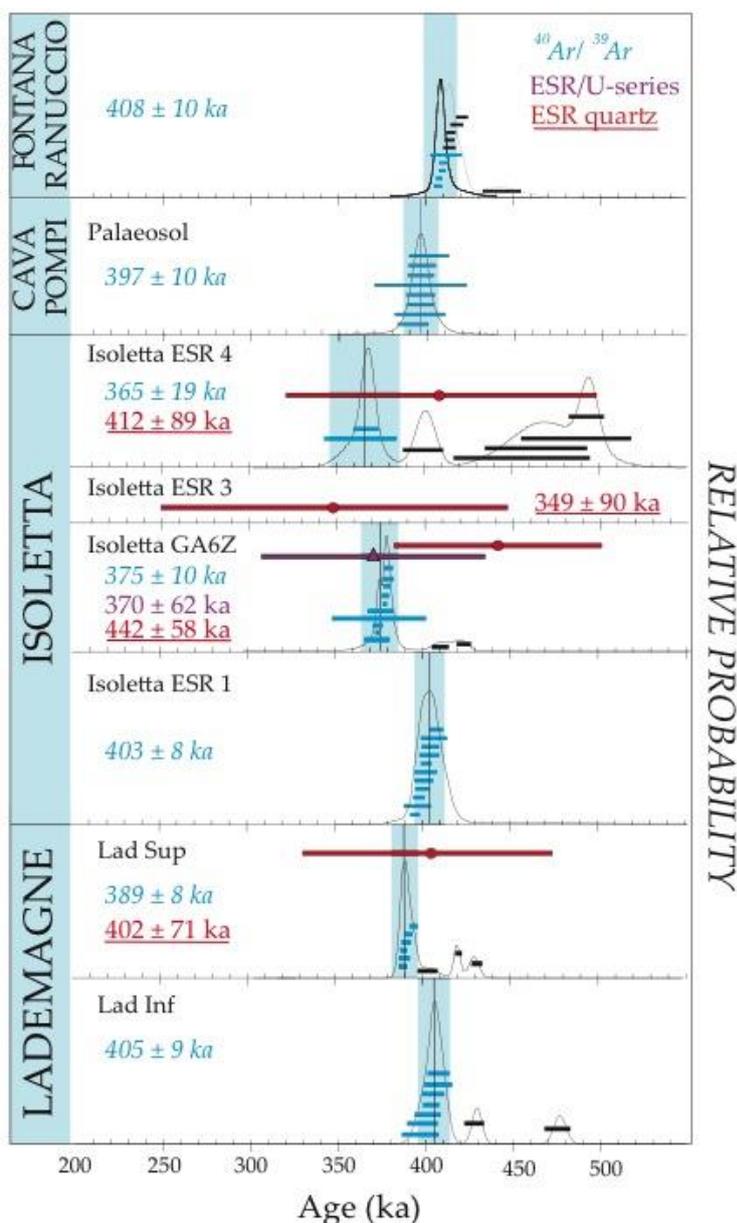


Figure 3-11. 5 : Ages diagrams obtained by the different methods for Fontana Ranuccio, Cava Pompei, Isoletta and Lademagne sites. The $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ technic results are shown as probability diagrams and written in blue while the ages obtained by ESR/U-series (purple) and ESR on quartz (red) analyses are presented as points with their uncertainties. Detailed data are in supplementary dataset (Tables S3 to S9). All error bars take into account the full external errors at 2σ .

3) Isoletta and Lademagne (Ceprano basin)

- At Isoletta, three layers were dated. We analysed 12 sanidine crystals in the volcanic layer in which ESR 1 sample was collected. Eleven out of 12 have statistically provided the same age (see Fig. 3-11. 5 and Table S5 supplementary data) highlighting the primary nature of the volcanic material found in this sedimentary unit. The weighted mean age obtained is 403 ± 8 ka (2σ full external error included) with a probability of

0.6. The probability diagram for **GA6Z** level is also relatively simple with two main modes (see Fig. 3-11. 5). Juvenile crystals population is made of ten sanidines allowing the calculation of a weighted mean age of 374 ± 10 ka (2σ full external error included, see Table S6 supplementary dataset) with a probability of 0.2. Level corresponding to sample **ESR 4** at the top of the stratigraphy is, probably composed of various reworked volcanic eruptions as several modes are recorded (see Table S7 supplementary dataset). The two youngest crystals share a weighted mean age of 365 ± 19 ka (2σ full external error included) with a probability of 0.8. If we only take into account the analytical uncertainties at 2σ the ages obtained for **GA6Z** and **ESR 4** are marginally different.

- At Lademagne, for layer **Lad Inf** fifteen crystals were analysed. Probability diagram is very complex as expected for a fluvial terrace. The youngest mode is composed by 7 of the 15 crystals measured (see Table S8 supplementary dataset). The weighted mean age associated to the youngest population is 405 ± 9 ka (2σ full external error included) with a probability of 0.4 (Fig. 3-11. 5). Probability diagram for **Lad Sup**, is also complex with a youngest mode composed by seven of the 17 sanidines measured. A weighted mean age of 389 ± 8 ka (2σ full external error included), with a probability of 0.1 (see Fig. 3-11. 5 and Table S9 supplementary dataset) is calculated for this population.

5.3. Chemical Analysis at Fontana Ranuccio

The scoria fragments from the primary, undisturbed pyroclastic layer FR3 at base of the lahar deposits (FR4; Fig. 3-11. 4), have a foiditic composition (Fig. 3-11. 6a; Table 3; supplementary Table S1) that is a distinctive diagnostic feature of the Colli Albani pyroclastics (e.g., Giaccio et al., 2013). Specifically, these fragments are characterized by a peculiar low K_2O/Na_2O ratio (<1 ; Fig. 3-11. 6e) combined with the concentration of other elements (e.g., CaO and FeO; Fig. 3-11. 6), matches the composition of glass from the Pozzolane Nere eruptive unit (Marra et al., 2009), dated to 407 ± 2 ka (Karner et al., 2001). The attribution of the layer FR3 to the Pozzolane Nere unit is strongly supported by its stratigraphic position between the Pozzolane Rosse at the base (unit FR1) and the Villa Senni eruptive units (top, unit FR5), which replicates the stratigraphic order of the three major eruptive units in proximal setting.

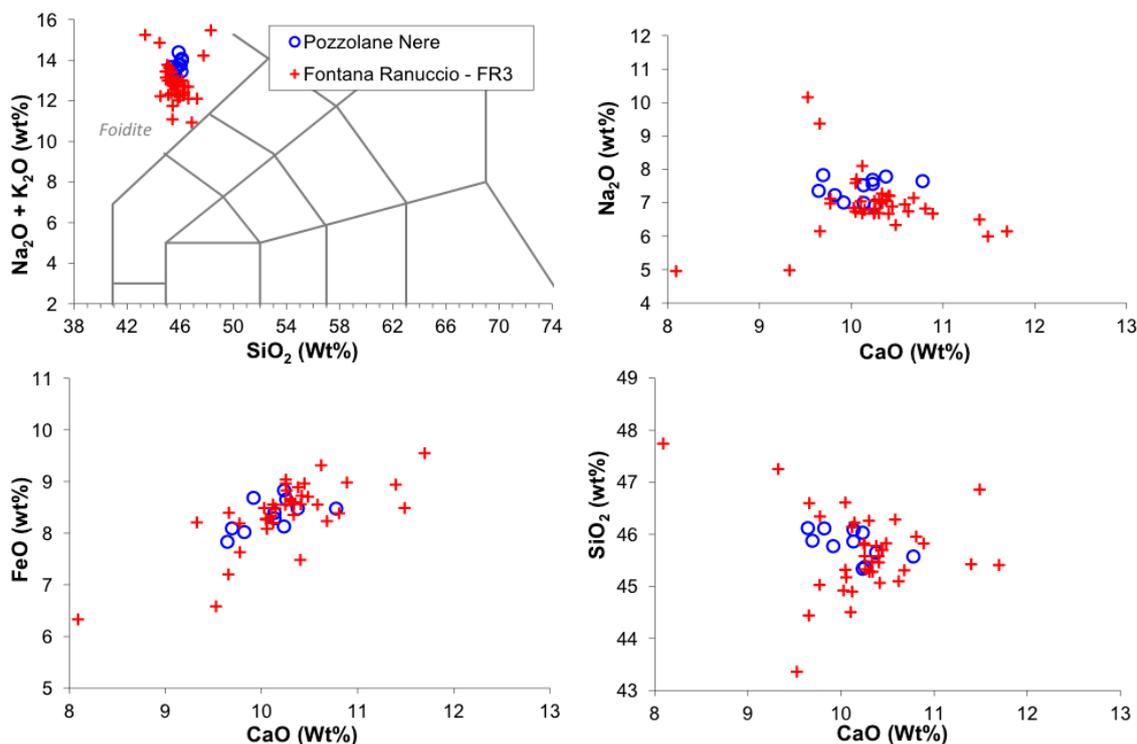


Figure 3-11. 6 : Total alkali versus silica classification diagram and representative bi-plots for the tephra FR3 (glass-WDS) and Pozzolane Nere proximal deposits (glass-WDS; Marra et al., 2009).

	Fontana Ranuccio FR3		Pozzolane Nere			
	n=36	sd	n=2	sd	n=11	sd
SiO ₂	45,63	0,74	48,05	0,39	45,80	0,29
TiO ₂	0,90	0,08	0,69	0,03	0,84	0,08
Al ₂ O ₃	19,64	0,82	20,70	0,77	18,36	0,17
FeO	8,46	0,56	6,42	0,12	8,35	0,31
MnO	0,45	0,44	0,30	0,03	0,31	0,07
MgO	1,61	0,14	1,11	0,03	2,15	0,08
CaO	10,32	0,51	7,74	0,50	10,11	0,33
Na ₂ O	7,00	0,86	4,45	0,71	7,41	0,33
K ₂ O	5,77	0,51	10,40	1,59	6,33	0,40
P ₂ O ₅	0,21	0,04	0,15	0,04	0,34	0,06
F	1,01	0,16	0,64	0,13	0,85	0,10
Cl	0,33	0,10	0,27	0,12	nd	-
SO ₂	0,52	0,53	0,45	0,43	0,32	0,05

Tableau 3-2. 2 : Average major element compositions (normalized to 100 wt%) of the glass in scoria fragments from the layer FR3 and the Pozzolane Nere proximal deposits (Marra et al., 2009).

5.4. ESR on bleached quartz

At Isoletta results obtained by ESR applied on quartz, using Titanium and Aluminium centers are globally consistent (see Table 5). The age of the **ESR 1** sandy sample seems however severely overestimated. This overestimation seems to be linked to a very low annual dose rate reconstructed from its radioelement contents in the absence of *in situ* measurement. In addition, the results obtained using the two centres are distinct. These different aspects led us to not retain these results. For the other dated levels, the relatively large error ranges observed are explained by the quite poor quality of the growth curves (ESR intensity vs. irradiation dose) with r^2 ranging between 0.97 and 0.98. These curves, as well as an angular dependence observed for these samples, indicate heterogeneous samples, not allowing an ESR dating with great accuracy. Nevertheless, the results obtained are usable and in agreement with the other geochronological data for this site.

For GA6Z, **ESR 3**, **ESR 4** and **Lad Sup** samples, the close D_E obtained using the two centres for each sample allow us to give a weighted average age for each level, calculated from the Ti and Al results. These weighted average ages were calculated using IsoPlot 3.0 (Ludwig, 2003) and given at 95 % probability including J uncertainty throughout the text. Weighted mean ages are 442 ± 58 ka (2σ , full external error, MSWD = 0.65 and P = 0.42) for Isoletta **GA6Z** sands, 349 ± 90 ka (2σ , full external uncertainty, MSWD = 0.080 and P = 0.78) for **ESR 3** sands, 412 ± 89 ka (2σ , full external error, MSWD = 0.14 and P = 0.71) for **ESR 4** sands and 402 ± 71 ka (2σ , full external error, MSWD = 0.012 and P = 0.91) for **Lad Sup** sands.

		D α $\mu\text{Gy/a}$	D β $\mu\text{Gy/a}$	D γ $\mu\text{Gy/a}$	cosm ic $\mu\text{Gy}/$ a	W %	δ_b 1 %	D a μGy /a	D e Gy	Ages (ka)	Mean Ages
ESR 1	T i	19 \pm 1	190 \pm 11	168 \pm 10	24 \pm 1	15	4 8	233 \pm 15	715 \pm 75	1786 \pm 327	
	A l	19 \pm 1	190 \pm 11	168 \pm 10	24 \pm 1	15	4 8	233 \pm 15	462 \pm 24	1154 \pm 109	
GA6 Z	T i	57 \pm 2	1786 \pm 3 6	1008 \pm 28	33 \pm 2	14	4 2	1876 \pm 45	1155 \pm 110	401 \pm 59	442 \pm 58
	A l	57 \pm 2	1786 \pm 3 6	1008 \pm 28	33 \pm 2	14	4 2	1876 \pm 45	1315 \pm 62	456 \pm 34	
ESR 3	T i	30 \pm 2	497 \pm 20	354 \pm 16	53 \pm 3	12	4 6	581 \pm 26	314 \pm 73	336 \pm 66	349 \pm 90
	A l	30 \pm 2	497 \pm 20	354 \pm 16	53 \pm 3	12	4 6	581 \pm 26	338 \pm 60	362 \pm 64	
ESR 4	T i	20 \pm 1	303 \pm 12	220 \pm 10	101 \pm 5	15	4 5	425 \pm 16	275 \pm 25	426 \pm 59	412 \pm 89
	A l	20 \pm 1	303 \pm 12	220 \pm 10	101 \pm 5	15	4 5	425 \pm 16	252 \pm 40	391 \pm 72	
Lad Sup	T i	77 \pm 3	980 \pm 35	876 \pm 31 I.S.919 \pm 52	111 \pm 6	5	4 4	2088 \pm 70	831 \pm 70	398 \pm 51	402 \pm 71
	A l	77 \pm 3	980 \pm 35	876 \pm 31 I.S.919 \pm 52	111 \pm 6	5	4 4	2088 \pm 70	847 \pm 100	406 \pm 51	

Tableau 3-2. 3 : ESR results obtained on quartz extracted from sediments. Analytical uncertainties are given with $\pm 1\sigma$. Water contents (%) were estimated by the difference in mass between the natural sample and the same sample dried for a week in an oven at 50°C. Dose rates were determined taking into account alpha and beta attenuations estimated for the selected grain sizes from the tables of Brennan (2003); k-value of 0.15 (Yokoyama et al., 1985), cosmic dose rate calculated from the equations of Prescott and Hutton (1994). The bleaching rate δ_b (%) is determined by comparison of the ESR intensities of the natural (Inat) and bleached (Ibl) aliquotes: $\delta_b = ((\text{Inat} - \text{Ibl}) / \text{Inat}) \times 100$. Mean ages are weighted average calculation using Isoplot software.

5.5. ESR/U-series

Classical US model (Grün et al., 1988) cannot be applied on the Isoletta tooth, due to slight U-leaching evidence and AU model (Shao et al., 2012) was therefore used to calculate the ESR/U-series age (Table 6). The present dating result is 370 ± 31 ka (1σ) for the tooth ISOL1401. It seems to be coherent with $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ dates and ESR ages obtained on optically bleached quartz for this Acheulian layer. It will be interesting in the future to integrate other studies, in order to clarify the stratigraphic chronology of the site, which is still subject of study in the Lower Palaeolithic scenario of Latium.

Sample	Tissue	U (ppm)	D _E (Gy)	U-uptake parameter (p- or n-factor)	D _a (μGy/a)	ESR/U-series AU age (ka)
ISOL1401	dentine	149.68 ± 4.05	1151 ± 33	-0.5780 ± 0.0634	3110 ± 257	370 ± 31
	enamel	1.65 ± 0.07		-0.0031 ± 0.0004		

Tableau 3-2. 4 : ESR/U-series data and age obtained for the Isoletta sample at 1σ uncertainties.

5.6. Lithic series preliminary analysis

5.6.1. Fontana Ranuccio

At Fontana Ranuccio, the single level of human occupation (Unit FR4, Fig. 3-11. 4) yielded three bifaces in lava and one in flint associated to many microlithic artefacts (in grey flint), choppers or chopper-cores and cores made in flint and lava (Ascenzi and Segre, 1996; Ascenzi et al., 1998; Naldini et al., 2009). Most of the small artifacts (average length of 20 mm) are debris of débitage and many scrapers and denticulates with a deep and invasive retouch (Biddittu et al., 1979). Technological data on the flakes indicate a flaking by unipolar or centripetal removals and deep scars on the cores. The complete biface in lava is thick and symmetrical. It was made by large and abrupt removals on the whole surfaces.

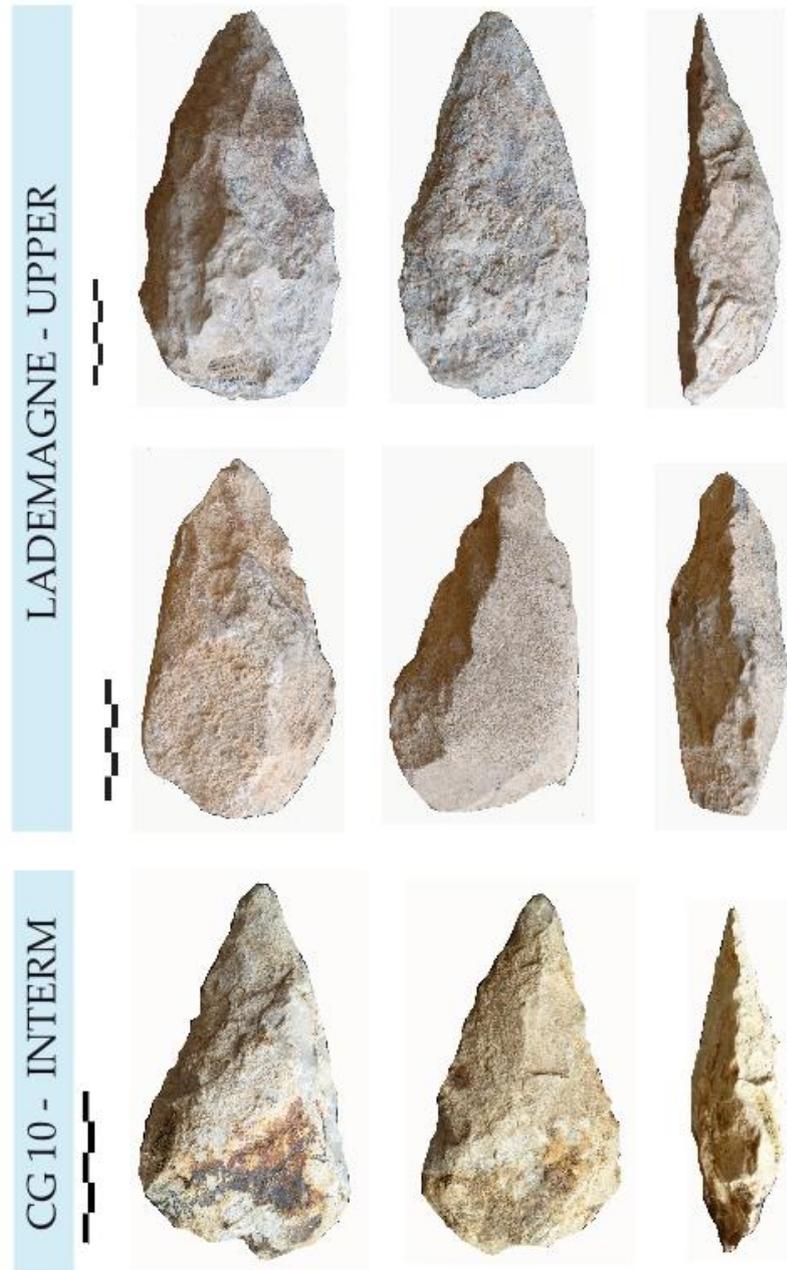


Figure 3-11. 7 : Examples of bifacial tools from the upper archaeological level of Lademagne and CG 10, intermediate level. Photos M-H Moncel

5.6.2. Isoletta

The serie of Isoletta level **GA6Z** is composed by twelve limestone bifaces, one large retouched limestone flake and some bifacial flint cores. Bifaces are elongated, partially or totally shaped, made by deep and large removals and rarely associated to final retouches. The maximum thicknesses of the tools are mainly at the base or centre of the pieces. Technological groups of

bifaces are highlighted by the invasiveness and intensity of the shaping, resulting on more or less asymmetrical tools, on pebbles, half-pebbles or large flakes. Tools (n = 4) were made by large removals on the half or two-third parts of the piece preparing convergent edges or by large and short removals on the whole volume (n = 11).

5.6.3. *Lademagne*

The assemblages of the two archaeological levels of Lademagne site were studied separately.

Upper archaeological level - The débitage activity is attested at Lademagne by limestone-cores made on large and thick pebbles (100-200 mm long). The core technology is unifacial and unipolar ("*semi-tournant*"), orthogonal or on multiple surfaces.

Twenty-five bifaces were recovered from this level. They are in limestone of various qualities (Fig. 3-11. 7). The quality of this raw material could explain in some cases the high frequency of hinged scars. Only few bifaces are in flint. Two groups can be individualised: (1) - tools with a general bifacial management (60%), (2) - partial bifacial tools, mainly on flakes or flat pebbles with preserved cortical backs (40%). The first group, including the bifaces made in flint, is composed of short or elongated bifaces (150 and 200 mm long) made by invasive series of removals. The edges are often rectified by a final retouch and the cross-section is symmetrical (alternate shaping) or plano-convex (face by face shaping). The bases of these industries are sometimes unworked, with a back (butt of a flake?) and thick. Tips are made by removals including into the general management, by one large transversal removal or small secondary retouches. For the partial bifacial tools, one or the two edges of the tools are shaped by short removals given a plano-convex cross-section. Some tools with a back, look like bifacial scrapers.

Lower archaeological level - Débitage is also attested in the lower level for polyhedral and unifacial cores made on big blocks and pebbles (limestone and flint).



Figure 3-11. 8: “Levallois-type” flake from the lower archaeological level of Lademagne. Photo M-H Moncel

Among the end-products of débitage, we may mention one “Levallois-type” flake demonstrating some evidences of preparation of lateral convexities on the core. However, as no Levallois core was demonstrated at Lademagne, we cannot confirm the real practice and knowledge of this core technology.

This series includes fourteen bifacial tools and bifaces in limestone (except one flint biface) of poor quality (pieces with a transversal cutting edge and a total bifacial shaping, large flakes with a partial management and numerous bifaces with a bifacial global management). Bifaces showing a general bifacial management are mainly elongated (150-200 mm long), made by several series of large and deep removals and sometimes a final retouch. Cross-sections of the tips are always plano-convex and sometimes symmetrical at the base. Edges are sinuous. The shorter bifaces show a round or transversal tip while the longer tools are carefully worked with a pointed extremity. The biface made of flint is one of the most worked tools of the series.

5.6.4. Campogrande

At Campogrande, several series were also studied according with their stratigraphical location and localities.

CG 10 Upper archaeological level - Cores and/or chopper-cores are made on small flint nodules/pebbles (50 mm) and limestone pebbles of poor quality with an orthogonal or unifacial unipolar débitage. In this series a total twenty-two limestone heavy-duty tools was discovered. Except one thick pointed scraper (*rabot*-type), two categories of heavy-duty tools can be distinguished:

(1) - Elongated plano-convex bifaces (n = 5) (200 mm long) made by invasive removals never retouched. Edges are sinuous. Tips are always thin whereas the proximal or middle part of the biface is thick.

(2) - Partial bifacial tools on flakes (n = 16). This category includes short and elongated diversified asymmetrical pieces (from 110 to 210 mm) with a shaping mainly on the upper part of the tools. Some pieces demonstrate only the tip and one edge worked.

CG 10 Intermediate archaeological level - Except some minimally flaked cores on small flint nodules (less than 50 mm long), the series is composed by both heavy-duty and light-duty components. The light-duty component includes micro-tools made on limestone pebbles and micro-flint nodules (30 to 50 mm long), little shaped. Heavy-duty tools are composed of some thick *rabots* and scrapers on a limestone half-pebble, and fourteen bifaces. Two bifaces are made on flint, the other ones are on limestone and quartzite. Three groups of bifaces may be distinguished:

(1) - Limestone symmetric or asymmetric bifaces with a thick base and a thin tip (n = 5). Shaping concerns the whole volume with numerous and abrupt removals. The cutting edges are sinuous without final retouches;

(2) - Flint and limestone asymmetrical elongated bifaces (150-200 mm long) largely worked, finally retouched on the edges (n = 4);

(3) - Limestone and quartzite symmetric bifaces made on large flakes or half-pebbles (n = 5). The shaping is few invasive.

CG 9 Upper archaeological level - This series totals one thick bifacial core and eleven bifaces. They are all on limestone and diversified in size (80 to 180 mm long) suggesting three groups:

(1) - Short symmetric bifaces completely or partially worked (n = 2);

(2) - Plano-convex partial bifacial tools with sometimes a back (n = 3);

(3) - Asymmetric tools with large removals on the flattest surface and a partial shaping on the opposite (n = 6).

6. Discussion

6.1. A new chronological framework

All the results obtained by the different dating techniques allow us to accurately constrain the human occupation levels from the studied sites of the Frosinone province. At Fontana Ranuccio the $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ age (408 ± 10 ka) and the chemical analyses on glass shard sampled on the volcanic lahar (layer FR4; Fig. 3-11. 4) and on the tephra recorded at the base of the archaeological horizons (layer FR3 ; Fig. 3-11. 4) respectively demonstrate that the Fontana Ranuccio archaeological remains are embedded into a volcaniclastic derived sediments that could be interpreted as a lahar deposits triggered after the Pozzolane Nere (PN) eruption.

The PN was dated to 407 ± 8 ka (95% of probability; Karner et al., 2001; Fig. 3-11. 9) that is in perfect agreement within uncertainties to the one we obtained on the Fontana Ranuccio lahar (408 ± 10 ka, Fig. 3-11. 1 and 3-11. 9). Fontana Ranuccio palaeontological and archaeological assemblages are now well constrained to the MIS 11 climatic optimum according to the comparison of the $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ age with the Ohrid pollen diagram (Sadori et al., 2016) and with Mediterranean marine records (Girone et al., 2013, Capotondi et al., 2016) (Fig. 3-11. 9), and not to the MIS 13 as suggested previously (Biddittu et al., 1979). Our new results also suggest that the age of 458 ± 12 ka (2σ analytical uncertainties, Biddittu et al., 1979) obtained by $^{40}\text{K}/^{40}\text{Ar}$ was probably corrupted by older leucites xenocrysts, likely from the underlying PR deposits (layer FR1; Fig. 3-11. 4), dated to 456 ± 3 ka or 457.4 ± 1.7 ka (Karner et al., 2001; Giaccio et al., 2013). It shows once again that dating pyroclastic deposits using the $^{40}\text{K}/^{40}\text{Ar}$ method is not appropriate and could lead to spurious older ages. Isoletta and Lademagne located at only 5 km each other and interpreted previously as part of the same fluvial unit display very coherent results. $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$, ESR on bleached quartz and ESR/U-series data gave in fact all identical ages within uncertainties (Figs. 3-11. 5, 3-11. 9). They clearly demonstrate that the two sites are coeval spanning the 405-375 ka period (MIS 11 to MIS 11/10 transition (Fig. 3-11. 9). The two oldest units we dated in these two sites share an identical age (405 ± 9 ka and 403 ± 8 ka, for Lademagne and Isoletta respectively) suggesting that these sequences and archaeological remains could be assigned to the end of MIS 11 interglacial and MIS 11/MIS 10 glacial transition according to the oceanic isotopic stage nomenclature (Fig. 3-11. 9).

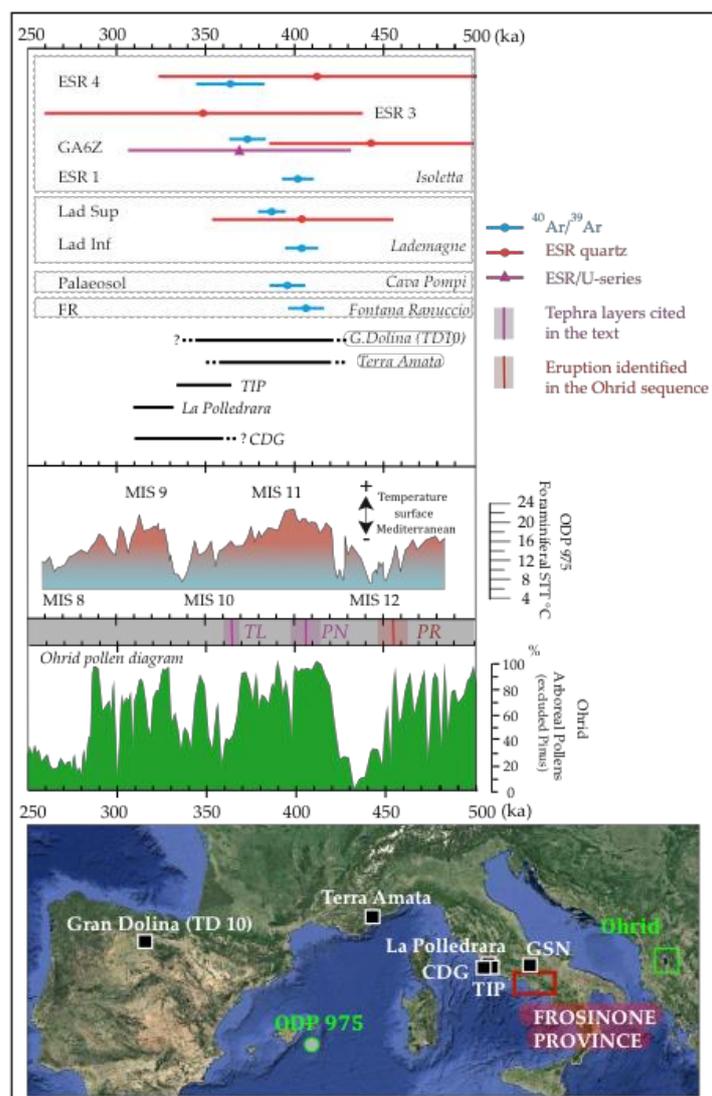


Figure 3-11. 9: Ages provided in this study compared with climatic records from the ODP 975 (SST°C Mediterranean surface, Gironé et al., 2013) and Lake Ohrid (pollen profile spanning between 250 and 480 ka; Sadori et al., 2016). PR (Pozzolane Rosse): 457 ± 8 ka, PN (Pozzolane nere): 407 ± 8 ka (Karner et al., 2001), TF (Tufo Lionato): 365 ± 4 ka (Marra et al., 2009). The PR eruption is recorded in the Ohrid sequence (Leicher et al., 2016). Ages and location of selected sites highlighting similar industries as the ones described in our study are correlated. CDG: Castel di Guido; TIP: Torre in Pietra; GSN: Guado San Nicola.

It is worth mentioning that if we look at regional palaeoenvironmental records from Ohrid (Sadori et al., 2016) and ODP 975 (Mediterranean Sea, Gironé et al., 2013) both sea surface temperature and pollen records, although punctuated by short stadial events, indicate relative warm and wet conditions close to typical “interglacial” conditions during most of the MIS 11 period. It is only after the period that chronologically matches the Tufo Lionato eruption age (TL, 365 ± 4 ka, Fig. 3-11. 9) that the climate in the Mediterranean region changed toward drier and colder conditions as clearly shown by the sharp decrease of arboreal pollen in the Lake Ohrid. The ages obtained in both Lademagne and Isoletta suggest that the lithic and

palaeontological assemblages are slightly younger than those found at Fontana-Ranuccio, as all archaeological layers are found in units younger than 405 ± 9 ka and 403 ± 8 ka, respectively. Overall, the chronological similarities and the geographic proximity of the Lademagne and Isoletta allowed us to suggest that these two sites are contemporaneous.

The age of Cava Pompei succession is more difficult to access as we only have one $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ age (i.e., 397 ± 10 ka) for the palaeosol formation below the human occupation layer. As human occupation (i.e., archaeological level 3) is stratigraphically just above this palaeosol (Fig. 3-11. 1), these remains are younger than 397 ± 10 ka (see Figs. 3-11. 1 and 3-11. 5). However, taking into account the pedostratigraphic setting, the faunal remains and our new chronological information we could attribute the soil formation to the late MIS 11 all pull toward the hypothesis that the Cava Pompei occupation was contemporaneous with the late MIS 11 and /or MIS 11-10 transition periods, that is chronologically quite close to the other studied sites. We therefore considered hereafter Cava Pompei as coeval to the other investigated sites.

The new chronological framework summarised in Figure 3-11. 9 shows that the occupations of Fontana Ranuccio, Lademagne, Isoletta and Cava Pompei are pene-contemporaneous. They all started during the first part of the MIS 11, that is characterised by stable wet and warm interglacial conditions, and extend over the second part of MIS 11 (climatically more unstable), until the transition toward the MIS 10, which marks the definitive establishment of full glacial conditions (Fig. 3-11. 9). It corresponds to a brief period of time comprised between 408 ± 8 ka and 375 ± 10 ka (i.e., 33 ± 13 ka).

Our geochronological results legitimate thus the inter-comparison between palaeontological and lithic assemblages recorded in these sites. Concerning the Campogrande localities it is worth mentioning that the CG 10 and CG 9 assemblages are all deposited above the volcanic layer dated by Nomade et al. (2011) to 353 ± 8 ka and thus younger than this age. These assemblages are therefore substantially younger than those considered in this study and likely developed under different environmental conditions (i.e., drier/colder).

The regional palaeoclimatic record (Girone et al., 2013) showed in Figure 3-11. 9 suggests, like in several studies (e.g., Conard et al., 2015, Oliveira et al., 2016, Moncel et al., 2017), that the MIS 11 was an unusually long “interglacial” period followed by a relatively short glacial period (i.e. MIS 10). According to Moncel et al. (2016), the short duration of the MIS 10 could

be responsible for a poor documentation of sediments related to this glacial period in Europe. However, archaeological remains and testimonies of the continuous occupation of the Frosinone region during MIS 10 period are found (e.g., Campogrande or Ciampate del Diavolo footsteps; Nomade et al., 2011; Scaillet et al., 2008). Pollen diagram available for the Lake Ohrid (Albania/Macedonia, Sadori et al., 2016) supports a short MIS 10 with no significant reduction of the arboreal taxa suggesting a persistence of woodland and temperate environment in the Mediterranean during this stage. In several studies the Mediterranean area has been shown to be a warm spot during the glacial periods (Tzedakis, 2007; Orain et al., 2013). These particular conditions could explain the attractiveness of the territory for the large mammal herds and persistence of occupations of hominid populations.

The peculiar palaeoenvironmental conditions of the Latium jointly with the opportunity that this region offers of applying robust geochronological technics make of this region one of the key and reference in Europe for understanding the human cultural and biological evolution and the hominids interplay with climate-environmental changes during the MIS 11 and MIS 10 periods. This unique and favourable regional circumstances are also applied to palaeontological studies, that can equally benefit of these numerous sites that are now precisely and accurately dated to refine the MIS 11-MIS 10 biochronology of the Central Italy, as e.g. shown in recent studies (e.g., Marra et al., 2014).

6.2. Regional and extra-regional comparison: preliminary hints on the Acheulian variability

In order to frame our finding on a wider scale, we compare the present results with the other regional and extra-regional sub-coeval Acheulian sites. By Acheulian, we consider hominin groups able to perform bifacial technology. The quantity of artefacts collected on Campogrande (CG), Isoletta (GA6Z) and Lademagne localities differs, with globally little series compared to other localities such as Colle Avarone or Selvotta (~ 600 m from Ceprano) (Biddittu and Segre, 1977). Despite the low number of artefacts, technological and morphological features demonstrate common strategies in all the investigated records of the Frosinone province suggesting regional traditions that seems to persist over the MIS 11 interglacial and the MIS 11-10 glacial period (i.e. ~ 50 ka). Despite the fact that pieces are often made on poorly preserved local limestone with smooth edges and often covered by patches of

breccia, making impossible the identification of land-use patterns over territories, we are able to underline some common intra-site features. Retouched fragments of large mammal bones from Isoletta (GA6Z), Fontana Ranuccio or Campo Grande suggest similar types of occupation than those of the slightly younger site of Torre in Pietra (Villa et al., 2016) and maybe Castel di Guido showing the exploitation of elephants and other large herbivores carcasses and bones fragments (Biddittu et al., 1979; Biddittu and Segre, 1982, Ascenzi and Segre, 1996; Naldini et al., 2009; Anzidei et al., 2012; Boschian and Saccà, 2015). Lithic series are mainly made on fine-grained limestone generally of poor quality, punctually associated to flint, quartzite and quartz of higher quality. Some bifaces are on large flakes obtained from cobbles that were rarely abandoned on the localities except in the upper level of Lademagne. Types of raw materials differ between the core technology and the shaping; limestone is the main one for bifaces and heavy-duty component while flint and quartz are mainly employed for flaking even if few bifaces are made on flint and quartzite in Campogrande and Lademagne localities. Core technologies demonstrate common technological rules with cores basically small, on flint nodules, except at Lademagne where big-size limestone cores are found. Cores are never prepared and the “débitage” is systematically related to the support form. It affects one or two faces (unifacial, bifacial or orthogonal) with unipolar removals. Some round pebbles produced “slices”. Levallois core technology is absent, except at Lademagne where one “Levallois-type” flake was found in the lower archaeological occupation level (see Fig. 3-11. 1 and Fig. 3-11. 8). Taking into account our new chronological data this “Levallois-type” flake is coeval or older than the main volcanic eruption recorded and dated by $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ in the level Lad Inf (i.e. 405 ± 9 ka). This flake could indicate a punctual practice of this technology (a mobile piece?) like highlighted in the neighbour site of Guado San Nicola (Molise) dated to MIS 11/10 transition (Peretto et al., 2016, Pereira et al., 2016) and in the Acheulian site of Rosaneto (Calabria) (Biddittu et al., 1984). The presence of this kind of technology supports the long transition phase hypothesis between the Lower and Middle Palaeolithic and the relatively long coexistence of these two entities.

On the whole, the core technology of our series is similar to what is observed at Torre in Pietra (layer m), dated to the MIS 10/MIS 9 transition (Villa et al., 2016), but also to the younger butchery site of La Polledrara di Cecanibbio (MIS 9, 325 ± 6 ka, Pereira et al., 2017). These

assemblages on small flint nodules in the Latium suggest no clear changes of the technology between MIS 11 and MIS 9 in this region.

The heavy-duty tools are the main component of the collected lithic series. Three types of heavy-duty tools are common to the series but in different ratios:

- (1) - Elongated tools, named bifaces, characterized by a whole bifacial shaping and thin tips. When the cross-section is symmetric, the single series of removals is never rectified by final retouches. Edges are sinuous. When the cross-section is asymmetrical, removals are more numerous and there is a final retouch sometimes rectifying the edges.
- (2) - Partial tools, named bifacial tools, made by series of removals on the upper part of the tool and the tip. The cross-sections are mainly asymmetric with a preserved back.
- (3) - Heavy « scrapers », « rabots » on pebbles and pebble-tools.

It is worth mentioning that the shaping mode is not linked to the raw material nature. The few bifaces made on flint, despite intensively shaped, share the same technological features. The partial bifacial tools are mainly made on flakes (easily identified) and on half or entire flat pebbles. These tools are sometimes more bifacial rectilinear scrapers added to a bifacial tip allowing a resharpening of the tool without modifying the general form. It is not the case for the bifaces where the general bifacial volume suggests tools where the size, the weight and the pointed tip are more fundamental than the peripheral edges that stay sinuous.

The three categories are not stages into a shaping process but clear distinct types of tools made on supports of various sizes. Most of them are asymmetric tools in cross-section. The whole-worked bifaces are symmetric in form and elongated while the partial bifacial tools are frequently short and asymmetric in form. Mode of shaping performed at the studied localities indicates again that common and distinct features existed during the MIS 11–9 period in Italy in terms of shaping processes and morphological results. For instance, at Torre in Pietra layer “m”, bifaces are similar to the ones we investigated in this study, demonstrating an asymmetric cross-section. Equally, at Guado San Nicola (Peretto et al., 2016) bifaces, representing a total 3-4% of the series, are made mainly in flint and rarely silicified limestone, on slabs and some flakes. The raw material does not influence the shaping mode leading to asymmetric pieces. We furthermore observe a careful shaping of the tips, including final retouches and a limited technical investment. Finally, at Castel di Guido (Boschian and Saccà,

2015), bifacial tools on elephant bones and on pebbles (various stones) indicate first common shaping strategies on this site, whatever the raw materials. For instance, the partial bifacial tools characterized by a main management of the bifacial tip, with addition of a lateral bifacial scraper. Our lithic series attest that regional trends existed in the Frosinone region during MIS 11 to MIS 11/10 transition, with bifaces, bifacial tools and cores managed in the same way. Bifacial tools and bifaces are in general longer than in other Italian sites although sharing common technological strategies. It could be linked to the available raw materials size itself or maybe to the nature of activities for which these tools were predestined. Detailed palaeontological analyses should provide more information about the types of habitat and activities requiring flaking and bifacial technologies. They could help us in future studies to explain the quantitative and qualitative differences observed between the series even if they could also be due to taphonomical processes. Finally, the Latium presents the particularity to document several well dated sites spanning the MIS 11-9 period, highlighting bones retouched industries, made of elephant fragments of bones such as at Fontana Ranuccio, Isoletta, Lademagne, Cava Pompei, Torre in Pietra, Rignano Flaminio (Segre and Naldini, 2009, Biddittu et al., 1979, 2012, Biddittu and Segre, 1982, Villa et al., 2016, Petronio et al., 2017), or the younger sites of Castel du Guido and La Polledrara di Cecanibbio (Saccà, 2012; Anzidei et al., 2012; Pereira et al., 2017). The Latium is not an isolated case in the Western European area. Some sites of the Mediterranean region from the same time period (i.e. MIS 11-10), for examples Terra Amata (de Lumley et al., 1976) or Gran Dolina TD 10 (MIS 10, Atapuerca, Rosell et al., 2011, Falguères et al., 2013) yielded similar industries suggesting a widespread diffusion of such behaviours in a short period of time starting during MIS 11. The inter-comparison of these industries will be now due to the better chronological framework obtain for the Frosinone Province and the Latium in general facilitate in the future.

Conclusion

The multimethod geochronological approach applied in this study, including the use of radio-isotopic ($^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ on single crystal) and palaeodosimetric (ESR on quartz and ESR/U-series on teeth) dating methods, as well as tephra geochemical fingerprinting, demonstrates that the archaeological sections of Fontana Ranuccio, Lademagne, Isoletta and Cava Pompei are sub-

coeval and cover a relatively short period of time between 408 and 375 ka, spanning from the MIS 11 climatic optimum to the transition toward the full glacial period MIS 10. Comparison with Mediterranean palaeoclimatic records suggests that the human occupation of the Frosinone province was likely promoted by the particular favourable climatic conditions of the MIS 11, which led the establishment of a rich terrestrial ecosystem with a great abundance of large mammals, including human, as testified by the richness of archaeological and palaeontological sites of this period. Hints from the preliminary technological study of small corpus of pieces from Isoletta and Lademagne, but also of the neighbour site of Campogrande, compared with data available in the literature for others sites of the Latium, clearly show common strategies during the period comprised between MIS 11 and MIS 9 (410-325 ka) including bones retouched industries made of elephant bones. It also highlights the specificity of some technological features found only in the Frosinone Province, like the bifacial tools relatively big in size, compared to other regions, suggesting particular regional behaviours in Central Italy in this period. Furthermore, the presence of Levallois evidence in the oldest layer of Lademagne (older than 405 ± 9 ka) indicates perhaps a punctual practice of this technology as highlighted in the neighbour site of Guado San Nicola (Molise) as early as MIS 11 in Central Italy. The emergence of such a technological innovation during MIS 11 in this region of Italy (e.g. bones industries, pre-Levallois technologies) may, at least to some extent, be seen as a cultural adaptation to the relatively long and stable interglacial-like environmental-climatic conditions, which likely offered unprecedented opportunities for the subsistence and development of the hominid populations.

4. Province latine

Quarto delle Cintonare

La séquence archéologique de Quarto delle Cintonare (QDC) (plaine pontine à environ 50 km, sud-est de Rome) abrite pour rappel, deux niveaux archéologiques principaux dont les assemblages archéologiques sont dominés par des outils de mode 1 qualifiés d'outils microlithiques (Peretto et al., 1997, couches 49 et 50, Fig. 3-12). Le site archéologique de QDC est aujourd'hui inaccessible, La Rosa et al., (1989-90) ont cependant réussi à la fin des années 1980 à retrouver la séquence associée au site d'origine latéralement, à quelques dizaines de mètres de la position initiale. Géologiquement la stratigraphie décrite ci-dessous (Fig. 3-12) est riche en dépôts côtiers sableux dénués de fossile de grands mammifères (Peretto et al., 1997). Il est à noter que les paléosurfaces sont stratigraphiquement localisées au-dessus d'un niveau pyroclastique lithoïde orange zéolithisé (échantillonné pour la datation $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$) dont l'origine est toujours questionnée. Peretto et al., 1997 ont en effet suggéré d'un premier temps que ce niveau pouvait correspondre au *Tufo Lionato* (Colli Albani) daté par Marra et al., 2009 à 365 ± 4 ka.

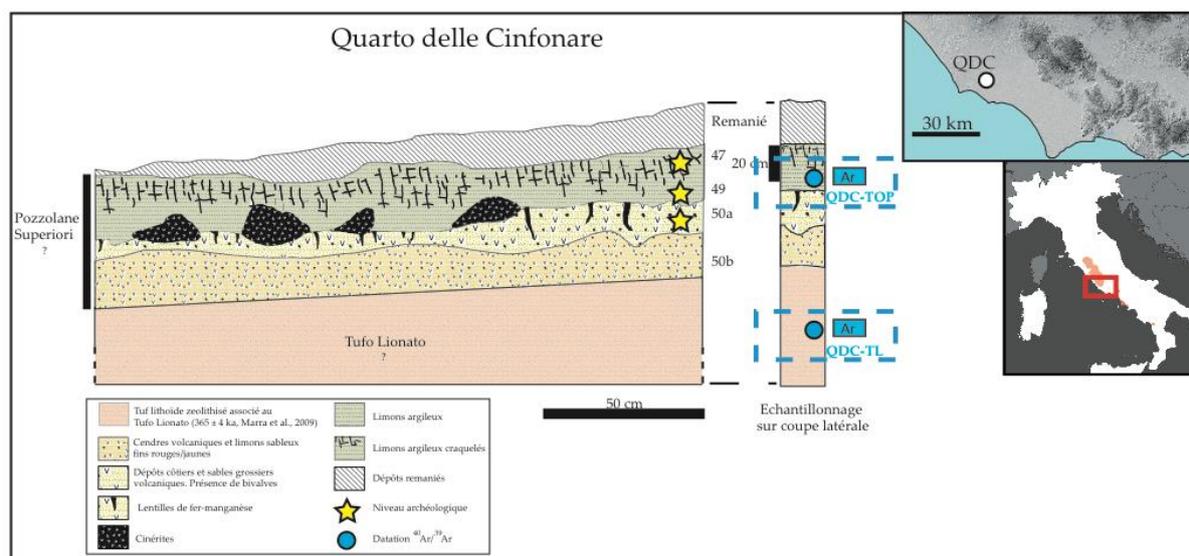


Figure 3-12 : Stratigraphie du site de Quarto delle Cintonare (Peretto et al., 1997) et position des échantillons prélevés pour la datation $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$.

Cependant les datations $^{40}\text{K}/^{40}\text{Ar}$ et par traces de fission obtenues pour ce niveau ainsi que pour le niveau sableux localisé juste au-dessus (Pozzolane superiori, voir Fig. 3-12) ont donné des âges beaucoup plus anciens (voir description du site dans le chapitre 1, De Wit et al., 1987) suggérant un âge MIS 15 pour les vestiges archéologiques de Quarto delle Cintonare.

Objectifs pour Quarto delle Cintonare (QDC) :

Datation $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ des niveaux QDC-TL et QDC-TOP (Fig. 3-12) afin de :

- Déterminer l'âge du niveau sédimentaire QDC-TL, prélevé latéralement au site archéologique et sous cette paléosurface. Déterminer ainsi si ce dépôt correspond chronologiquement au *Tufo Lionato* (i.e. 365 ± 4 ka, Marra et al., 2009) ou à un dépôt plus ancien comme proposé par Peretto et al., 1997 (MIS 15).
- Donner ainsi un âge maximum robuste aux vestiges paléolithiques.
- Obtenir un âge minimum pour les restes archéologiques en datant le niveau QDC-TOP (Pozzolane superiori, Fig. 3-12) localisé au sommet de la séquence.
- Obtenir ainsi un encadrement chronologique fiable des restes archéologiques de QDC.

▪ Analyses $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$

QDC-TL :

Pour le niveau QDC-TL quinze cristaux de sanidines ont été mesurés individuellement. Les détails analytiques de ces mesures peuvent être trouvés annexe 2-7. Le diagramme de probabilité obtenu est plurimodal, reflétant la présence de xénocristaux dans ce dépôt pyroclastique (Fig. 3-13). Il met en évidence une population de cristaux majeure juvénile, représentée par huit cristaux datés sur quinze (Fig. 3-13). Cette population de cristaux permet de calculer un âge moyen pondéré pour cette éruption de 370 ± 5 ka (MSWD = 1,0 et P = 0,4). L'erreur totale externe tenant compte de l'erreur sur la constante de désintégration totale est de 15 ka. Les âges des cristaux plus anciens s'étendent d'environ 410 ka à 480 ka (Fig. 3-13 et annexe 2-7).

QDC-TOP :

Pour le niveau QDC-TOP (Pozzolane superiori, Peretto et al., 1997) onze cristaux de sanidines ont été analysés. La population de cristaux la plus jeune est majoritaire avec neuf cristaux sur onze datés. Un âge moyen pondéré de 290 ± 4 ka (MSWD = 2,2 et $P = 0,02$ avec une erreur totale de 8 ka) est calculé pour cette dernière. La MSWD (Mean Square Weighted Deviation) est un peu élevée (2,2) et pourrait suggérer la présence de plusieurs populations de cristaux très proches en âge et donc indissociables pour le moment. Le test statistique « Unmix ages test (Isoplot 3.0) » suggère en effet l'existence de deux éruptions, l'une autour de 285 ka et l'autre autour de 295 ka. Le diagramme de probabilité obtenu démontre également la présence de deux xénocristaux fournissant des âges bien plus anciens (473 ± 13 ka et 538 ± 17 ka Fig. 3-13).

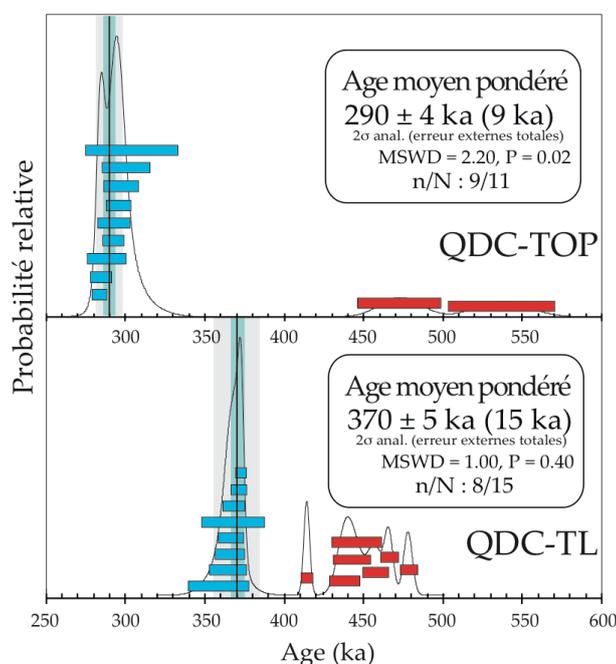


Figure 3-13 : Diagrammes de probabilité obtenus pour les niveaux QDC-TL et QDC-TOP prélevés latéralement au site de Quarto delle Cintonare. Chaque barre bleue/rouge correspond à l'âge obtenu pour un cristal avec sa barre d'erreur à 95% de probabilité.

▪ Interprétations chronologiques et archéologiques

Bien que l'échantillon QDC-TL ait été prélevé latéralement au site de Quarto delle Cintonare le faciès du dépôt ainsi que l'âge obtenu de 370 ± 15 ka semblent confirmer l'hypothèse selon laquelle ce dépôt correspondrait au *Tufo Lionato* daté à 365 ± 4 ka (Marra et al., 2009) sur la séquence des Colli Albani et à 366 ± 5 ka en haut de la séquence archéologique du site de

Fontana Ranuccio (Biddittu et al., 1979). Cet âge implique que le site archéologique de Quarto delle Cintonare stratigraphiquement au-dessus du niveau où a été prélevé l'échantillon QDC-TL est plus récent que 370 ± 15 ka, effaçant ainsi l'hypothèse d'une période d'occupation au cours du MIS 15 évoquée précédemment par Peretto et al. (1997). L'inadéquation entre les âges obtenus par $^{40}\text{K}/^{40}\text{Ar}$ (500 ± 70 ka) et par traces de fission (520 ± 100 ka) pour ce même niveau par De Wit et al. en 1987 peut probablement s'expliquer par le protocole analytique suivi à l'époque. Les analyses effectuées en $^{40}\text{K}/^{40}\text{Ar}$ ayant été faites sur des populations de cristaux, il se peut que des minéraux anciens aient été mélangés avec des cristaux correspondant à l'éruption *Tufo Lionato*, vieillissant ainsi l'âge moyen final obtenu de manière conséquente. Il en est de même pour l'âge obtenu pour les Pozzolane superiori correspondant au niveau daté QDC-TOP.

Le niveau QDC-TOP, recouvre les deux principaux niveaux archéologiques (niveaux 49 et 50, Fig. 3-13). Quelques rares pièces lithiques ont également été découvertes dans ce niveau daté de 290 ± 9 ka. L'âge obtenu coïncide avec la transition entre les systèmes transgressifs des formations Aurelia (MIS 9, séquence dépositionnelle PG6) et Vitinia (MIS 7, séquence dépositionnelle PG7). Cet âge correspond chronologiquement à une séquence éruptive des monts Sabatini dont fait partie l'éruption nommée *Tufo Giallo di Sacrofano* (TGS, Fig. 3-14) retrouvé dans plusieurs séquences de la province romaine (Sedia del Diavolo, Ponte Mammolo, Monte delle Gioie, Marra et al., 2014, 2017) daté de 285 ± 2 ka (Karner et al., 2001). Si l'on tient compte du « Unmix ages test » l'éruption la plus récente enregistrée dans ce niveau serait autour de 285 ka ce qui est en parfaite adéquation avec l'âge obtenu pour QDC-TOP (Fig. 3-14).

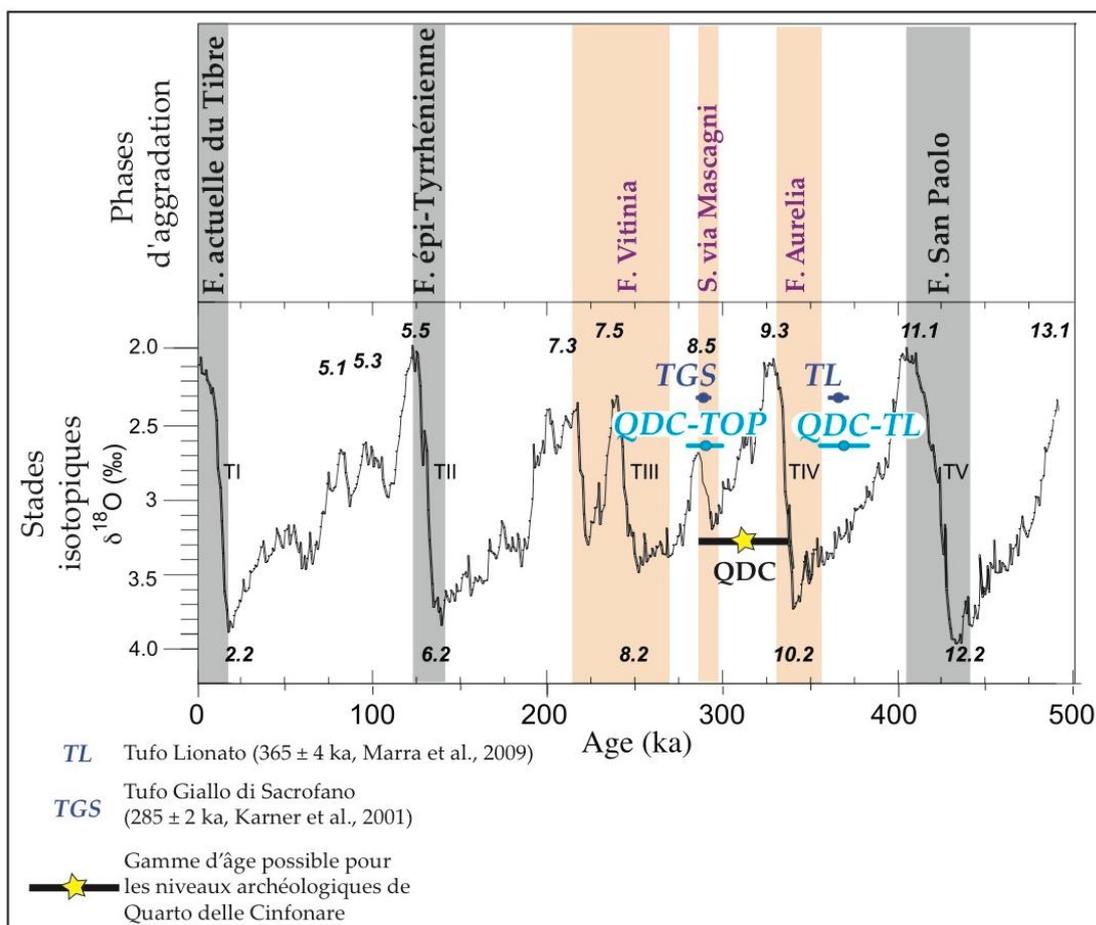


Figure 3-14: Ages obtenus pour les niveaux QDC-TL et QDC-TOP en relation avec la courbe « climatique » globale de Lisiecki et Raymo, 2005 et les différentes périodes des formations lithostratigraphiques du Latium (Marra et al., 2016b).

Dans la littérature, le *Tufo Lionato* et le TGS définissent les limites du système transgressif de la formation Aurelia, le *Tufo Lionato* correspondant au début de la terminaison glaciaire IV (Marra et al., 2016b, Fig. 3-14). Il semble donc que la séquence de Quarto delle Cintonare se soit déposée après la phase transgressive associée au stade isotopique 9. Il est important de mentionner que les gisements cités précédemment (Sedia del Diavolo, Ponte Mammolo, Monte delle Gioie) ont été reliés par Marra et al. (2017) à une succession d'aggradation sédimentaire marine mineure correspondant à une courte période de réchauffement climatique nommée Via Mascagni. Cette succession d'aggradation mineure sédimentaire, mise en place peu de temps après la Formation Aurelia, est corrélée à une augmentation abrupte du niveau marin (Grant et al., 2014) durant le MIS 8.5 (sub-stage) (Fig. 3-14). Il est donc également envisageable que la séquence de Quarto delle Cintonare soit contemporaine de cette courte période d'aggradation.

II/ Les Abruzzes

Valle Giumentina

Le site de Valle Giumentina (Abruzzes) est pour rappel localisé à une trentaine de kilomètres de la côte adriatique au milieu d'une petite vallée suspendue (740 m d'altitude) située au nord du massif montagneux de la Majella (Demangeot et Radmilli, 1953). Plus de neuf niveaux d'occupation humaine ayant livré plusieurs milliers de pièces lithiques et de restes paléontologiques ont pu être mis en évidence. L'assemblage lithique est constitué à la fois d'outils qualifiés d'acheuléens et clactoniens. Un niveau « Levalloisien » non étudié dans le cadre de notre étude a été mis en évidence au sommet de la séquence. Les contextes archéologiques et géologiques de la séquence sont décrits plus amplement dans l'article ci-dessous de Villa et al., 2016b. Toute la séquence de Valle Giumentina avait initialement été corrélée avec le Riss/Würm, ce qui correspond à la période du MIS 8 jusqu'au dernier épisode glaciaire. Les datations $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ effectuées pendant ma thèse avaient ainsi pour objectifs de vérifier ces hypothèses et appliquer une approche stratigraphique continue le long de la séquence (datation de sept téphras). Tous les niveaux échantillonnés pour la datation $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ sont présentés figure 3-15.

Objectifs pour Valle Giumentina :

Datation $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ de sept niveaux sédimentaires stratigraphiquement répartis sur toute la séquence de la base au sommet (Fig. 3-15) :

- Contraindre chronologiquement toute la séquence du site de Valle Giumentina et replacer ainsi le site dans un contexte paléo-environnemental fiable.
- Déterminer plus précisément les âges des différents niveaux archéologiques et notamment du niveau stratigraphique SLM présentant des industries bifaciales.

Tous les résultats $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ sauf deux niveaux (ALB et ABF discutés page suivante) ont été présentés dans l'article de Villa et al., (2016b) publié dans la revue *Quaternary Science Reviews* et reproduit ci-dessous dans son intégralité. Le détail des données malacologiques est

également présenté dans l'article de Limondin-Lozouet et al., 2017 (annexe 1-3) dans lequel certaines données de datation $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ sont également utilisées et discutées.

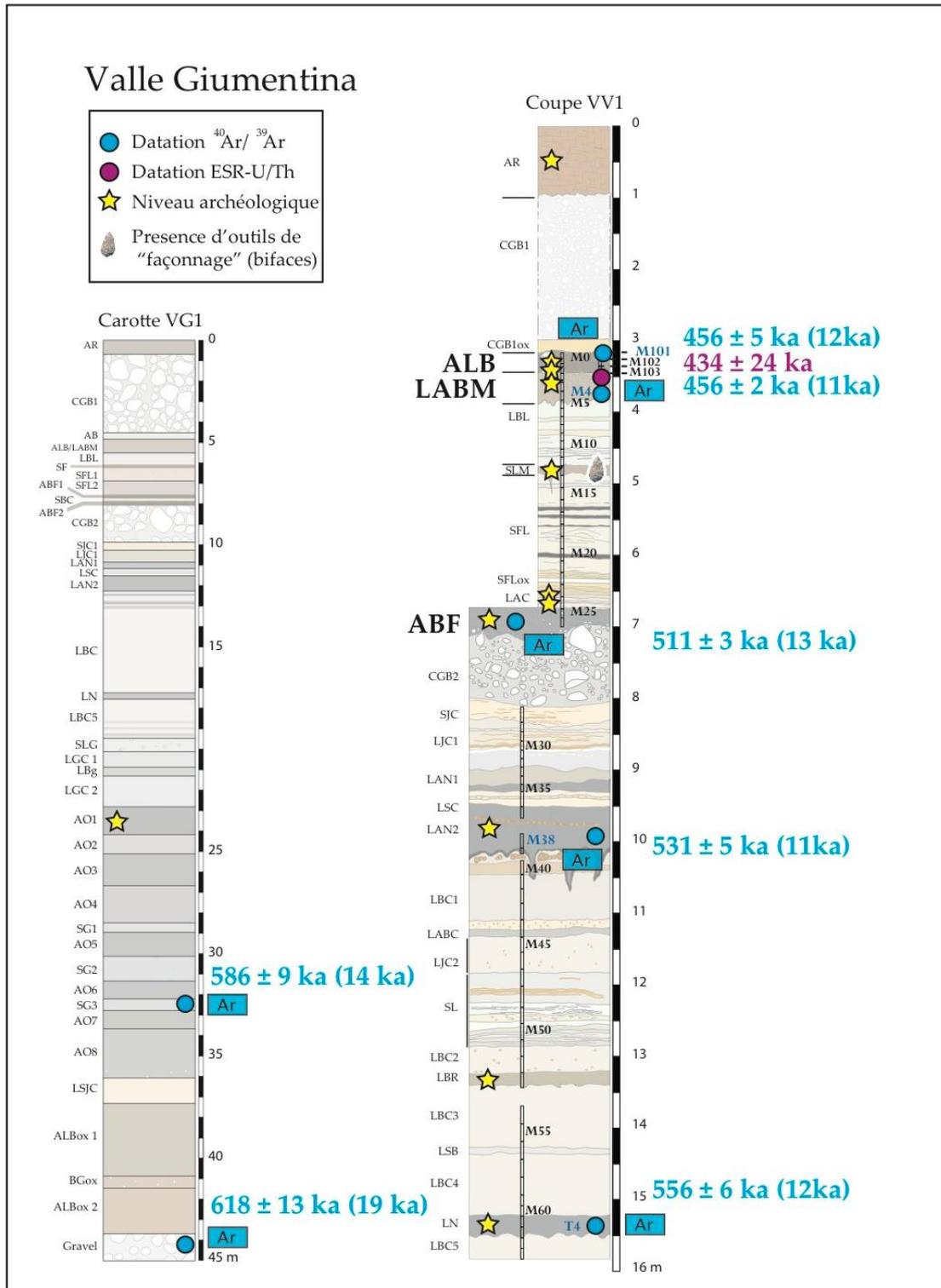


Figure 3-15 : Intégralité des résultats $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ obtenus reportés sur la stratigraphie du site (V. Villa, comm. pers.). L'âge ESR-U/Th calculé par J.J. Bahain et A. Vietti est également reporté.

En fin d'année 2016, après la publication de l'article de Villa et al., 2016b, deux autres âges $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ ont été obtenus à Valle Giumentina pour le niveau ABF situé à environ 7 m de profondeur dans la coupe VV1 et pour le niveau ALB situé juste au-dessus du niveau argileux LABM (voir Fig. 3-15 et article ci-dessous). Je vais donc présenter à présent ces deux datations supplémentaires qui affinent encore la chronologie présentée dans Villa et al., 2016b.

▪ Analyse $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$

ABF

Pour le niveau ALB (Fig. 3-16) douze cristaux de sanidines ont été mesurés (voir annexe 2-8). Le diagramme de probabilité obtenu est plurimodal et souligne la présence de trois xénocristaux. L'âge moyen pondéré obtenu pour la population de cristaux juvénile (neuf cristaux sur douze analysés) est de 511 ± 3 ka (MSWD = 1,7 et $P = 0,1$). L'erreur totale externe est de 13 ka.

ALB

Pour le niveau ALB (Fig. 3-16) neuf cristaux de sanidines ont été datés (voir annexe 2-8). Les âges obtenus démontrent une population de cristaux la plus récente très majoritaire constituée par huit sanidines sur les neuf mesurées. L'éruption enregistrée ici est datée de 456 ± 5 ka (MSWD = 1,4 et $P = 0,2$) avec une erreur totale de 12 ka.

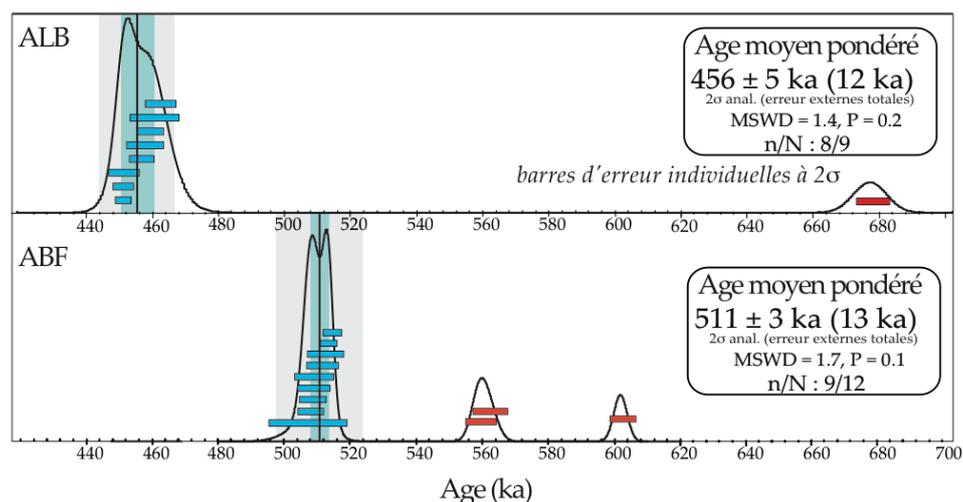


Figure 3-16 : Diagrammes de probabilité obtenus pour les niveaux ABF et ALB de Valle Giumentina.

▪ Interprétations chronologiques pour les datations des niveaux ABF et ALB

Les datations $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ faites sur ces niveaux sont en accord avec les résultats et

interprétations présentés dans ces articles. L'âge calculé pour le niveau ABF permet de resserrer l'âge du niveau archéologique SLM (Fig. 3-16) abritant des industries bifaciales entre 511 ± 13 ka et 456 ± 11 ka à la transition entre le stade isotopique 13 et le stade isotopique 12. L'âge obtenu pour le niveau archéologique argileux ALB est équivalent à celui calculé pour le niveau LABM stratigraphiquement juste en dessous; 456 ± 11 ka contre 456 ± 13 ka pour ALB. Ce résultat n'est pas surprenant et ajoute un argument supplémentaire quant à l'hypothèse selon laquelle les dépôts de till glaciaires du niveau CGB1 subjacents correspondraient à des dépôts consécutifs à l'avancée des glaciers du centre des Apennins au cours du stade isotopique glaciaire 12. Cet âge confirme que les niveaux archéologiques des niveaux sédimentaires LABM et ALB sont datés de la transition entre le stade isotopique 13 ou du stade isotopique 12 et sont issue d'un même niveau volcanique remanié. Pour ALB, J.J. Bahain et A. Vietti ont également obtenu un âge (Vietti, 2016 non publié) en accord avec les résultats $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ pour le niveau ALB (434 ± 24 ka) consolidant ainsi l'attribution de ce niveau au MIS 12.



A MIS 15-MIS 12 record of environmental changes and Lower Palaeolithic occupation from Valle Giumentina, central Italy



Valentina Villa ^{a, b, c, *}, Alison Pereira ^{b, d, e, f}, Christine Chaussé ^{a, g}, Sébastien Nomade ^d, Biagio Giaccio ^h, Nicole Limondin-Lozouet ^a, Fabio Fusco ⁱ, Eleonora Regattieri ^h, Jean-Philippe Degeai ^j, Vincent Robert ^k, Catherine Kuzucuoglu ^a, Giovanni Boschian ^c, Silvano Agostini ^l, Daniele Aureli ^{m, n}, Marina Pagli ^o, Jean Jacques Bahain ^e, Elisa Nicoud ^o

- 1- Laboratoire de Géographie Physique, UMR 8591 - Université Paris 1 - CNRS, F-92195 Meudon, Valentina.Villa@lgp.cnrs.fr
- 2- École française de Rome, Piazza Farnese 67, 00186 Roma
- 3- Università di Pisa, Dip. di Biologia, via Derna 1, 56126 Pisa
- 4- Laboratoire de Sciences du Climat et de l'Environnement, LSCE UMR-CNRS 8212, 91170 Gif sur Yvette
- 5- Département de Préhistoire du Muséum national d'Histoire naturelle, UMR 7194 du CNRS, 1 rue René Panhard, 75013 Paris, France.
- 6- Sezione di scienze preistoriche e antropologiche, Dipartimento di Studi Umanistici, Università degli Studi di Ferrara, C.so Ercole I d'Este, 32, 44121 Ferrara, Italy
- 7- Inrap, 7 rue de Madrid, 75008 Paris
- 8- Istituto di Geologia Ambientale e Geoingegneria, CNR, via Salaria km 29.300, Monterotondo, 00015 Rome, Italy
- 9- Viale Giovanni Bovio 10, 65123 Pescara
- 10- Archéologie des sociétés méditerranéennes UMR-CNRS 5140, 390 Avenue des Pérols, 34970 Lattes
- 11- IPGP – Observatoire Volcanologique et Sismologique de Guadeloupe, Le Houëlmont, 97113 Gourbeyre, Guadeloupe.
- 12- Soprintendenza per i Beni Archeologici dell'Abruzzo, via degli Agostiniani 14, 66100 Chieti, Italy
- 13- Università di Siena, Dip. di Scienze Fisiche, della Terra e dell'Ambiente, U.R. Preistoria e Antropologia, via Laterina 8, 53100 Siena
- 14- ArScAn-AnTET, UMR-CNRS 7041
- 15- CNRS - CEPAM UMR 7264, 06357 Nice Cedex 4

ABSTRACT

An integrated geological study, including sedimentology, stable isotope analysis ($\delta^{18}\text{O}$, $\delta^{13}\text{C}$), geochemistry, micromorphology, biomarkers analysis, $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ geochronology and tephrochronology, was performed on the Quaternary infill of the Valle Giumentina basin, in Central Italy, which also includes an outstanding archaeological succession, composed of nine human occupation levels ascribed to the Lower and Middle Palaeolithic. $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ dating, and other palaeoenvironmental and tephrochronological data, constrain the sedimentary history of the whole succession to the MIS 15-MIS 12 interval, between 618 ± 13 ka and 456 ± 2 ka. Palaeoenvironmental proxies suggest that, over this time interval of about 150 ka, sedimentary and pedogenic processes were mainly conditioned by climatic changes, in particular by the pulsation of local mountain glaciers of the Majella massif. Specifically, the Valle Giumentina succession records glacio-fluvial and lacustrine sedimentation during the colder glacial periods and pedogenesis and/or alluvial sedimentation during the warmer interglacial and/or interstadial periods. During this interval, tectonics played a negligible role as driving factor of local morphogenesis and sedimentation, whereas the general Middle Pleistocene regional

uplift caused the basin capture and its definitive extinction after MIS 12. These data substantially improve previous knowledge on the chronology and sedimentary evolution of the succession, providing for the first time a well constrained chronological and palaeoenvironmental framework for the archaeological and human palaeoecological record of Valle Giumentina.

KEYWORDS: Middle Pleistocene; palaeoenvironment; $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ dating; tephrostratigraphy; Central Italy; Lower Palaeolithic;

1. Introduction

For long time, researches on Apennine intermontane basins focused mainly on the geodynamic evolution of the chain, and on the role of tectonics on its morphogenesis (e.g. Bosi et al., 2003; Giaccio et al., 2012; Piacentini and Miccadei, 2014). The long sedimentary successions hosted in these basins were also recognised as fundamental archives of the past climatic and environmental change (Amato et al., 2014; Bertini, 2010; Combourieu-Nebout et al., 2015; Giaccio et al., 2015a; Orain et al., 2012; Russo Ermolli et al., 2014), and were recently explored with increasing detail by very high-resolution chronological, geochemical and stratigraphic investigations (Giaccio et al., 2015a; Regattieri et al., 2015, 2016; Russo Ermolli et al., 2014). A notable characteristic of these continental successions is the frequent occurrence of tephra layers deriving from the intense Quaternary explosive activity of the peri-Tyrrhenian volcanoes, which can be directly or indirectly dated by $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ method and/or geochemical fingerprinting. Recently, $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ dating combined with geochemical analysis of tephra from proximal volcanic succession and distal Middle Pleistocene sedimentary successions of this region, increased significantly. Consequently, tephra can be confidently correlated to specific volcanic successions and sometimes to individual eruptive events of the Italian volcanoes (Giaccio et al., 2013a, 2014; Insinga et al., 2014; Marra et al., 2014; Petrosino et al., 2014a). Furthermore, Middle Pleistocene palaeoclimate records from various Apennine basins can be correlated using tephra as synchronous markers, regardless of the local climatic signals and of the accuracy of the related chronology. This point is crucial to understand without any *a priori* assumption how the climatic-environmental change is documented in different palaeoenvironmental settings.

The Valle Giumentina basin (740 m a.s.l.) is one of the smallest among the numerous basins of the Central Apennines chain, (Fig. 3-17). Previous studies reported a ~70 m-thick sedimentary succession, documenting a long history of alluvial, colluvial and lacustrine deposition over the Pleistocene, including nine *in situ* Palaeolithic occupation levels. This peculiar combination of a thick sedimentary succession with a rich archaeological record is unparalleled for this period in Italy (Demangeot and Radmilli, 1953, 1966).

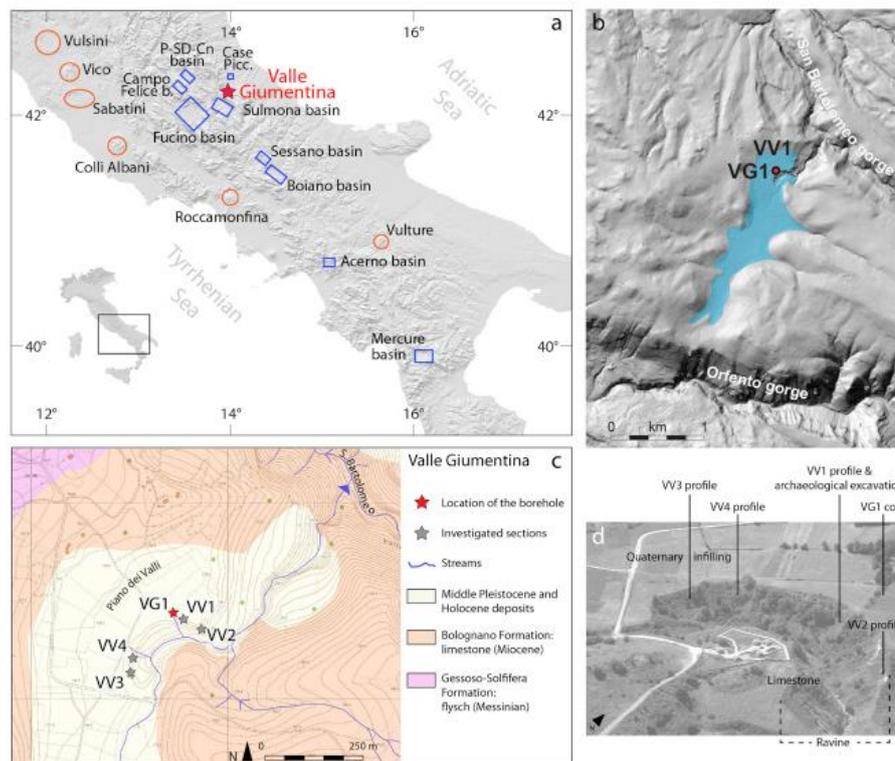


Figure 3-17 : Reference maps and view of the Valle Giumentina basin. (a): location of the Valle Giumentina basin, other Apennine intermountain basins and successions cited in the text (blue boxes) and main Italian volcanic centres (red circles), are also shown. P-SD-Cn basin: Paganica-San Demetrio-Castelnuovo basin. (b): digital terrain model of the Valle Giumentina basin, the Quaternary infilling is highlighted in blue. (c): geological map (modified after Vezzani and Ghisetti, 1998) and location of the studied stratigraphic sections and of the VG1 borehole. (d): aerial view of the ravine and location of the stratigraphic records studied (© M.Crea).

Consequently, Valle Giumentina is an exceptional study case for investigating palaeoenvironmental and cultural evolution as well as their causal connection during the Lower Palaeolithic in the Abruzzo region. However, no systematic study has been undertaken so far by modern stratigraphy and geochronology, after the pioneering work of the 1950s and 1960s. As a result, our current knowledge of the Valle Giumentina sedimentary-palaeoenvironmental setting and chronological framework is uncertain and poorly supported

by compelling data. Chronology in particular is based only on assumptions related to the typological analysis of the lithic tool assemblages (i.e. Rissian and Würmian) (Radmilli, 1964, 1977; Tozzi, 2003).

A multidisciplinary research project including systematic archaeological excavations, funded by the École Française de Rome was started in 2012 (Nicoud et al., 2015a, 2015b and references therein), with the aim of studying in detail this exceptional long archive that combines cultural and palaeoenvironmental information. The scientific schedule included geological investigations (sedimentology, geochemistry, biomarkers, geochronology) of the basin sedimentary infilling. The focus of this paper is to present the results of this research project, with special attention to the lithostratigraphy of the Valle Giumentina succession, as well as to its chronology based on $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ dating and chemical analysis of tephra. These results provide for the first time a detailed reconstruction of the local palaeoenvironmental evolution, and enable us to assess its relationships with the main global climatic changes occurred during the two glacial-interglacial cycles between Marine Isotope Stage (MIS) 15 and MIS 12. This new chrono-stratigraphic framework also allows direct comparisons between Valle Giumentina and the other basins of the central and southern Apennines, highlighting the role played by climatic changes and tectonics on the Quaternary evolution of this region. Moreover, contextualising the long archaeological succession of Valle Giumentina within the European Lower Palaeolithic underlines the exceptional potential of this site.

2. General background

2.1. Geological and geomorphological setting

The Apennine Chain is a NW-SE fold-and-thrust belt developed since the Neogene, resulting from the westward subduction of the Adriatic plate (Doglioni et al., 1994; Patacca et al., 1990; Patacca and Scandone, 1989). The chain is characterised by Mesozoic-Cenozoic calcareous ridges separated by valleys sharpened into the Neogene pelitic-arenaceous bedrock, and by several wide intermontane basins (Patacca et al., 2008; Vezzani et al., 2010). Since the Late Tortonian, thrusting was associated to normal faulting, which started on the Tyrrhenian margin of the belt, and progressively migrated eastward, following the direction of the compressive thrust front (Cavinato and De Celles, 1999). Evidence for this migration comes from the chronology of the Apennine compressive fault system, which is progressively

younger toward the NE (Patacca et al., 1990). Normal faulting affected the chain contemporaneously with its uplift, from the late Pliocene onwards, during the whole Quaternary, and triggered the opening of wide tectonic basins (Bosi et al., 2003; Galadini and Galli, 2000). During the Early Pleistocene, a regional uplift affected the central Apennines, resulting in a long-wave topographic bulge. The estimated average uplift rates range between 0.3 and 0.5 mm/year on the Adriatic coast (Bigi et al., 1995; D'Agostino et al., 2001), and grow up to 1 mm/year in the axial zone of the Apennines (Pizzi, 2003). At present, the extensional activity persists and is responsible for the current seismicity, characterised by the occurrence of major earthquakes ($M_w > 7$, CNR-GNDT, 1966). During the Early-Middle and, occasionally, Late Pleistocene-Holocene these basins were occupied by large lakes, and were filled by complex sedimentary successions that unconformably overlie the pre-Quaternary bedrock. Correlations among these successions highlight strong similarities (D'Agostino et al., 2001) and outline how regional tectonics, together with climatic control and local fault displacement, affected landscape evolution.

2.2. The Valle Giumentina site

Valle Giumentina is a small hanging valley covering an area of approximately 1 km² and oriented NE-SW, located at 740 m a.s.l. on the north-western side of the Majella Mountain massif (Figs. 3-17a and 1b). The site is characterised by a flat terraced surface, 2.5 km long and 0.4 km wide, bordered to the East and to the West by gentle slopes shaped in Miocene limestone. Two perpendicular deep gorges, the San Bartolomeo and Orfento canyons, cut the valley respectively to the North and the South (Fig. 3-17b). To the North of the site, the sedimentary infilling of the basin is exposed on a 25-m thick profile deeply incised by a small, SE-NW flowing stream tributary of the S. Bartolomeo canyon (Fig. 3-17c and 1d). The first archaeological and stratigraphic investigations of Demangeot and Radmilli (1953; 1966) put into evidence nine archaeological levels ascribed to different Palaeolithic cultures, i.e. Acheulian, Clactonian and Levalloisian. Demangeot (1965) and Demangeot and Radmilli (1966) described 48 sedimentary units, grouped in 4 main facies associations (Fig. 3-17. 1). Among them, the lacustrine sequence C (unit 43-9) includes seven levels of *in situ* Palaeolithic occupations, between units 20 to 42. At that time no geochronometric dating was carried out. The chronology was outlined (Demangeot, 1965; Demangeot and Radmilli, 1966) upon the

typological characteristics of the lithic industries found in the units of sequence C (Clactonian: unit 20, 24, 30, 33, 42; Acheulian: unit 37), as well as on the lithostratigraphic correlation of the Valle Giumentina succession with Quaternary deposits of northern Italy and Latium. Following these correlation criteria (see details in Demangeot and Radmilli, 1953; Demangeot and Radmilli, 1966), the four main units (D, C, B and A) were attributed to the Würm glacial, Riss glacial, Mindel glacial and Upper Villafranchian, respectively. More recently (Coltorti and Pieruccini, 2006), a shorter time-span (Middle-Late Pleistocene) was suggested for the outcropping part of the Valle Giumentina succession.

Since the 1950s, this succession represents a key reference for the cultural and chronological framework of the Italian and southern European Palaeolithic. Many authors highlighted that the cultural changes recognised at Valle Giumentina, i.e., from the Clactonian to Acheulian and vice versa, confirm the hypothesis of two parallel and distinct phyla inherited from Breuil's model (Breuil, 1932; Radmilli, 1965).

3. Materials and methods

3.1. Geomorphological investigations

A complete geomorphological and stratigraphic framework for the Valle Giumentina basin was outlined by field surveys and interpretation of aerial stereopair photographs. Field investigations were carried out in the whole Valle Giumentina area and surroundings. Special attention was paid to the northern sector, where the sedimentary succession is widely exposed and allows field observation of the lower part of the basin infilling.

3.2. Stratigraphy

A master, 17 m-long profile named VV1 was set in connection with the area selected for archaeological investigations (Fig. 3-17c and 1d); its purpose is to document the stratigraphic context of all the archaeological layers, and to establish reliable correlations with the Radmilli and Demangeot stratigraphy. In order to reconstruct the 3-D geometry of the sedimentary bodies, and to extend the observations down to the bottom part of the lacustrine sequence, three more stratigraphic profiles, named VV2, VV3 and VV4, were investigated to the north (VV2) and south (VV3 and VV4) of the main VV1 profile (Fig. 3-17c and 1d). Samples for

sedimentological and geochemical analysis were collected from profiles VV1 and VV3 at 2-5 cm intervals.

A borehole called VG1 was drilled 30 m North of the VV1 profile in September 2012, and reached the base of the Quaternary sedimentary infilling at a depth of 45 m (Fig. 3-17c and 3-17d). The 3-m long cores were split, described, digitally photographed and sampled for sedimentological and geochemical analysis, micromorphological investigations, pollen analysis and $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ dating. A total of 161 samples were collected.

3.3. Sedimentological analysis

Particle size distribution was determined using a Beckam-Coulter LS 230 laser particle sizer (Fig. 3-17. 2). For each sample, 5 to 10 g of sediment were sub-sampled. After removing organic matter by H_2O_2 , sediments were dispersed by sodium hexametaphosphate (5%) for at least two hours in a rotating agitator. During grain size measures, saturation values were comprised between 8% and 12% for the PIDS (Polarization Intensity Differential Scattering) and between 45% and 55% for the whole sensors. Total organic carbon was determined using an Elementary Analyzer FlashEA Termo Fisher serie 1112 following NF ISO 10694 protocol. Samples were dried at 50°C for 24 hours, crushed, sieved at $200\ \mu\text{m}$ and placed into silver cups for acidification (HCl 10%) in order to remove inorganic carbon. Calcimetry was measured by a Bernard calcimeter. Magnetic susceptibility was obtained using a portable Bartington MS2F susceptibility meter (range 1) every 1 cm (Fig. 3-17. 2). More than 100 undisturbed blocks of sediments and soils were extracted from profiles VV1, VV2 and VV3 and core VG1 for micromorphological study. Observations on thin sections were carried out under a Leica DM/LP standard petrographic microscope equipped with reflected light and UV/blue epifluorescence kits. Descriptions follow the standard formalised by Bullock et al. (1985) and Stoops (2003) for soils and regoliths thin sections.

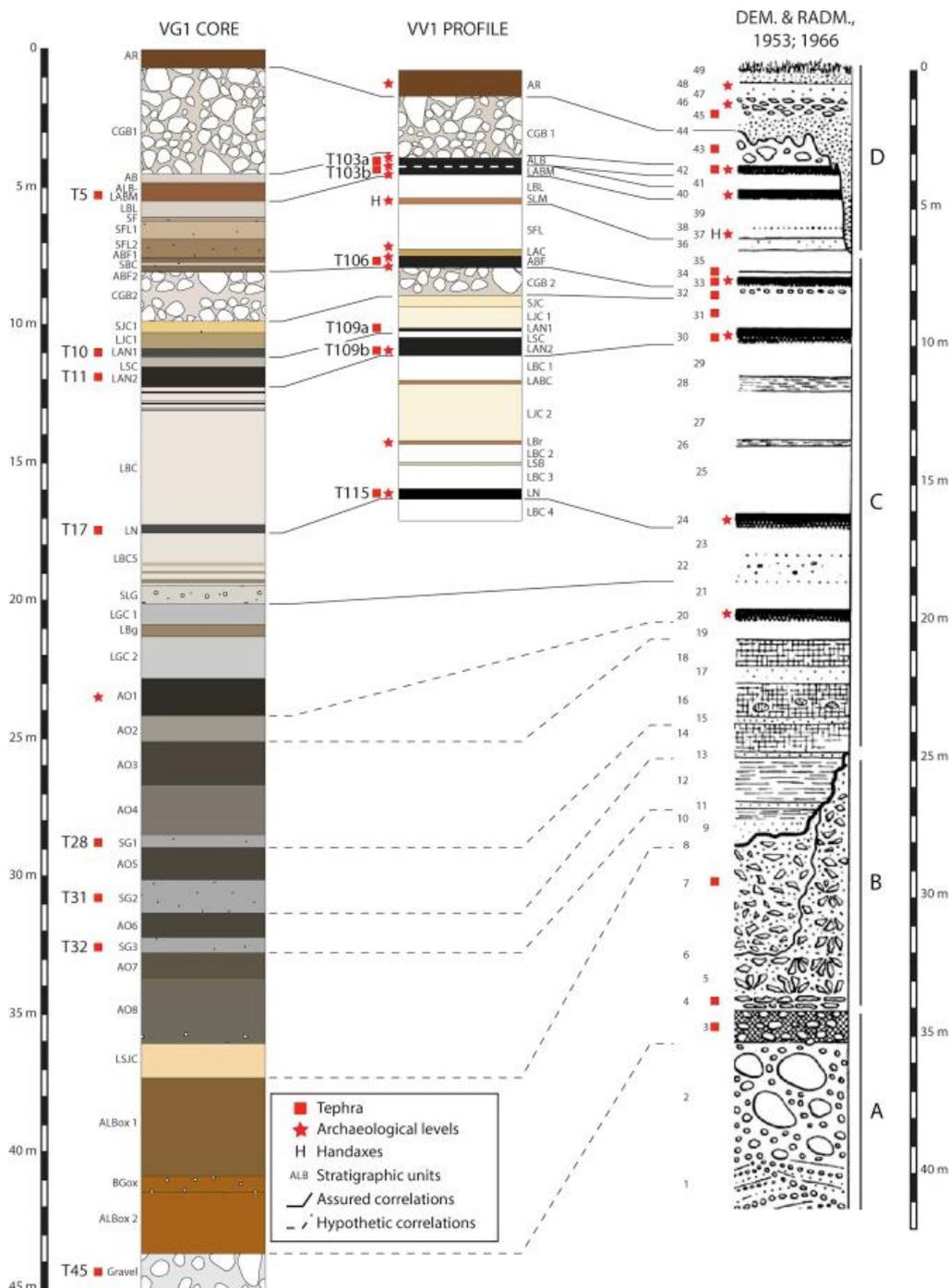


Figure 3-17. 1 : Correlations between the investigated successions of the VG1 core, and the VV1 profile and the section described by Demangeot and Radmilli in the 1950s (modified). Position of key layers (archaeological levels and tephra layers) is also shown.

3.4. Stable isotope analysis

Twelve samples for stable isotope analysis were collected from the VV1 section and the VG1 core (Fig. 3-17. 2). Samples were dried for 72 h at 50°C. Dried samples were gently disaggregated and sieved at 100 µm to separate biogenic remains. The fraction under 100 µm was powdered and homogenized. Stable isotope analysis were performed at the Institute of

Geosciences and Earth resources of the Italian National Research Council (IGG-CNR) (Pisa, Italy) using a Gas Bench II (Thermo Scientific) coupled to a Delta XP IRMS (Finnigan). Carbonate samples of 0.15 mg were dissolved in H_3PO_4 (105%) for 1 h at 70°C. Results were reported to the relative VPDB international standard. Sample results were corrected using the international standards NBS-18 and NBS-19. Analytical uncertainties were of 0.17‰ and 0.15‰ for $\delta^{18}O$ and $\delta^{13}C$ respectively (2σ).

3.5. Pollen analysis

Samples were collected from core VG1 at 10 cm interval on clayey/loamy sediments with low carbonates content. A total of 48 samples were studied. The pollen samples (~15 g of dried sediment on average) were treated according to the standard method (Faegri and Iversen, 1989; Moore et al., 1991). A tablet containing a known number of *Lycopodium* sp. spores was added to each sample to estimate pollen concentration (Stockmarr, 1971). $ZnCl_2$ (density 2.05 g/cm³) was used to concentrate pollen content (Guillet and Planchais, 1969). The residues were stored and mounted in phenolate 1%-glycerin. Pollen grains were counted using a ZEISS light microscope at x375 magnification, and critical identifications were conducted under oil immersion at x675 and x1500 magnifications.

3.6. Molluscan analysis

Profile VV1 was sampled from 3 m to 16 m depth for malacological analysis (Limondin-Lozouet et al., submitted). A total of 64 samples, 8 kg each, taken at 15 cm interval, were wet sieved using a 500 μm screen and shells were extracted following the standard procedure (Puisségur, 1976).

3.7. Tephra analysis

The major-element composition was determined on melt inclusions in clinopyroxene crystals from tephra T5, occurring at 5.395-5.28 m-depth in core VG1, and matching the tephra T103b in profile VV1 (Fig. 3-17. 1). This composition was determined for comparison also on melt inclusions in clinopyroxene from the tephra correlated to the Pozzolane Rosse eruption occurring in the surrounding basins of Sulmona and Paganica-San Demetrio-Castelnuovo (Giaccio et al., 2013a) (Fig. 3-17a). Elemental analysis were carried out at the Institute of

Environmental Geology and Geoengineering of the Italian National Research Council (IGAG-CNR) (Rome, Italy) using a Cameca SX50 electron microprobe analyser equipped with a five-wavelength dispersive spectrometer, with operating conditions as described in Giaccio et al. (2013a). Full analytical data for the individual measurements are given in Supplementary Table (S1).

3.8. $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ method

Five tephra layers distributed along the entire Valle Giumentina succession were collected from VV1 profile and from the VG1 core for $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ dating. After crushing and sieving, sanidines ranging from 500 μm up to 1 mm in size were handpicked under a binocular microscope and then slightly leached for 5 min in 7% HF acid. For each layer about thirty crystals were handpicked and separately loaded in aluminium disks and irradiated in two different irradiations of 60 min (i.e. IRR 99 and 106) in the $\beta 1$ tube of the OSIRIS reactor (French Atomic Energy Commission, Saclay, France). After irradiation, samples were transferred into a copper sample holder and loaded individually into a differential vacuum Cleartran[®] window. Crystals were individually fused using a Synrad CO₂ laser at 10-15 % of nominal power (c.a 25 Watts). Ar isotopes were analysed using a VG5400 mass spectrometer equipped with a single ion counter (Balzers SEV 217 SEN) following the procedure outlined in Nomade et al. (2010). Each Ar isotope measurement consisted of 20 cycles of peak switching of the argon isotopes. Neutron fluence (J) was monitored by co-irradiation of Alder Creek sanidines (Nomade et al., 2005).

These standards were placed in the same pit as the samples during irradiation. J value for each sample was calculated from analysis of two ACs-2 single crystal measurements with a nominal age of 1.194 Ma and using the total decay constant of Steiger and Jäger (1977) and are reported in the supplementary material (Tables S2 to S6). Mass discrimination was assessed by analysis of Air pipette throughout the analytical period, and was calculated relative to a $^{40}\text{Ar}/^{36}\text{Ar}$ ratio of 298.56 (Lee et al., 2006). Several proposed calibrations of the $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ chronometer are currently in use, yielding ages that vary by ~1% (Kuiper et al., 2008; Renne et al., 2011). The implied difference in the calibrated age is between 5 to 6 ka for our samples well within the reported total uncertainty. As a consequence, we used the conventional values for all of the ages reported hereafter. Procedural blanks were measured every two or three unknowns. For

a typical 10-min static blank, the backgrounds were generally about $3.0\text{--}4.0 \times 10^{-17}$ and $6.0\text{--}7.0 \times 10^{-19}$ mol for ^{40}Ar and ^{36}Ar , respectively. The nucleogenic production ratios used to correct for reactor-produced Ar isotopes from K and Ca are reported in the supplementary dataset (Tables S2 to S6).

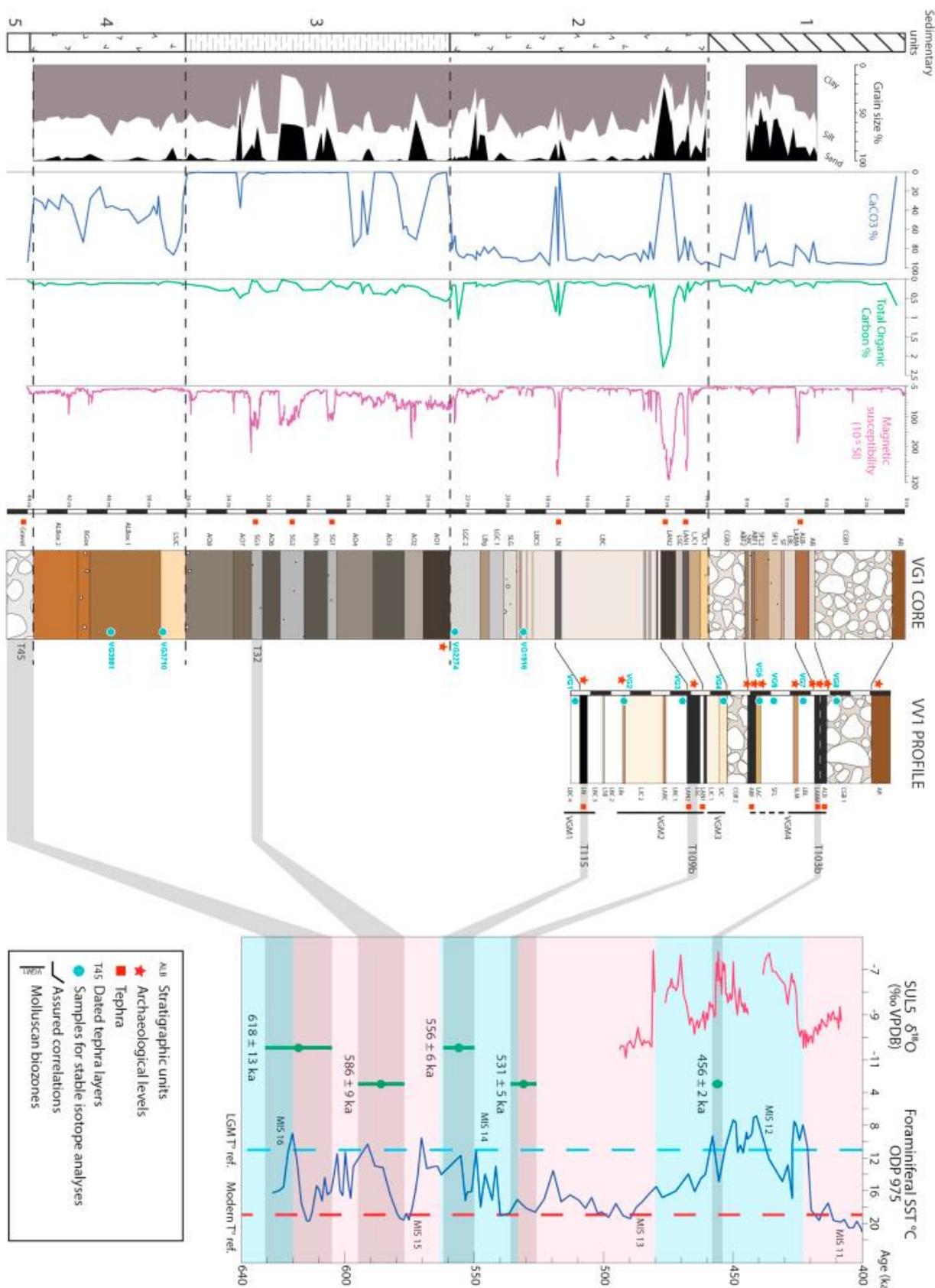


Figure 3-17. 2: VG1 core succession: Grain-size, CaCO₃ content, TOC (total organic carbon), magnetic susceptibility. Results are correlated with VV1 profile (this study) on the basis of key layers (archaeological levels and tephras). ⁴⁰Ar/³⁹Ar ages from both VG1 and VV1 sequences are placed in relationship with the Sulmona Sul-5 isotopic curve (Regattieri et al., 2015) and

the planktonic climatic curve from ODP 975 (Pierre et al., 1999; Girone et al., 2013).

4. Results

4.1. Stratigraphy, sedimentology and correlations with the Demangeot and Radmilli profile

Five main litho-pedostratigraphic units, named Sedimentary Units (SU) 5 to SU1 from bottom to top, were recognised upon the sedimentological and pedological characteristics in the Valle Giumentina sedimentary succession (Fig. 3-17. 2). These main units were further subdivided into several minor sub-units for a total of 40 stratigraphic layers (Tableau 3-3).

SU5 (-45 to -43.68 m): this unit consists of moderately sorted, clast-supported gravel in white sandy calcareous matrix, and shows sub-horizontal, sometimes crossed, bedding. The clasts are mostly limestone boulders. It was identified in the northern part of the stream incision, where it overlies the Miocene limestone bedrock and represents therefore the lowermost interval of the Quaternary sedimentary infilling. A slightly reworked coarse tephra layer (T45) was also found at the top of this unit.

SU4 (-43.68 to -36.07 m): this unit is mainly composed of yellowish brown clay and silts rich in micrite, microsparite grains and poor in organic matter (i.e. TOC < 0.2%). CaCO₃ content ranges from 15 to 86%, increasing towards the top of the unit. Low CaCO₃ content corresponds to strongly weathered and oxidized layers. This unit includes various carbonate facies with frequent redoximorphic and pedogenic features, such as mottling, carbonate nodules, root traces, desiccation and brecciation (Fig. 3-17. 3). Mottling is represented by reddish brown patches of iron oxides (Fig. 3-17. 3 a - c and f) and of black dendritic iron and manganese oxides (Fig. 3-17. 3a and d). Few-millimetres thick discontinuous clay lenses with very fine clastic calcareous sand are intercalated within the micrite and microsparite layers. The topmost layer of the SU4 unit, named LSJC, is made of laminated carbonates, showing no traces of desiccation or pedogenic alteration (Fig. 3-17. 3e) and corresponding to the highest CaCO₃ values.

Description of the stratigraphic units and correlations with the succession studied by Demangeot and Radmilli (1953, 1966). Stratigraphic units comprising tephra layers are highlighted in grey.

Sed. Unit	Layer	Depth (m)	Description	Sediment colour (Munsell)	Layer n Radmilli Demangeot	Demangeot unit
1	AR	0–0,66	Limestone and flint blocs (∅ max 15 cm) in reddish brown clay.	10YR 4/4	45–49	D
1	CGB1	0,66–4,5	Limestone blocs (∅ max 2 m) in a white clayey-sandy matrix.	10YR 8/2	43	C
1	AB	4,5–4,82	White laminated silty clay.	10YR 8/2	—	C
1	ALB-LABM	4,82–5,50	Light brown silty clay.	10YR 7/4	40–42	C
1	LBL	5,50–6,08	White sandy silt. Laminated in the upper part of the unit, massive in the lower one.	10YR 8/2	38–39	C
1	SF	6,08–6,21	Light brown fine sand with white and rusty millimetric speckles.	2.5Y 7/4		C
1	SFL1	6,21–6,87	Light brown fine sand. Alternating decimetric sandy and silty layers. Oxidized sediment at the top and at the base on the unit.	10YR 7/3		C
1	SFL2	6,87–7,52	Laminated light brown fine sand.	10YR 5/4		C
1	ABF1	7,52–7,70	Brown clay characterised by the presence of millimetric black nodules and light brown and grey speckles.	10YR 4/3		C
1	SBC	7,70–7,85	Laminated light brown sandy clay.	10YR 5/4		C
1	ABF2	7,85–8,08	Brown silty clay. Common noir and calcareous nodules.	10YR 4/3	33	C
1	CGB2	8,08–9,87	Light grey silty sand. Calcareous boulders and gravel.	10YR 7/2	32	C
2	SJC1	9,87–10,27	Pale yellow laminated silty sand.	2.5Y 8/4		C
2	LJC1	10,27–10,89	Beige laminated fine silt. Progressively darker towards the base of the unit.	2.5Y 6/4		C
2	LAN1	10,89–11,13	Laminated black clay.	10YR 3/2		C
2	LSC	11,13–11,50	Light grey laminated silt.	2.5Y 7/2		C
2	LAN2	11,50–12,23	Black massive silt. Frequent black millimetric nodules.	10YR 2/1	30	C
2	LBC	12,23–17,21	White laminated silt. The upper part of the unit comprises some millimetric horizontal black layers.	2.5Y 8/1		C
2	LN	17,21–17,52	Black silty clay. Frequent fine organic debris.	2.5Y 3/1	24	C
2	LBC5	17,52–19,47	Light beige silt. The unit comprises three fine light brown sandy layers located at 18,60 m, 18,90 m and 19,20 m.	2.5Y 7/2		C
2	SLG	19,47–20,10	Light grey sandy silt. Some limestone and flint gravel.	5Y 7/1	22	C
2	LGC1	20,10–20,88	Light grey laminated silt.	10YR 7/2		C
2	LBg	20,88–21,29	Beige silt. Frequent fine organic debris.	2.5Y 5/3		C
2	LGC2	21,29–22,79	Light grey silt. Crossed lamination in the basal part of the unit, plane parallel lamination in the upper part.	2.5Y 6/3		C
3	AO1	22,79–24,18	Black massive clay. Frequent millimetric dark grey speckles.	2.5Y 3/1	20?	C
3	AO2	24,18–25,10	Dark grey laminated clay.	2.5Y 5/2	19?	C
3	AO3	25,10–26,66	Olive black clay. Frequent millimetric organic debris.	5Y 3/1		C
3	AO4	26,66–28,44	Greyish brown silty clay. Frequent fine sandy horizontal layers.	2.5Y 4/2		C
3	SG1	28,44–28,95	Dark grey fine sand.	5Y 4/1	15?	C
3	AO5	28,95–30,10	Dark grey clay. Frequent millimetric red nodules and organic debris.	2.5Y 4/3		C
3	SG2	30,10–31,31	Dark grey clayey sand.	5Y 4/1	13?	C
3	AO6	31,31–32,20	Dark grey silty clay. Frequent organic microdebris.	2.5Y 4/1		C
3	SG3	32,20–32,76	Grey fine sand.	5Y 4/1	11?	C
3	AO7	32,76–33,67	Olive black silty clay. Frequent millimetric organic debris.	5Y 3/2		C
3	AO8	33,67–36,07	Dark grey clay. Frequent millimetric red nodules and organic debris.	2.5Y 4/1		C
4	LSJC	36,07–37,30	Light yellow sandy silt. Some rusty nodules and speckles.	2.5Y 7/6	8?	C
4	ALBox 1	37,30–40,85	Light yellowish brown massive clay. Very common rusty and black millimetric nodules.	2.5Y 6/4		C
4	BGox	40,85–41,46	Brown sandy silt. Some calcareous gravel.	10YR 5/6		C
4	ALBox 2	41,46–43,68	Yellowish brown silty clay. Very frequent rusty and black millimetric nodules	10YR 5/6		C
5	Gravel	43,68–45	Calcareous gravel, white sandy silt matrix.	10YR 8/2	1–2?	A?

Tableau 3-3 : Description of the stratigraphic units and correlations with the succession studied by Demangeot and Radmilli (1953, 1956). Stratigraphic units comprising tephra layers are highlighted in grey.

SU3 (-36.07 to -22.79 m): this unit mainly consists of dark grey clay and silt rich in organic microdebris. TOC is higher than in SU4 unit, ranging from 0.2 to 0.4 %. Sediments are strongly packed and show a polyhedral structure. The surface of the aggregates is characterised by clayey slickensides produced by stress-induced reorientation of individual clay crystals into planar zones. Sediments show well-developed cross-striated b-fabric in thin section. These features attest shrinking and swelling related to alternating moist and dry conditions. The CaCO₃ content is close to 0% in most of the unit. It abruptly rises to more than 50% in layers AO4 (28 to 26.66 m) and AO2-AO1 (between 25.10 and 23.70 m). The increase of carbonates in

layers AO2-AO1 corresponds to a sharp sand peak on the grain size distribution diagram, implying a phase of detrital input from the basin catchment. Sediments coarsening is less evident in layer AO4, testifying to a lower energy event (Fig. 3-17. 2). Clay and silt are interbedded with three layers of fine volcanic sand (SG3, SG2 and SG1), mostly comprised of altered glass and phenocrystals. These levels are marked by an abrupt increase of the magnetic susceptibility signal (from 15×10^{-5} SI of the background to $>200 \times 10^{-5}$ SI; Fig. 3-17. 2), and characterised by a sharp limit with the underlying layers, suggesting primary fallout deposition.

SU2 (-22.79 to -9.87 m): this unit includes light grey, banded to laminated calcareous silt and clay. Most of the layers are composed of detrital calcareous grains and often show fine planar bed laminations. The CaCO_3 content ranges between 85% and 99% and the organic matter is generally very low ($\text{TOC} < 0.1\%$; Fig. 3-17. 2). Mottled carbonates and thin detrital silty calcareous layers with some reworked clayey nodules are frequent at the base of the unit. In the upper part of SU2 (from 17 m to 12 m), the calcareous detrital deposits show no evidence of alteration and are interlayered with fine calcareous sediments (mainly micrite and microsparite). Pyrite framboids and pyrite microcrystals and fragments of molluscs are present. Three additional tephra layers were founded in this unit: the lowermost (LN/T17 at 17.52-17.21 m-depth) and the uppermost ones (LAN1/T10 at 11.13-10.89 m-depth) are mainly made up of clayey amorphous matrix with silt-size phenocrystals. Conversely, layer LAN2/T11 (at 12.23-11.50 m-depth) is formed of a coarse silt matrix rich in coarse sand-size phenocrystals. All tephra layers are marked by noticeable peaks in magnetic susceptibility, and are also characterised by frequent fine organic debris, which is testified also by relatively significant peaks of the TOC profile (Fig. 3-17. 2). The CaCO_3 content is close to 0% in layers LAN2/T11 and LN/T17, suggesting a primary emplacement for these layers, whereas the high CaCO_3 values for LAN1/T10, between 67 and 84%, may suggests some reworking of the volcanoclastic material.

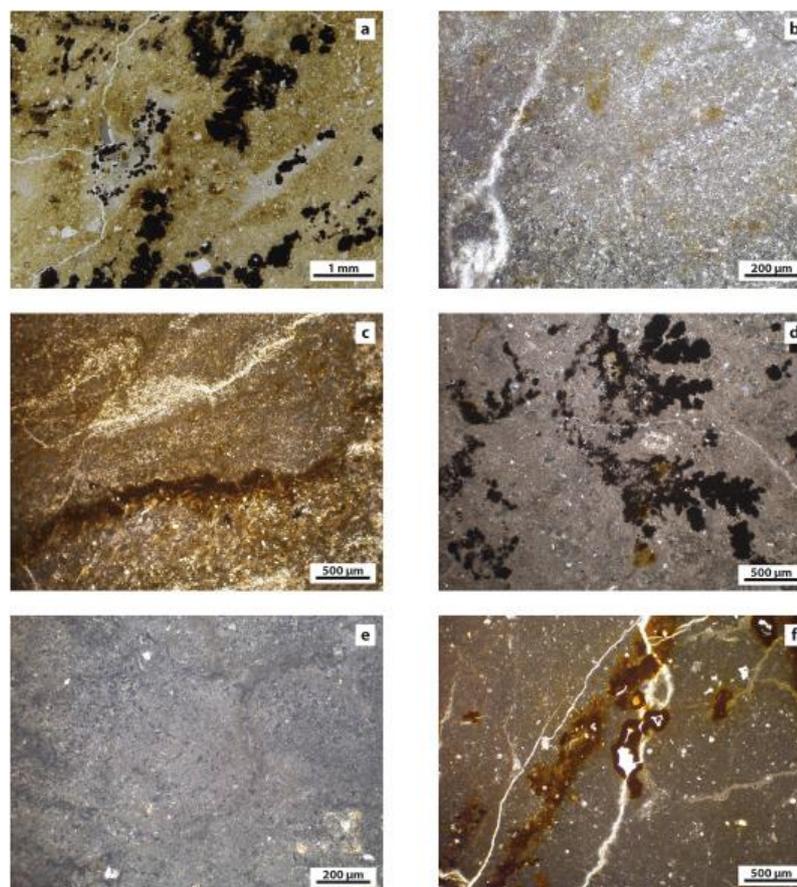


Figure 3-17. 3 : Palustrine and lacustrine carbonates from unit SU4. The occurrence of redoximorphic features is due to repeated water table oscillations and subaerial exposure of the sediments. a) Impregnative Fe/Mn nodules at the base of unit ALBox 1. The yellowish-brownish groundmass is Fe oxide-depleted around some of the nodules, as indicated by its grey colour. Plane polarized light (PPL) b) Lacustrine authigenic carbonates showing weakly developed Fe impregnative nodules (PPL). These sediments correspond to the stable isotopes sample VG3981; the isotopic composition of these deposits confirms their lacustrine origin (Fig. 3-17. 4). c) Mottled carbonates from unit ALBox1, showing a strong red planar impregnation of Fe oxides. Cross-polarized light (XPL). d) Dendritic Fe/Mn oxide nodules impregnating the micrite groundmass at the transition from layer ALBox1 to layer LSJC (XPL). e) Lacustrine authigenic micrite from unit LSJC (PPL). Sediments show no traces of pedogenic alteration, indicating a stable lacustrine environment. f) Fe oxide coatings with associated Fe oxide hypocarings along channels at the transition from layer LSJC to the marshy deposits of unit SU3.

SU1 (-9.87 to 0 m): this unit is made up of detrital calcareous deposits. A 2 m-thick layer of rounded limestone and flint boulders in few calcareous matrix is situated at the base (layer CGB2) and is overlain by a series of silty and sandy layers characterised by planar and sometimes-crossed lamination. Three brown silty-clayey layers (ABF2, ABF1 and ALB-LABM), corresponding to a slight increase in TOC content, show alteration and oxidation features suggesting pedogenic processes. One tephra layer (T5) was found in the ALB-LABM layer. It corresponds to a sharp peak in the magnetic susceptibility diagram, with values abruptly rising from 20 to 188 (10^{-5} SI) and decreasing to 15 (10^{-5} SI) in a few-centimetres interval (Fig. 3-17. 2), suggesting fast deposition of a primary ash fallout, not a time-diluted

colluvium of reworked ash particles. This tephra is observed in the LABM palaeosol of the VV1 profile (T103b) as dispersed material over an interval of at least 20 cm, suggesting a slightly reworking, likely due to bioturbation and pedogenesis processes. The interval from 4.5 to 0.66 m (CGB1) is characterised by a layer of unsorted sub-rounded to angular limestone boulders (≤ 2 m) associated with some flint within a white silty-sand calcareous matrix. The absence of sorting and bedding, the abundant uncemented matrix, the chaotic textural features (diamicton) of the CGB1 layer and its erosional contact with the underlying layer ALB are consistent with a till related to a local glacier advancement. The succession ends with a colluvial red sandy clay loam layer rich in limestone and flint gravel and boulders.

SU2 and SU1 along ravine profiles: the sedimentary succession of the stratigraphic profiles located along the ravine (VV1, VV2, VV3 and VV4, see Fig. 3-17c and d for location) can be straightforwardly correlated to the uppermost part of the VG1 core and record the interval from the mid of the SU2 unit to the top of the succession. Despite some local differences between these sections, correlations can be unambiguously established between them (Fig. 3-17. 1 and 3-17. 2), thanks to the systematic occurrence and recognisance of some pedo-stratigraphic markers (e.g. the coarse detrital deposits CGB1 and CGB2, palaeosols and the tephra layers). Specifically, tephra layers are well identified in both VV1 outcrop and VG1 core by concurrent variation in magnetic susceptibility and TOC data.

By using unambiguous stratigraphic markers (Tableau 3-3) a reliable correlation between our stratigraphic succession and the succession previously described by Demangeot and Radmilli (1953, 1966) was established (Fig. 3-17. 1), allowing us to place the Palaeolithic occupation layers discovered in the 1950s in our stratigraphic frame. A first correlation can be established between the gravel, which form the SU5 unit at the base of the succession and layers 1 and 2 described by Demangeot (1965). The thick coarse detrital layers CGB2 and CGB1 (Fig. 3-17. 1) correspond to layers 32 and 43 respectively of Demangeot and Radmilli (1953, 1966). On the basis of their stratigraphic position, the two palaeosols below unit CGB1, named ALB and LABM (Fig. 3-17. 1), match the two archaeological occupation layers 42 and 40, attributed to the Clactonian (Demangeot and Radmilli, 1966). Layer SLM yields a rich mollusc assemblage typical of dry, open landscape (Limondin-Lozouet et al., submitted) and contains a lithic industry characterised by the presence of handaxes, which allow a correlation with the level 37 described by Demangeot and Radmilli (1966) and attributed to the Acheulian (Fig. 3-17. 1).

The archaeological layers 30 and 33, described as two clayey black layers rich in volcanic minerals, can be evidently correlated to layers LAN2 and ABF, respectively (Fig. 3-17. 1). Finally, basing on its stratigraphic position and lithological description, the Clactonian occupation level 24 could correspond to our layer LN. Correlation is more doubtful for the lower portion of the stratigraphic succession because of the lack of unambiguous stratigraphic markers.

4.2. Stable isotopes

Samples for stable isotopes, collected from the VV1 profile and VG1 core and corresponding to units SU1 (samples VG 8-4), SU2 (samples VG 3-1, VG2274, VG1916) and SU4 (samples VG3710) (Fig. 3-17. 2), yielded rather homogeneous results, with $\delta^{18}\text{O}$ and $\delta^{13}\text{C}$ ranging from -0.72‰ to -1.07‰ (mean -0.90‰; SD 0.11) and from 1.80‰ to 0.45‰ (mean 1.38‰; SD 0.51), respectively (Tableau 3-3. 1; Fig. 3-17. 4). These isotopic compositions suggest a detrital origin for calcareous sediment of units SU1, SU2 and part of unit SU4. Comparison with values from lacustrine marl from the MIS 11-MIS 12 interval and gravel from the nearby Sulmona basin (Regattieri et al., 2016) (Fig. 3-17. 4) clearly shows that most of the VG samples fall within the range of values observed for clastic carbonates (Fig. 3-17. 4). Interestingly, $\delta^{18}\text{O}$ and $\delta^{13}\text{C}$ values obtained from the VG3981 sample (ALBox1 level) are completely different (-3.06‰ and -4.15‰, respectively) (Table 2; Fig. 3-17. 4) and can be compared to the values of the authigenic lacustrine of the Sulmona basin. These results corroborate the micromorphological observations, indicating a lacustrine origin for at least part of the SU4 unit sediments.

4.3. Palynology

The Valle Giumentina deposits are poor in pollen content. A sum of 200 pollen grains was counted for each good sample, and total pollen concentrations were very low (about 100 grains/gr). Scarcity and bad preservation of pollen are probably due to a combination of factors: i) alkaline pH of the calcareous sediments, ii) oxidation due to subaerial exposure, iii) scarce vegetation cover.

Sample	Location	Sed.Unit	Layer	d13C	d18O
VG3981	VG1	4	ALBox1	-4.15	-6.06
VG 3710	VG1	4	LSJC	1.28	-0.76
VG2274	VG1	2	LGC2	1.41	-0.13
VG1916	VG1	2	LBC5	1.59	-0.72
VG1	VV1	2	LBC4	1.61	-0.90
VG2	VV1	2	LBr	0.45	-0.95
VG3	VV1	2	LBC1	0.87	-1.07
VG4	VV1	1	SJC	1.64	-0.97
VG5	VV1	1	LAC	1.66	-0.78
VG6	VV1	1	SFL	1.80	-0.75
VG7	VV1	1	LBL	1.64	-0.87
VG8	VV1	1	CGB1 (matrix)	1.83	-0.27

Tableau 3-3. 1 : Stable isotope composition for calcareous silty sediments in VV1 profile and VG1 core and their stratigraphic position (Fig. 3-17. 2).

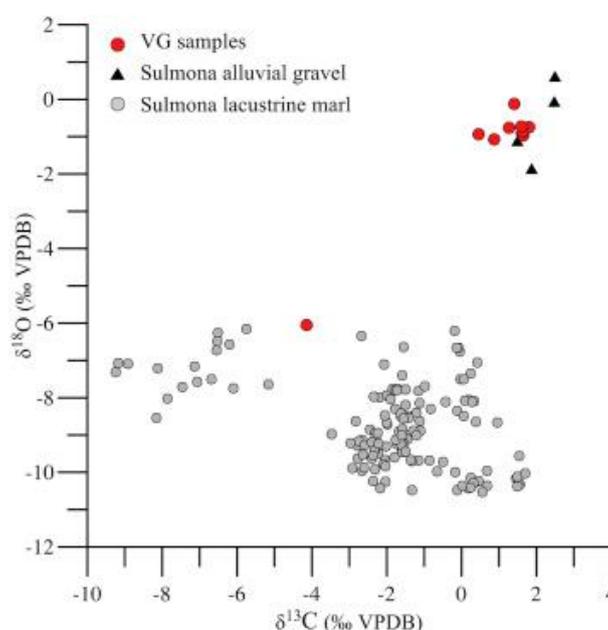


Figure 3-17. 4 : Comparison between stable isotope compositions of the silty samples from Valle Giumentina (VV1 section and VG1 core) and from MIS11-MIS12 lacustrine carbonates and alluvial gravels from the nearby Sulmona basin (Regattieri et al., 2016). Note that the Valle Giumentina values overlap the isotope composition of the detrital calcareous deposits from the marine Meso-Cenozoic bedrock, except for sample VG3981, which match the authigenic precipitated lacustrine carbonates.

. Samples with well-preserved and sufficient pollen content provide a snapshot of the vegetation and therefore information about the palaeoenvironmental conditions. Figure 3-17. 5 shows a semi-quantitative pollen diagram representing intervals instead of single samples, each interval including samples characterised by homogeneous pollen assemblages.

Interval 36.15-32.25 (SU4-SU3)

Pollen grains are rare and only *Pinus*, *Erica*, *Artemisia* and *Ephedra* are represented. This interval may correspond to a cold and dry climatic interval, but bad preservation and small number of

pollen grains do not allow any reliable interpretation. Interestingly, two grains of *Pterocarya* are recorded at 33.63 m.

Interval 31.94-31.54 (SU3)

Pollen assemblage at 31.94 m is dominated by *Pinus* with subordinate broadleaved trees, i.e., *Corylus*, *Tilia*, *Ulmus*, *Carpinus betulus*, *Carpinus t. orientalis*, *Salix*, *Fraxinus* and some grains of *Quercus* deciduous taxa in poor preservation state. Non-arboreal elements comprise Charophyllaceae, Ericaceae, Chenopodiaceae, Umbelliferae (=Apiaceae), Labiatae (=Lamiaceae) and *Ephedra t. fragilis*. Spore of freshwater algae, i.e. *Spirogyra*, *Concentricystes* and Tasmanitaceae were also observed (Fig. 3-17. 5). This palynological association depicts an open landscape with scattered tree populations and aquatic elements testifying to the presence of freshwater environments. The climatic conditions can be referred to an interstadial. Samples 31.74 and 31.54 display similar pollen flora, but the grains are rare. The occurrence of leaf *spinulae* of *Ceratophyllum demersum* confirms the occurrence of slow and shallow freshwater environments.

Interval 31.10-31.26.72 (SU3)

Barren interval.

Interval 26.23-23.80 (SU3)

Pollen grains are rare, but dominant *Pinus* and Asteraceae Cichorioideae and the presence of steppic elements and mountain taxa indicate open vegetation, developed under glacial climatic conditions. Algal spores of *Spirogyra* are present (Fig. 3-17. 5).

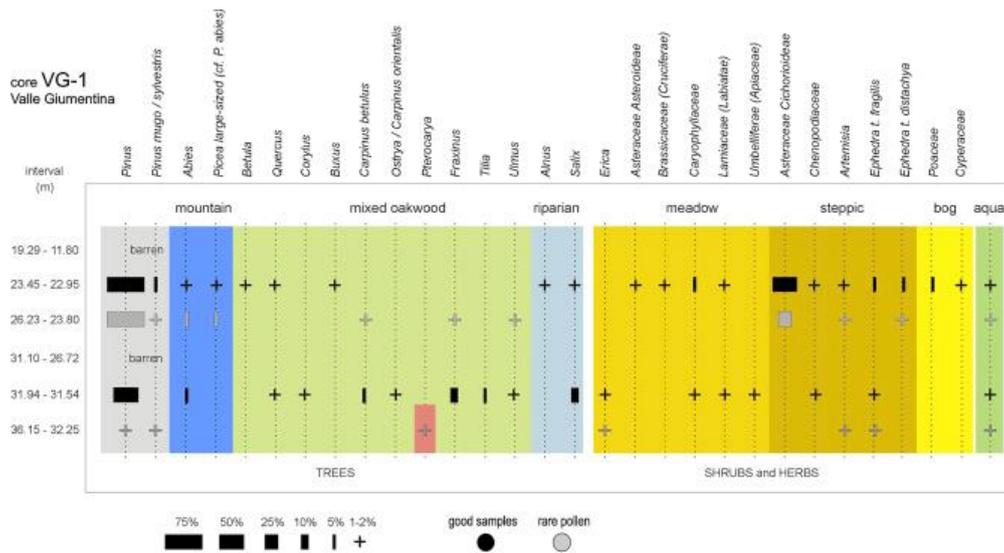


Figure 3-17. 5 : Semi-quantitative pollen diagram from VG1 core. The studied interval (from 36.15 m to 11.80 m) is divided into seven sub-intervals. Each sub-interval is composed of samples with similar features of pollen assemblages. The pollen diagram indicates a deforested landscape dominated by *Pinus* and non-arboreal steppic elements (*Ephedra* and Asteraceae Cichorioideae). This open vegetation developed under cold and dry climatic conditions referred to a glacial interval.

Interval 23.45-22.95 (SU3)

These pollen associations are characterised by low number of taxa. The assemblage is dominated by *Pinus*, (pine *Pinus mugo/sylvestris*, *Abies* and *Picea*), and non-arboreal elements withstanding dry conditions, like Asteraceae Cichorioideae, *Artemisia*, *Ephedra t. fragilis* and *Ephedra t. distachya*. Algal spores of *Spirogyra* are present (Fig. 3-17. 5). These pollens assemblages indicate open vegetation with scattered population of pines, rare firs and spruces, and steppic herbs, that can be referred to cold and dry (glacial) climate conditions.

Interval 19.29-11.80 (SU2)

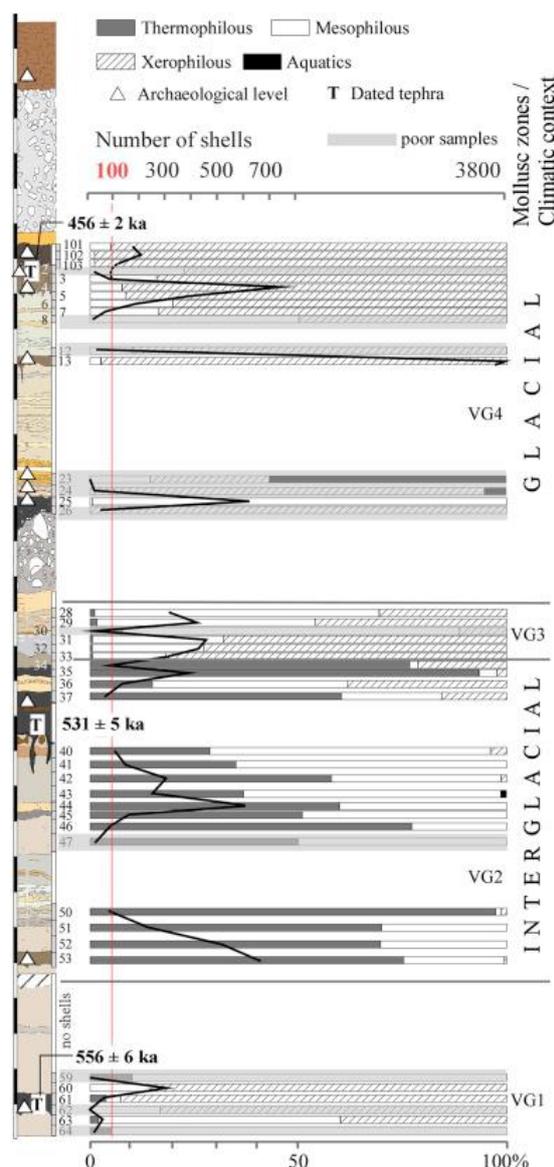
Barren.

The overall pollen data suggest an evolution from cool-temperate (interstadial, 31.94 m) to cold and dry climatic conditions.

4.4. Malacology

Figure 3-17. 6 : Mollusc zones from Valle Giumentina VV1 section with tephra dating. On the curve of the number of shells, a red line indicates the minimum threshold of 100 shells. Species are distributed within four ecological groups whose variations reflect palaeoenvironmental successions. Thermophiles characterize the development of forest their expansion corresponds to interglacial conditions. Xerophilous taxa indicate dry open habitats and are representative of glacial periods (modified after Limondin-Lozouet et al, submitted).

A detailed study of the malacological association from VV1 section, alongside with its palaeoenvironmental, climatic and biostratigraphic interpretation, is provided in Limondin-Lozouet et al. (submitted). With the exception of the alluvial levels, mollusc shells are abundant and well preserved in most layers of the VV1 succession. Among the forty-five species identified, only two are aquatic molluscs, which occur very seldom throughout the sediments. Four biozones, named VGM1 to 4, and describing the landscape evolution (Fig. 3-17. 6), were defined following the fluctuations in both occurrence and development of terrestrial snails. The first biozone, VGM1, is dominated by species belonging to the genus *Vallonia* and corresponds to an open environment. The following biozone (VGM2) is characterised by a relevant diversity increase, with up to 32 species, and the occurrence of thermophilous snails (e.g. *Pomatias elegans*, *Cochlostoma*, *Aegopis cf. italicus*, *Retinella cf. olivetarum*, *Aegopinella pura*, *Pagodulina pagodula*, *Acanthinula aculeata*, *Ruthenica filigrana*). The mollusc assemblages of VGM2 are representative of closed forest habitats, implying interglacial climatic conditions. This episode ends with the decline of the most temperate species and the spread of open habitats taxa (VGM3). The last biozone (VGM4) is dominated by mollusc species of dry and open environment (*Truncatellina cylindrica*, *Jaminius*



and development of terrestrial snails. The first biozone, VGM1, is dominated by species belonging to the genus *Vallonia* and corresponds to an open environment. The following biozone (VGM2) is characterised by a relevant diversity increase, with up to 32 species, and the occurrence of thermophilous snails (e.g. *Pomatias elegans*, *Cochlostoma*, *Aegopis cf. italicus*, *Retinella cf. olivetarum*, *Aegopinella pura*, *Pagodulina pagodula*, *Acanthinula aculeata*, *Ruthenica filigrana*). The mollusc assemblages of VGM2 are representative of closed forest habitats, implying interglacial climatic conditions. This episode ends with the decline of the most temperate species and the spread of open habitats taxa (VGM3). The last biozone (VGM4) is dominated by mollusc species of dry and open environment (*Truncatellina cylindrica*, *Jaminius*

quadridens, *J. malatestae*, *Pupilla triplicata*, *Vallonia costata*), which are typical of a glacial climatic period. All the archaeological Palaeolithic layers correspond to peaks of shells abundance, indicating stable environmental conditions (Fig. 3-17. 6), with temperate or cold climate. The occurrence of *Jaminia malatestae* in the uppermost biozones (Limondin-Lozouet et al., submitted) has an important chronostratigraphical significance as this extinct species is endemic of the Pleistocene deposits from central and Southern Italy (D'Amico and Esu, 2011).

4.5. Chemical fingerprinting of the tephra layers

Ten tephra layers were identified along the VG1 core and the outcropping stratigraphic profiles (Fig. 3-17. 1). Some of them (e.g. T32, T31, T28, T17 and T11 in the VG1 core) show a sharp basal contact with the underlying deposits, suggesting a primary fallout deposition. Conversely, other layers included in palaeosols are slightly reworked, likely because of bioturbation and pedogenesis processes (e.g. T103b and T106 in the VV1 trench). Their thickness ranges between 5 cm and 1 m (Fig. 3-17. 1). The juvenile matrix of the samples is always strongly altered making all tephra unsuitable for the ordinary geochemical analysis of the glassy matrix. Nevertheless, at least for tephra T5, we were able to obtain the major element composition of the glassy inclusions in clinopyroxene crystals, which revealed a K-foidite composition. High-K foidite tephra are important idiosyncratic markers in the framework of the central Italy Middle Pleistocene tephrostratigraphy record, as this composition is typical of the Colli Albani activity (Giaccio et al., 2013a).

Specifically, the compositions of the melt inclusion in clinopyroxene crystals from tephra T5 and from the Pozzolane Rosse tephra recognised at Sulmona and Paganica-San Demetrio-Castelnuovo (Fig. 3-17. 7) and dated at 457 ± 1 ka (Giaccio et al., 2013a), are similar.

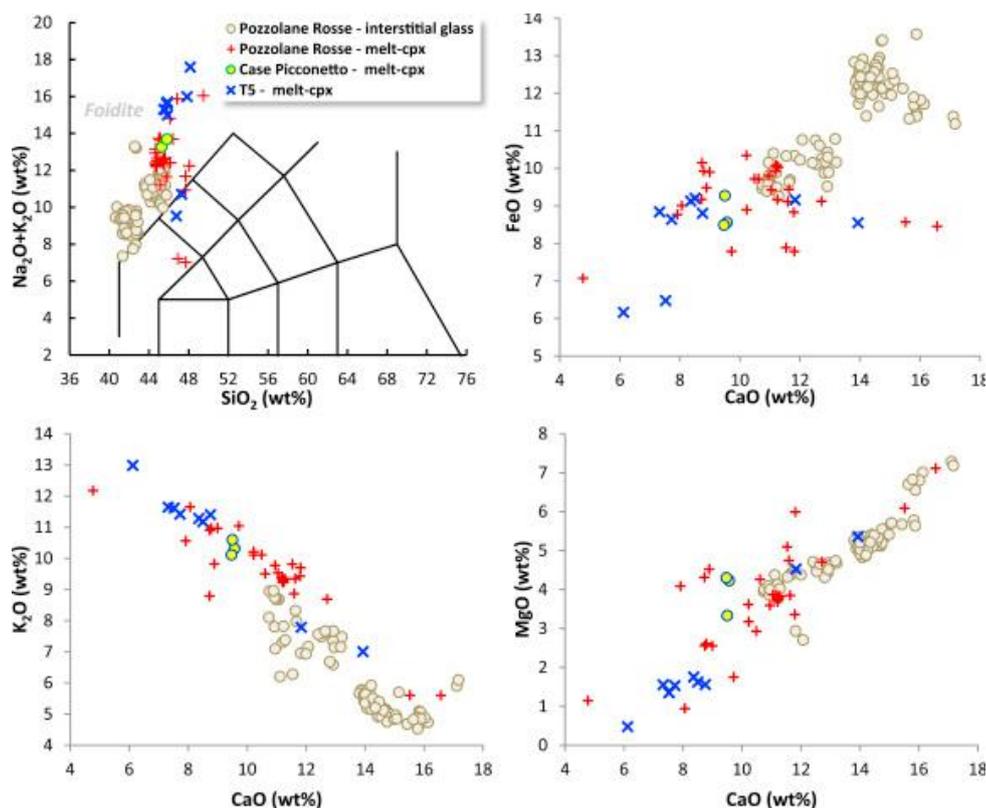


Figure 3-17. 7: Total alkali vs silica and representative diagrams (EMPA-WDS compositions) for interstitial glass (Giaccio et al., 2013a) and glass melt inclusions in clinopyroxene crystals (melt-cpx; this study) from Pozzolane Rosse tephra (this study), Case Picconetto tephra (Marcolini et al., 2003) and for T5 tephra in VG1 core, equivalent to the layer T103b in VV1 profile (Figs. 3-17. 1 and 3-17. 2). Compositions of glass melt inclusions in clinopyroxene from Pozzolane Rosse are from samples collected at sites 3, 4 and 5 of Giaccio et al. (2013a). Full analytical data for the individual measurements are given in Supplementary Table S1.

4.6. $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ results

Full analytical details for each dated crystal are given in the supplementary dataset (Tables S2 to S6). A crystals population is considered to be homogenous when the weighted mean age obtained presents the following statistical characteristics: MSWD (Mean Square Weighted Deviation) < 1.5, Probability fit ≥ 0.1 . These weighted average ages are calculated using IsoPlot 3.75 (Ludwig, 2001) and given at 2σ level including the J uncertainty throughout the text. Results are presented below starting from the deepest tephra layer.

T45 (Congl Rav sample, 45 m depth, SU5):

Ten crystals were dated. The probability diagram obtained is very simple with a single population of juvenile crystals. A weighted mean age of 618 ± 13 ka (MSWD = 0.2 and $P = 1.0$) (Fig. 3-17. 8) was calculated using this population. The inverse isochron has a $^{40}\text{Ar}/^{36}\text{Ar}$ initial intercept of 298 ± 4 (Table S2) equivalent within uncertainties to the atmospheric ratio (*i.e.* 298.56). It demonstrates the absence of argon excess.

T32 (VG1 core, 32.75 m depth, SU3):

Fifteen crystals were analysed. The associated probability diagram is multimodal suggesting the presence of older xenocrysts within this tephra layer (Fig. 3-17. 8). The obtained ages range from 572 ± 30 ka to 811 ± 44 ka (Fig. 3-17. 8). The youngest crystals (juvenile) population includes ten crystals and gives a weighted mean age of 586 ± 9 ka (MSWD = 0.4 and $P = 0.9$) (Fig. 3-17. 8). The $^{40}\text{Ar}/^{36}\text{Ar}$ initial intercept calculated using this population is not precise (305 ± 30 , Table S3) but still equivalent within uncertainties to the atmospheric ratio.

T115 (VV1 profile, 15 m depth, SU2):

Ten crystals were analysed. The probability diagram obtained is simple, including a single juvenile population of crystals. The weighted mean age obtained for this homogeneous population is 556 ± 6 ka (MSWD = 0.6 and $P = 0.8$) (Fig. 3-17. 8).

The $^{40}\text{Ar}/^{36}\text{Ar}$ initial intercept given by the inverse isochron, 294 ± 1.4 (Table S4), is close to the atmospheric ratio.

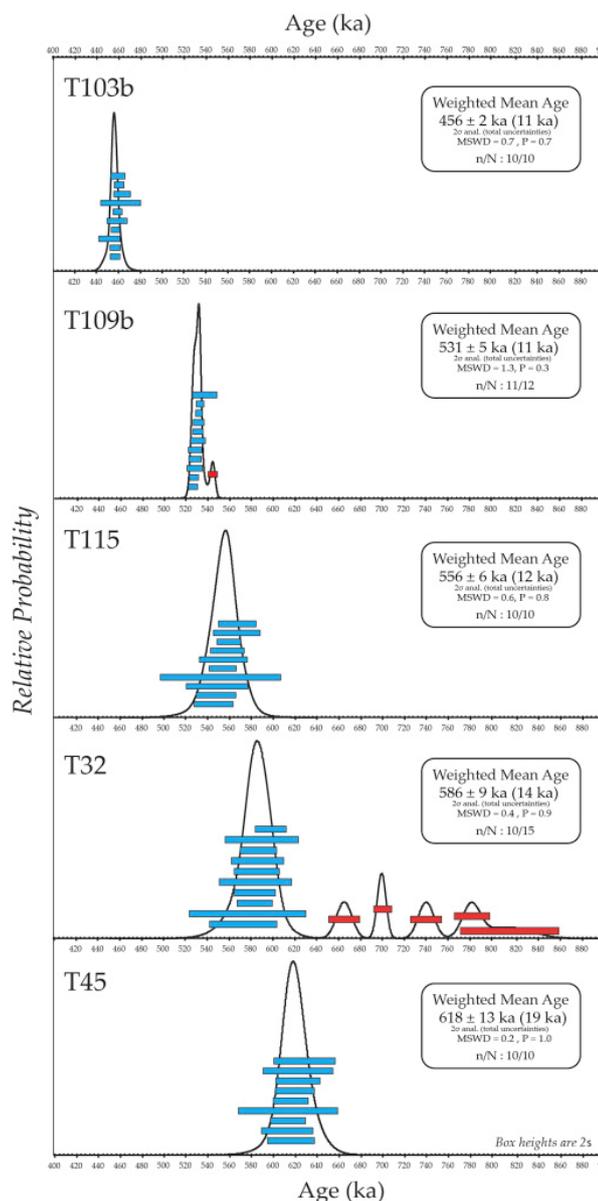


Figure 3-17. 8 : Probability age diagrams obtained for the five volcanic layers dated in this study. MSWD = Mean Square Weighted Deviation, P = Probability fit. n/N = number of grains taken into account to calculate the weighted mean age on the total number of dated grains.

T109 b (VV1 profile, 9 m depth, SU1):

Twelve crystals were dated and only one sanidine was significantly older than the other ones. The probability diagram presents a major mode allowing to calculate a weighted mean age of 531 ± 5 ka (MSWD = 1.3 and P = 0.3) (Fig. 3-17. 8). The $^{40}\text{Ar}/^{36}\text{Ar}$ initial intercept on the inverse isochron is 300 ± 3 equivalent to the atmospheric ratio (*i.e.* 298.56). No argon excess is consequently highlighted.

T103b (VV1 profile, 3.8 m depth, SU1):

This level is located just below the present-day excavation area. Ten crystals were analysed. They all belong to one single juvenile population. The probability diagram is very simple. It allows the calculation of a weighted mean age of 456 ± 2 ka (MSWD = 0.7 and P = 0.7) using all analysed crystals (Fig. 3-17. 8). The $^{40}\text{Ar}/^{36}\text{Ar}$ initial intercept on the inverse isochron is 297 ± 3 (Table S6) undistinguishable from the atmospheric ratio (*i.e.* 298.56).

5. Discussion

5.1. Chronology

The $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ dating, chemical fingerprinting of tephra T5 and biostratigraphy provide a coherent set of data outlining a robust chronological framework for the Valle Giumentina succession. The five $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ dating are stratigraphically ordered and highlight a high consistence of the obtained ages.

The occurrence of soils and of fluvial facies within the lacustrine-palustrine succession implies stops, as well as changes in sedimentation rate. However, the soils are poorly developed, as suggested by their characteristics (e.g. occurrence of alterable minerals and juvenile fraction of the tephra) and the fluvial facies (fine layers, no erosion surfaces, fine grain-size) suggest ephemeral processes without major hiatuses. Consequently, the sedimentation rate, computed over a long time span upon several well-distributed dates, was rather stable (about 0.35 ± 0.15 mm/a⁻¹) apart a significant change near the top of the succession.

The reliability of the chronology is confirmed by the double match between the tephra 103b and Pozzolane Rosse: the ages are respectively 456 ± 2 ka and 457 ± 1 ka and the chemical fingerprinting is the same as the tephra layer T5 (core VG1) one, which can be correlated with 103b.

The tephrochronology results date the Valle Giumentina sedimentary infill to a period between 618 ± 13 ka and 456 ± 2 ka, indicating that most of the succession (i.e., between ~44 to ~5 m-depth) spans the temporal interval of approximately 150 ka, between the end of MIS 15 and MIS 12 (Lisiecki and Raymo, 2005).

Although no chronological constraints are available for the uppermost ~5 m-thick interval, the general stratigraphic continuity with the underlying dated ALB/LABM layers would suggest an age slightly younger than ~456 ka for the till layer CGB1. By considering that no significant depositional processes are recorded above the CGB1 deposits, likely dated still within MIS 12, the uppermost layer AR should represent a colluvial-pedogenic-residual complex developed since MIS 11.

The occurrence of some well-preserved grains of *Pterocarya* at the base of the succession is also relevant for outlining the Valle Giumentina chronological framework. *Pterocarya* is an Asiatic arboreal genus of Jugladaceae, which was continuously present in Italy as a subordinate - though essential - component of mesophilous forests during the Cenozoic. During the Middle Pleistocene its distribution progressively contracted, and it was still present with few grains during MIS 13 at Vallo di Diano (Russo Ermolli, 1994; Russo Ermolli and Chedaddi, 1997), Sessano (Russo Ermolli et al., 2010) and Mercure (Petrosino et al., 2014b) and up to MIS 7 in the south-eastern Po Plain (Amorosi et al., 1999, 2004) and at Valle di Castiglione (Follieri et al., 1998). Macro-remains are recorded at Riano Romano, dated to about 300 ka (Follieri and Magri, 2001). *Pterocarya* is absent at Pianico-Sellere (Moscariello et al., 2000), Acerno (Munno et al., 2001) and during the Late Pleistocene, i.e. at Fimon (Pini et al., 2010), Azzano Decimo (Pini et al., 2009), Lago di Vico (Leroy et al., 1996; Magri and Sadori, 1999), Lagaccione (Magri, 1999) and Monticchio (Watts, 1985; Watts et al., 1996). Consequently, pollen data are coherent with a Middle Pleistocene age for Valle Giumentina, in accordance with $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ dates. Furthermore, a similar Middle Pleistocene age is suggested also by the analogy of the VV1 section molluscan record with the well dated nearby site of Case Picconetto (Marcolini et al., 2003; Limondin-Lozouet et al., submitted) (Fig. 3-17a). Notably, the foiditic composition of the glass melt inclusions in clino-pyroxene from a tephra embedded in the sediment of Case Picconetto (Marcolini et al., 2003) is similar to the T5 and Pozzolane Rosse tephra (Fig. 3-17. 6). Furthermore, the fission-track dating of apatites from the Case Picconetto tephra yielded an age of 480 ± 40 ka, which, despite its large uncertainty, overlaps the age of T5 and Pozzolane

Rosse. The consistency of these geochemical data and age determinations, obtained by two independent methods (fission-track and $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$) is remarkable, suggesting that the correlation between Case Picconetto and T5/PR is reliable and that the chronological framework of the uppermost part of the Valle Giumentina succession is really robust and compelling.

These results do not agree in duration and age with the previous chronological attributions (Demangeot and Radmilli, 1953, 1966; Coltorti and Pieruccini, 2006), which were, on the other hand, essentially based on stratigraphic assumptions not supported by geochronometric or bio-chronology data.

5.2. Depositional history and palaeoenvironmental significance of the Valle Giumentina succession

The new chronology provides for the first time precise temporal constraints that can be proficiently used in reconstructing the connection between local environmental evolution and Lower Palaeolithic cultural change and in wider palaeoclimatic and archaeological framework. The oldest deposit of the Valle Giumentina basin is a thick fluvial gravel (unit SU5) overlying the Miocene limestone bedrock, accumulated between the end of MIS16 and the beginning of MIS15. In the following phase (unit SU4), the basin was occupied by a swamp area, frequently dried up. The lithofacies associations of unit SU4 suggest a marginal swamp environment, subject to repeated wet/dry cycles, fluctuation of the water table and pedogenic transformation. The topmost layer of this unit (LSJC) records a change to more stable lacustrine conditions, testified by no or moderate drying, bioturbation and pedogenic features (Fig. 3-17.

3). Sedimentary structures, grain-size and isotope analysis corroborate the hypothesis of lacustrine conditions, which may have received detrital inputs from the nearby lakeshore and slopes. According to the $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ dating SU4 formed during the first half of MIS 15 (i.e., 618 ± 13 ka and 586 ± 9 ka, Fig. 3-17. 2). In the Mediterranean, this period was characterised by fast cold-warm oscillations, with Sea Surface Temperature (SST) similar to the Last Glacial Maximum (Pierre et al., 1999; Girone et al., 2013, Fig. 3-17. 2). At Valle Giumentina, periods of high sedimentation rate of clastic deposits may indicate climate degradation, with dramatic shrinkage of the vegetation cover on the basin sides. The in-wash of detrital material into the basin contributed to the infilling of the basin, which eventually dried out.

After the lake high stand indicated by the primary lacustrine deposits forming the topmost layer of unit SU4 (LSJC), organic clayey sediments record a gradual transition to marshy environments. A swamp occupied the bottom of the Valle Giumentina basin, originating organic-rich clayey sediments (unit SU3). The settlement of this environment is confirmed by the occurrence of aquatic taxa in pollen associations. Vertic features observed in thin sections indicate repeated cycles of alternating moist and dry conditions, corresponding to periodic water table oscillation, confirmed by the presence of iron nodules and intercalations. This thick marshy succession shows a general trend towards a strong cooling, recorded by sedimentological and pollen data. Detrital input from the basin sides drastically increased during the formation of the upper part of the unit (layers AO4 and AO2-AO1), probably resulting in the drying of the marsh. Palynological associations in the topmost layer AO1, suggest a landscape with open vegetation of steppic herbs, and scattered groups of pines, firs and spruces. The $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ dating of the tephra layers T32 and T17/T115 at 586 ± 9 ka and 556 ± 6 ka respectively, suggests to ascribe this environmental change to the MIS 15-MIS 14 interglacial-glacial transition, with the lower part of the SU3 unit corresponding to MIS 15 (interglacial) and the upper one corresponding to MIS14 (glacial) (Fig. 3-17. 2). In the SST record of the ODP 975 core, the MIS 15-MIS 14 transition is abrupt and marked by a rapid cold episode characterised by lower SST than during the LGM (Pierre et al., 1999; Girone et al., 2013) (Fig. 3-17. 2). The sudden and sharp increase of clastic inputs into the VG basin recorded in the upper part of the SU3 unit is probably correlated with this sudden abrupt interglacial/glacial transition.

The clastic in-wash observed in SU3 continues in the overlying SU2 unit, as also suggested by the isotopic composition of the silty calcareous sediments (Fig. 3-17. 4). In the VG1 core and VV1 profile, calcareous clayey and silty detrital deposits are dominant in the lower part of SU2. In the LBC unit of the VG1 core (from 17 to 12 m-depth) micritic and microsparitic sediments interlayered with the detrital deposits may correspond to the distal littoral zone of a shallow pond hosted at the centre of the basin. Frequent clustered pyrite framboids confirm that these layers formed in an anoxic environment, because the formation of pyrite is fostered from the decomposition of organic matter in anoxic conditions, as the anaerobic fermentation of the organic matter causes the production of H_2S and iron reduction. Organic aggregates are consequently replaced by pseudomorphic framboids of pyrite (Kalliokoski and Cathles, 1969;

Rickard, 1970). Four pedogenic horizons testify to repeated phases of interruption of the sedimentation and stabilisation of the environment. Three of these developed on volcanoclastic material and show andic properties (LN, LAN2 and LAN1). The study of the malacological associations indicates that unit SU2 (layer LBC4 to SJC) includes three malacological zones (VGM1, VGM2 and VGM3; Fig. 3-17. 2 and 3-17. 6), showing an evolutionary trend from open landscape, with cold and dry climatic conditions, to the diffusion of closed and humid habitats typical of a temperate Mediterranean climate (Limondin-Lozouet et al., submitted). A phase of climatic degradation and diffusion of open habitats is recorded by the VGM3 biozone (Fig. 3-17. 6), corresponding to the upper layers of unit SU2 (LJC and SJC). These data are consistent with the $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ dating of the T115 and T109b tephra layers, which yielded ages of 556 ± 6 ka and 531 ± 5 ka respectively, suggesting to ascribe this biome change to the transition from the MIS 14 glacial to the MIS 13 interglacial (Fig. 3-17. 2). The environmental and climatic degradation recorded in the upper part of the SU2 unit (biozone VGM3) may correspond to a cold phase included in MIS 13, and recorded by the ODP 975 SST curve around 520 ka (Pierre et al., 1999; Girone et al., 2013).

The boundary between units SU2 and SU1 is marked by an abrupt lithological change, with the deposition of coarse alluvial sediments (layer CGB2). After this episode, the sedimentation consists of fluvial deposits mainly characterised by planar bedding. Some cross-bedded sandy layers (SFL) indicate sporadic higher-energy events. These deposits are interbedded with three palaeosols, with different characteristics. The lower one (named ABF in the VV1 profile) is developed on volcanoclastic material and shows andic properties. In the intermediate soil (SLM), pedogenic processes were not intense: calcareous sediments are weakly altered and small iron nodules and thin clay illuviation features also occur. On the contrary, the upper palaeosols (ALB-LABM) are characterised by strong alteration and show polyhedral structure and vertic properties. All these palaeosols yielded Palaeolithic industries.

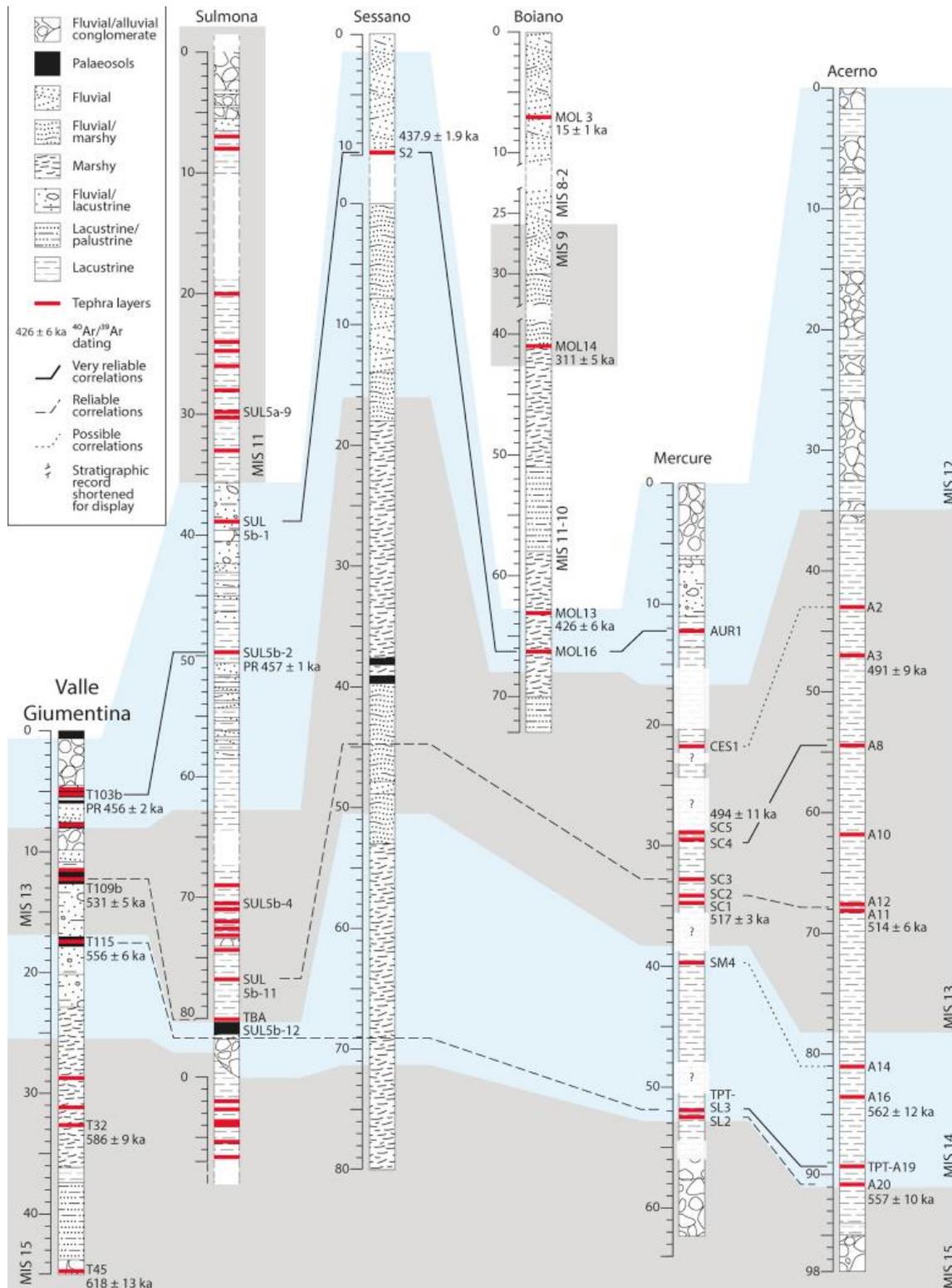


Figure 3-17. 9: Correlations between Valle Gumentina and the sedimentary successions from Apennine intermountain basins cited in the text (see Fig 3-17 for location). The correlations are based on the occurrence of common tephra and are ranked as (i) very reliable, if $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ dating and/or geochemical fingerprinting are available, (ii) reliable, if they rely on geochemical fingerprinting and stratigraphic position, and (iii) possible, when they rely on stratigraphic position and/or $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ dating.

The palaeoenvironmental and climatic reconstruction based on mollusc assemblages are in good agreement with the sedimentological data, suggesting that the SU1 unit corresponds to a phase of climatic degradation. The malacological biozone (VGM4) identified in unit SU1 unit indicates that closed habitats disappeared, replaced by open and dry environments (Limondin-Lozouet et al., submitted). The $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ dating on the tephra dispersed into LABM palaeosol, dated to 456 ± 2 ka, allow us to correlate this unit to the glacial MIS12. Glacial climatic conditions recorded by sedimentological and malacological data are consistent with the ODP 975 record, which shows an abrupt decrease of SST during MIS 12 (Pierre et al., 1999; Gironne et al., 2013) (Fig. 3-17. 2). Likewise, the $\delta^{18}\text{O}$ record of the Sulmona basin (located about 15 km East of Valle Giumentina; Fig. 3-17a and Fig. 3-17. 2) depict the MIS 12 glacial as a cold and dry period, marked by the lowering of the lake level and the contemporaneous increase of the clastic input into the basin (Regattieri et al., 2016). In this perspective, the till deposits of layer CGB1 can be related to the Central Apennine glacier advancement of MIS 12, which is well documented at Campo Felice (Giraudi and Giaccio, 2015). After the deposition of the CGB1 layer, the final incision of the Valle Giumentina succession by a tributary stream of the San Bartolomeo canyon led to the extinction of the sediment accumulation. Consequently, the terraced top depositional surface of the Valle Giumentina succession underwent only episodes of ephemeral colluvial deposition, pedogenesis and erosional processes since MIS 11.

5.3. Correlations with other Apennines basins

Comparing Valle Giumentina with other intermontane basins of the central and southern Apennines can provide useful information for better understanding the main factors driving its evolution. Tephrostratigraphy and geochronology can be used to correlate the sedimentary successions of the Italian intermountain basins, in order to synchronise them and assess reliable comparisons (Fig. 3-17. 9). Among the several tephra layers recognised in Valle Giumentina succession, only T5/T103b/LABM unit, dated to 456 ± 2 ka, can be confidently correlated with a known Colli Albani eruption (Pozzolane Rosse, PR), following geochemical and $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ dating results. This well-known tephra marker was identified in several successions in central Italy and in the Balkans, including Ohrid Lake (Leicher et al., 2016), Campo Felice basin (Giraudi and Giaccio, 2015) and in the lacustrine deposits of the Sulmona basin, where it was dated to 457 ± 1 ka (Giaccio et al., 2013b) (Fig. 3-17. 9). The Case Picconetto

succession (Fig. 3-17a) was also added here to those numerous occurrences of the PR tephra. Further correlations can be tentatively established for tephra T115 and 109b, dated respectively to 556 ± 6 ka and 531 ± 5 ka: their ages are statistically indistinguishable from those of Tufo Pisolitico di Trigatoria (TPT) and Tufo del Palatino/Tufo di Bagni Albule (TP/TBA), dated to 561 ± 2 ka and 530 ± 2 ka/ 527 ± 2 ka (Marra et al., 2009). One or more tephra produced by these three eruptive events were also identified in the Sulmona (PR and TBA, Giaccio et al., 2013a), Fucino (TP/TBA, Giaccio et al., 2013a; Narcisi, 1995), Acerno (TPT, Petrosino et al., 2014a) and Mercure (TPT, Giaccio et al., 2014) basins (Fig. 3-17. 9). Finally, also the sedimentary successions of Boiano and Sessano basins, both in Molise region (Fig. 3-17a), should also partially overlap the Valle Giumentina one (Fig. 3-17. 9), albeit no chronological or chemical correlation among tephra can be proposed.

The identification of the PR and possibly of the TPT and TP/TBA tephra at Valle Giumentina, allows to directly correlate and compare it with the sedimentary successions of the Campo Felice periglacial and Sulmona lacustrine basins, where the same ash layers were found. At least six stages of glacier advancement occurred between MIS 12 and MIS 2 were related to several sedimentary cycles identified within the Campo Felice succession (Giraudi and Giaccio, 2015), where stratigraphic studies highlighted sharp differences between sediments of glacial and interglacial periods. Rivers fed by meltwater and glacial debris deposited detrital calcareous sandy silt and clay sediments in a glacial lake environment during the cold phases of the glacial periods. Sub-aerial conditions, testified by erosion and pedogenesis and alluvial/colluvial deposits, dominated during interglacial and/or interstadial warmer climatic phases. Briefly, the Campo Felice succession is characterised by alternating CaCO_3 -rich and CaCO_3 -poor sediments, associated with palaeosols and colluvial/alluvial deposits, respectively corresponding to glacial and interglacial periods (Giraudi and Giaccio, 2015). Similar depositional/pedogenic dynamic can be observed at Valle Giumentina: here, cold climatic phases were marked by sharp increase of fine-grained calcareous sediments, isotopically consistent with a detrital origin, whereas warm periods corresponded to deposition of alluvial and organic deposits and/or to the development of pedogenic horizons (Fig. 3-17. 10). Conversely, the opposite situation is recorded in the Sulmona succession: the glacial phases were characterised by deposition of alluvial/fluvial sediments associated with lake level fall, partial dissection/emersion and/or pedogenic processes; e.g. MIS 14 correspond

to a succession of fluvial gravels and pedogenic horizons in the Sulmona basin. The interglacial periods were related to high lake levels associated with deposition of authigenic calcareous marls (e.g. Giaccio et al., 2013a; Regattieri et al., 2016). This aspect is particularly evident at the transition from MIS 14 to MIS 13, from MIS 13 to MIS 12 and from MIS 12 to MIS 11. The deposition of the TBA tephra upon a palaeosol marks the transition to the MIS 13, when a deep lacustrine environment documented by a thick succession of biogenic calcareous marls occupied again the basin (Fig. 3-17. 9). This is exactly the opposite of what happened at Valle Giumentina, where the TBA tephra marks the end of the deposition of the fluvio-lacustrine sediments (SU2 unit) and the start of soil formation (LAN2 palaeosol) on the tephra layer. The malacological record (VGM2 biozone) attests that this soil developed during an interglacial climatic phase, which is correlated to MIS 13 thanks to the $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ dating (Fig. 3-17. 10).

The analogies/differences between the litho-pedo-sedimentary features recognised at Valle Giumentina, and in the two reference successions of Campo San Felice and Sulmona, indicate that the Valle Giumentina sedimentary sequence is, like the Campo Felice one, glacial deposits, which recorded the advancement and retreat of the local Majella mountain glaciers. The occurrence of the MIS 12 till deposits (CGB1) is particularly relevant, as it represents the last significant depositional episode of the Valle Giumentina sedimentary history, suggesting a notable advancement of the glaciers during MIS 12 glacial period, down to the relatively low altitude of the site. It is also a rare example of preserved remains of MIS 12 moraines in Central Apennine (Giraudi and Giaccio, 2015). A till in this stratigraphic position is consistent with several lines of evidence highlighting the MIS 12 as the most severe glacial period of the whole Quaternary history (e.g. Hughes et al., 2007; Tzedakis et al., 2003). Although more geological data are needed to propose a model about the origin of the basin, the occurrence of glacial deposits may suggest that the damming of the San Bartolomeo gorge, during the glacier expansion of MIS 12 and possibly MIS 14 and MIS 16, may have been a possible driving factors of the sediment accumulation into Valle Giumentina. In this perspective, the Valle Giumentina basin may be interpreted as a rare case of Apennine glacier-dammed valley.

After MIS 12, the local and regional uplift reorganised the drainage system and triggered the incision of the Valle Giumentina basin. In Central and Southern Italy, regressive fluvial incision processes from the coast into the axial zone of the Apennine chain induced the progressive capture of lakes and the formation of a new drainage system. Regressive erosion

affected the external regions close to the coast before affecting the internal ones. In most of the basins, lacustrine units were strongly eroded and overlaid by fluvial deposits (Bartolini et al., 2003; D'Alessandro et al., 2003; Miccadei et al., 1998). Only some endorheic lake basins (e.g. the Fucino basin) survived (Bartolini et al., 2003; D'Agostino et al., 2001). In the Mercure basin, the end of the lacustrine sedimentation is related to the capture of the lake by the Lao river during the late Middle Pleistocene (Robustelli et al., 2014), possibly during MIS 12, according to the stratigraphic and chronological framework provided in Giaccio et al. (2014). The Acerno palaeo-lake was captured by the Tusciano river slightly after MIS 13 (Petrosino et al., 2014a). Likewise, the Sessano marsh definitively dried out after 438 ka (Russo Ermolli et al., 2010, 2014).

The sedimentary successions of all these basins record a systematic transition from prevailing lacustrine to fluvial environments, marked by an increasing gravel deposition, that occurred before their eventual capture. This extreme environmental change occurred almost simultaneously on wide areas during MIS 12, may be related to the exacerbation of the glacial climatic conditions associated with the amplification of the glacial-interglacial cycles, occurred after the so-called Mid-Brunhes event (MBE, e.g. Jansen et al., 1986; EPICA community, 2004; Tzedakis et al., 2009). We suggest that the subcoeval capture of the Valle Giumentina basin by a tributary stream of the San Bartolomeo canyon, during or slightly after MIS 12, is a part of a wide-scale process. This process was controlled by concurring climatic change related to the global MBE, and to the regional tectonic uplift of the Apennine, which accelerated dramatically during the second half of the Middle Pleistocene (e.g. D'Agostino et al., 2001; Pizzi, 2003). During the late Middle and Upper Pleistocene and the Holocene, river incision and formation of fluvial terraces characterised the evolution of several intermontane basins (Miccadei et al., 1998), and Valle Giumentina underwent a similar fate. The tectonic uplift transformed the basin into a hanging valley, and triggered headward regressive erosion by the tributary stream of the San Bartolomeo canyon. Erosion migrated northward and cut deeply the basin infill down to the limestone bedrock (Fig. 3-17c and d). Late Middle and Upper Pleistocene depositional processes produced limited gravel deposits, which accumulated in the small valley shaped into the main MIS 15-MIS 12 Valle Giumentina succession.

5.4 Archaeological implications and comparison with the main European Lower Palaeolithic sites

Our results suggest a new interpretation of the Valle Giumentina stratigraphic succession and a different reconstruction of the local palaeoenvironmental evolution of the site with respect to the studies previously carried out. In the 1950s, A.M. Radmilli and J. Demangeot interpreted unit C, i.e. large part of the stratigraphic succession, as mainly formed of lacustrine deposits interbedded with palaeosols. We demonstrate that lacustrine sediments represent only a minor component of the infilling succession, which is in fact mostly composed of fluvio-glacial and alluvial deposits.

A shallow waterbody was actually present at Valle Giumentina during some periods, but it was short-lived, and subaerial exposure of the sediments was dominant, as attested by their geochemical and sedimentological characteristics (isotopic composition, oxidation and pedogenic features) and by the poor preservation of organic matter along the succession. The whole “lacustrine” succession was previously correlated to the Riss glacial, upon the typological characteristics of the stone tool industries, which were attributed to the Clactonian culture.

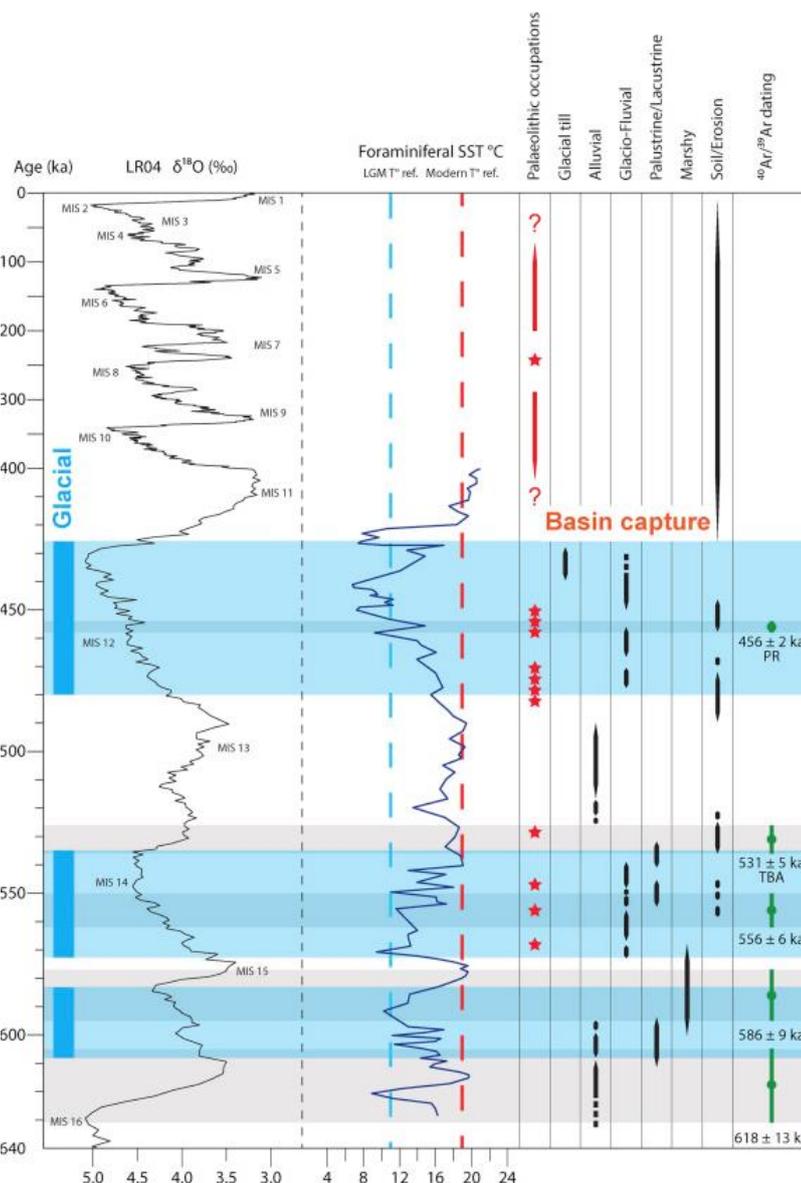


Figure 3-17. 10 : Synthesis of the environmental change and human occupation history at Valle Giumentina. The possible correlations with the palaeoclimatic marine records from ODP 975 (Pierre et al., 1999; Gironé et al., 2013) and from LR04 stack (Lisiecki and Raymo, 2005), are also shown. Note that the temporal scale between 400 ka and present is contracted.

Biomarker studies and sedimentological analysis carried out in this study, highlight that the stratigraphic succession corresponds to two complete interglacial-glacial cycles, correlated to MIS 15 to 12 (Fig. 3-17. 2). Consequently, the Valle Giumentina succession is at least 200 ka older than previously estimated, and the site must be shifted into an older phase of the European Lower Palaeolithic. This new attribution affects deeply the study and interpretation of the archaeological succession, and allows a direct comparison between VG and the main European Lower Palaeolithic sites. What is the qualitative and quantitative informative potential of this archaeological archive? What features distinguish it from the contemporaneous European sites? In answering these questions, we must compare VG to selected sites with specific characteristics, i.e. the number of the *in situ* archaeological levels, the occurrence of reliable lithic assemblages, and a clear and well-constrained chronostratigraphic framework (Tableau 3-3. 2). Only 15 European sites of the about 200 ka MIS 16-MIS 12 interval show these characteristics. Most of these (11 sites) are open-air sites, largely situated in fluvial/alluvial depositional environments (8 sites). Their distribution over the European continent is extremely heterogeneous, with some areas showing high density of sites, and others lacking any evidence. Unfortunately, Valle Giumentina does not contribute in filling this geographical gap, because it is located in Central-Southern Italy, where there are several archaeological sites (Fig. 3-17. 11).

In the majority of cases the archaeological successions correspond to one glacial-interglacial cycle (Table 3-3. 2). Only Valle Giumentina and Caune de l'Arago successions record two complete cycles, i.e. MIS 14-12 and MIS 15/14 to 12 respectively (Fig. 3-17. 12). Within this time span, the sites with the highest number of archaeological levels are Valle Giumentina (11 levels), Cagny-la-Garenne (9 levels), Caune de l'Arago (12 levels) and Notarchirico (11 levels) (Table 3-3. 2). However, the occupations levels of Cagny and Notarchirico correspond to only one isotopic stage, to MIS 12 and to MIS 16 respectively (Fig. 3-17. 12). The distribution is similar to Valle Giumentina only at Caune de l'Arago, where the human occupations span the whole MIS 15/14 and MIS 12 period. The best-represented isotopic stage in European archaeological sites is MIS 12 (Fig. 3-17. 12). These data may indicate a more intense human occupation during this phase, and/or a better preservation of the MIS 12 deposits compared to the older ones. Valle Giumentina confirms this general trend, as 6 of the 11 archaeological layers are correlated to MIS 12. However, it should be kept in mind that these data result from

two small-size archaeological excavation areas situated in a site spreading over 1 km², which has revealed only part of its informative potential. Archaeological excavations are still in progress and may modify these results. Considering the thickness of all the other archaeological successions, Valle Giumentina is by far the thickest one (Table 3-3. 2), and its 11 archaeological level spreading through a 30 m-thick succession represent an extremely high-resolution record, unique in the European Lower Palaeolithic. Furthermore, the archaeological levels of Valle Giumentina are all clearly identified and separated by sterile layers, differently from many other sites - mostly caves - where several levels are superimposed, often in palimpsests, and where it is difficult to interpret the succession of human occupations. It is often difficult to establish a well-constrained chronological framework. No direct radiometric dating are available for some archaeological successions (High Lodge, Boxgrove and Cimitero di Atella), and their chronology is based on geological correlations and on biomarkers. In most archaeological successions, datings were carried out by different methods, the age uncertainty is often broad, and in many cases we observe inverted dates (Fig. 3-17. 12). The most precise and coherent chronological frameworks are based on ⁴⁰Ar/³⁹Ar datings (in red in Fig. 3-17. 12), and correspond to the Central-Southern Italian sites (Valle Giumentina, Isernia la Pineta, Notarchirico and Ficoncella) (Table 3-3. 2), highlighting the importance and reliability of tephra layers as chronological and stratigraphic markers. Only few human evidence are dated to this time span and, with the exception of La Sima de los Huesos and Visogliano, they all consist of isolated anatomical elements found in open-air sites similar to Valle Giumentina, such as the teeth of Isernia la Pineta and Boxgrove 5 (Fig. 3-17. 11 and Table 3-3. 2).

N	Site	Country	MIS	Radiometric dating	Thickness	Site typology	Archaeological levels (MIS 16 to 12)	Human remains	Depositional setting/ Archaeological remains	Environmental setting	References
1	Valle Giumentina	Italy	15 to 12	40Ar/39Ar 618 ± 13 ka (19 ka) (congl.), 586 ± 9 ka (11 ka) (SG3) 556 ± 6 ka (12 ka) (LN) 531 ± 5 ka (11 ka) (LAN2) 456 ± 2 ka (11 ka) (LABM)	~ 40 m	open-air	11 20-AO1, 24-LN, LBr, 30-LAN2, 33-ABF, 34-LAC2, 34-LAC1, 37-SLM, 40-LABM, 41-LDp, 42- ALB		Primary deposition, lithic and rare faunal remains	Glaciofluvial-lacustrine and alluvial sedimentation, palaeosols	Radmilli 1964; Nicoud et al., 2015, 2016; Villa et al., 2015 ;
2	High Lodge	United Kingdom	13 - onset 12 (7)	no date	~ 20 m	open-air	3 in situ: BED B2, C1, C2; reworked: D, E		Primary and secondary deposition, lithic and faunal remains	Alluvial/fluvial deposit, deformation of the succession	Ashton and Lewis 2012; West et al., 2014; Voinchet et al., 2015
3	Boxgrove	United Kingdom	13 - onset 12	no date	~ 5 m	open-air	3 in situ: 4b, 4c, 4d1; reworked: 10-9, 8-7,	x	Primary and secondary deposition, lithic and faunal remains	Marine silt (the Slindon Formation), palaeosol	Holmes et al., 2010; Ashton and Lewis 2012; Stout et al., 2014
4	Cagny-la-Garenne	France	12	ESR and US-ESR 448 ± 129 ka 443 ± 100 ka 400 ± 193 ka	~ 5 m	open-air	9 C1-G1: CA, LJ, LG, CXB, CXV; C1-G1 It: J, I4, I3, I2		Primary and secondary deposition, lithic, no faunal remains	Fluvial deposits	Bahain et al., 2007; Tuffreau et al., 2008; Moncel et al., 2015; Lamotte & Tuffreau 2016
5	Menez-Dregan	France	12 to 9 or 7	ESR 465 ± 124 ka (Layer 9); 396 ± 86 ka (Layer 6); 141 ± 30 ka (Layer 3)	~ 9 m	marine cave	2 9, 8b		Primary deposition, lithic, no faunal remains	Marine and littoral deposits	Monnier 2011; Ravon et al., in press, 2016
6	La Noira	France	16 - onset 15	ESR 655 ± 105 ka (stratum b)	~ 10 m	open-air	1 stratum a		Primary deposition, cryoturbation and solifluction phenomena, lithic, no faunal remains	Alluvial/fluvial deposits	Voinchet et al., 2010; Moncel et al., 2013; Moncel et al. 2016
7	La Grande Vallée	France	13 to 10	TL 473 ± 92 ka (Layer U5g) 410 ± 136 ka (Layer U5c) 423 ± 153 ka (Layer U5a)	~ 3 m	open-air	2 U5i, U5g		Primary deposition, cryoturbation and solifluction phenomena, lithic, no faunal remains	Gravitational agent distal accumulations and debris flows	Hérissou et al., 2012; Hérisson et al. in press
8	Atapuerca Galeria	Spain	12 and 11	US-ESR, ESR, TL & IRSL, TL 503 ± 182 ka (TG7); 422 ± 105 ka and 350 ± 363 ka (TG9); 237-269 ka (TG10c); 466 ± 74 ka and 221 ± 280 ka (GIIIa); 255 ± 50 ka, 256 ± 63 ka, 221 ± 269 ka (GIIIb)	~ 16 m	cave	3 TG7, TG8, TG9		Primary deposition, lithic and faunal remains	Gravelly elastic facies	Falguères et al., 2013; Garcia-Medrano et al., 2014; Ollé et al., in press
9	Caune de l'Arago	France	15/14 to 12	US-ESR 532 ± 203 (level P); 438 ± 59 ka (level G); 392 ± 82 ka (level F)	~ 10 m	cave	12 Q-R, Q, P, O, N, M, L, J, I, H, G, F	x	Primary deposition, post-depositional alteration lithic and faunal remains	Soils and silty sandy clays	Barsky 2013; Falguères et al., 2015; Lebreton et al., in press
10	Korolevo	Ukraine	15 to 5	TL and Magnetostratigraphy 850 ± 192 ka (VIII-VII); 650 ± 172 ka (VII-VI); 360 ± 96 ka (VI-Vc); 250 ± 76 ka (Vc-Vb); 220 ± 67 ka (Va-Vb); 150 ± 38 ka (V-IVa); 60 ± 15 ka (II-Ia)	~ 11 m	open-air	1 VI		Primary deposition, lithic	Loess deposits and palaeosols	Koulakovska et al., 2010; Rocca 2016; Nawrocki et al., 2016
11	Visogliano	Italy	13 to 10 ±	US-ESR 439 ± 111/-103 ka (45); 482 ± 190/-155ka (44); 356 ± 88/-78 ka (41); 383 ± 72/-69 ka (38); 445 ± 86/-80 ka (24); 266 ± 46/-44 ka (15); 480 ± 90/-86 k (13); 346 ± 46/-44ka (11)	~ 10 m	cave	5 41, 40, 39, 38, 37	x	Primary and secondary deposition, lithic and faunal remains	Breakdown deposits; loess or loess-like sediments; colluvia of red soils	Falguères et al., 2008; Boschian 2012
12	Ficoncella	Italy	13	40Ar/39Ar 441 ± 8 ka (18 ka) (FIC 2)	~ 20 m	open-air	1 FIC		Primary deposition, lithic and faunal remains	alluvial/ floodplain deposits	Aureli et al., 2012; Aureli et al. 2015
13	Isernia la Pineta	Italy	15 and 14	40Ar/39Ar 585 ± 1 ka (5 ka) (U4T); 586 ± 2 ka (5 ka) (3Coll); 583 ± 3 (6 ka) (3s10); 587 ± 2 (5 ka) (3s6-9)	~ 4 m	open-air	4 3c, 3a, 3510; 3a sett2	x	Primary and secondary deposition, lithic and faunal remains	Travertine deposition, lacustrine clays, alluvial sediments	Gallotti and Peretto 2015; Peretto et al., 2015
14	Notarchirico	Italy	16	40Ar/39Ar, TL, ESR 670 ± 4 ka (14 ka) (U3); 640 ± 76 ka (F) 660 ± 3 ka (14 ka) (NOT 2-1); 661 ± 4 ka (14 ka) (NOT 2-2); 657 ± 59 ka (D-E1/E); 663 ± 3 ka (13 ka) (NOT 2-6); 660 ± 3 ka (12 ka) (NOT 1-3); 652 ± 4 ka (12 ka) (NOT 1-5); 614 ± 4 ka (12 ka) (NOT 1-6)	~ 7 m	open-air	11 G, F, E, E1, D, C, B, A, A1, suba, a	x	Primary deposition, lithic and faunal remains	Fluvially emplaced sedimentary sequence	Piperno 1999; Pilleyre et al., 1999; Lefèvre et al., 2010; Pereira et al., 2015; Santagata in press
15	Cimitero di Atella	Italy	16 - onset 15	no date	~ 6 m	open-air	2 F, L		Secondary deposition ?, lithic and faunal remains	Fluvially emplaced sedimentary sequence	Borzatti von Lowenstern et al., 1997; Abruzzese et al., 2016

Tableau 3-3. 2 : Comparison between the Valle Giumentina archaeological sequence and the main European Lower Palaeolithic sites spanning the MIS 16-MIS 12 temporal interval (see Fig.12 for location).

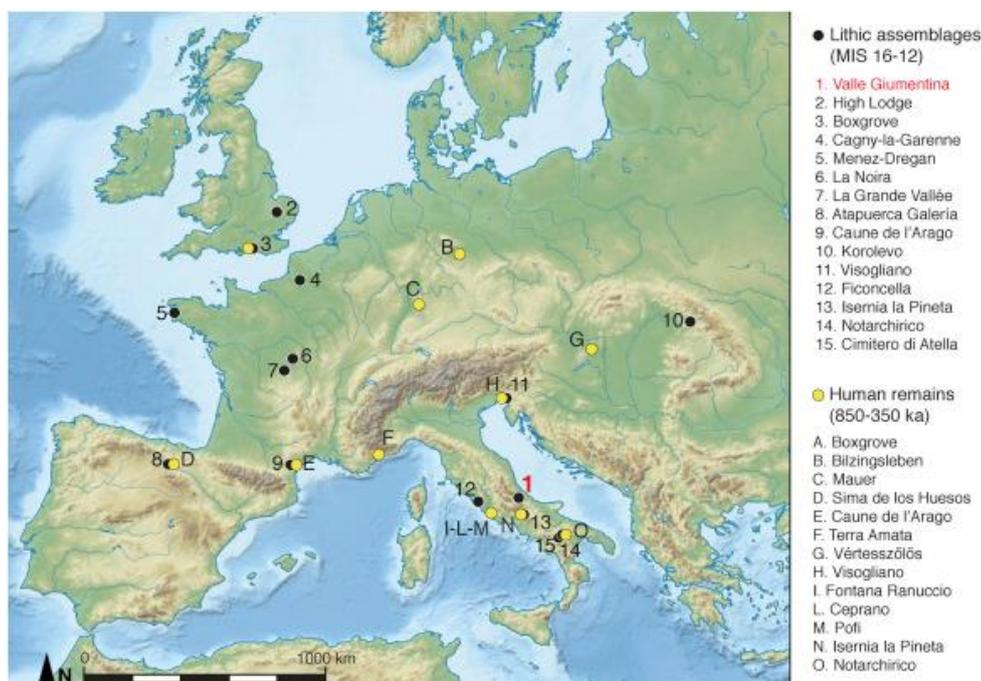


Figure 3-17. 11 : Reference map of the main European Lower Palaeolithic sites spanning the MIS 16-MIS 12 temporal interval. The sites yielding human remains dated between 850 and 350 ka are also shown.

These comparisons underline the importance of Valle Giumentina as a unique archive, where the evolution of the pre-Neanderthal human technical and behavioural skills can be reconstructed, and where their subsistence strategies can be studied in relation with climate and environmental change.

6. Concluding remarks

The integrated stratigraphic and geochronological study of the Valle Giumentina succession provided relevant multi-proxy data, which allowed to outline a well-constrained palaeoenvironmental and chronological framework for this relevant Lower Palaeolithic site, including nine stratified Palaeolithic human occupation layers.

Five $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ dating, the youngest also corroborated by consistent regional tephrochronological data, indicate that the sedimentary history recorded at Valle Giumentina started slightly before 618 ± 13 ka and ended slightly after 456 ± 2 ka, i.e. it lasted about 150 ka including two complete interglacial-glacial cycles occurred between the MIS 15 and the MIS 12.

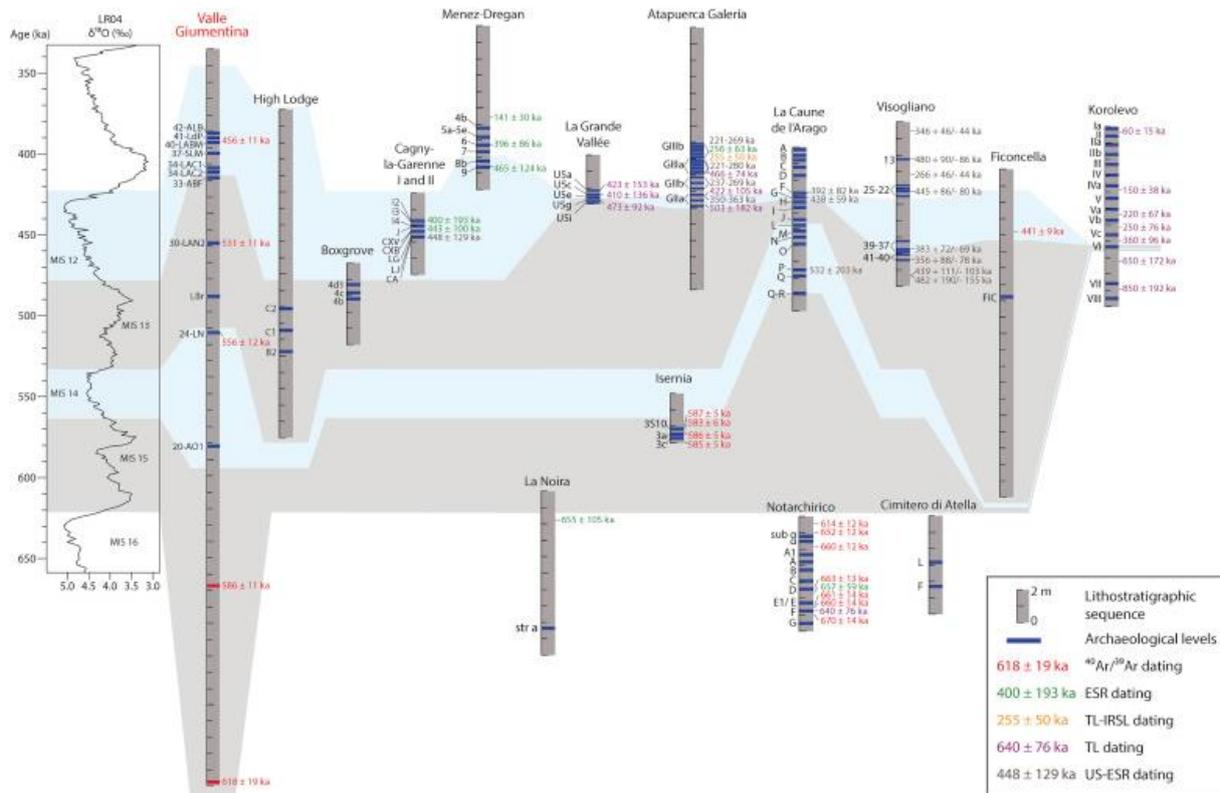


Figure 3-17. 12 : Correlations between the Valle Giumentina archaeological sequence and the main European Lower Palaeolithic sites spanning the MIS 16-MIS 12 temporal interval. All the sequences are correlated with the palaeoclimatic marine records from LR04 stack (Lisiecki and Raimo, 2005).

Concurrent lithological, geochemical and biological palaeoenvironmental proxies suggest that over these two interglacial-glacial cycles the sedimentary and pedogenic processes were strongly conditioned by climatic changes and particularly by the advancement and retreat of the mountain glaciers of the Majella massif, that during the MIS 12 glacial likely expanded significantly, possibly reaching locally the relatively low altitude of the Valle Giumentina site. Like other Central Apennine periglacial systems (e.g. Campo Felice basin) to which Valle Giumentina can be compared, and unlike most of the low-altitude lake systems of central-southern Italy, the Valle Giumentina succession records glaciofluvial-lacustrine sedimentation during glacial periods and pedogenesis and/or alluvial sedimentation during interglacials. A lesser role can be ascribed to tectonics, which affected the whole Apennine chain with a regional uplift since the second half of the Middle Pleistocene, and triggered the capture of the basin and consequently also the end of sedimentation by regressive erosion, shortly after 456 ± 2 ka.

The data provided in this paper contextualise for the first the time the results of the ongoing archaeological investigations at Valle Giumentina within a robust palaeoenvironmental and chronological framework. The implications of these results go far beyond the local archaeological interest and have the potential of making Valle Giumentina a reference succession for the European Lower Palaeolithic. In terms of methodological approach, the use of the integrated stratigraphy was vital in achieving these results. Tephrochronology, especially $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ dating, is particularly relevant in this perspective and was essential in providing the required time constraints, without which any historical-evolutionary assessments would be a mere speculative exercise

III/ La Molise

Isernia la Pineta et Guado San Nicola

Pour les sites d'Isernia la Pineta et Guado San Nicola, mes objectifs étaient de dater quatre niveaux sédimentaires pour chacun des deux gisements afin de contraindre l'âge du dépôt des restes archéologiques. Le site d'Isernia la Pineta est un gisement emblématique d'Italie associé aux débuts de l'arrivée de l'Acheuléen pour la péninsule. Localisé tout comme Guado San Nicola, dans la vallée du Volturno ce site abrite cinq niveaux archéologiques identifiés figure 3-18 (t3 c, t3 a, U 3SColl, U 3S10, U 3S6-9). L'assemblage lithique est principalement constitué d'industries de mode 1 et de quelques éclats de façonnage (Gallotti et Peretto, 2015). Il est à noter la récente découverte d'une dent humaine dans le niveau remanié de colluvions (U3 SColl, Fig. 3-18) situé stratigraphiquement au-dessus de la paléosurface archéologique t3a. Cette incisive fait d'Isernia un des rares sites à présenter un fossile humain en Europe de l'ouest plus vieux que 500 ka. Des milliers de restes paléontologiques typiques du Galérien ont été découverts sur ce gisement démontrant une importante biodiversité et des paléo-environnements variés. Pour plus d'informations sur les conditions environnementales et sur les vestiges archéologiques du site le lecteur pourra se référer au chapitre I du manuscrit et à l'article de Peretto et al., 2015 présenté en intégralité ci-dessous. La séquence du site de Guado San Nicola localisée à seulement quelques kilomètres d'Isernia la Pineta (voir Fig. 3-18) est aujourd'hui pour rappel inaccessible car le site a été rebouché. A Guado San Nicola quatre niveaux d'occupation humaine, reportés sur la stratigraphie Fig. 3-18, ont été mis en évidence (A*B, B, B*C, C). Des industries de mode 2 ont été découvertes dans chacun des niveaux archéologiques. Les paléosurfaces B, B*C et C ont également livré des industries plus élaborées attribuées au mode 3 (Peretto et al., 2015). La faune de Guado San Nicola est typique du Galérien final (unité faunique locale de Fontana Ranuccio, présence du taxon *Cerous elaphus acoronatus* Milli et al., 2008, Peretto et al., 2015).

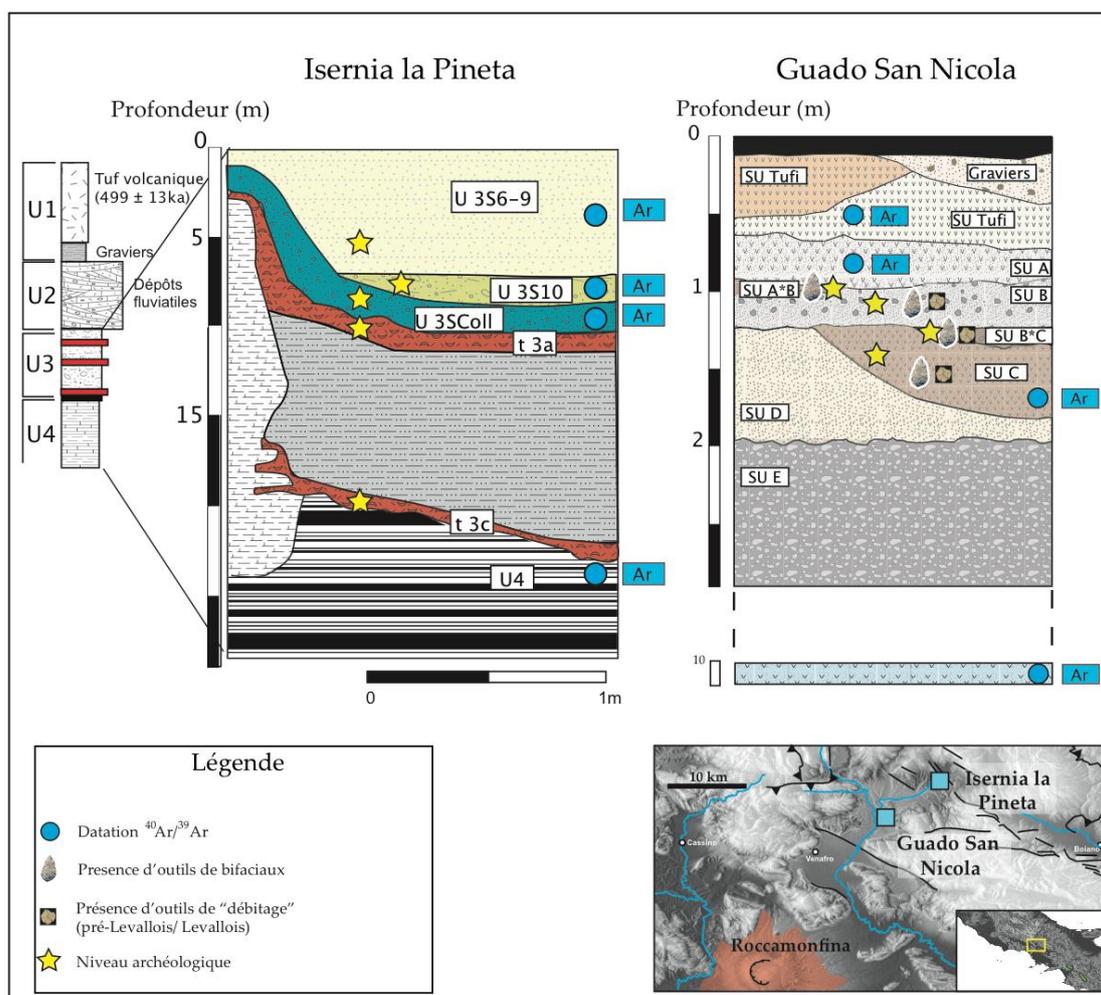


Figure 3-18: Contextes stratigraphiques d'Isernia la Pineta et Guado San Nicola. Les positions des échantillonnages effectués sont indiquées par des cercles bleus.

Les objectifs qui étaient les miens concernant la datation de ces deux gisements étaient les suivants :

- Isernia la Pineta : Les résultats $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ que j'ai obtenus pour la séquence d'Isernia la Pineta ont, en raison de la découverte de la dent humaine en 2014, été très rapidement publiés dans un article collectif paru dans la revue *Plos one* dont la rédaction fut menée par le Professeur Carlo Peretto de l'Università degli Studi di Ferrara (Italie). Ces données géochronologiques étaient en effet importantes pour clarifier l'âge de cette dent humaine et pour replacer les occupations archéologiques et les restes paléontologiques de ce gisement dans un schéma paléoenvironnemental précis. Je me suis alors occupée de la rédaction de la partie géochronologie. L'article associé publié dans *Plos One* est intégré au manuscrit ci-dessous. La revue *Plos One* étant une revue

en accès libre, le format de publication du journal a été préservé et les illustrations ont conservé leur numérotation de publication.

- Concernant le site de Guado San Nicola, l'intégralité des résultats obtenus ainsi que les implications archéologiques ont été publiées durant ma thèse au sein de l'article de Pereira et al. (2016) dans la revue *Quaternary Geochronology*. La version au format word est aussi intégrée ci-dessous.

Un article, publié par Peretto et al. (2016) et que je co-signe, décrivant plus amplement le contexte archéologique et les industries lithiques est également disponible en annexe 1-5.

<p><i>Objectifs pour Isernia la Pineta :</i></p> <ul style="list-style-type: none"> - Datation $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ des niveaux U4, U 3SColl, U 3S10, U 3S6-9. Le niveau volcanique primaire U4 donnant un âge maximum au gisement. - Affiner l'âge obtenu pour le niveau U 3SColl obtenu par Coltorti et al., 2015 (610 ± 10 ka) et par conséquent l'âge de la dent humaine récemment découverte dans ce même niveau. 	<p><i>Objectifs pour Guado San Nicola :</i></p> <ul style="list-style-type: none"> - Datation $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ des niveaux SU C, SU A, SU Tufi et du niveau volcanique prélevé en forage situé à environ 10 m de profondeur. - Contraindre ainsi chronologiquement toute la séquence de Guado San Nicola et notamment les industries de mode 3 retrouvées dans les niveaux SU B, SU B*C et SU C.
---	--

A Human Deciduous Tooth and New $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ Dating Results from the Middle Pleistocene Archaeological Site of Isernia La Pineta, Southern Italy

Carlo Peretto^{1*}, Julie Arnaud¹, Jacopo Moggi-Cecchi², Giorgio Manzi³, Sébastien Nomade⁴, Alison Pereira^{1,4,5}, Christophe Falguères⁶, Jean-Jacques Bahain⁶, Dominique Grimaud-Hervé⁶, Claudio Berto¹, Benedetto Sala¹, Giuseppe Lembo¹, Brunella Muttillo¹, Rosalia Gallotti^{7,8}, Ursula Thun Hohenstein¹, Carmela Vaccaro⁹, Mauro Coltorti¹⁰, Marta Arzarello¹

1 Dipartimento Studi Umanistici, Sezione di Scienze Preistoriche e Antropologiche, Università degli Studi di Ferrara, LT, TekneHub, Ferrara, Italy, 2 Dipartimento di Biologia, Laboratorio di Antropologia, Università di Firenze, Firenze, Italy, 3 Dipartimento di Biologia Ambientale, Sapienza Università di Roma, Rome, Italy, 4 Laboratoire des Sciences du Climat et de L'Environnement UMR 8212, IPSL-CEA-CNRS-UVSQ, Gif sur Yvette, France, 5 Ecole française de Rome, Rome, Italy, 6 UMR 7194 – Département de Préhistoire du Muséum national d'Histoire naturelle, Paris, France, 7 Dipartimento di Scienze dell'Antichità, Sapienza Università di Roma, Rome, Italy, 8 Université Bordeaux 1, UMR 5199 PACEA-PPP, Talence, France, 9 Dipartimento di Fisica e Scienze della Terra, Università degli Studi di Ferrara, Ferrara, Italy, 10 Dipartimento di Scienze Fisica, della Terra e dell'Ambiente, Siena, Italy

OPENACCESS

Citation: Peretto C, Arnaud J, Moggi-Cecchi J, Manzi G, Nomade S, Pereira A, et al. (2015) A Human Deciduous Tooth and New $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ Dating Results from the Middle Pleistocene Archaeological Site of Isernia La Pineta, Southern Italy. PLoS ONE 10(10): e0140091. doi:10.1371/journal.pone.0140091

Editor: Axel K Schmitt, University of California Los Angeles, UNITED STATES

Received: June 24, 2015 Accepted: September 22 2015 Published: October 12, 2015

Copyright: © 2015 Peretto et al. This is an open access article distributed under the terms of the [Creative Commons Attribution License](https://creativecommons.org/licenses/by/4.0/), which permits unrestricted use, distribution, and reproduction in any medium, provided the original author and source are credited.

Data Availability Statement: All relevant data are within the paper and its Supporting Information files.

Funding: The field mission of the French team for the dating sample has been funded by the GALILEO project.

Competing Interests: The authors have declared that no competing interests exist.

Abstract

Isernia La Pineta (south-central Italy, Molise) is one of the most important archaeological localities of the Middle Pleistocene in Western Europe. It is an extensive open-air site with abundant lithic industry and faunal remains distributed across four stratified archaeological surfaces that have been found in two sectors of the excavation (3c, 3a, 3s10 in sect. I; 3a in sect. II). The prehistoric attendance was close to a wet environment, with a series of small waterfalls and lakes associated to calcareous tufa deposits. An isolated human deciduous incisor (labelled IS42) was discovered in 2014 within the archaeological level 3 coll (overlying layer 3a) that, according to new $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ measurements, is dated to about 583–561 ka, i.e. to the end of marine isotope stage (MIS) 15. Thus, the tooth is currently the oldest human fossil specimen in Italy; it is an important addition to the scanty European fossil record of the Middle Pleistocene, being associated with a lithic assemblage of local raw materials (flint and limestone) characterized by the absence of handaxes and reduction strategies primarily aimed at the production of small/medium-sized flakes. The faunal assemblage is dominated by ungulates often bearing cut marks. Combining chronology with the archaeological evidence, Isernia La Pineta exhibits a delay in the appearance of handaxes with respect to other European Palaeolithic sites of the Middle Pleistocene. Interestingly, this observation matches the persistence of archaic morphological features shown by the human calvarium from the Middle Pleistocene site of Ceprano, not far from Isernia

Introduction

The Isernia La Pineta site (south-central Italy, Molise) is an extensive open-air archaeological site of the Lower Palaeolithic. The abundant lithic assemblage and faunal remains are distributed across four archaeosurfaces and two sectors (3c, 3a, 3s10 in sect. I, 3a in sect. II). Abundant lithic industries and faunal remains were recovered associated with the human tooth. The faunal assemblage, characteristic of the Middle Galerian, is represented by *Bison schoetensacki*, *Palaeoloxodon antiquus*, *Stephanorhinus hundsheimensis*, *Hippopotamus* cf. *antiquus*, *Prerogaceros solilhacus*, *Cervus elaphus* cf. *acoronatus*, *Dama* cf. *roberti*, *Capreolus* sp., *Sus scrofa*, *Hemitragus* cf. *bonali*. Carnivores are documented only by *Ursus deningeri*, *Panthera pardus* and *Panthera leo fossilis* [1-4]. The intensive and systematic exploitation of herbivore carcasses as a food supply is shown by numerous cut marks and intentional fresh bones fractures [5,6]. The faunal assemblage has been attributed to the Early Toringian by the presence of the small mammals *Arvicola mosbachensis*, *Sorex* aff. *runtonensis*, *Pliomys episcopalis* and *Microtus* (*Terricola*) *arvalidens* [2-4]. The climate during the human occupation was probably more arid and cooler than at present and the environment was characterized by an arboreal steppe [7].

The lithic production found in layer 3 coll is characterized by the exploitation of two local raw materials: flint and limestone. The flint tablets were reduced by direct and bipolar percussion. The *chaines opératoires* are mainly short, as a consequence of the small size of the raw material, and the cores indicate unipolar, multidirectional and centripetal (cf. discoid) exploitation. Bipolar percussion on an anvil was used for the reduction of flint tablets of low quality, characterized by many fractures. The flakes do not have standardized shapes but are generally thick, short and often overflowing. Modification of the cutting edges was adopted mainly for the manufacture of sidescrapers and denticulates.

The local limestone cobbles were exploited mainly for debitage and rarely for shaping. The debitage reduction sequences were aimed at obtaining flakes (with larger dimensions than the ones on flint) by the exploitation of one to three striking platforms by means of a unipolar method. Shaping is evident for flat cobbles in which a functional edge was created by the removal of some flakes. Isernia La Pineta seems to be slightly younger than the earliest diffusion of the Acheulean technology in Western Europe, which has been so far recorded at La Noira (Central France) and Notarchirico (Southern Italy), both dated around 700 ka [8,9]. Between 700 to 500 ka, we see the co-existence of sites with [8,10,11] and without [12-14] handaxes in Western Europe. However, all those sites have a common debitage substratum and a similar strategy of raw material supply. This dichotomy could be related to several natural/cultural factors (environment, site function, raw material availability, etc.) or to different hominin species [15-19]. In this paper, we describe the first human specimen discovered at this site: a deciduous incisor, which was found in 2014 within the layer 3 coll (Unit 3). It represents at present the oldest hominin of the Italian fossil record [20].

Geological Settings

Isernia La Pineta is located in south-central Italy (Isernia, Molise) at 457 m above sea level, along the left side of the Cavaliere Stream, in the middle upper part of the Volturno River basin. It has been discovered in the fluvio-lacustrine sedimentary series of "Le Piane basins" during road construction works in 1978 (Fig 1) [21-23]. "Le Piane basins" is a sub-basin within the larger system of extensional intra-montane tectonic basins of Isernia called Carpino-Le Piane Basins Fault System (CLPBFS, [24]). The tectonic activity that generated the Isernia depression is still active and controls

the intense seismicity of the area [25,26]. Various eruptions occurred concomitantly with the deposition of the fluvio-lacustrine successions. The volcanic components of fluvio-lacustrine sedimentary series in Southern Apennines are mainly associated with the plinian and ultraplinian eruptions of Roccamonfina and Vulture volcanoes.

The filling of the basin is characterized by four major unconformity bounded stratigraphic units (UBSUs) that deposited during the Pleistocene and Holocene [22,23,27,28] and which are arranged in three terraced fluvial deposits located at progressive elevation on the valley floor (Fig 1). The oldest UBSU (Early to Middle Pleistocene) is made of ca. 60 m thick gravels, silt and clays covered by calcareous tufa up to 20 m in thickness. The successive UBSU (Middle Pleistocene) includes sands, gravels and silts containing a number of coarse grained tephra (pumice) layers that out-crop extensively to the south west of Isernia [29].

In the Isernia town area the calcareous tufa crops out without the following sedimentary cover (Fig 1) but moving eastward, in the Isernia la Pineta area, they are covered by sands and gravels. The top depositional surface of the tufa and that of the alluvial deposits (UBSU 1 and 2) are located almost at the same elevation and were named “main filling” [22,23], or “main unit” [27,28]. The youngest UBSU corresponds to a terrace framed between the Holocene floodplain and the older UBSU and is attributed to the Late Pleistocene [27–29] (Fig 1). Alluvial fans coming from the lateral valleys locally covered the oldest UBSU and laterally correlate with the Late Pleistocene terrace.

The archaeological layers at Isernia La Pineta were discovered at ca. 4 m below the surface inside the older UBSU buried under sediments belonging to the Middle Pleistocene UNSU and represent the most complete sequence recognized in the area for these two units [22,30,31]. From the base to the top of the sedimentological sequence, five sedimentary units were recognized (Fig 2).

Units 5 and 4 both belong to the upper part of the oldest UBSU. Clayey lacustrine layers characterize Unit 5. Unit 4 is a phytoclastic and (to a minor extent) phytostromatic and phytothermal calcareous tufa deposited by a fresh water river. At the top of Unit 4, below the oldest occupation layer (t. 3c), a primary pyroclastic fall, here named U4T, including white weathered pumice (up to 1 cm in diameter) containing transparent sanidines, clinopyroxenes (Cpx) and biotites is found. The mineral composition is in accordance with products of shoshonitic and basaltic andesites affinities.

Units 3 and 2 of Isernia la Pineta belong to the second UBSU [23]. Unit 3 is composed of sands and thin layers of gravels deposited by ephemeral rivers and is subdivided into three sedimentary sub-Units (U3A, U3E, U3F see Fig 2). Sands are very rich in reworked volcanic material including sanidines and clinopyroxenes (Fig 2). An $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ age of 610 ± 10 ka (2σ) was obtained on these reworked sanidines in the

3coll layer by Coltorti et al. [23]. Unit 2 is made of gravels with thin layers of sands deposited by ephemeral streams (Fig 2). The top of Unit 2 corresponds to a deeply weathered palaeosol (S2) (Fig 2). Finally, Unit 1 is a colluvium sequence, including a pyroclastic fall dated by $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ at 499 ± 13 ka [23] (2σ) and weathered at the top by a palaeosol (S1) (Fig 2).

Four archaeosurfaces (3c, 3a, 3s10 sect. I, 3a sect. II) have been identified and excavated in the last 35 years. The oldest occupation layer (3c) lies at the top of calcareous tufa and is buried under a thin layer of mixed phytostromatic tufa and clay sediments. It is thus contemporaneous with Unit 4 [23] while in previous studies, it was erroneously assigned to Unit 3. The white pumice layer described above was sampled just inside the calcareous tufa below this archaeological surface (Fig 2).

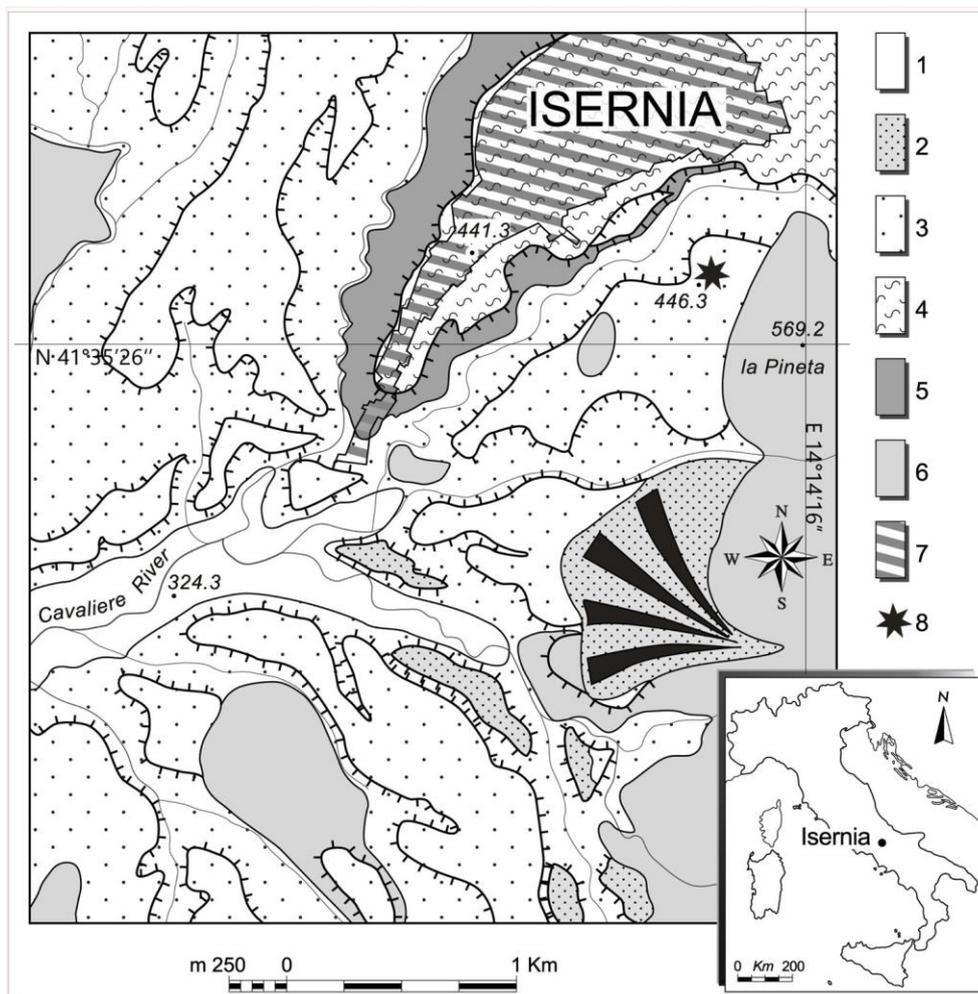


Fig 1. Geographical position of the Isernia La Pineta site. 1, Sandy, gravelly and silty alluvial deposits (Holocene); 2, Sandy, gravelly and silty alluvial deposits (Late Pleistocene); 3, Sandy, gravelly and silt with intercalated pyroclastic layers (Middle Pleistocene); 4, calcareous tufa (Early Middle Pleistocene); 5, silts and clays (Early Pleistocene); 6, bedrock; 7: urbanized area; 8, Isernia la Pineta archaeological site;

In order to obtain a more precise chronology of the deposition sedimentary

sequence, we dated single sanidine crystals using $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ laser fusion method [32]. The $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ method has been widely used in the last 25 years to provide an important radioisotopic control of human evolution because of its applicability to a period from an unlimited age to a few millenia. The single grain method provides assurance against the possibility that volcanic effluents could be contaminated with older minerals [33].

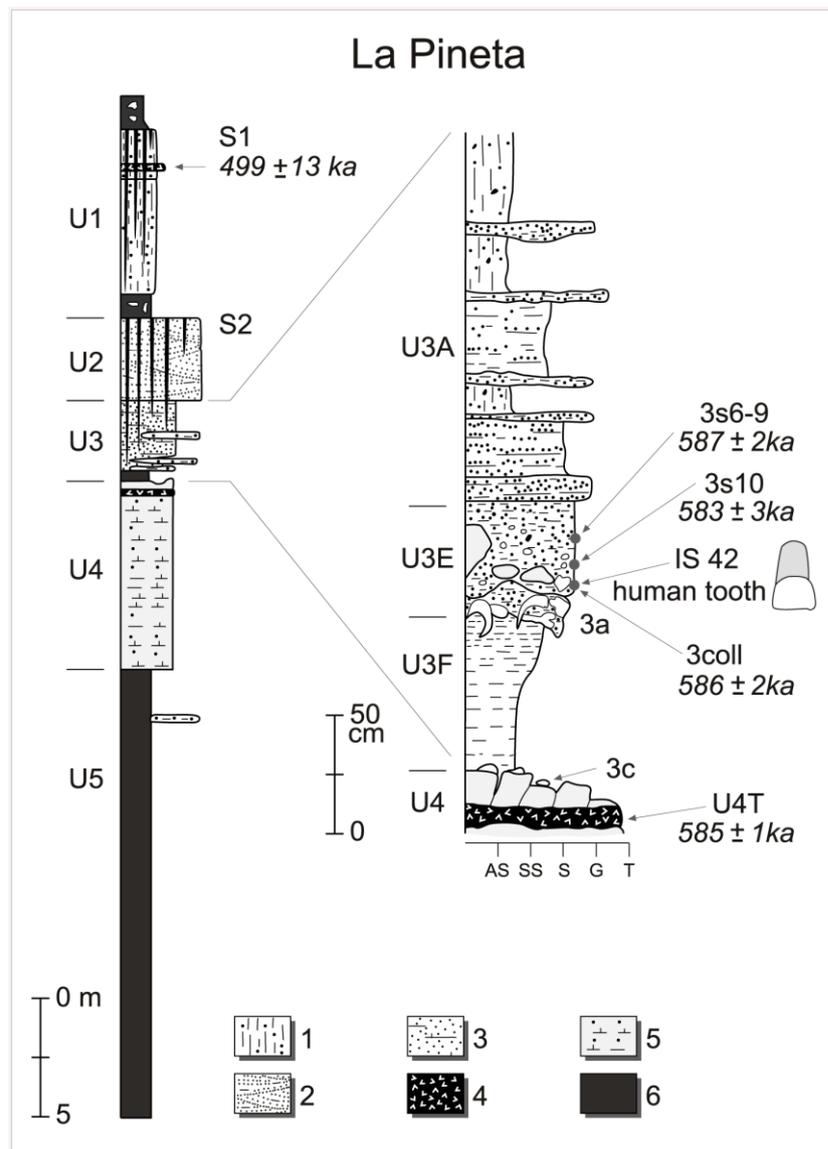


Fig 2. Stratigraphy of Isernia la Pineta site. On the left is shown the general stratigraphy of Isernia la Pineta characterized by 5 main Units (U1 to 5) and 2 buried palaeosols (S1 and 2). On the right, details on the stratigraphy of Unit 3 that contains various sedimentological layers (U3A, U3E, U3F) including two major archaeological layers (3a and 3c). Bold italic ages ($^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ single crystal) are the ones obtained in this study. 1: colluvial deposits; 2: sands and gravels; 3: sands rich in reworked volcanic material and thin layers of gravels; 4: pyroclastic deposits; 5, calcareous tufa; 6: silts and clays. In the left column; AS, silts and clays; SS, silts and fine sands; S, medium to coarse sands; G, gravels; T, calcareous tufa;

This method has recently allowed a better chronological approach to Italian fossil

human remains [34]. The sanidines were extracted from both the tephra layer U4T and reworked Unit 3 volcanic material from layers 3coll, 3s10 and 3s6-9 located above the archaeosurface 3a (U3E, Fig 2). The youngest crystal population determined by $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ will correspond to the age of the volcanic eruption and by extension to the age of the sedimentary layer when the dated material is a primary fall deposit (*eg.* U4T). When the deposit corresponds to a reworked volcanic sedimentary layer, the age of the youngest crystal population will correspond to the youngest eruption reworked (*eg.* units 3coll, 3s10 and 3s6-9) and in such area where numerous eruptive events are known, to the last eruption recorded before the sediment deposition.

Methods

The systematic excavations in Isernia la Pineta are carried out by the University of Ferrara since the beginning with the authorization of the *Direzione Regionale per i Beni Culturali del Molise* and of the Italian Ministry of Culture. The archaeological material from Isernia la Pineta is conserved in the Museo Nazionale del Paleolitico (Isernia, Molise). The human remain has been labelled IS42 and is preserved for studies at the University of Ferrara, Department of Humanities (C.so Ercole I° d'Este, 32-Ferrara).

Microtomography

Micro-CT data were obtained on the tooth with a Skyscan 1172 scanner using an X-ray tube voltage of 100 kV, a current intensity of 100 μA , an aluminium/copper filter and an exposure of 590 ms. The volume was reconstructed with an isometric voxel size of 9.11 μm . Segmentation of the micro-CT images was performed semi-automatically with manual corrections by Avizo 7.0.0 (Visualization Sciences Group Inc.)

Morphological Description

The descriptive terminology and protocol follows Moggi-Cecchi et al. [35]. Non-metric traits were described using the Arizona State University Dental Anthropology System (ASU-DAS [35]) which, although devised for permanent teeth, allows for comparison with recent descriptions of other fossil hominin deciduous teeth (*eg.* [36,37]). Incisal wear was scored following Molnar [38]. Root resorption was recorded following Moorrees et al. [39]. Similarly, age at death was assessed combining different observations on tooth formation, root resorption and dental eruption [39,40].

Metric Comparisons

Standard dimensions of the tooth were recorded with a digital calliper, i.e. the bucco-

lingual diameter (BL); mesio-distal diameter (MD) corrected for interproximal attrition following Wood and Abbott [41] and the preserved crown height. These measurements were then compared with data from the literature dealing with Middle Pleistocene hominins (MPH), Neanderthals and modern humans [36,37,42–44]. Individual values from IS42 were referred to averages and standard deviations of the comparative samples with computed Z-scores.

Additional measurements were collected from the micro-CT images, such as the dimensions of small enamel hypoplasia pits, BL diameter of dentine exposure, dimension of the interproximal contact facets (IF) and dimensions of the root canal. The enamel thickness was measured on the buccal, lingual, mesial, and distal sides of the crown, at mid-crown. In detail, three virtual planes, parallel to one another, were defined: at the incisal edge, at the cervix on the lingual face and at halfway between the two.

The third plane computed, corresponding to an hypothetical mid-crown plane (e.g. the wear stage being advanced, the crown is incomplete) was used for the estimation of the enamel thickness.

Unfortunately, comparative data available in the literature for MPH deciduous incisors are limited. Thus, the data obtained cannot be considered indicative of rather thin or thick enamel.

⁴⁰Ar/³⁹Ar dating

Pristine sanidine crystals ranging from 1 mm to up to 2 mm in size were extracted after crushing and sieving of the pumice extracted from the tephra layer from the upper part of U4. We also picked free sanidine crystals found in 3coll, 3s10 and 3s6–9 units (fluvial units). All crystals were transparent and free of inclusions and were handpicked under a binocular microscope.

All selected crystals were slightly leached for 5 minutes in a 7% HF acid solution. After leaching, 30 crystals were handpicked for each sedimentary level as well as for the pumice layer and separately loaded in aluminium disks. The samples were irradiated for 30 minutes (IRR

66) for the pumice layer (U4T) and 60 minutes (IRR 83) for units 3coll, 3s10 and 3s6–9 in the $\beta 1$ tube of the OSIRIS reactor (CEA Saclay, France). Argon isotopes were analysed using a VG5400 mass spectrometer equipped with a single ion counter (Balzers SEV 217 SEN) following procedures outlined in Nomade et al. [32]. Each Ar isotope measurement consisted of 20 cycles of peak switching of the argon isotopes. Neutron fluence (J) was monitored by co-irradiation of Alder Creek Sanidine (ACs-2 [45]) placed in the same pit as the sample.

J values were determined from analyses of three ACs-2 single grains for each sample. We report ages relative to the ACs age of 1.193 Ma [45] and the decay constants of Steiger and Jäger [46]. Several proposed calibrations of the $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ chronometer are currently in use, yielding ages that vary by

~2% in the time range of the M-B reversal [47–50]. However, this implied difference in calibrated age is about 12 ka and thus identical, within uncertainty, with the reported age.

The precision and accuracy of the mass discrimination correction was monitored by daily measurements of air argon at various pressures (see full experimental description [32]).

Nucleogenic production ratios used to correct for reactor-produced Ar isotopes from K and Ca are given in S1 Table.

Results and Discussion

Morphology and Morphometry of IS42

The tooth labelled IS42 is a well-preserved human specimen (Fig 3), including the crown and some 4 mm of the largely resorbed root. Incisal wear has exposed a large strip of dentine on the flat horizontal incisal edge (BL width 1.4 mm along the midline) corresponding to the 4th wear stage [38]. A tiny flake of enamel is missing from the incisal edge of the lingual face, near the distal corner. It is probable that this flake was detached post mortem, given the sharpness of its edges, while a larger flake of enamel that is missing from the incisal edge of the labial face shows a smoothed border, suggesting an ante-mortem loss due to functional wear. There is a small (inciso-cervical [IC] 1.1 mm / bucco-lingual [BL] 1.0 mm) and rounded mesial IF, which encroaches upon the incisal edge. The distal facet is also small and rounded (IC 1.2 mm / BL 0.9 mm), some 0.7 mm below the incisal edge and lingually placed. Localised encrustations are evident on the mesial face, extending both on the crown and the root in the area of the cervix.

The labial face has an almost straight IC profile, but with a marked MD convexity, distally skewed, corresponding to grade 3 of “labial convexity” in the ASU-DAS system. The outline is asymmetrical, with the mesial shoulder more angulated and the distal more rounded. On the lingual face the slight cervical eminence is symmetrical, corresponding to grade 1 of “*tuberculum dentale*” in the ASU-DAS system. Both the mesial and distal marginal crests are weakly developed, with the distal more marked. A weak mesial sulcus and distal sulcus can also be observed adjacent to the respective marginal crests. No “shovelling” is evident (grade 0 ASU-DAS).

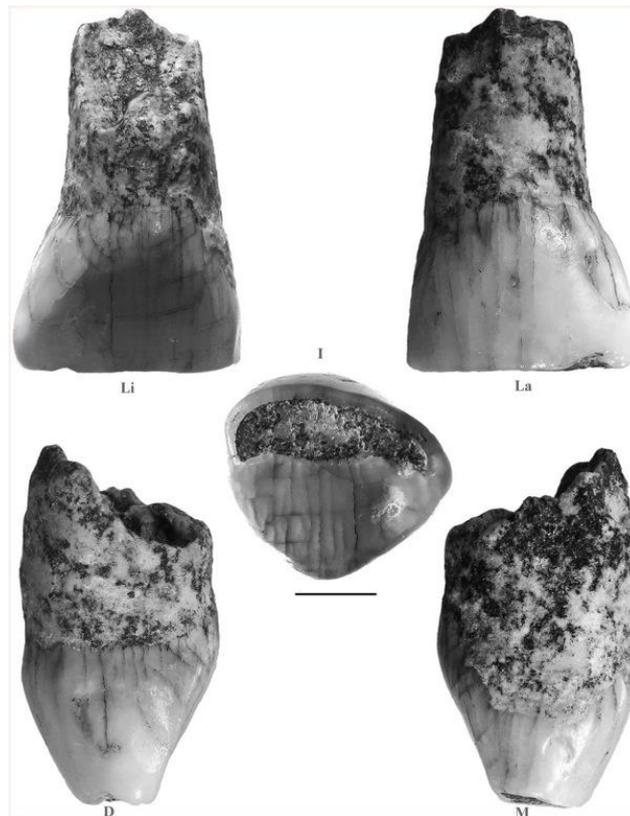


Fig 3. Isernia La Pineta deciduous incisor (IS42). Li: lingual; La: labial; I: incisal; D: distal; M: mesial. Scale bar 2 mm.

Enamel defects in the form of pits of different size are observed on the labial and mesial face; the largest is located on the distal edge of the labial face (IC 1.5 mm and MD 1.0 mm). The root is straight, oval in cross section, with a slight MD compression. The morphology of the exposed surface indicates a resorption process. The root is longer labially (4.8 mm) than lingually (2.5 mm) and the stage of resorption is slightly more than Res1/2 [39]. The root canal is small: 1.3 mm MD and 1.1mm LL. Micro-CT images show that the enamel thickness at half of the preserved crown height is 0.29 mm on the labial face, 0.22 mm on the lingual face, 0.32 mm on the distal face and 0.15 mm on the mesial face. At the same level, the dentine is 3.55 mm LL and 5.32 mm MD. Given its general features, IS42 is a deciduous incisor and, most probably (see also below), a deciduous maxillary left lateral incisor (di^2), although it is not possible to exclude it might be regarded as either a maxillary left central incisor (di^1) or a mandibular right lateral incisor (di_2).

Therefore, in comparing IS42 with other recent and fossil hominin specimens, we considered data on both di^1 , di^2 and di_2 , as available in the literature.

Table 1 shows the non-metric traits examined (labial convexity, shovel shape, *tuberculum dentale*) and their degree of expression in IS42, compared with data on other specimens. However, to the best of our knowledge, comparative data in the literature using the ASU-DAS standard are only those for dental traits of di^1 [37,38],

whereas no consistent data on both di^2 and di_2 are available. These comparisons suggest marked differences with Neanderthals as far as the shovel shape and *tuberculum dentale* are considered; it is known, however, that Neanderthal deciduous incisors show a larger variability in terms of trait expressions than permanent incisors [51]. Nevertheless, IS42 is also different from Middle Pleistocene hominins (MPH), showing absence of shovel shape and a minimum degree of *tuberculum dentale*, while the degree of labial convexity is largely variable in MPH (as well as among Neanderthals and early modern humans).

As for dental metric data, Table 2 reports the BL and MD diameters of IS42 compared with measurements taken on di^1 , di^2 and di_2 of other European fossil hominins [36,42–44]; descriptive statistics (including Z score values) are reported for some different groups: MPH, Neanderthals and modern humans, either of the Upper Palaeolithic or recent. Comparative data for MPH are available only for di^1 dimensions. The Z-scores values of both BL and MD diameters of IS42 shows that the tooth from Isernia La Pineta falls within one standard deviation only for some dimensions of both di^1 and di_2 , the closest affinities being with the Neanderthal di_2 variability. Higher Z-score values for both BL and MD occur, among fossil hominins, when comparing IS 42 with Neanderthals di^2 , EUP di^1 and Neanderthals di^1 .

New Chronological Constraints

$^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ single crystal laser fusion was applied to sanidines from four different levels including

the one extracted from juvenile pumice found in U4T directly below the archaeosurface 3c and the reworked ones extracted from pumice clasts from three sedimentary layers belonging to U3E (3coll, 3s10 and 3s6-9). Full analytical details for individual crystals from each level are given in the Supporting Information. In fig 2 we present the results as probability diagrams [33].

The youngest homogeneous population of sanidine crystals was calculated when the weighted mean age of these crystals has the following statistical characteristics: Mean Square Weighted Deviation (MSWD) < 1.5, Probability of fit > 0.1.

The probability diagram obtained for the crystals from the U4T tephra layer is simple, dominated by primary crystals (Fig 4) allowing us to calculate a precise weighted mean age of 586 ± 1 ka (1σ analytical uncertainty, $J = 0.00035760 \pm 0.00000122$). The absence of xenocrystal contamination reinforces the primary character of this layer. This age is interpreted as the age of deposition of the pumice as well as Unit 4.

As expected, probability diagrams obtained for sanidine crystals coming from the fluvial levels (U3E, layers 3coll, 3s10 and 3s6-9) show a wide range of ages between 709 and 576 ka and multimodal probability diagrams (Fig 4). The ages of 583 ± 2 ka ($J = 0.00042480 \pm 0.00000093$), 583 ± 3 ka ($J = 0.00041880 \pm 0.00000188$) and

587 ± 2 ka ($J = 0.00041630 \pm 0.00000129$) obtained for the youngest sanidine populations for layers 3 coll, 3s10 and 3s6-9 respectively (Fig 4) are identical within uncertainty with the age of the U4T tephra.

Table 1. Non-metric morphological traits (ASU-DAS system [35]) of IS42 compared with other European specimens (di¹).

IS42	ASU UI/1 labial convexity 3	ASU UI/1 Shovel shape 0	ASUUI1 <i>tuberculum dentale</i> 1
MPH ^a			
Terra Amata	-	-	3
Arago 23	3	5	3
Arago 58	2	1	0
Arago 80	3	5	3
Arago 92	3	5	3
Orgnac 7	3	3	2
Orgnac 8	1	-	-
Lazaret II	3	3	3
Lazaret V	1	1	0
Lazaret XI	0	1	0
N			
Fumane 4 ^b	3	-	-
Le Portel 24 ^a	2	3	2
Le Portel 28 ^a	2	3	2
Pi8tel 28 2 ^a	3	3	2
Manie 1 ^a	2	3	2
Schoepflin 46 ^a	3	3	2
EUP ^a			
Grotte du Renne 27	3	3	2
Grotte du Renne 32	2	-	2
Grotte du Renne 36	2	1	0

^a [36]

^b [37]

MPH = Middle Pleistocene hominins; N = Neanderthals; EUP = modern Europeans of the Upper Palaeolithic.

doi:10.1371/journal.pone.0140091.t001

These results suggest that these sanidines represent reworked material from the primary underlying tephra layer U4T in Unit 4. These youngest homogeneous populations of crystals are interpreted as the last source of volcanic material reworked in each fluvial layer. The very high analytical precision provided for each dated sanidine crystal in the fluvial layers we investigated demonstrates that the age of 610 ± 10 ka suggested by Coltorti et al. [23] was slightly overestimated because of unrecognized older crystals included in the weighted mean age calculation. These measurements were performed on single grains and on populations of two to five crystals with a VG 3600 spectrometer equipped with an Faraday cup detector. The facts that previous data were not done solely on single crystal and that the detector used was less sensitive than our ion counter probably explain why the population at

610 ka seemed homogeneous at the time.

Conclusions

IS42 Attribution and Taxonomy

We identified the new fossil tooth from Isernia La Pineta as a human deciduous incisor because of the single root, partly resorbed, and a MD diameter elongated in the incisal margin of the crown. In addition, the marked MD convexity of the labial face and the asymmetric profile of the crown, distally skewed in incisal view suggest that the tooth is a deciduous left maxillary incisor.

It is more difficult to ascertain whether the specimen is a central or lateral maxillary incisor. Features that point towards an attribution as di^1 include MD diameter larger than crown height (reconstructed), position of the mesial and distal interproximal contact facets and relatively marked development of the *tuberculum dentale*.

At the same time, the asymmetrical outline in labial view, the marked distal skewing and the small dimensions suggest an attribution as di^2 . By contrast, the comparative analysis of dental dimensions, with reference samples attributed to di^1 , di^2 and di_2 , suggests affinities also with a deciduous mandibular lateral incisor. However, the lack of a consistent comparative sample belonging to MPH hominin, particularly for both di^2 and di_2 , prevents any clear identification based on morphometric data only. We believe that the combined evidence points towards an attribution to the di^2 tooth class, although both the other alternatives (di^1 and di_2) cannot be completely ruled out, given that the comparative data set is largely composed of human groups other than MPH, that is Neanderthals and modern humans.

Table 2. Dental dimensions of IS42 compared with other European hominin samples.

IS42		BL		MD		5	
		4.71					
		di ¹		di ²		di ₂	
		BL	MD	BL	MD	BL	MD
MPH	<i>m</i>	5.34	7.34	-	-	-	-
	<i>s</i>	0.7	0.69	-	-	-	-
	<i>n</i>	8	10	-	-	-	-
	<i>Z score</i>	-0.9	-2.43	-	-	-	-
N	<i>m</i>	6.13	7.69	5.43	6.09	4.85	5.44
	<i>s</i>	0.35	0.36	0.39	0.27	0.25	0.52
	<i>n</i>	23	23	11	7	15	16
	<i>Z score</i>	-4.06	-5.64	-1.85	-1.59	-0.56	0.42
EUP	<i>m</i>	5.42	7.2	5.12	-	4.58	5.11
	<i>s</i>	0.35	0.52	0.23	-	0.3	0.32
	<i>n</i>	18	19	5	-	18	16
	<i>Z score</i>	-2.03	-2.96	-1.78	-	0.43	1.72
RMH	<i>m</i>	4.87	6.24	4.69	5.02	4.14	4.5
	<i>s</i>	0.35	0.46	0.35	0.29	0.37	0.47
	<i>n</i>	47	47	37	30	62	63
	<i>Z score</i>	-0.46	-1.26	0.06	2.21	1.54	2.47

.66

MPH = Middle Pleistocene hominins; N = Neanderthals; EUP = European Upper Palaeolithic modern humans; RMH = recent modern humans (*m*: mean,

s: standard deviation, *n*: sample size; IS42 *Z scores* with respect to dimensions of each OTU are also reported) [36,42–44].

doi:10.1371/journal.pone.0140091.t002

We suggest a di² attribution mostly based on morphological observations, which include, as mentioned above, the asymmetrical outline, the marked distal skewing, the convexity of the labial face (usually lacking in deciduous mandibular lateral incisors), the lack of a flattening of the crown in the BL direction (usually present in deciduous mandibular lateral incisors).

Given this interpretation, the degree of root resorption (Res ½) point to an age of 5–7 years according to modern human standards [39,40]. The relatively extended portion of root still preserved might suggest that the tooth was still in the mouth; in this event, the reconstructed age would correspond to the age at death of the individual.

A firm taxonomic identification of IS42 is not possible at present, given the paucity of comparative samples and the variability observed among MPH as well as within the Neanderthals. Given the emerging variegated pattern of hominin evolution during the Middle Pleistocene in Europe [52–55], the most conservative option is attributing the tooth to an undetermined species of the genus *Homo*, i.e. to *Homosp.* (cf. *heidelbergensis*).

About the Age of the Three Layers Bearing the Archaeological Remains

From a climatostratigraphic point of view, the calcareous tufa found in Unit 4 is associated with fresh water bodies and mostly forested slopes usually deposited during interglacials or, more rarely, during interstadials, while the subsequent sands and gravels (ca Unit 2) reveal the onset of cold conditions with bare slopes affected by gelifraction processes [23].

The age of 586 ± 1 ka obtained for U4T can be considered as a maximum age of the archaeological layers found in Unit 3. As the sedimentological observations suggest that Unit 4 was deposited during a warm stage (interglacial or interstadial) and thanks to the new $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ ages, it can be concluded that Unit 4 was deposited during interglacial MIS15 (Fig 5). The age of U4T fits well with the cluster of prevailing phonolithic eruptions recognized in the Vallo di Diano lacustrine succession [56].

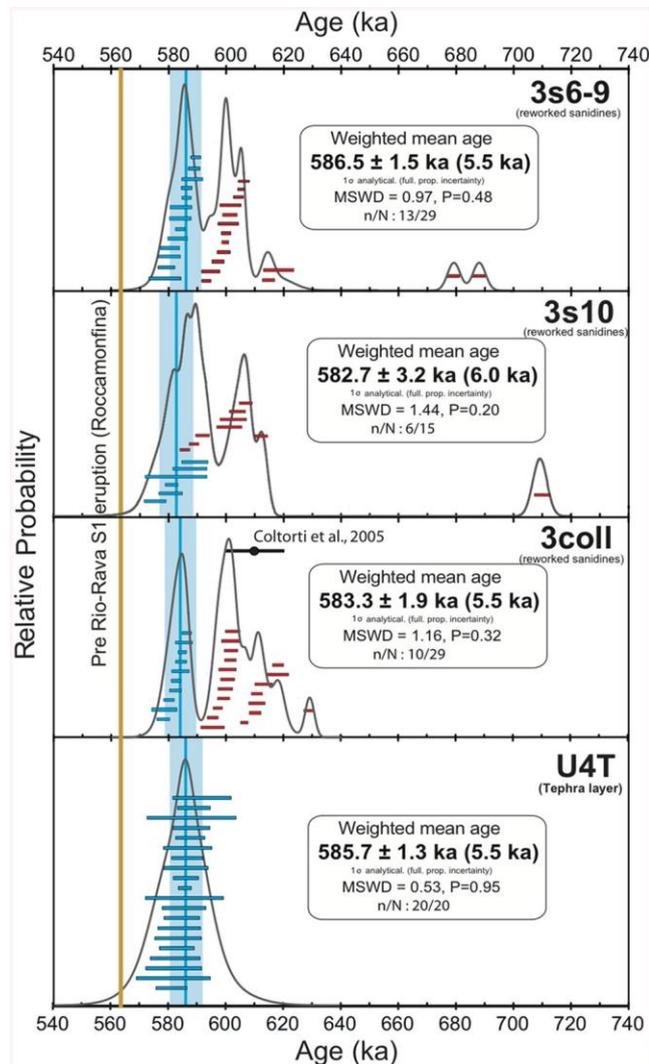


Fig 4. Probability diagrams for the four dated units at the Isernia La Pineta archaeological site. Error bars for individual measurements are reported at 1σ confidence level. Weighted mean ages are relative to ACS-2 at 1.194 Ma and given at 1σ analytical (fully propagated uncertainty). For comparison we report the age given in Coltorti et al. [23] for unit 3 coll. The pre-Rio Rava S1 eruption age (brown line) is estimated according to Giaccio et al. [57] and constitutes the terminus *post quem* age of the Isernia La Pineta site;

This group of eruptions spans the various MIS 15 substages [56] (Fig 5). During this time period both Roccamonfina and Monte Vulture volcanoes were high-explosively active. Due to the large grain sizes of pumice (up to 2 mm) and phenocrystals a relatively proximal source of tephra U4T is proposed. Roccamonfina stratovolcano is the closest volcanic source and in a favourable wind position to the Isernia basin (35 km South- West of Isernia la Pineta) compared to the Monte Vulture volcano, which is located 130 km towards the North-West. A further evidence for Roccamonfina as a source volcano is the mineralogical assemblage of U4T that indicates a phonolitic affinity (sanidine, clinopyroxene, biotite) with a lack in leucite crystals, which are common in the Monte Vulture tephras. [57].

Unfortunately, the U4T tephra is slightly weathered and the volcanic glass is transformed into clays, which made the chemical analysis for further detailed characterisation and identification of this tephra layer currently impossible. The oldest exposed products of Roccamonfina stratovolcano have an age of about 560 ka [57]. However, Peccerillo [58] stated that *"tephra recovered from the nearby areas have shown a somewhat older age of about 580 ka, which most probably represents the beginning of the volcanic activity at Roccamonfina"*. The age of Unit 3 is more complex to estimate; however we suggest that the age of the level 3 coll, where the human remain was found, and of the four archaeological levels to be at the transition between interglacial MIS 15 and glacial MIS 14, more precisely between 583 ka (Unit 4 deposition age) and ca. 561 ka, at the beginning of the full glacial MIS 14 (Fig 5) for the following reasons: 1) Unit 3 was deposited at the onset of cold conditions as demonstrated by Coltorti et al. [23];

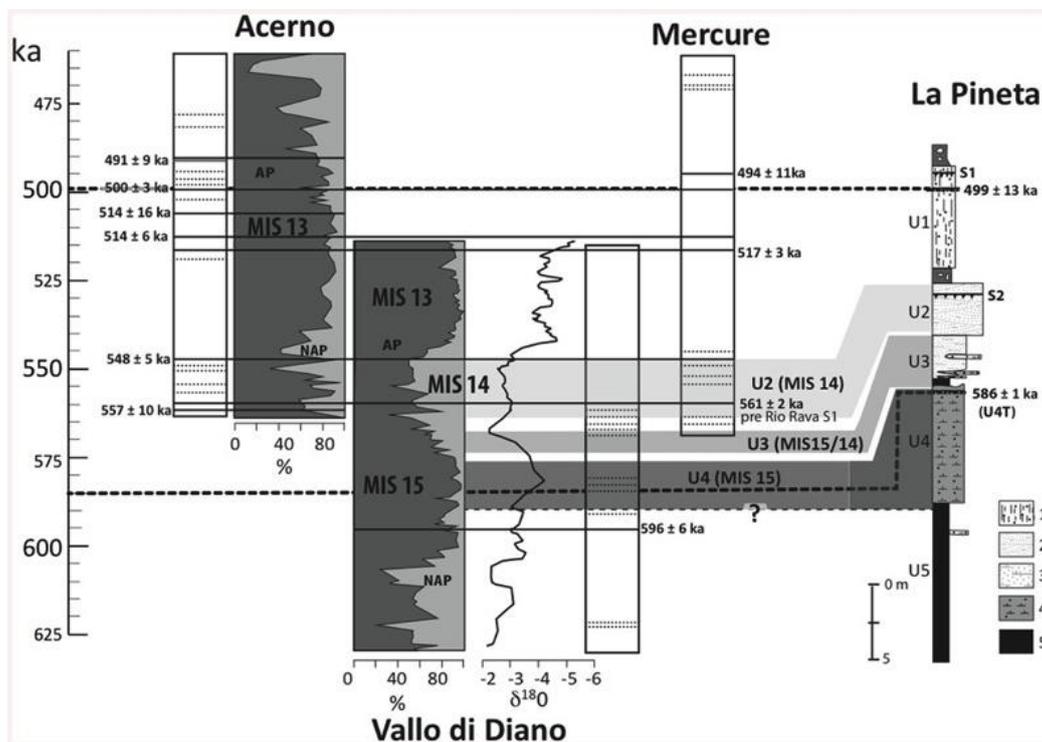


Fig 5. La Pineta stratigraphy and ages are compared to the well-known tephr stratigraphy and palaeoenvironmental records of three Southern Apennines basins (Acerno, Vallo di Diano, Mercure). Black lines are for ash layers dated by $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$, dash lines for recognized ash layers but not dated. Bold dash lines are the ages obtained for the primary volcanic deposit (U4T) at Isernia la Pineta site from this study and in Unit 2 [23]. Southern Apennines data are from Kamer et al., 1999; Giaccio et al., 2014; Petrosino et al., 2014 [56,57,62]. All $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ ages are recalculated according to the same standard ACS-2 at 1.193 Ma [45].

2) small and large mammals assemblage, in particular the presence of *Arvicola mosbachensis* with archaic characters [3,59]; 3) this same assemblage point towards more arid and cooler conditions than at present with an arboreal steppe [2,3]; 4) $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ ages obtained in the Unit 1's pyroclastic fall (499 ± 13 ka; [23]) 5 m above the archaeological levels indicate that the upper part of the basin was deposited during the next interglacial MIS 13 (Fig 5); 5) the absence of sanidine grains younger than 576 ka in the analysed populations ($n = 73$) extracted from three layers bearing the archaeological remains within Unit 3 suggests that the deposition of these layers predates several known eruptions of the early activity of the Roccamonfina such as the pre-Rio Rava eruption (~ 561 ka; [57]). The pre-Rio Rava eruption is an important regional marker as this eruption is synchronous with the onset of the full cold stage 14 in several Apennines basins (*ca.* Acerno, Mercure; see Giaccio et al. [57] and Fig 5).

Therefore the human occupations found within Unit 3 occurred at the transition between an interglacial/interstadial to Glacial/Stadial (Fig 5) (*ca.* MIS15/MIS14). It is worth mentioning the fact that the level 3coll is a fluvatile reworked deposit and it might be possible that the human tooth comes from the archaeological layer t 3a just below. Between both the levels UT4 and 3coll lies a large sterile silty-clay layer (1 m thick) and thus the tooth cannot be older than this layer. This observation has no impact on the age of the tooth we proposed above.

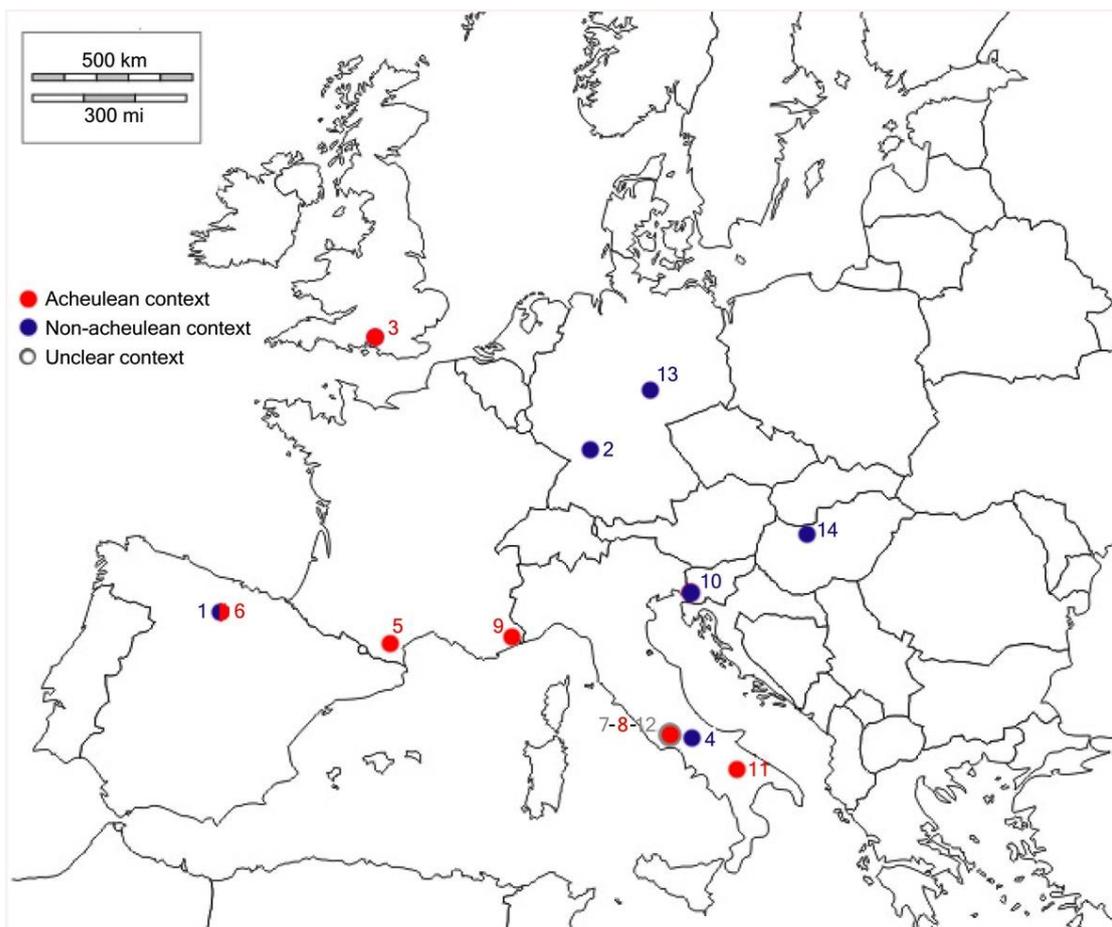


Fig 6. European sites with human remains dated to ca. 800 to 350 ka VS. the presence or absence of Acheulean context. 1. Gran Dolina TD6 [63–65]; 2. Mauer [18,66–68]; 3. Boxgrove [13,69–71]; 4. Isernia La Pineta; 5. Caune de l’Arago [10,72]; 6. Sima de los Huesos [73–76]; 7. Ceprano [60,61]; 8. Fontana Ranuccio[77,78]; 9. Terra Amata [36,79,80]; 10. Visogliano [81–83]; 11. Venosa–Notarchirico [9,84]; 12. Pofi [85,86]; 13. Bilzingsleben [87,88]; 14. Vértesszőlős [89,90].

doi:10.1371/journal.pone.0140091.g006

Final Remarks

Combining the new chronological data with the archaeological evidence collected at Isernia La Pineta, we note that this site of the end of MIS 15 is characterized by the absence of handaxes, pivotal elements that occur in most of the other European archaeological sites of the Middle Pleistocene (Fig 6).

Looking at the human fossil record of the same time slab, a large variability is observed in the morphology of the human fossil specimens, with persistence of archaic features such as those displayed by the calvarium from the nearby site of Ceprano [60,61]. These observations and the archaeological evidence of Isernia La Pineta may suggest the occurrence of ecological “refugia” in south-central Italy until at least MIS 11.

The new human fossil tooth from Isernia La Pineta represents a small but significant addition to the very limited human fossil record in the Middle Pleistocene. It also provides further evidence of the morphological variability displayed by MPH. It may be thus regarded in the framework of such a complex scenario (e.g., [53]) as a deciduous incisors belonged to a child of about 5–7 years that shared only some features with the polymorphic variability of *Homo cf. heidelbergensis* known so far.

Acknowledgments

For the micro-CT data acquisition, the technical assistance of Dr. Francesca Loglio is acknowledged. We thank also the anonymous reviewers for their useful comments. We thank A.D. for the answer.

References

- Breda M, Peretto C, Thun Hohenstein U. The deer from the early Middle Pleistocene site of Isernia la Pineta (Molise, Italy): revised identifications and new remains from the last 15 years of excavation. *Geol J*. 2015; 50: 290–305. doi: 10.1002/gj.2646
- Sala B. La fauna del giacimento di Isernia la Pineta. Nota preliminare. Isernia la PINETA, un Accampamento più Antico di 700000 anni, Catalogo della Mostra. Calderini: 1983. pp. 71–79.
- Sala B. Gli animali del giacimento di Isernia La Pineta. In: Peretto C, editor. I reperti paleontologici del giacimento paleolitico di Isernia La Pineta, l’Uomo e l’ambiente. Istituto Regionale per gli Studi Storici del Molise “Cuoco V.” Cosmo Iannone Editore: Isernia; 1996. pp. 25–49.
- Sala B. Le nuove specie rinvenute a La Pineta. In: Peretto C, Minelli A, editors. Preistoria in Molise Gli Insediamenti del Territorio di Isernia. Aracne Edi. Roma: Collana Ricerche 3. Centro Europeo di Ricerche Preistoriche; 2006. pp. 36–38.
- Alhaique F, Biscconti M, Bietti A, Castiglioni E, Cilli C, Fasani L, et al. Animal resources and subsistence strategies. *Coll Antropol*. 2004; 28: 23–40. PMID: 15636063
- Thun Hohenstein U, Di Nucci A, Moigne A-M. Mode de vie à Isernia La Pineta (Molise, Italie). Stratégie d’exploitation du Bison *schoetensacki* par les groupes humains au Paléolithique inférieur. *Anthropologie*. 2009; 113: 96–110.
- Peretto C. Isernia La Pineta. Isernia: Cosmo Iannone Editore; 2013.
- Moncel M-H, Desprée J, Voinchet P, Tissoux H, Moreno D, Bahain J-J, et al. Early evidence of Acheulean settlement in northwestern Europe—the Noira site, a 700,000 year-old occupation in the center of France. *PLoS One*. 2013; 8: e75529. doi: 10.1371/journal.pone.0075529 PMID: 24278105
- Lefèvre D, Raynal J-P, Vernet G, Kieffer G, Piperno M. Tephro-stratigraphy and the age of ancient Southern Italian Acheulean settlements: The sites of Loreto and Notarchirico (Venosa, Basilicata, Italy). *Quat Int Hum Expans Eurasia Favouring Limiting Factors*. 2010; 223–224: 360–368.
- Barsky D, de Lumley H. Early European Mode 2 and the stone industry from the Caune de l’Arago’s archeostratigraphical levels “P.” *Quat Int Hum Expans Eurasia Favouring Limiting Factors*. 2010; 223–224: 71–86.
- Piperno M. Notarchirico. Un sito del Pleistocene medio iniziale nel Bacino di Venosa. Museo Pigo. Piperno M, editor. Roma: Edizioni Osanna; 1999
- Carbonell E, García-Antón MD, Mallol C, Mosquera M, Ollé A, Rodríguez XP, et al. The TD6 level lithic industry from Gran Dolina, Atapuerca (Burgos, Spain): production and use. *J Hum Evol*. 1999; 37: 653–93. doi: 10.1006/jhev.1999.0336 PMID: 10497003
- Parfitt SA, Barendrecht RW, Breda M, Candy I, Collins MJ, Coope GR, et al. The earliest record of human activity in northern Europe. *Nature*. 2005; 438: 1008–1012. doi: 10.1038/nature04227 PMID: 16355223
- Parfitt SA, Ashton NM, Lewis SG, Abel RL, Coope GR, Field MH, et al. Early Pleistocene human occupation at the edge of the boreal zone in Europe. *Nature*. 2010; 466: 229–33. doi: 10.1038/nature09117 PMID: 20613840
- Carbonell E, Bermúdez de Castro JM, Arsuaga JL, Allue E, Bastir M, Benito A, et al. An Early Pleistocene hominin mandible from Atapuerca-TD6, Spain. *PNAS*. 2005; 102: 5674–5678. PMID: 15824320
- Carbonell E, Bermúdez de Castro JM, Pares J, Perez-Gonzalez A, Cuenca-Bescos G, Ollé A, et al. The first hominin of Europe. *Nature*. 2008; 452: 465–470. doi: 10.1038/nature06815 PMID: 18368116
- Manzi G. Human Evolution at the Matuyama-Brunhes boundary. *Evol Anthropol*. 2004; 13: 11–24. doi: 10.1002/evan.10127
- Mounier A, Marchal F, Condemi S. Is *Homo heidelbergensis* a distinct species? New insight on the Mauer mandible. *J Hum Evol*. 2009; 56: 219–246. doi: 10.1016/j.jhev.2008.12.006 PMID: 19249816
- Manzi G. The Earliest Diffusion of the Genus *Homo* Toward Asia and Europe : a Brief Overview. In: Tobias PV., Raath MA, Moggi-Cecchi J, Doyle GA, editors. *Humanity from African naissance to coming millennia*. Firenze/Johannesburg: Firenze University

- Press/Witwatersrand University Press.; 1997. pp.117–124.
20. Manzi G. On the trail of the genus *Homo* between archaic and derived morphologies. *JASs*. 2012; 90: 1–18.
 21. Coltorti M, Cremaschi M. Depositi quaternari e movimenti neotettonici nella conca di Isernia. Contributi conclusivi alla realizzazione della carta neotettonica d'Italia. Roma: P.F.G., Sottoprogetto Neotettonica, CNR; 1981. pp. 173–188.
 22. Coltorti M, Cremaschi M, Delitalia MC, Esu D, Fornaseri M, McPherron A, et al. Reversed magnetic polarity at an early Lower Palaeolithic site in central Italy. *Nature*. 1982; 300: 173–176.
 23. Coltorti M, Féraud G, Marzoli A, Ton-That T, Voinchet P, Bahain J-J, et al. New $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$, stratigraphic and palaeoclimatic data on the Isernia la Pineta Lower Palaeolithic site, Molise, Italy. *Quat Int*. 2005; 113: 11–22.
 24. Di Bucci D, Naso G, Corrado S, Villa IM. Growth, interaction and seismogenic potential of coupled active normal faults (Isernia Basin, central-southern Italy). *Terra Nov*. 2005; 17: 44–55. doi: 10.1111/j. 1365-3121.2004.00582.x
 25. Di Bucci D, Corrado S, Naso G. Active faults at the boundary between Central and Southern Apennines (Isernia, Italy). *Tectonophysics*. 2002; 359: 47–63. doi: 10.1016/S0040-1951(02)00414-6
 26. Chiarabba C, Jovane L, DiStefano R. A new view of Italian seismicity using 20 years of instrumental recordings. *Tectonophysics*. 2005; 395: 251–268. doi: 10.1016/j.tecto.2004.09.013
 27. Brancaccio L, Cinque A, Di Crescenzo G, Santangelo N, Scarciglia F. Alcune osservazioni sulla tettonica quaternaria nell'alta valle del F. Volturno (Molise). *Quat*. 1997; 10: 321–328.
 28. Brancaccio L, Di Crescenzo G, Roskopf C, Santangelo N, Scarciglia F. Carta geologica dei depositi quaternari e carta geomorfologica dell'alta valle del F. Volturno (Molise). *Note illustrative. Ital J Quat Sci*. 2000; 13: 81–94.
 29. Coltorti M, Pieruccini P. Guado San Nicola Acheulean site: preliminary remarks on the litho-, morpho- and pedo-stratigraphical setting. In: Muttillio B, Lembo G, Peretto C, editors. *L'insediamento a bifacciali di Guado San Nicola, Monteroduni, Molise, Italia. Annali dell'Università degli Studi di Ferrara*; 2014. pp. 13–24.
 30. Shao Q, Bahain J-J, Falguères C, Peretto C, Arzarello M, Minelli A, et al. New ESR/U-series data for the early Middle Pleistocene site of Isernia la Pineta, Italy. *Radiat Meas*. 2011; 49: 847–852.
 31. Longo L, Peretto C, Sozzi M, Vannucci S. Artefacts, outils ou supports épuisés? Une nouvelle approche pour l'étude des industries du paléolithique ancien: Le cas d'Isernia La Pineta (Molise, Italie Centrale). *Anthropologie*. 1997; 101: 579–596.
 32. Nomade S, Gauthier A, Guillou H, Pastre J-F. $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ temporal framework for the Alleret maar lacustrine sequence (French Massif-Central): Volcanological and paleoclimatic implications. *Quat Geochronol*. 2010; 5: 20–27. doi: 10.1016/j.quageo.2009.07.001
 33. Deino A, Potts R. Single crystal $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ dating of the Olorgesailie formation, southern Kenya Rift. *J Geophys Res*. 1990; 95.
 34. Nomade S, Muttoni G, Guillou H, Robin E, Scardia G. First $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ age of the Ceprano man (central Italy). *Quat Geochronol*. 2011; 6: 453–457. doi: 10.1016/j.quageo.2011.03.008
 35. Turner CG, Nichol CR, Scott GR. Scoring procedures for key morphological traits of the permanent dentition: the Arizona State University Dental Anthropology System. In: Kelley M, Larsen C, editors. *Advances in Dental Anthropology*. Wiley-Liss. New-York: Wiley-Liss; 1991. pp. 13–31. De Lumley M-A, Jourdan L, Valensi P, Fauquembergue E, Garrigue N, Magnaldi B, et al. Une dent déciduale humaine sur le site acheuléen de Terra Amata. In: de Lumley H, editor. *Terra Amata, Nice, Alpes-Maritimes, France, Tome II*. CNRS. Paris; 2009. pp. 475–482.
 36. Benazzi S, Bailey SE, Peresani M, Mannino MA, Romandini M, Richards MP, et al. Middle Paleolithic and Uluzzian human remains from Fumane Cave, Italy. *J Hum Evol*. 2014; doi: 10.1016/j.jhevol.2014. 03.001
 37. Molnar S. Human tooth wear, tooth function and cultural variability. *Am J Phys Anthropol*. 1971; 34: 175–190. PMID: 5572602
 38. Moorrees CFA. Formation and resorption of three deciduous teeth in children. *Am J Phys Anthropol*. 1963; 21: 205–213. PMID: 14110696
 39. AlQahtani SJ, Hector MP, Liversidge HM. Brief communication: The London atlas of human tooth development and eruption. *Am J Phys Anthropol*. 2010; 142: 481–90. doi: 10.1002/ajpa.21258 PMID: 20310064
 40. Wood BA, Abbott SA. Analysis of the dental morphology of Plio-pleistocene hominids. I. Mandibular molars: crown area measurements and morphological traits. *J Anat*. 1983; 136: 197–219. PMID: 6403498
 41. Crevecoeur I, Bayle P, Rougier H, Maureille B, Higham T, van der Plicht J, et al. The Spy VI child: A newly discovered Neandertal infant. *J Hum Evol*. 2010; 59: 641–656. doi: 10.1016/j.jhevol.2010.07.022 PMID: 20934740
 42. Trinkaus E, Ranov VA, Lauklin S. Middle Paleolithic human deciduous incisor from Khudji, Tajikistan. *J Hum Evol*. 2000; 38: 575–583. PMID: 10715197
 43. Liversidge HM, Molleson TI. Deciduous tooth size and morphogenetic fields in children from Christ Church, Spitalfields. *Arch Oral Biol*. 1999; 44: 7–13. PMID: 10075145
 44. Nomade S, Renne PR, Vogel N, Deino AL, Sharp WD, Becker TA, et al. Alder Creek sanidine (ACs-2): A Quaternary $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ dating standard tied to the Cobb Mountain geomagnetic event. *Chem Geol*. 2005; 218: 315–338. doi: 10.1016/j.chemgeo.2005.01.005
 45. Steiger RH, Jäger E. Subcommittee on geochronology: convention on the use of decay constants in geo- and cosmochronology. *Earth Planet Sci Lett*. 1977; 36: 359–362.
 46. Kuiper KF, Deino A, Hilgen FJ, Krijgsman W, Renne PR, Wijbrans JR. Synchronizing rock clocks of Earth history. *Science (80-)*. 2008; 320: 500–504.
 47. Renne PR, Balco G, Ludwig KR, Mundil R, Min K. Response to the comment by W.H. Schwarz et al. on "Joint determination of ^{40}K decay constants and $^{40}\text{Ar}^*/^{40}\text{K}$ for the Fish Canyon sanidine standard, and improved accuracy for $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ geochronology" by

- P.Renne R. et al. (2010). *Geochim Cosmochim Acta*. 2011;75.
48. Rivera TA, Storey M, Schmitz MD, Crowley JL. Age intercalibration of ⁴⁰Ar/³⁹Ar sanidine and chemically distinct U/Pb zircon populations from the Alder Creek Rhyolite Quaternary geochronology standard. *Chem Geol*. 2013; 345: 87–98. doi: 10.1016/j.chemgeo.2013.02.021
 49. Phillips D, Matchan EL. Ultra-high precision ⁴⁰Ar/³⁹Ar ages for Fish Canyon Tuff and Alder Creek Rhyolite sanidine: New dating standards required? *Geochim Cosmochim Acta*. 2013; 121: 229–239. doi: 10.1016/j.gca.2013.07.003
 50. Bailey SE, Hublin J. Dental remains from the Grotte du Renne at Arcy-sur-Cure (Yonne). *J Hum Evol*. 2006; 50: 485–508. PMID: 16487991
 52. Hublin JJ. The origin of Neandertals. *PNAS*. 2009; 106: 16022–16027. doi: 10.1073/pnas.0904119106 PMID: 19805257
 53. Manzi G. On the trail of the genus *Homo* between archaic and derived morphologies. *J Anthropol Sci*. 2012; 90: 99–116. doi: 10.4436/jass.90018 PMID: 23274748
 54. Stewart JR, Stringer CB. Human Evolution Out of Africa: The Role of Refugia and Climate Change. *Science (80-)*. 2012; 335: 1317–1321. doi: 10.1126/science.1215627
 51. northwestern Arsuaga JL, Martínez I, Arnold LJ, Aranburu A, Gracia-Téllez A, Sharp WD, et al. Neandertal roots: Cranial and chronological evidence from Sima de los Huesos. *Science*. 2014; 344: 1358–63. doi: 10.1126/science.1253958 PMID: 24948730
 55. Karner DB, Juvigne E, Brancaccio L, Cinque A, Russo-Ermolli E, Santangelo N, et al. A potential early middle Pleistocene tephrostratotype for the Mediterranean basin: the Vallo Di Diano, Campania, Italy. *Glob Planet Change*. 1999; 21: 1–15.
 56. Giaccio B, Galli P, Peronace E, Arienzo I, Nomade S, Cavinato GP, et al. A 560–440 ka tephra record from the Mercure Basin, southern Italy: volcanological and tephrostratigraphic implications. *J Quat Sci*. 2014; 29: 232–248.
 57. Peccerillo A. Plio-Quaternary volcanism in Italy. *Petrology, Geochemistry, Geodynamics*. Heidelberg: Springer; 2005.
 58. Masini F, Sala B. Large- and small-mammal distribution patterns and chronostratigraphic boundaries from the Late Pliocene to the Middle Pleistocene of the Italian peninsula. *Quat Int*. 2007; 160: 43–56. doi: 10.1016/j.quaint.2006.09.008
 59. Manzi G, Magri D, Milli S, Palombo MR, Margari V, Celiberti V, et al. The new chronology of the Ceprano calvarium (Italy). *J Hum Evol*. 2010; In Press.
 60. Mounier A, Condemi S, Manzi G. The Stem Species of Our Species: A Place for the Archaic Human Cranium from Ceprano, Italy. *PLoS One*. 2012; 6.
 61. Petrosino P, Jicha B, Mazzeo FC, Russo Ermolli E. A high resolution tephrochronological record of MIS 14–12 in the Southern Apennines (Acen basin Italy). *J Volcanol Geotherm Res*. 2014; 274: 34–50.
 62. Berger GW, Pérez-González A, Carbonell E, Arsuaga JL, Bermúdez de Castro J-M, Ku T-L. Luminescence chronology of cave sediments at the Atapuerca paleoanthropological site, Spain. *J Hum Evol*. 2008; 55: 300–11. doi: 10.1016/j.jhevol.2008.02.012 PMID: 18423801
 63. Falguères C, Bahain JJ, Yokoyama Y, Arsuaga JL, Bermudez de Castro JM, Carbonell E, et al. Earliest humans in Europe: the age of TD6 Gran Dolina, Atapuerca, Spain. *J Hum Evol*. 1999; 37: 343–52. doi: 10.1006/jhev.1999.0326 PMID: 10496991
 64. Carbonell E, Bermúdez De Castro JM, Arsuaga JL, Díez JC, Rosas A, Cuenca-Bescós G, et al. Lower pleistocene hominids and artifacts from Atapuerca-TD6 (Spain). *Science (80-)*. 1995; 269: 826–830.
 65. Wagner GA, Krbetschek M, Degering D, Bahain J-J, Shao Q, Falguères C, et al. Radiometric dating of the type-site for *Homo heidelbergensis* at Mauer, Germany. *PNAS*. 2010; 107: 19726–19730. doi: 10.1073/pnas.1012722107 PMID: 21041630
 66. Shao Q, Bahain J-J, Falguères C, Dolo J-M, Garcia T. A new U-uptake model for combined ESR/U-series dating of tooth enamel. *Quat Geochronol*. 2012; 10: 406–411. doi: 10.1016/j.quageo.2012.02.009
 67. Rosas A, Bermúdez De Castro JM. The Mauer mandible and the evolutionary significance of *Homo heidelbergensis*. *Geobios*. 1998; 31: 687–697.
 68. Hillson SW, Parfitt SA, Bello SM, Roberts MB, Stringer CB. Two hominin incisor teeth from the middle Pleistocene site of Boxgrove, Sussex, England. *J Hum Evol*. 2010; 59: 493–503. doi: 10.1016/j.jhevol.2010.06.004 PMID: 20828787
 69. Trinkaus E, Stringer CB, Ruff CB, Hennessy RJ, Roberts MB, Parfitt SA. Diaphyseal cross-sectional geometry of the Boxgrove 1 Middle Pleistocene human tibia. *J Hum Evol*. 1999; 37: 1–25. doi: 10.1006/jhev.1999.0295 PMID: 10375475
 70. Stout D, Apel J, Commander J, Roberts M. Late Acheulean technology and cognition at Boxgrove, UK. *J Archaeol Sci*. 2014; 41: 576–590. doi: 10.1016/j.jas.2013.10.001
 71. Lumley de H, Lumley de M. Découverte de restes humains anténéandertaliens datés du début du Riss à la caune de l’Arago (Tautavel, Pyrénées-Orientales). *Comptes Rendus l’Académie des Sci Paris*. 1971; D:1729–1742.
 72. Arnold LJ, Demuro M, Parés JM, Arsuaga JL, Aranburu A, Bermúdez de Castro JM, et al. Luminescence dating and palaeomagnetic age constraint on hominins from Sima de los Huesos, Atapuerca, Spain. *J Hum Evol*. 2014; 67: 85–107. doi: 10.1016/j.jhevol.2013.12.001 PMID: 24485349
 73. Bischoff JL, Williams RW, Rosenbauer RJ, Aranburu A, Arsuaga JL, García N, et al. High-resolution U-series dates from the Sima de los Huesos hominids yields : implications for the evolution of the early Neanderthal lineage. *J Archaeol Sci*. 2007; 34: 763–770. doi: 10.1016/j.jas.2006.08.003
 74. Carbonell E, Mosquera M, Ollé A, Rodríguez XP, Sala R, Vergès JM, et al. Les premiers comportements funéraires auraient-ils pris place à Atapuerca, il y a 350 000 ans ? *Anthropologie*. 2003; 107: 1–14. doi: 10.1016/S0003-5521(03)00002-5
 75. Martínón-Torres M, Bermúdez de Castro JM, Gómez-Robles A, Prado-Simón L, Arsuaga JL. Morphological description and comparison of the dental remains from Atapuerca-Sima de los Huesos site (Spain). *J Hum Evol*. 2012; 62: 7–58. doi: 10.1016/j.jhevol.2011.08.007 PMID: 22118969

76. Muttoni G, Scardia G, Kent VD, Swisher C, Manzi G. Pleistocene magnetostratigraphy of early hominin sites at Ceprano and Fontana Ranuccio, Italy. *Earth Planet Sci Lett.* 2009;10:101.
77. Ascenzi A, Segre AG. Artefacts and human teeth at the Fontana Ranuccio Middle Pleistocene site (central Italy). *Anthropol.* 1996; 34: 39–46.
78. Yokoyama Y, Falgueres C, Quaegebeur JP. ESR dating of quartz from quaternary sediments: First attempt. *Nucl Tracks Radiat Meas.* 1985; 10: 921–928.
79. De Lumley H. *Terra Amata Nice, Alpes-Maritimes, France—Tome I.* CNRS. Nice; 2009.
80. Falguères C, Bahain J-J, Tozzi C, Boschian G, Dolo J-M, Mercier N, et al. ESR/U-series chronology of the Lower Palaeolithic palaeoanthropological site of Visogliano, Trieste, Italy. *Quat Geochronol.* 2008; 3: 390–398. doi: 10.1016/j.quageo.2008.01.007
81. Mallegni F, Bertoldi F, Carnieri E. New Middle Pleistocene human remains from Northern Italy. *HOMO J Comp Hum Biol.* 2002; 52: 233–239. doi: 10.1078/0018-442x-00031
82. Abbazzi L, Fanfani L, Ferretti MP, Rook L, Cattani L, Masini F, et al. New human remains of archaic *Homo sapiens* and Lower Paleolithic industries from Visogliano (Duino Aurisina, Trieste, Italy). *J Archaeol Sci.* 2000;27: 1173–1186.
83. Piperno M, Mallegni F, Yokoyama Y. Decouverte d'un femur humain dans les niveaux acheuléens de Notarchirico (Venosa, Basilicata, Italie). *Comptes Rendus—Academie des Sciences, Serie II* 1990 pp.1097–1102.
84. Peretto C, La Rosa M, Liboni A, Milliken S, Sozzi M, Zarattini A. Le gisement de Quarto delle Cinfonare dans le cadre du paléolithique inférieur de l'Italie ouest-centrale. *Anthropologie.* 1997; 101: 597–615.
85. Passarello P, Palmieri A. Studio sui resti umani di tibia e di ulna provenienti da strati pleistocenici della cava Pompei di Pofi (Frosinone). *Riv di Antropol.* 1968; 55: 139–162.
86. Vlcek E, Mania D, Mania U. A new find of a Middle Pleistocene mandible from Bilzingsleben, Germany. *Naturwissenschaften.* 2000; 87: 264–265. doi: 10.1007/s001140050717 PMID: 10929289
87. Schwarcz HP, Grün R, Latham AG, Mania D, Brunnacker K. The Bilzingsleben archaeological site: New dating evidence. *Archaeometry* pp. 5–17.
88. Rocca R. Peut-on définir des aires culturelles au Paléolithique inférieur ? Originalité des premières industries lithiques en Europe centrale dans le cadre du peuplement de l'Europe. UNIVERSITE PARIS OUEST NANTERRE LA DEFENSE. 2013.
Kretzoi M, Dobosi VT. Vértesszölös, Site, Man and Culture. *Akadémiai.* Budapest; 1990.



$^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ and ESR/U-series dates for Guado San Nicola, Middle Pleistocene key site at the Lower/Middle Palaeolithic transition in Italy



Alison Pereira^{a, b, c, d, *}, Sébastien Nomade^b, Qingfeng Shao^{a, e}, Jean-Jacques Bahain^a, Marta Arzarello^c, Eric Douville^b, Christophe Falguères^a, Norbert Frank^{b, g}, Tristan Garcia^f, Giuseppe Lembo^c, Brunella Muttillio^c, Vincent Scao^b, Carlo Peretto^c

1 Département de Préhistoire du Muséum national d'Histoire naturelle, UMR 7194 du CNRS, 1 rue René Panhard, 75013 Paris, France.

2 Laboratoire des Sciences du Climat et de l'Environnement, LSCE/IPSL, CEA-CNRS-UVSQ, Université Paris-Saclay, F-91191 Gif-sur-Yvette, France.

3 Sezione di Scienze Preistoriche e Antropologiche, Dipartimento di Studi Umanistici, Università degli Studi di Ferrara, C.so Ercole d'Este I, 32, Ferrara, Italy

4 Ecole française de Rome, Piazza Farnese, IT-00186, Roma, Italy

5 College of Geographical Science, Nanjing Normal University, Nanjing 210023, China.

6 CEA, LIST, Laboratoire National Henri Becquerel, 91191 Gif-sur-Yvette Cedex, France.

7 Institute of Environmental Physics, Heidelberg University, Germany.

Abstract

The Middle Pleistocene archaeological site of Guado San Nicola was discovered in 2005 in a fossil fluvial terrace of the Volturno River, close to the village of Monteroduni, Molise, Italy. Palaeontological remains and lithic artefacts, including both handaxes and Levallois, discoid and opportunistic debitage, were recovered in fluvial and slope sediments rich in volcanoclastic materials. This site includes four distinct human occupation levels. In two of them both “shaping-façonnage” and “knapping-débitage” technologies are highlighted, placing this site at the Lower/Middle Palaeolithic transition.

In the present study, geochronological analyses by $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ on single-crystal and ESR/U-series on teeth were performed to precise the chronological framework of the occupations. The $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ data obtained securely bracket the human occupation levels at the transition between the interglacial and glacial marine isotopic stages MIS 11 (i.e. 400 ± 9 ka) and MIS 10 (i.e. 345 ± 9 ka). The weighted mean age obtained from ESR/U-series dating of six teeth (i.e. 364 ± 36 ka) is in very good agreement with the $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ results. The radio-isotopic constraints we presented place the Guado San Nicola site as one of the earliest testimonies of Levallois debitage in Western Europe and confirm the potential and accuracy of paleo-dosimetric methods to date Middle Pleistocene sites.

Keywords: $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ dating, ESR/U-series, Italy, Middle Palaeolithic transition, Levallois technologies.

1. Introduction

The Palaeolithic site of Guado San Nicola (GSN), located close to the village of Monteroduni in Molise region (Central Italy), is only 10 km south of the early Middle Pleistocene Isernia la Pineta archaeological site (Fig. 3-19) (Peretto et al., 2015). It was discovered in 2005 and has been excavated between 2008 and 2012 by a team directed by Carlo Peretto from the Università degli Studi di Ferrara. An impressive amount of archaeological remains (more than 4000 lithic artefacts and 1500 faunal remains) was hence recovered (Muttillio et al., 2014).

The palaeontological assemblage is characteristic of the final Italian Galerian stage in Lazio. It is represented by a relative low species diversity, mainly dominated by the presence of cervids remains (*Cervus elaphus acoronatus*). This assemblage is commonly associated to woodland and bushes areas (Sala et al., 2014). The presence of *Equus ferus*, a large body size horse in this geographical area suggests that the palaeontological assemblage belongs probably to the recent part of the Fontana Ranuccio faunal unit (F.U.) (Masini and Sala., 2011), thus to the end of interglacial MIS 11 (Sala et al., 2014).

The lithic tools excavated present some singularities as the combination of Mode 2 and Mode 3 industries in almost all the archaeological levels within the sequence. The presence of numerous Levallois cores and flakes is significant (see details in Peretto et al., in press) and the use of this method increases upward along the stratigraphic sequence.

From technological viewpoint, Guado San Nicola is one of the rare Italian sites that present characteristic features of the Lower/Middle Palaeolithic transitional period (Muttillio et al., 2014). Dating the Guado San Nicola site is essential to better understand the geochronological context of this cultural transition in Italy. Hereafter, we present in detail the multi-methods approach we used to date this site. The Molise region was subjected to an intense volcanic activity during the Middle Pleistocene and thus several tephra layers are found in the archaeological sequences of the region (e.g. Coltorti et al., 2005; Peretto et al., 2015). At Guado San Nicola, archaeological layers directly include volcanic pumices and minerals. The site is capped by a direct tephra fallout (Fig. 3-19. 1). The more proximal active volcano is the Roccamonfina complex located only 30 km South East of the site (Giannetti et al., 2001) (Fig.

3-19). This geological environment enables the use of the $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ on single-crystal laser fusion dating method. As previously shown in Pereira et al. (2015) for the site of Notarchirico (Basilicata), this method is particularly pertinent to date archaeological sequences including both primary volcanic falls and reworked volcanic material deposits. Thanks to the richness of the palaeontological assemblage found at Guado San Nicola, it is also possible to apply the coupled ESR/U-series method through the analyses of large mammal tooth enamel. Results obtained following this double approach will be presented and discussed in detail hereafter.

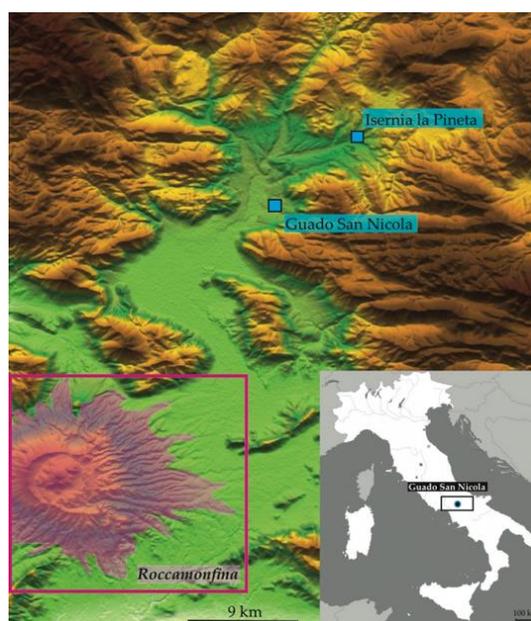


Figure 3-19 : Schematic geographical map of the Isernia basin, showing the Roccamonfina volcanic complex and the Guado San Nicola and Isernia la Pineta sites location.

2. Geological Setting

Guado San Nicola (250 m a.s.l) is located on the left bank of the Volturno River, in an ancient alluvial fan of the Lorda River, a tributary of the Volturno (Fig. 3-19). The Volturno valley is surrounded at the North by the Venafro and Mainarde mounts and at the South by the Matese Massif (Coltorti and Pieruccini, 2015). Geological and geomorphological analysis positioned Guado San Nicola within the oldest Middle Pleistocene Volturno fossil terrace identified in the valley (Coltorti and Cremaschi, 1981).

The stratigraphic sequence of the excavation site (2.5 m thick, Fig. 3-19. 1), the palaeontological and lithic assemblages for the four identified archaeological levels (in stratigraphic unit (S.U.) C, S.U. B*C, S.U. B and S.U. A) are presented in detail in Turrini et al., (2014) and Peretto et al.,

(in press) respectively. Figure 3-19. 1 summarises the different geological aspects of this sequence.

At the bottom, S.U. E (\approx 1.0 m thick layer), sterile from an archaeological viewpoint, is mainly composed of fluvial coarse gravels and sands (Turrini et al., 2014, Fig. 3-19. 1). The overlying unit S.U. D is constituted by fluvial silts, sands and clays of typical floodplain environment. Its thickness varies on the excavated area from few centimetres to fifteen centimetres (Fig. 3-19. 1). The first sedimentary unit containing archaeological remains is S.U. C (variable thickness on the excavated area), it is composed of fluvial silts sands. This level includes also a high percentage of fresh volcanic pumices (Fig. 3-19. 1). At its top, S.U. B*C (just recorded on a small area of the site, intercalated between S.U. C and S.U. B) presents a well-preserved archaeological palaeosurface overlying by the archaeological S.U. B unit (0 - 15 cm thick). S.U. B is mostly composed of sands and gravels with some volcanic elements and interpreted as the consequence of two successive local debris flows. It rests in erosive contact on S.U. C and B*C (Fig. 3-19. 1). S.U. A*B above S.U. B is a thin layer (few centimetres) only recorded on a small area. This layer is made of alluvial deposits (with darker gravelly silty sands) influenced by pedogenetic phenomena. This unit contains both lithic industries and palaeontological remains (Fig. 3-19. 1). S.U. A found on top of the two precedent units is a sandy slope deposit (earth flow) particularly rich in small pumices as well as clays and sterile from an archaeological perspective (Fig. 3-19. 1). Near the excavation area this layer is overlaid by S.U. Tufi, a primary volcanic fallout directly deposited in the Lorda River as highlighted by water circulation structures. The base of this unit (variable thickness) is white, while the superior part is darker, with a red colour, but its composition is homogeneous. Gravel slope deposits cutting S.U. Tufi and a pedological horizon end the sequence.

3. Sampling

Three samples for the $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ dating were taken directly in the site in S.U. C, S.U. A and S.U. Tufi, respectively. S.U. Tufi corresponds to a direct volcanic fallout. The primary nature of the pumices found in S.U. C and S.U. A is questionable and more probably correspond to a local reworking soon after the deposition of this material according to the freshness and angular nature of this material.

An additional $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ sample was taken from volcanic sands found in a drill core 8m below S.U. E.

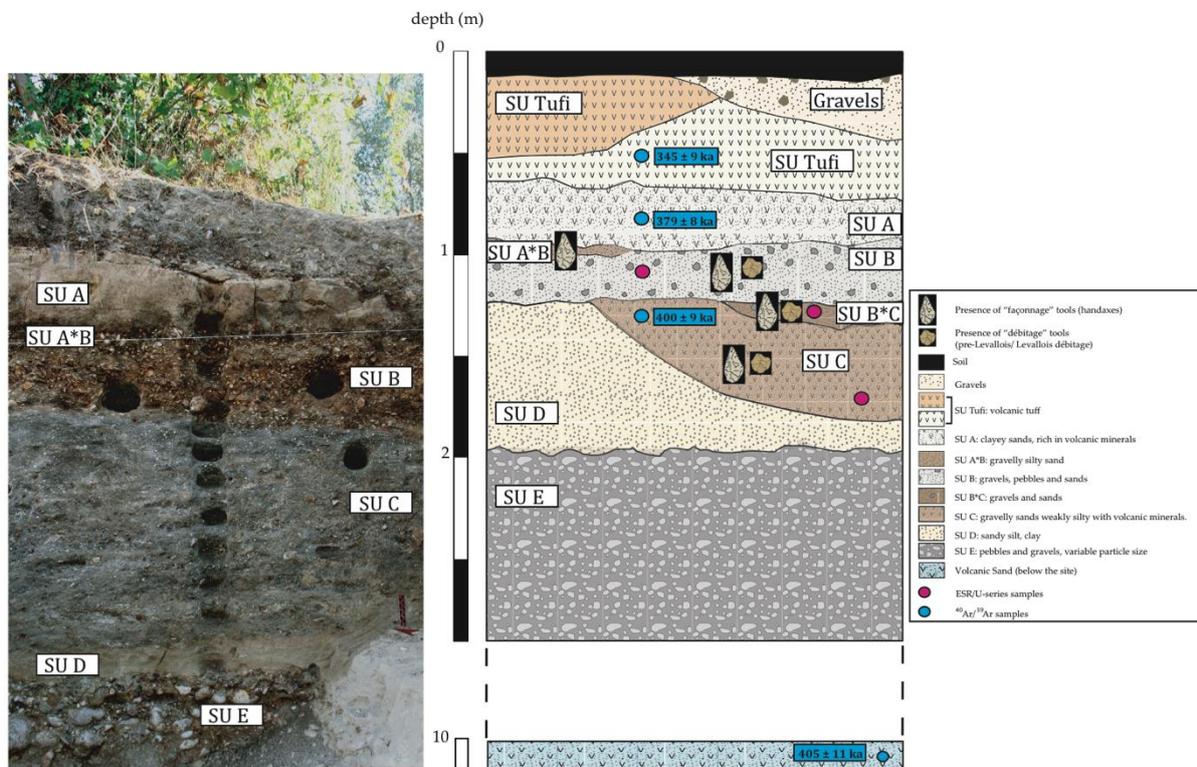


Figure 3-19. 1 : Photo and schematic stratigraphy of Guado San Nicola showing the sampling positions for the $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ and ESR/U-series methods and the archaeological deposits. The photo shows the excavation squares P11 and P12. S.U. Tuffi is present on the first sector of the archaeological site not in the second one, that's why this layer isn't represented on the photo.

For ESR/U-series analyses, six teeth (horses and rhinoceros) were sampled from collections of S.U. B (3 teeth), B*C (1 tooth) and C (2 teeth). In situ gamma-ray measurements and sediment sampling were done for the dose rate determination.

4. Material and Methods

4.1. $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$

The four samples were firstly crushed and sieved and more than thirty transparent and non-altered sanidines crystals, ranging size between 500 μm and 1 mm were handpicked under a binocular. Selected crystals were next leached with a 7 % HF acid solution to remove the possibly remaining groundmass. These potassium feldspars were then loaded in aluminium disks and irradiated in the $\beta 1$ tube of the Osiris reactor, CEA Saclay (France). Three distinct irradiations were performed (IRR 57 and 66 (60 min) for both S.U. Tuffi and Volcanic sand and

IRR 34 (90 min) for S.U. A and S.U. C). After irradiations, samples were separately transferred in a copper sample holder and put into a double vacuum Cleartran window. Crystals were next individually fused by a 25 Watt Synrad CO₂ laser (using 10 to 15 % of the nominal power). The extracted gases were purified by two GP 110 getters (ZrAl) and argon isotopes (³⁶Ar, ³⁷Ar, ³⁸Ar, ³⁹Ar, ⁴⁰Ar) were measured using a VG5400 mass spectrometer equipped with an electron multiplier Balzers 217 SEV SEN coupled to an ion counter (full analytical protocol detailed in Nomade et al., (2010)). Neutron J fluence for each sample was calculating using co-irradiated Alder Creek Sanidine (ACs-2) standard with an age of 1.194 Ma (Nomade et al., 2005) (IRR 34, $J = 0.0007580 \pm 0.0000015$; IRR 57; $J = 0.00042460 \pm 0.0000017$; IRR 66; $J = 0,00036890 \pm 0.00000369$) and the total decay constant of Steiger and Jäger (1977). Recent revisions of the standard and/or decay constants suggest values of about $\pm 1\%$ than the one we used (Kuiper et al., 2008, Renne et al., 2011, Phillips and Matchan., 2013, Rivera et al., 2013). Nevertheless, the difference in the final age for Middle Pleistocene levels dated is negligible. These ages remain within the full-propagated uncertainties (i.e. ± 4 ka). Procedural blank measurements are performed after every three unknown samples. For typical 9 min static blank, typical backgrounds are about 2.0 to 3.0×10^{-17} and 5.0 to 6.0×10^{-19} moles for ⁴⁰Ar and ³⁶Ar respectively. The precision and accuracy of the mass discrimination correction was monitored by weekly measurements of air argon of various beam sizes and was calculated relative to a ⁴⁰Ar/³⁶Ar ratio of 298.56 (Lee et al., 2006).

4.2. ESR/U-series

The teeth were analyzed according to the experimental protocol described in Bahain et al. (2012). After mechanic separation of the different dental tissues, the outer surfaces of enamel layers were cleaned using a dentist drill in order to eliminate the effect of external alpha radiations. The radionuclides (primarily ²³⁸U, ²²⁶Ra and ²²²Rn) in the dental tissues (enamel, dentine and cementum) were measured by low background high purity γ -spectrometry. These tissues were then analyzed by U-series with an Inductively Coupled Plasma-Quadrupole Mass Spectrometry (ICP-QMS) according to the chemical protocol of Shao et al. (2011), in order to obtain the ²³⁴U/²³⁸U and ²³⁴U/²³⁰Th ratios necessary for the calculation of the U-uptake parameters (Table 3-4). The combination of γ -ray spectrometry and ICP-QMS analyzes also allows the estimation of eventual radium and radon losses (Bahain et al., 1992) (table 3-4. 1). Removed enamel

thicknesses during the preparation process are also indicated table 2 and used to correct for both internal and external β dose-rates (Brennan et al. 1997) (table 3-4. 1). The radionuclides in associated sediments recovered near the teeth were also measured by γ -spectrometry (table 3-4. 1) and in situ gamma measurements were also performed for each studied level in the sections located at the vicinity of the teeth discovery places when it was possible (see supplementary Fig. S1).

Sample	Layer	Dental tissue	U (ppm)	$^{230}\text{Th}/^{232}\text{Th}$	$^{234}\text{U}/^{238}\text{U}$	$^{230}\text{Th}/^{234}\text{U}$	Age (ka)
SN1001	B	cement	40.76 ± 0.09	184	1.319 ± 0.004	1.133 ± 0.008	> 500
		dentine	103.67 ± 0.45	3600	1.253 ± 0.003	0.950 ± 0.011	251 ± 12
		enamel	2.45 ± 0.01	42	1.303 ± 0.004	0.897 ± 0.011	207 ± 8
SN1002	B	cement	108.95 ± 0.44	574	1.234 ± 0.004	0.840 ± 0.007	180 ± 5
		dentine	121.74 ± 0.45	1512	1.248 ± 0.004	0.831 ± 0.009	175 ± 6
		enamel	2.96 ± 0.01	73	1.281 ± 0.004	0.765 ± 0.008	145 ± 4
SN0902	B	cement	38.99 ± 0.11	52	1.319 ± 0.003	1.167 ± 0.007	> 500
		dentine	140.33 ± 0.43	4693	1.204 ± 0.003	0.855 ± 0.005	190 ± 4
		enamel	3.38 ± 0.01	100	1.223 ± 0.005	0.786 ± 0.005	155 ± 3
SN0906	B	dentine	67.27 ± 0.27	284	1.338 ± 0.006	1.048 ± 0.010	365 ± 31
		enamel	1.35 ± 0.01	7	1.254 ± 0.006	1.114 ± 0.010	> 500
SN1003	B*C	dentine	86.26 ± 0.21	504	1.328 ± 0.004	1.055 ± 0.009	384 ± 31
		enamel	0.50 ± 0.01	3	1.230 ± 0.006	0.934 ± 0.012	241 ± 14
SN1004	C	dentine	83.68 ± 0.38	930	1.318 ± 0.003	1.051 ± 0.010	379 ± 29
		enamel	0.71 ± 0.01	16	1.402 ± 0.005	0.918 ± 0.011	213 ± 9

Tableau 3-4 : U-series data obtained by Q-ICP-MS on dental tissues of analyzed teeth from Guado San Nicola site. Analytical uncertainties are given at 2σ confidence.

Water contents of the sediments were measured after one week drying in an oven at 40°C. The mean value of 15 ± 5 wt % was used for all calculations. Water contents of 0 and 7 ± 5 wt% were used for enamel and dentine respectively (assumed values).

The 100-200 μm grain-size fraction of enamel has been separated into ten aliquots. Nine of these were irradiated at the laboratory National Henri Becquerel of CEA (Saclay DEN) using a ^{60}Co gamma source at increasing doses (500, 800, 1,250, 2,000, 3,200, 5,000, 8,000, 12,500 and 20,000 Gy). ESR measurements (at least three measurements for each dose on different days) were performed on EMX Bruker ESR spectrometer at MNHN, Paris, using the following parameters: 10 mW microwave power, 0.1 mT modulation (100 kHz frequency modulation), room temperature, 10 mT scan range and 4 min scan time. The ESR intensities (I) of enamel aliquots were then measured from T1 to B2 peaks according to Grün (2000) in order to estimate the equivalent doses corresponding to the total doses of radiation received by the sample during its geological history.

Sample	Layer	Dental tissue	$^{222}\text{Rn}/^{230}\text{Th}$	Initial enamel thickness (μm)	Removed enamel thickness - dentine side (μm)	Removed enamel thickness - cement or sediment side (μm)
SN1001	B	cement	0.290	1053 \pm 132	68 \pm 8	12 \pm 1
		dentine	0.407			
		enamel	0.796			
SN1002	B	cement	0.352	1204 \pm 151	67 \pm 8	13 \pm 2
		dentine	0.352			
		enamel	0.705			
SN0902	B	cement	0.307	1273 \pm 159	32 \pm 4	80 \pm 10
		dentine	0.419			
		enamel	0.662			
SN1003	B*C	dentine	0.085	1793 \pm 224	48 \pm 6	58 \pm 7
		enamel	0.779			
SN1004	C	dentine	0.363	2328 \pm 291	56 \pm 7	28 \pm 4
		enamel	0.790			
SN0906	B	dentine	0.411	96 \pm 237	67 \pm 8	40 \pm 5
		enamel	0.644			

Tableau 3-4. 1 : $^{226}\text{Ra}/^{230}\text{Th}$ and $^{222}\text{Rn}/^{230}\text{Th}$ isotopic ratios and enamel preparation data measured on dental tissues of analyzed teeth from Guado San Nicola site. Analytical uncertainties are given at 1σ confidence.

Sample	Layer	^{238}U (ppm)	^{232}Th (ppm)	^{40}K (%)
SN1001	B	4.20 \pm 0.21	22.24 \pm 0.35	3.68 \pm 0.06
SN1002	B	3.73 \pm 0.20	18.57 \pm 0.34	4.06 \pm 0.04
SN0902	B	5.24 \pm 0.24	8.90 \pm 0.11	3.68 \pm 0.06
SN0906	B	3.71 \pm 0.11	19.05 \pm 0.33	3.64 \pm 0.04
SN1003	B*C	3.40 \pm 0.28	42.03 \pm 0.57	2.95 \pm 0.05
SN1004	C	4.51 \pm .18	20.74 \pm 0.29	6.21 \pm 0.04

Tableau 3-4. 2 : Radionuclides contents of sediments from Guado San Nicola site measured by laboratory gamma-ray spectrometry. Analytical uncertainties are given at 1σ confidence.

An “exponential plus linear” fitting function (E+L) (Berger and Huntley, 1989) was used for equivalent dose extrapolations performed on Microcal Origin Pro 8.0 with data weighting by $1/I^2$ (Grün and Brumby, 1994) (supplementary Fig. S2). Lastly, equivalent doses, ESR/U-series ages, different dose-rate contributions and U-uptake parameters were calculated using, according to the data, either US model (Grün et al., 1988) or AU model (Shao et al., 2012).

5. Results

5.1. $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$

Analytical details for each measured crystal are reported in the supplementary dataset (Tables S1 to S4). Results are presented as probability diagrams Fig. 3-19. 2 (Deino and Potts, 1990). When the geological deposit corresponds to a primary volcanic deposit (tephra), the age

obtained gives directly the age of the eruption (i.e. deposition). When the deposit is composed of reworked volcanic material, the youngest sanidines population in the related probability diagram corresponds to the last volcanic eruption recorded in this layer and is interpreted as a minimum deposition age. Weighted mean ages and uncertainties are calculated using IsoPlot 3.0 (Ludwig, 2001) and given at 95 % of probability, including the decay constant and the J flux. We include these uncertainties because we will compare results obtained by different geochronological methods (Renne et al., 2009). To be relevant, a homogeneous crystal population should present a Probability fit (P) > 0.1.

5.1.1 Volcanic sand under S.U. E (-10 m)

A total of twelve sanidines were dated for this layer. The probability diagram displayed two modes (Fig. 3-19. 2) corresponding to two volcanic eruptions recorded. The youngest population composed of ten crystals gives a weighted mean age of 405 ± 11 ka (95 % confidence, $P=0.2$). Corresponding inverse isochron initial $^{40}\text{Ar}/^{36}\text{Ar}$ ratio is imprecise because of the low spread but equivalent within uncertainty to the atmospheric ratio within uncertainties (see supplementary dataset Table S1).

5.1.2 S.U. C

Fourteen crystals were measured for S.U. C. The probability diagram obtained is bimodal with a homogeneous youngest crystals population. Only three grains are older than this population. The weighted mean age shows by this diagram for this main eruption is 400 ± 9 ka ($P=0.9$). The inverse isochron initial $^{40}\text{Ar}/^{36}\text{Ar}$ ratio is equivalent to the atmospheric ratio within uncertainties (see supplementary dataset, Table S2). No excess argon has been detected.

5.1.3 S.U. A

Concerning S.U. A, fifteen crystals were analyzed. The probability diagram is really similar to the S.U. C one. The youngest population is homogeneous and only two grains belonged to older volcanic eruptions. The weighted mean age obtained for the youngest sanidines population is 379 ± 8 ka, ($P=0.4$). The inverse isochron initial $^{40}\text{Ar}/^{36}\text{Ar}$ ratio is equivalent to the atmospheric ratio within uncertainties (see supplementary dataset, Table S3) and confirms the absence of excess argon inside the crystals. The inverse isochron for both deposits present similar results as the probability diagrams.

5.1.4 S.U. Tufi

Ten grains were dated for S.U. Tufi tephra layer. The probability diagram is simple with one main mode. Only one crystal dated at 405 ka was found. The weighted mean age obtained for the primary population is 345 ± 9 ka ($P= 1.0$). The initial $^{40}\text{Ar}/^{36}\text{Ar}$ ratio given by the inverse isochron is 298.6 ± 4.0 ka identical to the atmospheric ratio, suggesting no argon excess in the crystals (see supplementary dataset, Table S4).

5.2 ESR/U-series

ESR/U-series age estimates and associated data obtained for the six Guado San Nicola teeth are displayed in Table 4. The US model has been applicable only to SN1002 tooth (S.U. B), all the other teeth display U-leaching evidence, increasing with depth. Indeed, we can notice that the ESR/U-series ages decrease as a function of depth while external doses increase in the same time, closed system U-series ages (Table 3-4. 1), calculated taking into account an early uranium uptake assumption, increase and uranium contents decrease. We interpreted that as an indication of a change in the dosimetric context of the lower geological units, in relation with water circulation during the implementation of the S.U. B slope deposit. This hypothesis is supported by the fact that the average in situ gamma dose-rate measured for S.U. B (1560 ± 150 $\mu\text{Gy/a}$) provides the best isochronous results for the whole set of data (see supplementary Fig. S3).

ESR/U-series ages were therefore calculated for the S.U. B*C and S.U. C samples using the S.U. B gamma dose-rate. The obtained ages range from 302 ± 25 ka (tooth SN1001, unit B) to 373 ± 35 ka (SN1004, unit C). Two ESR/U-series ages seem out of the $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ dates range (SN1001, 302 ± 25 ka; SN0906, 319 ± 25 ka). Despite the stigmata of poor samples preservation and considering the four remaining samples ages, a mean age of 364 ± 39 ka (95 % confidence, $P = 1.0$) representing the best ESR/U-series estimation for the S.U. B implementation can be obtained.

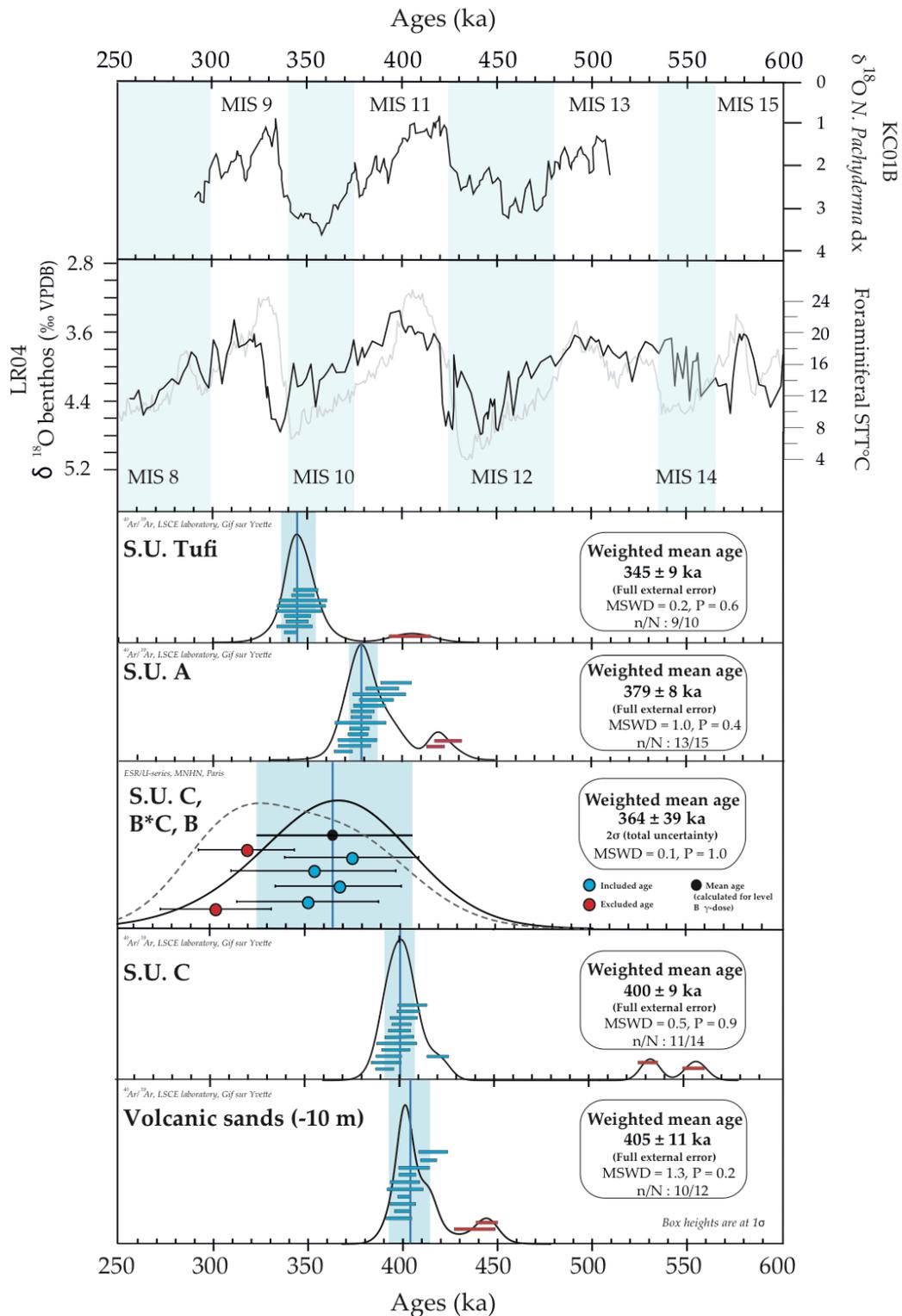


Figure 3-19. 2: ⁴⁰Ar/³⁹Ar results presented as probability diagrams and ESR/U-series ages calculated for S.U. B gamma dose-rate. Dotted curve, for the ESR/U-series results, demonstrates the weighted mean age for the six teeth measured. Ages are put in correlation with the LR04, δ¹⁸O benthic curve (Lisiecki and Raymo, 2004) and with the ODP 975 Foraminiferal SST°C curve (Girone et al., 2013) and KC01b δ¹⁸O planctonic curve (Capotondi et al., 2016).

Sample	Layer	Dental tissue	Equivalent dose (Gy)	U-Uptake parameter p (US) or n (AU)	internal dose rate * ($\mu\text{Gy}/\text{an}$)	External D_B dose rate ($\mu\text{Gy}/\text{an}$)	$D(\gamma+\text{cosm})$ dose rate ** ($\mu\text{Gy}/\text{an}$)	Total dose-rate D_a ($\mu\text{Gy}/\text{an}$)	ESR/U-series age (US ou AU) (ka)
SN1001	B	cementum	1029.35 \pm 31.44	-0.00510 \pm 0.00049	643 \pm 154	1211 \pm 211	1560 \pm 150	3408 \pm 301	302 \pm 25
		dentine		-0.00420 \pm 0.00049					
		enamel		-0.00380 \pm 0.00050					
SN1002	B	cementum	1153.07 \pm 19.57	-0.5487 \pm 0.1060	584 \pm 233	1170 \pm 329	1560 \pm 150	3304 \pm 430	349 \pm 45
		dentine		-0.5177 \pm 0.1107					
		enamel		-0.2504 \pm 0.1504					
SN0902	B	cementum	1192.69 \pm 44.49	-0.00380 \pm 0.00004	605 \pm 160	1072 \pm 223	1560 \pm 150	3237 \pm 313	369 \pm 33
		dentine		-0.00250 \pm 0.00003					
		enamel		-0.00150 \pm 0.00005					
SN0906	C	dentine	814.65 \pm 25.81	-0.00420 \pm 0.00004	438 \pm 122	563 \pm 96	1560 \pm 150	2554 \pm 216	319 \pm 25
		enamel		-0.00440 \pm 0.00004					
SN1003	B*C	dentine	697.74 \pm 73.77	-0.00450 \pm 0.00067	135 \pm 313	287 \pm 149	1873 \pm 95	2295 \pm 359	304 \pm 35
		enamel		-0.00410 \pm 0.00068					
		dentine		-0.00370 \pm 0.00007					
SN1004	C	enamel	886.84 \pm 45.25	-0.00330 \pm 0.00007	213 \pm 134	628 \pm 217	2260 \pm 130	3101 \pm 286	286 \pm 22
		dentine		-0.00490 \pm 0.00048					
		enamel		-0.00420 \pm 0.00049					
		dentine		-0.00350 \pm 0.00044					
		enamel		-0.00280 \pm 0.00042					

* k-values of 0.13 \pm 0.02 was used according with Grün and Katzenberger-Apel (1994).

** the cosmic dose rate was estimated from discovery depth using the formulae from Prescott and Hutton(1994).

Tableau 3-4 3 : Equivalent doses, U-uptake parameters, different dose-rate contributions and ESR/U-series ages obtained on dental tissues of analyzed teeth from Guado San Nicola site. Analytical uncertainties are given with $\pm 2\sigma$. For samples SN1003 and SN10004 the highlighted results are calculated using level B γ -dosimetry.

6. Discussion

6.1. Chronological framework for Guado San Nicola

The $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ results demonstrate that the sediments found in the Guado San Nicola sequence site were deposited before 345 \pm 9 ka, which corresponds to the weighted mean age obtained for the primary volcanic deposit S.U. Tufi (Fig. 3-19. 2). All the $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ ages are furthermore coherent from a stratigraphic viewpoint. They confirm the absence of important sedimentary reworking. The youngest populations of sanidines found in the volcanic sand below S.U. E (-10 m) and in S.U. C rework volcanic eruptions occurred during the full interglacial MIS 11 (405 \pm 11 ka and 400 \pm 9 ka respectively). The S.U. A displays a different source for the reworked volcanoclastic material. Thirteen on fifteen crystals dated are younger than the previous two units with a prominent population of crystals centred on 379 \pm 9 ka suggesting that this unit was deposited between this age and 345 \pm 9 ka (age for S.U. Tufi). As the consequence of these results, all the archaeological levels (S.U. A*B, B, B*C and C) can be placed with confidence in the time range comprised between 400 \pm 9 ka and 345 \pm 9 ka at the transition between the isotopic marine stages MIS 11 and 10 (Fig. 3-19. 2). The analysis made by ESR/U-series method

on teeth from different levels (S.U. B, B*C and C) allowed to calculate a statistically weighted mean age of 364 ± 39 ka. We interpreted this age as a minimum age for the deposition of the S.U. Bas we cannot determine precisely the onset time of the uranium uptake in the teeth because of frequent U-leaching evidence. This minimum age is in agreement within uncertainty with the bracket proposed based on the $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ method.

6.2. Origin of the dated volcanic materials

The question of the origin of the volcanic material found at Guado San Nicola is essential and its answer could be found in the nearby volcanoes eruptive history. The size of the crystals analyzed (500 μm up to 1 mm) suggests a proximal eruptive source. The Roccamonfina stratovolcano located only 30 km South West of Guado San Nicola locality was really active during the MIS 11-10 period (Giannetti, 2001; Rouchon et al., 2008) (Fig. 3-19). It represents the main potential source for the sanidines that we dated. The Colli Albani volcano, another potential volcanic source for this timescale, seems located too far (≈ 120 km northwest). The Roccamonfina complex was in activity for the whole Middle Pleistocene period, between 550 and 95 ka and its tephrostratigraphy is today relatively well known (Giannetti 2001, Rouchon et al., 2008). The formation and development of this stratovolcano was long and complex, but can be summarized in two main phases: A) a leucite-bearing stage (HKS) or Stage I from 550 to 375 ka, corresponding to the building of the main volcanic cone; B) a leucite-free low K stage (LKS) or Stage II from 317 to 96 ka, marked by parasitic vents formation. An intermediate phase where both HKS and LKS volcanisms occurred is dated between 375 and 323 ka (Giannetti and De Casa, 2000; Giannetti, 2001). This period is characterized by a major ignimbrite forming eruption (named Brown Leucitic Tuff, BLT hereafter) responsible of the collapse of the central and northern part of the volcano (Luhr and Giannetti, 1987).

This eruptive period is partly coeval with the Guado San Nicola sequence deposition (c.a. 410 and 345 ka) and two eruptions dated to 403 ± 18 ka (c.a. Monte Ophelio, Rouchon et al., 2008) and 402 ± 18 ka at 2σ analytical respectively (Giannetti et al., 2001) could correspond to volcanic event evidenced in S.U. C and underlying sands. The ages of 379 ± 9 ka and 345 ± 9 ka found for S.U. A and the S.U. Tufi tephra respectively, are close in age with large ignimbritic eruptions from the intermediate phase where both HKS and LKS volcanisms occurred (Giannetti et al., 2001; Rouchon et al., 2008). Noticeably, the S.U. Tufi contains light brown pumices with

altered leucites, dated in the present work to 345 ± 9 ka and could be correlated to the eruption found on the Devil's footsteps archaeological site, securely dated by $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ at 345 ± 12 ka (2σ analytical) by Scaillet et al. (2008). This particular eruption is correlated, by Scaillet and collaborators, to the *Brown Leucitic Tuff* period. Additional $^{87}\text{Sr}/^{86}\text{Sr}$ analyses on clinopyroxenes from the different units are planned. They will allow to further characterise the geochemical signature of the reworked volcanic materials in the Guado San Nicola sequence.

6.3. Biostratigraphical age of the archaeological deposits

The palaeontological assemblage of Guado San Nicola is composed by *Ursus* sp., *Paleoloxodon* sp., *Stephanorhinus kirchbergensis*, *Equus ferus*, *Megacerini*, *Cervus elaphus acoronatus*, *Dama* sp. and *Bos primigenius*. It is a typical assemblage of the Middle Pleistocene "interglacial period", including both Galerian and Aurelian species associable to the Fontana Ranuccio FU biozone (Masini and Sala., 2011). The occurrence of *Cervus elaphus acoronatus* and *Equus ferus* support an age of occupation at the end of MIS 11. These observations are in agreement with the $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ and ESR/U-series ages. Because of the interglacial characteristics of the palaeontological assemblage and according with the available geochronological data, we suggest that the human occupation levels of Guado San Nicola are bracketed between 400 and around 365 ka, predating the MIS 10 glacial stage (Fig. 3-19. 3).

6.4. Guado San Nicola in the Lower/Middle Palaeolithic transition context

According to our results, Guado San Nicola site should now be considered as the most ancient site in Italy and one of the most ancient in Europe that highlights the presence of Levallois method and its increasing mastery, combined to handaxes technologies (Peretto et al., 2015). Our results strengthen the recent hypothesis that suggests a sporadic and asynchronous appearance in Europe of the Levallois technology with local technological development as early as MIS 11/MIS 10 without continuous geographical dispersion (Adler et al., 2014, Peretto et al., 2015). This transition however, currently corresponds to a large period of time mainly based on technical behaviours' changes as well as hominid anatomical evolutions during the late Middle Pleistocene. In Europe, this limit is generally associated to the progressive replacement of technological Mode 2 to Mode 3 (Clark, 1969) and by the Levallois technology generalization.



Figure 3-19. 3 : Location of the archaeological sites of Cagny la Garenne, Cagny l'Épinette, Atapuerca Grand Dolina, Orgnac 3, Guado San Nicola and Ambrona.

Because of the several features and characteristics that encompassed the Lower/Middle Palaeolithic transition a strict temporal limit is probably impossible to draw. Indeed, this transition does not appear to be linear and its timing seems to vary from one region to another (Terradillos-Bernal et al., 2012, Peretto et al., 2016 in press). Finally, we must emphasize that according to the current knowledge and chronological constraints available for the Mode 2 and Mode 3, linked to Acheulean tools and Middle Palaeolithic technical cultures respectively, have coexisted for a long period of time in Europe (i.e 200 ka). Supporting a unique and universal boundary for this transition is thus particularly hazardous (Terradillos-Bernal et al., 2012). The first occurrence of the Levallois débitage in Europe was dated around 450 ka at Cagny la Garenne I (France, Tuffreau et al., 2008) (Fig. 3-19. 3). It corresponds chronologically to the transition between MIS 13 and MIS 12 (Tuffreau et al., 2008). In this site like at Guado San Nicola, bifacial industries were associated to Levallois débitage. In Southern Europe, the oldest occurrence of this technology was found at Atapuerca Gran Dolina TD 10 (Fig. 3-19. 3) with a MIS 10 estimated age (Falguères et al., 2013, Moreno et al., 2015). During the MIS 9 and 8, more than a dozen of sites including Orgnac 3, Cagny l'Épinette, or Ambrona (located in Fig. 3-19. 3) (Michel et al., 2013, Lamotte and Truffeau., 2001, Falguères et al., 2006) displayed this technical behaviour. However, the "Levallois" generalization in Europe is much younger, between MIS 8 and 7 (Adler et al., 2014, Peretto et al., 2015 in press). Other sites covering the

MIS 11-9 period that show first Levallois development were dated by paleodosimetric methods (TL, OSL and ESR) or biochronology (Adler et al., 2014) and are not enough precisely dated to build a coherent catalogue of the “early” Levallois evolution in Western Europe. Guado San Nicola is the only site for this timescale in Europe on which radioisotopic, palaeodosimetric, palaeontological and archaeological data are in agreement, making this site one of the most significant for the understanding of the Middle Palaeolithic transition. Future investigations and new geochronological works when it is possible on the others are required to better understand the emergence of the Levallois technology between 400 and 300 ka.

7. Conclusion

The site of Guado San Nicola is now accurately dated to the end of MIS 11 by two different dating methods, a radioisotopic one ($^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$) and a palaeodosimetric one (ESR/U-series). The new $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ constraints allow the replacement of the Guado San Nicola human occupations between 400 ± 9 ka and 345 ± 9 ka (95% of probability). The ESR/U-series technic in agreement with the $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ ages provided a deposition age of 364 ± 39 ka (95% of probability) for the stratigraphic level B. The presence of both Levallois, discoid and opportunistic methods and handaxes at Guado San Nicola makes of this settlement a key site in the debate around the understanding of the Lower/Middle Palaeolithic transition in Europe. Our results strengthen the hypothesis of an asynchronous appearance in Europe of the Levallois technology with local technological development starting as early as MIS 11/MIS 10. The $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ on single crystal method is one of the most accurate dating technic but is unfortunately not usable in all contexts as volcanic material is required. The absence of volcanic material in the most part of the European Middle-Pleistocene sites directly highlights the limit of the $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ method in Europe. The $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ results obtained at Guado San Nicola confirm that the ESR-U-series approach, despite a larger error range in comparison with isotopic geochronological methods, is available and useful to date Middle Pleistocene sites, if the U-uptake history of the samples is not too complex to reconstruct. We would like to emphasize that confront robust and precise methods such as $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ or $^{230}\text{Th}/^{234}\text{U}$ with others methods usable in almost all archaeological sites the European (e.g. ESR/U-series on teeth, OSL, ESR on optically bleached quartz-) will allow to strengthen the confidence and comparison between ages obtained in various sites from the Lower-Middle Palaeolithic of Western Europe.

IV/ La Basilicate

1. *Notarchirico*

Le site de Notarchirico situé à une vingtaine de kilomètres du Vulture au cœur du bassin de Venosa, abrite parmi une séquence sédimentaire de plus de 7 m, plus d'une dizaine de niveaux archéologiques. La stratigraphie du gisement, riche en matériels pyroclastiques et sédiments fluviatiles ainsi que le contexte géologique du bassin de Venosa sont reportés dans l'article Pereira et al., 2015 inséré ci-dessous. Pour rappel un niveau de téphra, nommé « téphra de Notarchirico (NTC) », a été identifié à la base de l'unité 2 (voir Fig. 3-20. 3, article de Pereira et al., 2015). Le site de Notarchirico démontre à la fois des industries acheuléennes dans plusieurs niveaux archéologiques (niveaux F, E/E1, B, A/A1, Piperno et al., 1997) et un fossile humain découvert au sommet de la séquence (niveau archéologique α et sédimentaire 1-4, voir chapitre 1 pour plus de détails). La faune mise en évidence à Notarchirico (unité faunique de Ponte Galeria, PG2, Marra et al., 2014) est mal préservée mais démontre cependant des activités de boucherie (aire de l'éléphant, niveau B). Raynal et al. en (1999) puis Lefèvre et al. en (2010) ont corrélé d'un point de vue géomorphologique la séquence de Notarchirico avec la formation Piano Regio du bassin de Venosa, associée aux unités volcaniques *Toppo San Paolo* et *Rionero* (Mont Vulture).

Mon objectif pour le site de Notarchirico était de dater cette séquence et les niveaux archéologiques associés, par l'application de la méthode $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ sur monocristaux à sept niveaux sédimentaires différents, en suivant une approche stratigraphique continue. Tous les résultats et interprétations sont intégrés à l'article de Pereira et al., 2015 (publié dans *Journal of Quaternary Sciences*) présenté ci-dessous au format word.

Objectifs pour Notarchirico :

Datation $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ de sept niveaux sédimentaires : NOT U3, 2-1, 2-2, 2-6, 1-3, 1-5 et 1-6 (Fig. 3-20. 3) afin :

- D'obtenir une datation absolue pour le « téphra de Notarchirico » et ainsi donner dans un premier temps un âge minimum aux niveaux archéologiques sous-jacents (niveaux F et G) incluant les bifaces du niveau F.
- Déterminer le cadre chronologique global de la séquence de Notarchirico par datation continue de la base au sommet de la séquence et comparer les données obtenues au contexte géologique global du bassin de Venosa.
- Dater le fragment de fémur humain découvert dans le niveau sédimentaire 1-4 au sommet de la séquence.
- Comparer les datations obtenues avec l'histoire volcano-sédimentaire du Mont Vulture.
- Comparer les âges $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ avec la datation ESR sur quartz faites par P. Voinchet (MNHN) pour le niveau 2-6.

The earliest securely dated hominin fossil in Italy and evidence of Acheulian occupation during glacial MIS 16 at Notarchirico (Venosa, Basilicata, Italy)



ALISON PEREIRA,^{1,2,3,4*} SÉBASTIEN NOMADE,^{2*} PIERRE VOINCHET,^{1*} JEAN JACQUES BAHAIN,^{1*}
CHRISTOPHE FALGUÈRES,^{1*} HENRI GARON,^{1*} DAVID LEFÈVRE,^{5*} JEAN PAUL RAYNAL,^{6,7,8*} VINCENT SCAO^{2*}
and MARCELLO PIPERNO⁹

¹Département de Préhistoire du Muséum national d'Histoire Naturelle, UMR 7194 du CNRS, 1 rue René Panhard, 75013 Paris, France.

²CEA Saclay, LSCE, UMR 8212, Commissariat à l'Energie Atomique, Centre National de la Recherche Scientifique et Université de Versailles St-Quentin, Avenue de la Terrasse, 91190 Gif-sur-Yvette Cedex, France.

³Ecole française de Rome, Piazza Farnese 67, IT-00186 Roma, Italy.

⁴Université Paul-Valéry Montpellier, CNRS, UMR 5140 « Archéologie des sociétés méditerranéennes », route de Mende, 34032 Montpellier Cedex, France.

⁵Université Bordeaux 1 Sciences et Technologies, UMR 5199 PACEA, IPGQ, Bâtiment B18, Avenue des Facultés, 33405 Talence, France

⁶CNRS, Université Bordeaux 1 Sciences et Technologies, UMR 5199 PACEA, IPGQ, Bâtiment B18, Avenue des Facultés, 33405 Talence, France.

⁷Università di Roma "La Sapienza", Dipartimento Scienze Storiche, Archeologiche e Antropologiche dell'Antichità, Sezione di Paleontologia, Piazzale A. Moro, Roma, Italy

⁸Sezione di Scienze preistoriche e antropologiche, Dipartimento di Studi Umanistici, Università degli Studi di Ferrara, C.so Ercole d'Este I, 32, Ferrara, Italy.

Abstract

The Early Middle Pleistocene site of Notarchirico (Basilicata, Italy) is a seven meters thick fluvial derived sedimentary sequence rich in volcanic materials coming from the nearby Monte Vulture stratovolcano. This site consists of eleven archaeological layers that have delivered for some of them handaxes. One human femur attributed to *Homo heidelbergensis* was also recovered from an upper level (level α). We present in this study new $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ and ESR ages that allow to delimit the time of occupation of this site between 670 ± 4 ka (14 ka) and 614 ± 4 ka (12 ka), therefore spanning mainly the glacial stage MIS 16. Handaxes found in the archaeosurface F are now securely dated between 670 ± 4 ka (14 ka) and 661 ± 4 ka (14 ka) and prove that hominid populations living in Southern Italy used Acheulian technology as early as the beginning of this stage. Furthermore, we placed the age of the human femur found in level α between 661 ± 4 ka (14 ka) and 614 ± 4 ka (12 ka). This fossil is therefore the oldest Middle Pleistocene's human fossil discovered in Italy so far. Thanks to this new chronological framework, Notarchirico becomes a key site in the understanding of the Early Acheulian culture in Western Europe. New excavations in the lower part of the sedimentary sequence where older archaeosurfaces were recognized will be needed to extend the time window.

Keywords

Southern Italy; $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ dating; ESR on quartz dating; handaxes; Hominid femur

Introduction

The emergence of lithic Acheulian industries during the Early Middle Pleistocene in Western Europe is at the heart of a strong debate. The Acheulian technological transition is commonly linked to the appearance of *Homo heidelbergensis* and characterized by bifacially shaped tools such as handaxes (Moncel et al., 2013). Recent publications suggest that handaxes may have appeared sporadically in southern Europe (c.a. La Boella site, Spain, Vallverdú et al., 2013) as well as in northern Europe (La Noira, France, Moncel et al., 2013, 2016a) between 900 to 650 ka, challenging the current hypothesis that linked the appearance of this culture to the arrival of *Homo heidelbergensis* in Western Europe. Other sites such as Boxgrove in England (Roberts and Parfitt, 1999), La Cueva Negra del Estrecho del Río Quípar and Solana del Zamborino in southern Spain (Scott and Gibert, 2009) are thought to be also older than 500 ka but have never been dated using radioisotopic methods, limiting our understanding of this transitional period in Europe. In the Notarchirico site in southern Italy (Basilicata), the Notarchirico Tephra Complex (NTC) interbedded in a volcano-sedimentary sequence has been dated to 640 ± 40 ka by thermoluminescence (Pilleyre et al. 1999) and around 650 ka (654 ± 11 ka, 655 ± 25 ka) by tephrostratigraphic correlation with the Monte Vulture volcano's units (Lefèvre et al., 1999, 2010). Furthermore, excluding Notarchirico, none of aforementioned sites displays at the same time an early Acheulian lithic assemblage, though several attested occupation levels and human remains.

The establishment of an accurate chronology for Notarchirico and other key sites of central and southern Italy in which the presence of early Acheulian assemblage was mentioned, becomes essential in order to determine the geographical origin, the dispersion and/or propagation mode of the Acheulian culture. In this context, we present a detail radio-isotopic investigation with the combination of both $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ and ESR (Electron Spin Resonance) dating methods for the Notarchirico site (Basilicata, Italy). In this site, eleven sedimentological layers with palaeontological remains (including one human fossil) and lithic industry, including for some of them handaxes, have been documented (Piperno et al., 1999).

The Notarchirico site

The archaeological site of Notarchirico is located in the Venosa basin, South Italy (Basilicata) (Fig. 3-20). Discovered in 1979 it has been excavated during more than thirty years (Piperno et al., 1999). At Notarchirico were distinguished eleven distinct archaeological layers into a 7m thick sequence. These levels correspond to short human occupations, associated to butchery activities. In the upper part of the sequence, a fragment of human femur, attributed to *Homo heidelbergensis*, was discovered in 1985 (Piperno et al., 1990).

The Venosa alluvial and lacustrine basin covers more than 60 km and is bordered to the west by the Apennines chain and the Monte Vulture volcano located only 10 km Northwest of the archaeological site (Fig. 3-20). The volcanic activity of the Monte Vulture is the main source of a volcano-sedimentary sequence, which contributed to the good preservation of several Middle Pleistocene sites in this region. During this period the Monte Vulture was very active and numerous eruptions of short duration were documented (Brocchini et al. 1994).

The Venosa basin stratigraphy is composed of three different lithostratigraphic units (Lefèvre et al, 1999, Raynal et al., 1998). The basal one, called the *Fonte del commune Formation*, is associated with the first activity of the Vulture volcano. It is covered by two embedded volcano-sedimentary units: the *Piano Regio Formation* related to the maximum volcanic activity of the Vulture and the *Tufarelle Formation* (Figs. 3-20. 1 and 3-20. 2).

The Monte Vulture's chronostratigraphy has been studied since 1988 from chemical, sedimentological and chronological points of view (Laurenzi et al., 1993, Brocchini et al. 1994, La Volpe et Principe 1994, Giannandrea, 2006, Villa and Buettner, 2009). Related $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ ages available are reported on figure 3-20. 1. These data allowed the development of a tephrochronology of the Vulture eruptive complexes and can be correlated to the lithostratigraphic units of the Venosa basin (Fig. 3-20. 1) (Lefèvre et al. 1999, 2010).

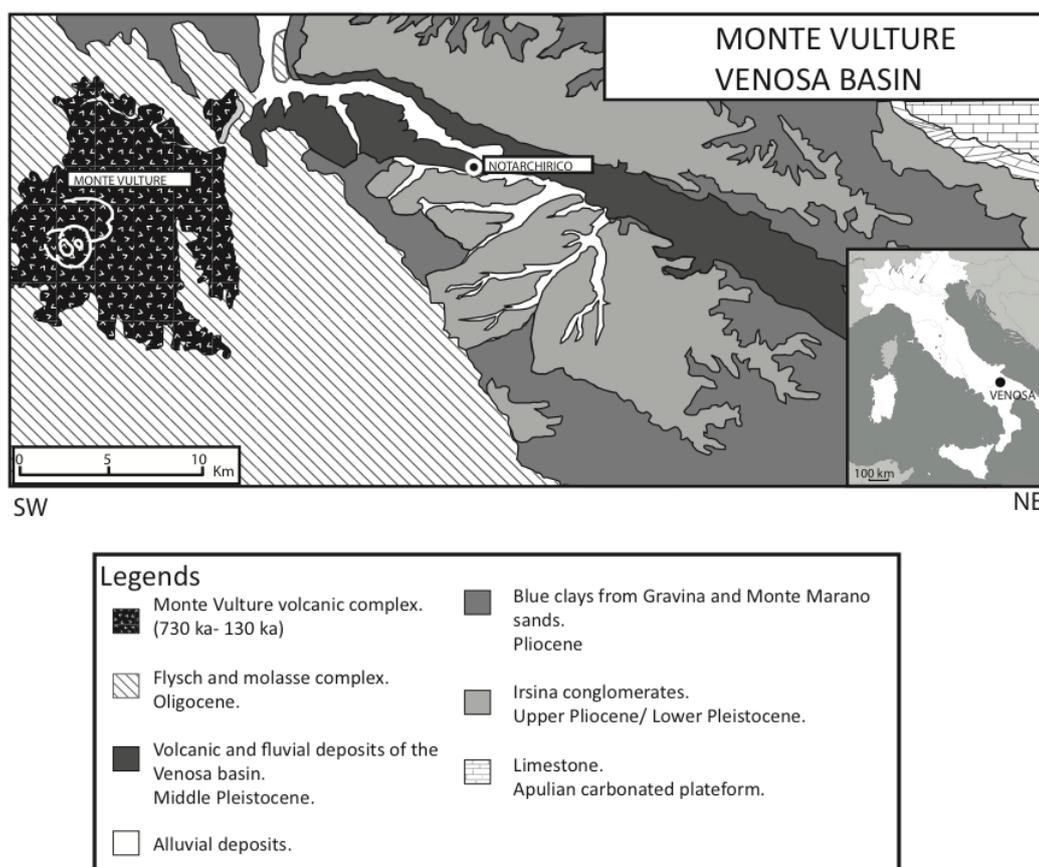


Figure 3-20 : Schematic geological map of the Venosa region modified from Raynal et al, (1998).

Stratigraphy

The stratigraphical sequence of Notarchirico is mainly composed of volcanoclastic sediments deposited and reworked in an alluvial environment. All the stratigraphy and the eleven archaeological levels are presented (Fig. 3-20. 3) (Raynal et al., 1999; Lefèvre et al., 1994, 2010). At the base of the currently visible stratigraphy, the unit 3 corresponds to a reworked fluvial deposit and includes large centimetric pumices just below the pebbles layer that constitutes the archaeosurface F (Fig. 3-20. 3). At the base of this unit is located the archaeosurface G. In unit 2, layers 2-1 to 2-5 are made of several direct tephra fallouts (Raynal et al., 1999, Vernet et al., 1999). They are the coarser deposits of the five units that form the Notarchirico Tephra Complex (NTC). The layers are composed of injected type load structures and ball-and-pillow structures. These tephra have been dated to 640 ± 40 ka by thermoluminescence on quartz (Pilleyre 1991, Lefèvre et al. 1993, Pilleyre et al., 1999). Thanks to the chemical composition, the level 2-4 could be related to the M8 marker of the Vulture complex (Fig. 3-20. 1b) (Lefèvre et al., 2010) found in the Masseria Boccaglie unit previously dated by $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ to 654 ± 11 ka

(Marker M8) and 655 ± 25 ka for the Unità di Masseria Boccaglie itself (La Volpe and Principe, 1994; Laurenzi et al., 1993; Brocchini et al., 1994). This unit was then redefined as Rionero Subsynthem (Giannandrea, 2006, Villa and Buettner, 2009). Level 2-5 located at the base of the level 2-6 includes the archaeosurfaces E and E1. The level 2-6 (maximum thickness of 1 m) consists of several sandy layers that gradually becomes clayey and capped by a stratum of fine sands mainly composed in volcanic materials with some pumices and the archaeosurface D (Raynal et al., 1999) (Fig. 3-20. 3).

		MONTE VULTURE AND MARGES		VENOSA BASIN	
				$^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}^*$ Ages	
MONTICCHIO SUPERSYNTHEM	LAGHI DI MONTICCHI SYNTHEM	Lago Piccolo Subsynthem	143 ± 11 ka (B)		
		Lago Grande Subsynthem			
		Piano Comune Subsynthem			
		Valle dei Grigi - Fosso del Corbo Synthem	492 ± 8 ka (C)	?	
		EROSION			
MONTE VULTURE SUPERSYNTHEM	MELFI SYNTHEM	Piano di Croce Subsynthem	to 566 ± 7 ka (B) 583 ± 4 ka (B)	Tufarelle Formation	
		EROSION			
	Ventaruolo Subsynthem				
	EROSION				
	BARILE SYNTHEM	San Michele Subsynthem	620 ± 8 ka (B)	Piano Regio Formation	
		EROSION			
		Rionero Subsynthem	to 641 ± 20 ka (B) 665 ± 9 ka (B)		
			EROSION		
			Toppo San Paolo Subsynthem	689 ± 19 ka (B)	
	FOGGIANELLO SYNTHEM	Fara d'Olivo Subsynthem	to 761 ± 9 ka (B) 774 ± 2 ka (A)	Fonte del Comune Formation	
EROSION					
Campanile Subsynthem					
EROSION					
		Spinoritola Subsynthem			

Figure 3-20. 1: Stratigraphic log showing the various volcanic and sedimentary subsynthem of the Monte Vulture volcano (modified from Giannandrea, 2006). $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ ages are from (A) Petrosino et al., (2014), (B) Villa and Buettner, (2009), (C) Brocchini (1993). All ages are recalculated relative to ACS-2 at 1.193 Ma (Nomade et al., 2005) and using the total decay constant of ^{40}K recommended by Steiger and Jäger (1977). M8: Monte Vulture's geological marker (Lefèvre et al., 2010). NTC: Notarchirico Tephra Complex.

The sediments of levels 2-7 to 2-9 (1.15 m thickness) are fine alluvial deposit (silty and clayey sands) mixed with volcanic minerals. The level 2-10 is made of coarse sand rich in volcanic minerals. The archaeological palaeosurface C is located at the base of this level and the B one at its top (Fig. 3-20. 3). The levels 1-1 (which includes the archaeological layer A) and 1-2 of unit 1 correspond to alluvial deposits with sands, silts and clays (Fig. 3-20. 3). Level 1-3 (0.6 m thickness) consists of alternating fine and coarse pumices and level 1-4 (maximum thickness of 0.50 m) is made of sands, gravels, and pebbles. This level contains the archaeosurfaces α and sub α where the human femur was found (level α) (Mallegni et al., 1991) (Fig. 3-20. 3). The level 1-5 (1.25 to 1.5 m thickness) consists of different layers of reworked tephra and

characterized by fine clays alternating with carbonated beds. In this level are highlighted channel structures with packing faults. Sedimentary facies as well as chemical fingerprints of these levels have showed a correlation of the volcano-sedimentary sequence of the Notarchirico site with the top of the *Piano Regio Formation* (Lefèvre et al. 1999, 2010). The level 1-6 at the top of the site is a composed by reworked volcanic sand resulting from the accumulation of ash-falls in the water. Some chemical analyses on scoria from this level have highlighted the similarity with a major tephrostratigraphic marker of the *Tufarelle Formation* (Raynal et al., 1998) (Fig. 3-20. 1).

- Archaeological and paleoenvironmental record

The Notarchirico site is characterized by repeated periods of occupations which attested for the most part of butchery activities as well illustrated in the Elephant Butchery area of the archaeosurface B (Piperno and Tagliacozzo, 2001). Lithic assemblages for each archaeological layer were described in detail by Piperno et al., (1999). The presence of handaxes is shown in the schematic stratigraphy of the site (Fig. 3-20. 3). At the base of the deposit (level F) several quartzite and limestone handaxes were found as well as choppers and rare chips on tools. In levels E and E1 (2-5 layer), mainly choppers were described. The paleosurface D at the top of the level 2-6 has delivered more than 290 artefacts with a wide variety of tools including unifacial choppers, rare denticulates, chips, cores, scrapers, flint flakes and two handaxes.

The upper levels (C, B, A, A1, α and sub- α) delivered several hundreds of lithic tools. Most of these are limestone pebble tools (choppers unifacial tip, collided and broken pebbles). A small portion of the assemblage is made of flint flakes. In addition, six handaxes in flint, limestone and quartzite have been found in levels A/A1 and ten in level B (Fig. 3-20. 4). A hominid femur with *Homo erectus* morphological characteristics (attributed to *Homo heidelbergensis* for this time scale in Europe) was discovered in the archaeological level α (level 1-4, Fig. 3-20. 3) in 1985 (Piperno et al., 1990). Mallegni in 1991 studied this fossil and suggested that this remain belonged to a woman suffering from osteoperiostitis (Mallegni et al., 1991). The faunal assemblage described in Notarchirico belongs to the "Ponte Galeria" faunal unit (Marra et al., 2014). The main species found are elephants (*Elephas antiquus*), cervids (*Dama clactoniana*,) and bovids (*Bos primigenius* and *Bison shoetensacki*). A limited number of fauna fragments poorly preserved have been found in the lower levels (E/E1, F, and G) (Piperno et al., 1997). On the

higher levels (α , sub- α , A/A1, B and D) more materials, in better condition, were found. Amongst them, new species such as *Megaceros solilhacus* and *Cervus elaphus* appear.

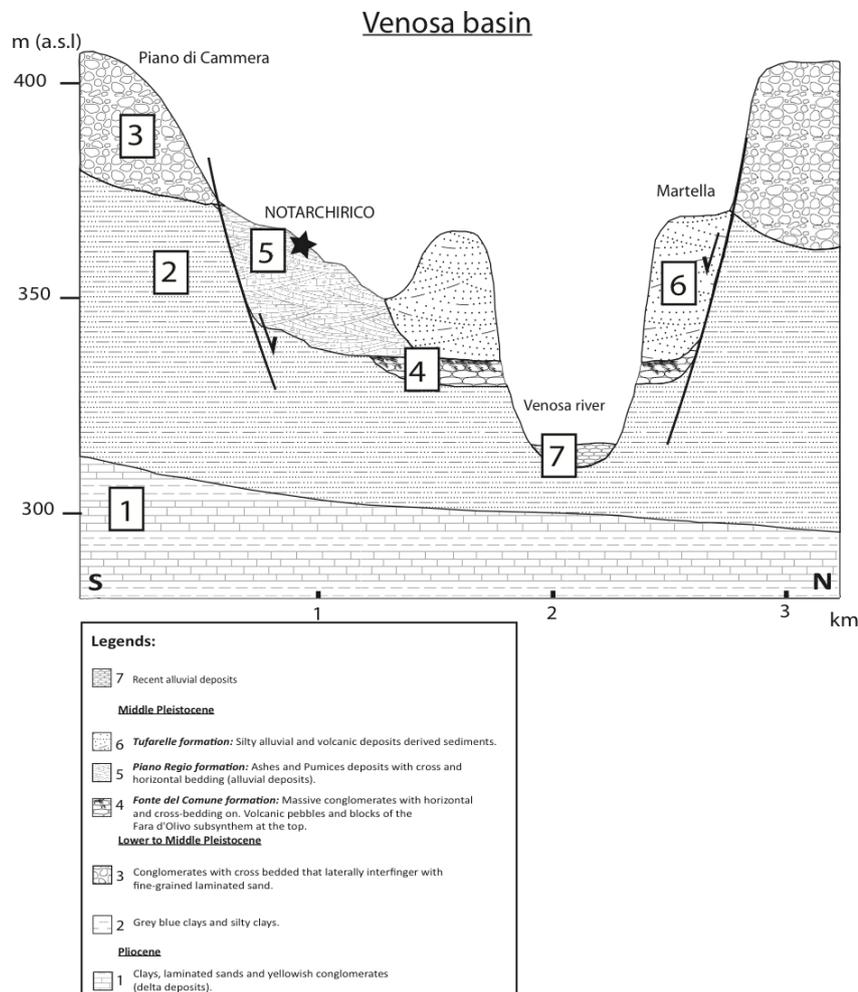


Figure 3-20. 2 : Schematic cross-section of the Venosa Basin from Lefèvre et al., (2010). The archaeological site of Notarchirico is reported.

From the microfaunal point of view, several species were identified, principally in horizon E1, such as *Pliomys episcopalis*, *Chionomys nivalis*, *Microtus sp* and *Arvicola cantiana*. The micromammals assemblage indicates a cold climate typical of Middle Pleistocene glacial period in the Italian peninsula (Sala et al., 1990; Sala et al., 1999).

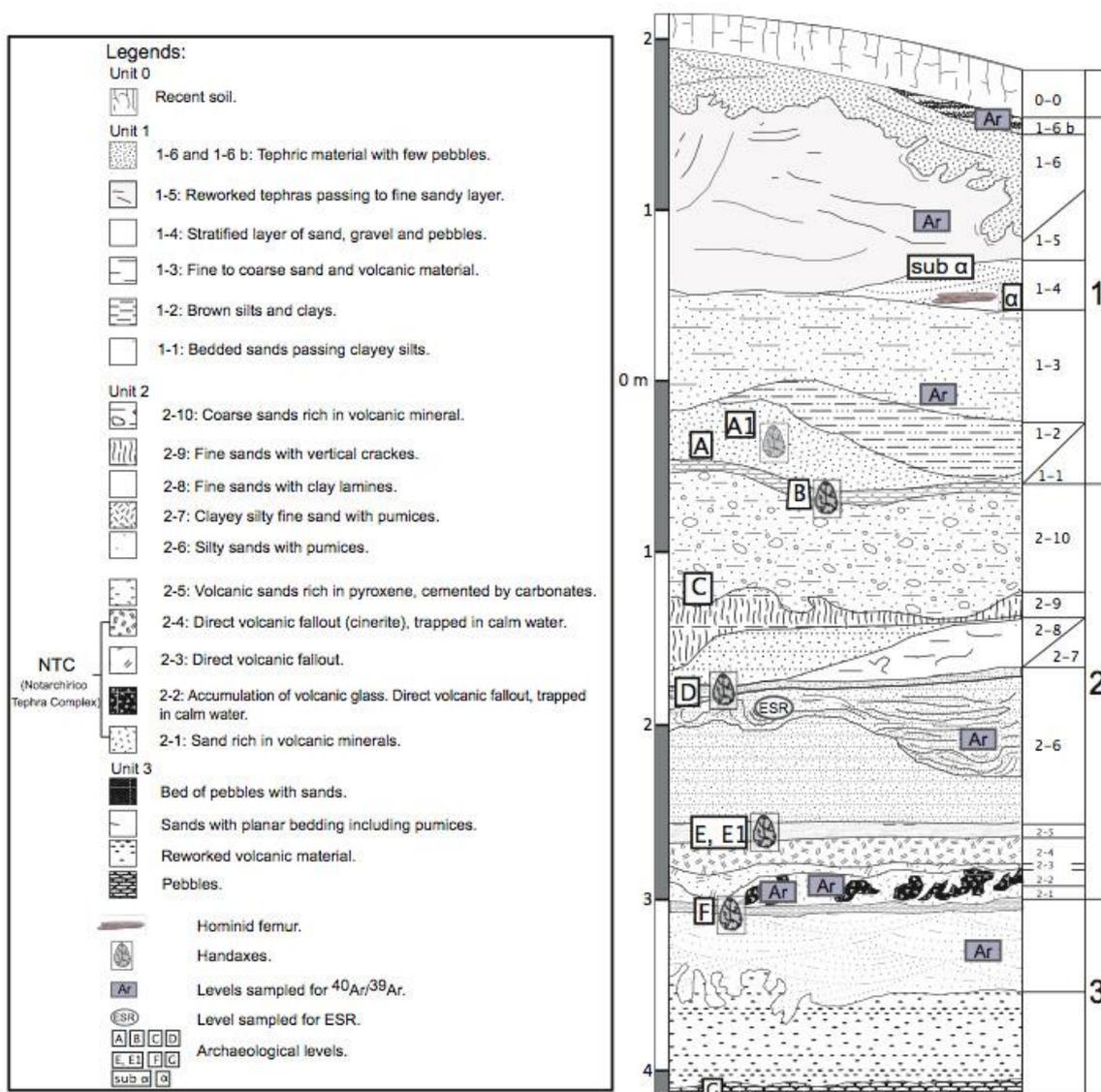
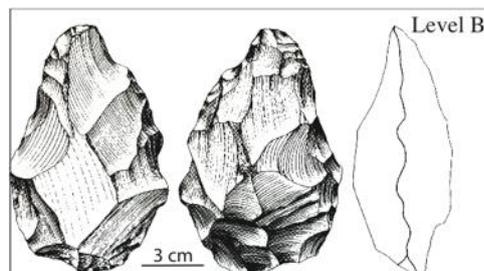


Figure 3-20. 3 : Stratigraphy of the Notarchirico site modified from Raynal et al., (1999). The levels dated in this study and also the levels where handaxes have been found are highlighted.

A palynological study had been conducted in a few units (levels 2-10, 1-2 and 1-5) by Cattani in 1996 (cited in Piperno et al., 1999). Results show that vegetation was characterized by open and cold environment made of meadows Poaceae. Only few tree species were identified such as *Pinus sylvestris* and deciduous trees like *Quercus pubescens*, *Quercus ilex*, *Corylus*, *Carpinus*, *Fraxinus* and *Ulmus*. Unfortunately, the oldest archaeological levels E, E1, F and G were sterile in pollen.

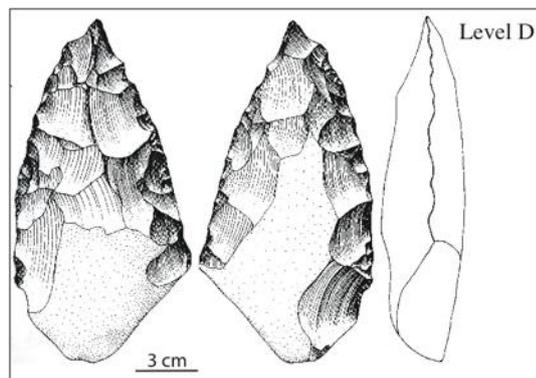
Figure 3-20. 4: 1/ Example of one handaxe from level B; 2/ Example of one handaxe from level D; 3/ Example of one handaxe from level F. Drawings extracted from Piperno et al., (1999).



Material and methods

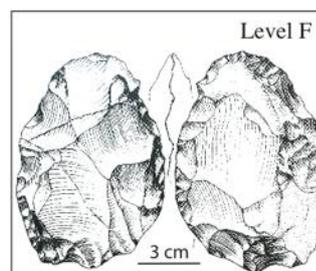
Sampling strategy

Seven levels were sampled in order to be analysed by the $^{40}\text{Ar} / ^{39}\text{Ar}$ single crystal dating method on sanidines: unit 3, unit 2 levels 2-1, 2-2, 2-6 and unit 1 levels 1-3, 1-5 and 1-6. Only level 2-6 was sampled for ESR dating on quartz.



$^{40}\text{Ar} / ^{39}\text{Ar}$ method

After crushing and sieving of pumices extracted from each unit, pristine sanidine crystals ranging from 500 μm up to 1 mm in size were extracted. Crystals were



handpicked under a binocular microscope and slightly leached for 5 minutes in a 7 % HF acid solution in order to remove groundmass that might still be attached to them. After leaching, 30 crystals were handpicked for each sample and separately loaded in aluminium disks. The samples were irradiated for 1 hour (IRR 83 and 85) in the $\beta 1$ tube of the OSIRIS reactor (CEA Saclay, France). After irradiation between 15 and 20 crystals for each unit were loaded individually in a copper sample holder. The sample holder was then put into a double vacuum Cleartran window. Each sanidine was fused using a Synrad CO_2 laser at 10 to 15 % of nominal power) (c.a.75 Watts). The extracted gas was then purified for 10 min by two hot GP 110 getters (ZrAl). Argon's isotopes (^{36}Ar , ^{37}Ar , ^{38}Ar , ^{39}Ar and ^{40}Ar) were analysed using a VG5400 mass spectrometer equipped with an electron multiplier Balzers 217 SEV SEN coupled to an ion counter. We followed the full analytical protocol outlined in detail in Nomade et al., (2010). Neutron fluence J for each sample was calculated using co-irradiated Alder Creek Sanidine (ACs-2) standard with an age of 1.193 Ma (Nomade et al.; 2005) and the total decay constant

of Steiger and Jäger's (1977). Recent revisions of the standard and/or decay constants suggest values of about +/- 1% than the one we used. Nevertheless, the difference in the final age for levels dated is negligible (*i.e.* 6-7 ka) well within the full-propagated uncertainties (Kuiper et al., 2008, Renne et al., 2011, Phillips and Matchan., 2013, Rivera et al., 2013). Procedural blank measurements are computed after every three unknown samples. For typical 9 min static blank, typical backgrounds are about $2.0\text{-}3.0 \times 10^{-17}$ and 5.0 to 6.0×10^{-19} moles for ^{40}Ar and ^{36}Ar respectively. The precision and accuracy of the mass discrimination correction was monitored by weekly measurements of air argon of various beam sizes (see Nomade et al., 2010 for details). Nucleogenic production ratios used to correct for reactor produced Ar isotopes from K and Ca are reported in the supplementary table 1 to 7.

ESR method

ESR applied on quartz grain is a paleodosimetric dating method currently used for the dating of alluvial terraces and associated prehistoric sites. Samples are considered as dosimeters, which have recorded the total dose of radiations received since the burial. This value can be estimated by the "additive dose method". The sample is separated into aliquots which are irradiated in increasing gamma doses. The addition method requires to build a curve describing the evolution of the ESR signal relatively to increasing gamma doses, and then to extrapolate it until its intersection point with the x-axis. Then, the total dose is equivalent to the value directly read on the x-axis.

100-200 μm grain-size quartz was separated using the chemical and physical protocol of Yokoyama et al. (1985) and Voinchet et al (2004). Samples were then separated in several aliquots. Nine of them were irradiated at doses ranging between 246 and 12 000 Gy using a panoramic ^{60}Co source (Dolo et al., 1996) emitting a 1.25 MeV γ -ray with a dose rate of ca 200 Gy/h. One aliquot has been preserved (natural) and one other was exposed to artificial light during 1600 h with a solar simulator SOL2 (the received light intensity ranges between 3.2 and 3.4×10^5 Lux) in order to determine the residual signal intensity due to some unbleachable aluminium traps. This intensity must be determined for each sample and subtracted to the ESR signal response of the other aliquots (including natural) before the construction of the growth curve prior any age calculation.

ESR measurements were performed at 107K with a Bruker EMX spectrometer using the experimental conditions proposed by Voinchet et al. (2004). The signal intensity was measured between the top of the first peak at $g=2.018$ and the bottom of the 16th peak at $g=2.002$ of the Aluminum hyperfine structure (Toyoda & Falguères, 2003). Each aliquot was measured three times after a rotation by an angle of 120° of its initial position in the cavity. This protocol was repeated three times, resulting in 9 measurements for each aliquot.

The D_E determination is based on the use of sum of an exponential function and a linear term (Duval et al., 2011; Voinchet et al., 2013):

$$I(D) = I_{sat}(1 - e^{-\mu(D+D_E)}) + B(D + D_E)$$

where I is the intensity of the ESR signal of a sample irradiated at the dose D , I_{sat} the saturation intensity, μ the coefficient of sensitivity of the sample and D_E the equivalent dose.

The regression curves were obtained using Microcal OriginPro 8 software weighting the data according to the inverse of the intensity, $1/I^2$ (Yokoyama et al., 1985).

The dose rate was calculated from the radionuclides activities obtained by gamma-ray spectrometry measurements in situ (Inspector 1000, Canberra) using the threshold method of Mercier and Falguères (2007) and in MNHN laboratory (Ortec low background noise germanium spectrometer). Alpha and beta attenuations were estimated from the tables of Brennan (2003). A k-value of 0.15 was used (Yokoyama et al., 1985; Laurent et al., 1998). The cosmic dose rate was calculated from the equations of Prescott and Hutton (1994).

Results

⁴⁰Ar / ³⁹Ar results

Full analytical details for individual crystals from each level are given in the supplementary dataset. In figure 3-20. 4 results are presented for each level as probability diagrams (Deino and Potts, 1990). For reworked volcanic material the youngest crystals population corresponds to the age of the last volcanic eruption recorded in the deposit or last source of reworked material. The youngest homogeneous sanidine population of crystals found for the primary deposits such as the ones from the Notarchirico tephra complex is the age of eruption. A homogeneous population is considered to be relevant when the weighted mean of these crystals had the following statistical characteristics: MSWD < 1.5, Probability fit ≥ 0.1 . These

weighted average ages are calculated using IsoPlot 3.0 (Ludwig 2001) and given at 95 % probability including J uncertainty throughout the text. The full-propagated uncertainties could be found in Fig. 3-20. 5 and in the supplementary material.

Unit 3

Fifteen crystals were analysed for this unit. As expected for reworked volcanic materials the probability diagram is multimodal with crystals ranging in age from 797 ± 4 ka to 666 ± 3 ka (Fig. 3-20. 5). The youngest homogeneous population gives a weighted mean age of 670 ± 4 ka (14 ka) (MSWD = 1.8, P = 0.1) (Fig. 3-20. 5).

Unit 2: levels 2-1 and 2-2 (Notarchirico Tephra Complex)

Fifteen crystals for both units were dated. The probability diagram for level 2-1 is slightly more complex than level 2.2 where only two modes are found (Fig. 3-20. 5). Excluding xenocrysts contamination in both units the weighted mean ages obtained for the youngest juvenile populations are identical within uncertainty at 660 ± 3 ka (12 ka) (MSWD = 0.6 and P = 0.6) and 661 ± 4 ka (14 ka) (MSWD = 0.3 and P = 1.0) for unit 2.1 and 2.2 respectively. We interpret these results as the age of Notarchirico tephra complex deposition.

Units 2 and 1: levels 2-6 to 1-6

All volcanic material in these units is reworked. They all show multimodal probability diagrams (Fig. 3-20. 5). The youngest crystals populations reworked in units 2-6 and 1-3 are identical with weighted mean ages of 663 ± 3 ka (13 ka) (MSWD = 0.7 and P = 0.6) and 660 ± 3 ka (12 ka) (MSWD = 0.1 and P = 1.2) respectively (Fig. 3-20. 5). These ages match well to the Notarchirico tephra complex age. Levels 1-5 and 1-6 show also multimodal probability diagrams but have younger reworked volcanic material. Level 1-3 displays a slightly youngest reworked sanidine population with a weighted mean age of 652 ± 4 ka (12 ka) (MSWD = 0.6 and P = 1.1) (Fig. 3-20. 5) whereas the younger reworked population of sanidines in level 1-6 is significantly younger than all the other units we investigated with a weighted mean age of 614 ± 4 ka (12 ka) (MSWD = 1.5 and P = 0.5).

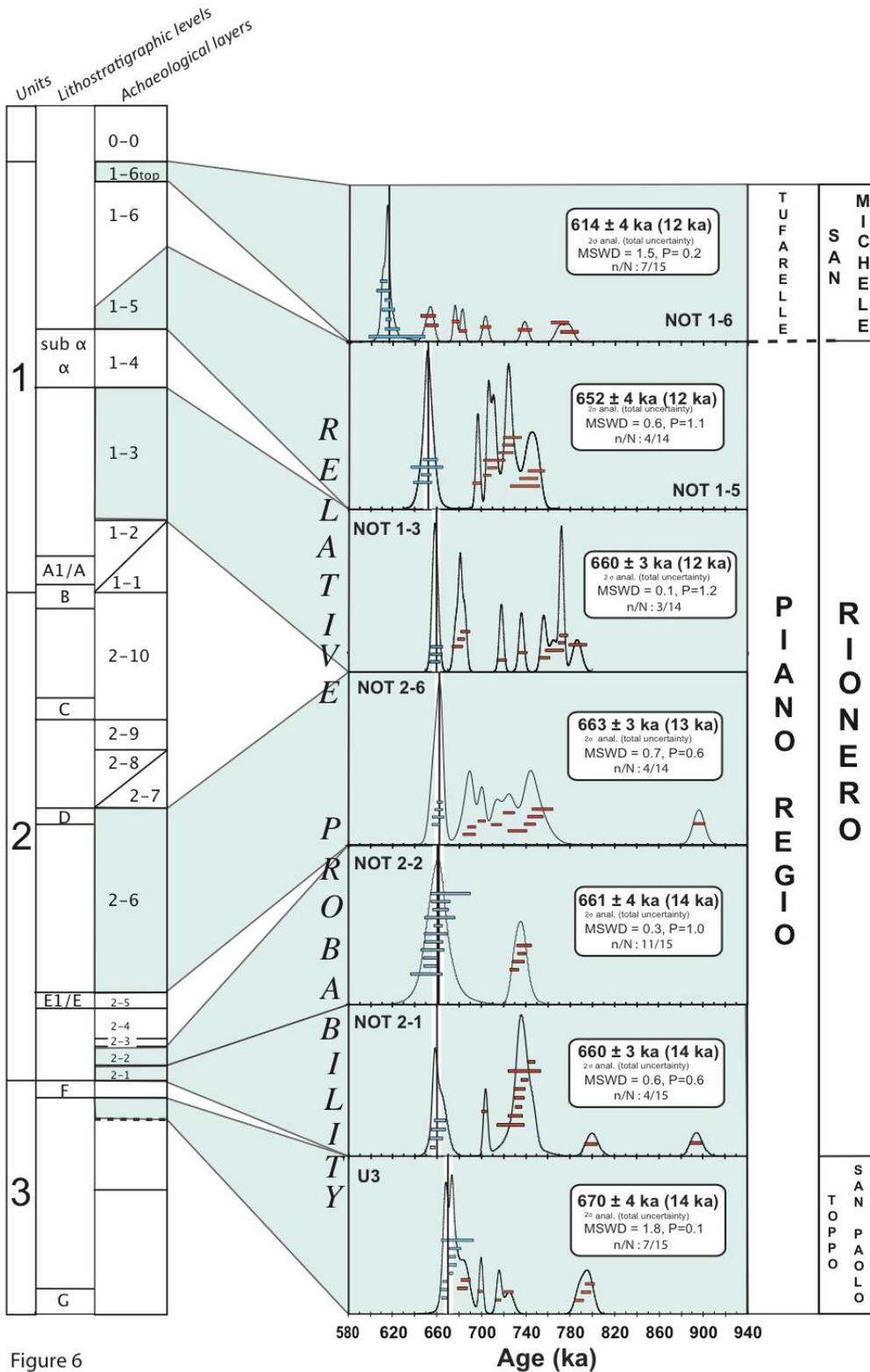


Figure 6

Figure 3-20. 5 : $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ results presented as probability diagram (Deino and Potts, 1990) for levels U3, 2-1, 2-2, 2-6, 1-3, 1-5 and 1-6. These results are correlated to the stratigraphic sequence of Notarchirico. The three lithostratigraphic units characterized by Lefèvre et al (2010) are also correlated to the Monte Vulture's subsyntheses.

ESR results**Unit 2: level 2-6**

An age of 657 ± 31 ka (1σ) was obtained for the level 2-6 from unit 2. All the detailed analytical data are presented in Table 3-5.

Sample	Bl. (%)	W (%)	Da ($\mu\text{Gy/a}$)	De (Gy)	Age (ka)
Not - 2.6	57	10	4051 ± 32	2660 ± 122	657 ± 31

Tableau 3- 5: ESR data and ages obtained for the Notarchirico sample taken in the level 2.6. The following analytical data are showed: maximal bleaching percentage (Bl.), equivalent dose (De), sediment water content (W), dose rate (Da) and obtained age.

Discussion

These new radio-isotopic data have allowed us to obtain an accurate and detailed chronostratigraphy for the sequence of the Notarchirico site. First of all we obtained for the NTC an age of 661 ± 4 ka (14 ka all uncertainties included). This age is more precise but in agreement with the previous thermoluminescence age on quartz grains (*i.e.* 640 ± 40 ka; Pilleyre et al 1999). Our age is also in agreement with the ESR age obtained for level 2-6 (*i.e.* 657 ± 31 ka). It is also in harmony with the ages of 654 ± 11 ka for the M8 marker previously correlated to the NTC and of 655 ± 25 ka (Masseria Boccaglio unit) obtained for the Rionero Subsynthem both correlated by tephrostratigraphy to the Notarchirico sequence (Lefèvre et al., 2010). Unit 3 located below the NTC, displays an age for the youngest crystals population of 670 ± 4 ka (14 ka) (Fig. 3-20. 5). The youngest crystals populations for levels 2-6 to 1-5 are really close and are framed between 663 ± 3 ka (13 ka) and 652 ± 4 ka (12 ka), including all the uncertainties. These results suggest that, these layers are mainly composed of reworked volcanic material coming from the same source as the NTC. Level 1-6 is statistically the only level showing younger volcanic material (614 ± 4 ka (12 ka)). Chronological data we obtained respect the principle of superposition, the lowermost levels being the oldest (Fig. 3-20. 5). According to these chronological data we can safely say that, the whole sequence of Notarchirico was deposited in probably less than 70 ka, between 670 ± 4 ka (14 ka) and 614 ± 4 ka (12 ka), *i.e.* mainly during the glacial MIS 16 stage (Fig. 3-20. 5). This new chronological framework strengthens the sedimentological and tephrostratigraphical approach used by Lefèvre et al. (1999, 2010). In this

work it was suggested that the whole Notarchirico sequence belongs to the top of the *Piano Regio Formation* correlating with the Masseria Boccaglie unit (655 ± 25 ka and < 660 ka) therefore probably contemporaneous with the Fara d'Olivo subsynthem (Lefèvre et al., 2010, Fig. 3-20. 1). Thanks to the precision of our $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ results we can suggest that the youngest reworked eruption from unit 3 comes from one of the eruptions of the subsystem *Toppo San Paolo* dated at 673 ± 19 ka (Buettner et al., 2006; Fig. 3-20. 5). With respect to the NTC we are now confident that it could correspond to an eruption from the *Rionero* subsynthem (Fig. 3-20. 5). Levels 2-6, 1-3 and 1-5 appear to display reworked volcanic materials from the *Rionero* subsynthem but also from older volcanic subsynthems (Fig. 3-20. 4). The chronological correlations we have proposed above are in agreement with the geochemical, mineralogical and geological evidences linking the sedimentological units from the Venosa basin and the tephrostratigraphic sequence (subsynthems) of the Monte Vulture (Buettner et al., 2006) and discussed in detail in several articles (Raynal et al., 1998; Vernet et al., 1999; Lefèvre et al., 1999, 2010).

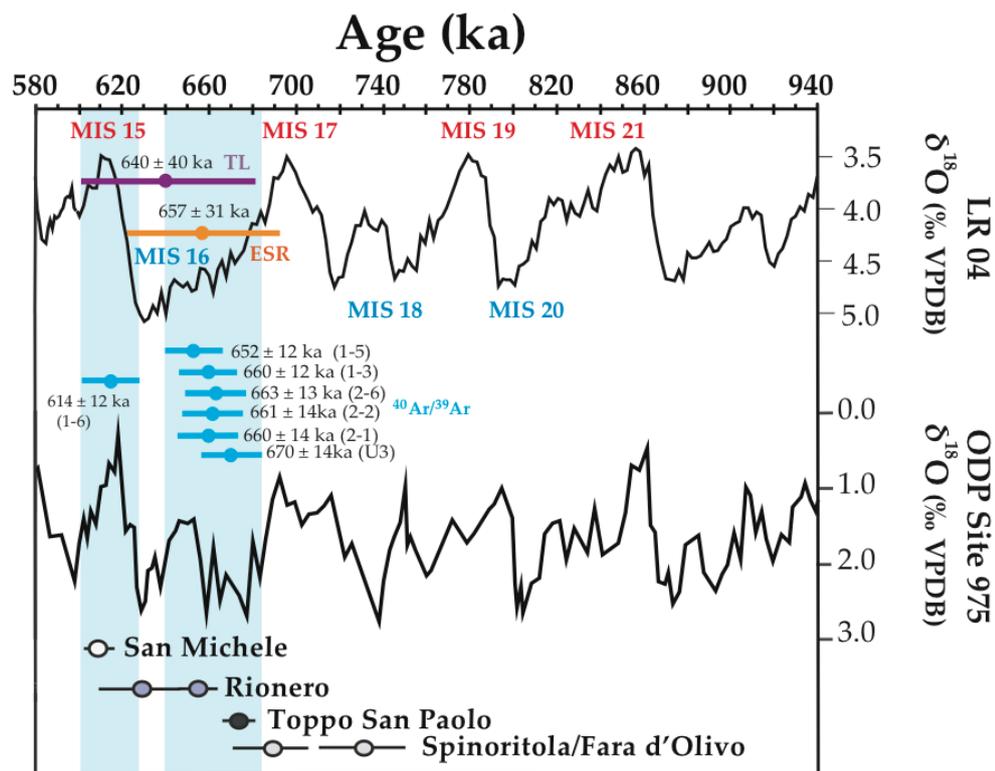


Figure 3-20. 6 : Benthic foraminifera stack (LR04) (Lisiecki and Raymo, 2005) and planktonic climatic curve from ODP 975 (Pierre et al., 1999) put in relationship with our $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ and ESR ages. We also put on this figure the Monte Vulture's associated subsynthems (Buettner et al., 2006) (Fig. 3-20. 1) and the previous thermoluminescence result obtained on the Notarchirico Tephra Complex.

Finally, level 1-6 is the only sedimentary deposit containing volcanic material belonging to *San Michele* eruptive complex (610 ± 8 ka, Buettner et al., 2006) (Fig. 3-20. 1) suggesting that all units below this level were probably deposited before the *San Michele* volcanic activity period (Fig. 3-20. 5). That is also in agreement with the tephrostratigraphic correlation between the level 1-6 and the Tufarelle formation's tephra proposed by Raynal et al., (1998).

Hence, the main part of the Notarchirico sequence seems to have been coeval to the glacial MIS 16 stage. Only few archaeological sites in Europe have recorded hominid occupations during a cold stage before 550 ka, especially in Northern Europe. The human absence may be explained by the hard climatic conditions and by the necessity to follow the herds' migrations to warmer environments (Orain et al., 2013). The only Middle Pleistocene site showing hominid settlement before 550 ka during a colder period is La Noira in Central France that have been occupied probably only during a brief period at the transition between MIS 17 and MIS 16 (Moncel et al., 2013). For that matter the Notarchirico site is exceptional as all of the eleven archaeological layers belong mainly to a cold stage (MIS16) (Fig. 3-20. 6). One hypothesis to explain these occupancy levels could be the fact that in Italy glacial periods may have been less dry and intense. Indeed, the climate reconstruction made by Pierre et al (1999) from the analysis of $\delta^{18}\text{O}$ content in planctonic foraminifera in the ODP 975 site (located in the center of the Mediterranean Sea, west of Italy) authenticates that for the Mediterranean region, the isotope stage 16 (MIS 16) wasn't as cold as in the rest of Europe (Fig. 3-20. 6). Whereas, the Lisiecki and Raymo (2005) global climate curve obtained, thanks to the stack of 57 benthic $\delta^{18}\text{O}$ different records from all around world, demonstrates a different story (Fig. 3-20. 6). It is not a surprise as this curve is a reflection of the global ice cover and not of the temperature in the Mediterranean realm. The handaxes found in the archaeosurface F are then older than 661 ± 4 ka (14 ka), age of the overlying NTC level. A maximum age for this level is given by the age of 670 ± 4 ka (14 ka) provided by the youngest rework volcanic material found in unit 3. According to this bracket the handaxes from level F represent the oldest occurrence of Acheulian lithic industries of the Italian peninsula and are close to the age proposed for La Noira (Moncel et al., 2013). One other significant fact is that the lowermost archaeological layer we investigated presents handaxes (layer F) and only four other levels display these emblematic tools in the sequence of Notarchirico (D, B, A and A1). According to this new chronological framework the age of the human femur from level α (level 1-4) (Mallegni et al.,

1991) can also be assessed. This layer is younger than the NTC and older than level 1-6, which is the only layer containing reworked volcanic material from the San Michele subsynthem (dated c.a. 614 ± 4 ka, ref). Accordingly, we suggest an age bracket between 661 ± 4 ka (14 ka) and 614 ± 4 ka (12 ka) for this hominid remain. This fossil is consequently older than the human tooth recently found on the Isernia la Pineta site and dated between 560 and 585 ka (Peretto et al., 2015). This femur is hence the oldest testimony of hominid fossil in Italy so far, coeval or slightly older than the Mauer mandible, holotype of *Homo heidelbergensis* (609 ± 40 ka; Wagner et al., 2010).

Conclusion

The combination of $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ and ESR ages obtained for the Notarchirico site allowed to place accurately the deposit sequence in the chronological framework of the Middle Pleistocene. This site was occupied repeatedly for short periods of time during the glacial period of MIS16 between 670 ± 4 ka (14 ka) and 614 ± 4 ka (12 ka), which corresponds to the maximum activity period of the Monte Vulture volcano. The richness in Acheulian tools (presence of handaxes), the number of archaeosurfaces, the presence of one human femur and the very good chronological framework help make the Notarchirico site one of the major asset in understanding the beginning of the Acheulian in Italy and Europe. The human femur from level α dated between 614 ± 4 ka (12 ka) and 661 ± 4 ka (14 ka) ka is now regarding as the oldest hominid fossil in Italy and the level F handaxes as the oldest Acheulian occurrence in Italy. Accordingly, this hominid fossil as well as the various lithic assemblages of this site should be now studied in the light of this new chronological framework. Furthermore, at least one other archaeosurface (level G) was found during the borehole survey in Notarchirico but never properly studied. This site may help in the future to better understand the emergence and the development of the Acheulian in Western Europe.

2. Loreto

La séquence fluviatile paléolithique de Loreto (environ 30 m d'épaisseur) est tout comme Notarchirico située au cœur du bassin de Venosa. Cette dernière, remaniant également de nombreux dépôts pyroclastiques, abrite trois niveaux archéologiques différents : A, B et C (Fig. 3-21). Notre étude se focalise uniquement sur le niveau paléolithique inférieur principal : le niveau A, compris dans la couche sédimentaire 21 (Mussi, 2001). La faune retrouvée pour ce niveau, considérée comme archaïque (voir chapitre I pour plus de détails), a dans un premier temps été attribuée au MIS 13 (Baissas, 1980) puis qualifiée comme antérieure à l'unité faunique de Fontana Ranuccio (MIS 13 – 11).

Objectifs pour Loreto :

Datation $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ de deux niveaux LOR A et LOR C (Fig. 3-21, annexe 2-12) afin :

- D'obtenir une contrainte chronologique fiable pour le niveau paléolithique inférieur A et potentiellement pour le niveau archéologique B (contenant peu d'industries).
- De vérifier la corrélation du niveau A à la Formation de Tufarelle du bassin de Venosa (membre C) entre 530 ± 22 ka et 484 ± 8 ka.
- De comparer à terme les âges $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ avec les dates ESR sur quartz, obtenues par P. Voinchet (MNHN) pour les mêmes niveaux, et ESR-U/Th sur dent d'herbivore (LOR A) en cours par J.J Bahain (MNHN).

Piperno et collaborateurs en 1999 proposèrent un âge pour le niveau A de Loreto compris entre 550 et 500 ka. L'industrie lithique retrouvée dans le niveau A est principalement constituée d'industries de mode 1 (Mussi, 2001) même si des industries tayaciennes ont également été signalées (Grifoni et Tozzi, 2006). Lefèvre et al., en 2010 proposèrent l'attribution du niveau A du site de Loreto au membre C de la Formation Tufarelle du bassin de Venosa, corrélée à la sous-unité Casa Lopes du mont Vulture, à la base du centre volcanique de Monticchio (484 ± 8 ka, Brocchini et al., 1994). Ils suggérèrent alors un âge pour le niveau A de Loreto entre 484 ± 8 ka et 530 ± 22 ka (Villa et Buettner, 2009).

Mes objectifs à Loreto étaient de dater deux niveaux sédimentaires par $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ nommés LOR A et C (Fig. 3-21) afin de tenter de préciser l'âge des industries et ossements du niveau archéologique A.

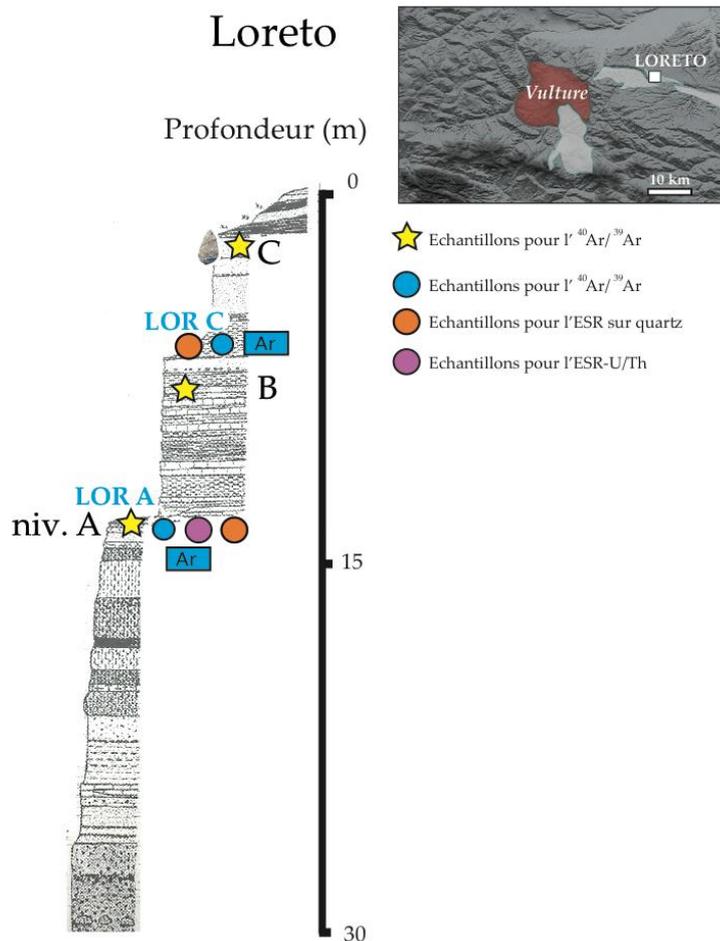


Figure 3-21 : Stratigraphie du site de Loreto (Lefèvre et al., 2010) et positionnement des échantillons prélevés.

▪ Analyses $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$

LOR A

Pour le niveau LOR A (Fig. 3-22), neuf cristaux de sanidines ont été datés (voir annexe 2-12). Le diagramme de probabilité démontre un remaniement d'au moins sept événements volcaniques différents entre 610 et 805 ka (Fig. 3-22). Le cristal le plus jeune identifié pour ce niveau est daté de 610 ± 2 ka.

LOR C

Concernant le niveau LOR C (Fig. 3-22), dix minéraux de sanidines ont été analysés. Le diagramme de probabilité, comme pour le niveau précédant, est multimodal, caractéristique de ce que l'on peut attendre dans un niveau fluviatile remaniant un grand nombre d'événements volcaniques. La plupart des minéraux analysés sont datés entre 690 et 720 ka (Fig. 3-22). Le cristal le plus jeune identifié pour le niveau LOR C est daté de 584 ± 7 ka.

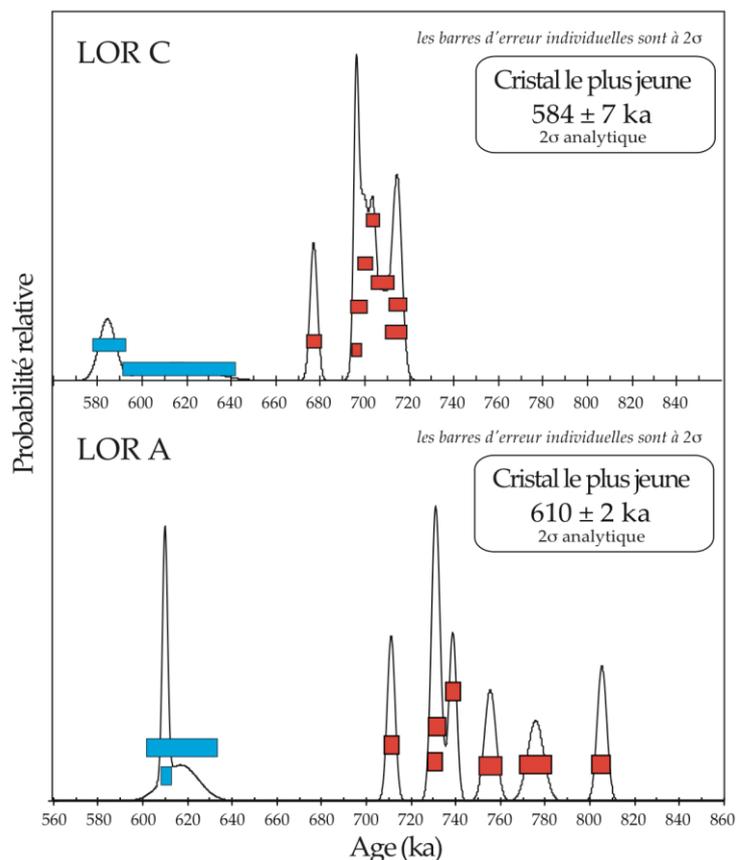


Figure 3-22 : Diagrammes de probabilité obtenus pour les niveaux LOR A et LOR C du site de Loreto.

- **Interprétations chronologiques et archéologiques**

Les diagrammes de probabilité obtenus pour les niveaux LOR A et LOR C démontrent un mélange sédimentaire intense, illustré par le grand nombre d'éruptions volcaniques identifiées. La plupart de ces éruptions sont associables à la phase d'activité la plus ancienne du mont Vulture (unité de Foggianello, sous unité volcanique *Fara d'Olivo* ou *Spinoritola* (Fig. 3-23, Lefèvre et al., 1994, Villa et Buettner, 2009) alors que les sous-unités volcaniques *Toppo San Paolo* (646 ± 7 ka et 673 ± 19 ka ; Brocchini et al., 1994, Villa et Buettner, 2009) et surtout *Rionero* (630 ± 20 ka à 714 ± 18 ka) semblent quasi-absentes de la séquence de Loreto (Figs. 3-22 et 3-23).

Lefèvre et al. (1994, 2010) ont suggéré que la Formation de Tufarelle du bassin de Venosa, repose à Loreto, directement en discordance sur la Formation Fonte del Comune (corrélée à la sous-unité volcanique *Fara d'Olivo* du Vulture).

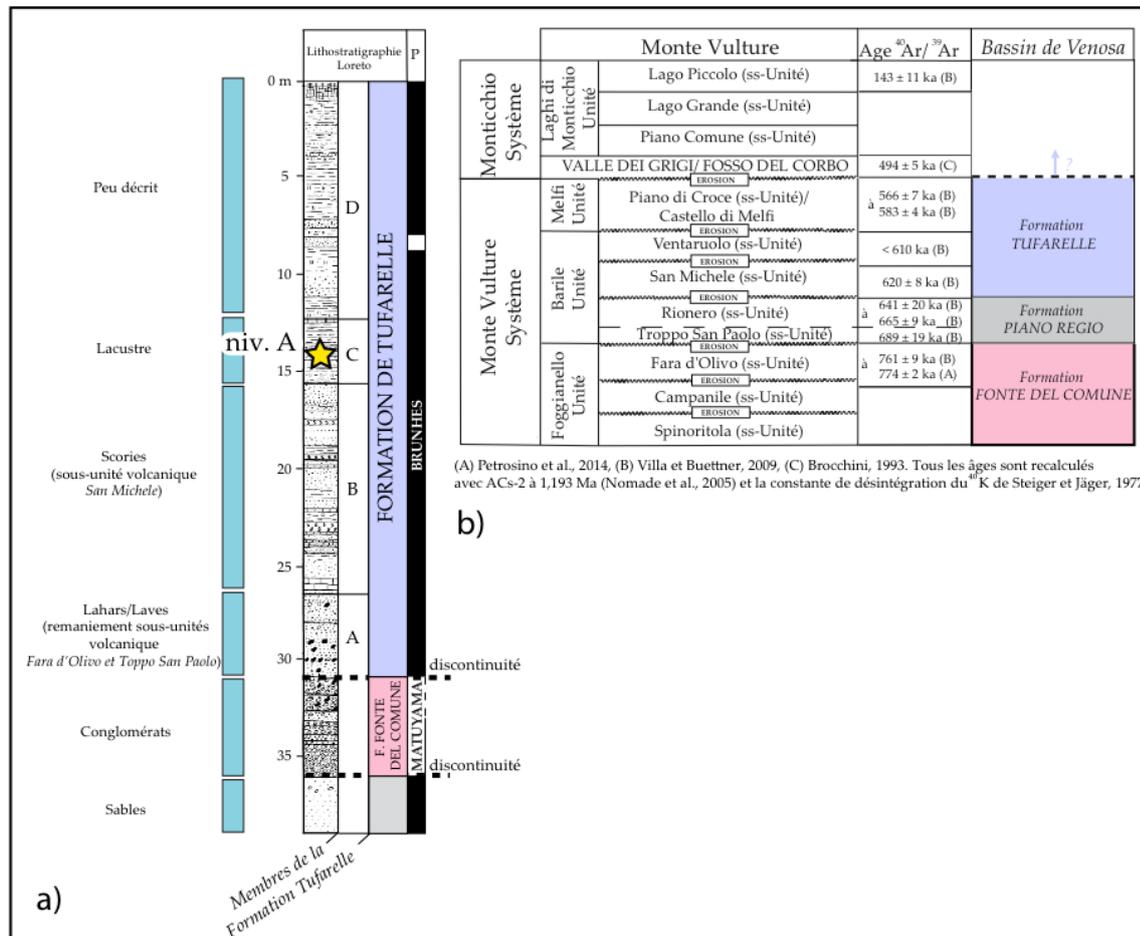


Figure 3-23 : a) Lithostratigraphie du site de Loreto (modifiée d'après Lefèvre et al., 2010). b) Corrélation entre les unités stratigraphiques volcaniques du Mont Vulture et les unités sédimentaires décrites dans le bassin de Venosa (modifiée d'après Giannandrea, 2006)

La Formation Piano Regio, intercalée dans le bassin de Venosa entre la Formation Fonte del Comune et la Formation de Tufarelle est, d'après Lefèvre et al. (2010), dans la partie axiale du bassin de Venosa (secteur du site de Loreto) aujourd'hui complètement érodée. Cette disparition pourrait expliquer la quasi-absence de minéraux originaires des sous-unités volcaniques *Toppo San Paolo* et *Rionero* au sein de nos diagrammes de probabilité (unité Barile, Fig. 3-23). Dans les deux diagrammes (Fig. 3-22) aucune éruption majeure ne semble s'individualiser et aucun cristal plus récent que 584 ± 7 ka n'a été identifié. Cet âge de 584 ± 7 ka ne repose que sur l'analyse d'un seul minéral, ce qui statistiquement est peu robuste. Les résultats $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ obtenus pour le site de Loreto ne donnent malheureusement pas de contrainte chronologique précise, si ce n'est que les niveaux archéologiques de Loreto semblent

être plus récents ou éventuellement sub-contemporains (pour le niveau A) à environ 600 ka, soit au maximum du stade isotopique 15. Lefèvre et al., 2010 ont attribué le niveau d'occupation A de Loreto au membre C de la formation de Tufarelle du bassin de Venosa (Fig. 3-23), les épicrostites du niveau A de Loreto étant très proches de celles retrouvées dans la sous-unité volcanique *Case Lopes* du Vulture (unité volcanique Valle dei Grigi/Fosso del Corbo, 530 ± 22 ka et 484 ± 8 ka, Fig. 3-23). Le membre A de la Formation de Tufarelle est lui principalement constitué de débris volcanique et de lahars et le membre B de retombées de scories (Lefèvre et al., 2010). Cette hypothèse demeure donc la plus plausible quant à l'âge du niveau archéologique A. Les datations ESR sur quartz blanchis et ESR-U/Th devraient apporter de nouvelles contraintes chronologiques qui nous l'espérons devraient préciser l'âge de ce gisement.

3. *Cimitero di Atella*

La séquence volcanoclastique de Cimitero di Atella (~5 m d'épaisseur) est localisée dans le bassin d'Atella à seulement une vingtaine de kilomètres de Notarchirico et Loreto. Le niveau archéologique principal F, présenté Fig. 3-24, est associé à un environnement de rive de lac. Des industries lithiques de mode 1 et 2 et beaucoup des industries microlithiques sont attestées (Abruzzese et al., 2016). La faune à Atella est très mal conservée et les principales espèces représentées sont *Palaeoxodon antiquus*, *Bos primigenius*, *cervus sp.*, *Dama sp.*, et *Capreolus sp.* (Zucchelli et al., 2002). Pour plus de détails sur les assemblages archéologiques et paléontologiques le lecteur peut se référer au chapitre I. Géologiquement la séquence d'Atella a été associée par Borzatti et al. en 1997 à la gamme de temps entre 600 et 500 ka. Di Muro a proposé plus tardivement (1999) la corrélation des niveaux stratigraphiques A à E (voir Fig. 3-24) avec l'unité Masseria Boccaglie du Mont Vulture (654 ± 11 ka, Villa et Buettner, 2009) et du niveau archéologique F avec l'unité volcanique Masseria Granata/Case Lopes du Vulture (~484 ka (La Volpe, Principe, 1989).

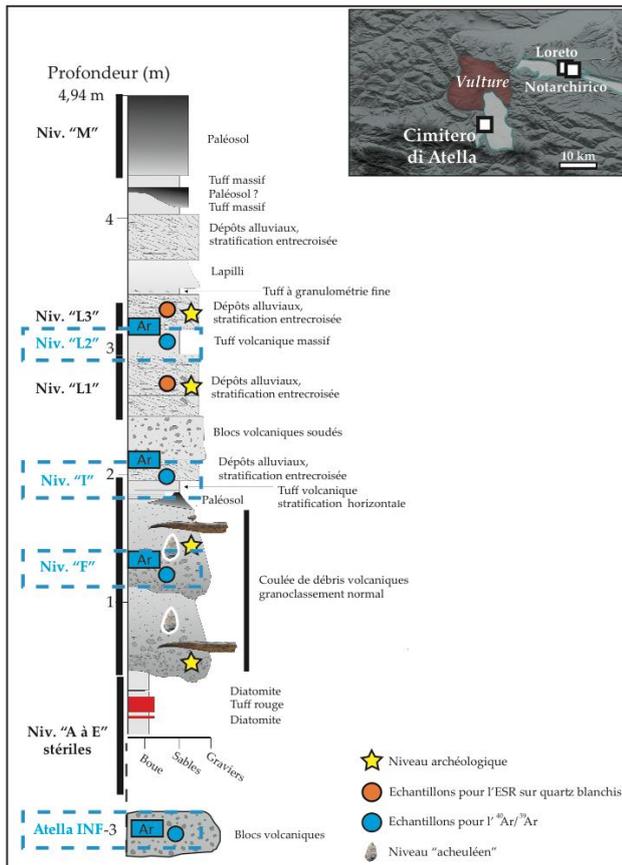


Figure 3-24: Stratigraphie du site de Cimitero di Atella (M. Schiattarella et P. Giannandrea) et position des échantillons prélevés pour les datations par $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ et ESR sur quartz blanchis.

Objectifs pour le site de Cimitero di Atella :

Datation $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ de quatre niveaux (Atella INF, F, I et L2, Fig. 3-24) afin

de :

- Contraindre chronologiquement les deux niveaux acheuléens contenus au sein du niveau F
- Vérifier la corrélation du niveau F avec le stade isotopique **MIS 15**.
- Comparer à terme les datations $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ avec les datations **ESR sur quartz** en cours de réalisation par P. Voinchet (MNHN) pour les niveaux L1 et L3.

▪ Analyses $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$

Atella INF

Pour le niveau Atella INF dix cristaux de sanidines ont été mesurés (voir annexe 2-13). Neuf cristaux sur dix ont statistiquement fourni le même âge (Fig. 3-25). Le diagramme de probabilité obtenu est donc caractérisé par un mode principal et un seul xénocristal, soulignant ainsi la nature probablement primaire du dépôt volcanique qui, à l'affleurement correspond à un dépôt pyroclastique déposé en contexte fluvio-lacustre. L'âge moyen pondéré obtenu pour l'éruption est de 657 ± 11 ka (MSWD = 0,2 et P = 1,0 ; erreur totale externe de 20 ka).

Atella F

Douze cristaux de sanidines ont été individuellement analysés pour le niveau F. Le diagramme de probabilité obtenu est plurimodal, démontrant le remaniement de plusieurs

éruptions. Seuls six cristaux sur douze datés constituent la population de cristaux la plus jeune (Fig. 3-25). Quatre épisodes éruptifs plus anciens, représentés chacun par un maximum de deux cristaux, sont mis en évidence. L'âge moyen pondéré obtenu pour l'éruption la plus jeune est de 579 ± 6 ka (MSWD = 1,1 et P = 0,3, erreur totale externe de 15 ka).

Atella I

Pour le niveau I l'obtention d'âge n'a été possible que pour six cristaux analysés. La plupart des cristaux sélectionnés se sont en effet avérés être des grains de quartz non roulés et transparents. L'analyse de ces six cristaux a confirmé le caractère très remanié de ce niveau alluvial. Au moins quatre éruptions différentes enregistrées sont identifiées dans le diagramme de probabilité associé (Fig. 3-25). Le cristal le plus jeune identifié est daté de 577 ± 15 ka, c'est-à-dire probablement l'âge de l'éruption enregistrée également dans le niveau F.

Atella L2

Pour le niveau L2, treize sanidines ont été mesurées. Le diagramme de probabilité obtenu est, comme pour les niveaux F et I, plurimodal. Comme pour le niveau F, cinq populations de cristaux statistiquement équivalentes à celles mises en évidence dans les niveaux sous-jacents ont été enregistrées. Six cristaux sur treize constituent la population de cristaux la plus jeune, majoritaire (Fig. 3-25). L'âge moyen pondéré obtenu pour cette éruption est de 585 ± 3 ka (MSWD = 0,9 et P = 0,5 (11 ka)). La deuxième population de cristaux la plus importante est quant à elle, datée de 609 ± 6 ka.

▪ Interprétations chronologiques

De par sa proximité avec le mont Vulture (située à moins de 5 km), la séquence du bassin d'Atella est principalement constituée de dépôts pyroclastiques, remaniés ou non, provenant de ce stratovolcan. La datation $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ de quatre niveaux sédimentaires de cette séquence procure pour la première fois des âges isotopiques robustes pour celle-ci. Un niveau volcanique primaire (échantillonné environ 5 mètres sous le gisement archéologique F) permet dans un premier temps de donner un âge maximum de 657 ± 20 ka aux niveaux paléolithiques du site (Fig. 3-25). En ce qui concerne la datation des niveaux sédimentaires supérieurs de la séquence (F, I et L2), les diagrammes obtenus sont assez similaires et soulignent un important remaniement sédimentaire, tout au long de celle-ci. L'éruption la plus jeune identifiée dans les trois niveaux est commune à ces derniers et semble être datée autour de 580 ± 15 ka (579 ± 15 ka pour le niveau F, 577 ± 15 ka pour le cristal le plus jeune du niveau I et 585 ± 11 ka pour le niveau L2). D'un point de vue chronologique cet âge est

équivalent à l'âge de la sous-unité volcanique Castello di Melfi du Vulture (unité de Melfi) (573 ± 4 ka, Brocchini, 1993). Il peut également être attribuable en raison de la faible précision chronologique de cette dernière à la partie supérieure de la sous-unité Ventaruolo (Fig. 3-26) (< 610 ka, unité Barile, Villa et Buettner, 2009). Le mont Vulture était très actif entre 740 et 490 ka, le fait qu'aucune éruption statistiquement plus récente que 579 ± 15 ka ne soit enregistrée pour les niveaux I, F et L2 peut également être considéré comme indicateur chronologique. Aucun cristal attribuable à l'unité volcanique Valle dei Grigi- Fosso del Corbo du système

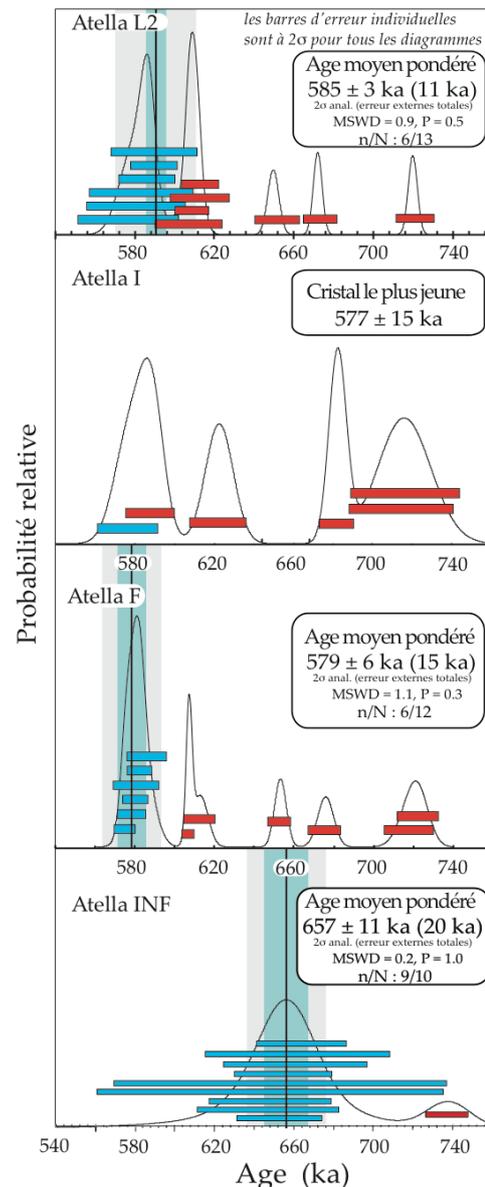


Figure 3-25 : Diagrammes de probabilité obtenus pour les niveaux Atella INF, F, I et L2.

Monticchio du Vulture (datés de 494 ± 5 ka, sous-unité volcanique Case Lopes/Masseria Granata, Brocchini, 1993 et 530 ± 22 ka, Villa et Buettner, 2009) n'a ainsi en effet été identifié à Atella. Il est donc raisonnable de suggérer que le dépôt du niveau F, (abritant les niveaux archéologiques) soit plus ancien que ces éruptions et que l'âge des vestiges archéologiques associés soit donc compris entre 530 ± 22 ka et 580 ± 15 ka.

▪ **Interprétations archéologiques**

Les deux niveaux archéologiques du Cimitero di Atella ont été considérés par Borzatti et al., 1997 et Abruzzese et al., 2016, d'un point de vue sédimentaire, comme étant des « débris » de rives de lac. Ils contiennent peu de restes fauniques et ces derniers sont, tout comme les industries lithiques, assez altérés, probablement en raison d'un temps de résidence relativement long dans des eaux peu profondes (environnement de rive de lac/ fluviatile). Ces restes de faunes, ainsi que les outils microlithiques et industries bifaciales (en radiolarites poreuses) auxquels ils sont associés, sont, d'après les données $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ que j'ai obtenues, datés entre 579 ± 15 ka et 530 ± 22 ka, ce qui correspond à des périodes contemporaines des stades isotopiques 15 à 13. Les âges ESR sur quartz attendus pour les niveaux L1 et L3 (Fig. 3-24) n'ont pas encore été finalisés par Pierre Voinchet. Ils devraient permettre de préciser la chronologie des occupations humaines du site de Cimitero di Atella

V/ Synthèse des résultats obtenus

1. Sites datés entre 700 et 500 ka

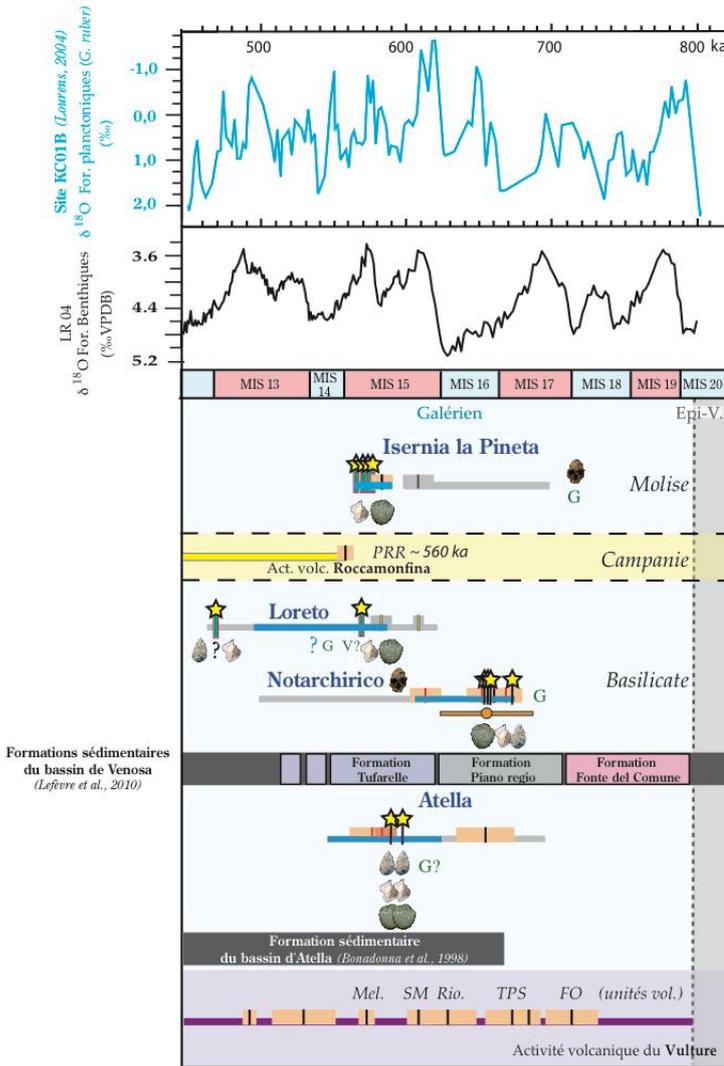
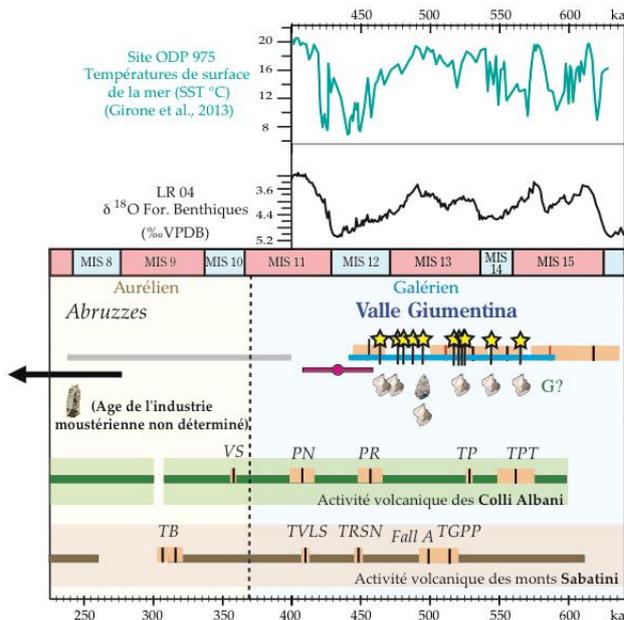


Figure 3-26 : Synthèse des âges obtenus pour les sites datés entre 700 et 500 ka en corrélation avec les principales éruptions volcaniques du Roccamonfina, du mont Vulture, des monts Sabatini et des Colli Albani.

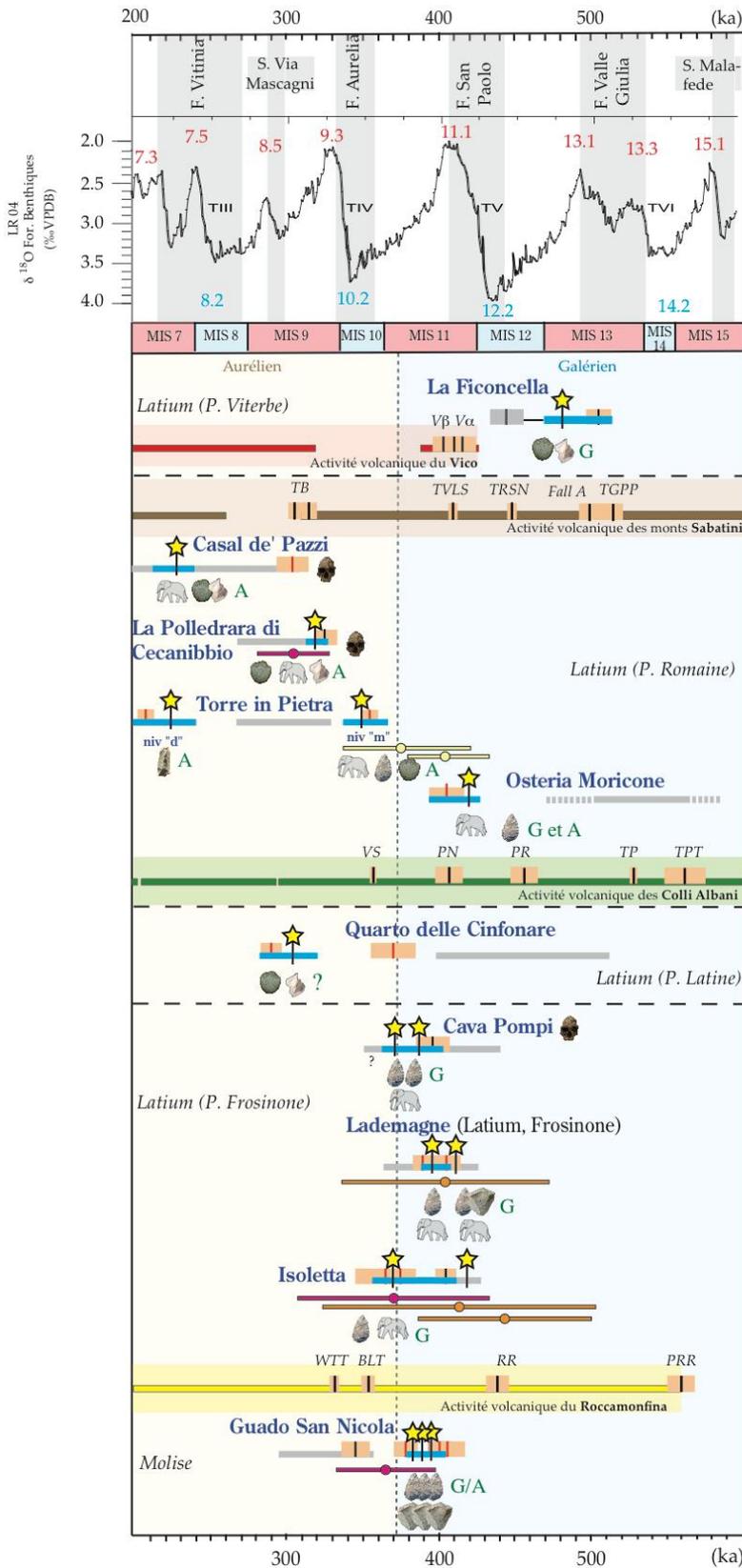


Les âges obtenus pour les sites plus anciens que 500 ka ont été reportés dans la figure 3-26 et mis en corrélation avec les principales phases éruptives du Vulture et éruptions des Colli Albani, des monts Sabatini et du Roccamonfina pour cette période de temps. Les trois sites de Basilicate ayant été étudiés sont tous enregistrés dans des séquences fluviatiles remobilisant du matériel volcanique du mont Vulture. La séquence de Notarchirico semble être la plus ancienne. Elle daterait du stade isotopique 16 et de la transition vers le stade 15, les industries bifaciales du niveau F étant datées entre 670 ± 14 ka et 661 ± 14 ka et le fragment de fémur humain étant plus ancien que 614 ± 12 ka (pour plus de détails se référer à Pereira et al., 2015). Les séquences de Loreto et Atella sont légèrement plus récentes, puisque toutes deux datées d'une période s'étendant entre le stade isotopique 15 et le stade isotopique 13. Afin d'affiner les résultats obtenus sur ces sites l'application d'autres méthodes de datation semble nécessaire. Des échantillons ont été prélevés pour des analyses ESR sur quartz et sont en cours d'analyse par P. Voinchet (MNHN). Cette technique a permis d'obtenir sur le site de Notarchirico un résultat en accord avec les âges $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ (i.e. 657 ± 31 ka pour le niveau NOT 2-6) et semble donc fiable pour dater ce type de dépôts. Les résultats, attendus dans quelques mois (P. Voinchet communication personnelle), devraient permettre de resserrer les âges d'occupation de ces deux gisements.

Grâce aux données $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ obtenues, aux données paléoenvironnementales (i.e. faune typique d'environnement humide, interglaciaire) et aux données téphrochronologiques régionales disponibles (absence d'enregistrement de l'éruption Pré-Rio Rava dans la séquence), l'âge du site d'Isernia la Pineta est maintenant contraint chronologiquement comme étant contemporain de la fin du stade isotopique 15.

Le site de Valle Giumentina, incluant une dizaine de niveaux archéologiques du Paléolithique inférieur, est présenté de façon isolée en raison de sa situation géographique particulière et de l'importance de sa séquence sédimentaire. Quatre stades isotopiques sont enregistrés dans cette séquence maintenant bien connue d'un point de vue stratigraphique et environnemental (Villa et al., 2016b, Limondin-Lozouet et al., 2017, Degeai et al., soumis). Les dates obtenues sur différents niveaux de téphras montrent que la séquence s'est mise en place entre les stades isotopiques 15 et 12 (Fig. 3-26).

2. Sites datés entre 500 et 200 ka



Phases d'Aggradation du Tibre (Marra et al., 2016)



Figure 3-27: Synthèse des âges obtenus pour les sites datés entre 500 et 200 ka en corrélation avec les principales éruptions volcaniques du mont Vico, des monts Sabatini, des Colli Albani et du Roccamonfina pour cette gamme de temps.

Des données chronologiques $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ précises ont pu être obtenues pour la plupart des gisements, dont l'âge est compris entre 500 et 200 ka, qui ont été étudiés au cours de ma thèse (Fig. 3-27). Pour certains d'entre eux, des âges ESR sur quartz ou ESR-U/Th sur dents, obtenus parallèlement à mon travail de thèse, ont pu être confrontés avec ces derniers et sont, pour la grande majorité, en accord avec nos résultats (voir discussion chapitre 4). La plupart des niveaux du Paléolithique inférieur du Latium que j'ai étudiés sont datés de la période comprise entre les stades isotopiques 11 et 9, hormis les sites de la Ficoncella, daté du stade isotopique 13 (Aureli et al., 2015) et de Casal de' Pazzi datant probablement du stade isotopique 7 (Manzi, 1990, Marra et al., 2017). Il est à noter que, pour ces deux gisements, les assemblages lithiques sont principalement constitués d'outils microlithiques et qu'aucune industrie bifaciale n'y est mentionnée dans la littérature.

Les sites archéologiques, dont les périodes d'occupations sont maintenant datées du stade isotopique 11 sont essentiellement les sites de la province de Frosinone : Cava Pompei, Isoletta et Lademagne (Fig. 3-27). C'est également le cas du site de Fontana Ranuccio dont la datation a été effectuée par Sébastien Nomade avant le début de ma thèse (S. Nomade, comm. pers.). A Osteria Moricone des industries et ossements datés du stade isotopique 11 sont également maintenant avérés et confirment les récentes hypothèses géomorphologiques sur les processus de formation du bassin de Cretone proposées par Marra et al. (2016a). Ces derniers suggèrent en effet que parallèlement à la surrection tectonique et migration vers l'ouest du bassin principal de Cretone (à partir des MIS 15-13), un petit bassin tectonique lacustre aux conditions environnementales stables aurait poursuivi sa sédimentation jusqu'au MIS 5 dans la zone orientale d'Osteria Moricone, expliquant ainsi la présence d'enregistrements sédimentaires et paléontologiques attribuables au MIS 11. Concernant les sites de la province de Frosinone, la plupart des faunes associées correspondent à la transition entre Galérien et Aurélien et les datations absolues confirment les hypothèses émises quant aux âges des gisements d'Isoletta, Lademagne et Cava Pompei. L'âge de Fontana Ranuccio est pour sa part rajeuni de quelques 50 ka par rapport aux dates K-Ar publiées à la fin des années 1970 (Biddittu et al., 1979). Le niveau « m » de Torre in Pietra et le site de la Polledrara di Cecanibbio sont quant à eux datés des stades isotopiques 10 et 9 respectivement. Dans ces deux gisements ainsi que sur le site de Casal de' Pazzi daté du stade isotopique 7, les faunes associées aux restes

archéologiques sont typiques de l'Aurélien et les âges obtenus confirment donc les hypothèses basées sur les données biochronologiques.

Bien que le site de Guado San Nicola soit localisé en Molise, il ne se situe en réalité qu'à une cinquantaine de kilomètres des sites de la province de Frosinone. L'attribution du site de Guado San Nicola à la transition entre le stade isotopique 11 et 10 s'est avérée d'un point de vue archéologique assez surprenante, étant donné la présence dans certains niveaux de ce dernier d'industries lithiques qualifiées de moustériennes (Peretto et al., 2016). Cependant, d'un point de vue paléontologique, l'âge obtenu semble en accord avec l'assemblage galérien décrit dans la bibliographie et associé à l'unité faunique de Fontana Ranuccio.

La majorité des périodes d'occupations enregistrées sur ces différents gisements est corrélée à une phase interglaciaire à l'exception notable du niveau paléolithique inférieur du site de Torre in Pietra et potentiellement des niveaux supérieurs de la séquence de Guado San Nicola dont les phases d'occupation semblent avoir eu lieu au cours de la période glaciaire du stade isotopique 10. Les raisons de cette quasi-absence de niveaux d'occupation humaine au cours des périodes climatiquement froides seront discutées dans le chapitre IV.

VI/ Références bibliographiques

- Abruzzese, C., Aureli, D., Rocca, R., 2016. Assessment of the acheulean in southern Italy: new study on the Atella site (Basilicata, Italy). *Quat. Int.* 393, 158-168. <http://dx.doi.org/10.1016/j.quaint.2015.06.005>.
- Adamiec, G., Aitken, M.J., 1998. Dose-rate conversion factors: update. *Ancient TL* 16, 37-50.
- Adler, D.S., Wilkinson, K.N., Blockley, S., Mark, D.F., Pinhasi, R., Schmidt-Magee, B.A., Nahapetyan, S., Mallof, C., Berna F., Glauberman, P.J., Raczynski-Henk, Y., Wales, N., Frahm, E., Jöris, O., MacLeod, A., Smith, V.C., Cullen, V.L., Gasparian, B., 2014. Early Levallois technology and the Lower to Middle Paleolithic transition in the Southern Caucasus. *Science* 345, 1609-1613.
- Adamiec, G., Aitken, M.J., 1998. Dose-rate conversion factors: update. *Ancient TL* 16, 37- 50.
- Amato, V., Aucelli, P.P.C., Cesarano, M., Jicha, B., Lebreton, V., Orain, R., Pappone, G., Petrosino, P., Russo Ermolli, E., 2014. Quaternary evolution of the largest intermontane basin of the Molise Apennine (central-southern Italy). *Rendiconti Lincei* 25, 197–216. doi:10.1007/s12210-014-0324-y
- Amorosi, A., Colalongo, M.L., Fiorini, F., Fusco, F., Pasini, G., Vaiani, S.C., Sarti, G., 2004. Paleogeographic and paleoclimatic evolution of the Po Plain from 150-ky core records. *Global and Planetary Change* 40, 55–78.
- Amorosi, A., Colalongo, M.L., Fusco, F., Pasini, G., Fiorini, F., 1999. Glacio-eustatic control of continental-shallow marine acidity in late Quaternary deposits of the South-Eastern Po Plain (northern Italy). *Quaternary Research* 52, 1–13.
- Anzidei, A.P., Arnoldus-Huyzenveld, A., Caloi, L., Lemorini, C., Palombo, M.R., 1999. Two Middle Pleistocene sites near Rome (Italy): La Polledrara di Cecanibbio and Rebibbia-Casal de' Pazzi. In: Gaudzinski, S., Turner, E. (Eds.), *The Role of Early Humans in the Accumulation of European Lower and Middle Palaeolithic Bone Assemblages*. Mainz, Monographien des Romisch Germanischen Zentralmuseum 42, 173-195
- Anzidei, A.P., Cerilli, E., 2001. The fauna of La Polledrara di Cecanibbio and Rebibbia-Casal de' Pazzi (Rome, Italy) as an indicator for site formation processes in a fluvial environment. *1st Int. Congr. La terra degli elefanti* 167–171.
- Anzidei, A.P., Arnoldus Huizendveld, A., Palombo, M.R., Argenti, P., Caloi, L., Marcolini, F., Lemorini, L., Mussi, M., 2004. Nouvelles données sur le gisement Pléistocène moyen de La Polledrara di Cecanibbio (Latium, Italie). In: Baquedano, E., Rubio, S. (Eds.), *Miscelánea en homenaje a Emiliano Aguirre*. Zona Archeologica 4. Archeologia. Museo Arqueológico Regional, Madrid, 20-29.
- Anzidei, A.P., Bulgarelli, G.M., Catalano, P., Cerilli E., Gallotti R., Lemorini C., Milli S., Palombo, M.R., Pantano, W., Santucci, E., 2012. Ongoing research at the late Middle Pleistocene site of La Polledrara di Cecanibbio (central Italy), with emphasis on human elephant relationships. *Quaternary international* 255, 171-187
- Ascenzi, A., Biddittu, I., Cassoli, P.F., Segre, A.G., Segre Naldini, E., 1993. Dal Paleolitico inferiore al Bronzo nel bacino di Anagni. In: Gatti, S. (Ed.), *Dives Anagnina dalla preistoria alla protostoria*. Archeologia della Valle dei Sacco. L'Erma di Bretschneider, Roma, 25–50.
- Ascenzi, A., Biddittu, I., Cassoli, P.F., Segre, A.G., Segre Naldini, E., 1996. A calvarium of late Homo erectus from Ceprano, Italy. *Journal of Human Evolution* 31, 409-423.
- Ascenzi A., Mallegni F., Manzi G., Segre A.G. & Segre Naldini E. 2000. A re-appraisal of Ceprano calvaria affinities with Homo erectus, after the new reconstruction. *Journal of Human Evolution* 39: 443-450.
- Ashton, N., Lewis, S.G., 2012. The environmental contexts of early human occupation of northwest Europe: The British Lower Palaeolithic record. *Quaternary International* 271, 50–64. doi:10.1016/j.quaint.2011.10.022
- Aureli, D., Contardi, A., Giaccio, B., Modesti, V., Palombo, M.R., Rozzi, R., Sposato, A., Trucco, F., 2012. Straight-tusked elephants in the Middle Pleistocene of northern Latium: Preliminary report on the Ficoncella site (Tarquinia, central Italy). *Quat. Int.* 255, 29–35. doi:10.1016/j.quaint.2011.06.052
- Aureli, D., Contardi, A., Giaccio, B., Jicha, B., Lemorini, C., Madonna, S., Magri, D., Marano, F., Milli, S., Modesti, V., Palombo, M.R., Rocca, R., 2015. Palaeoloxodon and human interaction: Depositional setting, chronology and archaeology at the Middle Pleistocene Ficoncella site (Tarquinia, Italy). *PLoS One* 10, 1–27. doi:10.1371/journal.pone.0124498
- 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., 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. doi:10.1016/j.quageo.2006.04.012
- Bahain J.J., Falguères C., Dolo J.M., Antoine P., Auguste P., Limondin-Lozouet, N., Locht J.L., Tuffreau A., 2010. ESR/U-series dating of teeth recovered from well-stratigraphically age-controlled sequences from Northern France. *Quaternary Geochronology* 5, 371-375.

- Bahain, J.J., Falguères, C., Laurent, M., Shao, Q., Dolo, J.M., Garcia, T., Douville, E., Frank, N., Monnier, J.L., Hallégouët, B., Laforge, M., Huet, B., Auguste, P., Liouville, M., Serre, F., Gagnepain, J., 2012. ESR and ESR/U-series dating study of several middle Palaeolithic sites of Pléneuf-Val-André (Brittany, France): Piégu, Les Vallées and Nantois. *Quaternary Geochronology* 10, 424-429.
- Baissas, P., 1980. Données paleomagnetique et sedimentologique sur les dépôts de la coupe de Loreto (Venosa, Basilicate, Italie). *Bulletin du Musée d'Anthropologie Préhistorique de Monaco* 24, 13-56.
- Barbattini, A., Longo, E., Settepassi, F., 1982. Nuovo giacimento del Paleolitico inferiore in Agro Castel di Guido (Roma). *Atti XXIII Riunione Scientifica Istituto Italiano Preistoria e Protostoria*, Firenze 1980, Firenze, 561-566.
- Barsky, D., 2013. The Caune de l'Arago stone industries in their stratigraphical context. *Comptes Rendus Palevol* 12, 305-325. doi:10.1016/j.crpv.2013.05.007
- Bartolini, C., D'Agostino, N., Dramis, F., 2003. Topography, exhumation, and drainage network evolution of the Apennines. *Episodes* 26, 212-216.
- Berger, G.W., Huntley, D.J., 1989. Test data for exponential fits. *Ancient TL* 7, 43-46.
- Berger, A., Melice, J.L., Loutre, M.F., 2005. On the origin of the 100-ky cycles in the astronomical forcing. *Paleoceanography* 20, PA4019. <http://dx.doi.org/10.1029/2005PA001173>.
- Bertini, A., 2010. Pliocene to Pleistocene palynoflora and vegetation in Italy: State of the art. *Quaternary International, Palaeobotanical and Palynological Records from Italy* 225, 5-24. doi:10.1016/j.quaint.2010.04.025
- Biddittu, I., 1974. Giacimento pleistocenico ad amigdale acheuleane nel territorio di Ceprano, Frosinone. *Memoria dell'Istituto Italiano di Paleontologia Umana* 2, 61-67.
- Biddittu, I., Segre, A.G. 1977. Giacimenti preistorici e quaternario della provincia di Frosinone. *Boll. Ist. St. e. Arte del Lazio meridionale* 9, 1-2.
- Biddittu, I., Segre, A.G. 1978. Paleolitico inferiore a Cava Pompei presso Pofi, Frosinone. *Quad. Arch. Etrusco-Italica* 1, 78-79.
- Biddittu, I., Cassoli, P.F., Radicati Di Brozzolo, F., Segre, A.G., Segre Naldini, E., Villa, I., 1979. Anagni a K-Ar dated lower and Middle Pleistocene site, central Italy: preliminary report. *Quaternaria* 21, 53-71.
- Biddittu, I., Segre, A.G., 1982. Utilizzazione dell'osso nel Paleolitico inferiore italiano. Estratto dagli atti della XXIII riunione scientifica dell'istituto italiano di preistoria e protostoria Firenze. 7-9 Maggio 1980.
- Biddittu, I., Segre, A.G., 1984. Industria su scheggia e bifacciali: nuovi reperti del paleolitico inferiore ad Anagni-Fontana Ranuccio, Frosinone. *Atti della XXIV riunione scientifica dell'Istituto Italiano di Preistoria e Protostoria* 24, 105-112.
- Biddittu, I., Piperno, M., Segre, A.G., 1984. I primi abitanti d'Europa 1 500 000-100 000 anni. Mostra realizzata con la collaborazione della regione Lazio assessorato alla cultura. Museo Nazionale Preistorico Etnografico "Luigi Pigorini" Piazzale Marconi n. 14 Roma Eur. Rosaneto Calabria.
- Biddittu, I., 2004. Guida del Museo Preistorico di Pofi. *I Quad. di ARGIL* 1, 157, 49-58 et 114-119.
- Biddittu, I., Canetri, E., Comerci, V., Germani, M., Picchi, G., 2012. Nuove ricerche nel giacimento del Paleolitico inferiore di Lademagne, S. Giovanni Incarico (Frosinone). In: (Ghini, G., Mari, Z., eds). *Lazio e Sabina*. Edizioni Quasar 9, 437-443.
- Bigi, S., Cantalamessa, G., Centamore, E., Didaskalou, P., Dramis, F., Farabollini, P., Gentili, B., Invernizzi, C., Micarelli, A., Nisio, S., Pambianchi, G., Potetti, M., 1995. La fascia periadriatica marchigiano-abruzzese del Pliocene medio ai tempi attuali: evoluzione tettonico-sedimentaria e geomorfologica. *Studi Geologici Camerti* 1995, 37-49.
- Bischoff, J.L., Rosenbauer, R.J., Tavoso, A., de Lumley, H., 1988. A test of uranium-series dating of fossil tooth enamel: results from Tournal Cave, France. *Applied Geochemistry* 3, 145-151.
- Borzatti von Löwenstern, E., Palchetti, A., Sozzi, M., 1997. Temoignages de l'Acheuleen inferieur en Italie Meridionale: Le gisement du Cimitero di Atella (Basilicata). *L'Anthropologie* 101, 617-638.
- Boschian, G., Saccà, D., 2010. Ambiguities in human and elephant interactions? Stories of bones, sand and water from Castel di Guido (Italy). *Quaternary international* 214, 13-16.
- Boschian, G., 2012. New palaeontological and stratigraphic data from the Middle Pleistocene site of Visogliano (Trieste, North-Eastern Italy). *Quaternary International* 279, 61.
- Boschian, G., Saccà, D., 2015. In the elephant, everything is good: Carcass use and re-use at Castel di Guido (Italy). *Quaternary International* 361, 288-296. doi:10.1016/j.quaint.2014.04.030.
- Bosi, C., Galadini, F., Giaccio, B., Messina, P., Sposato, A., 2003. Plio-Quaternary continental deposits in the Latium-Abruzzi Apennines: the correlation of geological events across different intermontane basins. *Il Quaternario* 16, 55-76.
- Brennan, B., Lyons, R., Philipps, S., 1991. Attenuation of alpha particle track dose for spherical grains. *Nuclear Tracks and Radiation Measurements* 18, 249-253.
- 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.
- Brennan, B., 2003. Beta doses to spherical grains. *Radiation Measurements* 37, 299-303.

- Breuil, H., 1932. Les industries à éclats du paléolithique ancien, I, le Clactonien. *Préhistoire* 1, 125–190.
- Brocchini, D., 1993. Il Vulcano Vulture (Basilicata). *Cronologia radiometrica ed evoluzione*. Unpublished MSc thesis, Univ Pisa: 1-70
- Brocchini, D., La Volpe, L., Laurenzi, M.A., Principe, C., 1994. Storia evolutiva del Mt. Vulture. *Plinius* 12, 22–25.
- Buettner, A., Principe, C., Villa, I.M., Bocchini, D., 2006. Geocronologia 39Ar–40Ar del Monte Vulture. *La Geologia del Monte Vulture* (a cura di Claudia Principe) ; 73–86, Grafiche Finiguerra.
- Bullock, P., Fedoroff, N., Jongerius, A., Stoops, G., Tursina, T., 1985. Handbook for soil thin section description. Waine Research Publications.
- Bonadonna, F.P., Brocchini, D., Laurenzi, M.A., Principe, C., Ferrara, G., 1998. Stratigraphical and chronological correlations between Monte Vulture volcanics and sedimentary deposits of the Venosa basin. *Quatern Int* 47(48):87–96.
- Capotondi, L., Girone, A., Lirer, F., Bergami, C., Verducci, M., Vallefucio, M., Afferi, A., Ferraro, L., Pelosi, N., De Lange, G.J., 2016. Central Mediterranean Mid-Pleistocene paleoclimatic variability and its association with global climate. *Palaeogeogr. Palaeoclimatol. Palaeoecol.* 442, 72–83. doi:10.1016/j.palaeo.2015.11.009
- Carrara, C., Frezzotti, M., Giraudi, C., 1995. Stratigrafia plio-quadernaria. In: Carrara, C. (Ed.), *Lazio Meridionale, Sintesi delle ricerche geologiche multidisciplinari*. ENEA, 62–85.
- Castorina, F., Masi, U., Milli, S., Anzidei, A.P., Bulgarelli, G.M., 2015. Geochemical and Sr/Nd isotopic characterization of Middle Pleistocene sediments from the paleontological site of La Polledrara di Ceganibbio (Sabatini Volcanic District, central Italy). *Quaternary international* 357, 253-263.
- Cavinato, G.P., De Celles, P.G., 1999. Extensional basins in the tectonically bimodal Central Apennines fold–thrust belt, Italy: response to corner flow above a subducting slab in retrograde motion. *Geology* 27, 955–958.
- Ceruleo, P., Marra, F., Pandolfi, L., Petronio, C., Salari, L., 2015. The archaic Acheulean lithic industry of the Cretone basin (Latium, central Italy). *Jasrep* 3, 480–492. doi:10.1016/j.jasrep.2015.07.008
- Civetta, L., Innocenti, F., Lirer, L., Manetti, P., Munno, R., Peccirillo, A., Poli, G., Serri, G., 1979. Serie potassica ed alta in potassio dei Monti Ernici (Lazio Meridionale): considerazioni petrologiche e geochimiche. *Rend. Soc. Ital. Mineral. Petrol.* 35, 227-249.
- Civetta, L., Innocenti, F., Manetti, P., Peccirillo, A., Poli, G., 1981. Geochemical characteristics of potassic volcanics from Mt. Ernici (Southern, Latium, Italy). *Contrib Mineral Petrol* 78, 37-47.
- Clark, G., 1969. *World Prehistory: A New Outline*. Cambridge University Press, London 284 pp.
- CNR-GNDT, 1966. *Un catalogo parametrico dei terremoti di area italiana al di sopra della soglia del danno*. Consiglio Nazionale delle Ricerche, Roma.
- Coltorti, M., Cremaschi, M., 1981. Depositi quadernari e movimenti neotettonici nella conca di Isernia. *Contributi conclusivi alla realizzazione della carta neotettonica d'Italia*. Roma: P.F.G., Sottoprogetto Neotettonica, CNR, pp. 173-188.
- Coltorti, M., Féraud, G., Marzoli, A., Ton-That, T., Voinchet, P., Bahain, J.J., Minelli, A., Thun Hoenstein, U., 2005. New ⁴⁰Ar/³⁹Ar, stratigraphic and palaeoclimatic data on the Isernia la Pineta Lower Palaeolithic site, Molise, Italy. *Quaternary International* 113, 11-22.
- Coltorti, M., Pieruccini, P., 2006. The last interglacial pedocomplexes in the litho- and morpho-stratigraphical framework of the central-northern Apennines (Central Italy). *Quaternary International, Proceedings of the Paleopedology Symposium In Honour of Leon R. Follmer Paleopedology* 156–157, 118–132. doi:10.1016/j.quaint.2006.05.025
- Coltorti, M., Pieruccini, P., 2014. Guado San Nicola Acheulean site: preliminary remarks on the litho-, morpho- and pedo-stratigraphical setting, in: Muttillio, B., Lembo, G., Peretto, C. (Eds.), *L'insediamento a Bifacciali Di Guado San Nicola, Monteroduni, Molise, Italia*. *Annali dell'Università degli Studi di Ferrara*, pp. 13-24
- Combourieu-Nebout, N., Bertini, A., Russo-Ermolli, E., Peyron, O., Klotz, S., Montade, V., Fauquette, S., Allen, J.R.M., Fusco, F., Goring, S., Huntley, B., Joannin, S., Lebreton, V., Magri, D., Martinetto, E., Orain, R., Sadori, L., 2015. Climate changes in the central Mediterranean and Italian vegetation dynamics since the Pliocene. *Review of Palaeobotany and Palynology*. doi:10.1016/j.revpalbo.2015.03.001
- Comerci, V., Biddittu, I., Di Manna, P., Germani, M., Piccardi, L., Ventura, G., Vittori, E. 2015. Tectonic evidence in the Palaeolithic site of Lademagne (San Giovanni Incarico – FR, Southern Latium, Italy). 6th International INQUA Meeting on Paleoseismology, Active Tectonics and Archaeoseismology 19-24 April 2015, Pescara, Fucino Basin, Italy. INQUA Focus Group on Paleoseismology and Active Tectonics.
- Conard, N.J., Serangeli, J., Utz, B., Urban, B., Kolfschoten, T. Van, Miller, C.E., Starkovich, B.M., 2015. Excavations at Schöningen and paradigm shifts in human evolution. *Journal of Human Evolution* 89, 1–17. doi:10.1016/j.jhevol.2015.10.003.
- Coticelli, S., Francalanci, L., Manetti, P., Cioni, R., Sbrana, A., 1997. Petrology and geochemistry of the ultrapotassic rocks from the Sabatini Volcanic District, central Italy: the role of evolutionary processes in the genesis of variably enriched alkaline magmas. *Journal of Volcanology and Geothermal Research* 75, 107-136.
- D'Agostino, N., Jackson, J.A., Dramis, F., Funicello, R., 2001. Interactions between mantle upwelling, drainage evolution

- and active normal faulting: an example from the central Apennines (Italy). *Geophysical Journal International* 147, 475–497.
- D'Alessandro, L., Miccadei, E., Piacentini, T., 2003. Morphostructural elements of central-eastern Abruzzi: contributions to the study of the role of tectonics on the morphogenesis of the Apennine chain. *Quaternary International* 101, 115–124.
- D'Amico, C., Esu, D., 2011. *Jaminia (Jaminia) malatestae* Esu, 1988 (Mollusca, Gastropoda, Enidae) from the Middle and Late Pleistocene of Central-Southern Italy. *Palaeoecological implications. II Quaternario* 24, 67–74.
- Deino, A., Potts, R., 1990. Single-crystal $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ dating of the Olorgesailie Formation, Southern Kenya Rift. *Journal of Geophysical Research* 95, 8453–8470.
- Demangeot, J., Radmilli, A.M., 1953. Le gisement quaternaire de la Valle Giumentina (Abruzzes adriatiques), Stratigraphie et Palethnologie. *Contributi di Scienze Geologiche, suppl. à la Ricerca Scientifica* 3, 11–123.
- Demangeot, J., 1965. Géomorphologie des Abruzzes adriatiques. Centre national de la recherche scientifique.
- Demangeot, J., Radmilli, A.M., 1966. Le gisement paléolithique de Valle Giumentina (Appennin central) et ses problèmes. *Eiszeitalter und Gegenwart* 17, 159–199.
- De Wit, H.E., Sevink, J., Andriessen, P.A.M., et Hebeda, E.H., 1987. Stratigraphy and radiometric datings of a Mid-Pleistocene transgressive complex in the Agro Pontino (Central Italy). *Geologica Romana*, 26, 449–460.
- Di Muro, A., 1999. Inquadramento tefrostratigrafico del sito acheuleano del Cimitero di Atella (Basilicata e Italia). *Studi per l'Ecologia del Quaternario* 21, 7–14.
- Dogliani, C., Mongelli, F., Pieri, P., 1994. The Puglia uplift (SE Italy): an anomaly in the foreland of the Apenninic subduction due to buckling of a thick continental lithosphere. *Tectonics* 13, 1309–1321.
- 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.
- Duval, M., Grün, R., Falguères, C., Bahain, J.J., Dolo, J.M., 2009. ESR dating of Lower Pleistocene fossil teeth: Limits of the single saturating exponential (SSE) function for the equivalent dose determination. *Radiation Measurements* 44, 477–48.
- Duval, M., Moreno, D., Shao, Q., Voinchet, P. et Falguères, C., 2011. Datación por ESR del yacimiento arqueológico del Pleistoceno inferior de Vallparadís (Terrassa, Cataluña, España). *Trabajos de Prehistoria* 68, 7–24.
- Duval, M., and Guilarte, V., 2015. ESR dosimetry of optically bleached quartz grains extracted from Plio-quaternary sediment: evaluating some key aspects of the ESR signal associated to the Ti-center. *Radiation Measurement* 78, 28–41.
- Duval, M., Grün, R., 2016. Are published ESR dose assessments on fossil tooth enamel reliable? *Quaternary Geochronology* 31, 19–27.
- EPICA community, 2004. Eight glacial cycles from an Antarctic ice core. *Nature* 429, 623–628.
- Faegri, K., Iversen, J., 1989. *Textbook of pollen analyses*. IV Ed. ed. John Wiley & Sons, Chichester
- Falguères, C., Bahain, J.J., Pérez-González, 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 Sciences* 33, 149–157.
- Falguères, C., Bahain, J.J., Bischoff, J.L., Pérez-González, A., Ortega, A.I., Ollé, A., Quiles, A., Ghaleb, B., Moreno, D., Dolo, J.M., Shao, Q., Vallverdú, J., Carbonell, E., Bermúdez de Castro, J.M., Arsuaga, J.L., 2013. Combined ESR/U-series chronology of Acheulian hominid-bearing layers at Trincherá Galeria site, Atapuerca (Spain). *Journal of Human Evolution* 65, 168–184.
- Falguères, C., Bahain, J.-J., Tozzi, C., Boschian, G., Dolo, J.-M., Mercier, N., Valladas, H., Yokoyama, Y., 2008. ESR/U-series chronology of the Lower Palaeolithic palaeoanthropological site of Visogliano, Trieste, Italy. *Quaternary Geochronology* 3, 390–398. doi:10.1016/j.quageo.2008.01.007
- Falguères, C., Bahain, J.J., Bischoff, J.L., Pérez-González, A., Ortega, A.I., Ollé, A., Quiles, A., Ghaleb, B., Moreno, D., Dolo, J.M., Shao, Q., Vallverdú, J., Carbonell, E., Bermúdez de Castro, J.M., Arsuaga, J.L., 2013. Combined esr/u-series chronology of acheulian hominid-bearing layers at trincherá galería site, atapuerca, spain. *Journal of Human Evolution* 65, 168–184. doi:10.1016/j.jhevol.2013.05.005.
- Falguères, C., Shao, Q., Han, F., Bahain, J.J., Richard, M., Perrenoud, C., Moigne, A.M., Lumley de, H., 2015. New ESR and U-series dating at Caune de l'Arago, France: A key-site for European Middle Pleistocene. *Quaternary Geochronology* 30, 547–553. doi:10.1016/j.quageo.2015.02.006
- Follieri, M., Giardini, M., Magri, D., Sadori, L., 1998. Palynostratigraphy of the last glacial period in the volcanic region of Central Italy. *Quaternary International* 47–48, 3–20. doi:10.1016/S1040-6182(97)00065-7
- Follieri, M., Magri, D., 2001. Middle and Upper Pleistocene natural environment in the Roman area: climate, vegetation and landscape., in: *Proceedings of the 1st International Conference. Presented at the The World of Elephants, CNR, Rome, pp. 43–47.*
- Galadini, F., Galli, P., 2000. Active tectonics in the central Apennines (Italy)—input data for seismic hazard assessment.

- Natural Hazards 22, 225–268.
- Gallotti, R., Peretto, C., 2015. The Lower/early Middle Pleistocene small débitage productions in Western Europe: New data from Isernia La Pineta t.3c (Upper Volturino Basin, Italy). *Quaternary International* 357, 264–281. doi:10.1016/j.quaint.2014.06.055
- García-Medrano, P., Ollé, A., Mosquera, M., Cáceres, I., Díez, C., Carbonell, E., 2014. The earliest Acheulean technology at Atapuerca (Burgos, Spain): Oldest levels of the Galería site (GII Unit). *Quaternary International* 353, 170–194. doi:10.1016/j.quaint.2014.03.053
- Giaccio, B., Galli, P., Messina, P., Peronace, E., Scardia, G., Sottili, G., Sposato, A., Chiarini, E., Jicha, B., Silvestri, S., 2012. Fault and basin depocentre migration over the last 2 Ma in the L'Aquila 2009 earthquake region, central Italian Apennines. *Quaternary Science Reviews* 56, 69–88. doi:10.1016/j.quascirev.2012.08.016
- Giaccio, B., Arienzo, I., Sottili, G., Castorina, F., Gaeta, M., Nomade, S., Galli, P., Messina, P., 2013a. Isotopic (Sr–Nd) and major element fingerprinting of distal tephras: an application to the Middle-Late Pleistocene markers from the Colli Albani volcano, central Italy. *Quaternary Science Reviews* 67, 190–206. doi:10.1016/j.quascirev.2013.01.028
- Giaccio, B., Castorina, F., Nomade, S., Scardia, G., Voltaggio, M., Sagnotti, L., 2013b. Revised Chronology of the Sulmona Lacustrine Succession, Central Italy. *Journal of Quaternary Science* 28, 545–551. doi:10.1002/jqs.2647
- Giaccio, B., Galli, P., Peronace, E., Arienzo, I., Nomade, S., Cavinato, G.P., Mancini, M., Messina, P., Sottili, G., 2014. A 560–440 ka tephra record from the Mercure Basin, southern Italy: volcanological and tephrostratigraphic implications. *Journal of Quaternary Science* 29, 232–248. doi:10.1002/jqs.2696
- Giaccio, B., Regattieri, E., Zanchetta, G., Wagner, B., Galli, P., Mannella, G., Niespolo, E., Peronace, E., Renne, P.R., Nomade, S., Cavinato, G.P., Messina, P., Sposato, A., Boschi, C., Florindo, F., Marra, F., Sadori, L., 2015a. A key continental archive for the last 2 Ma of climatic history of the central Mediterranean region: A pilot drilling in the Fucino Basin, central Italy. *Scientific Drilling* 20, 13–19. doi:10.5194/sd-20-13-2015
- Giaccio, B., Regattieri, E., Zanchetta, G., Nomade, S., Renne, P.R., Sprain, C.J., Drysdale, R.N., Tzedakis, P.C., Messina, P., Scardia, G., Sposato, A., Bassinot, F., 2015b. Duration and dynamics of the best orbital analogue to the present interglacial. *Geology* 43, 603–606.
- Giannandrea, P., La Volpe, L., Principe, C., Schiattarella, M., 2006. Unconformity-bounded stratigraphic units and evolutionary history of the Middle Pleistocene Monte Vulture volcano, southern Apennines, Italy. *Boll. Soc. Geol. Ital.* 125 (1), 67–92.
- Giannetti, B., De Casa, G., 2000. Stratigraphy, chronology, and sedimentology of ignimbrites from the white trachytic tuff, Roccamonfina Volcano, Italy. *Journal of Volcanology and Geothermal Research* 96, 243–295.
- Giannetti, B., 2001. Origin of the calderas and evolution of the Roccamonfina volcano (Roman region, Italy). *Journal of Volcanology and Geothermal Research* 106, 301–319.
- Giraudi, C., Giaccio, B., 2015. Middle Pleistocene glaciations in the Apennines, Italy: new chronological data and preservation of the glacial record. Geological Society, London, Special Publications. doi:10.1144/SP433.1
- Girone, A., Maiorano, P., Marino, M., Kucera, M., 2013. Calcareous plankton response to orbital and millennial-scale climate changes across the Middle Pleistocene in the western Mediterranean. *Palaeogeogr. Palaeoclimatol. Palaeoecol.* 392, 105–116. doi:10.1016/j.palaeo.2013.09.005.
- Gliozzi, E., Abbazi, L., Ambrosetti, P., Argenti, P., Azzaroli, A., Caloi, L., Capasso Barbato, L., Di Stefano, G., Esu, D., Ficarelli, G., Girotti, O., Kotsakis, T., Masini, F., Mazza, P., Mezzabotta, C., Palombo, M.R., Petronio, C., Rook, L., Sala, B., Sardella, R., Zanolda, E., Torre, D., 1997. Biochronology of selected Mammals, Molluscs and Ostracods from the Middle Pliocene to the Late Pleistocene in Italy. The state of the art. *Rivista Italiana di Paleontologia e Stratigrafia* 103, 369–388.
- Grant, K.M., Rohling, E.J., Bronk Ramsey, C., Cheng, H., Edwards, R.L., Florindo, F., Heslop, D., Marra, F., Roberts, A.P., Tamisiea, M.E., Williams, F., 2014. Sea-level variability over five glacial cycles. *Nat. Commun.* 5, 5076. <http://dx.doi.org/10.1038/ncomms6076>.
- Grifoni, R., et Tozzi, C., 2006. L'émergence des identités culturelles au Paléolithique inférieur : le cas de l'Italie. *Comptes Rendus Palevol* 5, 137–148. doi:10.1016/j.crvp.2005.12.004
- Grün, R., Schwarcz, H.P., Chadam, J.M., 1988. ESR dating of tooth enamel: coupled correction for U-uptake and U-series disequilibrium. *Nucl. Tracks Radiat. Meas.* 14, 237–241.
- Grün, R., Katzenberger-Appel, O., 1994. An alpha irradiator for ESR dating. *Anc. TL* 12, 35–38.
- Grün, R., 1994. A cautionary note: use of the “water content” and “depth for cosmic ray dose rate” in AGE and DATA. *Ancient TL* 12, 50–51.
- Grün, R., Brumby, S., 1994. The assessment of errors in past radiation doses extrapolated from ESR/TL dose-response data. *Radiation Measurements* 23, 307–315.
- Grün, R., 2000. Methods of dose determination using ESR spectra of tooth enamel. *Radiation Measurements* 32, 767–772.
- Guillet, B., Planchais, N., 1969. Note sur une technique d'extraction des pollens des sols par une solution dense. *Pollen et Spores* 11, 141–145.

- Head, M.J., Pillans, B., Farquhar, S., 2008. The Early Middle Pleistocene Transition: characterization and proposed guide for the defining boundary. *Episodes* 31, 255-259.
- Head, M.J., Gibbard, P.L., 2015. Early-Middle Pleistocene transitions: Linking terrestrial and marine realms. *Quaternary International* 389, 7-46. doi:10.1016/j.quaint.2015.09.042.
- Hérisson, D., Airvaux, J., Lenoble, A., Richter, D., Claud, E., Primault, J., 2016. Between the northern and southern regions of Western Europe: The Acheulean site of La Grande Vallée (Colombiers, Vienne, France). *Quaternary International*. doi:10.1016/j.quaint.2015.12.100
- Hérisson, D., Airvaux, J., Lenoble, A., Richter, D., others, 2012. The Acheulean site of “La Grande Vallée” at Colombiers (Vienne, France): stratigraphy, formation processes, preliminary dating and lithic industries. *Paleo* 23, 137-154.
- Hofreiter, M., Stewart, J., 2009. Ecological Change, Range Fluctuations and Population Dynamics during the Pleistocene. *Curr. Biol.* 19, R584-R594. doi:10.1016/j.cub.2009.06.030
- Holmes, J.A., Atkinson, T., Fiona Darbyshire, D.P., Horne, D.J., Joordens, J., Roberts, M.B., Sinka, K.J., Whittaker, J.E., 2010. Middle Pleistocene climate and hydrological environment at the Boxgrove hominin site (West Sussex, UK) from ostracod records. *Quaternary Science Reviews* 29, 1515-1527. doi:10.1016/j.quascirev.2009.02.024
- Hughes, P.D., Woodward, J.C., Gibbard, P.L., 2007. Middle Pleistocene cold stage climate in the Mediterranean: new evidence from the glacial record. *Earth and Planetary Science Letters*, 253, 50-56.
- Hughes, P.D., Woodward, J.C., Van Calsteren, P.C., Thomas, L.E., Adamson, K.R., 2010. Pleistocene ice caps on the coastal mountains of the Adriatic Sea. *Quaternary Science Reviews*, 29, 3690-3708.
- Insinga, D.D., Tamburrino, S., Lirer, F., Vezzoli, L., Barra, M., De Lange, G.J., Tiepolo, M., Vallefucio, M., Mazzola, S., Sprovieri, M., 2014. Tephrochronology of the astronomically-tuned KC01B deep-sea core, Ionian Sea: insights into the explosive activity of the Central Mediterranean area during the last 200 ka. *Quaternary Science Reviews* 85, 63-84. doi:10.1016/j.quascirev.2013.11.019
- Jansen, J.H.F., Kuijpers, A., Troelstra, S.R., 1986. A mid-Brunhes climatic event: long-term changes in global atmosphere and ocean circulation. *Science* 4750, 619-622.
- Jicha, B.R., Singer, B.S., Sobol, P., 2016. Re-evaluation of the ages of $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ sanidine standards and supereruptions in the western U.S. using a Noblesse multi-collector mass spectrometer. *Chemical Geology* 431, 54-66.
- Joannes-Boyau, R., Grün, R., 2011. Decomposition of beta-ray induced ESR spectra of fossil tooth enamel. *Radiation Physics and Chemistry* 80, 335-342
- Jouzel, J., Masson-Delmotte, V., Cattani, O., Dreyfus, G., Falourd, S., Hoffmann, G., Minster, B., Nouet, J., Barnola, J.M., Chappellaz, J., Fischer, H., Gallet, J.C., Johnsen, S., Leuenberger, M., Loulergue, L., Luethi, D., Oerter, H., Parrenin, F., Raisbeck, G., Raynaud, D., Schilt, A., Schwander, J., Selmo, E., Souchez, R., Spahni, R., Stauffer, B., Steffensen, J.P., Stenni, B., Stocker, T.F., Tison, J.L., Werner, M., Wolff, E.W., 2007. Orbital and Millennial Antarctic Climate Variability over the Past 800,000 Years. *Science* (80) 317, 793-796. doi:10.1126/science.1141038
- Kalliokoski, J., Cathles, L., 1969. Morphology, mode of formation, and diagenetic changes in fiamoids. *Bull. Geol. Soc. Finl.* 125-133.
- Karner, D.B., Marra, F., Renne, P.R., 2001. The history of the Monti Sabatini and Alban Hills volcanoes: groundwork for assessing volcanic-tectonic hazards for Rome. *Journal of Volcanology and Geothermal Research* 107, 185-219.
- Koulakovska, L., Usik, V., Haesaerts, P., 2010. Early Paleolithic of Korolevo site (Transcarpathia, Ukraine). *Quaternary International* 223-224, 116-130. doi:10.1016/j.quaint.2009.09.031
- Koppers, A.A.P., 2002. ArAr CALC-software for $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ age calculations. *Computers and Geosciences* 28: 605-619.
- Kretzoi, M., Dobosi, V.T., 1990. (Eds.), *Vértesszőlős, Site, Man and Culture*, Akadémiai Kiado, Budapest.
- Kuiper, K.F., Deino, A., Hilgen, F.J., Krijgsman, W., Renne, P.R., Wijbrans, J.R., 2008. Synchronizing rock clocks of Earth history. *Science* 320, 500-504.
- Laforge, M., Monnier, J.-L., 2011. Contribution à la chronostratigraphie du gisement paléolithique inférieur de Menez-Dregan 1 (Plouhinec, Finistère, France): Corrélations avec les dépôts pléistocènes de la falaise de Gwendrez. *Quaternaire* 91-104. doi:10.4000/quaternaire.5896
- Lamotte, A., Tuffreau, A., 2001. In *L'Acheuléen dans la vallée de la Somme et Paléolithique moyen dans le nord de la France: données récentes*, A. Tuffreau, Ed. (Centre d'Etudes et Recherches Préhistoriques, Lille, France, 2001), pp 149-153.
- Lamotte, A., Tuffreau, A., 2016. Acheulean of the Somme basin (France): Assessment of lithic changes during MIS 12 to 9. *Quaternary International* 409, 54-72. doi:10.1016/j.quaint.2015.08.058
- La Rosa, M., Mazza, P., Rustioni, M., et Vianello, F., 1989-1990. Agro-Pontino (Prov. Latina e Roma), *Notiziario della Rivista delle Scienze Preistoriche* 42, 356-359.
- 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 actual limits. *Quaternary Science Reviews* 17, 1057-1061.

- Laurenzi, M.A., Brocchini, D., Principe, C., Ferrara, G., 1993. Mt. Vulture volcano chronostratigraphy and the effectiveness of dating young phlogopites. *Abstracts EUG VII, Terra Abstracts* 5, 572-573.
- La Volpe, L., Principe, C., 1989. Stratigrafia e storia eruttiva del Monte Vulture: revisione ed aggiornamenti. *Bollettino del Gruppo Nazionale per la Vulcanologia* (2), 889-902.
- La Volpe, L., Principe, C., 1994. Il monte Vulture. Guida all'escursione generale pre-congressuale, 77th Congresso Nazionale della Società Geologica Italiana, Bari.
- Lebreton, L., Desclaux, E., Hanquet, C., Moigne, A.-M., Perrenoud, C., 2015. Environmental context of the Caune de l'Arago Acheulean occupations (Tautavel, France), new insights from microvertebrates in Q-R levels. *Quaternary International*. doi:10.1016/j.quaint.2015.12.001
- Lee, J.Y., Marti, K., Severinghaus, J.P., Kawamura, K., Hee-Soo, Y., Lee, J.B., Kim, J.S., 2006. A redetermination of the isotopic abundances of atmospheric Ar. *Geochimica et Cosmochimica Acta* 70, 4507-4512. doi: 10.1016/j.gca.2006.06.1563
- Lefèvre, D., Raynal, J.P., Pilleyre, T., Vernet, G., 1993. Contribution à la chronostratigraphie de la série de Venosa-Notarchirico (Basilicata). In *Atti Della XXX Riunione Scientifica, Paleosuperfici del Pleistocene e del Primo Olocene in Italia. Processi di Formazione e Interpretazione*. Istituto Italiano di Preistoria e Protostoria, Firenze. pp. 117-128.
- Lefèvre, D., Raynal, J.P., Vernet, G., Pilleyre, T., Piperno, M., Sanzelle, S., Fain, S., Miallier, D., Montret, M., 1994. Sédimentation, volcanisme et présence humaine dans le bassin de Venosa (Basilicata, Italie) au Pléistocène moyen : exemple du site de Notarchirico. *Bulletin de la Société Préhistorique française* 91, 103-112.
- Lefèvre, D., Raynal, J.P., Vernet, G., Kieffer, G., Piperno, M., 2010. Tephro-stratigraphy and the age of ancient Southern Italian Acheulean settlements: The sites of Loreto and Notarchirico (Venosa, Basilicata, Italy). *Quat. Int.* 223-224, 360-368. doi:10.1016/j.quaint.2010.02.020
- Leicher, N., Zanchetta, G., Sulpizio, R., Giaccio, B., Wagner, B., Nomade, S., Francke, A., Del Carlo, P., 2016. First tephrostratigraphic results of the DEEP site record from Lake Ohrid, Macedonia. *Biogeosciences Discussions* 13, 7, 2151-2178. doi: 10.5194/bg-13-2151-2016
- Leroy, S.A.G., Girault, S., Francus, P., Seret, G., 1996. The high sensitivity of the palynological record in the Vico maar lacustrine sequence (Latium, Italy) highlights the climatic gradient through Europe for the last 90ka. *Quaternary Science Reviews* 15, 189-201.
- Limondin-Lozouet, N., Villa, V., Pereira, A., Nomade, S., Bahain, J.-J., Stoetzel, E., Aureli, D., Nicoud, E., submitted. Middle Pleistocene molluscan fauna from Central Italy at Valle Giumentina (Abruzzo): palaeoenvironmental, biostratigraphical and biogeographical implications.
- Lisiecki, L.E., Raymo, M.E., 2005. A Pliocene-Pleistocene stack of 57 globally distributed benthic $d^{18}O$ records. *Paleoceanography* 20: PA1003 [DOI: 10.1029/2004PA001071]
- Locardi, E., 1988. The origin of Apenninic arcs. *Tectonophysics* 146, 105-123.
- Ludwig, K.R., 2001. Isoplot 3.0a Geochronological Toolkit for Microsoft Excel. In *Special Publication No. 4*. Berkeley Geochronology Center: Berkeley, CA.
- Ludwig, K.R., 2003. User's Manual for Isoplot/Ex, Version 3.0, A geochronological toolkit for Microsoft Excel Berkeley Geochronology Center. *Special Publication, v. 4*, Berkeley Geochronology Center, 2455 Ridge Road, Berkeley, CA 94709, USA.
- Luhr, J.F., Giannetti, B., 1987. The Brown Leucitic Tuff of Roccamonfina Volcano (Roman Region, Italy) *Contributions to Mineralogy and Petrology* 95, 420-436.
- de Lumley, H., de Lumley, M.A., Miskovsky, J.C., Renault-Miskovsky, J., 1976. Le site de Terra Amata. In : de Lumley, H., Barral, L. (dirs.), *Sites paléolithiques de la région de Nice et grottes de Grimaldi*, IX Congrès UISPP, Livret-guide Excursion B1, Nice, 15-49.
- Magri, D., 1999. Late Quaternary vegetation history at Lagaccione near Lago di Bolsena (central Italy). *Review of Palaeobotany and Palynology* 106, 171-208.
- Magri, D., Sadori, L., 1999. Late Pleistocene and Holocene pollen stratigraphy at Lago di Vico (central Italy). *Vegetation History and Archaeobotany* 8, 247-260.
- Malatesta, A., 1978. La serie di Torre del Pagliaccetto e il bacino di Torre in Pietra. *Quaternaria* 20, 237-246.
- Mallegni, F., Segre, A.G., et Segre-Naldini, E., 1991. Découverte d'un femur acheuléen à Notarchirico (Venosa, Basilicate). *L'anthropologie* 95: 47-88.
- Manzi, G., Salvadei, L., Passarello, P., 1990. The Casal de'Pazzi archaic parietal: comparative analysis of new fossil evidence from the late Middle Pleistocene of Rome. *Journal of Human Evolution* 19, 751-759.
- Manzi G., Mallegni F. & Ascenzi A. 2001. A cranium for the earliest Europeans: Phylogenetic position of the hominid from Ceprano, Italy. *Proceedings of the National Academy of Sciences USA* 98, 10011-10016.
- Manzi, G., Magri, D., Milli, S., Palombo, M.R., Margari, V., Celiberti, V., Barbieri, M., Barbieri, Mz, Melis, R.T., Rubini, M., Ruffo, M., Saracino, B., Tzedakis, P.C., Zarattini, A., Biddittu, I., 2010. The new chronology of the Ceprano calvarium (Italy). *Journal of Human Evolution* 59, 580-585.

- Manzi, G., Magri, D., Palombo, M.R., 2011. Early Middle Pleistocene environmental changes and human evolution in the Italian peninsula. *Quaternary Science Reviews* 30, 1420-1438.
- Manzi, G. 2016. Humans of the Middle Pleistocene: The controversial calvarium from Ceprano (Italy) and its significance for the origin and variability of *Homo heidelbergensis*. *Quaternary International* 411, 254-261.
- Marcolini, F., Bigazzi, G., Bonadonna, F.P., Centamore, E., Cioni, R., Zanchetta, G., 2003. Tephrochronology and tephrostratigraphy of two Pleistocene continental fossiliferous successions from central Italy. *Journal of Quaternary Science* 18, 545-556. doi:10.1002/jqs.768
- Marra, F., Karner, D.B., Freda, C., Gaeta, M., Renne, P., 2009. Large mafic eruptions at Alban Hills Volcanic District (Central Italy): Chronostratigraphy, petrography and eruptive behavior. *Journal of Volcanology and Geothermal Research* 179, 217-232. doi:10.1016/j.jvolgeores.2008.11.009
- Marra, F., Deocampo, D., Jackson, M.D., Ventura, G., 2011. The Alban Hills and Monti Sabatini volcanic products used in ancient Roman masonry (Italy): an integrated stratigraphic, archaeological, environmental and geochemical approach. *Earth-Science Reviews* 108, 115-136.
- Marra, F. et Florindo, F., 2014. The subsurface geology of Rome: Sedimentary processes, sea-level changes and astronomical forcing. *Earth-Science Reviews* 136, 1-20.
- Marra, F., Sottili, G., Gaeta, M., Giaccio, B., Jicha, B., Masotta, M., Palladino, D.M., Deocampo, D.M., 2014. Major explosive activity in the Monti Sabatini Volcanic District (central Italy) over the 800-390ka interval: Geochronological-geochemical overview and tephrostratigraphic implications. *Quat. Sci. Rev.* 94, 74-101
- Marra, F., Ceruleo, P., Jicha, B., Pandolfi, L., Petronio, C., Salari, L., Giaccio, B., Sottili, G., 2016a. Chronostratigraphic constraints on Middle Pleistocene faunal assemblages and Acheulian industries from the Cretone lacustrine basin, central Italy. *J. Quat. Sci.* 31, 641-658. doi:10.1002/jqs.2889
- Marra, F., Florindo, F., Jicha, B., Nomade, S., Pereira, A., Renne, P., Rohlings, E., 2016b. Independent $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ and ^{14}C age constraints on the last five glacial terminations from the aggradational successions of the Tiber River, Rome (Italy). *Earth and Planetary Science Letters* 449, 105-117.
- Marra, F., Ceruleo, P., Pandolfi, L., Petronio, C., Rolfo, M.F., Salari, L., 2017. The aggradational successions of the aniene river valley in Rome: Age constraints to early neanderthal presence in Europe. *PLoS One* 12, 1-25. doi:10.1371/journal.pone.0170434
- Masini, F., Sala, B., 2011. Considerations on an integrated biochronological scale of Italian Quaternary continental mammals. *Il Quaternario, Italian Journal of Quaternary Sciences* 24, 193-198.
- Mercier, N., Falguères, C., 2007. Field gamma dose-rate measurement with a NaI (TI) detector: re-evaluation of the "threshold" technique. *Ancien TL* 25, 1-4.
- Miccadei, E., Barberi, R., Cavinato, G.P., 1998. La geologia quaternaria della conca di Sulmona (Abruzzo, Italia centrale). *Geologica Romana* 34, 59-86.
- Michel, V., Boschian, G., Valensi, P., 2008. Datation ESR de dents d'aurochs du site Paléolithique inférieur de Castel di Guido (Italie). *ArchéoSciences* 32, 51-58.
- Michel, V., Shen, G., Shen, C.C., Wu, C.C., Verati, C., Gallet, S., Moncel, M.H., Combier, J., Khatib, S., Manetti, M., 2013. Application of U/Th and $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ dating to Orgnac 3, a Late Acheulean and Early Middle Palaeolithic site in Ardeche, France. *PLoS One* 8 (12), e82394.
- Milli, S., 1997. Depositional setting and high-frequency sequence-stratigraphy of the Middle-Upper Pleistocene to Holocene deposits of the Roman Basin. *Geologica Romana* 33, 99-136.
- Milli, S., Paolombo, M.R., 2005. The high-resolution sequence stratigraphy and the mammal fossil record: a test in the Middle-Upper Pleistocene deposits of the Roman basin. *Quaternary International* 126-128, 251-270.
- Milli, S., Moscatelli, M., Palombo, M.R., Parlagreco, L., et Paciucci, M., 2008. Incised valleys, their filling and mammal fossil record - A case study from Middle-Upper Pleistocene deposits of the Roman Basin (Latium, Italy). In: Amorosi, A., Haq, B.U., Sabato, L. (Eds.), *Advances in Application of Sequence Stratigraphy in Italy*. *GeoActa (Special Publication)* 1, 667-687.
- Milli, S., Mancini, M., Moscatelli, M., Stigliano, F., Marini, M., Cavinato, G.P., 2016. From river to shelf, anatomy of a high-frequency depositional sequence: the Late Pleistocene-Holocene Tiber Depositional Sequence. *Sedimentology* 63, 1886-1928
- Min, K., Mundil, R., Renne, P.R. et Ludwig K.R., 2000. A test for systematic errors in $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ geochronology through comparison with U/Pb analysis of a 1.1 Ga rhyolite. *Geochimica et Cosmochimica Acta* 64 (1), 73-98.
- Moncel, M.H., Despriée, J., Voinchet, P., Tissoux, H., Moreno, D., Bahain, J.J., Courcimault, G., Falguères, C., 2013. Early evidence of acheulean settlement in northwestern Europe - La noira site, a 700 000 year-old occupation in the center of France. *PLoS One* 8. doi:10.1371/journal.pone.0075529
- Moncel, M.-H., Ashton, N., Lamotte, A., Tuffreau, A., Cliquet, D., Despriée, J., 2015. The Early Acheulian of northwestern Europe. *Journal of Anthropological Archaeology* 40, 302-331. doi:10.1016/j.jaa.2015.09.005

- Moncel, M.-H., Despriée, J., Voinchet, P., Courcimault, G., Hardy, B., Bahain, J.-J., Puaud, S., Gallet, X., Falguères, C., 2016a. The Acheulean workshop of la Noira (France, 700 ka) in the European technological context. *Quaternary International* 393, 112–136. doi:10.1016/j.quaint.2015.04.051
- Moncel, M.H., Arzarello, M., Peretto, C., 2016b. The Hoslteinian period in Europe (MIS 11-9). *Quaternary international* 409. doi:10.1016/j.quaint.2016.06.006
- Moncel, M.H., Landais, A., Lebreton, V., Combourieu-Nebout, N., Nomade, S., Bazin, L., 2017. Linking environmental changes with human occupations between 900 and 400 ka in Western Europe. *Quaternary International* in press, <http://dx.doi.org/10.1016/j.quaint.2016.09.065>.
- Moore, P.D., Webb, J.A., Collinson, M.E., 1991. *Pollen analysis*, II Ed. ed. Blackwell Scientific Publications.
- Moscariello, A., Ravazzi, C., Brauer, A., Mangili, C., Chiesa, S., Rossi, S., de Beaulieu, J.-L., Reille, M., 2000. A long lacustrine record from the Piànico-Sèllere Basin (Middle-Late Pleistocene, Northern Italy). *Quaternary International*, EDLP - Med Special 73–74, 47–68. doi:10.1016/S1040-6182(00)00064-1
- Moreno, D., Falguères, C., Pérez-González, A., Voinchet, P., Ghaleb, B., Despriée, J., Bahain, J.J., Sala, R., Carbonell, Bermúdez de Castro, J.M., Arsuaga, J.L., 2015. New radiometric dates on the lowest stratigraphical section (TD1 to TD6) of Gran Dolina site (Atapuerca, Spain). *Quaternary Geochronology* 30, 535-540.
- Munno, R., Petrosino, P., Romano, P., Russo Ermolli, E., Juvigné, É., 2001. A Late Middle Pleistocene Climatic Cycle in Southern Italy Inferred from Pollen Analysis and Tephrostratigraphy of the Acerno Lacustrine Succession. *Géographie physique et Quaternaire* 55, 87. doi:10.7202/005659ar
- Murray, A.S., Roberts, R.G., 1997. Determining the burial time of single grains of quartz using optically stimulated luminescence. *Earth and Planetary Science Letters* 152, 163-180.
- Mussi, M., 2001. *Earliest Italy. An overview of the Italian Palaeolithic and Mesolithic*. Plenum Publishing Company, New York.
- Muttillo, B., Lembo, G., Peretto, C., (Eds). 2014. *L'insediamento a bifacciali di Guado San Nicola, Monteroduni, Molise, Italia*. *Annali dell'Università degli Studi di Ferrara, Sez. Museologia Scientifica e Naturalistica*, volume 10/1, 166 pp.
- Muttoni, G., Scardia, G., Kent, D.V., Swisher, C.C., Manzi, G., 2009. Pleistocene magnetochronology of early hominin sites at Ceprano and Fontana Ranuccio, Italy. *Earth and Planetary Science Letters* 286, 255-268.
- Naldini, E.S., Muttoni, G., Parenti, F., Scardia, G., Segre, A.G., 2009. Nouvelles recherches dans le bassin Plio-Pléistocène d'Anagni (Latium méridional, Italie). *L'Anthropologie* 113, 66–77. doi:10.1016/j.anthro.2009.01.013
- Narcisi, B., 1995. Caratteristiche sedimentologiche, mineralogiche e geochimiche di un livello tufitico del Pleistocene medio nei sedimenti della piana del Fucino, Italia centrale. *Il Quaternario* 8, 235–238.
- Nawrocki, J., Łanczont, M., Rosowiecka, O., Bogucki, A.B., 2016. Magnetostratigraphy of the loess-palaeosol key Palaeolithic section at Korolevo (Transcarpathia, W Ukraine). *Quaternary International* 399, 72–85. doi:10.1016/j.quaint.2014.12.063
- Nicoud, E., Aureli, D., Pagli, M., Villa, V., Chaussé, C., Agostini, S., Bahain, J.J., Boschian, G., Degeai, J.P., Fusco, F., Giaccio, B., Hernandez, M., Kuzucuoglu, C., Lahaye, C., Lemorini, C., Limondin-Lozouet, N., Mazza, P., Mercier, N., Nomade, S., Pereira, A., Robert, V., Rossi, M.A., Virmoux, C., Zupancich, A., 2016. Preliminary data from Valle Giumentina Pleistocene site (Abruzzo, Central Italy): A new approach to a Clactonian and Acheulian sequence. *Quaternary International* 409, 182–194. doi:10.1016/j.quaint.2015.08.080.
- Niespolo, E.M., Rutte, D., Deino, A., Renne, P.R., 2017. Intercalibration and age of the Alder Creek sanidine $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ standard. *Quaternary Geochronology* in press. <http://dx.doi.org/10.1016/j.quageo.2016.09.004>.
- Nomade, S., Renne, P.R., Vogel, N., Deino, A.L., Sharp, W.D., Becker, T.A., Jaouni, A.R., Mundil, R., 2005. Alder Creek sanidine (ACs-2), A Quaternary $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ dating standard tied to the Cobb Mountain geomagnetic event. *Chemical Geology* 218, 315-338.
- Nomade, S., Gauthier, A., Guillou, H., Pastre, J.F., 2010. $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ temporal framework for the Alleret maar lacustrine sequence (French Massif Central): Volcanological and Paleoclimatic implications. *Quaternary Geochronology* 5, 20-27.
- Nomade, S., Muttoni, G., Guillou, H., Robin, E., Scardia, G., 2011. First $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ age of the Ceprano man (central Italy). *Quaternary Geochronology* 6, 453-457.
- Ollé, A., Mosquera, M., Rodríguez-Álvarez, X.P., García-Medrano, P., Barsky, D., de Lombera-Hermida, A., Carbonell, E., 2016. The Acheulean from Atapuerca: Three steps forward, one step back. *Quaternary International*. doi:10.1016/j.quaint.2016.01.042
- Oliveira, D., Desprat, S., Rodrigues, T., Naughton, F., Hodell, D., Trigo, R., Rufino, M., Lopes, C., Abrantes, F., Sánchez Goñi, M.F., 2016. The complexity of millennial-scale variability in southwestern Europe during MIS 11. *Quat. Res.* 1–15. doi:10.1016/j.yqres.2016.09
- Orain, R., Lebreton, V., Russo Ermolli, E., Aucelli, P., Amato, V., 2012. Végétation et climat au Pléistocène moyen en Italie méridionale (Bassin de Boiano, Molise). *Quaternaire* 23, 35–46.

- Orain, R., Lebreton, V., Russo Ermolli, E., Sémah, A.M., Nomade, S., Shao, Q., Bahain, J.J., Thun Hohenstein, U., Peretto, C., 2013. Hominin responses to environmental changes during the Middle Pleistocene in central and southern Italy. *Clim. Past* 9, 687–697. doi:10.5194/cp-9-687-2013
- Palombo, M.R., Filippi, M.L., Iacumin, P., Longinelli, A., Barbieri, M., Maras, A., 2005. Coupling tooth microwear and stable isotope analyses for palaeodiet reconstruction: the case study of Late Middle Pleistocene Elephas (Palaeoloxodon) antiquus teeth from Central Italy (Rome area). *Quaternary International* 126e 128, 153e170.
- Patacca, E., Sartori, R., Scandone, P., 1990. Tyrrhenian basin and Apenninic arcs: kinematic relations since late Tortonian times. *Memorie della Società Geologica Italiana* 45, 425–451.
- Patacca, E., Scandone, 1989. Post-Tortonian mountain building in the Apennines, the role of the passive sinking of a relic lithosphere. In: Boriani, A., Bonafede, M., Piccardo, G.B., Vai, G.B. (Eds.), *The Lithosphere in Italy*, Accademia Nazionale Dei Lincei. Presented at the Advances in Earth Sciences Research, Rome, pp. 157–176.
- Patacca, E., Scandone, P., Di Luzio, E., Cavinato, G.P., Parotto, M., 2008. Structural architecture of the central Apennines: Interpretation of the CROP 11 seismic profile from the Adriatic coast to the orographic divide. *Tectonics* 27, TC3006.
- Pereira, A., Nomade, S., Voinchet, P., Bahain, J.J., Falguères, C., Garon, H., Lefèvre, D., Raynal, J.P., Scao, V., Piperno, M., 2015. The earliest securely dated hominin fossil in Italy and evidence of Acheulian occupation during glacial MIS 16 at Notarchirico (Venosa, Basilicata, Italy). *Journal of Quaternary Science*. doi : 10.1002/jqs.2809
- Pereira, A., Nomade, S., Shao, Q., Bahain, J.J., Arzarello, M., Douville, E., Falguères, C., Frank, N., Garcia, T., Lembo, G., Muttillio, B., Scao, V., Peretto, C., 2016. $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ and ESR/U-series dates for Guado San Nicola, Middle Pleistocene key site at the Lower/Middle Palaeolithic transition in Italy. *Quaternary Geochronology* 36, 67-75.
- Pereira, A., Nomade, S., Falguères, C., Bahain, J.J., Tombret, O., Garcia, T., Voinchet, P., Bulgarelli, G.M., Anzidei, A.P., 2017. New $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ and ESR/U-series data for La Polledrara di Cecanibbio archaeological site (Lazio, Italy). *Journal of Archaeological Science: Reports* 1, 20-29.
- Pereira, A., Nomade, S., Moncel, M.H., Voinchet, P., Bahain, J.J., Biddittu, I., Falguères, C., Giaccio, B., Manzi, G., Parenti, F., Scardia, G., Scao, V., Sottili, G., Vietti, A. Geochronological evidences of a MIS 11 to MIS 10 age for several key Acheulian sites from the Frosinone province (Latium, Italy): Archaeological implications. *Quaternary Science Reviews* soumis
- Peretto, C., La Rosa, M., Liboni, A., Milliken, S., Sozzi, M., et Zarattini, A., 1997. Le gisement de Quarto delle Cinfonare dans le cadre du Paléolithique inférieur de l'Italie ouest-centrale, *L'Anthropologie* 10 (4), 597-615.
- Peretto, C., Arzarello, M., Bahain, J.J., Boulbes, Coltorti, M., De Bonis, A., N., Douville, E., Falguères, C., Frank, N., Garcia, T., Lembo, G., Moigne, Morra, V., A.M., Muttillio, B., Nomade, S., Shao, Q., Perrotta, A., Pieruccini, P., Rufo, M., Sala, B., Scarpati, C., Thun Hohenstein, U., Tessari, U., Turrini, M.C., Vaccaro, C. 2014. L'occupazione umana del Pleistocene medio di Guado San Nicola (Monteroduni, Molise). *Annali dell'Università di Ferrara, Museologia Scientifica e Naturalistica* 10, 23-31.
- Peretto, C., Amaud, J., Moggi-Cecchi, J., Manzi, G., Nomade, S., Pereira, A., Falguères, C., Bahain, J.J., Grimaud-Hervé, D., Berto, C., Sala, B., Lembo, G., Muttillio, B., Gallotti, G., Thun Hohenstein, U., Vaccaro, C., Coltorti, M., Arzarello, M., 2015. A Human Deciduous Tooth and New $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ Dating Results from the Middle Pleistocene Archaeological Site of Isernia La Pineta, Southern Italy. *PLoS ONE* 10(10): e0140091. doi:10.1371/journal.pone.0140091
- Peretto, C., Arzarello, M., Bahain, J.J., Boulbes, N., Dolo, J.M., Douville, E., Falguères, C., Frank, N., Garcia, T., Lembo, G., Moigne, A.M., Muttillio, B., Nomade, S., Pereira, A., Rufo, M.A., Sala, B., Shao, Q., Thun Hohenstein, U., Tessari, U., Turrini, M.C., Vaccaro, C. 2016. The Middle Pleistocene site of Guado San Nicola (Monteroduni, Central Italy) on the Lower/Middle Palaeolithic transition. *Quaternary International* 411(B), 301-315. doi:10.1016/j.quaint.2015.11.056
- Petronio, C., Ceruleo, P., Marra, F., Pandolfi, L., Rolfo, M.F., Salari, L., Sottili, G., Moro, P.A., 2017. A novel multidisciplinary bio- and geo-chronological approach for age determination of Palaeolithic bone artifacts in volcanic settings: An example from eastern Sabatini, Latium, Italy. *Quaternary International* 1–9. doi:10.1016/j.quaint.2017.02.010.
- Petrosino, P., Jicha, B.R., Mazzeo, F.C., Russo Ermolli, E., 2014a. A high resolution tephrochronological record of MIS 14–12 in the Southern Apennines (Acerno Basin, Italy). *Journal of Volcanology and Geothermal Research* 274, 34–50. doi:10.1016/j.jvolgeores.2014.01.014
- Petrosino, P., Russo Ermolli, E., Donato, P., Jicha, B., Robustelli, G., Sardella, R., 2014b. Using Tephrochronology and palynology to date the MIS 13 lacustrine sediments of the Mercure basin (Southern Apennines - Italy). *Italian Journal of Geosciences* 133, 169–186. doi:10.3301/IJG.2013.22
- Piacentini, T., Miccadei, E., 2014. The role of drainage systems and intermontane basins in the Quaternary landscape of the Central Apennines chain (Italy). *Rendiconti Lincei* 25, 139–150. doi:10.1007/s12210-014-0312-2
- Phillips, D., Matchan, E.L., 2013. Ultra-high precision $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ ages for Fish Canyon Tuff and Alder Creek Rhyolite sanidine: New dating standards required? *Geochimica et Cosmochimica Acta* 121, 229–239.

- Pierre, C., Belanger, P., Saliège, J.F., Urrutiaguer, M.J., Murat, A., 1999. Paleocyanography of western Mediterranean during the Pleistocene: oxygen and carbon isotope records at Site 975. In: Zahn, R., Comas, M.C., Klaus, A. (eds.), *Proceedings of the Ocean Drilling Program. Scientific Results 161*, College Station (TX), pp. 481–488.
- Pilleyre, T., 1991. Datation par thermoluminescence. Application à la chronologie des retombées volcaniques. Thèse de l'Université de Clermont II, DU 345, 164 p.
- Pilleyre, T., Sanzelle, S., Fain, S., Miallier, D., Montret, M., 1999. Essai de datation par thermoluminescence des dépôts du site acheuléen de Notarchirico. In: Piperno M. (Ed), *Notarchirico. Un sito del Pleistocene medio-antico nel bacino di Venosa (Basilicata)*. Osanna, Venosa, pp. 235-243.
- Pini, R., Ravazzi, C., Donegana, M., 2009. Pollen stratigraphy, vegetation and climate history of the last 215 ka in the Azzano Decimo core (plain of Friuli, north-eastern Italy). *Quaternary Science Reviews* 28, 1268–1290. doi:10.1016/j.quascirev.2008.12.017
- Pini, R., Ravazzi, C., Reimer, P.J., 2010. The vegetation and climate history of the last glacial cycle in a new pollen record from lake Fimon (southern alpine foreland, N-Italy). *Quaternary Science Reviews* 29, 3115–3137.
- Piperno, M., Biddittu, I., 1978. Studio tipologico ed interpretazione dell'industria acheuleana e pre-musteriana dei livelli m e d di Torre in Pietra. *Quaternaria* 20, 441-536.
- Piperno, M., 1997. Notarchirico, un sito del Pleistocene medio iniziale nel bacino di Venosa, Osanna Venosa (eds.) 622p.
- Piperno, M., Lefèvre, D., Raynal, J.P., Tagliacozzo, A., 1999. Conclusioni generali. In: *Notarchirico. Un sito del Pleistocene medio-antico nel bacino di Venosa (Basilicata)*. Ed. Osanna, Venosa; pp. 537-543.
- Piperno, M., Tagliacozzo, A., 2001. The Elephant Butchery area at the Middle Pleistocene site of Notarchirico (Venosa, Basilicata, Italy). *The World of Elephants- International congress*, Rome.
- Pizzi, A., 2003. Plio-Quaternary uplift rates in the outer zone of the central Apennines fold-and-thrust belt, Italy. *Quaternary International* 101, 229–237.
- Pope, M., Roberts, M., Maxted, A., et Jones, P., 2001. The Valdoe: Archaeology of a Locality within the Boxgrove Palaeolandscape, West Sussex. *Proceedings of the Prehistoric Society* 75: 239–263.
- Prescott, J.R., Hutton, J.T. 1994. Cosmic ray contributions to dose rates for Luminescence and ESR Dating: Large depths and long-term time. *Radiation Measurements* 23, 497-500
- Puisségur, J.J., 1976. Mollusques continentaux quaternaires de Bourgogne, Doin. ed, *Mémoires géologiques de l'Université de Dijon*. Paris.
- Radmilli, A.M., 1964. *Abruzzo Preistorico, ORIGINES*. Florence.
- Radmilli, A.M., 1965. *Abruzzo Preistorico. Il Paleolitico inferiore-medio abruzzese*. Sansoni, Florence.
- Radmilli, A.M., 1977. *Storia dell'Abruzzo dalle origini all'età del Bronzo*. Pisa.
- Ravon, A.-L., Gaillard, C., Monnier, J.-L., 2016a. Menez-Dregan (Plouhinec, far western Europe): The lithic industry from layer 7 and its Acheulean components. *Quaternary International*. doi:10.1016/j.quaint.2015.12.097
- Ravon, A.-L., Monnier, J.-L., Laforge, M., 2016b. Menez-Dregan I, layer 4: A transitional layer between the Lower and Middle Palaeolithic in Brittany. *Quaternary International* 409, 92–103. doi:10.1016/j.quaint.2015.07.066
- Raynal, J.P., Lefèvre, D., Vernet, G., Pilleyre, T., Sanzelle, S., Fain, J., Miallier, D., Montret, M., 1998. Sedimentary dynamics and tecto-volcanisme in the Venosa basin (Basilicata, Italia). *Quaternary International* 47/48, 97-105.
- Raynal, J.P., Lefèvre, D., Vernet, G., Papy, G., 1999. Un bassin, un volcan : lithostratigraphie du site acheuléen de Notarchirico (Venosa, Basilicate, Italia). *Notarchirico ; Un sito del Pleistocene medio-antico nel bacino di Venosa (Basilicata)*. Osanna (eds.), pp. 175-205.
- Regattieri, E., Giaccio, B., Galli, P., Nomade, S., Peronace, E., Messina, P., Sposato, A., Boschi, C., Gemelli, M., 2016. A multi-proxy record of MIS 11–12 deglaciation and glacial MIS 12 instability from the Sulmona basin (central Italy). *Quaternary Science Reviews* 132, 129–145. doi:10.1016/j.quascirev.2015.11.015
- Regattieri, E., Giaccio, B., Zanchetta, G., Drysdale, R.N., Galli, P., Nomade, S., Peronace, E., Wulf, S., 2015. Hydrological variability over the Apennines during the Early Last Glacial precession minimum, as revealed by a stable isotope record from Sulmona basin, Central Italy: Hydrological variability over the Apennines. *Journal of Quaternary Science* 30, 19–31. doi:10.1002/jqs.2755
- Renne, P.R., Deino, A.L., Hames, W.E., Heizler, M.T., Hemming, S.R., Hodges, K.V., Koppers, A.A.P., Mark, D.F., Morgan, L.E., Phillips, D., Singer, B.S., Turrin, B.D., Villa, I.M., Villeneuve, M., Wijbrans, J.R., 2009. Data reporting norms for $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ geochronology. *Quaternary Geochronology* 4, 346-352.
- Renne, P.R., Mundil, R., Balco, G., Min, K., Ludwig, K.R., 2011. Response to the comment by W.H. Schwarz et al. on "Joint determination of ^{40}K decay constants and $^{40}\text{Ar}^*/^{40}\text{K}$ for the Fish Canyon sanidine standard, and improved accuracy for $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ geochronology" by P.R. Renne et al. (2010). *Geochimica et Cosmochimica Acta* 75, 5097-5100.
- Rickard, D.T., 1970. The origin of framboids. *Lithos* 3, 269–293.
- Rivera, T.A., Storey, M., Schmitz, M.D., Crowley, J.L., 2013. Age intercalibration of $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ sanidine and chemically distinct U/Pb zircon populations from the Alder Creek Rhyolite Quaternary geochronology standard. *Chemical Geology* 345, 87-98.

- Roberts, M.B., et Parfitt, S.A., 1999. Boxgrove. A Middle Pleistocene hominid site at Eartham Quarry, Boxgrove, West Sussex. London : English Heritage Archaeological Report 17. 456 pp.
- Robustelli, G., Ermolli, E.R., Petrosino, P., Jicha, B., Sardella, R., Donato, P., 2014. Tectonic and climatic control on geomorphological and sedimentary evolution of the Mercure basin, southern Apennines, Italy. *Geomorphology* 214, 423–435. doi:10.1016/j.geomorph.2014.02.026
- Rocca, R., 2016. First settlements in Central Europe: Between originality and banality. *Quaternary International* 409, 213–221. doi:10.1016/j.quaint.2015.08.066
- Rosell, J., Blasco, R., Fernandez Peris, J., Carbonell, E., Barkai, R., Gopher, A., 2015. Recycling bones in the middle pleistocene: Some reflections from gran dolina TD10-1 (Spain), bolomor cave (Spain) and qesem cave (Israel). *Quaternary International* 361, 297–312. doi:10.1016/j.quaint.2014.08.009.
- Rouchon, V., Gillot, P.Y., Quidelleur, X., Chiesa, S., Floris, B., 2008. Temporal evolution of the Roccamonfina volcanic complex (Pleistocene), Central Italy). *Journal of Volcanology and Geothermal Research* 177, 500–514.
- Rubini, M., Cerroni, V., Festa, G., Sardella, R., Zaiio, P., 2014. A revision of hominin fossil teeth from Fontana Ranuccio (MiddlePleistocene, Anagni, Frosinone, Italy). *Journal of Human Evolution* 77, 204–216. doi:10.1016/j.jhevol.2014.09.002.
- Russo Ermolli, E., 1994. Analyse polliinique de la succession lacustre pléistocène du Vallo di Diano (Campanie, Italie). *Annales de la Société géologique de Belgique* 117, 333–354.
- Russo Ermolli, E., Chedaddi, R., 1997. Climate reconstruction during the Middle Pleistocene: a pollen record from Vallo di Diano (Southern Italy). *Geobios* 30, 735–744.
- Russo Ermolli, E., Aucelli, P.P.C., Di Rollo, A., Mattei, M., Petrosino, P., Porreca, M., Roskopf, C.M., 2010. An integrated stratigraphical approach to the Middle Pleistocene succession of the Sessano basin (Molise, Italy). *Quaternary International, Palaeobotanical and Palynological Records from Italy* 225, 114–127. doi:10.1016/j.quaint.2009.04.008
- Russo Ermolli, E., Di Donato, V., Martín-Fernández, J.A., Orain, R., Lebreton, V., Piovesan, G., 2014. Vegetation patterns in the Southern Apennines (Italy) during MIS 13: Deciphering pollen variability along a NW-SE transect. *Review of Palaeobotany and Palynology*. doi:10.1016/j.revpalbo.2014.11.004
- Saccà, D., 2012. Taphonomy of *Palaeoxodon antiquus* at Castel di Guido (Rome, Italy): Proboscidean carcass exploitation in the Lower Palaeolithic. *Quaternary International* 276–277, 27–41.
- Sadori, L., Koutsodendris, A., Panagiotopoulos, K., Masi, A., Bertini, A., Combourieu-Nebout, N., Francke, A., Kouli, K., Joannin, S., Mercuri, A.M., Peyron, O., Torri, P., Wagner, B., Zanchetta, G., Sinopoli, G., Donders, T.H., 2016. Pollen-based paleoenvironmental and paleoclimatic change at Lake Ohrid (south-eastern Europe) during the past 500 ka. *Biogeosciences* 13, 1423–1437. doi:10.5194/bg-13-1423-2016
- Sala, B., 1990. A preliminary report on the microvertebrates of Notarchirico, Venosa. (Rapporto preliminare sui microvertebrati di Notarchirico, Venosa) *Preistoria Alpina* 25, 7–14.
- Sala, B., 1999. Nuovi dati sulla microteriofauna di Notarchirico. In : Notarchirico. Un sito del Pleistocene medio-antico nel bacino di Venosa (Basilicata). Osanna (eds), Venosa ; 439–441.
- Sala, B., Boulbes, N., Moigne, A.M., Thun Hohenstein, U., 2014. L'insieme faunistico del giacimento, in: Muttillio, B., Lembo, G., Peretto, C. (Eds.), *L'insediamento a Bifacciali Di Guado San Nicola, Monteroduni, Molise, Italia*. *Annali dell'Università degli Studi di Ferrara*, pp. 59–78.
- Sani, F., Del Ventisette, C., Montanari, D., Coli, M., Nafissi, P., Piazzini, A., 2004. Tectonic evolution of the internal sector of the Central Apennines, Italy. *Marine and Petroleum Geology* 21, 1235–1254.
- Santagata, C., 2016. Operating systems in units B and E of the Notarchirico (Basilicata, Italy) ancient Acheulean open-air site and the role of raw materials. *Quaternary International*. doi:10.1016/j.quaint.2015.12.074
- Santucci, E., Marano, F., Cerilli, E., Fiore, I., Lemorini, C., Palombo, M.R., Anzidei, A.P., Bulgarelli, G.M., 2016. *Palaeoxodon* exploitation at the Middle Pleistocene site of La Polledrara di Cecanibbio (Rome, Italy). *Quaternary international* 406 part B, 169–182.
- Sardella, R., Palombo, M.R., Petronio, C., Bedetti, C., Pavia, M., 2006. The early Middle Pleistocene large mammal faunas of Italy: An overview. *Quaternary International* 149, 104–109.
- Scaillet, S., Vita-Scaillet, G., Guillou, H., 2008. Oldest human footprints dated by Ar/Ar. *Earth and Planetary Science Letters* 275, 320–325.
- Scott, G.R., et Gibert, L., 2009. The oldest hand-axes in Europe. *Nature* 461, 82–85.
- Segre, A.G., Ascenzi, A., 1984. Fontana Ranuccio, Italy's Earliest Middle Pleistocene Hominid Site. *Curr Anthropol* 25, 230–238.
- Shao, Q., Bahain, J.J., Falguères, C., Peretto, C., Arzarello, M., Minelli, A., Thun Hohenstein, U., Dolo, J.M., Garcia, T., Frank, N., Douville E., 2011. New ESR/U-series data for the early Middle Pleistocene site of Isernia la Pineta, Italy. *Radiation Measurements*, 46, 847–852.
- Shao, Q., Bahain, J.J., Falguères, C., Dolo, J.M., Garcia, T., 2012. A new U-uptake model for combined ESR/U-series dating of tooth enamel. *Quaternary Geochronology* 10, 406–411.

- Shao, Q., Bahain, J.J., Dolo, J.M., Falguères, C., 2014. Monte Carlo approach to calculate US-ESR age and age uncertainty for tooth enamel. *Quaternary Geochronology* 22, 99-106.
- Shao, Q., Chadam, J., Grün, R., Falguères, C., Dolo, J.M., Bahain, J.J., 2015. The mathematical basis for the US-ESR dating method. *Quaternary Geochronology* 30, 1-8.
- Sottili, G., Palladino, D.M., Marra, F., Jicha, B., Karner, D.B., Renne, P., 2010. Geochronology of the most recent activity in the Sabatini Volcanic District, Roman Province, central Italy. *Journal of Volcanology and Geothermal Research* 196, 20-30.
- Steiger, R.H., et Jäger, E., 1977. Subcommission on geochronology: convention on the use of decay constants in geo- and cosmo- chronology. *Earth and Planetary Science Letters* 36 (3), 359-362.
- Stockmarr, J., 1971. Tablets with spores in absolute pollen analysis. *Pollen et Spores* 13, 615-621.
- Stoops, G. (Ed.), 2003. Guidelines for analysis and description of soil and regolith thin sections, Soil Science Society of America. ed. Inc. Madison, Wisconsin, USA.
- Stout, D., Apel, J., Commander, J., Roberts, M., 2014. Late Acheulean technology and cognition at Boxgrove, UK. *Journal of Archaeological Science* 41, 576-590. doi:10.1016/j.jas.2013.10.001
- Scailliet, S., Vita-Scailliet, G., Guillou, H., 2008. Oldest human footprints dated by Ar/Ar. *Earth and Planetary Science Letters* 275, 320-325.
- Tentori, D., Marsaglia, K.M., Milli, S., 2016. Sand compositional changes as a support for sequence-stratigraphic interpretation: the Middle-Upper Pleistocene to Holocene deposits of the Roman Basin (Rome, Italy). *Journal of Sedimentary Research* 86, 1208-1227.
- Terradillos-Bernal, M., Díez-Fernández-Lomana, J.C., 2012. La transition entre les Modes 2 et 3 en Europe : le rapport sur les gisements du Plateau Nord (Péninsule Ibérique). *L'anthropologie* 16, 348-363.
- Toyoda, S., Falguères, C., 2003. The method to represent the ESR intensity of the aluminium hole center in quartz for the purpose of dating. *Advances in ESR applications* 20, 7-10.
- Tozzi, C., 2003. Il Paleolitico dell'Abruzzo, in: Atti Della XXXVI Riunione Scientifica dell'Istituto Italiano Di Preistoria E Protostoria. Presented at the : Preistoria e Protostoria dell'Abruzzo, Istituto Italiano di Preistoria e Protostoria, Chieti et Celano, Italie, pp. 7-27.
- Tuffreau, A., Lamotte, A., Goval, E., 2008. Les Industries acheuléennes de la France septentrionale. *L'Anthropologie* 112, 104-139.
- Turrini, M.C., Lembo, G., Peretto, C., Tessari, U., Vaccaro, C., 2014. La serie stratigrafica, in: Muttillio, B., Lembo, G., Peretto, C. (Eds.). *L'insediamento a Bifacciali Di Guado San Nicola, Monteroduni, Molise, Italia*. *Annali dell'Università degli Studi di Ferrara*, pp. 25-48.
- Tzedakis, P.C., McManus J.F., Hooghiemstra, H., Oppo, D.W., Wumstra, T.A., 2003. Comparison of changes in vegetation in northeast Greece with records of climate variability in orbital and suborbital frequencies over the last 450 000 years. *Earth and Planetary Science Letters*, 212, 197-212.
- Tzedakis, P.C., 2007. Seven ambiguities in the Mediterranean palaeoenvironmental narrative. *Quaternary Science Review* 26, 2042-2066. doi:10.1016/j.quascirev.2007.03.014.
- Tzedakis, P.C., Raynouad, D., McManus, J.F., Berger, A., Brovkin, V., Kiefer, T., 2009. Interglacial diversity. *Nature Geoscience* 2, 751-755.
- Vallverdú, J., Saladi, P., Rosas, A., Huguet, R., Caceres, I., Mosquera, M., Garcia-Taberner, A., Estalrich, A., Lozano-Fernandez, I., Pineda-Alcala, A., Carrancho, A., Villalain, J.J., Bourlès, D., Braucher, R., Lebatard, A., Vilalta, J., Esteban-Nadal, M., Bennisar, M.L., Bastir, M., Lopez-Poli, L., Olle, A., Verges, J.M., Ros-Montoya, S., Martinez-Navarro, B., Garcia, A., Martinell, J., Exposito, I., Burjachs, F., Agustí, J., Carbonell, E., 2014. Age and date for early arrival of the Acheulian in Europe (Barranc de la Boella, la Canonja, Spain). *PLoS One* 9 (7), <http://dx.doi.org/10.1371/journal.pone.0103634>
- Vandenbergue, D., De Corte, F., Buylaert J.P., Kucera, J., Van den haute, P., 2008. On the internal radioactivity in quartz. *Radiation Measurements* 43, 771-775.
- Vernet, G., Raynal, J.P., Lefevre, D., Kieffer, G., 1999. Un bassin, un volcan : téphras distales dans les dépôts du Pléistocène moyen de Venosa (Basilicata, Italia). In: Piperno M. (Ed), *Notarchirico. Un sito del Pleistocene medio-antico nel bacino di Venosa (Basilicata)*. Osanna, Venosa, 207-233.
- Vezzani, L., Festa, A., Ghisetti, F.C., 2010. Geology and Tectonic Evolution of the Central-Southern Apennines, Italy, in: *Geological Society of America Special Papers*. Geological Society of America, pp. 1-58.
- Vezzani, L., Ghisetti, F.C., 1998. *Carta Geologica dell'Abruzzo, Scale 1:100,000*. S.E.L.C.A., Florence.
- Vietti, A., 2016. Combined Electron Spin Resonance and U-series dating (ESR/U-series) of fossil tooth enamel: application to dental remains from different Palaeolithic Italian sites. Master thesis in Material Science for Cultural Heritage (LM-53), Università degli Studi di Torino, unpublished, 84 p.
- Villa, I.M., et Buettner, A., 2009. Chronostratigraphy of Monte Vulture volcano (southern Italy): Secondary mineral microtextures and ³⁹Ar-⁴⁰Ar systematics. *Bull. Volcanol.* 71, 1195-1208. doi:10.1007/s00445-009-0294-6

- Villa, P., Soriano, S., Grün, R., Marra, F., Nomade, S., Pereira, A., Boschian, G., Pollarolo, L., Fang, F., Bahain, J.J., 2016a. The Acheulian and early Middle Paleolithic in Central Italy : Stability and Innovation. *PLoS ONE* 11(8) : e0160516. doi:10.1371/journal.pone.0160516.
- Villa, V., Pereira, A., Chaussé, C., Nomade, S., Fusco, F., Limondin-Lozouet, N., Degeai, J.P., Robert, V., Kuzucuoglu, C., Boschian, G., Aureli, D., Pagli, M., Bahain, J.J., Giaccio, B., Nicoud, E., 2016b. New chronostratigraphy for Valle Giumentina (Abruzzo, Italy): A 150,000 years long Middle-Pleistocene archaeological sequence. *Quaternary Science Reviews* 151, 160-184.
- Voinchet, P., Bahain, J.J., Falguères, C., Laurent, M., Dolo, J.M., Despriée, J., et Gageonnet, R., 2004. ESR dating of quartz extracted from Quaternary sediments: Application to fluvial terraces system of Northern France. *Quaternaire* 15, 135-141.
- Voinchet, P., Despriée, J., Tissoux, H., Falguères, C., Bahain, J.-J., Gageonnet, R., Dépont, J., Dolo, J.-M., 2010. ESR chronology of alluvial deposits and first human settlements of the Middle Loire Basin (Region Centre, France). *Quaternary Geochronology* 5, 381–384. doi:10.1016/j.quageo.2009.03.005
- Voinchet, P., Yin, G., Falguères, C., Liu, C., Han, F., Sun, X. et Bahain, J.J., 2013. Dose response of late Quaternary fluvial sediments studied by Electronic Spin Resonance (ESR) method – Implication to the equivalent dose determination and dating. *Geochronometria* 40, 341-347
- Voinchet, P., Moreno, D., Bahain, J.-J., Tissoux, H., Tombret, O., Falguères, C., Moncel, M.-H., Schreve, D., Candy, I., Antoine, P., Ashton, N., Beamish, M., Cliquet, D., Despriée, J., Lewis, S., Limondin-Lozouet, N., Locht, J.-L., Parfitt, S., Pope, M., 2015. New chronological data (ESR and ESR/U-series) for the earliest Acheulian sites of north-western Europe. *Journal of Quaternary Science* 30, 610–622. doi:10.1002/jqs.2814
- Wagner, G.A., Krbetschek, M., Degering, D., Bahain, J.-J., Shao, Q., Falguères, C., Voinchet, P., Dolo, J.-M., Garcia, T., Rightmire, G.P., 2010. Radiometric dating of the type-site for *Homo heidelbergensis* at Mauer, Germany. *Proc. Natl. Acad. Sci. U. S. A.* 107, 19726–30. doi:10.1073/pnas.1012722107
- Watts, W.A., 1985. A long pollen record from Laghi di Monticchio, Southern Italy: a preliminary account. *Journal of the Geological Society of London* 142, 491–499.
- Watts, W.A., Allen, J.R.M., Huntley, B., 1996. Vegetation history and palaeoclimate of the last glacial period at Lago Grande di Monticchio, Southern Italy. *Quaternary Science Reviews* 15, 133–153.
- West, R.G., Gibbard, P.L., Boreham, S., Rolfe, C., 2014. Geology and geomorphology of the Palaeolithic site at High Lodge, Mildenhall, Suffolk, England. *Proceedings of the Yorkshire Geological Society* 60, 99–121
- Yokoyama, Y., Nguyen, H.V., 1980. Direct and non destructive dating of marine sediments, manganese nodules and corals by high resolution gamma-ray spectrometry. In: Goldberg ED, Horibe Y, Saruhashi K (eds) *Isotope Marine Chemistry*, Uchida Rokakuho, Tokyo, 259-289.
- Yokoyama, Y., Falguères, C., Quaegebeur, J.P., 1985. ESR dating of quartz from Quaternary sediments: first attempts, *Nuclear Tracks* 10, 921-928.
- Zucchelli, M., 2002. I cervidi dell'Acheuleano antico nel Cimitero di Atella (Potenza). *Studi per l'Ecologia del Quaternario* 24, 13-17.

CHAPITRE IV

Synthèse générale-Discussion

Liste des illustrations du chapitre IV

Figure 4-1 : Synthèse des âges $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ obtenus au cours de ce travail doctoral. a) Log Ca/Ti, U1385 Hodell et al., 2015 ; b) CH_4 , Epica Dôme C (Loulergue et al., 2008 ; Bazin et al., 2013) ; c) $\delta^{18}\text{O}$ benthique (Lisiecki et Raymo, 2005) ; d) courbe de $\delta^{18}\text{O}$ mesuré sur <i>N. pachyderma</i> dx site KC01B (Capotondi et al., 2016) ; e) courbe des SST ($^{\circ}\text{C}$) , site ODP 975 (Girone et al., 2013) ; f) $\delta^{18}\text{O}$ des foraminifères planctoniques, site ODP 975 (Pierre et al., 1999) ; g) Courbe MEDSTACK, $\delta^{18}\text{O}$ des foraminifères planctoniques (Wang et al., 2010 ; h) i) j) et k) Diagrammes polliniques (pollens arborés, Pinus exclu) des séquences du lac Ohrid (Sadori et al., 2016), de Vallo di Diano (Russo Ermolli et Cheddaddi, 1997), d'Acerno (Petrosino et al., 2014a), de Boiano (Orain et al., 2013) et de Tenaghi Philippon (Tzedakis et al., 2006). Les zones notées 1) et 2) sont zoomées figure 4-3 et 4-4.	388
Figure 4-2 : Carte de localisation des gisements et enregistrements paléoclimatiques et environnementaux mentionnés dans le chapitre IV.	390
Figure 4-3 : Plus anciens sites d'Europe occidentale mettant en évidence des industries lithiques de mode 2 datés entre 1 Ma et 500 ka.	400
Figure 4-4 : Exemple d'un biface en os retrouvé sur le site de Castel di Guido (photo extraite de Saccà, 2012).	403
Figure 4-5 : Sites d'Europe occidentale attestant des premières traces de la culture moustérienne. Leurs âges sont ceux mentionnés dans les articles bibliographiques cités avec les incertitudes sur leurs âges respectifs.	406
Figure 4-6 : principaux sites d'Europe de l'ouest, avec leurs âges respectifs, sur lesquels ont été mis en évidence un ou plusieurs fossile(s) humain. Les méthodes utilisées pour dater ces restes sont également précisées.	409
Figure 4-7 : Résultats $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$, ESR sur quartz blanchis et ESR-U/Th obtenus sur les gisements étudiés.	414

Chapitre IV : Discussion

I/ Un cadre chronologique pour mieux comprendre les relations entre Homme, environnement et climat au Pléistocène moyen

Pour une bonne compréhension du chapitre IV, les contraintes chronologiques obtenues pour les sites datés au cours de ma thèse ont été reportées au sein de la figure 4-1. Celle-ci met aussi en relation les sites datés avec des enregistrements illustrant l'évolution du contexte climatique et environnemental du Pléistocène moyen. Cette figure sera davantage décrite dans la suite du manuscrit. Les changements climatiques induits par la EMPT ont entraîné le bouleversement des conditions environnementales au niveau global. A l'échelle européenne, la mise en place des grands cycles glaciaires/interglaciaires en particulier a largement influencé la distribution des faunes et flores au cours du temps, ce qui a eu pour probables conséquences des phases de migrations, expansions et extinctions des macro et microfaunes d'Europe occidentale (Muttoni et al., 2010, Bertini et al., 2015, voir introduction). Ces modifications majeures générées par les variations naturelles du climat terrestre, aussi bien à l'échelle des cycles glaciaire/interglaciaire que durant les variations milléniales rapides, ont sans doute également eu des répercussions sur les populations d'homininés du Pléistocène, notamment sur la période temporelle étudiée dans ce travail (700-250 ka). La subsistance des individus ayant été en effet directement dépendante de l'accès à la nourriture (faunes, flore) et de la disponibilité en eau, tous deux liés aux variations des conditions climatiques. Ces paramètres définissent alors en Europe des zones de vie en permanente modification, présentant à un instant donné les conditions minimales nécessaires à la subsistance de ces populations. Les territoires « habitables » et/ou routes migratoires des hommes et grandes faunes ont de plus subi, en fonction des changements climatiques des contractions et/ou des extensions parfois rapides ayant également probablement largement influencé le mode de vie des homininés. Ces conditions climatiques très variables pourraient d'après certains auteurs avoir eu comme effets de diriger les évolutions à la fois comportementales et culturelles des populations pré-néanderthaliennes d'Europe occidentale et/ou de sélectionner des traits morphologiques particuliers dans ces populations (Hublin et al., 2009).

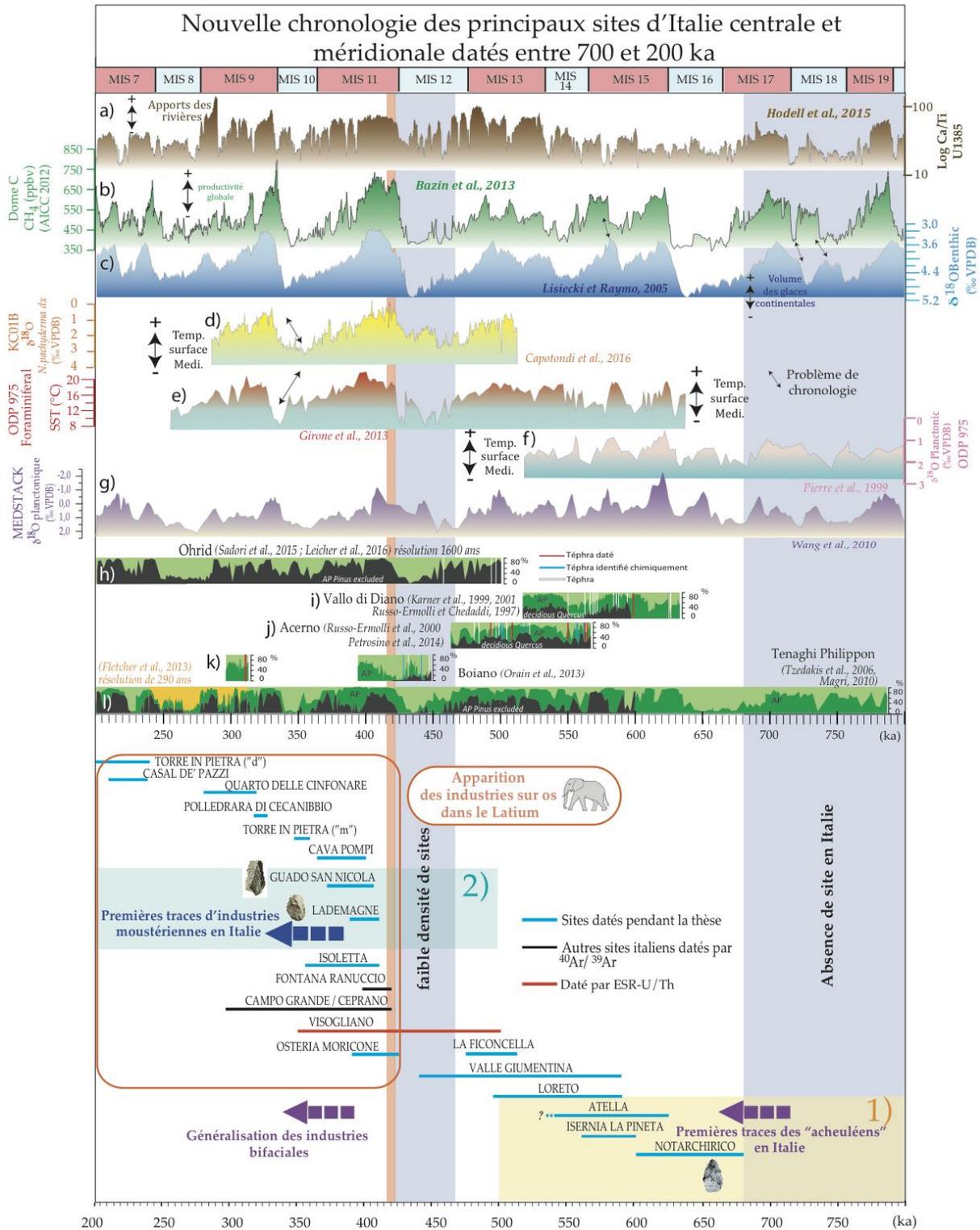


Figure 4-1 : Synthèse des âges ⁴⁰Ar/³⁹Ar obtenus au cours de ce travail doctoral. a) Log Ca/Ti, U1385 Hodell et al., 2015 ; b) CH₄, Epica Dôme C (Loulergue et al., 2008 ; Bazin et al., 2013) ; c) δ¹⁸O benthique (Lisiecki et Raymo, 2005) ; d) courbe de δ¹⁸O mesuré sur *N. pachyderma dx* site KC01B (Capotondi et al., 2016) ; e) courbe des SST (°C), site ODP 975 (Gironé et al., 2013) ; f) δ¹⁸O des foraminifères planctoniques, site ODP 975 (Pierre et al., 1999) ; g) Courbe MEDSTACK, δ¹⁸O des foraminifères planctoniques (Wang et al., 2010 ; h) i) j) et k) Diagrammes polliniques (pollens arborés, Pinus exclu) des séquences du lac Ohrid (Sadori et al., 2016), de Vallo di Diano (Russo Ermolli et Cheddadi, 1997), d'Acerno (Petrosino et al., 2014a), de Boiano (Orain et al., 2013) et de Tenaghi Philippon (Tzedakis et al., 2006). Les zones notées 1) et 2) sont zoomées figure 4-3 et 4-4.

Dans un tel contexte, il a été suggéré par plusieurs études (e.g. Muttoni et al., 2010, Magri, 2010, Orain et al., 2013), que certaines parties du territoire italien (échelle régionale ou locale), voire la péninsule toute entière et certaines zones d'Europe centrale (Magri, 2010), auraient pu servir de zones dites « refuges » aussi bien pour la végétation que pour les faunes (homininés inclus) pendant les périodes les plus sèches et froides (MIS 16 et 12 en particulier). Ces territoires auraient alors été des foyers de peuplement, propices à l'apparition de nouveaux comportements ou cultures ou au contraire dans certains cas à leurs conservations. Une des grandes difficultés de l'archéologie moderne, en particulier pour les périodes anciennes comme le Pléistocène moyen, est de pouvoir tester les hypothèses émises (comme celles présentées ci-dessus) lorsque subsistent des incertitudes sur le cadre chronologique des sites étudiés. Grâce aux âges obtenus dans le cadre de mon doctorat, il est aujourd'hui possible de replacer quinze gisements italiens datés entre 700 et 250 ka dans un cadre chronologique précis et homogène, ce qui est inédit pour le Paléolithique inférieur et moyen d'Italie (Fig. 4-1), et plus largement dans le cadre archéologique de l'Europe occidentale. Pour information, la localisation des sites cités dans ce chapitre est reportée figure. 4-2.

Comme dit précédemment, la figure 4-1 a comme ambition de présenter sur une seule illustration l'ensemble des données géochronologiques obtenues pendant ma thèse en relation avec le contexte climatique et environnemental entre 800 et 200 ka, à la fois à l'échelle globale et à l'échelle méditerranéenne et ceci afin de réfléchir sur d'éventuelles relations entre Homme et climat. J'ai choisi d'incorporer à cette figure plusieurs enregistrements continus montrant l'évolution climatique et paléoenvironnementale de la zone méditerranéenne, vue par différents compartiments du système climatique (i.e. océan, atmosphère et continent). Les variations de végétation en zone méditerranéenne sont illustrées par des diagrammes polliniques montrant l'évolution du pourcentage de pollens arborés (*Pinus* exclu) identifiés au sein des séquences sédimentaires de plusieurs bassins des Apennins (Vallo di Diano (i), Acerno (j) et Boiano (k)) (Karner et al., 1999, Russo Ermolli et Cheddadi, 1997, Russo Ermolli et al., 2010, Petrosino et al., 2014, Orain et al., 2013). Ces diagrammes reflètent ainsi l'évolution du couvert végétal de la partie centrale et méridionale de l'Italie entre environ 640 et 395 ka et par conséquent sont témoins des variations de température et d'humidité de cette zone (voir Fig. 4-1). Des diagrammes similaires obtenus sur les séquences des lacs Ohrid

(Albanie/Macédoine) et Tenaghi Philippon (Grèce), qui sont des enregistrements continus de valeur supra régionale, recouvrant toute la gamme temporelle que j'ai étudiée (Tzedakis et al., 2006, Sadori et al., 2016), sont également présentés.

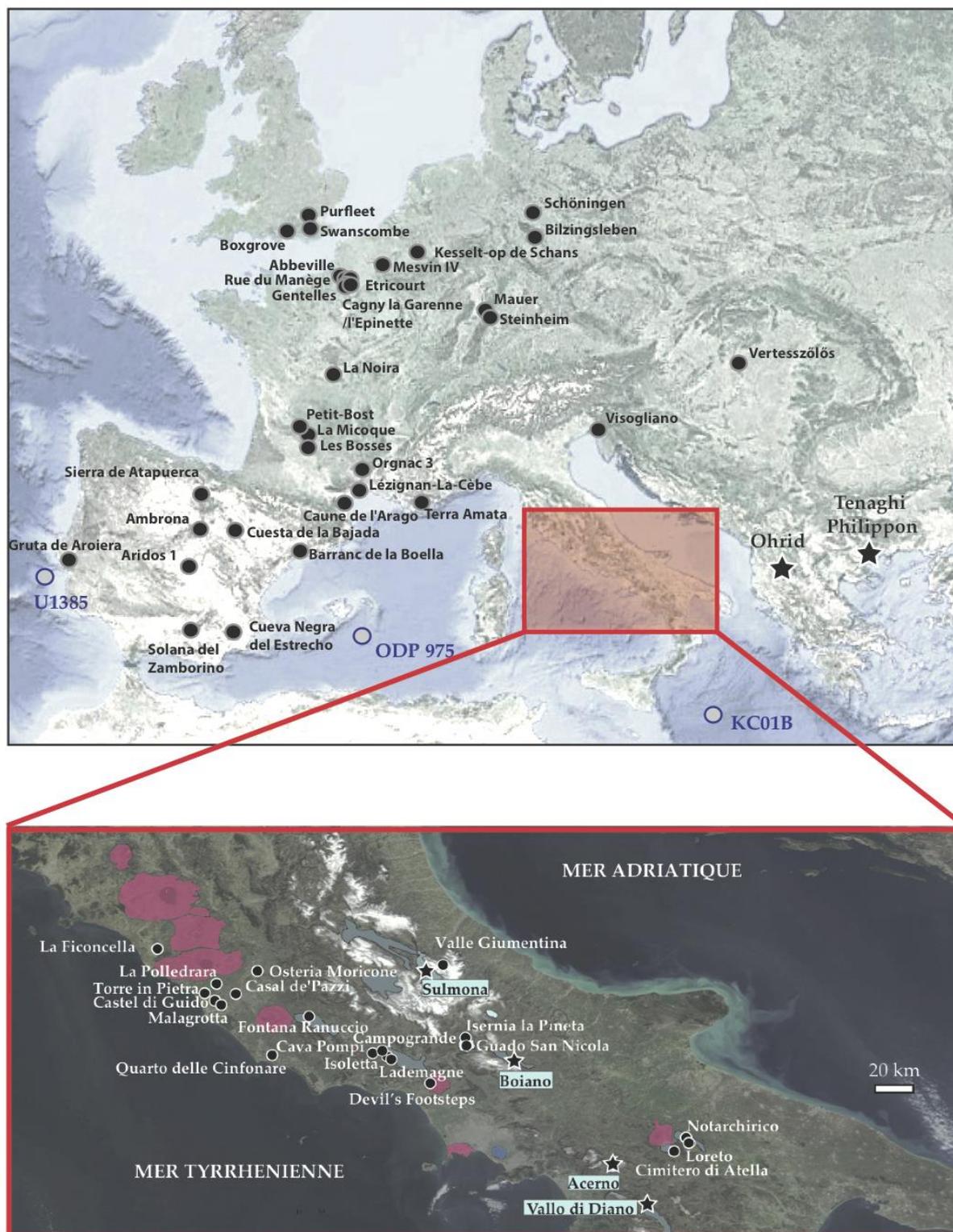


Figure 4-2: Carte de localisation des gisements et enregistrements paléoclimatiques et environnementaux mentionnés dans le chapitre IV.

On notera que la chronologie de la majorité de ces enregistrements polliniques italiens et de Ohrid en particulier a le plus souvent été établie par $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ à travers la datation de téphras interstratifiés au sein des séquences considérées, ce qui permet dans le cadre de mon travail la comparaison directe de ceux-ci avec les âges nouvellement obtenus. Il est alors possible de replacer les sites paléolithiques dans un cadre climato-stratigraphique robuste et ainsi discuter de la question de l'influence des changements environnementaux sur l'évolution des populations humaines dans cette zone de l'Europe.

J'ai décidé dans cette synthèse de n'utiliser que deux enregistrements dits « globaux » (courbes b et c, Fig. 4-1), car les changements environnementaux locaux/régionaux sont parfois bien différents de ceux soulignés dans ces derniers. Le premier enregistrement global correspond à un signal atmosphérique montrant l'évolution des concentrations du méthane (CH_4) dans l'atmosphère, mesurées sur la carotte de EPICA Dôme C (Antarctique) (courbe b, Loulergue et al., 2008 présentée selon le modèle d'âge de Bazin et al., 2013 (AICC 2012)). Le méthane est en effet un excellent traceur atmosphérique de l'évolution globale des températures. Le second enregistrement global présenté (courbe c), correspond à une compilation (stack) d'enregistrements de $\delta^{18}\text{O}$ benthique de 57 sites répartis sur toute la surface du globe terrestre. La courbe associée, interprétée comme étant l'expression des variations du volume des glaces continentales, ainsi que son modèle d'âge réalisé par Lisiecki et Raymo en 2005 (LR04), sont aujourd'hui les plus utilisés pour avoir une vision globale à l'échelle terrestre des variations climatiques pour le Plio-Pléistocène. Néanmoins, il s'agit d'une courbe très lissée qui ne permet pas l'identification des variations millénaire du climat et qui ne tient donc pas compte des différences de réponses en temps et en amplitude dans les nombreux bassins océaniques qui peuvent être de plusieurs milliers d'années (Lisiecki et Stern 2016). Les autres courbes présentées sur la figure 4-1 correspondent à des enregistrements plus locaux. Le premier est la courbe de l'évolution du rapport Ca/Ti de la carotte marine du site U1385, localisé à l'ouest de la marge ibérique (Fig. 4-2) (courbe (a) de la figure 4-1 ; Hodell et al., 2015). Les variations relatives des carbonates biogéniques et des sédiments détritiques dans cet enregistrement sont interprétées comme des proxys illustrant la variabilité climatique orbitale dominée par les paramètres orbitaux (précession, excentricité, obliquité). Elles sont également considérées, grâce à un signal résiduel, comme témoignant de la variabilité climatique

millénaire, qui est influencée par les changements environnementaux locaux et souvent modulée par les apports détritiques continentaux vers la mer. Un rapport élevé en Ca/Ti est ici interprété comme une augmentation des apports détritiques (pôle Ti) et/ou une diminution de la productivité primaire (pôle Ca). Les courbes (d), (e) et (f) reflètent toutes, directement (courbe (e), Gironne et al., 2013) ou indirectement (courbes (d), Capotondi et al., 2016, et (f), Pierre et al., 1999), les variations de la température de surface de la mer Méditerranée. La courbe (d) obtenue par Capotondi et al. en 2016 illustre en effet les variations du $\delta^{18}\text{O}$ mesuré sur *N. pachyderma* dx, une espèce de foraminifères planctoniques de surface provenant de la carotte KC01B (au sud de la péninsule italienne) pour la période de temps comprise entre 520 et 280 ka. Les courbes (e) et (f) sont toutes deux obtenues à partir de l'étude de foraminifères planctoniques du site ODP 975 (est de la péninsule ibérique, voir Fig. 4-2). La courbe (e) montre l'évolution des températures de surface de la Méditerranée entre 250 et 640 ka (déterminées ici grâce au comptage de foraminifères planctoniques) et la courbe (f) entre 510 et 800 ka (déterminées à partir de l'analyse du $\delta^{18}\text{O}$ de foraminifères planctoniques). La dernière courbe climatique présentée ici, est tout comme la courbe LR04 un « stack » ou moyenne des données isotopiques $\delta^{18}\text{O}$, uniquement focalisé sur des données de la région méditerranéenne (MEDSTACK, Wang et al., 2010), dans ce cas-là obtenues par la combinaison des données de foraminifères planctoniques des sites KC01B et ODP 967 (non localisé sur la carte car au sud de l'île de Chypre) qui sont tous deux situés dans le bassin est de la Méditerranée. Bien que la résolution de MEDSTACK soit globalement peu précise (2-3 ka, Wang et al., 2010), il permet cependant d'avoir une idée des variations de températures de surface de la Méditerranée et informe sur l'évolution climatique à l'échelle locale et par conséquent sur les potentiels changements environnementaux.

Avant de discuter de l'impact des nouvelles données chronologiques produites dans ce travail sur la connaissance de la chronologie des occupations humaines acheuléennes d'Italie centrale et méridionale, il est important de revenir sur quelques notions afin de clarifier mon propos. La notion de période interglaciaire et/ou glaciaire sera dans cette discussion utilisée au sens de « stade isotopique » et donc avec les limites définies par les variations de $\delta^{18}\text{O}$ global de Lisiecki et Raymo (2005). Il est entendu que ces limites ne peuvent être considérées comme étant le reflet des variations climatiques et environnementales locales à l'échelle du bassin

méditerranéen et de l'Italie en particulier. La discussion ci-dessous a pour objectifs de replacer dans un premier temps les sites étudiés dans un cadre climatique global puis d'explorer les particularités paléoenvironnementales plus locales en les discutant du point de vue de leurs implications archéologiques.

La compilation de ces enregistrements climatiques et de la chronologie obtenue pendant ma thèse confirme le fait que la plupart des sites archéologiques datés ont été occupés par les populations d'homininés durant des périodes chaudes et humides (i.e. stades isotopiques interglaciaires, interstadaux humides/chaud), qui semblent propices à la fois au développement démographique et culturel. Néanmoins, les datations obtenues mettent également en évidence certains niveaux d'occupation humaine contemporains de périodes glaciaires (au sens global). C'est le cas dans les séquences de Notarchirico au cours du MIS 16, de Valle Giumentina au cours des MIS 14 et MIS 12 (Villa et al., 2016b) et pour le niveau archéologique acheuléen (i.e. « m ») de Torre in Pietra (Villa et al., 2016a). Le haut de la séquence de Guado San Nicola est également éventuellement daté de la transition entre le MIS 11 et 10 (Pereira et al., 2016). Ces résultats démontrent donc que certaines zones d'Italie centrale et méridionale étaient, au cours des périodes glaciaires, compatibles avec la survie des populations pré-néanderthaliennes. Cette constatation peut également être faite pour les sites d'Italie centrale de Campogrande-Ceprano et de Devil's Footsteps, datés tous deux du MIS 10 (Nomade et al., 2011 ; Scaillet et al., 2008). A Notarchirico au moins onze paléosurfaces, dont certaines attestant de la présence de bifaces parfois peu travaillés, sont mises en évidence entre 612 et 665 ka (Pereira et al., 2015). Elles témoignent donc de manière avérée de la présence répétée de l'Homme dans cette zone au cours du stade isotopique glaciaire 16. Seul le niveau supra-alpha ayant livré le fémur, localisé au sommet de la séquence, pourrait être daté de la transition glaciaire/interglaciaire vers le stade isotopique 15. Le MIS 16 est climatiquement un des stades glaciaires les plus longs et les plus arides enregistrés au cours du dernier million d'année. Cette « aridité » du MIS 16 est notamment démontrée au niveau global par les courbes LR04 et CH₄ (EPICA Dôme C) qui suggèrent respectivement pour cette période un rapport $\delta^{18}\text{O}$ très élevé (entre 4,6 et 5,0 ‰ VPDB) et une quantité de méthane très faible (~400 ppbv contre environ 700-750 ppbv pour le MIS 11) (voir Fig. 4-1). Les enregistrements climatiques méditerranéens (Pierre et al., 1999, Wang et al., 2010) témoignent également d'une période aride marquée. L'enregistrement pollinique de la séquence de Tenaghi Philippon (Grèce)

indique en particulier un couvert forestier très faible avec au maximum 20 % des espèces végétales identifiées comme étant arborées (Tzedakis et al., 2006). Dans l'ouest de la Méditerranée il sera intéressant, lorsqu'elles seront disponibles, de comparer les données enregistrées à Ohrid pour le dernier million d'années avec les données de Tenaghi Philippon et déterminer si cette zone du bassin méditerranéen était propice à la préservation d'un couvert végétal arboré, notamment pour le stade isotopique 16. Il y aura ainsi de nouveaux indices pour comprendre si l'Italie ou non aurait pu servir de zone refuge pour des espèces végétales tempérées au cours de cette période climatique très aride et sèche comme suggéré par Magri, 2010 ou Orain et al., 2013. Il faut cependant souligner que les micro-mammifères découverts au sein de l'horizon archéologique E1 de Notarchirico et les assemblages de pollens provenant du niveau archéologique F, tous deux situés dans la partie inférieure de la séquence, témoignent d'un environnement froid et sec ouvert, « *typique* » d'après B. Sala (1990) d'une phase climatique glaciaire, démontrant ainsi les capacités d'adaptations aux climats rudes des populations humaines de cette époque et ce, même sans la connaissance du feu. La partie supérieure de la séquence de Notarchirico (niveaux A et supérieurs) témoigne davantage de l'occurrence d'espèces aquatiques/palustres comme *Emys orbicularis* ou encore *Anas querquedula* et de cervidés (notamment *Dama clactoniana*), démontrant ainsi un environnement à la fois plus forestier et humide (Piperno et al., 1999) durant le MIS 16.

Les occupations mises en évidence par nos résultats au cours des stades isotopiques 14 et 10 semblent moins surprenantes. En effet, les enregistrements de Méditerranée suggèrent pour ces stades isotopiques des durées assez courtes des périodes froides et, surtout en ce qui concerne le stade 14, peu intenses (Girone et al., 2013, Pierre et al., 1999, Wang et al., 2010 et de Hodell et al., 2015). Les enregistrements polliniques de l'est-méditerranéen, notamment ceux de Tenaghi Philippon (Grèce, Tzedakis et al., 2006) et Ohrid (Albanie/Macédoine, Sadori et al., 2016), sont en accord avec ceux des bassins apennins. A Vallo di Diano, on remarque cependant par rapport aux enregistrements polliniques de Acerno et Tenaghi Philippon (voir Fig. 4-1), une différence de couvert végétal au cours du MIS 14 suggérant un refroidissement considérable et une influence non négligeable sur la végétation du bassin, ce qui renforce l'idée du caractère local de la réponse environnementale aux forçages globaux dans la péninsule italienne (Fig. 4-1, Russo Ermolli et Cheddadi, 1997).

A Valle Giumentina tous les niveaux archéologiques ont été enregistrés au sein de paléosols, incluant des cryptotéphras. Ils sont attribués, grâce aux datations $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ obtenues, à la fois à des périodes glaciaires et à des périodes tempérées suggérant ainsi des phases courtes ou longues d'amélioration climatique au cours des stades glaciaires. Les niveaux LABM et ALB datés du MIS 12 (445 - 470 ka), correspondent par exemple chronologiquement à des phases d'amélioration millénaire du climat identifiées au cours d'un glaciaire dans plusieurs enregistrements méditerranéens. Ces périodes seraient liées à un climat plus chaud, marqué par des périodes à pluviométrie élevée comme démontré par exemple dans les séquences du bassin de Sulmona (MIS 12, Regattieri et al., 2016), du lac Ohrid (Sadori et al., 2016) ou de la carotte marine KC01B (MIS 12) (Lourens, 2004). Ceci est également suggéré par la pédogénèse du paléosol correspondant aux niveaux LABM/ALB qui présente un faciès très altéré suggérant une période de forte pluviométrie (réchauffement?) soit longue soit marquée (V. Villa communication personnelle). Ces enregistrements mettent ainsi en évidence l'existence de variations climatiques suborbitales en Méditerranée durant les phases de transition interglaciaire/glaciaire. Un article présentant ces résultats écrit par Degeai et al., est soumis à *Quaternary Science Reviews*. Ce dernier propose de plus que les zones côtières, plus propices aux occupations humaines que les zones d'altitude au cours des périodes glaciaires aient pu en partie être « abandonnées » au cours des périodes climatiquement plus clémentes, comme les périodes interglaciaires ou interstadiales, au profit des zones d'altitude que sont les vallées apennines, notamment Valle Giumentina, mais ceci demeure une hypothèse qui demande à être confirmée.

La chronologie obtenue pendant ma thèse démontre que la plupart des sites que j'ai étudiés du Latium sont plus récents que 450 ka et que, parmi ces derniers, il semble se dégager une abondance de sites archéologiques contemporains des stades isotopiques 11 à 9 (425 - 355 ka Fig. 4-1). D'un point de vue climatique, cette période correspond au moment où les cycles climatiques de 100 ka sont complètement établis (Mid-Brunhes event, entre le MIS 13 et le MIS 11). Les courbes paléoclimatiques marines de Méditerranée et la séquence pollinique du lac Ohrid (Fig. 4-2) mettent en évidence des conditions climatiques plutôt favorables à la fin du MIS 12 (MIS 11, entre 425 et 350 ka), suivie d'une brève période plus sèche marquée principalement à la fin du MIS 10 (voir Fig. 4-1). Ces conditions clémentes pourraient avoir eu

un effet important sur la démographie des populations humaines, comme l'ont suggéré Moncel et Schreve, 2016, et/ou avoir contribué à la bonne préservation des gisements archéologiques, expliquant ainsi le nombre important de sites découverts pour cette période. Même si ces hypothèses demeurent difficiles à tester, les données géochronologiques que j'ai obtenues durant ma thèse démontrent qu'en Italie centrale et méridionale l'apparition de nouveaux comportements culturels, que ce soient de nouvelles stratégies industrielles comme l'apparition du mode technique 3 (i.e. Guado San Nicola/Lademagne, Pereira et al., 2016 et Pereira et al., soumis), l'émergence des outils sur os (e.g. Biddittu et al., 1979, Biddittu et al., 2012) ou encore le développement de chaînes opératoires caractéristiques (taille de longues industries bifaciales comme au sein du bassin de Frosinone, Pereira et al., soumis), date de cette période (i.e. post-MIS 12-MIS 9). L'identification du/ou des moteurs ayant conduit à ces nombreuses innovations, qu'il s'agisse de l'arrivée de nouvelles populations et/ou du résultat d'évolutions locales, liées par exemple à la nécessité de s'adapter aux variations environnementales locales, nécessiteront obligatoirement de nouvelles études du matériel archéologique et paléanthropologique, mais aussi de nouvelles fouilles et découvertes.

II/ Emergence de l'Acheuléen en Italie et Europe occidentale, synthèse chronologique

1. Apport de la nouvelle chronologie à la connaissance de l'arrivée de l'Acheuléen en Italie

Un des objectifs majeurs de ma thèse était de voir si l'utilisation systématique de la méthode $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ pour dater des sites archéologiques sur une large période pouvait enrichir la compréhension que nous avons de l'arrivée et de la dispersion de la culture acheuléenne au sein du territoire italien, puis plus largement à l'échelle de l'Europe occidentale. Aujourd'hui grâce aux analyses effectuées pendant ma thèse et à des études $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ parallèles effectuées au LSCE ou dans d'autres laboratoires, plus d'une vingtaine de sites acheuléens italiens sont maintenant datés de manière fiable et robuste par cette technique isotopique. Certains de ces sites archéologiques, (Isernia la Pineta (Molise), Notarchirico ou Cimitero di Atella (Basilicate)) étaient avant mon travail considérés parmi les plus anciens témoignant de l'émergence de l'Acheuléen en Italie. Ces gisements, que les données paléontologiques et archéologiques

permettaient de dater de plus 500 ka, souffraient cependant jusqu'à présent d'un manque de données chronologiques directes ou de grandes incertitudes sur ces dernières, rendant la compréhension de la chronologie des événements de cette période et des changements comportementaux et culturels associés difficile à appréhender. Ainsi, le site de Notarchirico connu pour ses industries « archaïques » façonnées bifacialement et son fragment de fémur humain, et le gisement voisin de Cimitero di Atella, étaient avant ma thèse, en raison de leurs assemblages lithiques et micropaléontologiques respectifs (Piperno, 1999, Borzatti et al., 1997), considérés comme plus récents ou au mieux contemporains du site d'Isernia la Pineta (Molise, Peretto et al., 2015), dont l'assemblage lithique est contrasté (absence d'outil bifacial mais présence d'éclats de façonnage, Gallotti et Peretto, 2015). Les datations $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ réalisées pendant ces trois années (voir Fig. 4-1) ainsi qu'une datation ESR sur quartz blanchis faite par Pierre Voinchet (MNHN) pour le niveau 2-6 de Notarchirico (Pereira et al., 2015 au sein du chapitre 3) ont démontré l'inexactitude de cette hypothèse et prouvé que la séquence de Notarchirico (MIS 16-15) était en réalité plus ancienne que celle d'Isernia la Pineta (MIS 15-14, Peretto et al., 2015). Certains outils découverts à Notarchirico, notamment les industries bifaciales du niveau F, à la base de la séquence stratigraphique, sont ainsi au minimum 70 ka plus anciens que les niveaux archéologiques d'Isernia la Pineta. Ces nouvelles contraintes chronologiques complètent les études archéologiques les plus récentes qui démontrent que l'absence d'outil façonné bifacialement dans une séquence archéologique n'est pas obligatoirement gage d'ancienneté, mais pourrait plutôt être induite par la nature ou fonction du site que l'on étudie (e.g. Nicoud, 2011, Rocca, 2013, Aureli et al., 2015, Moncel et Schreve, 2016).

Un autre bon exemple de la difficulté d'utiliser des données lithiques en tant que marqueurs chronologiques est celui du site de la Polledrara di Cecanibbio où le caractère opportuniste des hominins a été mis en évidence (voir chapitre III) et où la nature de l'occupation paléolithique (liée à des activités de boucherie) explique probablement en partie l'absence sur ce gisement d'industries façonnées. Il faut ajouter que l'absence de certaines industries typiques sur un site peut également être uniquement dans certains cas due à la faible taille des zones fouillées sur ce dernier. C'est d'ailleurs l'hypothèse soutenue par I. Biddittu pour justifier de l'absence d'industrie bifaciale sur le site de Cava Pompei dans la province de Frosinone (comm. pers). Le site d'Isernia la Pineta daté de la fin du MIS 15 (Peretto et al., 2015)

pourrait également s'avérer contemporain du site de Cimitero di Atella (Basilicate) qui demeure à la fin de ma thèse encore chronologiquement mal contraint, malgré les âges $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ obtenus (séquence déposée au cours des stades isotopiques 15 et/ou 13, voir chapitre III et Fig. 4-1). L'incertitude chronologique maintenue pour ce site pourrait être levée par la datation ESR sur quartz en cours sur des échantillons prélevés en 2014 par P. Voinchet. Comme cela a déjà été présenté auparavant, les nouvelles fouilles et études du site de Valle Giumentina (Abruzzes) ont conduit à des résultats extrêmement intéressants. L'âge de toute la séquence archéologique, incluant industries bifaciales et autres preuves de façonnage découvertes au sein du niveau stratigraphique SLM, avait dans un premier temps été estimé, sur la base des données typo-technologiques, plus récent que le MIS 9 (Radmilli et Demangeot, 1953). Les datations $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ effectuées pendant ma thèse sur sept niveaux stratigraphiques différents de la séquence de Valle Giumentina ont en effet permis de contraindre la mise en place de celle-ci et des niveaux archéologiques du Paléolithique inférieur contenus entre 618 ± 19 ka et 456 ± 11 ka (MIS 15- MIS 12), mettant ainsi en évidence une ancienneté non soupçonnée du site. Les industries de mode 2 découvertes au sein du niveau SLM (voir position stratigraphique dans le chapitre I, Fig. 1-20) sont en particulier maintenant bien contraintes chronologiquement et leur âge serait compris entre 511 ± 13 ka et 456 ± 11 ka (MIS 13, Villa et al., 2016b). On notera également la découverte en 2016 d'un biface à la base du niveau LABM, préalablement décrit comme Clactonien (Demangeot et Radmilli 1966), donc contemporain du MIS 12. Ces assemblages lithiques font de Valle Giumentina un site pivot entre les gisements anciens italiens (MIS 16-15) où ont généralement été trouvées des industries de mode 2, plutôt peu travaillées, et les sites plus récents (< 450 ka) où la généralisation et standardisation du mode 2 semble s'être effectuée. Il s'agit donc d'un site clé dans la compréhension de l'émergence et surtout de la dispersion de l'Acheuléen durant le MIS 13-12 en Italie. Les sites présentant des outils de mode 2 plus vieux que 500 ka sont encore trop peu nombreux en Italie et ne permettent évidemment pas de déterminer avec certitude le mode de diffusion à l'échelle de la péninsule (continue, sporadique ?), même s'il semble que les sites les plus anciens jusqu'à présent soient situés plutôt dans le sud de l'Italie (e.g. Notarchirico, Cimitero di Atella). Il apparaît, au vu des âges obtenus pendant ma thèse (Fig. 4-1), que la culture du mode 2 a existé dans un premier temps ponctuellement (entre 670 et 450 ka) en association avec des outils de mode 1, puis de manière plus exclusive à partir de 450 ka (toujours associée à du mode 1) et

enfin dès 400-350 ka associée à des outils de mode 3 (400-350 ka). Même si le nombre de sites acheuléens italiens antérieurs à 500 ka demeure donc faible, ces derniers font cependant partie des sites bien datés d'Europe et peuvent être discutés et comparés avec confiance aux autres sites de la même époque d'Europe occidentale (Fig. 4-2).

2. Les sites acheuléens anciens d'Italie dans le contexte européen

Une des principales interrogations demeurant quant à l'apparition des « Acheuléens » en Europe de l'ouest est de savoir si cette culture est arrivée de manière sporadique et/ou régionalement ou si au contraire il y a une expansion continue depuis l'Afrique ou le Proche-Orient de ces industries à partir d'environ 800-700 ka (Moncel et Schreve, 2016). Les nouvelles contraintes chronologiques obtenues pour la péninsule italienne ne permettent bien évidemment pas de répondre pleinement à cette question, cependant elles représentent de nouvelles informations importantes. Les datations obtenues pour les sites de Notarchirico, Atella et Isernia la Pineta, seuls sites datés pendant ma thèse ayant livré des outils de mode 2 antérieurs à 500 ka, sont intégrées au sein de la figure de synthèse 4-3 qui illustre un état des connaissances actuelles sur la chronologie des plus anciens sites acheuléens d'Europe de l'ouest. Bien que le nombre de gisements acheuléens antérieurs à 500 ka découverts jusqu'à présent dans cette zone soit limité à une dizaine répartie en France, Italie et Espagne, quelques grandes observations peuvent être tirées. Les industries lithiques retrouvées sur ces sites, comme en Italie, présentent une grande diversité de chaînes opératoires utilisées pour le façonnage des industries de mode 2 (voir références Fig. 4-3). Il est d'ailleurs suggéré, que comme pour la péninsule italienne, la standardisation des industries des mode 2, parallèlement à une persistance du mode 1 (Moncel et al., 2017), se soit mise en place à l'échelle de l'Europe après 450 ka (post-MIS 12). Une comparaison technique des industries bifaciales de Notarchirico, Atella et Valle Giumentina, intégrée aux données européennes disponibles pour les sites plus au nord de l'Europe comme la Noira (Moncel et al., 2013), Abbeville Carrière Carpentier (Antoine et al., 2015), Abbeville Moulin Quignon (J.J. Bahain, comm. pers.) et Lézignan la Cèbe (Bourguignon et al., 2015) pourrait dans le futur s'avérer porteuse de nouveaux indices quant à la dispersion des populations acheuléennes en Europe occidentale.

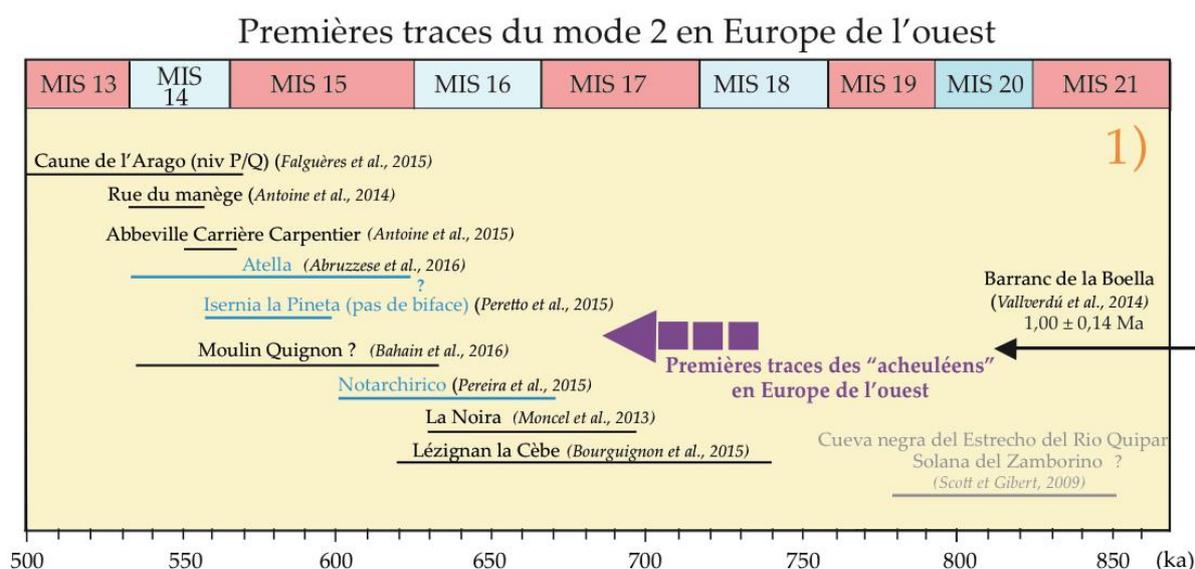


Figure 4-3 : Plus anciens sites d'Europe occidentale mettant en évidence des industries lithiques de mode 2 datés entre 1 Ma et 500 ka.

On notera que si les plus anciens sites européens démontrant des industries qualifiées de mode 2 ont été découverts en Espagne (Barranc de la Boella, Vallverdú et al., 2014, *Cueva Negra del Estrecho del Rio Quipar?*, Solana del Zamborino ?, Scott et Gibert, 2009), pour le moment, aucun site acheuléen chronologiquement compris entre plus de 1 Ma et 500 ka n'a été mis en évidence au sein de la péninsule ibérique. Cela semble paradoxal par rapport aux territoires français et italien qui, malgré une arrivée du mode 2 « plus tardive », paraissent avoir été occupés en continu entre 700 et 500 ka par des populations utilisant des outils façonnés. La question est de savoir maintenant si cette absence dans la péninsule ibérique, entre 1 Ma et 500 ka est réelle ou simplement le résultat du trop faible nombre de sites de cette même période, découverts à ce jour.

III/ Des cultures au sein de l'Acheuléen ?

Le cas des cultures tayaciennes et clactoniennes n'est évoqué que succinctement dans cette partie même si des outils tayaciens et clactoniens ont été mentionnés respectivement à Loreto (Mussi, 2001) et Valle Giumentina (Demangeot et Radmilli, 1956). En effet, l'existence de ces cultures sub-contemporaines de l'Acheuléen est aujourd'hui largement remise en question et les termes mêmes « Tayacien » et « Clactonien » semblent, dans le contexte des recherches actuelles, être obsolètes (Nicoud, 2011). La découverte récente d'un biface dans le niveau

archéologique « clactonien » LABM de Valle Giumentina démontre bien la difficulté d'attribuer culturellement des assemblages lithiques en l'absence d'outils marqueurs.

1. Le cas des assemblages d'outils microlithiques

Les sites italiens datés de moins de 500 ka, Osteria Moricone, Torre in Pietra, Isoletta, Lademagne ou encore Guado San Nicola, présentent des industries bifaciales ou des éclats de façonnage témoins de la connaissance et du développement du mode technique 2 (Ceruleo et al., 2015, Villa, et al., 2016a, Biddittu et al., 2012, Peretto et al., 2015). Cependant, bien que les industries bifaciales semblent avoir été omniprésentes en Italie durant cette période, notamment dans la partie centrale du pays à partir du stade isotopique 11, il faut mentionner que certaines autres localités démontrent également, et parfois uniquement, des assemblages qualifiés de « small-tools » (« microlithes »), constitués de petits éclats (longueur < 5 mm). C'est le cas notamment des gisements de la Ficoncella (MIS 13), de Quarto delle Cinfonare (MIS 9), Isernia la Pineta (MIS 15/ transition vers 14) ou encore de la Polledrara di Cecanibbio (MIS 9) où ces industries microlithiques sont prépondérantes (Aureli et al., 2012, Anzidei et al., 2012, Rocca, 2016) comme c'est le cas pour certains gisements d'Europe centrale tels que Vértesszőlős en Hongrie ou encore Bilzingleben en Allemagne (Rocca, 2016). Ces assemblages, actuellement très étudiés, sont de plus en plus considérés comme des outils caractéristiques de la période acheuléenne (et non plus du Tayacien comme cela fut proposé à Visogliano, Tozzi, 1992) dont l'émergence pourrait être contemporaine de l'arrivée des bifaces, mais qui seraient éventuellement associés à des activités spécialisées (de boucherie notamment). C'est par exemple le cas sur le site de la Polledrara démontrant le caractère opportuniste des populations d'homininés et potentiellement à la Ficoncella où ces micro-outils ont été retrouvés associés à des restes de grands mammifères (Rocca et al., 2013, 2016). Cependant l'utilité première de ces industries ainsi que l'importance de leur variabilité technique reste encore à éclaircir.

2. Développements et comportements régionaux à partir du MIS 11

Même si les techniques de façonnage semblent se standardiser et la présence du biface se généraliser à l'échelle européenne après le stade isotopique 12 il apparaît que certains

comportements régionaux, voir micro-régionaux, aient émergé à cette période dans certaines zones de l'Italie. Ces derniers, que je vais présenter succinctement, pourraient alors être des réponses aux contraintes environnementales et climatiques particulières de la fin de la EMPT ou encore liés aux matières premières disponibles sur les territoires occupés.

2.1 Les industries sur ossements de proboscidiens

L'espèce *Palaeoxodon antiquus* est une des espèces paléontologiques les plus représentatives des assemblages fauniques de la fin du Galérien et de l'Aurélien en Italie et dans ce contexte le Latium est une région connue pour ces industries lithiques taillées ou façonnées sur ossements d'éléphants. De telles pièces ont en effet été recueillies sur de nombreux sites de la province romaine, par exemple Casal de'Pazzi, La Polledrara di Cecanibbio, Torre in Pietra, Castel di Guido, Malagrotta, Rignano Flaminio (Bochian et Saccà, 2015, Cassoli et al., 1982, Anzidei et Cerilli, 2001, Anzidei et al., 2012, Malatesta, 1978, Petronio et al., 2017), du bassin de Cretone, comme à Osteria Moricone, (Ceruleo et al., 2015) ou encore de la province de Frosinone, notamment à Isoletta, Lademagne ou Fontana Ranuccio (Biddittu et al., 2012, Comerci et al., 2015, Segre et Naldini, 2009). Les ossements de proboscidiens semblent y avoir été utilisés de manière opportuniste par les hominins et l'extraction de moelle des os longs par fracturation avoir été courante (Milli et Palombo, 2005, Anzidei et al., 2012, Boschian et Saccà, 2015). Des traces de découpes et de broyage sont également souvent mentionnées (Boschian et Saccà, 2010, Anzidei et al., 2012, Ceruleo et al., 2015, Petronio et al., 2017). Certains auteurs proposent que l'utilisation des ossements en tant que support d'industrie « lithique » pourrait être liée à la rareté et/ou mauvaise qualité du silex disponible dans cette région, qui aurait conduit les hominins à utiliser systématiquement d'autres matières premières, comme les ossements d'éléphants, qui de par leur solidité et dimensions permettent la confection d'outils robustes (Moncel et al., 2016). Par exemple à Fontana Ranuccio, la moitié de l'industrie recueillie, est constituée d'outils sur ossements de proboscidiens (Segre et al., 1987), même si sur ce gisement certaines industries sont en roches volcaniques (Biddittu et Segre, 1984), ce qui demeure assez rare en Italie centrale bien que quelques outils en lave aient également été mentionnés à Cava Pompei (Biddittu and Segre, 1978). Certains sites du Latium ont également livré, bien que de manière anecdotique, des pièces bifaciales façonnées sur ossements : c'est le cas notamment des fameux bifaces de Castel di Guido (Saccà, 2012, Fig. 4-4) ou les pièces déjà évoquées de Fontana Ranuccio (Biddittu et Segre, 1978). Les datations obtenues pendant ma

thèse sur les sites présentant des industries sur os (La Polledrara di Cekanibbio, Osteria Moricone, Casal de'Pazzi, Torre in Pietra, Isoletta, Lademagne et Cava Pompei) démontrent que ces industries étaient communes au cours des stades isotopiques 11 à 7 (voir Fig. 4-1).

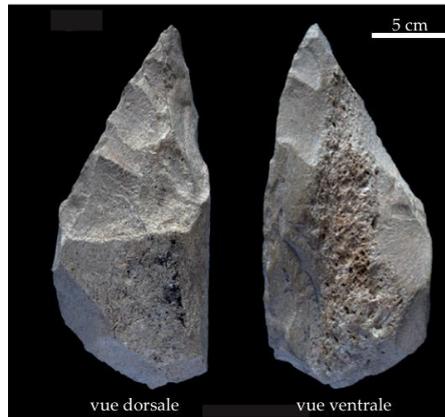


Figure 4-4 : Exemple d'un biface en os retrouvé sur le site de Castel di Guido (photo extraite de Saccà, 2012).

La plupart des sites mentionnés ci-dessus sont maintenant bien contraints chronologiquement ou en cours de (re)datation, comme Castel di Guido et Malagrotta (S. Nomade, comm. pers.). Les dates obtenues dans ce travail mettent en évidence que ce comportement s'est largement développé au cours du stade isotopique 11. La comparaison chronologique directe entre les gisements ayant livré des industries sur ossements ou lithiques est ainsi facilitée grâce aux données $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ et pourra également dans le futur s'étendre à d'autres gisements du bassin méditerranéen présentant également ce type d'industries, comme par exemple les gisements de Terra Amata en France (de Lumley, 1976) ou Atapuerca Gran Dolina en Espagne (niveau TD 10, Rosell et al., 2011) également datés du MIS 11 et qui démontrent tous deux l'utilisation d'os de proboscidiens comme outils

2.2 Les industries bifaciales de la province de Frosinone

Des comportements régionaux associés au façonnage des industries de mode 2 peuvent également être mis en évidence sur les sites étudiés et la certitude de contemporanéité ou sub-contemporanéité de ces derniers permet alors de comparer avec confiance les assemblages lithiques. Les âges $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ ont en effet permis d'identifier plusieurs groupes de sites chronologiquement contemporains, présentant quasiment tous des industries de mode 2. Dans certains cas, ces outils sont façonnés à partir de matières premières de même nature et suivant des chaînes opératoires similaires. C'est notamment le cas des assemblages lithiques des sites

de la province de Frosinone, Isoletta, Lademagne et Fontana Ranuccio, tous datés du MIS 11 (Pereira et al., soumis). La comparaison d'un point de vue morphologique et typotechnologique de ces assemblages lithiques de mode 2 a été initiée par M.H Moncel (MNHN) afin de déterminer si des comportements ou cultures propres à cette zone de l'Italie pouvaient être mis en évidence ou si les chaînes opératoires suivies semblaient être communes à d'autres sites européens du MIS 11. Il s'agit là d'un exemple concret des travaux qui peuvent être réalisés lorsqu'un cadre chronologique précis à l'échelle d'une région est disponible. Cette étude suggère que les industries de façonnage des gisements évoqués ci-dessus présentent pour la plupart des caractéristiques de tailles communes (chaînes opératoires similaires) et un choix dans les matières premières qui semble avoir été assez uniforme, pouvant cependant être uniquement dû aux matières premières disponibles dans la zone géographique. Elle met également en évidence la taille relativement grande de la plupart des industries bifaciales de cette région par rapport au reste de l'Europe, probablement là encore en raison des matières premières disponibles. Selon cette étude lithique, les chaînes opératoires observées sur ces sites sont similaires à celles mises en évidence sur le site « voisin » de Guado San Nicola (Molise), situé à moins de 50 km de la province de Frosinone. Malgré le corpus restreint de pièces lithiques étudiées, il semble donc probable, qu'une uniformité des chaînes opératoires utilisées ait existé durant la période MIS 11/10 dans le centre de l'Italie et que des comportements locaux se soient développés, comme par exemple le façonnage d'industries bifaciales de grande taille, a priori spécifique à la province de Frosinone.

IV/ L'émergence du Paléolithique moyen en Italie

La présence d'industries lithiques qualifiées de mode 3 avec une apparition occasionnelle, puis de plus en plus systématique des industries de débitage par rapport aux industries de façonnage, est aujourd'hui communément admise à partir des stades isotopiques 9 et 8 (après 350 ka) sur plusieurs sites archéologiques européens, mais la chronologie de cette transition vers le Paléolithique moyen demeure encore mal définie en Europe occidentale en raison du faible nombre de sites plus anciens que 350 ka présentant ce type d'outils (Fig. 4-5, environ 5 sites). Le site archéologique le plus ancien d'Europe occidentale sur lequel ont été récoltées des industries qualifiées sans ambiguïté de mode 3 est le site de Cagny la Garenne, dans la vallée

de la Somme (France), dont l'âge est estimé autour de la transition entre les stades isotopiques MIS 13 et 12 (Tuffreau et al., 2008 ; Bahain et al., 2007). Il faut ensuite attendre le stade isotopique 10 pour voir apparaître d'autres outils révélant ce savoir-faire en particulier au sein du niveau TD 10.1 du site espagnol d'Atapuerca Gran Dolina (Burgos) (Santonja et Villa, 2006, Falguères et al., 2013). Dans ce contexte, les âges obtenus sur le site de Guado San Nicola (Molise), étudié au cours de ma thèse, s'avèrent d'un grand intérêt. Ce site présente en effet trois niveaux d'occupation ayant livré des pièces qualifiées de discoïdes et levalloisiennes qui sont toujours associées à des industries bifaciales (Peretto et al., 2016). Les restes paléontologiques associés à ces industries sont représentatifs d'un assemblage de faune de milieux forestiers (plutôt interglaciaire dans notre cas), typique du galérien final (dominance des cervidés et chevaux), qui suggèraient toutefois l'ancienneté du site malgré la présence d'outils de mode 3 au sein de plusieurs niveaux archéologiques.

Les données $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ obtenues ont permis de démontrer que le site de Guado San Nicola a été occupé au cours de la période entre 400 ± 9 ka et 379 ± 8 ka dans la seconde partie du MIS 11. Ces âges sont en parfait accord avec les âges biochronologiques suggérés par les assemblages de faunes du site en comparaison avec les autres sites italiens (i.e. FU Fontana Ranuccio). Ce gisement serait ainsi le plus ancien d'Italie présentant de manière avérée des industries typiques du mode 3 et il peut également être par conséquent considéré comme l'un des plus anciens sites ayant livré ce type d'outils en Europe occidentale. Il est à noter que Guado San Nicola est jusqu'à présent l'un des seuls sites témoignant de la transition du Paléolithique inférieur vers le Paléolithique moyen qui soit daté de manière robuste avec l'utilisation de deux méthodes de datations ($^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ et ESR-U/Th) reposant sur des principes physiques différents et dont les résultats sont en accord avec les données biochronologiques disponibles. Avant cette étude géochronologique, l'arrivée du mode 3 semblait tardive en Italie par rapport au reste de l'Europe, ce qui était en partie expliqué par les problématiques engendrées par la traversée des Alpes (Picin et al., 2013, Arnaud et al., 2016). Les nouvelles datations obtenues pendant ma thèse permettent au contraire de montrer le caractère presque « avant-gardiste » de ce gisement et prouver sans ambiguïté la présence du mode 3 sur la péninsule italienne avant le stade isotopique 9. La datation de ce site clé apporte ainsi un nouvel éclairage sur l'apparition du Paléolithique moyen en Europe. Il est par ailleurs à noter qu'un éclat qualifié par M.H. Moncel (MNHN) de « type Levallois » a été mis en évidence au

sein de l'assemblage lithique provenant du niveau archéologique inférieur du site de Lademagne. Les datations $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ obtenues pour ce site ont permis d'attribuer à cet éclat ainsi qu'aux industries lithiques trouvées dans ce niveau, un âge minimum de 405 ± 9 ka (Pereira et al., soumis). Guado San Nicola étant situé à moins de 50 km de Lademagne, il est possible que l'utilisation du mode 3 en Italie ait donc été précoce, durant le MIS 11, et contemporaine du développement des industries sur os observé régionalement il y a environ 400 ka (voir discussion ci-dessous). Le centre de la péninsule italienne paraît donc avoir été le berceau de nombreuses innovations associées à des capacités cognitives plus développées en Italie (Fig. 4-1). L'émergence du mode 3 pendant le MIS 11 dans cette région peut, dans une certaine mesure, être considérée comme une adaptation culturelle à l'environnement interglaciaire relativement long et stable du MIS 11. Malgré ces avancées « technologiques » les données paléanthropologiques semblent démontrer, comme dans le cas du crâne de Ceprano (MIS 11/10), la persistance de caractères morphologiques dits « archaïques » malgré ces innovations. Le paragraphe suivant sera consacré à l'apport de mon travail de thèse sur la chronologie des restes fossiles pré-néanderthaliens d'Italie.

Premières traces du mode 3 en Europe de l'ouest

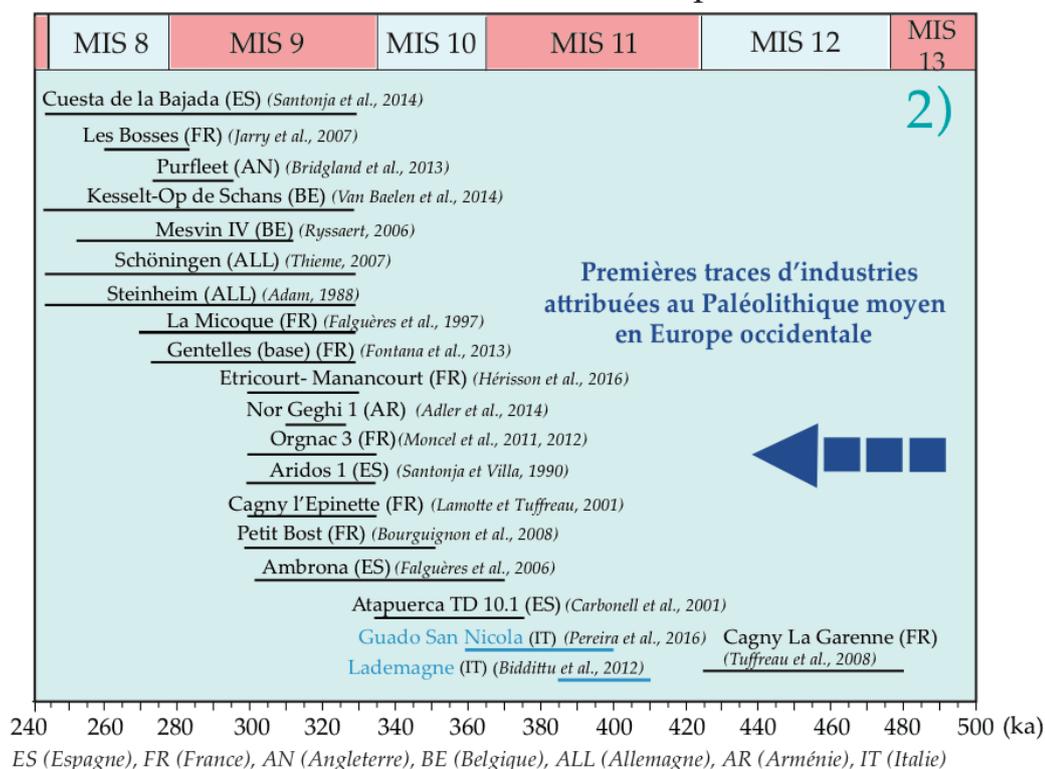


Figure 4-5 : Sites d'Europe occidentale attestant des premières traces de la culture moustérienne. Leurs âges sont ceux mentionnés dans les articles bibliographiques cités avec les incertitudes sur leurs âges respectifs.

V/ Implications des nouvelles datations $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ sur la chronologie du corpus de fossiles pré-néanderthaliens d'Italie.

Certains des sites étudiés au cours de ma thèse ont livré un ou plusieurs restes humains fossiles qui ont été associés morphologiquement ou chronologiquement à l'espèce *Homo heidelbergensis*. Le site de Casal de' Pazzi a par ailleurs livré un os pariétal attribué par Giorgio Manzi et al. (1990) au taxon *Homo sapiens* archaïque. Deux autres sites paléanthropologiques de cette région et de cette période avaient été datés par $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ avant le début de ma thèse ou parallèlement à cette dernière : Campogrande, où a été trouvé le calvarium de Ceprano (353 ± 8 ka Nomade et al., 2011) et Fontana Ranuccio (408 ± 10 ka Pereira et al., soumis), site sur lequel ont été découvertes quatre dents humaines : deux incisives et deux molaires (Segre et Ascenzi, 1984). Tous ces fossiles humains, ainsi que les empreintes de pas du site de Devil's Footsteps fossilisées au sein d'un dépôt volcanique cendreux (345 ± 12 ka (Scaillet et al., 2008)), font à présent partie des traces d'homininés les mieux datées d'Europe pour la période du Pléistocène moyen ancien.

Les âges des fossiles humains des sites étudiés ainsi que ceux des sites évoqués ci-dessus ont été intégrés au sein de la figure. 4-6 et chronologiquement mis en corrélation avec les principaux fossiles humains découverts en Europe de l'ouest et datés entre 700 et 200 ka. Les méthodes de datation utilisées pour dater les fossiles humains cités sont également précisées figure 4-6. Les fossiles du site de Montmaurin n'ont pas été intégrés à cette figure étant la grande incertitude qui demeure sur leur âge (400-150 ka ?, Billy et Vallois, 1977). Les paléanthropologues disposent désormais d'un cadre chronologique fiable pour les fossiles italiens qui facilitera dans le futur l'intégration de ces derniers au sein du cortège des fossiles européens de cette époque et les comparaisons qui en découleront. Ces données chronologiques alimenteront ainsi les débats portant sur le timing des processus évolutifs (morphologiques et/ou génétiques) observés au sein de la lignée pré-néanderthalienne. Elles devraient ainsi aider à la définition des moments de spéciation(s) ayant conduit à l'émergence de l'espèce *Homo neanderthalensis* sensu-stricto il y a environ 230-190 ka, comme le montrent les récentes données géochronologiques publiées en Italie, en France et Allemagne sur un

certain nombre de fossiles (Bahain et al., 2015, Marra et al., 2017, Richter et al., 2017). La comparaison directe des restes humains du Latium, datés des stades isotopiques 11 et 10, même si ces derniers présentent une grande diversité morphologique, pourrait de plus apporter des indices supplémentaires dans l'identification de certains caractères morphologiques ou génétiques spécifiques à cette région. Il deviendra alors davantage possible de déterminer si la présence de caractères morphologiques typiques d'une zone géographique à l'échelle locale et ou régionale résulte ou non de conditions environnementales particulières. Il sera également envisageable d'établir si ces fossiles italiens présentent des similitudes ou différences avec des fossiles datant potentiellement de la même période du MIS 11, mais découverts dans d'autres régions d'Europe comme en Allemagne (mandibule et fragments de crâne de Bilzingsleben, Mania et al., 1997). Dans le futur, l'établissement de chronologies plus robustes dans le reste de l'Europe devrait ainsi permettre de préciser de manière plus claire si tous ces fossiles appartiennent réellement à une espèce unique ou si plusieurs taxons ou sous-taxons existaient en Europe à cette époque, à travers une meilleure compréhension des processus morphologiques et génétiques ayant conduit à la « néanderthalisation » de ces populations.

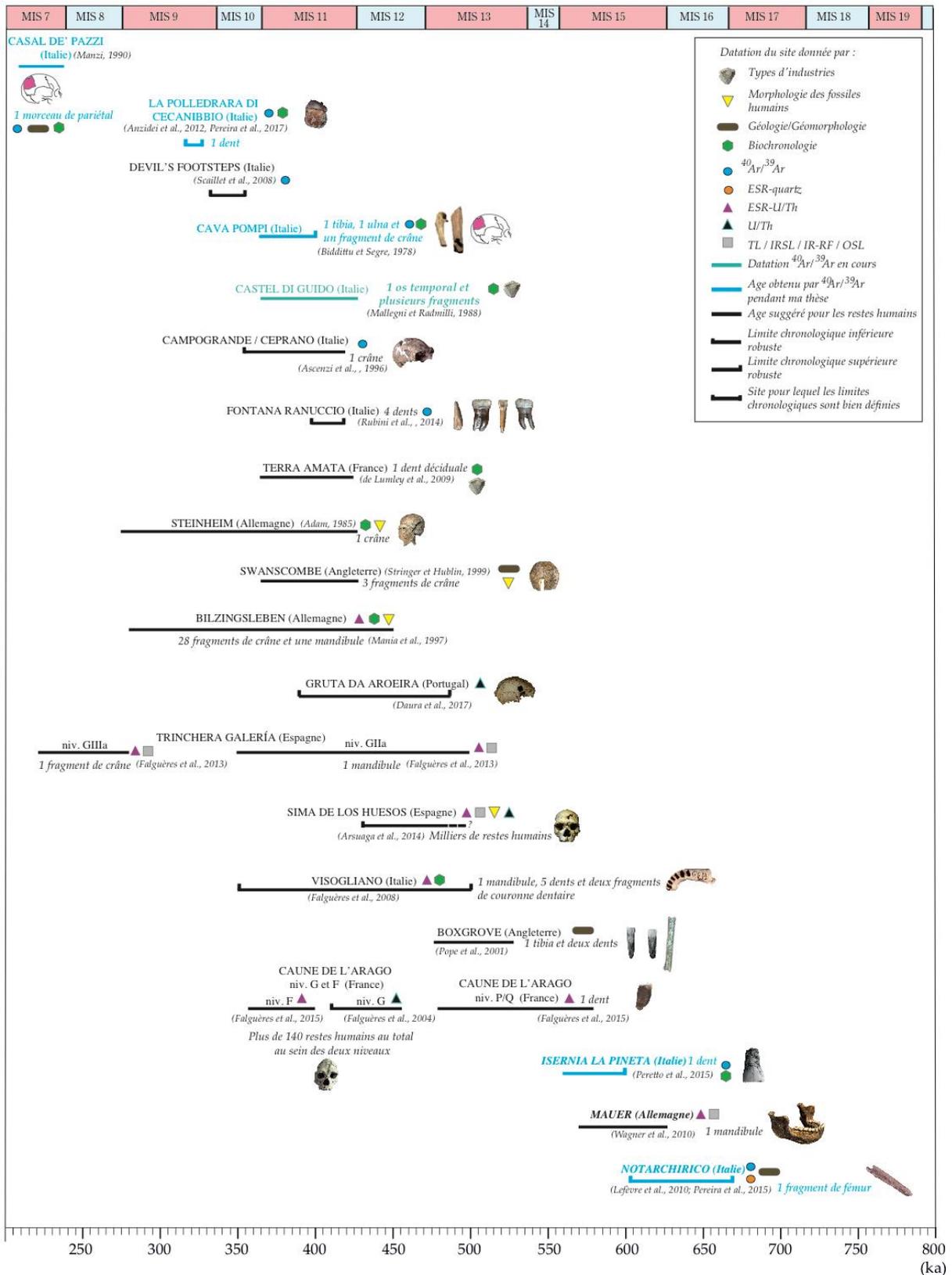


Figure 4-6 : principaux sites d'Europe de l'ouest, avec leurs âges respectifs, sur lesquels ont été mis en évidence un ou plusieurs fossile(s) humain. Les méthodes utilisées pour dater ces restes sont également précisées.

VI/ Apport des datations obtenues à la biochronologie de l'Italie centrale et méridionale

Les âges des gisements étudiés au cours de ma thèse avaient pour la plupart été estimés, en absence de datations absolues, par le biais des analyses biochronologiques. C'était notamment le cas des sites du Latium et de Molise, qui se distinguent par une très bonne conservation des restes fossiles, ce qui n'est pas le cas de la plupart des sites étudiés des autres régions (Abruzzes et Basilicate) souvent caractérisés par une mauvaise préservation des ossements aussi bien de macro que de micro-faunes, comme cela est rappelé dans le tableau 4-1. Les faunes des sites du Latium et de Molise sont toutes attribuables au Galérien ou à l'Aurélien (Large Mammals Age, Milli et Palombo, 2005, Milli et al., 2008) et, selon les gisements étudiés, les paléontologues avaient même pu attribuer certaines faunes au Galérien final (Tableau 4-1). Certains de ces sites archéologiques, comme Torre in Pietra ou Fontana Ranuccio, sont également des sites références de certaines unités fauniques (FU's) (Tableau 4-1).

SITE	ASSEM. PALEONTOLOGIQUE	AGE PROPOSE
Torre in Pietra "d"	Aurélien (Unité Torre in Pietra) (Villa et al., 2016a)	MIS 7 (270-240 ka)
Casal de'Pazzi	Aurélien (Unité Torre in Pietra) (Anzidei et al., 1999)	MIS 7 (270 - 250 ka ?)
Quarto delle Cinfonare	mal conservée/malacofaune aquatique (Peretto et al., 1997)	MIS 9 /8.5 ? (370 ± 15 ka - 290 ± 9 ka)
La Polledrara di Cecanibbio	Aurélien (Unité Torre in Pietra)	MIS 9 (325 ± 6 ka)
Torre in Pietra "m"	Aurélien (unité Torre in Pietra) (Villa et al., 2016a)	MIS 10 (354 ± 7 ka - 334 ka, terminaison glaciaire IV)
Guado San Nicola	Galérien final (unité Fontana Ranuccio) (Peretto et al., 2015)	transition MIS 11 / 10 (400 ± 9 ka - 379 ± 8 ka)
Cava Pompei	Galérien (unité Fontana Ranuccio) (Biddittu and Segre 1984)	MIS 11 et transition MIS 11/ 10 (408-375 ka)
Isoletta	Galérien (unité Fontana Ranuccio) (Biddittu and Segre 1984)	
Lademagne	Galérien (unité Fontana Ranuccio) (Biddittu et al., 2012)	
Osteria Moricone	Galérien et Aurélien (Ceruleo et al., 2015)	MIS 11 (405 ± 15 ka)
La Ficoncella	mal conservée (Aureli et al., 2015)	MIS 13 (505 ± 11 ka - 444 ± 16 ka)
Valle Giumentina	mal conservée/présence de malacofaunes (Nicoud et al., 2016)	MIS 15- MIS 12 (556 ± 12 ka - 456 ± 12 ka)
Loreto "A"	Galérien (Mussi, 2001)	MIS 15 (MIS 13 ?) (484 ± 8 ka < ?)
Atella	mal conservée (Abruzzese et al., 2016)	MIS 15 (MIS 13 ?) (530 ± 22 ka < ?)
Isernia la Pineta	Galérien (unité Isernia) (Peretto et al., 2015)	MIS 15/ transition MIS 14 ? (~ 600- 560 ka)
Notarchirico	Galérien (unité Isernia, sous-unité Ponte Galeria 2) (Piperno et al., 1997)	MIS 16 / transition MIS 15 (~ 670- 600 ka)

Tableau 4-1 : Récapitulatif de la nature des assemblages paléontologiques découverts sur les sites étudiés et des âges obtenus ou proposés à présent.

Dans la majorité des cas, les âges $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ déterminés pour les différents niveaux archéologiques étudiés sont en accord avec les âges biochronologiques proposés dans la

littérature (voir Tableau. 4-1). C'est particulièrement vrai dans la province de Frosinone où Italo Biddittu avait suggéré que la plupart des sites abritaient des assemblages paléontologiques typiques de l'unité faunique de Fontana Ranuccio, c'est-à-dire probablement contemporains du MIS 11. Sur le site de Guado San Nicola, situé à moins de 50 km du bassin de Frosinone, les vestiges fauniques, illustrés notamment par la présence de l'espèce de cervidé *Cervus elaphus acoronatus*, avaient également incité les paléontologues à assigner la séquence de ce site soit à l'unité faunique de Fontana Ranuccio, soit au Galérien final (MIS 11, Peretto et al., 2016). Cette hypothèse, surprenante au vu de la présence sur ce site d'industries lithiques rattachables au mode 3 a cependant été confirmée par les dates isotopiques que j'ai obtenues (voir Pereira et al., 2016). Ainsi, la transition établie par les paléontologues entre Galérien et Aurélien autour de 370- 350 ka (MIS 10 ou transition 10/9) semble en accord avec les datations $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ obtenues à quelques exceptions près sur des sites ne faisant pas partie de ceux inclus dans ma thèse, mais qui sont discutés dans un article de synthèse sur les séquences paléontologiques du MIS 15 au MIS 7 d'Italie centrale que j'ai co-écrit avec F. Marra et soumis à *Quaternary Science Reviews* (voir annexe 1-6).

Ainsi, les assemblages paléontologiques des gisements datés des stades 11 et 10 sont tous attribués du Galérien et/ou Galérien final ; de la même manière, les assemblages de faunes des gisements datés du stade isotopique 9 ou de périodes plus récentes sont typiques de l'Aurélien, avec notamment la prédominance des taxons *Palaeoxodon antiquus* et *Equus sp.* Les données géochronologiques et géologiques acquises au cours de la dernière décennie, notamment grâce à l' $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ et aux études géomorphologiques, ont permis de préciser sensiblement la biochronologie de la péninsule italienne pour la période du Pléistocène moyen (Marra et al., soumis).

VII/ Confrontation des chronologies isotopiques ($^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$) et paléodosimétriques (ESR sur quartz et ESR-U/Th sur dent)

Lorsque cela était possible, les données $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ obtenues au cours de ma thèse ont été confrontées à celles dérivant d'autres méthodes de géochronologie absolues, notamment paléodosimétriques. Ce travail d'inter-comparaison fait aujourd'hui de l'Italie une zone unique en Europe pour l'étude du Paléolithique inférieur et de la transition vers le

Paléolithique moyen. Lors de l'échantillonnage réalisé sur les différents sites étudiés pendant ma thèse, des prélèvements des niveaux sédimentaires sableux identiques ou stratigraphiquement très proches des niveaux volcaniques ont été réalisés en plusieurs exemplaires afin de dater ces derniers à la fois par $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ et par ESR sur quartz blanchis (P. Voinchet, MNHN). Des dents provenant de niveaux archéologiques ont dans certains cas pu être également analysées par ESR-U/Th (JJ. Bahain, A. Vietti, O. Tombret et C. Falguères, MNHN). Ainsi, parallèlement aux datations $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ obtenues pendant ma thèse, huit niveaux sédimentaires ont été datés ou sont encore en cours de datations par ESR sur quartz blanchis (notamment les sites de Notarchirico, Loreto, Atella, Isoletta et Lademagne), les résultats obtenus par cette technique sont regroupés figure. 4-7 (incertitudes à 2σ). En ce qui concerne la méthode ESR-U/Th, des dents provenant de dix niveaux stratigraphiques des sites d'Isernia la Pineta, La Polledrara di Cecanibbio, Isoletta, Guado San Nicola, Notarchirico, Loreto ou Valle Giumentina ont également été analysées ou sont encore en cours de datations. Les résultats ESR-U/Th présentés pour le site de Torre in Pietra ont été obtenus par Rainer Grün (Griffith University) et sont présentés dans l'annexe 1-4 de l'article de Villa et al., 2016a. Les résultats obtenus sur la plupart de ces gisements sont en bon accord avec les datations $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ et permettent de renforcer l'âge de certains gisements comme Notarchirico, Guado San Nicola, Isoletta, Lademagne et Valle Giumentina. Cependant les analyses ESR/U-Th effectuées sur certaines dents provenant de niveaux archéologiques de Guado San Nicola, la Polledrara di Cecanibbio et sur toutes les dents d'Isernia la Pineta et Notarchirico (Bahain, comm. pers.), aboutissent à des âges sous-estimés. Cette sous-estimation semble être dans certains cas la conséquence d'une sous-estimation de la dose équivalente (paléodose, dose totale de radiations D absorbée par un échantillon au cours de son histoire géologique) ou de changements environnementaux ayant eu lieu au cours du temps et ayant conduits à une incorporation tardive d'uranium au sein des échantillons (Shao et al., 2012, Pereira et al., 2016, Pereira et al., 2017). Les résultats ESR/U-Th obtenus sont donc à analyser au cas par cas et le contrôle de ces derniers par la méthode $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ permet d'apporter de nouveaux indices pour déterminer les contextes géologiques appropriés à ce type d'analyses et ceux pour lesquels des analyses ESR/U-Th demeurent difficiles, voire impossibles.

En ce qui concerne les datations ESR sur quartz, les résultats obtenus, même si ces derniers présentent de larges incertitudes, se sont avérés être presque toujours en accord avec ceux

obtenus par $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ pour les mêmes niveaux lorsque la datation a été possible. Dans un seul cas (échantillon ESR 1 du site d'Isoletta qui correspondait à un sédiment très riche en matériaux volcaniques), la datation ESR sur quartz s'est avérée surestimée (~1 Ma contre environ 350-400 ka). Cet âge largement trop ancien semble dans ce cas être à lier à une mauvaise estimation de la dose annuelle qui, malheureusement, n'avait dans ce cas particulier pu être mesurée *in situ*. La confrontation de ce résultat avec les autres résultats ESR et ESR/U-Th obtenus sur la séquence d'Isoletta et avec les données $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$, a permis de mettre en évidence l'aberration de cet âge. Pour le site d'Isernia la Pineta, les analyses que j'ai effectuées au cours de ma thèse ont pu également être comparées à une datation $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ effectuée au début des années 2000 par Coltorti et al. (2005). L'âge alors obtenu pour le niveau U3 SColl (610 ± 10 ka, incertitudes à 2σ analytique, figure 4-7), s'avère être légèrement plus ancien que celui obtenu pendant ma thèse sur ce même niveau (583 ± 11 ka, incertitudes à 2σ analytique et erreur totale incluse). Cette différence peut s'expliquer par deux raisons : 1) la première est que les mesures ont été faites dans deux laboratoires différents (Genève et Nice) et que, même si les mesures effectuées dans le laboratoire de Nice avaient été faites sur monocristaux, ce n'était pas le cas des mesures effectuées à Genève qui concernaient des populations de 1 à 5 cristaux de sanidines. Le fait de mélanger plusieurs cristaux lors d'une analyse peut potentiellement induire une surestimation de l'âge par intégration de xénocristaux issus d'éruptions plus anciennes, ce qui a pour effet de vieillir l'âge obtenu. 2) La deuxième raison possible pour expliquer cette différence d'âge est que lors des mesures effectuées par Coltorti et collaborateurs au début des années 2000, les spectromètres de masse utilisés (MAP 215, VG 3600) possédaient des détecteurs analogiques moins sensibles que ceux des instruments actuels, induisant ainsi des incertitudes plus élevées sur l'âge obtenu pour chaque mesure individuelle (âges individuels compris entre 587 ± 22 ka et 628 ± 22 ka à 2σ). La population de cristaux la plus récente que nous avons identifiée pour ce niveau fluviatile aurait donc été indiscernable des xénocristaux datés entre 600 et 630 ka. Il est de plus probable que les mesures de ^{40}Ar des cristaux datés par Coltorti et collaborateurs aient été pour les mêmes raisons, moins précises que dans mon étude. Il faut enfin noter que les nouveaux spectromètres multicollecteurs à haute sensibilité permettront d'obtenir des âges encore plus précis et d'ainsi réduire la taille des échantillons ce qui permettra d'appliquer la méthode $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ sur des dépôts volcaniques plus éloignés des sources (voir perspectives).

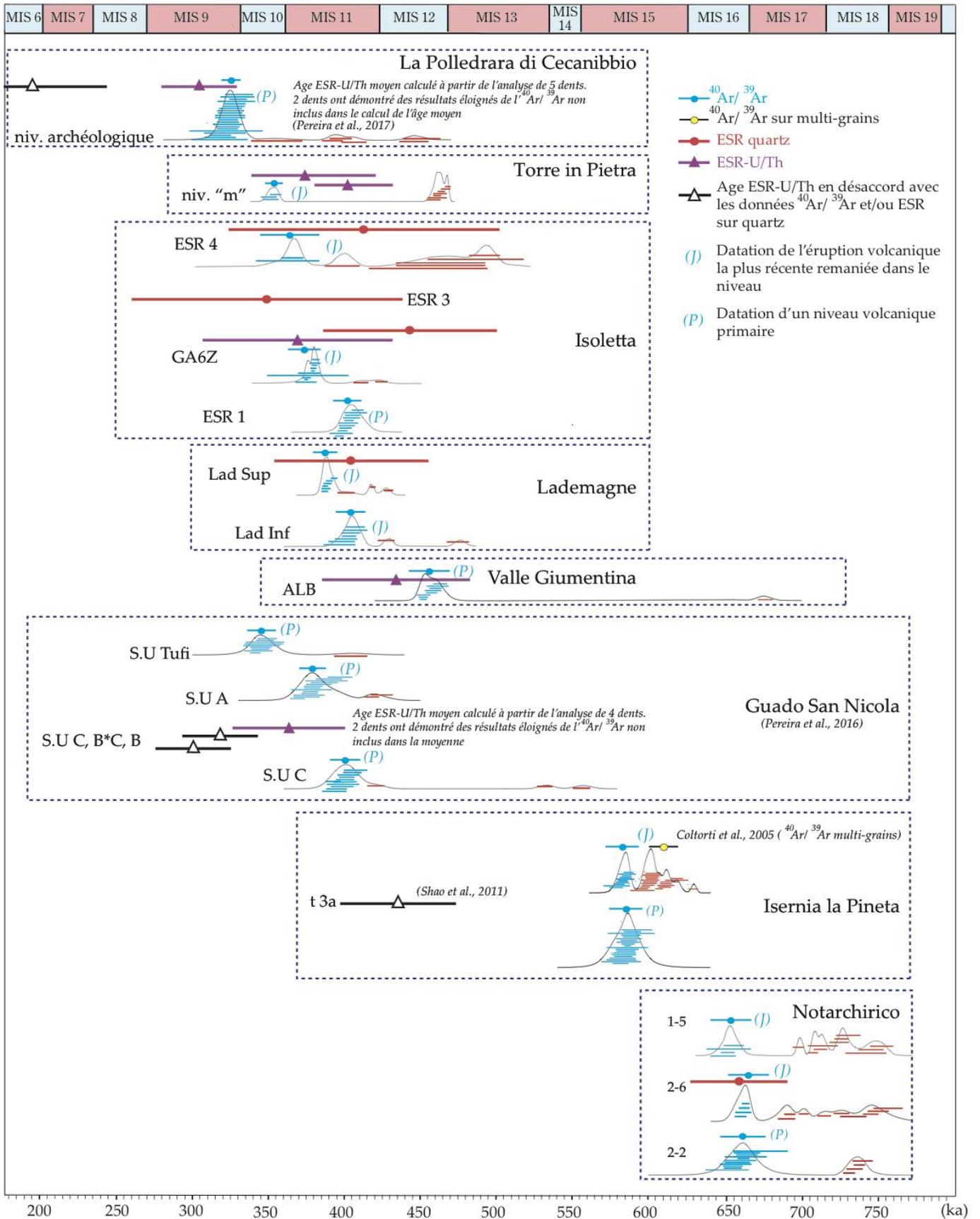


Figure 4-7 : Résultats $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$, ESR sur quartz blanchis et ESR-U/Th obtenus sur les gisements étudiés.

VIII/ Références bibliographiques

- Abruzzese, C., Aureli, D., Rocca, R., 2016. Assessment of the Acheulean in Southern Italy: New study on the Atella site (Basilicata, Italy). *Quat. Int.* 393, 158–168. doi:10.1016/j.quaint.2015.06.005
- Adam, K.D., 1985. The Chronological and Systematic Position of the Steinheim Skull. In: *Ancestors: The Hard Evidence*. Liss Inc., New York. 272-276.
- Adam, K.D., 1988. Der Urmensch von Steinheim an der Murr und seine Umwelt. Ein Lebensbild aus der Zeit vor einer viertel Million Jahren. *Jahrbuch des Romisch- Germanischen Zentralmuseums Mainz* 35, 3-23.
- Adler, D.S., Wilkinson, K.N., Blockley, S., Mark, D.F., Pinhasi, R., Schmidt-Magee, B.A., Nahapetyan, S., Mallol, C., Berna, F., Glauberman, P.J., Raczynski-Henk, Y., Wales, N., Frahm, E., Joëris, O., MacLeod, A., Smith, V.C., Cullen, V.L., Gasparian, B., 2014. Early Levallois technology and the Lower to Middle Paleolithic transition in the Southern Caucasus. *Science* 345, 1609-1613. <http://dx.doi.org/10.1126/science.1256484>.
- Antoine, P., Limondin-Lozouet, N., Auguste, P., Locht, J.L., Debenham, N., Bahain, J.J., Goval, E., Fagnart, J.P., Ducrocq, T., 2014. Geoarologie et Préhistoire: le modele de la vallee Somme et des regions avoisinantes au Quaternaire. In: Arnaud-Fassetta, G., Carcaud, N. (Eds.), *Geoarologie: tour d'horizon de grands chantiers*. CNRS éditions in press
- Antoine, P., Moncel, M., Locht, J., Limondin-Lozouet, N., Auguste, P., Stoetzel, E., Dabkowski, J., Voinchet, P., Bahain, J., Falgueres, C., 2015. Dating the earliest human occupation of Western Europe : New evidence from the fluvial terrace system of the Somme basin (Northern France). *Quat. Int.* 370, 77–99. doi:10.1016/j.quaint.2014.08.012
- Anzidei, A.P., Arnoldus-Huyzenveld, A., Caloi, L., Lemorini, C., Palombo, M.R., 1999. Two Middle Pleistocene sites near Rome (Italy): La Polledrara di Cecanibbio and Rebibbia-Casal de' Pazzi. In: Gaudzinski, S., Turner, E. (Eds.), *The Role of Early Humans in the Accumulation of European Lower and Middle Palaeolithic Bone Assemblages*. Mainz, Monographien des Romisch Germanischen Zentralmuseum 42, 173-195
- Anzidei, A.P., Cerilli, E., 2001. The fauna of La Polledrara di Cecanibbio and Rebibbia-Casal de' Pazzi (Rome, Italy) as an indicator for site formation processes in a fluvial environment. *1st Int. Congr. La terra degli elefanti* 167-171.
- Anzidei, A.P., Bulgarelli, G.M., Catalano, P., Cerilli, E., Gallotti, R., Lemorini, C., Milli, S., Palombo, M.R., Pantano, W., et Santucci, E., 2012. Ongoing research at the late Middle Pleistocene site of La Polledrara di Cecanibbio (central Italy), with emphasis on human-elephant relationships. *Quat. Int.* 255, 171–187. doi:10.1016/j.quaint.2011.06.005
- Arnaud, J., Arzarello, M., Lembo, G., Muttillio, B., Peretto, C., Rufo, E., 2016. Between “ vintage ” and “ avant-guard ”, the Lower Palaeolithic settlements in Molise region (Italy). *Quat. Int.* 1–7. doi:10.1016/j.quaint.2016.07.054
- Arsuaga, J.L., Martínez, I., Arnold, L.J., Aranburu, A., Gracia-Téllez, A., Sharp, W.D., Quam, R.M., Falguères, C., Pantoja-Pérez, A., Bischoff, J., Poza-Rey, E., Parés, J.M., Carretero, J.M., Demuro, M., Lorenzo, C., Sala, N., Martín-Torres, M., García, N., Alcázar de Velasco, A., Cuenca-Bescós, G., Gómez-Olivencia, A., Moreno, D., Pablos, A., Shen, C.C., Rodríguez, L., Ortega, A.I., García, R., Bonmatí, A., Bermúdez de Castro, J.M., et Carbonell, E., 2014. Neandertal roots: Cranial and chronological evidence from Sima de los Huesos. *Science* 344, 1358–63. doi:10.1126/science.1253958
- Ascenzi, A., Biddittu, I., Cassoli, P.F., Segre, A.G., Segre Naldini, E., 1996. A calvarium of late Homo erectus from Ceprano, Italy. *Journal of Human Evolution* 31, 409-423.
- Aureli, D., Rocca, R., Lemorini, C., Modesti, V., Scaramucci, S., Milli, S., Giaccio, B., Marano, F., Palombo, M.R., Contardi, A., 2015. Mode 1 or mode 2? “small tools” in the technical variability of the European Lower Palaeolithic: the site of Ficoncella (Tarquinia, Lazio, Central Italy). *Quaternary International* 393, 169-184. <http://dx.doi.org/10.1016/j.quaint.2015.07.055>.
- Bahain, J., Falguères, C., Laurent, M., Dolo, J., Shao, Q., Auguste, P., Tuffreau, A., 2015. Quaternary Geochronology ESR / U-series dating of faunal remains from the paleoanthropological site of Biache-Saint-Vaast (Pas-de-Calais , France) 30, 541–546. doi:10.1016/j.quageo.2015.02.020
- Bahain, J., Limondin-lozouet, N., Antoine, P., Voinchet, P., 2016. Biostratigraphique du site de Moulin Quignon à Abbeville (Vallée de la Somme , France). *Anthropologie*. 120, 344–368. doi:10.1016/j.anthro.2016.05.006
- Bazin, L., Landais, A., Toy, H., 2013. An optimized multi-proxy, multi-site Antarctic ice 1715-1731. doi:10.5194/cp-9-1715
- Bertini, A., Toti, F., Marino, M., Ciaranfi, N., 2015. Vegetation and climate across the Early-Middle Pleistocene transition at Montalbano Jonico, southern Italy. *Quat. Int.* 383, 74–88. doi:10.1016/j.quaint.2015.01.003
- Biddittu, I., Segre, A.G. 1978. Paleolitico inferiore a Cava Pompei presso Pofi, Frosinone. *Quad. Arch. Etrusco-Italica* 1, 78-79.

- Biddittu, I., Cassoli, P.F., Di Brozzolo, F., Segre, A.G., Segre Naldini, E., et Villa, I.M., 1979. Anagni a K-Ar dated lower and middle-pleistocene site, central Italy: preliminary report. *Quaternaria* 21, 53-71.
- Biddittu, I., et Segre, A.G., 1984. Industria su scheggia e bifacciali: nuovi reperti del paleolitico inferiore ad Anagni-Fontana Ranuccio, Frosinone. *Atti della XXIV riunione scientifica dell'Istituto Italiano di Preistoria e Protostoria* 24, 105-112
- Biddittu, I., Canetri, E., Comerci, V., Germani, M., Picchi, G., 2012. Nuove ricerche nel giacimento del Paleolitico inferiore di Lademagne, S. Giovanni Incarico (Frosinone). In: (Ghini, G., Mari, Z., eds). *Lazio e Sabina. Edizioni Quasar* 9, 437-443.
- Billy, G., Vallois, H.V., 1977. La mandibule pré-rissienne de Montmaurin. *Anthropologie* 81, 273-312.
- Borzatti von Löwenstern, E., Palchetti, A., Sozzi, M., 1997. Témoignages de l'Acheuléen inférieur en Italie méridionale : Le gisement du Cimitero di Atella (Basilicata). *L'Anthropologie* 101, 617-638.
- Boschian, G., et Saccà, D., 2015. In the elephant, everything is good: Carcass use and re-use at Castel di Guido (Italy). *Quat. Int.* 361, 288-296. doi:10.1016/j.quaint.2014.04.030
- Bourguignon, L., Djema, H., Bertran, P., Lahaye, C., Guibert, P., 2008. in *Les sociétés du Paléolithique dans un grand Sud-Ouest de la France: nouveaux gisements, nouveaux résultats, nouvelles méthodes*, J. Jaubert, J.-G. Bordes, Eds. (Société préhistorique française, Paris), 41-55.
- Bourguignon, L., Barsky, D., Ivorra, J., de Weyer, L., Cuartero, F., Capdevila, R., Cavallina, C., Oms, O., Bruxelles, L., Crochet, J.Y., Garaizar, J.R., 2016. The stone tools from stratigraphical unit 4 of the Bois-de-Riquet site (Lézignan-la-Cèbe, Hérault, France): A new milestone in the diversity of the European Acheulian. *Quat. Int.* 411, 160-181. doi:10.1016/j.quaint.2016.01.065
- Bridgland, D.R., Harding, P., Allen, P., Candy, I., Cherry, C., George, W., Horne, D.J., Keen, D.H., Penkman, K.E.H., Preece, R.C., Rhodes, E.J., Scaife, R., Schreve, D.C., Schwenninger, J.-L., Slipper, I., Ward, G.R., White, M.J., White, T.S., Whittaker, J.E., 2013. An enhanced record of MIS 9 environments, geochronology and geoarchaeology: data from construction of the High Speed 1 (LondonChannel Tunnel) rail-link and other recent investigations at Purfleet, Essex, UK. *Proceedings of the Geologists' Association* 124, 417-476. <http://dx.doi.org/10.1016/j.pgeola.2012.03.006>.
- Capotondi, L., Girone, A., Lirer, F., Bergami, C., Verducci, M., Vallefucio, M., Afferi, A., Ferraro, L., Pelosi, N., De Lange, G.J., 2016. Central Mediterranean Mid-Pleistocene paleoclimatic variability and its association with global climate. *Palaeogeogr. Palaeoclimatol. Palaeoecol.* 442, 72-83. doi:10.1016/j.palaeo.2015.11.009
- Carbonell, E., Mosquera, M., Ollé, A., Rodríguez, X.P., Sahnouni, M., Sala, R., Vergès, J.M., 2001. Structure morphotectonique de l'industrie lithique du Pléistocène inférieur et moyen d'Atapuerca (Burgos, Espagne). *Anthropologie* 105, 259-280. doi:10.1016/S0003-5521(01)80016-9
- Cassoli, P.F., De Giulii, C., Radmilli, A.M., Segre, A.G., 1982. Giacimento del Paleolitico inferiore a Malagrotta (Roma). In: *Atti della XXIII Riunione Scientifica Istituto Italiano di Preistoria e Protostoria*. Firenze, 531-549.
- Ceruleo, P., Marra, F., Pandolfi, L., Petronio, C., Salari, L., 2015. The archaic Acheulean lithic industry of the Cretone basin (Latium, central Italy). *Jasrep* 3, 480-492. doi:10.1016/j.jasrep.2015.07.008
- Coltorti, M., Feraud, G., Marzoli, A., Peretto, C., Tonthat, T., Voinchet, P., Bahain, J., Minelli, A., Thun Hohenstein, U., 2005. New Ar/Ar, stratigraphic and palaeoclimatic data on the Isernia La Pineta Lower Palaeolithic site, Molise, Italy. *Quaternary International* 131, 11-22. <http://dx.doi.org/10.1016/j.quaint.2004.07.004>.
- Comerci, V., Biddittu, I., Di Manna, P., Germani, M., Piccardi, L., Ventura, G., Vittori, E., 2015. Tectonic evidence in the Palaeolithic site of Lademagne (San Giovanni Incarico - FR, Southern Latium, Italy). 6th International INQUA Meeting on Paleoseismology, Active Tectonics and Archaeoseismology 19-24 April 2015, Pescara, Fucino Basin, Italy. INQUA Focus Group on Paleoseismology and Active Tectonics.
- Daura, J., Sanz, M., Arsuaga, J.L., Hoffmann, D.L., Quam, R., Ortega, M.C., Santos, E., Gómez, S., Rubio, A., Villaescusa, L., Souto, P., Mauricio, J., Rodrigues, F., Ferreira, A., Godinho, P., Trinkaus, E., Zilhão, J., 2017. New Middle Pleistocene hominin cranium from Gruta da Aroeira (Portugal). *Proc. Natl. Acad. Sci.* in press, 1-6. doi:10.1073/pnas.1619040114
- Demangeot, J., et Radmilli, A.M., 1953. Le gisement quaternaire de la Valle Giumentina (Abruzzes adriatiques), Stratigraphie et Palethnologie. *Contributi di Scienze geologiche, supplemento alla Ricerca Scientifica* 3, 11-123.
- Demangeot, J., et Radmilli, A.M., 1966. Le gisement paléolithique de Valle Giumentina (Apennin central) et ses problèmes. *Eiszeitalter und Gegenwart* 17, 159-299.
- 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. <http://dx.doi.org/10.1006/jasc.1996.0137>.
- Falguères, C., Yokoyama, Y., Shen, G., Bischoff, J.L., Ku, T.L., et De Lumley, H., 2004. New U-series dates at the Caune de l'Arago, France. *Journal of Archaeological Science*, 31 (7), 941-952.

- Falguères, C., Bahain, J.J., Pérez-González, 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. *J. Archaeol. Sci.* 33, 149-157. doi:10.1016/j.jas.2005.07.006
- Falguères, C., Bahain, J.-J., Tozzi, C., Boschian, G., Dolo, J.-M., Mercier, N., Valladas, H., Yokoyama, Y., 2008. ESR/U-series chronology of the Lower Palaeolithic palaeoanthropological site of Visogliano, Trieste, Italy. *Quatern. Geochronol.* 3, 390-398.
- Falguères, C., Bahain, J.J., Bischoff, J.L., Pérez-González, A., Ortega, A.I., Ollé, A., Quiles, A., Ghaleb, B., Moreno, D., Dolo, J.M., Shao, Q., Vallverdú, J., Carbonell, E., Bermúdez de Castro, J.M., et Arsuaga, J.L., 2013. Combined ESR/U-series chronology of acheulian hominid-bearing layers at trinchera galeria site, Atapuerca, Spain. *J. Hum. Evol.* 65, 168-184. doi:10.1016/j.jhevol.2013.05.005
- Falguères, C., Shao, Q., Han, F., Bahain, J.J., Richard, M., Perrenoud, C., Moigne, A.M., Lumley de, H., 2015. New ESR and U-series dating at Caune de l'Arago, France: A key-site for European Middle Pleistocene. *Quat. Geochronol.* 30, 547-553. doi:10.1016/j.quageo.2015.02.006
- Fletcher, W.J., Müller, U.C., Koutsodendris, A., Christanis, K., Pross, J., 2013. A centennial-scale record of vegetation and climate variability from 312 to 240 ka (Marine Isotope Stages 9c-a, 8 and 7e) from Tenaghi. *Quat. Sci. Rev.* 78, 108-125. doi:10.1016/j.quascirev.2013.08.005
- Fontana, F., Moncel, M.-H., Nenzioni, G., Onorevoli, G., Peretto, C., Combier, J., 2013. Widespread diffusion of technical innovations around 300,000 years ago in Europe as a reflection of anthropological and social transformations? New comparative data from the western Mediterranean sites of Orgnac (France) and Cave dall'Olio (Italy). *Journal of Anthropological Archaeology* 32, 478-498. <http://dx.doi.org/10.1016/j.jaa.2013.08.003>
- Gallotti, R., et Peretto, C., 2015. The Lower/Early Middle Pleistocene small débitage productions in Western Europe: New data from Isernia La Pineta t3c (Upper Volturno Basin, Italy). *Quat. Int.* 357, 264-281.
- Girone, A., Maiorano, P., Marino, M., Kucera, M., 2013. Calcareous plankton response to orbital and millennial-scale climate changes across the Middle Pleistocene in the western Mediterranean. *Palaeogeogr. Palaeoclimatol. Palaeoecol.* 392, 105-116. doi:10.1016/j.palaeo.2013.09.005
- Hérisson, D., Brenet, M., Cliquet, D., Loecker, D., De, Richter, J., Scott, B., Baelen, A., Van, Ashton, N., Bourguignon, L., Delagnes, A., Faivre, J., Folgado-lopez, M., Locht, J., Pope, M., Raynal, J., Roebroeks, W., Santagata, C., Turq, A., Peer, P., Van, 2016. The emergence of the Middle Palaeolithic in north-western Europe and its southern fringes. *Quaternary International* 411, 233-283. doi:10.1016/j.quaint.2016.02.049
- Hodell, D., Lourens, L., Crowhurst, S., Konijnendijk, T., Tjallingii, R., Jiménez-espejo, F., Skinner, L., Shackleton, T., Project, S., Abrantes, F., Acton, G.D., Zarikian, C.A.A., Bahr, A., Balestra, B., Barranco, E.L., Carrara, G., Ducassou, E., Flood, R.D., Flores, J., Furota, S., Grimalt, J., Grunert, P., Hernández-molina, J., Kim, J.K., Křísek, L.A., Kuroda, J., Li, B., Lo, J., Margari, V., Martrat, B., Miller, M.D., Nanayama, F., Nishida, N., Richter, C., Rodrigues, T., Rodríguez-tovar, F.J., Cristina, A., Roque, F., Goñi, M.F.S., Sánchez, F.J.S., Singh, A.D., Sloss, C.R., Stow, D.A. V., Takashimizu, Y., Tzanova, A., Voelker, A., Xuan, C., Williams, T., 2015. A reference time scale for Site U1385 (Shackleton Site) on the SW Iberian Margin 133, 49-64. doi:10.1016/j.gloplacha.2015.07.002
- Hublin, J.J., 2009. The origin of Neandertals. *Proc. Natl. Acad. Sci.*, 106, 16022-16027
- Jarry, M., Colonge, D., Lelouvier, L.A., Mourre, V., 2007. Les Bosses (Lamagdelaine - Lot - France): un gisement paléolithique moyen inférieur à l'avant-dernier interglaciaire sur la moyenne terrasse du Lot. *Bulletin de la Société Préhistorique Française, Travaux* 7.
- Karner, D., Juvigné, E., Brancaccio, L., Cinque, A., Russo Ermolli, E., Santangelo, N., Bernasconi, S., Lirer, L., 1999. A potential early middle Pleistocene tephrostratotype for the Mediterranean basin: The Vallo di Diano, Campania, Italy. *Global and Planetary Change* 21, 1-15.
- Karner, D.B., Marra, F., et Renne, P.R., 2001. The history of the Monti Sabatini and Alban Hills volcanoes: groundwork for assessing volcanic-tectonic hazards for Rome. *J. Volcanol. Geotherm. Res.* 107, 185-219.
- Konijnendijk, T.Y.M., Ziegler, M., Lourens, L.J., 2015. On the timing and forcing mechanisms of late Pleistocene glacial terminations: Insights from a new high-resolution benthic stable oxygen isotope record of the eastern Mediterranean. *Quat. Sci. Rev.* 129, 308-320. doi:10.1016/j.quascirev.2015.10.005
- Lamotte, A., Tuffreau, A., 2001a. Les industries acheuléennes de Cagny (Somme) dans le contexte de l'Europe du nord ouest. In: Tuffreau, A. (Ed.), *L'Acheuléen dans la Vallée de la Somme et le Paléolithique Moyen dans le Nord de la France: Données Récentes*. Publications du Centre d'Etudes et de Recherches Préhistoriques 6, pp. 149-153
- Lefèvre, D., Raynal, J.-P., Vernet, G., Kieffer, G., Piperno, M., 2010. Tephrostratigraphy and the age of ancient Southern Italian Acheulean settlements: the sites of Loreto and Notarchirico (Venosa, Basilicata, Italy). *Quatern. Int.* 223-224, 360-368.

- Lisiecki, L.E., Raymo, M.E., 2005. A Pliocene-Pleistocene stack of 57 globally distributed benthic delta O18 records. *Paleoceanography* 20, PA1003.
- Lisiecki, L.E., Stern, J. V., 2016. Glacial Cycle. *Paleoceanography* 1368–1394. doi:10.1002/2016PA003002
- Loulergue, L., Schilt, A., Spahni, R., Masson-Delmotte, V., Blunier, T., Lemieux, B., Barnola, J.-M., Raynaud, D., Stocker, T. F., et Chappellaz, J., 2008. Orbital and millennial-scale features of atmospheric CH₄ over the past 800 000 years, *Nature*, 453, 383–386, doi:10.1038/nature06950
- (de) Lumley, H., de Lumley, M.A., Miskovsky, J.C., Renault-Miskovsky, J., 1976. Le site de Terra Amata. In: de Lumley, H., Barral, L. (dirs.), Sites paleolithiques de la region de Nice et grottes de Grimaldi, IX Congrès UISPP, Livret-guide Excursion B1, Nice, 15-49.
- (de) Lumley, M.A., Jourdan, L., Valensi, P., Fauquembergue, E., Garrigue, N., Magnaldi, B., Pollet, G., Roussel, B., 2009. In: de Lumley, H. (Ed.), Une dent déciduale humaine sur le site acheuléen de Terra Amata. Terra Amata, Nice, Alpes-Maritimes, France, Tome II. Paris, 475-482.
- Magri, D., 2010. Persistence of tree taxa in Europe and Quaternary climate changes. *Quaternary International* 219, 145-151.
- Malatesta, A., 1978. La serie di Torre del Pagliacetto e il bacino di Torre in Pietra. *Quaternaria* 20, 237–246.
- Mallegni, F., Radmilli, A.M., 1988. Human temporal bone from the lower Paleolithic site of Castel di Guido near Rome, Italy. *American Journal of Physical Anthropology* 76, 175-182.
- Mania, D., Mania, U., Heinrich, W.D., Fischer, K., Böhme, G., Tumer, A., Erd, K., Mai, D., 1997. *Bilzingsleben V. Bad Homburg, Leipzig.*
- Manzi, G., Salvadei, L., Passarello, P., 1990. The Casal de'Pazzi archaic parietal : comparative analysis of new fossil evidence from the late Middle Pleistocene of Rome. *Journal of Human Evolution* 19, 751-759.
- Marra, F., Ceruleo, P., Pandolfi, L., Petronio, C., Rolfo, M.F., Salari, L., 2017. The aggradational successions of the aniene river valley in Rome: Age constraints to early neanderthal presence in Europe. *PLoS One* 12, 1–25. doi:10.1371/journal.pone.0170434
- Milli, S., et Palombo, M.R., 2005. The high-resolution sequence stratigraphy and the mammal fossil record: A test in the Middle-Upper Pleistocene deposits of the Roman Basin (Latium, Italy). *Quat. Int.* 126–128, 251–270. doi:10.1016/j.quaint.2004.04.025
- Milli, S., Moscatelli, M., Palombo, M.R., Parlagreco, L., et Paciucci, M., 2008. Incised valleys, their filling and mammal fossil record. A case study from Middle-Upper Pleistocene deposits of the Roman Basin (Latium, Italy). In: Amorosi, A., Haq, B.U., Sabato, L. (Eds.), *Advances in Application of Sequence Stratigraphy in Italy. GeoActa (Special Publication) 1*, 667-687.
- Moncel, M.H., Moigne, A.M., Sam, Y., Combier, J., 2011. The Emergence of Neanderthal Technical Behavior: New Evidence from Orgnac 3 (Level 1, MIS 8), Southeastern France. *Current Anthropology* 52, 37–75.
- Moncel, M.-H., Moigne, A.-M., Combier, J., 2012. Towards the Middle Paleolithic in western Europe: the case of Orgnac 3 (South-Eastern France). *Journal of Human Evolution* 63, 653-666.
- Moncel, M.H., Despriée, J., Voinchet, P., Tissoux, H., Moreno, D., Bahain, J.J., Courcimault, G., Falguères, C., 2013. Early evidence of acheulean settlement in northwestern Europe - La noira site, a 700 000 year-old occupation in the center of France. *PLoS One* 8. doi:10.1371/journal.pone.0075529
- Moncel, M.H., et Schreve, D., 2016. The Acheulean in Europe: Origins, evolution and dispersal. *Quat. Int.* 411, 1–8. doi:10.1016/j.quaint.2016.08.039.
- Moncel, M.H., Landais, A., Lebreton, V., Combourieu-Nebout, N., Nomade, S., Bazin, L., 2017. Linking environmental changes with human occupations between 900 and 400 ka in Western Europe. *Quat. Int.* 0–17. doi:10.1016/j.quaint.2016.09.065.
- Moreno, D., Falguères, C., Pérez-González, A., Voinchet, P., Ghaleb, B., Despriée, J., Bahain, J.J., Sala, R., Carbonell, E., Bermúdez de Castro, J.M., et Arsuaga, J.L., 2015. New radiometric dates on the lowest stratigraphical section (TD1 to TD6) of Gran Dolina site (Atapuerca, Spain). *Quat. Geochronol.* 30, 535–540. doi:10.1016/j.quageo.2015.05.007
- Muttoni, G., Scardia, G., et Kent, D.V., 2010. Human migration into Europe during the late Early Pleistocene climate transition. *Palaeogeogr. Palaeoclimatol. Palaeoecol.* 296, 79–93. doi:10.1016/j.palaeo.2010.06.016.
- Nicoud, E., 2011. Le phénomène acheuléen en Europe occidentale : Approche chronologique, technologie lithique et implications culturelles, Thèse de doctorat de l'Université de Provence Aix-Marseille III
- Nomade, S., Muttoni, G., Guillou, H., Robin, E., Scardia, G., 2011. First ⁴⁰Ar/³⁹Ar age of the Ceprano man (central Italy). *Quat. Geochronol.* 6, 453–457. doi:10.1016/j.quageo.2011.03.008
- Orain, R., Lebreton, V., Russo Ermolli, E., Sémah, A.M., Nomade, S., Shao, Q., Bahain, J.J., Thun Hohenstein, U., Peretto, C., 2013. Hominin responses to environmental changes during the Middle Pleistocene in central and southern Italy. *Clim. Past* 9, 687–697. doi:10.5194/cp-9-687-2013
- Pereira, A., Nomade, S., Voinchet, P., Bahain, J.J., Falguères, C., Garon, H., Lefèvre, D., Raynal, J.P., Scao, V.,

- Piperno, M., 2015. The earliest securely dated hominin fossil in Italy and evidence of Acheulian occupation during glacial MIS 16 at Notarchirico (Venosa, Basilicata, Italy). *J. Quat. Sci.* 30, 639–650. doi:10.1002/jqs.2809
- Pereira, A., Nomade, S., Shao, Q., Bahain, J.J., Arzarello, M., Douville, E., Falguères, C., Frank, N., Garcia, T., Lembo, G., Muttillio, B., Scao, V., Peretto, C., 2016. $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ and ESR/U-series dates for Guado San Nicola, Middle Pleistocene key site at the Lower/Middle Palaeolithic transition in Italy. *Quat. Geochronol.* 36, 67–75. doi:10.1016/j.quageo.2016.08.005
- Pereira, A., Nomade, S., Falguères, C., Bahain, J.J., Tombret, O., Garcia, T., Voinchet, P., Bulgarelli, G.M., Anzidei, A.P., 2017. New $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ and ESR/U-series data for La Polledrara di Cecanibbio archaeological site (Lazio, Italy). *Journal of Archaeological Science: Reports* 15, 20-29.
- Pereira, A., Nomade, S., Moncel, M.H., Voinchet, P., Bahain, J.J., Biddittu, I., Falguères, C., Giaccio, B., Manzi, G., Parenti, F., Scardia, G., Scao, V., Sottili, G., Vietti, A. Geochronological evidences of a MIS 11 to MIS 10 age for several key Acheulian sites from the Frosinone province (Latium, Italy): Archaeological implications. *Quaternary Science Reviews* (soumis)
- Peretto, C., La Rosa, M., Liboni, A., Milliken, S., Sozzi, M., et Zarattini, A., 1997. Le gisement de Quarto delle Cinfonare dans le cadre du Paléolithique inférieur de l'Italie ouest-centrale. *L'Anthropologie* 10 (4), 597-615.
- Peretto, C., Arnaud, J., Moggi-Cecchi, J., Manzi, G., Nomade, S., Pereira, A., Falguères, C., Bahain, J.J., Grimaud-Hervé, D., Berto, C., Sala, B., Lembo, G., Muttillio, B., Gallotti, R., Hohenstein, U.T., Vaccaro, C., Coltorti, M., et Arzarello, M., 2015. A human deciduous tooth and new $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ dating results from the Middle Pleistocene archaeological site of Isernia La pineta, southern Italy. *PLoS One* 10, 1–19. doi:10.1371/journal.pone.0140091.
- Peretto, C., Arzarello, M., Bahain, J.J., Boulbes, N., Dolo, J.M., Douville, E., Falguères, C., Frank, N., Garcia, T., Lembo, G., Moigne, A.M., Muttillio, B., Nomade, S., Pereira, A., Rufo, M.A., Sala, B., Shao, Q., Thun Hohenstein, U., Tessari, U., Turrini, M.C., Vaccaro, C., 2016. The Middle Pleistocene site of Guado San Nicola (Monteroduni, Central Italy) on the Lower/Middle Palaeolithic transition. *Quat. Int.* 411, 301–315. doi:10.1016/j.quaint.2015.11.056
- Petronio, C., Ceruleo, P., Marra, F., Pandolfi, L., Rolfo, M.F., Salari, L., Sottili, G., Moro, P.A., 2017. A novel multidisciplinary bio- and geo-chronological approach for age determination of Palaeolithic bone artifacts in volcanic settings: An example from eastern Sabatini, Latium, Italy. *Quat. Int.* 1–9. doi:10.1016/j.quaint.2017.02.010.
- Petrosino, P., Jicha, B.R., Mazzeo, F.C., et Russo Ermolli, E., 2014. A high resolution tephrochronological record of MIS 14-12 in the Southern Apennines (Acerno Basin, Italy). *J. Volcanol. Geotherm. Res.* 274, 34–50. doi:10.1016/j.jvolgeores.2014.01.014
- Picin, A., Peresani, M., Falguères, C., Gruppioni, G., Bahain, J.J., 2013. San Bernardino Cave (Italy) and the appearance of Levallois technology in Europe: results of a radiometric and technological reassessment. *PLoS One* 8, e76182. <http://dx.doi.org/10.1371/journal.pone.0076182>.
- Pierre, C., Belanger, P., Saliège, J.F., Urrutiaguer, M.J., Murat, A., 1999. 38. Paleooceanography of the western Mediterranean during the Pleistocene oxygen and carbon isotope records at Site 975. In: *Proceedings of the Ocean Drilling Program. Scientific Results*, 481-488.
- Piperno, M., Lefèvre, D., Raynal, J.P., Tagliacozzo, A., 1999. Conclusioni generali. In *Un sito del Pleistocene medio-antico nel bacino di Venosa (Basilicata)*, Piperno M (ed.). Osanna edition : Venosa 537–543.
- Pope, M., Roberts, M., Maxted, A. et Jones, P., 2001. The Valdoe: Archaeology of a Locality within the Boxgrove Palaeolandscape, West Sussex. *Proceedings of the Prehistoric Society* 75, 239–263.
- Richter, D., Klinger, P., Schmidt, C., Bogaard, P. Van Den, Zöller, L., 2017. Journal of Archaeological Science : Reports New chronometric age estimates for the context of the Neanderthal from Wannan-Ochtendung (Germany) by TL and argon dating. *J. Archaeol. Sci. Reports* 14, 127–136. doi:10.1016/j.jasrep.2017.05.032
- Rocca, R., 2013. Peut-on définir des aires culturelles au Paléolithique inférieur? Originalité des premières industries lithiques en Europe centrale dans le cadre du peuplement de l'Europe. Université Paris-Ouest - Nanterre la Defense.
- Rocca, R., 2016. First settlements in Central Europe : Between originality and banality. *Quat. Int.* 409, 213–221. doi:10.1016/j.quaint.2015.08.066
- Rosell, J., Blasco, R., Campeny, G., Carlos Díez, J., Alonso Alcalde, R., Menéndez, L., Luis Arsuaga, J., Bermúdez de Castro, J.M., Carbonell, E., 2011. Bone as a technological raw material at the Gran Dolina site (Sierra de Atapuerca, Burgos, Spain). *Journal of Human Evolution* 61, 125-131.
- Russo Ermolli, E., Chedaddi, R., 1997. Climate reconstruction during the Middle Pleistocene: a pollen record from Vallo di Diano (Southern Italy). *Geobios* 30, 735-744.
- Russo Ermolli, E., Aucelli, P.P.C., Di Rollo, A., Mattei, M., Petrosino, P., Porreca, M., et Rosskopf, C.M., 2010. An integrated stratigraphical approach to the Middle Pleistocene succession of the Sessano basin (Molise, Italy).

- Quat. Int. 225, 114–127. doi:10.1016/j.quaint.2009.04.008.
- Ryssaert, C., 2006. Lithische technologie te Mesvin IV: selectiecriteria voor ger- etoucheerde werktuigen en hun relatie met Levalloiseindproducten. *Anthropologica et Praehistoria* 117, 13-34.
- Saccà, D., 2012. Taphonomy of Palaeoxodon antiquus at Castel di Guido (Rome, Italy): Proboscidean carcass exploitation in the Lower Palaeolithic. *Quat. Int.* 276–277, 27–41.
- Sadori, L., Koutsodendris, A., Panagiotopoulos, K., Masi, A., Bertini, A., Combourieu-Nebout, N., Francke, A., Kouli, K., Joannin, S., Mercuri, A.M., Peyron, O., Torri, P., Wagner, B., Zanchetta, G., Sinopoli, G., Donders, T.H., 2016. Pollen-based paleoenvironmental and paleoclimatic change at Lake Ohrid (south-eastern Europe) during the past 500 ka. *Biogeosciences* 13, 1423–1437. doi:10.5194/bg-13-1423-2016
- Sala, B., 1990. A preliminary Report of the microvertebrates of Notarchirico, Venosa. *Preist. Alp. - Mus. Trident. di Sci. Nat.* 29, 7-14.
- Santonja, M., Villa, P., 1990. The Lower Paleolithic of Spain and Portugal. *J. World Prehist.* 4, 45-94. doi:10.1007/BF00974819
- Santonja, M., Pérez-González, A., Domínguez-Rodrigo, M., Panera, J., Rubio-Jara, S., Sesé, C., Soto, E., Arnold, L.J., Duval, M., Demuro, M., Ortiz, J.E., de Torres, T., Mercier, N., Barba, R., Yravedra, J., 2014. The Middle Paleolithic site of Cuesta de la Bajada (Teruel, Spain): a perspective on the Acheulean and Middle Paleolithic technocomplexes in Europe. *Journal of Archeological Sciences* 49, 556-571. <http://dx.doi.org/10.1016/j.jas.2014.06.003>.
- Scaillet, S., Vita-Scaillet, G., Guillou, H., 2008. Oldest human footprints dated by Ar/Ar. *Earth Planet. Sci. Lett.* 275, 320–325. doi:10.1016/j.epsl.2008.08.026
- Scott G.R. and Gibert L. 2009. The oldest handaxes in Europe. *Nature* 461, 82–85.
- Segre, A.G., Ascenzi, A., 1984. Fontana Ranuccio, Italy's Earliest Middle Pleistocene Hominid Site. *Curr Anthropol* 25, 230–238.
- Segre, A.G., Biddittu, I., Guadagnoli, F., 1987. Nuovi dati sul giacimento del paleolitico inferiore di Anagni-Fontana Ranuccio. In: *Archeologia Laziale VIII, Quaderni del Centro di studio per l'archeologia etrusco-italica*, 14, 239-243.
- Segre Naldini, E., Muttoni, G., Parenti, F., Scardia, G., et Segre, A.G., 2009. Nouvelles recherches dans le bassin Plio-Pléistocène de Anagni (Latium méridional, Italie). *L'Anthropologie* 113, 66-77
- Stringer, C.B., Hublin, J.J., 1999. New age estimates for the Swanscombe hominid, and their significance for human evolution. *Journal of Human Evolution* 37, 873-877.
- Thieme, H., 2007. *Die Schöninger Speere. Mensch und Jagd vor 400 000 Jahren.* Stuttgart
- Tuffreau, A., Lamotte, A., Goual, E., 2008. Les Industries acheuléennes de la France septentrionale. *L'Anthropologie* 112, 104-139.
- Tzedakis, P.C., Hooghiemstra, H., Pälike, H., 2006. The last 1.35 million years at Tenaghi Philippon : revised chronostratigraphy and long-term vegetation trends 25, 3416–3430. doi:10.1016/j.quascirev.2006.09.002
- Vallverdú, J., Saladi, P., Rosas, A., Huguet, R., Caceres, I., Mosquera, M., Garcia-Taberner, A., Estalrich, A., Lozano-Fernandez, I., Pineda-Alcala, A., Carrancho, A., Villalain, J.J., Bourlès, D., Braucher, R., Lebatard, A., Vilalta, J., Esteban-Nadal, M., Bennisar, M.L., Bastir, M., Lopez-Poli, L., Olle, A., Verges, J.M., Ros-Montoya, S., Martinez-Navarro, B., Garcia, A., Martinell, J., Exposito, I., Burjachs, F., Agusti, J., Carbonell, E., 2014. Age and date for early arrival of the Acheulian in Europe (Barranc de la Boella, la Canonja, Spain). *PLoS One* 9 (7). <http://dx.doi.org/10.1371/journal.pone.0103634>
- Van Baelen, A., 2014. Kesselt-Op de Schans (Limburg, Belgium) and the Lower/ Middle Palaeolithic transition in Northwestern Europe. KU Leuven, Leuven.
- Villa, P., Soriano, S., Grün, R., Marra, F., Nomade, S., Pereira, A., Boschian, G., Pollarolo, L., Fang, F., Bahain, J.J., 2016a. The acheulian and early middle paleolithic in latium (Italy): Stability and innovation. *PLoS One* 11. doi:10.1371/journal.pone.0160516
- Villa, V., Pereira, A., Chaussé, C., Nomade, S., Giaccio, B., Limondin-Lozouet, N., Fusco, F., Regattieri, E., Degeai, J.P., Robert, V., Kuzucuoğlu, C., Boschian, G., Agostini, S., Aureli, D., Pagli, M., Bahain, J.J., Nicoud, E., 2016b. A MIS 15-MIS 12 record of environmental changes and Lower Palaeolithic occupation from Valle Giumentina, central Italy. *Quat. Sci. Rev.* 151, 160–184. doi:10.1016/j.quascirev.2016.09.006
- Wagner, G.A., Krbetschek, M., Degering, D., Bahain, J.J., Shao, Q., Falguères, C., Voinchet, P., Dolo, J.M., Rightmire, P., 2010. Radiometric dating of the type-site for *Homo heidelbergensis* at Mauer, Germany. *PNAS* 107 (46), 19726–19730.
- Wang, P., Tian, J., Lourens, L.J., 2010. Obscuring of long eccentricity cyclicity in Pleistocene oceanic carbon isotope records. *Earth Planet. Sci. Lett.* 290, 319–330. doi:10.1016/j.epsl.2009.12.028

Perspectives générales

Perspectives générales

Un cadre chronologique précisé

Les travaux que j'ai réalisés tout au long de mon doctorat confirment l'intérêt de la méthode de datation $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ sur monocristaux de feldspaths potassiques dans l'établissement du cadre chronologique des sites archéologiques italiens du Pléistocène moyen. La plupart des objectifs initialement fixés ont été atteints et les résultats obtenus font aujourd'hui de l'Italie centrale et méridionale l'un des territoires d'Europe occidentale pour lequel ce cadre est le mieux établi pour la période de temps comprise entre 700 et 300 ka. De plus, la démarche combinée que nous avons suivie, incluant lorsque cela était possible une comparaison systématique des âges $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ avec des données ESR sur quartz blanchis et ESR-U/Th sur dents, s'est avérée très productive au cours de ces trois années doctorales. Il semble donc nécessaire aujourd'hui de poursuivre dans cette voie afin de consolider les résultats chronologiques obtenus sur cette gamme de temps ou pour des sites plus récents et ainsi de pouvoir identifier les âges erronés, tout en comprenant les raisons ayant conduit à l'obtention de ces derniers. Cette approche combinée peut être poursuivie en Italie mais également appliquée dans d'autres régions volcaniques d'Europe occidentale, comme par exemple en Allemagne où les âges K/Ar et $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ proposés pour certains sites du Paléolithique inférieur et moyen, comme Kärlich ou Ariendorf, ont été pour la plupart obtenus il y a plus d'une vingtaine d'années (Bosinski et al., 1993, Turner, 1997) et demanderaient à être précisés avec des mesures utilisant les techniques les plus récentes. Le nouveau schéma chronologique obtenu au terme de ma thèse doit permettre dès à présent de discuter de la validité ou de l'invalidité des théories proposées ces dernières années afin de définir les processus évolutifs morphologiques et/ou culturels suivis par la lignée pré-néanderthaliennne pour cette gamme de temps (voir chapitre IV).

Si, au cours de ces trois années de thèse, une quinzaine de sites a pu être datée, il reste encore de nombreux gisements italiens de cette période de temps qui demeurent mal contraints chronologiquement. Certains d'entre eux sont d'ailleurs dès à présent en cours de datation, comme par exemple les séquences de Malagrotta ou Castel di Guido, toutes deux situées dans la province romaine du Latium. (S. Nomade, comm. pers.) Afin de mieux

comprendre les modes et conditions de vie des populations humaines italiennes de cette période il semble également indispensable dans le futur de se concentrer sur la datation des sites paléontologiques « de référence » non seulement pour la biochronologie du Latium, mais également de la péninsule italienne en général. Une chronologie robuste de ces sites réalisée au moyen de l' $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ dans les régions volcaniques riches en restes paléontologiques semble être un excellent moyen pour ensuite préciser par biochronologie l'âge de gisements situés dans les zones géographiques où les méthodes moins précises par exemple paléodosimétriques sont les seules utilisables (par exemple dans le nord de l'Italie).

La datation $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ systématique des niveaux volcaniques contenus dans les enregistrements paléoclimatiques et environnementaux méditerranéens, comme ceux des bassins sédimentaires d'Italie centrale ou d'Europe de l'Est, s'avère également essentielle pour mieux contraindre le contexte climatique et environnemental de cette période et son possible impact sur les populations humaines. La compréhension des changements environnementaux régionaux, voire locaux, est en effet cruciale pour tenter de spécifier les conditions de vie des populations humaines du Paléolithique inférieur et moyen d'Italie centrale et méridionale. Le fait de pouvoir dater avec une même technique séquences archéologiques, paléontologiques et paléoclimatiques d'une même région est une chance qui doit encore permettre dans les prochaines années de relier de façon simple tous ces enregistrements et ainsi essayer de mieux appréhender les éventuelles interconnexions entre les conditions de vie des hominins et les adaptations techniques/culturelles et/ou morphologiques qui ont pu découler de celles-ci.

Des développements méthodologiques à venir

D'importantes et récentes innovations techniques ouvrent de nouvelles opportunités pour l'utilisation de datation $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ sur monocristaux. L'une des principales limites actuelles de la méthode $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ sur monocristaux est la taille des échantillons analysés. Il demeure en effet aujourd'hui encore difficile de dater des monocristaux de taille inférieure à 250 μm sur des dépôts de moins de 1 Ma sans avoir à analyser plusieurs cristaux en même temps. Les quantités d'argon contenues dans un seul cristal sont en effet la plupart du temps trop faibles pour pouvoir être déterminées avec précision par les détecteurs des spectromètres de masse que j'ai utilisés (VG 5400 équipé d'un unique compteur ion). Ces teneurs, principalement pour la mesure de l' ^{36}Ar et parfois de l' ^{40}Ar , étant très proches des valeurs de blancs mesurées. Il est

donc probable que pour certains niveaux sédimentaires remaniés, datés au cours de ma thèse, certaines éruptions enregistrées nous aient échappées en raison par exemple de la faible taille des cristaux volcaniques associés à ces dernières ou encore simplement du nombre trop restreint de cristaux mesurés. Dans le cas où les éruptions non mises en évidence dans les niveaux sédimentaires étudiés s'avèrent être les plus récentes, la non-identification de celles-ci est problématique, car de mauvaises interprétations chronologiques peuvent en découler, vieillissant alors, dans le cas de sites archéologiques, l'âge des fossiles et artefacts recueillis. Les spectromètres de masse multicollecteurs de nouvelle génération, (types *Instrument Noblesse Nu HR*, *thermo Scientific Argus VI*, *HELIX MC*, *NGX 600* ...) offrent aujourd'hui la possibilité de mesurer de manière plus précise des quantités d'argon beaucoup plus petites par rapport aux spectromètres de la génération précédente, ouvrant ainsi la porte à la datation de cristaux de feldspaths potassiques ou de feldspathoïdes de taille inférieure à 250 μm . Il serait donc intéressant dans le futur de dater, pour certains niveaux remaniés étudiés pendant ma thèse, une fraction correspondant à des cristaux plus petits, par exemple sur des sites comme Loreto ou Cimitero di Atella, qui sont des gisements pour lesquels la détermination de l'âge des niveaux archéologiques s'est révélée problématique. Ces avancées devraient également permettre dans le futur de dater par $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ de plus en plus de sites archéologiques géographiquement éloignés des sources volcaniques (sur une distance pouvant atteindre plusieurs centaines de kilomètres). Ainsi, des gisements localisés en Grèce, en Albanie, dans le sud-est de la France ou le nord-est de l'Europe, qui peuvent présenter dans leurs séquences sédimentaires des minéraux volcaniques de petites tailles (100-200 μm), originaires respectivement des provinces volcaniques italiennes du Massif Central (e.g. Sancy), d'Islande ou de l'Eifel (Allemagne), pourraient être datés. L'analyse de tels cristaux donnerait ainsi la possibilité de fournir de nouvelles contraintes chronologiques pour ces sites, qui jusqu'à présent s'avèrent uniquement datables par biochronologie ou par les techniques paléodosimétriques.

L'augmentation de la capacité analytique des nouveaux spectromètres doit également permettre dans un futur proche de s'attacher davantage à la datation de minéraux mafiques tels que les biotites ou hornblendes, moins riches en potassium que les feldspaths et feldspathoïdes. De plus, la multicollecion proposée par ces nouveaux instruments permet de mesurer de manière simultanée les isotopes de l'argon et donc de déterminer l'âge d'un

échantillon de manière beaucoup plus rapide. Ce dernier point est crucial car il permet, en augmentant les temps de mesure pour chaque isotope (par exemple pour l' ^{36}Ar d'effectuer une mesure pendant au moins 400s au lieu de 300s actuellement pour le VG 5400) d'obtenir des valeurs beaucoup plus précises et ainsi réduire les incertitudes sur les âges obtenus.

Vers une meilleure caractérisation des sources volcaniques

Le territoire italien est caractérisé par un magmatisme complexe, dont témoignent des compositions chimiques variées et la présence de roches sub-alkalines, alcalines et ultra-alkalines. L'arc tyrrhénien, dominé par un volcanisme calco-alkalin, montre par ailleurs une grande disparité de compositions chimiques des niveaux volcaniques des différentes provinces volcaniques, notamment en ce qui concerne les éléments traces et les rapports isotopiques du strontium ($^{87}\text{Sr}/^{86}\text{Sr}$), du néodyme ($^{143}\text{Nd}/^{144}\text{Nd}$) et du plomb ($^{206}\text{Pb}/^{204}\text{Pb}$) enregistrés au sein des minéraux mafiques (type pyroxènes) (Peccerillo, 2005). En parallèle des études téphrochronologiques standards, qui visent à mesurer la composition chimique des éléments majeurs et traces des verres volcaniques, l'étude des rapports isotopiques cités ci-dessus est actuellement en plein essor et permet de tracer de manière fiable les sources volcaniques. Ainsi, en Italie, les dépôts volcaniques des complexes de la marge tyrrhénienne présentent des rapports $^{87}\text{Sr}/^{86}\text{Sr}$, $^{143}\text{Nd}/^{144}\text{Nd}$ et $^{206}\text{Pb}/^{204}\text{Pb}$ particuliers, caractérisant la nature chimique de ces volcans. Il semble que, suivant un gradient sud-nord, le rapport $^{87}\text{Sr}/^{86}\text{Sr}$ des minéraux mafiques ait une tendance à s'accroître alors que les rapports $^{143}\text{Nd}/^{144}\text{Nd}$ et $^{206}\text{Pb}/^{204}\text{Pb}$ paraissent à l'inverse diminuer, chaque volcan ayant une signature particulière (voir Fig. 5-1 extraite de Peccerillo, 2005).

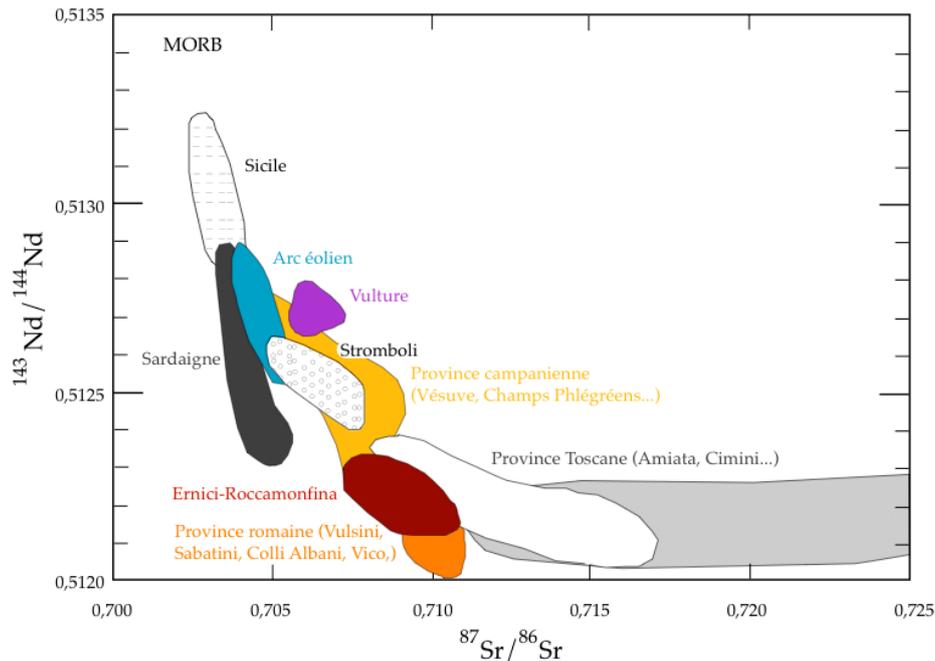


Figure 5-1: Diagramme isotopique Sr-Nd pour des roches volcaniques mafiques Plio-Quaternaire d'Italie (extrait de Peccerillo et al., 2005).

A une échelle plus locale l'étude précise et systématique de ces rapports isotopiques pour des niveaux correspondant à différentes éruptions d'un même complexe volcanique peut également parfois permettre la création de séquences isotopiques de référence comme l'ont démontré Giaccio et al, (2013) pour les Colli Albani (voir Figure 5-2). Ces derniers auteurs en ont déduit, comme cela est illustré sur la figure 5-2 extraite de leur publication, qu'il était ainsi possible de caractériser isotopiquement certaines éruptions volcaniques majeures des Colli Albani (*TPT* : *Tufo Pisolico di Trigona*, *TP* : *tufo del palatino*, *TBA* : *Tufo di Bagni Albule*, *PR* : *Pozzolane Rosse*, *PN* : *Pozzolane Nere*, *VS* : *Villa Senni*, Fig. 5-2) et qu'il existerait pour ce complexe un gradient des rapports isotopiques du strontium et du néodyme en fonction de l'âge des éruptions : plus les éruptions sont anciennes, plus le rapport $^{87}\text{Sr}/^{86}\text{Sr}$ est élevé. La tendance inverse semble se dégager pour le rapport $^{143}\text{Nd}/^{144}\text{Nd}$.

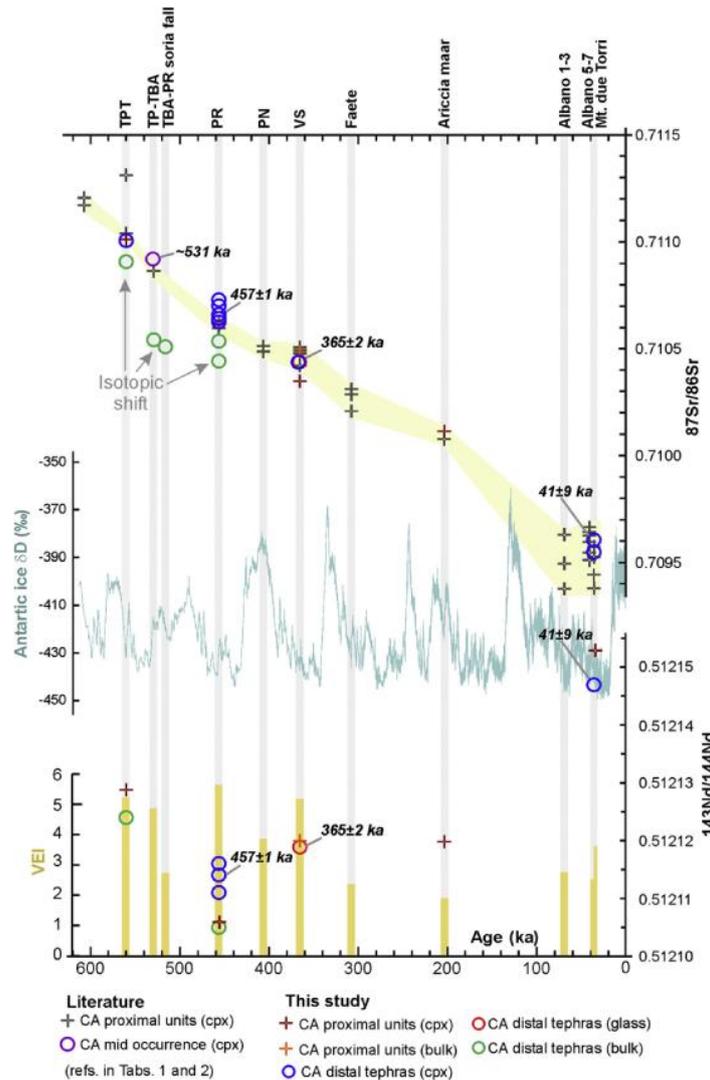


Figure 5-2 : Evolution des rapports $^{87}\text{Sr}/^{86}\text{Sr}$ et $^{143}\text{Nd}/^{144}\text{Nd}$ des produits éruptifs du Colli-Albani dans les clinopyroxènes (Giaccio et al., 2013).

Il est donc imaginable de pouvoir dater prochainement nombre de sites archéologiques par caractérisation des isotopes du strontium et néodyme au sein des clinopyroxènes en s'affranchissant des méthodes de datations isotopiques, beaucoup plus chronophages. L'étude des isotopes du strontium, du néodyme et du plomb sur pyroxènes ou feldspaths (Ickert et al., 2015) peut maintenant être réalisée avec un MC-ICPMS par ablation laser directe des minéraux ou par mise en solution liquide de ces derniers (bulk). Les deux approches étant expérimentalement beaucoup plus rapides que la datation $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ (les pyroxènes devant uniquement être nettoyés), elles devraient permettre, si un effort important de caractérisation isotopiques des nombreuses éruptions de différents complexes volcaniques italiens est effectué, de s'affranchir de l'application de la technique $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ et devenir ainsi un nouvel outil géochronologique fiable pour dater de manière précise et juste un niveau sédimentaire

et donc des sites archéologiques, à partir du moment où les éruptions ainsi caractérisées ont été datées précisément sur un autre site.

A la fin de ma thèse, je me suis donc fixée un dernier objectif : tester cette approche par mesure du rapport $^{87}\text{Sr}/^{86}\text{Sr}$ sur des clino-pyroxènes provenant du site de Valle Giumentina qui est actuellement l'une des séquences pour laquelle j'ai le plus effectué de datation $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$. Les niveaux de téphras T115 (T4) et T109b (M38), datés respectivement de 556 ± 6 ka et 531 ± 5 ka (Fig. 1-20, Villa et al., 2016) ne contenant pas de verres volcaniques, nous avons choisi avec D. Blamart (LSCE) de sélectionner au sein de ces niveaux des clino-pyroxènes d'une taille comprise en 500 et 250 μm et d'analyser les isotopes du strontium de ces cristaux de manière individuelle par MC-ICPMS (ablation laser). Chronologiquement ces téphras ont été corrélés aux éruptions *Tufo Pisolico di Trigona* (TPT, 561 ± 2 ka, Giaccio et al., 2013) et *Tufo del Palatino* (530 ± 2 ka, Giaccio et al., 2013) des Colli Albani pour lesquelles les signatures géochimiques en strontium ont été déterminées par Giaccio et al. en 2013. Le but de cette première tentative était ainsi de déterminer si ces deux niveaux de téphras de Valle Giumentina correspondaient bien à ces deux éruptions des Colli Albani, dont j'ai aussi analysé des témoins par la même méthode. Les résultats obtenus ne sont encore que provisoires mais semblent démontrer que cela est bien le cas, ce qui est encourageant pour la suite. Les mêmes tests seront effectués sur des clino-pyroxènes de ces mêmes niveaux mis en solution liquide afin de comparer les approches par ablation laser et bulk et ainsi déterminer l'influence ou non des inclusions comprises dans les clino-pyroxènes sur la valeur du rapport $^{87}\text{Sr}/^{86}\text{Sr}$ mesuré. J'espère pouvoir développer dans les années futures ces approches non seulement sur les clino-pyroxènes mais également sur les feldspaths potassiques en utilisant à la fois les isotopes du strontium, du néodyme et du plomb et ainsi proposer à la communauté un nouvel outil géochronologique, fiable, rapide et facile à mettre en œuvre.

Illustrations et références bibliographiques

Figure 5-1: Diagramme isotopique Sr-Nd pour des roches volcaniques mafiques Plio-Quaternaire d'Italie (extrait de Peccerillo et al., 2005).	427
Figure 5-2 : Evolution des rapports $^{87}\text{Sr}/^{86}\text{Sr}$ et $^{143}\text{Nd}/^{144}\text{Nd}$ des produits éruptifs du Colli-Albani dans les clino-pyroxènes (Giaccio et al., 2013).	428

- Bosinski, G., Brunnacker, K., Turner, E., 1993. Ein Siedlungsbefund des frühen Mittelpaläolithikums von Ariendorf, Kreis Neuwied. *Archäologisches Korrespondenzblatt* 13, 157-169.
- Giaccio, B., Arienzo, I., Sottili, G., Castorina, F., Gaeta, M., Nomade, S., Galli, P., Messina, P., 2013a. Isotopic (Sr–Nd) and major element fingerprinting of distal tephra: an application to the Middle-Late Pleistocene markers from the Colli Albani volcano, central Italy. *Quaternary Science Reviews* 67, 190–206. doi:10.1016/j.quascirev.2013.01.028.
- Peccerillo, A., 2005. Plio-Quaternary volcanism in Italy. *Petrology, Geochemistry, Geodynamics*. Springer, Heidelberg, 365 pp
- Turner, E., 1997. Ariendorf: Quaternary deposits and Palaeolithic excavations in the Karl Schneider gravel pit. *Römisch-Deutsches Zentralmuseum, Mainz*.
- Villa, V., Pereira, A., Chaussé, C., Nomade, S., Fusco, F., Limondin-Lozouet, N., Degeai, J.P., Robert, V., Kuzucuoglu, C., Boschian, G., Aureli, D., Pagli, M., Bahain, J.J., Giaccio, B., Nicoud, E., 2016b. New chronostratigraphy for Valle Giumentina (Abruzzo, Italy): A 150,000 years long Middle-Pleistocene archaeological sequence. *Quaternary Science Reviews* 151, 160-184.

Résumé

Dans le but de construire un cadre chronologique robuste, des minéraux volcaniques provenant de quinze sites archéologiques italiens datant du Pléistocène moyen et illustrant à la fois la tradition acheuléenne (Paléolithique inférieur) et la transition vers le Paléolithique moyen ont été datés par la méthode $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$. Le territoire italien est unique en Europe, à la fois, propice à la préservation des sites et vestiges archéologiques et ayant connu une intense activité volcanique potassique durant cette période. Le corpus de sites archéologiques étudié en Italie centrale et méridionale repose désormais sur 47 datations $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ et de plus de 700 cristaux de sanidine et leucite individuellement datés. La nouvelle chronologie obtenue fait du corpus étudié, le plus précisément et justement daté d'Europe occidentale pour le Pléistocène moyen et permet de replacer avec une grande confiance les niveaux d'occupations dans un cadre paléoclimatique et environnemental à l'échelle régionale et globale. Plusieurs implications archéologiques peuvent être mises en avant: 1) L'Italie a été occupée de façon continue au cours du Pléistocène moyen, notamment durant les périodes les plus arides correspondant à certaines périodes isotopiques glaciaires (MIS 16 et 12) renforçant ainsi les hypothèses de zones refuge au sud de l'Europe durant ces périodes; 2) Les premières traces d'outils façonnés (bifaces) en Italie datent au moins du début de la période glaciaire contemporaine du MIS 16; 3) Le stade interglaciaire 11 (MIS 11) est marqué par une augmentation du nombre de sites préservés, ainsi que par l'apparition de nombreuses innovations culturelles et comportementales en Italie comme par exemple les premières témoignages de débitage Levallois (i.e. Mode 3) ou la fabrication d'outils sur os de grands mammifères.

Abstract

To construct a robust chronological framework, volcanic minerals from fifteen Middle Pleistocene archaeological Italian sites, illustrating the Acheulian tradition (Lower Palaeolithic) and the Middle Palaeolithic transition were dated using the $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ method. The Italian peninsula is unique in Europe, because it is favourable to the preservation of the archaeological remains and displayed an intense and regular K-rich volcanic activity during this period. The archaeological corpus studied located in the Central and Meridional parts of Italy is now well constraint thanks to 47 new $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ ages representing more than 700 sanidine or leucites crystals individually dated. The chronological framework obtained makes of the Italian archaeological corpus the most accurately and precisely dated in Western Europe for the Middle Pleistocene allowing to replace with high confidence the studied sites within the existing regional and global palaeoclimatic and palaeoenvironmental records. Several archaeological implications could be highlighted: 1) Italy was occupied continuously during the Middle Pleistocene, including during the arid periods corresponding to glacial periods (e.g. MIS 16 and 12) reinforcing the hypothesis suggesting that Southern Europe could have been a refuge area during these periods; 2) The earliest traces of shaping tools (handaxe) in Italy are, at least, dated to the beginning of the MIS 16 glacial period; 3) The MIS 11 in Italy is associated to an increase of the number of preserved sites and to the appearance of cultural and behavioural innovations (e.g. first testimonies of "débitage Levallois" (Mode 3), or bones industries).

Riassunto

Per costruire un solido quadro cronologico, sono stati datati, grazie a l'uso del metodo di datazione $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$, i minerali vulcanici provenienti da quindici siti archeologici italiani del Pleistocene medio, siti che attestano la tradizione acheuleana (Paleolitico inferiore) e la transizione verso il Paleolitico medio. In questo contesto, l'Italia è un territorio unico in Europa e, allo stesso tempo, favorevole alla preservazione dei siti archeologici in quanto caratterizzato, in questo periodo, da un'intensa e continuata attività vulcanica. I siti studiati in Italia centrale e meridionale hanno permesso di realizzare 47 nuove date $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$, corrispondenti a 700 cristalli di sanidino o leucite individualmente datati. La cronologia ottenuta in Italia è la più accurata e robusta di tutta l'Europa occidentale ora disponibile per il Pleistocene medio, e consente di collocare precisamente i livelli di occupazione umana in un quadro climatico e ambientale solido e ben definito. Diverse implicazioni archeologiche sono state meglio definite: 1) L'Italia è stata continuamente occupata durante il Pleistocene medio, anche durante i periodi più aridi, corrispondenti a periodi glaciali (MIS 16 e 12), rafforzando così le ipotesi di zone di rifugio nell'Europa meridionale in questi periodi. 2) Le prime tracce d'industrie bifacciali in Italia risalgono almeno della prima parte del MIS 16. 3) Durante il MIS 11, in Italia si nota un aumento del numero di siti così come la comparsa di molte innovazioni culturali e comportamentali come il "débitage Levallois" (Modo 3) o le industrie su ossa di grandi mammiferi.