

Propriétés magnétiques du remplissage de la Caverna delle Manie (Finale Ligurie, Italie)

Abderrezak Djerrad, Pierre Camps

▶ To cite this version:

Abderrezak Djerrad, Pierre Camps. Propriétés magnétiques du remplissage de la Caverna delle Manie (Finale Ligurie, Italie). Archeosciences, revue d'Archéométrie, 2011, 34, pp.81-93. 10.4000/archeosciences.2648 . hal-00653405

HAL Id: hal-00653405 https://hal.science/hal-00653405v1

Submitted on 24 Aug 2020

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.



ArcheoSciences Revue d'archéométrie

34 | 2010 varia

Propriétés magnétiques du remplissage de la Caverna delle Manie (Finale Ligurie, Italie)

Magnetic properties of Caverna delle Manie infill (Final ligurie, italy)

Abderrezak Djerrab et Pierre Camps



Édition électronique

URL : http://journals.openedition.org/archeosciences/2648 DOI : 10.4000/archeosciences.2648 ISSN : 2104-3728

Éditeur Presses universitaires de Rennes

Édition imprimée

Date de publication : 10 avril 2010 Pagination : 81-96 ISBN : 978-2-7535-1407-2 ISSN : 1960-1360

Référence électronique

Abderrezak Djerrab et Pierre Camps, « Propriétés magnétiques du remplissage de la Caverna delle Manie (Finale Ligurie, Italie) », *ArcheoSciences* [En ligne], 34 | 2010, mis en ligne le 11 avril 2013, consulté le 19 avril 2019. URL : http://journals.openedition.org/archeosciences/2648 ; DOI : 10.4000/ archeosciences.2648

Article L.111-1 du Code de la propriété intellectuelle.

Propriétés magnétiques du remplissage de la Caverna delle Manie (Finale Ligurie, Italie)

Magnetic properties of Caverna delle Manie infill (Final ligurie, italy)

Abderrezak Djerrab* et Pierre Camps**

Résumé : Des mesures magnétiques (susceptibilité magnétique à basse et haute fréquence, aimantation rémanente isotherme et anhystérétique, susceptibilité magnétique en fonction de la température et cycle d'hystérésis) ont été réalisées sur des échantillons prélevés dans le remplissage de la Caverna delle Manie (Arma delle Manie) située en Ligurie Italienne.

Le remplissage du site, d'âge Pléistocène supérieur et Holocène, se caractérise dans sa partie supérieure par l'alternance de concrétions carbonatées, de planchers stalagmitiques, et d'argiles ; et dans sa partie inférieure par un dépôt sablo-limono-argileux. Les résultats de l'étude magnétique révèlent l'abondance de grains magnétiques d'origine secondaire (magnétite et maghémite). Cette abondance est plus marquée dans la partie supérieure du remplissage. Les grains de taille superparamagnétique (SP) dominent, suivi par ceux de taille poly-domaine (PD) et mono-domaine (MD). Ces derniers ont un champ coercitif faible. Quelques foyers ont été repérés au sein du remplissage grâce à leur couleur, à la présence de charbon et aux fortes valeurs des différents paramètres magnétiques.

Abstract : Magnetic measurements (magnetic susceptibility at low and high frequency, isothermal and anhysteretic remanent magnetizations, magnetic susceptibility according to the temperature and hysteresis loop) were carried out on samples taken in the filling of Caverna delle Manie (Arma delle Manie) located in Ligurie, Italy. The filling of the site, dating from upper Pleistocene and Holocene, is characterized in its upper part by an alternance of carbonated concretions, stalagmitic floors and clays, and in its lower part by an sandy-silty-clay deposit. The results of the magnetic study reveal the abundance of magnetic grains of secondary origin (magnetite and maghemite), and more particularly in the upper part of the filling. The grains of superparamagnetic size (SP) dominate, followed by those of multi-domain (MD) and single-domain size (SD). The latter have a low coercitive force. Some hearths were located within the filling thanks to their color, with the presence of coal and the strong values of the various magnetic parameters.

Mots clés : Caverna delle Manie, Italie, magnétisme environnemental, maghémite, magnétite, Pléistocène supérieur.

Key words : Caverna delle Manie, Italy, environmental magnetism, maghemite, magnetite, upper Pleistocene.

INTRODUCTION

La grotte de Manie (Arma delle Manie) se situe en contrebas du hameau d'Arma, dans la commune de Manie et dans la province de Finale, en Ligurie italienne (fig. 1).

Cette caverne, l'une des plus spacieuses de Finale, fut aménagée au cours des siècles derniers en étable et en grange et contenait, il y a encore peu, un moulin à huile. Un petit sondage, effectué en 1962, a permis la découverte d'une industrie moustérienne associée à des restes fauniques. Depuis, le remplissage de cette grotte a fait l'objet de plusieurs études stratigraphiques, archéologiques, et paléoclimatologiques. Cauche (2007) a récemment présenté une synthèse de ces études pluridisciplinaires dont les principaux résultats sont résumés ci-dessous.

^{*} Université de Tébessa – route de Constantine, 12002, Tébessa, Algérie, et CERP de Tautavel, UMR 5590 du CNRS, France. (djerrab@yahoo.fr) ** Géosciences Montpellier UMR 5243 – CC 60 Université Montpellier 2 Place E.-Bataillon, 34095 Montpellier Cedex 5. (pierre.camps@dstu.univ-montp2.fr)



Figure 1 : Situation géographique de la grotte d'Arma delle Manie (Finale Ligurie, Savona, Italie). Figure 1: Geographical localization of the Arma delle Manie cave (Finale Ligurie, Savona, Italy)

Les analyses stratigraphiques ont permis de subdiviser le remplissage de la grotte, sous-jacent à la partie supérieure remaniée au cours des temps modernes, en trois grands ensembles d'âge Pléistocène supérieur.

L'ensemble supérieur (environ 90 cm d'épaisseur), daté de l'époque Néolithique, est constitué de plusieurs niveaux d'encroûtements carbonatés intercalés de planchers stalagmitiques et d'argiles. Cet ensemble, uniquement visible sous forme de lambeaux en place contre la paroi et le pilier Est de la cavité, est riche en ossements et fragments de poteries.

L'ensemble moyen (1 m d'épaisseur) comprend sept couches (I à VII) formées de sables et de cailloutis enrobés dans une matrice argileuse. Il est très riche en outils et en faune du Pléistocène supérieur. Certaines de ces couches ont pu être datées précisément : les couches III à VII se seraient formées lors du stade isotopique 4 (Abbassi, 1999; Abbassi et Desclaux, 1996) et la base de la couche VII a été datée à $60\,000 \pm 9\,000$ ans BP par résonance de spin électronique (ESR) sur dents de cerf (Mehidi, 2005).

À la base, se trouve un plancher stalagmitique formé à la fin du stade isotopique 5 (stade 5.1), daté à ~82500 \pm 5600 ans BP par la méthode de déséquilibre radioactif U/Th (Mehidi, 2005).

Les analyses polliniques et faunistiques ont documenté le paléoenvironnement. Les premières indiquent globalement un climat froid, plutôt humide (couche VI), franchement

froid (diminution brusque des taxons arboréens pour les couches VI et V) ou un peu plus doux (brève amélioration des conditions climatiques au niveau de la couche III) [Arobba et al., 1976]. Plus récemment, Karatsori (2003) a conclu que les couches I à VII pourraient s'être formées entre les stades isotopiques 3 et 5 (stade 3 pour la couche I, stade 4 pour les couches II à IV, et stade 5 pour les restantes). La grotte est caractérisée par l'abondance d'ossements, qui sont souvent très fragmentés. La dominance écrasante du cerf, animal de forêt, sur le cheval, animal de prairie, et l'absence ou l'extrême rareté du bouquetin sont caractéristiques de la faune du premier stade würmien (Lumley-Woodyear de, 1969; Psathi 2003; Psathi et Vicino, 2003; Valensi et Psathi, 2004). Les espèces rencontrées témoignent d'un milieu essentiellement forestier et d'un climat tempéré humide.

Par ses caractéristiques techniques et typologiques, l'industrie moustérienne de Manie peut être considérée comme un Moustérien typique, de débitage faiblement Levallois, mais assez riche en éclats Levallois non transformés en outils. Les matières premières sont par ordre d'abondance le quartzite, le silex et le quartz (Cauche 2007, Lumley-Woodyear de 1969).

Nous proposons dans cette étude de réaliser une description détaillée des propriétés magnétiques du remplissage de la grotte de Manie. Trois objectifs ont motivé cette approche. Il s'agissait tout d'abord de préciser la stratigraphie. En effet, les méthodes magnétiques permettent de révéler des variations, notamment dans le mode de dépôt, qui ne sont pas nécessairement détectables macroscopiquement (Djerrab et *al.*, 2007). L'approche magnétique peut permettre aussi d'affiner les interprétations paléoclimatiques fournies par les études faunistiques ou palynologiques et de valider la présence de foyers qui parfois peuvent être confondus avec des zones riches en matière organique (Dearing et Flower, 1982; Maher & Thompson, 1992; Rummery, 1983; Thompson et *al.*, 1975; Zhou et *al.*, 1990).

1. ÉCHANTILLONNAGE ET MÉTHODOLOGIE

Durant la campagne de prélèvement, après un nettoyage des coupes stratigraphiques, la susceptibilité magnétique volumique (K) a été mesurée directement sur l'affleurement à l'aide du susceptibilimètre portatif Bartington MS2 (fréquence 958 Hz) connecté à une sonde de type MS2F. 70 échantillons ont ensuite été prélevés respectivement dans l'ensemble supérieur (coupe stratigraphique diagonale Q5-P5-P4-O4-O3) et l'ensemble moyen (coupes stratigraphiques longitudinales O/P et P/Q) (fig. 2).

La lithologie ne nous a pas permis d'orienter *in situ* ces prélèvements. Afin d'empêcher tout mouvement des grains pendant les manipulations, les échantillons ont été consolidés après séchage d'une solution aqueuse de sodium silicaté. Les propriétés magnétiques suivantes ont été mesurées :

la susceptibilité magnétique massique (χ) *à* basse fréquence (0,46 kHz) et haute fréquence (4,65 kHz) a été mesurée avec un susceptibilimètre MS2 connecté à une sonde MS2B,

la dépendance en fréquence de la susceptibilité magnétique (χ_{fd}) est calculée à partir du paramètre précédent selon la formule : $\chi_{fd} = ((\chi_{bf} - \chi_{hf})/\chi_{bf})) \ge 100 \%$ (Maher 1986, Maher 1988, Mullins 1977). Ce paramètre permet en particulier de détecter la présence de tous petits grains magnétiques (< 0,03 µm) qui montrent un comportement super-paramagnétique.

l'aimantation rémanente isotherme à saturation (ARI), acquise sous l'effet d'un champ magnétique de 1 T appliqué selon une direction déterminée. Cette ARI a été mesurée avec un inductomètre à rotation (type JR5A). Dans un deuxième temps, une *aimantation rémanente anhystérétique* (ARA) est induite en appliquant un faible champ direct de 0,02 mT, qui se superpose à un fort champ alternatif de 0,12 T sur l'échantillon dans le sens inverse de l'aimantation à saturation précédemment acquise. L'ARA est mesurée de la même manière que l'ARI.

l'aimantation à saturation ($_{M}$), l'aimantation rémanente à saturation ($_{Mrs}$), le champ coercitif ($_{Hc}$) et le champ coercitif rémanent ($_{Hcr}$), ont été définis à l'aide du cycle d'hystérésis (réalisé au C.E.R.E.G.E, Université Aix-Marseille 3).

la procédure proposée par Lowrie (1990) a également été appliquée à certains échantillons. Cette procédure est basée



Figure 2 : Plan des secteurs fouillés dans la grotte d'Arma delle Manie (d'après Giuggiola et Vicino, 1996). Figure 2: Map of the excavated sectors in Arma delle Manie cave (after Giuggiola and Vicino, 1996).

sur l'analyse de la désaimantation thermique de trois ARI induites au laboratoire selon trois axes orthogonaux. Nous avons choisi un champ de 1T selon l'axe Z, de 100 mT selon l'axe X et de 50 mT selon l'axe Y. Cette procédure permet de mettre en évidence l'existence de plusieurs populations de grains magnétiques qui diffèrent par leur chimisme ou leur taille (Lowrie 1990; Westphal et *al.*, 1998).

2. Résultats et interprétation

Concentration en grains magnétiques

Entre -235 et -85 cm (sous le niveau 0 de la grotte), se trouve l'ensemble moyen très riche en vestiges archéologiques (faune et industries moustériennes). Les valeurs de la susceptibilité magnétique volumique (κ) sont élevées, plus particulièrement dans les foyers (base de la fig. 3 et fig. 4), de même que les valeurs de la susceptibilité magnétique massique (χ), stables et fortes (82 à 122 10⁻⁸ m³/kg) (fig. 5a). De telles valeurs indiquent la présence d'un pourcentage significatif de grains magnétiques.

L'évolution de l'ARI_s et de l'ARA est similaire à celle de la susceptibilité magnétique (fig. 4C et 4D). L'ARA est très influencée par la présence de grains de taille MD et PMD (Stacey et Banerjee, 1974; Dunlop et Ozdemir, 1997).

Les trois paramètres magnétiques (χ , ARI_s et ARA) augmentent légèrement à -175 cm, ce qui est bien visible sur la représentation graphique de la susceptibilité magnétique spécifique sur la coupe stratigraphique longitudinale O/P (fig. 4). Cette augmentation est vraisemblablement liée à la présence de traces de cendre des foyers. Cependant, il faut noter que les échantillons ont été prélevés sur le côté droit de la coupe O/P, zone où les foyers sont absents (fig. 4).

Entre 0 et -85 cm (fig. 2 et 4), il s'agit de l'ensemble supérieur, riche en matériel néolithique et correspondant à la partie moyenne et supérieure de la coupe diagonale Q5-P5-P4-O4-O3. Dans cet ensemble d'âge Holocène, le dépôt s'enrichit en argiles, et les sédiments, de teinte plus foncée (présence de foyers et de matière organique), sont parsemés de coquilles d'escargots. Une certaine humidité du milieu a favorisé la formation de concrétions de calcite et de planchers stalagmitiques au sein du remplissage.

Les valeurs de $\chi_{bf_{a}}$ ARI_a ARA augmentent fortement, pour atteindre respectivement 400 10⁻⁸ m³/kg, 26000 mA/m et 241 mA/m (forte concentration en grains magnétiques). Les planchers stalagmitiques et les concrétions carbonatées observés dans cette partie du remplissage contiennent beaucoup d'impuretés, formées essentiellement par les argiles et les grains magnétiques (fortes valeurs des paramètres magnétiques). Ces impuretés (argile et autre) sont d'origine allochtone et ont été entrainées à l'intérieur de la grotte par les eaux interstitielles à travers le karst sous un climat humide. A -15 cm et -80 cm (fig. 5), se trouvent des encroûtements de calcite, formés sous un climat humide par dissolution de la paroi calcaire et précipitation de carbonate de calcium (Djerrab, 2002). Il s'agit de dépôts géochimiques endokarstiques capables d'enregistrer au cours de leur croissance des informations paléoenvironnementales variées (Genty, 2002). Ces encroûtements calcaires provoquent généralement une chute brutale des différents paramètres magnétiques (le carbonate de calcium présente un comportement diamagnétique).

Taille des grains magnétiques

Plusieurs paramètres permettent de l'estimer

la dépendance en fréquence de la susceptibilité magnétique (χ_{fd}) (obtenue par la formule $\chi_{fd} = ((\chi_{bf}-\chi_{hf})/\chi_{bf}))$ x 100 %) [Maher, 1996; Maher, 1988; Mullins, 1977] : les valeurs obtenues sont, en général, supérieures à 10 (fig. 5.B), ce qui révèle que plus de 75 % des grains magnétiques présents sont de très petite taille. On parle alors de grains superparamagnétiques ou SP (diamètre inférieur à 0,03 µm dans le cas de la magnétite). Ce paramètre ne permet pas de distinguer parmi les grains plus grossiers nécessairement présents, ceux qui présenteraient un comportement de type monodomaine, (MD), Pseudo-MonoDomaine (PMD) ou encore Poly-Domaine (PD, les plus grossiers).

Généralement, au sein des foyers, les fortes valeurs de χ_{fd} , entre 10 et 15%, marquent la présence de foyers (Dearing et *al.*, 1996, Liu et *al.*, 1994; Maher et Thompson, 1991). La pédogenèse peut également conduire à la formation de grains ultrafins de magnétite et de maghémite.

– le rapport d'ARI_s/ χ_{bf} (Tauxe, 1993) : ce rapport est inversement corrélé avec la taille des grains magnétiques (King et *al.*, 1983, Thompson & Oldfield, 1986). Dans notre cas, les valeurs obtenues sont inférieures à 9 kA/m pour l'ensemble du remplissage (fig. 5F), et diminuent à la base (entre -155 et -235 cm) [valeur moyenne d'environ 5.5 kA/m]. De telles valeurs pourraient indiquer la dominance de grains de petite taille et de faible champ coercitif de magnétite.

Le rapport ARA/ARI_s : ce paramètre est moins sensible que les précédents à la présence de grains fins. Une augmentation des valeurs reflète une diminution de la taille des grains. L'ARA est très influencée par la présence de grains de taille MD et PMD [Hunt et *al.*, 1995], et elle est particulièrement sensible à la présence de grains ferrimagnétiques de taille sub-micrométrique, d'un diamètre de l'ordre de 0.03 µm (Maher, 1998; Özdemir et Banerjee, 1982). L'ARA ne



Figure 3 : Représentation graphique de la susceptibilité magnétique volumique sur la coupe stratigraphique diagonale Q5-P5-P4-O4-O3. *Figure 3: Variation of the bulk magnetic susceptibility along the stratigraphic cross-section Q5-P5-P4-O4-O3.*

s'enregistre pas avec la même intensité selon le type de grain (MD, PD ou PSD), puisque le champ appliqué aimante plus facilement un PD (plus gros) qu'un MD.

Les valeurs obtenues (fig. 5G) indiquent que le pourcentage de grains de taille MD est plus important dans la partie inférieure du remplissage.

Le rapport ARA/ χ_{bf} : ce paramètre, relativement peu sensible aux grains fins (SP), doit au contraire être utilisé pour la détection des grains les plus larges, MD ou PMD (pour l'ARA), et jusqu'aux PD (pour χ_{bf}) [Kumaravel et *al.*, 2005]. Les résultats confirment ici ceux obtenus précédemment (grains MD plus abondants vers le bas / grains PMD et PD vers le sommet [fig. 5H]).

Représentations de (1) Thompson et Oldfield (1986), et (2) de King et al., (1982) : ces deux représentations permettent d'avoir une estimation à la fois de la taille et de la concentration en grains magnétiques.

Les échantillons présentent un pourcentage modéré en grains magnétiques (entre 0,001 et 0,01 %), excepté ceux prélevés dans le plancher stalagmitique et dans la couche très concrétionnée pour lesquels la proportion en grains magnétiques est moindre (0,0001 % pour l'échantillon AM-40 et 0,001 pour l'échantillon AM-27). Selon ce diagramme, la taille des grains magnétiques est comprise entre 16 et 32 μ m (fig. 7A).

Sur ce diagramme, la pente de la droite obtenue varie selon le type de grains : elle augmente inversement avec la taille des grains, et la résolution sur la valeur de cette pente (i.e. précision sur la taille) sera d'autant meilleure que les grains seront petits (Esteban, 2006). Les résultats obtenus corroborent ceux obtenus précédemment (fig. 7B).

Paramètres d'hystérésis : les propriétés d'hystérésis sont dépendantes de la taille des particules magnétiques. Les paramètres utilisés sont l'aimantation à saturation (M_s) , l'aimantation rémanente à saturation (M_{rs}) , le champ coercitif $(H_c : champ qui crée une aimantation induite qui annule$ l'aimantation rémanente initiale), et le champ coercitif de $rémanence <math>(H_{cr} : champ qui crée une aimantation réma$ nente inverse qui annule l'aimantation rémanente à saturation). M_r et M_{rs} dépendent de la concentration en minéraux $magnétiques, alors que les rapports <math>H_{cr}/H_c$ et M_{rs}/M_r dépendent de la nature et de la taille des particules magnétiques.



Figure 4 : Représentation graphique de la susceptibilité magnétique volumique sur la coupe stratigraphique longitudinale O/P. Figure 4: Variation of the bulk magnetic susceptibility along the stratigraphic cross-section O/P.

En pratique, une représentation des rapports M_{rs}/M_{s} en fonction de H_{cr}/H_{c} (Day et *al.*, 1977) permet de caractériser le type de grains magnétiques présents (H_{cr}/H_{c} augmente avec la taille, alors que M_{rs}/M_{s} diminue). Les valeurs critiques pour les différents types de grains ont en outre récemment été précisées (Dunlop, 2002). Sur ce diagramme (fig. 7C), la totalité des échantillons se localise dans une zone caractéristique des grains PMD.

Nature des grains magnétiques

Ici également, la détermination de la nature des grains ne repose pas sur un seul paramètre, mais sur un ensemble de critères.

– Etude du rapport ARI- $_{100}$ /ARI_s (S₋₁₀₀-ratio) : les valeurs, supérieures à 0,9 (fig. 5E), indiquent la dominance de grains à faible champ coercitif (probablement de la magnétite et/ ou de la maghémite). Ces derniers acquièrent une grande partie de leur rémanence dans un champ inférieur à 100 mT (Maher, 1988; Maher *et al.*, 2002).

– Utilisation du test de Lowrie (1990) : ce test permet de discriminer des populations de grains qui présenteraient des spectres de champ coercitif différents. Deux échantillons y

ARCHEOSCIENCES, revue d'archéométrie, **34**, 2010, p. 81-93

ont été soumis (Man-3 et Man-38) (fig. 6A et B). Le principe de ce test est la désaimantation thermique en champ nul, jusqu'à 600 °C, des échantillons selon trois composantes de coercivité. L'étude des familles de faible coercivité est réalisée selon l'axe X, celles de moyenne coercivité selon l'axe Y et celles de forte coercivité selon l'axe Z. Ce test permet de déterminer les températures de Curie pour différentes populations en même temps. Ces températures de déblocage sont représentées par des ruptures de pente correspondant aux pertes de rémanence magnétique des minéraux.

Deux pertes de rémanence magnétique sont observées pour les familles de grain à faible coercivité (X). Il s'agit d'une première chute à 300 °C (transformation de la maghémite), puis une deuxième à 580 °C (point de Curie de la magnétite) [fig. 6A et B]. Concernant les familles des minéraux à forte et moyenne coercivité, une légère augmentation se produit entre 100 et 200 mT, sur l'axe Z (échantillon Man-38), qui pourrait être liée à la température de Curie de la goethite (α FeOOH), qui est un hydroxyde de fer, antiferromagnétique (accompagné d'un faible ferromagnétisme fortement anisotrope [Rochette et Fillion, 1989]). La goethite peut se déshydrater en hématite (ce qui est marqué par un léger accroissement des valeurs de χ_{bf} et de l'ARI)



Figure 5 : Mesure des paramètres magnétiques des échantillons prélevés sur la coupe stratigraphique longitudinale K/L et transversale 30/31 : A : Susceptibilité magnétique massique à basse fréquence $(10^{-8} m^3/kg)$, B : Dépendance en fréquence de la susceptibilité magnétique (%), C : Aimantation Rémanente Isotherme de Saturation (A/m), D : Aimantation Rémanente Anhystérétique (A/m), E : Rapport de l'Aimantation Rémanente Isotherme à -100 mT et de l'Aimantation Rémanente Isotherme de saturation à 1 000 mT, F : Rapport ARI $_{_{2}}$ / $\chi_{_{bf}}$ (kA/m), G : Rapport ARI $_{_{2}}$ /ARA , H : Rapport ARA/ $\chi_{_{bf}}$ kA/m.

Figure 5: Magnetic parameters of specimens sampled from Arma delle Manie cave. A: Specific magnetic susceptibility at low frequency (10⁸ m³/ kg), B: Frequency dependent magnetic susceptibility (%), C: Saturation isothermal remanent magnetization (mA/m), D: Anhysteretic remanent magnetization (ARA mA/m), E: S100-ratio, F: IRM/ χ_{u} ratio in kA/m, G: ARM/IRM_s ratio, H: ARA/ χ_{u} in kA/m.



Figure 6 : A et B : Diagrammes de Lowrie des échantillons Man-3 et Man-38, D, F et H : Logs de la distribution gaussienne cumulative (DGC) ajustés au gradient de l'acquisition de l'ARI des échantillons Man-3, Man-26 et Man-65, C, E et G : Courbes d'acquisition de l'aimantation à saturation.

Figure 6: A and B: Lowrie diagrams for specimens Man-3 and Man-38. D, F and H: Cumulative Gaussian log (CLG) distributions fit the gradient of the IRM acquisition curve for specimens Man-3, Man-26 and Man-65. C, E and G Isothermal remanent magnetization to saturation acquisition curves vs. applied field (mT).

ARCHEOSCIENCES, revue d'archéométrie, 34, 2010, p. 81-93



Figure 7 : A : Diagramme bi-logarithmique de la susceptibilité magnétique volumique (S.I) en fonction de l'Aimantation Rémanente Isotherme de Saturation (A/m), B : Diagramme de la susceptibilité Anhystérétique (K_{arm} *10⁻³ SI) en fonction de la susceptibilité magnétique spécifique (k_{bf} *10⁻³ SI), C : Diagramme du rapport M/M en fonction de H_{c}/H_{c} (d'après Day et al. 1977, modifié par Dunlop 2002). Figure 7: A: Bi-logarithmic plot of magnetic susceptibility (S.I) versus saturation remanence (A/m), B: K_{arm} (*10⁻³ SI) vs. K (* 10⁻³ SI) diagram (King et al., 1982), C: M/M vs H /H diagram (after Day et al. (1977), modified by Dunlop (2002)). MD: multi-domain, SD: single domain, PSD: pseudo-single domain.

ARCHEOSCIENCES, revue d'archéométrie, 34, 2010, p. 81-93

(Hedley, 1968), elle peut aussi se convertir en magnétite pendant la chauffe en présence de matière organique (bois ou végétaux) (Mullins, 1977; Rummery *et al.*, 1979).

Analyse de la courbe d'acquisition de l'ARI : elle donne des informations sur la distribution des composantes magnétiques des échantillons et indique à quelle valeur de champ magnétique ils ont acquis leur rémanence (Mooney et *al.*, 2002). Chaque spectre peut être ajusté par l'utilisation de la distribution du log Gaussien cumulatif (CLG) [Robertson et France, 1994; Stockhausen 1998].

Chaque composante magnétique est décrite par son aimantation à saturation (ARI_s), par le paramètre B1/2 (champ magnétique pour lequel la moitié de l'ARI_s est détruite), et enfin par le paramètre DP, représentant la dispersion de la distribution (Kruiver et *al.*, 2001, Kruiver et *al.*, 2003). L'ARI a été décomposée pour trois échantillons (Man-3, Man-26 et Man-65), prélevés respectivement à -5, -120 et -205 cm (fig. 6). Ceux-ci se comportent d'une manière identique. Le cortège magnétique est représenté par deux composantes principales, la première, de faible champ coercitif (~13 mT), est portée par les grains de taille PD et contribue à ~30 % de l'ARI. La seconde, de champ modéré (~23 mT), est portée par un mélange de grains (MD, PMD et MD).

La présence de minéraux à champ coercitif élevé (hématite et goethite) est exclue, du fait des fortes valeurs du S-ratio, égal à 0.99 pour les trois échantillons (ce paramètre s'obtient par la formule suivante : S - ratio= (1-(ARI-0,3T / ARIS2T))/2). De plus, l'ARI de tous les échantillons analysés (Fig. 6C, 6E et 6G) sature rapidement pour des valeurs du champ inductif inférieures à 200 mT. Ce résultat confirme l'absence de tels minéraux, saturant au-dessus de 1 Tesla.

Utilisation des paramètres déterminés à l'aide du cycle d'hystérésis : La susceptibilité ferromagnétique (κ_{ferro}) représente plus de 95 % de la susceptibilité totale de l'échantillon (κ_0). Les résultats obtenus montrent donc la forte contribution des grains ferromagnétiques (magnétite et maghémite). La valeur des susceptibilités paramagnétique, antiferromagnétique et diamagnétique, mesurées dans un champ magnétique fort, ne dépasse pas 5 %.

Pour résumer, les grains magnétiques de taille fine (SP) de magnétite et de maghémite sont majoritaires et contrôlent presque tout le signal magnétique. Ils sont probablement issus de la transformation des oxydes de fer primaires.

3. Interprétation : Paléoclimat et stratigraphie

La reconstitution des paléoclimats au moment du dépôt des sédiments s'appuie sur l'analyse d'un ensemble d'indices,

tant d'ordre sédimentologique (type de dépôt présent, abondance relative des différents éléments) que magnétiques. Le type de grain magnétique, et l'abondance relative des différents types de grains, est en effet fortement dépendante des conditions climatiques.

Dans notre cas, la présence d'argile, intercalée avec des concrétions carbonatées, ainsi que de niveaux riches en matière organique évoque un climat humide. Ces éléments, associés à une quantité importante de grains magnétiques de taille fine (χ_{fd} > 10%), nous laissent supposer que les conditions climatiques contemporaines au dépôt étaient assez clémentes, et que les minéraux magnétiques ont subi une évolution géochimique post-déposionnelle importante (forte pédogenèse). Il n'y a eu aucune circulation d'eau violente lors de la mise en place du remplissage, par conséquent les éléments ont été transportés par l'intermédiaire des eaux interstitielles (excepté pour les deux niveaux concrétionnés à -15 et -80 cm, très pauvres en argile et grains magnétiques, qui ont eu des conditions de mise en place différentes). Le remplissage, y compris donc les oxydes de fer, peut avoir deux origines différentes : allochtone (à partir du plateau) et autochtone (dissolution de la roche encaissante et formation d'oxydes de fer in situ par transformation des carbonates de fer (FeCO₂) et des oxydes de fer primaires que l'on rencontre dans le calcaire).

En termes de stratigraphie, cette étude nous a permis de délimiter différents niveaux (fig. 3 et 4). Les niveaux riches en concrétions, en argile, en matière organique et en foyers présentent les plus fortes valeurs des paramètres magnétiques, au contraire des niveaux riches en planchers stalagmitiques. La subdivision stratigraphique telle qu'elle avait été décrite par Cauche (2007) est confirmée.

CONCLUSION

La présente étude a permis de confirmer la subdivision stratigraphique déjà établie dans des études antérieures en ce qui concerne les deux ensembles stratigraphiques supérieurs. Le troisième ensemble stratigraphique, situé à la base du remplissage, est formé exclusivement par un plancher stalagmitique, et n'a donc pas pu faire l'objet d'une étude magnétique.

Tous les paramètres magnétiques s'accordent pour prouver la présence d'un fort pourcentage de grains magnétiques, et plus particulièrement au niveau des foyers et dans la partie supérieure du remplissage. De fortes valeurs sont également observées pour les planchers stalagmitiques et les concrétions carbonatées qui renferment beaucoup d'impuretés (argile et oxydes de fer). Deux chutes brutales de ces valeurs se corrèlent à deux petits planchers stalagmitiques à -15 et -80 cm. Ces derniers sont constitués de calcite presque pure (CaCO₃).

Les valeurs de la dépendance en fréquence de la susceptibilité magnétique sont fortes (> 10%) et prouvent la dominance de grains de très petite taille ayant un comportement magnétique de type SP (plus de 70%), devant ceux de taille plus grossière montrant des comportements PD, MD et PSD. Les grains PD sont faiblement représentés dans la partie inférieure, mais néanmoins leur pourcentage augmente dans la partie supérieure. Inversement, le pourcentage des MD augmente légèrement dans la partie inférieure comme le prouvent les valeurs des rapports ARA/ARI, et ARA/X_hc

Concernant la nature des grains magnétiques, la décomposition de la courbe de l'acquisition de l'ARI montre la présence de deux composantes magnétiques portées par les grains MD de magnétite et de maghémite (1^{re}) et dans une moindre importance les PD (2^e). Le test de Lowrie confirme ces résultats et ne montre aucune trace ni d'hématite ni de goethite.

En terme de paléoclimats, une précédente étude palynologique avait détecté la présence de deux pics climatiques très froids (dans les couches VI et V). Ceux-ci n'ont pas été mis en évidence par l'étude magnétique, ce qui n'est guère surprenant si on considère le fait que ces deux pics ne représentent en termes de dépôt sédimentaire qu'une mince couche, facilement enrichie par les éléments SP et les argiles (par infiltration par l'intermédiaire des eaux interstitielles).

La présence de concrétions carbonatées, de planchers et d'argiles, le tout accompagné de fortes valeurs des différents paramètres magnétiques (dépôt holocène de la coupe stratigraphique diagonale Q5-P5-P4-O4-O3), évoque un climat humide, également confirmé par la dominance de magnétite et de maghémite. Sous un tel climat, une pédogenèse a pu se mettre en place, induisant la transformation des carbonates et oxydes de fer primaires en oxydes de fer secondaires. L'existence de foyers a également accentué cette transformation.

L'ensemble moyen, datant du Pléistocène supérieur, est caractérisé par un arrêt de la sédimentation de karst actif et la mise en place d'un dépôt de karst fossile. C'est au cours de cette période que la grotte a été fréquentée par l'homme préhistorique responsable de la civilisation moustérienne. La concentration en grains magnétiques dans cet ensemble est moins importante que celle de l'ensemble supérieur (fig. 4), excepté dans les niveaux riches en foyers (couche IV).

Remerciements

Cette étude a été réalisée dans le cadre d'une coopération franco-italienne, rendue possible grâce à la Soprintendenza Archeologica della Liguria (Italie) et l'Institut de Paléontologie Humaine du MNHN de Paris. Merci aux responsables du laboratoire départemental de préhistoire du Lazaret (Nice). Nous remercions enfin Mme Ruault-Djerrab pour ses conseils constructifs et pour son aide précieuse.

Bibliographie

- ABBASSI, M., 1999. Les rongeurs du Sud-Est de la France et de Ligurie : implications systématiques, biostratigraphiques et paléoenvironnementales, Thèse de Doctorat, Muséum National d'Histoire Naturelle, Paris.
- ABBASSI, M. et DESCLAUX, E., 1996. Arvicola Lacepede, 1799 (Rodentia, Mammalia) de quatre séquences du sud-est de la France et de Ligurie datant de la fin du Pléistocène moyen et du début du Pléistocène supérieur, *Quaternaire*, 7, p. 29-37.
- AROBBA, D., GIUGGIOLA, O., IMPERIALE, G., LAMBERTI, A., OXILIA, M. et VICINO, G., 1976. Le Mànie. IL giacimento musteriano dell'Arma (Finale Ligure-SV), In Archeologia in Liguria, scavi e scopete 1967-1975. Soprintendenza Archeologica della Liguria, Genova, p. 133-144.
- CAUCHE, D., 2007. Les cultures moustériennes en Ligurie italienne : analyse du matériel lithique de trois sites en grotte, L'anthropologie, 111, p. 254–289.
- DAY, R., FULLER, M. et SCHMIDT, V. A., 1977. Hysteresis properties of titanomagnetites : grain size and compositional dependence, *Earth Planet. Sc. Lett.* 13, p. 260-267.
- **DEARING, J. A. et FLOWER, R. J., 1982.** The magnetic susceptibility of sedimenting material trapped in Lough Neagh, Northern Ireland and its erosional significance, *Limnology and Oceanography*, 17, p. 969-975.
- DEARING, J. A., LIVINGSTONE, I. et ZHOU, L. P., 1996. A Late Quaternary magnetic record of Tunisian loess and its climatic significance, *Geophysical Research Letters*, 23, p. 189-192.
- **DJERRAB, A., 2002.** La susceptibilité magnétique au service de la préhistoire, *in Géologie de la Préhistoire*, Paris, Edition Maison de la géologie, p. 1131-1154.
- DJERRAB, A., HEDLEY, I., NESPOULET, R. et CHIOTTI, L., 2007. Contribution des méthodes magnétiques à l'étude du remplissage du site préhistorique de l'Abri Pataud (Les Eyzies-de-Tayac, Dordogne, France), *Paléo*, 19, p. 281-302.
- **DUNLOP, D. J. et OZDEMIR, O., 1997.** *Rock Magnetism : Fundamentals and Frontiers*, Cambridge, Cambridge University Press, 573 p.

- **DUNLOP, D. J., 2002.** Theory and application of the Day plot (Mrs/Ms versus Hcr/Hc). 2 Application to data for rocks, sediments, and soils, *Journal of Geophysical Research* 107, B3, 10. 1029/2001JB000487.
- ESTEBAN, L., 2006. Anisotropies magnétique et de porosité des argilites du Callovo-Oxfordien du laboratoire souterrain de l'Andra (Meuse/Haute-Marne, Bassin de Paris), Thèse de Doctorat, Université Toulouse 3-Paul-Sabatier, 305 p.
- **GENTY, D., 2002.** Spéléothèmes et paléoenvironnements, *in Géologie de la Préhistoire*, Edition Maison de la géologie, Paris, p. 1345-1362.
- **GIUGGIOLA, O. and VICINO, G., 1996.** Arma delle Manie (Finale Ligure, Savona). Actes du XIII^e congresso internazionale delle scienze preistoriche e protostoriche, Forlì, Italia, Toscana e Liguria. Guide archéologique 6, p. 191-197.
- HEDLEY, I., 1968. Chemical remanent magnetization of the FeOOH, Fe₂O₃ system, *Physics of the Earth and Planetary Interiors*, 1, p. 103-121.
- HUNT, C. P., SINGER, M. J., KLETETSCHKA, G., TEN PAS, J. et VEROSUB, K. L., 1995. Effect of citrate bicarbonate-dithionite treatment on fine-grained magnetite and maghemite, *Earth Planet. Sci. Lett.* 130, p. 87-94.
- KARATSORI, E., 2003. Environnement végétal de l'Homme fossile et climats en Ligurie pendant le dernier cycle climatique et le postglaciaire. Étude palynologique des sites préhistoriques italiens de Caverna delle Fate, de Arma delle Manie (Finale Ligure) et de San Francesco (San Remo), Thèse de Doctorat, Muséum National d'Histoire Naturelle, Paris.
- KING, J., BANERJEE, S. K., MARVIN, J. et ÖZDEMIR, Ö., 1982. A comparison of different magnetic methods for determining the relative grain size of magnetite in natural materials : some results from lake sediments, *Earth Planet. Sci. Lett.*, 59, p. 404-419.
- KING, J. W., BANERJEE, S. K. et MARVIN, J., 1983. A new rock magnetic approach to selecting sediments for geomagnetic palaeointensity studies : application to the last 4000 years, *J. Geophys. Res.* 88, p. 5911-5921.
- KRUIVER, P. P., DEKKERS, M. J. et HESLOP, D., 2001. Quantification of magnetic coercivity components by the analysis of acquisition curves of isothermal remanent magnetisation, *Earth Planet. Sci. Lett.*, 189, p. 269-276.
- KRUIVER, P. P., LANGEREIS, C. G., DEKKERS, M. J. et KRIJGSMAN,
 W., 2003. Rock-magnetic properties of multi-component natural remanent magnetisation in alluvial red beds (NE Spain), *Geophys. J. Int.*, 153, p. 317-332.
- KUMARAVEL, V., SANGODE, S. J., SIDDAIAH, N. S et ROHTASH KUMAR, 2005. Rock magnetic characterization of pedogenesis under high energy depositional conditions : A case study from the Mio–Pliocene Siwalik fluvial sequence near Dehra Dun, NW Himalaya, India, *Sedimentary Geology*, 177, p. 229-252.

- LOWRIE, W., 1990. Identification of ferromagnetic minerals in a rock by coercivity and unblocking temperature properties, Geophys, *Res. Lett.* 17, 2, p. 159-162.
- LUMLEY-WOODYEAR, H. DE, 1969. Le Paléolithique inférieur et moyen du midi méditerranéen dans son cadre géologique, tome 1 : Ligurie–Provence, *Gallia-Préhistoire*, V^e supplément, Editions du CNRS, 1969.
- LIU, X. M., SHAW, J., LIU, T. S., HEELER, F. et CHENG, M. Y., 1994. Rock Magnetic Properties and Palaeoclimate of Chinese Loess, J. Geomagnetism and Geoelectricity, 45, p. 117-124.
- MAHER, B. A., 1986. Characterisation of soil by mineral magnetic measurements, *Physics of the Earth and Planetary Interiors*, 42, p. 76-92.
- MAHER, B. A., 1988. Magnetic properties of some synthetic submicron magnetites. *Geophys*, J., 94, p. 83-96.
- MAHER, B. A., 1998. Magnetic properties of modern soils and Quaternary loessic paleosols : paleoclimatic implications, *Palaeogeography, Palaeoclimatology, Palaeoecology*, 137, p. 25-54.
- MAHER, B. A., THOMPSON, R., 1991. Mineral magnetic record of the Chinese loess and palaeosols, *Geology*, 19, p. 3-6.
- MAHER, B. A. et THOMPSON, R., 1992. Paleoclimatic significance of the mineral magnetic record of the Chinese loess and paleosols. *Quaternary Research*, 37, p. 155-170.
- MAHER, B. A., ALEKSEEV, A. et ALEKSEEVA, T., 2002. Variation of soil magnetism across the Russian steppe : its significance for use of soil magnetism as a paleorainfall proxy, *Quaternary Science Reviews*, 21, p. 1571-1576.
- MEHIDI, N., 2005. Datation de sites moustériens de Ligurie par les méthodes U/Th et RPE : Abri Mochi et Arma delle Manie. Thèse de Doctorat, Muséum National d'Histoire Naturelle, Paris.
- MOONEY, S. D., GEISS, C. et SMITH, M. A., 2002. The Use of Mineral Magnetic Parameters to Characterize Archaeological Ochres. *Journal of Archaeological Science*, 30, p. 511-523.
- MULLINS, C. E., 1977. Magnetic susceptibility of the soil and its significance in soil science a review, *J. Soil Sci.*, 28, p. 223-246.
- ÖZDEMIR, Ö. et BANERJEE, S. K., 1982. A preliminary magnetic study of soil samples from west-central Minnesota. *Earth and Planetary Science Letters*, 59, p. 393-403.
- **PSATHI, E., 2003.** Les sites moustériens de la Caverna delle Fate et de l'Arma delle Manie (Ligurie, Italie). Étude paléontologique et archéozoologique des faunes des grands mammifères, Thèse de Doctorat, Muséum National d'Histoire Naturelle, Paris.
- PSATHI, E. et VICINO, G., 2003. Le site moustérien de l'Arma delle Manie (Ligurie, Italie). L'apport de l'étude archéozoologique des grands mammifères, Actes du Colloque UISPP, Liège, septembre 2001, *BAR International Series*, 1105, p. 149-157.

93

- ROBERTSON, D. J. et FRANCE, D. E., 1994. Discrimination of remanence-carrying minerals in mixtures, using isothermal remanent magnetization acquisition curves, *Phys. Earth Planet. Inter.*, 82, p. 223-234.
- ROCHETTE, P. et FILLION, G., 1989. Field and temperature behavior of remanence in synthetic goethite : paleomagnetic implications. *Geophysical Research Letters*, 16, p. 851-854.
- **RUMMERY, T. A., 1983.** The use of magnetic measurements in interpreting the fire histories of lake basins, Hydrobiologia, 103, p. 53-58.
- RUMMERY, T. A., BLOEMENDAL, J., DEARING, J. et OLDFIELD, F., 1979. The persistence of fire-induced magnetic oxides in soils and lake sediments, *Ann. Geophys.*, 35, p. 103-107.
- STOCKHAUSEN, H., 1998. Some new aspects for the modelling of isothermal remanent magnetization acquisition curves by cumulative log Gaussian functions, *Geophys. Res. Lett.*, 25, p. 2217-2220.
- STACEY, F. D. et BANERJEE, S. K., 1974. The Physical Principles of Rock Magnetism, Amsterdam, Elsevier, 195 p.

- TAUXE, L., 1993. Sedimentary records of relative paleointensity of the geomagnetic field : theory and practice, *Rev. Geophys.*, 31, p. 319-354.
- THOMPSON, R. et OLDFIELD, F., 1986. *Environmental Magnetism*, Allen and Unwin, London.
- THOMPSON, R., BATTARBEE, R. W., O'SULLIVAN, P. E. and OLDFIELD, F., 1975. Magnetic susceptibility of lake sediments, *Limnology and Oceanography*, 20, p. 687-698.
- VALENSI, P. et PSATHI, E., 2004. Faunal exploitation during the Middle Palaeolithic in South-eastern France and Northwestern Italy, *International Journal of Osteoarchaeology*, 14, p. 256-272.
- WESTPHAL, M., GUREVITCH, E. L., SAMSONOV, B. V., FEINBERG, H. et POZZI, J. P., 1998. Magnetostratigraphy of the lower Triassic volcanics from deep drill SG6 in western Siberia : evidence for long-lasting Permo-Triassic volcanic activity, *Geophys. J. Int.*, 134, p. 254-266.
- ZHOU, L. P., OLDFIELD, F., WINTLE, A. G., ROBINSON, S. G. et WANG, J. D., 1990. Partly pedogenic origin of magnetic variations in Chinese loess, *Nature*, 346, p. 737-739.

Dossier thématique

Mines et métallurgies anciennes du plomb dans leurs environnements Apports des méthodes contribuant à leur étude

Éditeurs associés

Alain PLOQUIN, Marie-Christine BAILLY-MAÎTRE, Philippe Allée