



HAL
open science

Datation de la Grotte d'Aldène (Cesseras, Hérault)

Christophe Falguères, O. Ajaja, M. Laurent, Jean-Jacques Bahain

► **To cite this version:**

Christophe Falguères, O. Ajaja, M. Laurent, Jean-Jacques Bahain. Datation de la Grotte d'Aldène (Cesseras, Hérault): Comparaison par les méthodes du déséquilibre des familles de l'uranium et de la résonance de spin électronique. Bulletin du Musée d'Anthropologie préhistorique de Monaco, 1991, 34, pp.18-27. halshs-00406229

HAL Id: halshs-00406229

<https://shs.hal.science/halshs-00406229>

Submitted on 21 Jul 2009

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

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

DATATION DE LA GROTTÉ D'ALDÈNE

(Cesseras, Hérault)

*Comparaison par les méthodes du déséquilibre
des familles de l'uranium et de la résonance
de spin électronique*

par

C. FALGUÈRES, O. AJAJA, M. LAURENT et J.-J. BAHAIN

Mots clés. - Datation, méthode U/Th, méthode ESR, Pléistocène moyen, Aldène, Hérault.

Résumé. - Plusieurs échantillons de calcite provenant de différents témoins stratigraphiques de la grotte d'Aldène ont été analysés par deux méthodes radiométriques indépendantes. Les points de repère chronologiques obtenus permettent ainsi de faire une tentative de reconstitution paléoclimatique des zones profondes de la grotte. La crédibilité des résultats est attestée par la cohérence des âges obtenus par les méthodes U/Th et ESR.

Abstract. - Several samples of calcite coming from different check cross-sections of the cave of Aldene have been analyzed with two independent radiometric methods. The obtained chronological guide-marks allow thus to try a palaeoclimatic reconstitution of the deep areas of the cave. The credibility of the results is confirmed by the ages' reliability obtained with the U/Th and ESR methods.

I. - INTRODUCTION

La grotte d'Aldène (Cesseras, Hérault), fait partie d'un vaste réseau karstique très complexe, constitué de galeries ramifiées et qui comprend plusieurs étages. L'étage supérieur est le plus connu. Son remplissage a fait l'objet d'une exploitation importante au début du siècle par des phosphatiers.

La présence de témoins sédimentaires a été observée lors de campagnes de fouilles et de prélèvements organisées par l'équipe du Musée d'Anthropologie préhistorique de Monaco. Etant donné la forte dispersion spatiale de ces témoins, il apparaît très difficile de reconstituer une stratigraphie complète des zones profondes de la grotte.

Afin d'essayer d'obtenir des points de repère chronologiques entre les différents témoins, plusieurs échantillons de calcite, prélevés par P. Simon en 1989 et 1990, ont été analysés par deux méthodes radiométriques indépendantes : le déséquilibre des familles de l'uranium utilisant la spectrométrie alpha (U-Th) et la résonance de spin électronique (ESR).

II. - ECHANTILLONS ÉTUDIÉS

Les échantillons analysés ont été prélevés dans trois secteurs différents de l'étage supérieur (fig. 1). En tout cinq échantillons ont été étudiés. Deux proviennent du témoin T₉ qui est situé à l'entrée de la grotte juste en face du témoin principal T₁ qui a fait l'objet de nombreuses études (L. Barral et S. Simone, 1972, 1976; P. Baïssas, 1972; G.J. Hennig, 1982; M.-P. Ledru, 1986; M.-F. Bonifay, 1989; M.-F. Bonifay et J.-F. Bussière, 1989; J. Chaline, 1974).

La coupe stratigraphique du diverticule nord (témoin T₉) montre deux planchers stalagmitiques dans lesquels les échantillons T₉N_{1b} et T₉N_{3a} ont été extraits. Deux autres échantillons proviennent d'un témoin relevé sur la paroi nord de la salle K. Ces échantillons ont été nommés K₃ et K₄. Enfin, le dernier échantillon analysé (G₁), est issu d'un plancher stalagmitique affleurant dans la galerie G₁.

III. - MÉTHODES UTILISÉES

A - La méthode U-Th.

1 - Principe.

Les cinq échantillons ont été analysés par la méthode U-Th (Th-230/U-234). Le principe repose sur la différence de solubilité entre l'uranium et ses descendants (Th-230). En effet, l'uranium qui est soluble dans l'eau, est présent au moment de la formation de la calcite, tandis que le thorium, insoluble, est absent. Il se développe par la désintégration de son père (U-234) selon sa propre période (T = 75 200 ans).

2 - Procédure chimique.

Les échantillons de calcite, après avoir été soigneusement nettoyés et débarrassés des sédiments qui les recouvrent, ont été grossièrement broyés. Ils ont ensuite été préparés selon la procédure analytique «conventionnelle» décrite par T.L. Ku (1966) et qui a été récemment modifiée par J.L. Bischoff *et al.* (1988). Un traceur (Th-228/U-232)

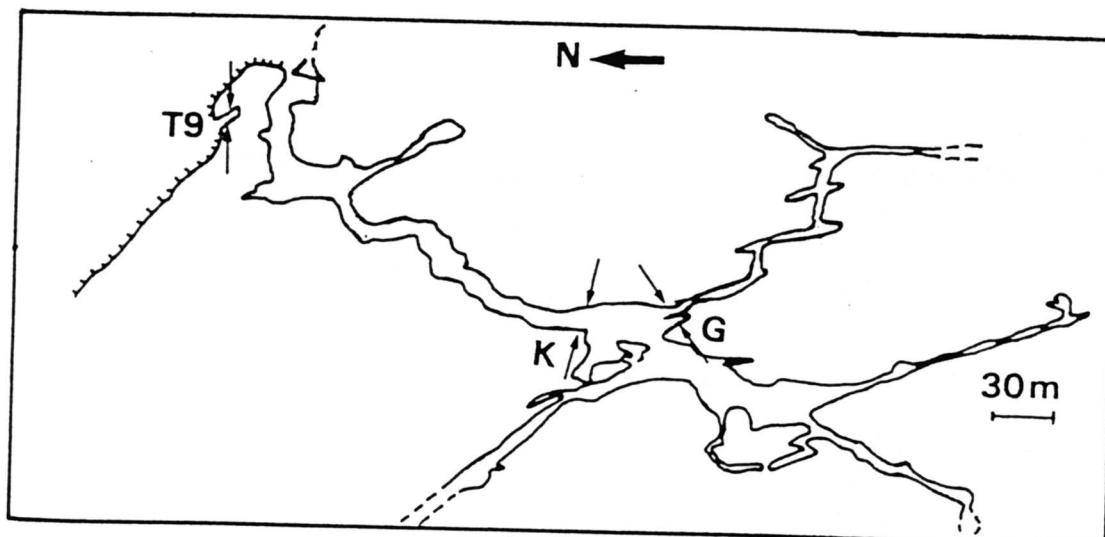
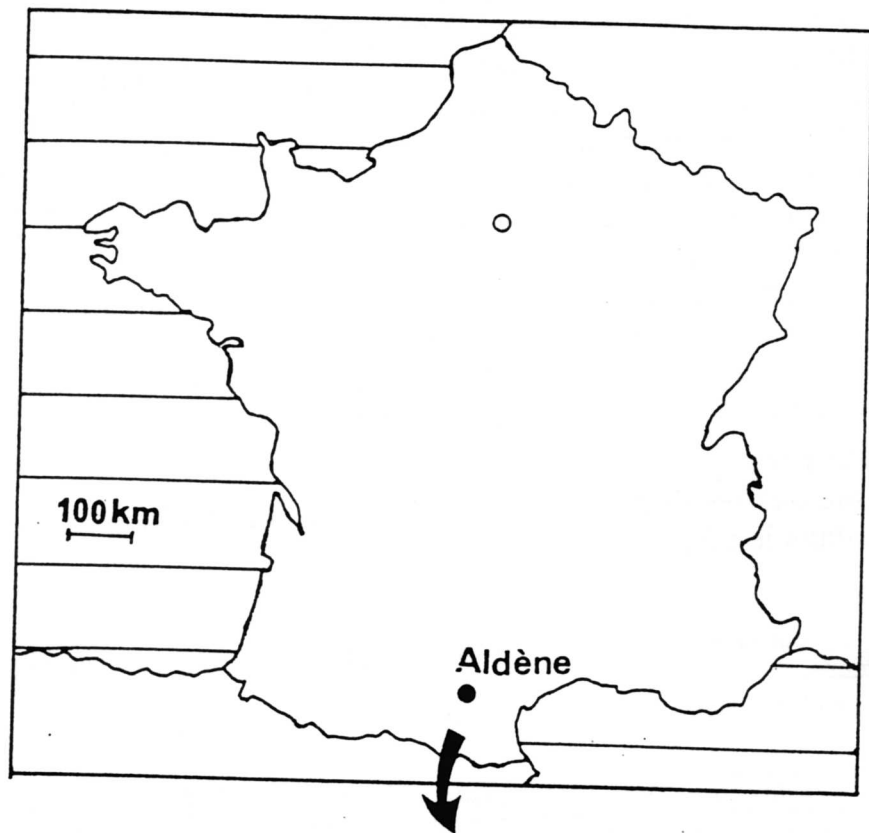


FIG. 1. - Localisation des différents prélèvements de calcite effectués dans le réseau d'Aldène (étage supérieur).
 Location of the different samplings of calcite in the Aldene system (upper level).

d'activité et de quantité connues a été utilisé. Pour les échantillons contenant du phosphate en quantité gênante (T_9N_{3a} et K_3), une précipitation fractionnée a été faite en ajustant le pH entre 3.2 et 3.4 après précipitation des hydroxydes. La séparation isotopique de l'uranium et du thorium s'effectue en passant les solutions sur des résines anioniques échangeuses d'ions. Après évaporation, reprise en milieu nitrique 0.1N, U et Th sont extraits par un solvant organique (TTA = thenoyltrifluoroacétone) et déposés à chaud sur de petites plaques d'aluminium avant d'être introduits dans les chambres alpha pour le comptage.

Les rendements chimiques sont compris entre 49 et 99% pour l'uranium, et entre 61 et 71% pour le thorium.

Les âges sont calculés à partir des équations et des constantes de désintégration données dans M. Ivanovich and R.S. Harmon (1982).

3 - Résultats isotopiques.

L'ensemble des résultats obtenus sur les cinq échantillons analysés est récapitulé dans le tableau I.

TABLE I. - Teneur en U, rapports isotopiques et âges des planchers stalagmitiques de la grotte d'Aldène.

Uranium content, isotopic ratios and ages of the speleothems from Aldene cave.

Echantillon	U (ppm)	U234/U238	Th230/Th232	Th230/U234	Age (*1000ans)
T9N1b	0.154	1.019 ± 0.028	10	0.532 ± 0.021	82 ± 5
T9N3a	1.317	0.966 ± 0.014	8	0.896 ± 0.022	255 +36/-26
K3	1.937	0.940 ± 0.018	21	0.518 ± 0.015	80 ± 4
K4	0.648	1.209 ± 0.025	4	0.776 ± 0.022	151 ± 10
G1	0.915	0.950 ± 0.016	26	0.463 ± 0.014	68 ± 3

La teneur en uranium des échantillons varie de 0.154 à 1.937 ppm. Cette dernière valeur qui correspond à l'échantillon K_3 , est assez élevée pour une calcite. Le rapport U-234/U-238 est inférieur à 1 pour trois échantillons (T_9N_{3a} , K_3 , G_1) ce qui indiquerait une perte d'U-234 plus soluble que l'uranium-238. Le fait que ces échantillons contiennent une quantité importante de phosphate n'est sans doute pas étrangère à ce phénomène. En effet, lors des différentes précipitations fractionnées, le phosphate qui reste dans la fraction liquide a pu entraîner une partie de l'uranium. Les âges obtenus pour ces échantillons sont dans ce cas à considérer comme des maxima.

Les échantillons T_9N_{1b} , T_9N_{3a} et K_4 ont un rapport Th-230/Th-232 inférieur à 20. La présence de thorium exogène en quantité relativement importante implique une correction sur les âges obtenus.

Les rapports Th-230/U-234 sont donnés avec une erreur statistique qui est comprise entre 2 et 4%. Les âges obtenus sont donnés avec un sigma d'erreur.

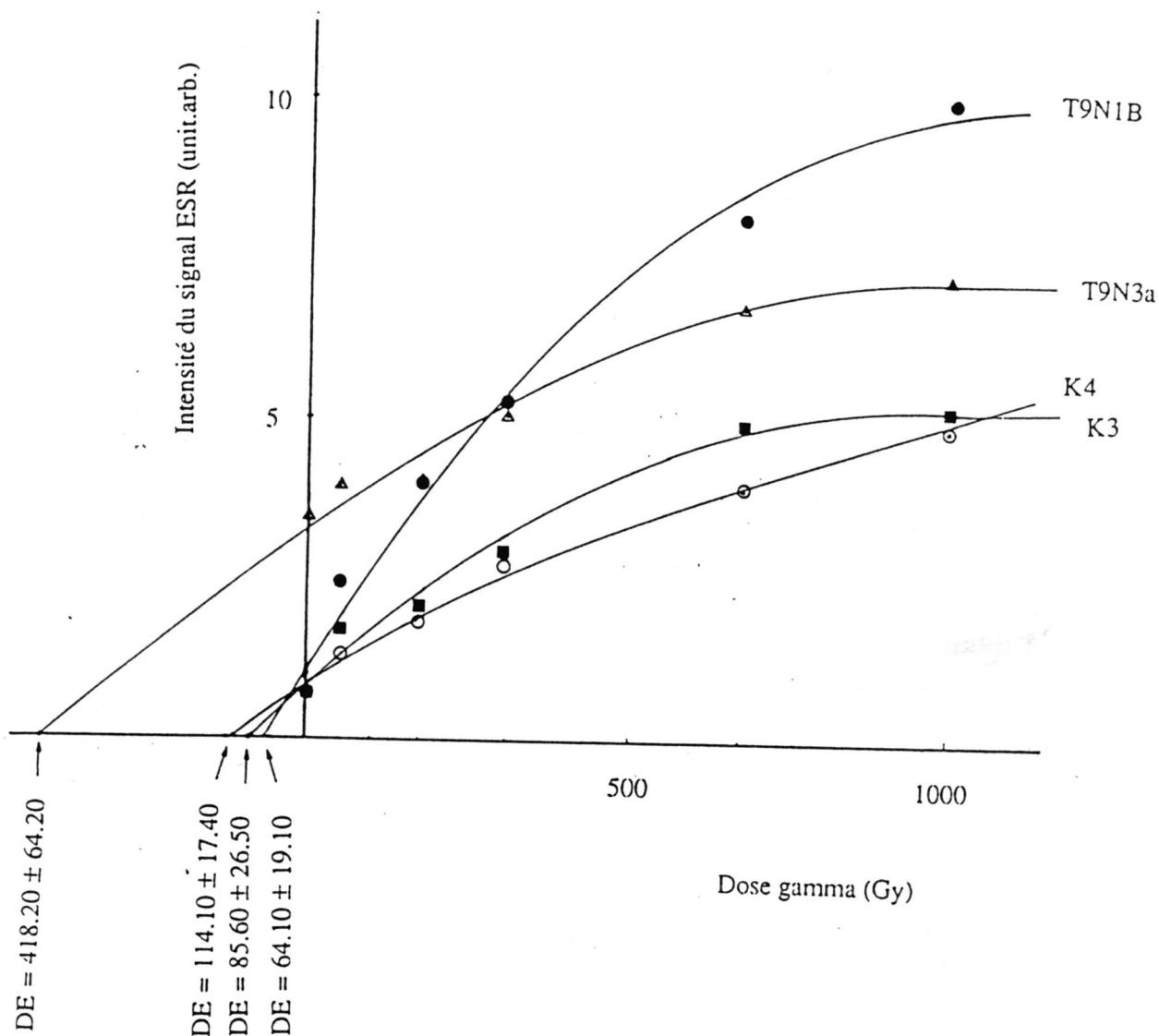


FIG. 2. - Détermination des doses équivalentes par la méthode de l'addition pour les échantillons stalagmitiques de la grotte d'Aldène.

Determination of the equivalent doses by summation method for the speleothem samples from Aldene cave.

B - La méthode ESR.

1 - Principe.

Cette méthode de datation est fondée sur le phénomène de l'accumulation d'électrons piégés au cours du temps dans les minéraux, sous l'effet de la radioactivité naturelle (rayonnements alpha, bêta, gamma). Autrement dit, l'intensité d'un signal ESR est proportionnelle au nombre d'électrons piégés qui s'accumulent depuis le moment de la formation de la calcite jusqu'au temps présent. L'âge ESR d'un échantillon est défini par la relation :

$$DE = \int_0^t DAdt \quad (1)$$

où DE représente la dose équivalente de radiation reçue par l'échantillon depuis sa formation, DA correspond à la dose annuelle de radiation et t est l'âge. La dose annuelle est la somme des doses dues à différents rayonnements :

$$DA = kD\alpha + D\beta + D\gamma + DCosmique \quad (2)$$

où $D\alpha$, $D\beta$ et $D\gamma$ sont les doses annuelles dues respectivement aux rayonnements alpha, bêta et gamma. DCosmique correspond à la dose annuelle due au rayonnement cosmique et k est le rapport de sensibilité entre les rayonnements alpha et les autres rayonnements (facteur k).

2 - Procédure expérimentale.

Les échantillons stalagmitiques sont méticuleusement nettoyés des fractions argileuses qu'ils contiennent. Les parties les plus pures sont broyées (100-200 μ m). Pour chaque échantillon, plusieurs aliquots d'environ 300 à 400mg sont répartis dans des petites boîtes avant d'être irradiés par des rayonnements gamma au moyen d'une source au cobalt-60. Auparavant, un passage au spectromètre ESR de chaque échantillon naturel a été effectué pour vérifier l'existence des signaux utilisés pour la datation. L'échantillon G₁ a été écarté étant donné l'insuffisance de l'amplitude des signaux observés par rapport aux signaux de manganèse.

Les mesures ont été faites à température ambiante sur un spectromètre Varian E109 bande-X.

TABLE II. - Doses équivalentes, doses annuelles et âges des échantillons stalagmitiques de la grotte d'Aldène.

Equivalent doses, annual doses and ages of speleothem samples from Aldene cave.

Echantillons	Dose Equivalente(Gy)	Dose annuelle (μ Gy/an)				Age(10^3 ans)
		Interne		Externe		
		t = 0	t = t	Gamma	cosmique	
T9N1b	64.10 \pm 19.10	34	123	330	60	134 \pm 40
T9N3a	418.20 \pm 64.20	278	1228	400	60	295 \pm 54
K3	85.60 \pm 26.50	407	1202	120	60	83 \pm 26
K4	114.10 \pm 17.40	160	672	90	60	177 \pm 33

3 - Résultats ESR.

Les doses équivalentes (DE) des quatre échantillons sont déterminées par la méthode de l'addition (fig. 2). Toutes les courbes présentent une allure exponentielle ce qui indique une saturation. Les doses équivalentes ont été déterminées par une équation exponentielle de premier ordre cinétique dont le détail est donné dans un article précédent (Y. Yokoyama *et al.*, 1985). La dose annuelle interne est calculée en fonction du temps à cause de la croissance du Th-230 à partir de ses parents. Pour le calcul des âges, cette variation a été prise en compte. Pour les doses annuelles, les erreurs sont estimées à 10%. Dans le tableau II, les doses annuelles internes sont données pour le moment de la formation des planchers stalagmitiques ($t = 0$) et pour le présent ($t = t$).

Les doses externes sont déterminées par spectrométrie gamma sur les sédiments environnant les planchers stalagmitiques. Une teneur en eau de 15% dans les sédiments a été utilisée pour le calcul de ces doses. Les rayonnements gamma provenant du sédiment sont atténués dans les planchers stalagmitiques. Le facteur d'atténuation est calculé en fonction de plusieurs facteurs tels que l'épaisseur des planchers et le coefficient d'atténuation du rayonnement gamma. Le détail des calculs a été précisé dans un article précédent (C. Falguères *et al.*, 1989). La dose cosmique a été évaluée à 60 $\mu\text{Gy}/\text{an}$. Un facteur k de 0.265 a été utilisé. Les rapports U-234/U-238, calculés par spectrométrie alpha (tab. I), ont été pris en compte pour la détermination de la dose annuelle.

Les âges obtenus par la méthode ESR sont donnés avec un sigma d'erreur.

TABL. III. - Ages obtenus par les méthodes U/Th et ESR sur les échantillons de la grotte d'Aldène (* : ce travail; ** : C. Falguères, 1986).
Results on U/Th and ESR dating from Aldene cave.

Echantillons	AGES (10^3 ans)	
	U-Th	ESR
T9N1b*	82 ± 5	134 ± 40
T9N3a*	$255 +36/-26$	295 ± 54
T1**	---	171 ± 29
K3*	80 ± 4	83 ± 26
K4*	151 ± 10	177 ± 33
G1*	68 ± 3	---

IV. - DISCUSSION

Le tableau III indique que les âges obtenus par les deux méthodes indépendantes U-Th et ESR sont pratiquement en accord compte tenu des erreurs statistiques. Les erreurs importantes obtenues sur les âges ESR sont dues au fait que la plupart des échantillons analysés contiennent du manganèse, ce qui rend la mesure des signaux ESR plus difficile.

D'un point de vue chronologique, il se dégage de ces résultats une première constatation : les échantillons K_3 et T_9N_{1b} se sont formés au cours du stade isotopique 5. K_3 est contemporain de la fin de cette période tempérée (stade 5.1). En ce qui concerne T_9N_{1b} , nous avons confiance en l'âge obtenu par la méthode U-Th, l'âge ESR étant considéré comme une valeur indicative compte tenu de l'erreur importante (environ 30%). Il apparaît donc raisonnable de penser que T_9N_{1b} s'est formé également à la fin du stade isotopique 5.

L'échantillon G_1 est le plus récent des échantillons analysés. Il s'est formé au cours du stade isotopique 3.

Pour l'échantillon K_4 , le domaine d'âge commun obtenu par les deux méthodes est compris entre 144 000 et 161 000 ans. Par comparaison avec la courbe isotopique donnée par J. Imbrie *et al.* (1984) (fig. 3), la formation de ce plancher stalagmitique serait contemporaine du stade isotopique 6.5 qui correspond à un épisode moins froid du stade isotopique 6.

Pour le témoin K, les résultats obtenus sont en accord avec l'ordre stratigraphique à savoir que K_3 est plus récent que K_4 .

A propos du témoin T_9 , les âges radiométriques indiquent que l'échantillon T_9N_{1b} serait contemporain du stade isotopique 5, tandis que l'échantillon T_9N_{3a} , se serait formé au cours d'une période beaucoup plus ancienne (stade isotopique 8.5 ou fin du stade 9). Ces données sont également en accord avec l'ordre stratigraphique.

Le témoin T_1 se trouve à l'entrée de la grotte. C'est le témoin principal du réseau supérieur de cette cavité. Deux planchers stalagmitiques s'intercalent dans le remplissage sédimentaire (fig. 3) qui a fait l'objet de nombreuses études comme nous l'avons déjà mentionné. La comparaison entre T_9 et T_1 est intéressante dans la mesure où ces témoins sont géographiquement voisins. Les études pluridisciplinaires effectuées sur

FIG. 3. - Comparaisons entre les âges obtenus sur les différents témoins analysés par les méthodes U/Th et ESR et la courbe isotopique de l'oxygène (d'après J. Imbrie *et al.*, 1984 ; coupes d'après S. Simone, 1989).

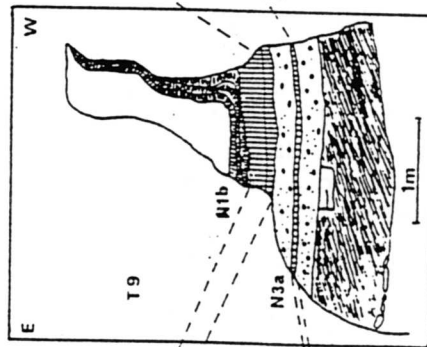
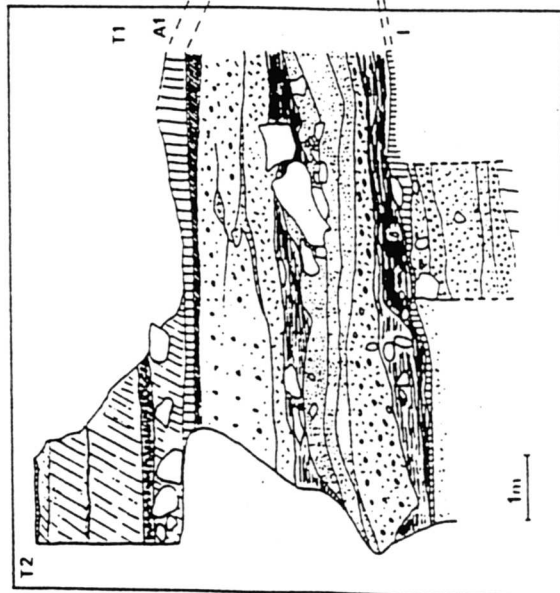
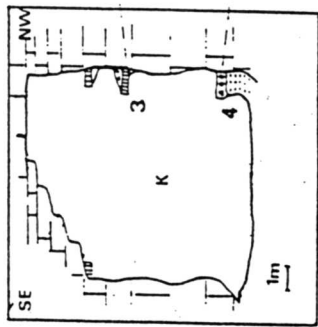
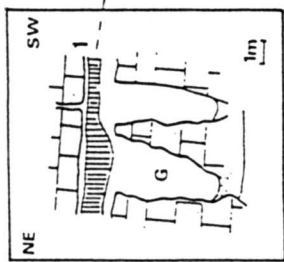
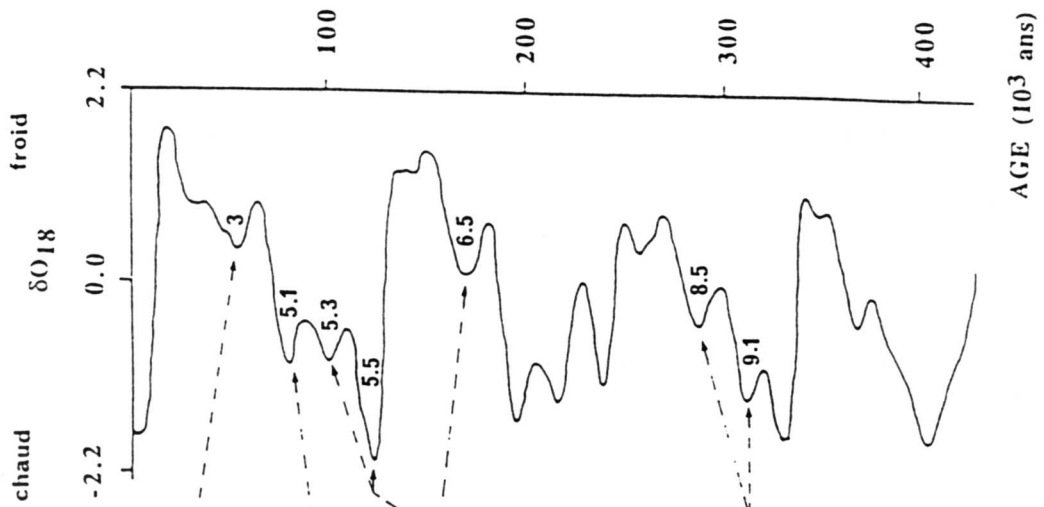
Comparison between the ages of the different outliers analyzed by U/Th and ESR methods and the isotopic curve of oxygen.

T₁ montrent que le plancher stalagmitique A₁ s'est formé au début du stade isotopique 5 (C. Falguères, 1986). Quant aux couches sous-jacentes (B₁ à M), les études palynologiques (M.-P. Ledru, 1986), sédimentologiques (P. Baïssas, 1972; L. Barral et S. Simone, 1972), faunistiques (J. Chaline, 1974; M.-F. Bonifay et J.-F. Bussière, 1989) sont en accord pour leur attribuer un âge contemporain du Pléistocène moyen (stades isotopiques 6 à 11). D'après les résultats radiométriques obtenus sur T₉ dans ce travail, le plancher T₉N_{1b} se serait formé au cours du même stade isotopique (stade 5) que le plancher A₁ tandis que le niveau T₉N_{3a} aurait le même âge que le plancher stalagmitique I (fig. 3). Cette étude confirme la complexité du mode de dépôt des sédiments, même pour des témoins très proches d'un point de vue spatial comme T₉ et T₁.

(U.R.A. 184 C.N.R.S., Institut de Paléontologie humaine, Paris)

BIBLIOGRAPHIE

- BAISSAS P. (1972). - Etude sédimentologique sommaire du remplissage de la grotte d'Aldène. *Bull. Mus. Anthropol. préhist. Monaco*, 18, pp.69-88.
- BARRAL L., SIMONE S. (1972). - Le Mindel-Riss et le Riss à la grotte d'Aldène (Cesseras, Hérault). *Bull. Mus. Anthropol. préhist. Monaco*, 18, pp. 45-68.
- BARRAL L., SIMONE S. (1976). - Le Pléistocène moyen à la grotte d'Aldène (Cesseras, Hérault). *Livret-guide excursion C2, IX^e Congr. U.I.S.P.P.*, Nice, pp. 255-266.
- BISCHOFF J.L., ROSENBAUER R.J., TAVOSO A., LUMLEY H. DE (1988). - A test of uranium-series dating of fossil tooth enamel: results from Tournal cave, France. *Applied Geochemistry*, 3, pp. 145-151.
- BONIFAY M.-F. (1989). - Etude préliminaire de la grande faune d'Aldène. *Bull. Mus. Anthropol. préhist. Monaco*, 32, pp. 5-11.
- BONIFAY M.-F., BUSSIÈRE J.-F. (1989). - Les grandes faunes de la grotte d'Aldène. *Bull. Mus. Anthropol. préhist. Monaco*, 32, pp. 13-49.
- CHALINE J. (1974). - Les rongeurs de la grotte d'Aldène, une nouvelle séquence climatique du Pléistocène moyen. *Bull. Mus. Anthropol. préhist. Monaco*, 19, pp. 5-20.
- FALGUÈRES C. (1986). - *Datations de sites acheuléens et moustériens du Midi méditerranéen par la méthode de résonance de spin électronique*. Thèse de Doctorat du Muséum national d'Histoire naturelle, Paris, non publiée, pp. 152-157.
- FALGUÈRES C., YOKOYAMA Y., BIBRON R. (1989). - Electron Spin Resonance (ESR) dating of hominid-bearing deposits in the Caverna delle Fate, Italy. *Quaternary Research*, 34, pp. 121-128.
- HENNIG G.J. (1982). - Notes and comments on the Th-230/U-234 dating on speleothem samples from the «Grotte d'Aldène (Cesseras, Hérault, France)». *Bull. Mus. Anthropol. préhist. Monaco*, 26, pp. 21-25.
- IMBRIE J., HAYS J.D., MARTINSON D.G., MCINTYRE A., MIX A.C., MORLEY J.J., PISIOAS N.G., PRELL W.L., SHACKLETON N.J. (1984). - The orbital theory of Pleistocene climate: support from a revised chronology of the marine δO₁₈ record. *In Milankovitch and climate. Reidel.*, Dordrecht, pp. 269-305.
- IVANOVICH M., HARMON R.S. (1982). - *Uranium-series disequilibrium: applications to environmental problems*. Oxford University Press.
- KU T.L. (1966). - *Uranium-series disequilibrium in deep-sea sediments*. Ph.D. Thesis, Columbia University, New-York.
- LEDRU M.-P. (1986). - Palynologie de la grotte d'Aldène. *Bull. Mus. Anthropol. préhist. Monaco*, 29, pp. 25-43.



- SIMONE S. (1982). - A propos des datations $^{230}\text{Th}/^{234}\text{U}$ des planchers stalagmitiques d'Aldène (Cesseras, Hérault). *Bull. Mus. Anthropol. préhist. Monaco*, 26, pp. 27-30.
- YOKOYAMA Y., FALGUÈRES C., QUAEGBEUR J.P. (1985). - ESR dating of quartz from Quaternary sediments: first attempt. *Nucl. Tracks*, 10, 4-6, pp. 921-928.
-