



HAL
open science

Datations radioisotopiques (U-Th, U-Pb) et paléodosimétriques (ESR) des plus anciens sites préhistoriques des Alpes-Maritimes : la grotte du Vallonnet, le site de plein air de Terra Amata et la grotte du Lazaret

Véronique Michel, Guanjun Shen, Chuan-Chou Shen, Mathieu Duval, Jon Woodhead, Yu-Min Chou, Hsun-Ming Hu, Chung-Che Wu, Yu-Chun Kan, Huihui Yang, et al.

► To cite this version:

Véronique Michel, Guanjun Shen, Chuan-Chou Shen, Mathieu Duval, Jon Woodhead, et al.. Datations radioisotopiques (U-Th, U-Pb) et paléodosimétriques (ESR) des plus anciens sites préhistoriques des Alpes-Maritimes : la grotte du Vallonnet, le site de plein air de Terra Amata et la grotte du Lazaret. Bulletin du Musée d'Anthropologie préhistorique de Monaco, 2022, Colloque international "Les premiers peuplements préhistoriques des Alpes-Maritimes, de Monaco et de Ligurie au sein de leurs paléoenvironnements.", 61, pp.65-80. hal-04158540

HAL Id: hal-04158540

<https://hal.science/hal-04158540v1>

Submitted on 12 Jul 2023

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.

Copyright

Datations radioisotopiques (U-Th, U-Pb) et paléodosimétriques (ESR) des plus anciens sites préhistoriques des Alpes-Maritimes : la grotte du Vallonnet, le site de plein air de Terra Amata et la grotte du Lazaret

Radioisotopic dating (U-Th, U-Pb) and palaeodosimetric (ESR) of the earlier prehistoric sites in Alpes-Maritimes: Vallonnet Cave, Terra Amata open air site, Lazaret Cave

Véronique Michel^{1,2}, Guanjun Shen³, Chuan-Chou Shen⁴, Mathieu Duval⁵, Jon Woodhead⁶, Yu-Min Chou⁷, Hsun-Ming Hu⁴, Chung-Che Wu⁸, Yu-Chun Kan⁴, Huihui Yang⁷, Tsai-Luen Yu^{4,9}, Sylvain Gallet², Patricia Valensi¹⁰

¹ Université Côte d'Azur, CNRS, CEPAM, 06300, Nice, France

² Université Côte d'Azur, CNRS, Observatoire de la Côte d'Azur, IRD, Géoazur, 06560, Valbonne, France

³ College of Geographical Sciences, Nanjing Normal University, Nanjing, Jiangsu 210023, Chine

⁴ HISPEC, Department of Geosciences, National Taiwan University, Taipei 10617, Taiwan ROC

⁵ Centro Nacional de Investigación sobre la Evolución Humana (CENIEH), 09002 Burgos, Espagne

⁶ School of Earth Sciences, University of Melbourne, VIC 3010, Australie

⁷ CMM, Southern University of Science and Technology, 518055 Shenzhen, Chine

⁸ College of Marine Sciences and Engineering, Nanjing Normal University, Nanjing Jiangsu, Chine

⁹ Marine Industry and Engineering Research Center, National Academy of Marine Research, Kaohsiung 80661, Taiwan Roc

¹⁰ UMR 7194 HNHP: CNRS/MNHN/UPVD – Département Hommes et environnement, Muséum national d'Histoire Naturelle de Paris, Institut de Paléontologie Humaine, Paris, France

Véronique Michel : veronique.michel@cepam.cnrs.fr

Mots-clés : Paléolithique inférieur-moyen, datation, Hominines, U-Th, U-Pb, ESR

Key-words : Lower-Middle Palaeolithic, dating, Hominins, U-Th, U-Pb, ESR

Résumé

L'extrême sud-est de la France renferme d'importants sites du Paléolithique inférieur. Ils permettent de mieux appréhender le comportement et le mode de vie des plus anciens hominines d'Europe occidentale. Différents programmes de datations ont été réalisés sur les trois principaux sites préhistoriques des Alpes-Maritimes. La grotte du Vallonnet, le plus ancien des sites de la région, à Roquebrune-Cap-Martin (43°45'51"N, 7°28'15"E), a livré des outils archaïques de culture oldowayenne associés à des faunes épivillafranchiennes et dont certains ossements portent des marques évidentes de découpe. Les dernières datations à 1,22-1,18 Ma obtenues par la méthode U-Pb sont présentées ici. L'occupation humaine du site se situe au cours de l'épisode paléomagnétique Cobb Mountain soit au cours du stade isotopique marin MIS 36-35 (MIS : *marine isotope stage*), avec un climat frais et sec à la base de la séquence archéologique suivi d'un climat tempéré et humide d'après les données de la paléontologie et de la palynologie. D'autres occupations humaines plus tardives sont enregistrées dans la région, avec la présence de populations hominines sur le site de plein air de Terra Amata à Nice (43°41'52"N, 7°17'21"E), dont nous rappelons ici l'ancienne datation par ESR à environ 380 ka (Yokoyama et al., 1985) et les résultats de la biochronologie situant les occupations au cours de la période tempérée du MIS 11. Les *Homo erectus* ont occupé le site à plusieurs reprises, à la

belle saison, et y ont laissé une industrie du Paléolithique inférieur rapportée à l'Acheuléen. Enfin, des groupes des derniers *Homo erectus* occupent de façon répétitive la grotte du Lazaret à Nice (43°41'25''N, 7°17'42''E). Les dépôts archéologiques ont livré une industrie de l'Acheuléen final, associée à des restes fauniques portant de nombreuses marques anthropiques et près d'une trentaine de restes humains. La faune indique un climat frais et humide, au cours du stade MIS 6. Les dernières datations, présentées ici et obtenues par les méthodes ESR, U-Th et par le paléomagnétisme sur les niveaux pléistocènes du site, permettent de situer chronologiquement les niveaux archéologiques entre 190 ka et 120 ka.

Abstract

The extreme southeast of France contains Lower Palaeolithic sites and is a pivotal region for enhancing our understanding of the behaviour and lifestyle of the oldest hominins in Western Europe. Several dating programs have been carried out on the three main prehistoric sites in the Alpes-Maritimes region. Vallonnet Cave, the oldest site, at Roquebrune-Cap-Martin (43°45'51 "N 7°28'15 "E), yielded archaic tools associated with Epivillafranchian fauna. Some of the bones bear clear cut marks. The latest dates 1.18-1.22 Ma obtained by the U-Pb method are presented here. The site was occupied by hominins during the Cobb Mountain palaeomagnetic event, i.e., during MIS 36-35 (MIS: marine isotope stage). Palaeontological and palynological data indicate a cool dry climate at the base of the archaeological sequence followed by a temperate wet climate. Human occupations are recorded in the region at the open-air site of Terra Amata in Nice (43°41'52''N, 7°17'21''E), formerly dated to ca. 380 ka by ESR (Yokoyama et al., 1985) and biochronology, placing the occupations in the temperate MIS 11. *Homo erectus* sporadically occupied the site during the warm season and left behind a Lower Palaeolithic industry described as Acheulean. Finally, groups of the last known *Homo erectus* repeatedly occupied Lazaret Cave in Nice (43°41'25"N, 7°17'42"E). The archaeological deposits have yielded a Final Acheulean industry, associated with faunal remains bearing numerous anthropic marks and nearly thirty human remains. The fauna indicates a cool and humid climate, attributed to MIS 6. The latest dates, obtained by ESR, U-Th and palaeomagnetic methods on the Pleistocene levels of the site, are presented here and chronologically position the archaeological levels between 190 ka and 120 ka.

Introduction

Les premières migrations « Out of Africa » des hominines vers l'Europe sont enregistrées en Géorgie, à Dmanisi, un site préhistorique daté à 1,8 Ma par la méthode $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ (Garcia et al., 2010 ; Ferring et al., 2011). Les hominines découverts à Dmanisi, occupaient le site au cours d'un climat chaud et sec, similaire au climat méditerranéen actuel (Blain et al., 2014). Ils se sont dispersés alors vers l'Europe de l'Ouest, où des sites ont été bien datés comme à Orce par exemple, témoignant de leur présence en Espagne, avec Barranco Leon daté à 1,4 Ma par la biochronologie, le paléomagnétisme et la datation ESR sur quartz (Toro-Moyano et al., 2013) et Fuente Nueva-3 daté à 1,19-1,5 Ma par la méthode ESR/U-Th combinée sur émail dentaire, la méthode des nucléides cosmogéniques $^{26}\text{Al}/^{10}\text{Be}$ et la magnétostratigraphie de la séquence du site (Duval et al., 2012 ; Alvarez et al., 2015). La présence de *Homo antecessor* a été aussi datée à la Sima del Elefante, à 1,2-1,1 Ma par la méthode $^{26}\text{Al}/^{10}\text{Be}$ et le paléomagnétisme (Carbonell et al., 2008). A la même période, la présence d'hominines est retrouvée dans les Alpes-Maritimes à la grotte du Vallonnet, puis plus tard sur le site de plein air de Terra Amata et ensuite à la grotte du Lazaret. A partir des années 60, la grotte du Lazaret a fait l'objet de nombreuses campagnes de prélèvements d'échantillons et de datations par différentes méthodes radiométriques telle que la méthode uranium-thorium (U-Th) par spectrométrie alpha (Stearns et Thurber, 1965 ; Shen, 1985 ; Falguères et al., 1992 ; Michel et al., 2000) ou par spectrométrie de masse à ionisation thermique (TIMS) (Michel et al., 2011), et par la méthode paléodosimétrique qu'est la résonance de spin électronique ESR (Yokoyama et al., 1983 ; Michel et al., 2009). La méthode U-Th est très utilisée en archéologie depuis une soixantaine d'années. La première datation U-Th en contexte archéologique, a été réalisée sur une coquille de la plage marine du Lazaret, et publiée par Stearns et Thurber (1965). Les auteurs ont obtenu un âge de 110 ± 10 ka par spectrométrie alpha. L'âge n'est pas à retenir car il s'agit d'un échantillon se comportant comme un système

ouvert. La méthode ESR est utilisée en archéologie depuis 1975-1981 avec les premiers essais de datation de formations stalagmitiques de la Caune de l'Arago (Ikeya, 1975 ; Yokoyama et al., 1981a). Dans la foulée, les premiers essais de datation par ESR sur restes osseux et émail dentaire sont publiés (Yokoyama et al., 1981b ; Grün, 1989) et comparés à d'autres méthodes (Bahain et al., 1992) puis les prémices de la méthode ESR/U-Th combinée sur émail dentaire développée par Grün et al. (1988), Grün et McDermott (1994) s'avéreront concluants au Lazaret (Michel, 1995) puis sur d'autres sites (Falguères et al., 1997 ; Michel et al., 1999). Dans les années 70, des datations par thermoluminescence TL sur silex brûlés sont tentées, sur le site de Terra Amata, par Wintle et Aitken (1977) et dans les années 80, les premières datations ESR sur quartz y ont été réalisées (Yokoyama et al., 1985), dont nous nous limiterons à rappeler les résultats ici pour ce site. Au cours de ces mêmes années, des analyses par ESR ont été réalisées sur les planchers stalagmitiques de la grotte du Vallonet ainsi que des mesures du paléomagnétisme (Yokoyama et al., 1988 ; Gagnepain, 1996). Plus tard, dès 2006, la méthode U-Pb peut être utilisée en archéologie. Walker et al., (2006) réalisaient une première tentative de datation U-Pb de deux planchers stalagmitiques dans la grotte de Sterkfontein en Afrique du Sud, conduisant à dater les restes d'hominidés StW 573 de ce site à 2,24-2,17 Ma.

Depuis ces méthodes ont grandement évolué et elles conduisent dès lors à des résultats plus précis par l'avancée des technologies, nécessitant par ailleurs moins de matériel à l'analyse. C'est donc parmi les techniques d'analyse les plus modernes (Figure 1) que le cadre chronologique de la grotte du Lazaret et celui du Vallonet ont pu être précisés, par l'application de différentes méthodes de datation radioisotopiques (uranium-thorium U-Th et/ou uranium-plomb U-Pb) par spectrométrie de masse, des mesures du paléomagnétisme et/ou paléodosimétrique (ESR) sur les matériaux adéquats présents dans les niveaux pléistocènes de ces deux grottes.

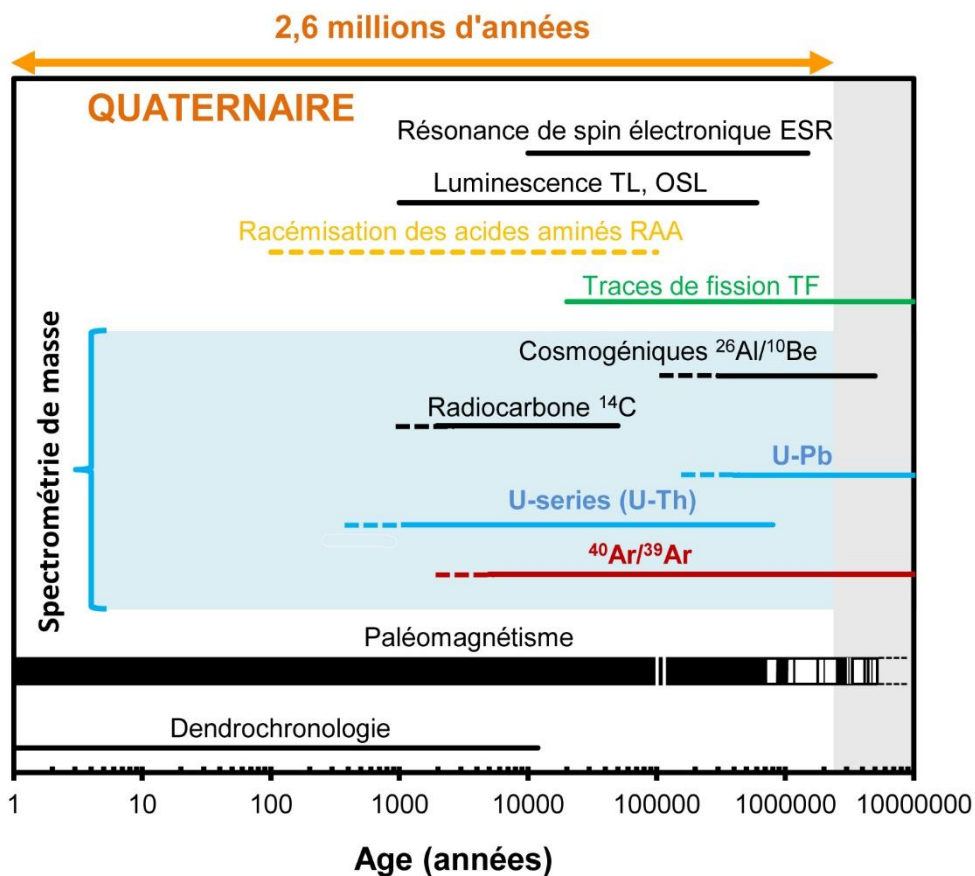


Figure 1. Ensemble des méthodes de datation appliquées en archéologie avec leurs limites d'utilisation. Les méthodes U-Th, U-Pb et ESR sont appliquées dans ce travail.

Examples of dating methods commonly used in archaeology with their corresponding effective time range. U-Th, U-Pb and ESR dating are used in this study.

Présentation des sites, des matériaux datés et des méthodes appliquées

La grotte du Vallonnet

La coupe schématique de la stratigraphie de la grotte du Vallonnet est présentée en **figure 2**, avec à la base un plancher stalagmitique inférieur, d'environ 25 cm d'épaisseur, au-dessus une plage marine II, surplombée par un ensemble III correspondant aux niveaux archéologiques avec industrie lithique et restes fauniques (épaisseur ~ 2 m), et d'un plancher stalagmitique supérieur IV, d'environ 40 cm d'épaisseur. Ce dernier sellait le couloir de l'entrée de la grotte en Zone D5 (**Figure 2**). A l'entrée de la grotte, une partie de ce plancher a dû être dégagée pour accéder aux niveaux archéologiques au cours des premières fouilles débutées en 1959 (Lumley de, 1988).

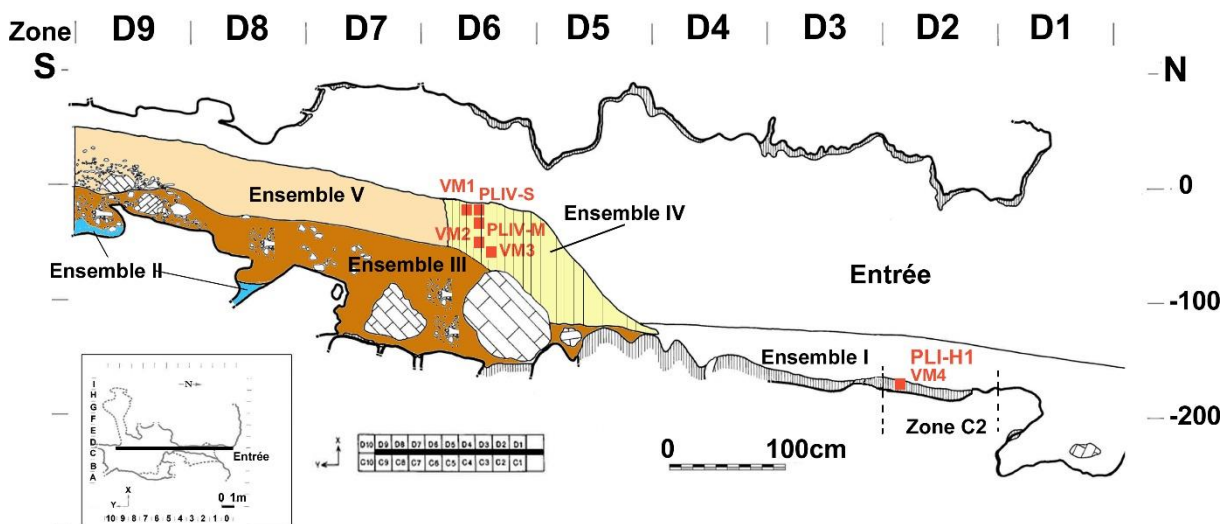


Figure 2. Coupe stratigraphique de la grotte du Vallonnet. Prélèvements de calcite dans les planchers inférieur et supérieur, réalisés en 2013, pour la datation U-Pb.

Stratigraphic section of Vallonnet Cave. Sampling of calcite in the lower flowstone and the upper flowstone, in 2013, for U-Pb dating.

Les premiers résultats de datation réalisés à la grotte du Vallonnet sont publiés par Yokoyama et al. (1988) (**Figure 3**). Les âges ESR obtenus sur la calcite des deux planchers stalagmitiques sont d'environ 1,40-1,37 Ma pour le plancher inférieur et 0,91-0,89 Ma pour le plancher supérieur. Ces datations associées au paléomagnétisme indiquant une séquence archéologique correspondant à un évènement positif (Gagnepain, 1996) situeraient son dépôt au cours de l'épisode Jaramillo entre 1,07-0,99 Ma ou un dépôt au cours de l'épisode Punaruu entre 1,126-1,092 Ma, ou au cours de l'épisode Cobb Mountain entre 1,215-1,178 Ma, d'après les données de Channell et al. (2020). Afin d'affiner l'âge du site, des datations U-Pb, très précises, ont été réalisées sur ces deux planchers stalagmitiques. Plusieurs échantillons ont été obtenus au cours d'une campagne de prélèvements réalisée en 2013. Cinq échantillons de calcite pure ont été découpés dans le plancher stalagmitique supérieur IV, en Zone C6-D6 : PLIV-S, PLIV-M, VM1, VM2 et VM3 ; ainsi que deux échantillons dans le plancher inférieur

I, en Zone C2-D2 : PLI-H1 et VM4 (**Figures 2 et 4**). Les descriptions détaillées de tous les prélèvements et des analyses réalisées sont présentées par ailleurs par [Michel et al. \(2017\)](#). Nous avons fait appel au laboratoire HISPEC dirigé par Chuan-Chou Shen, pour la mesure des rapports $^{234}\text{U}/^{238}\text{U}$, nécessaires à la datation U-Pb, par spectrométre de masse à source à plasma induit et collection d'ions multiple (MC-ICP-MS : *multicollector inductively coupled plasma mass spectrometry*, [Shen et al., 2012](#)) et au laboratoire de géochimie des isotopes à Melbourne en Australie, dirigé par Jon Woodhead pour les analyses U-Pb par MC-ICP-MS. La première datation U-Pb sur calcite en grotte au Quaternaire a été réalisée par [Richard et al. \(1998\)](#).

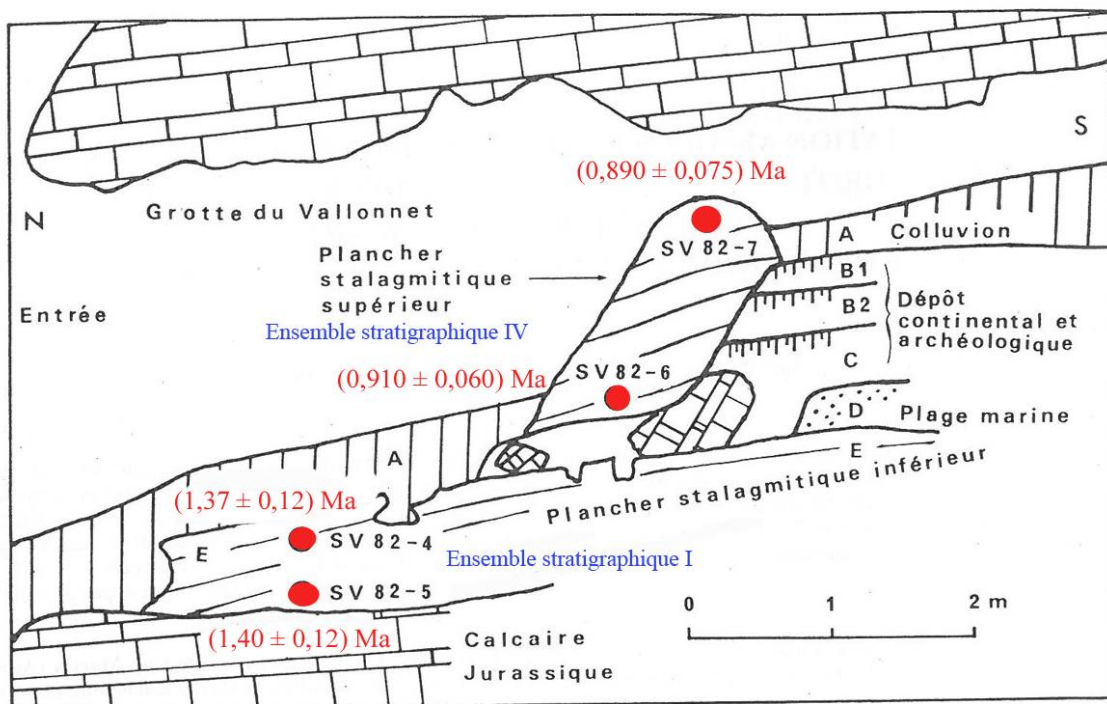


Figure 3. Résumé des datations sur calcite obtenues d'après Yokoyama et al. (1988) avec modifications.

Overview of the ESR dating results obtained on calcite (modified from Yokoyama et al., 1988).

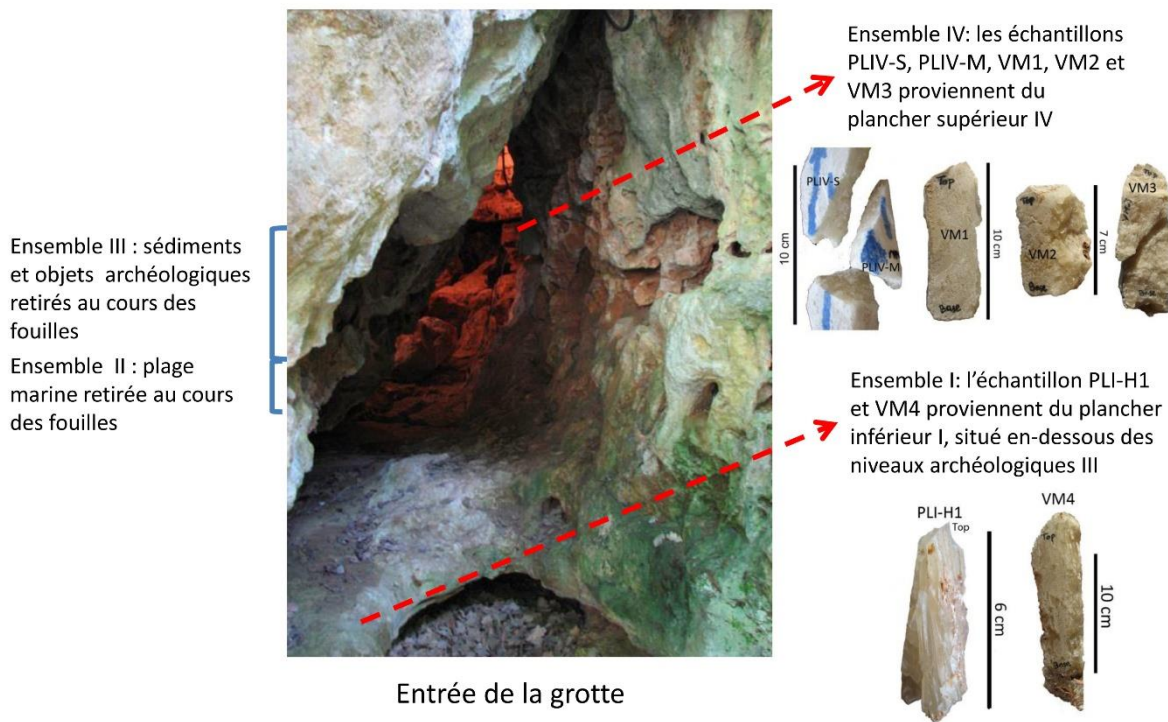


Figure 4. Prélèvements de calcite réalisés à l'entrée de la grotte du Vallonnet, en 2013, pour la datation U-Pb.

Calcite samples taken at the entrance of Vallonnet Cave, in 2013, for U-Pb dating.

Plus tard, [Woodhead et al. \(2006\)](#) montrèrent qu'en couplant des procédures de préparation d'échantillon avec corrections des blancs analytiques et la MC-ICP-MS développée pour des analyses à faible teneur en Pb, la datation U-Pb peut, pour des âges plus anciens que 500 ka, produire des âges d'une excellente précision. La datation U-Pb de matériaux archéologiques relativement « jeunes » entraîne la mesure très précise des rapports $^{238}\text{U}/^{206}\text{Pb}$, $^{207}\text{Pb}/^{206}\text{Pb}$ avec des faibles teneurs en Pb (1-10 ppb) et une correction nécessaire du déséquilibre de la famille de l'uranium par la mesure du rapport $^{234}\text{U}/^{238}\text{U}$. Pour ce faire, les rapports isotopiques $^{207}\text{Pb}/^{206}\text{Pb}$ et $^{238}\text{U}/^{206}\text{Pb}$ mesurés par MC-ICP-MS de 5 à 6 sous-échantillons, sont reportés dans un diagramme Concordia [Tera-Wasserburg \(1972\)](#) à l'aide du logiciel Isoplot ([Ludwig, 2003](#)). La courbe Concordia est corrigée du déséquilibre de la chaîne de désintégration de la famille de l'uranium pour les échantillons plus récents que ~ 5 Ma ([Woodhead et Pickering, 2012](#)) et cette correction se fait à partir du rapport $(^{234}\text{U}/^{238}\text{U})_m$ mesuré par MC-ICP-MS en déterminant le rapport initial $(^{234}\text{U}/^{238}\text{U})_i$ à l'aide de l'équation :

$$(^{234}\text{U}/^{238}\text{U})_i = 1 + [(^{234}\text{U}/^{238}\text{U})_m - 1] e^{\lambda_{234} t}$$

avec λ_{234} la constante de désintégration de ^{234}U et t le temps.

Comme le montre l'exemple l'échantillon Nullarbor MO-1 de [Woodhead et al. \(2006\)](#) en **figure 5**, les points des valeurs des sous-échantillons obtenus sont alignés et l'intersection de la droite de régression tracée à partir de ces points avec la courbe quasi horizontale représentant la courbe Concordia pour laquelle, en tous points, il y a concordance des âges des deux familles de désintégrations radioactives : $^{235}\text{U} \rightarrow ^{207}\text{Pb}$ stable et $^{238}\text{U} \rightarrow ^{206}\text{Pb}$ stable, avec un rapport initial $(^{234}\text{U}/^{238}\text{U})_i=1$ pour cet exemple, conduit à l'âge de l'échantillon de 3,83 Ma dans ce cas.

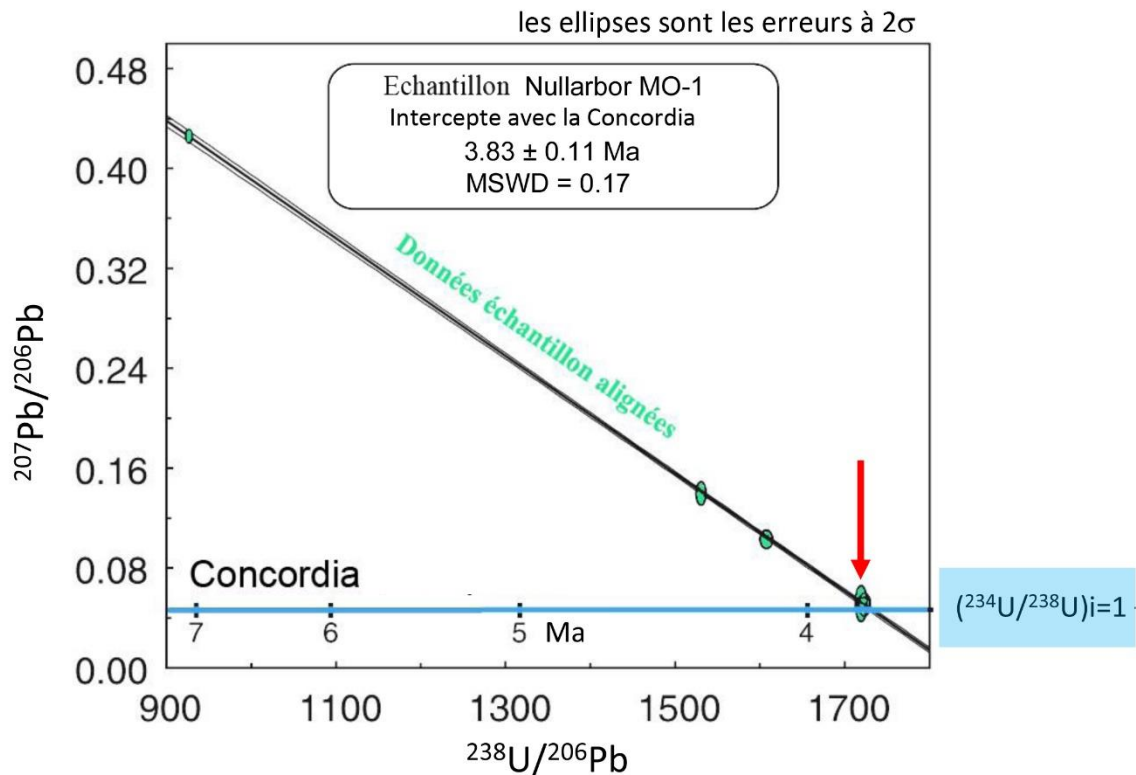


Figure 5. Exemple de diagramme Concordia Tera-Wasserburg d'un échantillonnage de six sous-échantillons permettant de le dater par U-Pb d'après Woodhead et al. (2006) avec modifications.

Example of Tera-Wasserburg Concordia diagram obtained with 6 sub-samples to date the sample using U-Pb after Woodhead et al. (2006) with modifications.

Cette méthode a été appliquée sur quatre échantillons de calcite du Vallonet (PLIV-S, PLIV-M, VM3 et PLI-H1) (**Figures 2 et 4**). Le paléomagnétisme a été mesuré sur toute la séquence stratigraphique du remplissage de la grotte du Vallonet par Samir Khadib au CEREGE (Aix-en-Provence), d'après Michel et al. (2017).

Le site de Terra Amata

La coupe stratigraphique du site de Terra Amata est représentée en **figure 6**. Il s'agit d'une succession de plages et de dunes, d'environ 10 mètres d'épaisseur, avec des occupations humaines observées dans le niveau de plage marine C1a et le niveau dunaire C1b.

Des prélèvements de quartz et silex brûlés ont été réalisés dans les années 70-80, dans la plage marine C1a (**Figure 6**). Ces échantillons ont été analysés, respectivement, par la méthode de résonance de spin électronique (ESR) (Yokoyama et al., 1985) et par thermoluminescence (TL) (Wintle et Aitken, 1977). La datation de deux silex brûlés par TL a donné un âge de 214 et 244 ka. C'étaient à l'époque les premiers essais de datation par cette méthode. Ils sont considérés trop jeunes compte tenu de la biostratigraphie et ne sont donc pas retenus. Un peu plus tard, Yokoyama et al. (1985) publient leurs résultats de datation par la méthode ESR en 1985. Ils obtiennent un âge de 380 ± 80 ka (1σ). A cette époque, ce sont aussi les premiers essais réalisés sur les quartz et on note l'erreur importante obtenue sur l'âge. En tenant compte de l'erreur, cet âge est cependant en accord avec la biostratigraphie et le contexte géologique du site situant les niveaux d'occupations au stade MIS 11. Depuis, des progrès dans l'application de ces méthodes de datation ont été réalisés avec de bons résultats. Il serait nécessaire d'analyser de nouveaux échantillons afin d'améliorer l'âge du site et sa précision.

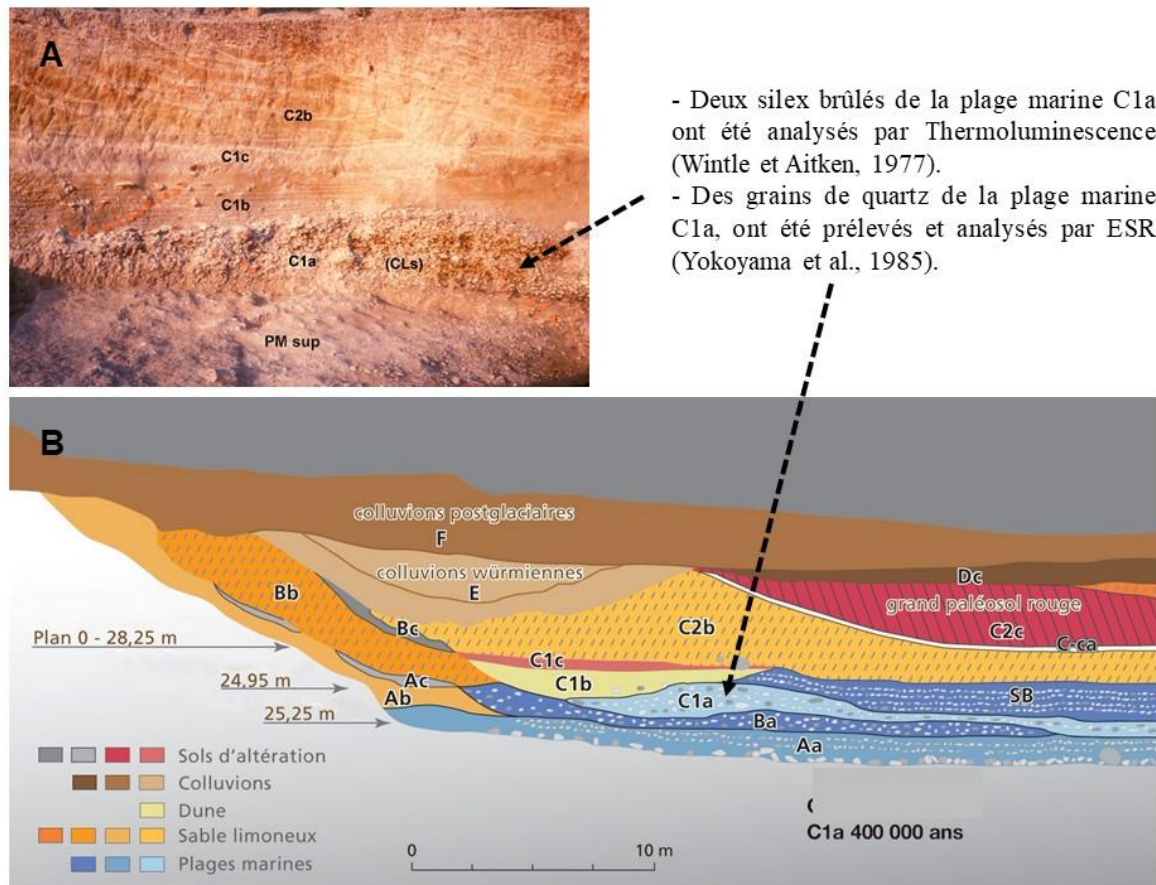


Figure 6. Coupe stratigraphique du site de plein air de Terra Amata d’après de Lumley et al. (2009) modifié.
 Stratigraphic section of Terra Amata open air site after de Lumley et al. (2009) with modifications.

La grotte du Lazaret

La représentation schématique de la stratigraphie de la grotte du Lazaret est résumée en **figure 7**, avec à la base deux plages marines A et B, surplombées par les niveaux archéologiques de l’ensemble stratigraphique C (CI, CII et CIII), de 5 mètres d’épaisseur au total, recouverts au sommet et au fond de la grotte par le plancher stalagmitique E d’environ 30 cm d’épaisseur au maximum. Des datations réalisées récemment, sont présentées dans le cadre de ce travail.

Des coraux ont été découverts dans les prélèvements de la plage marine B et ont été déterminés comme étant l’espèce *Cladocora caespitosa*. Les colonies actuelles de *Cladocora caespitosa* sont constituées d’un squelette en carbonate de calcium aragonite (**Figure 8**).

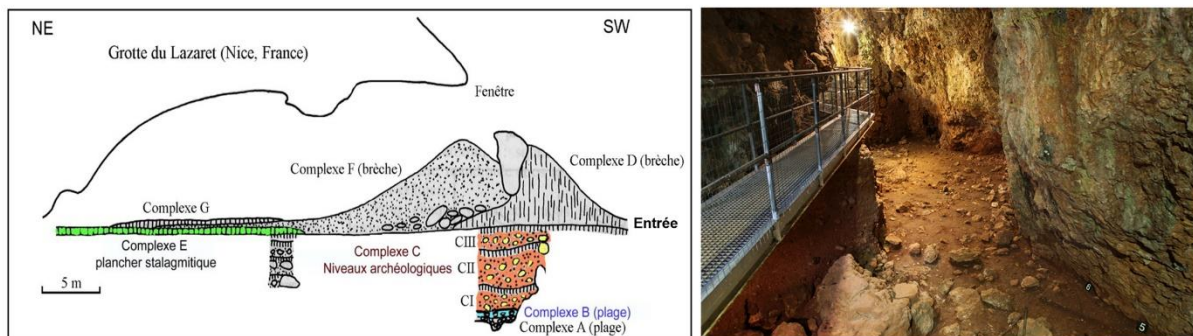


Figure 7. Coupe stratigraphique de la grotte du Lazaret et photo de l’entrée de la grotte.

Des échantillons de corail *Cladocora caespitosa* de la plage marine, avaient été prélevés dans le puits à l'entrée de la grotte (Bahain, 1993), et dans la fouille centre, au fond de la grotte (Michel et Yokoyama, 2001). Ces échantillons avaient fait l'objet d'une datation U-Th par spectrométrie alpha, conduisant à des âges U-Th de 238 (+22/-18) ka et > 350 ka, respectivement. Des analyses par diffraction des rayons X (DRX) réalisées sur ces mêmes échantillons (Michel et Yokoyama, 2001), ont révélé une transformation de l'aragonite du squelette minéral en calcite au cours du temps. En datation U-Th, l'âge est considéré comme étant fiable pour les datations utilisées lors de la calibration du radiocarbone lorsque le pourcentage de calcite dans l'échantillon n'excède pas 1%, sinon le système est ouvert (Bard et al, 1990). Le pourcentage % de calcite constituant les coraux du puits du Lazaret est de l'ordre de 30 % indiquant par conséquent un système ouvert avec perte d'uranium et une surestimation de l'âge (Figure 8). Les échantillons du puits ont néanmoins été analysés dans ce travail, par la méthode U-Th par MC-ICP-MS. Ces analyses ont été effectuées au laboratoire HISPEC (High-precision mass spectrometry and environment change laboratory) par Yu-Chun Kan et Chuan-Chou Shen.

les restes fauniques des niveaux archéologiques CI, CII et CIII

Les données obtenues auparavant par la méthode ESR/U-Th combinée sur des dents de mâchoires de cerf (Michel et al., 2009), ont été traitées de nouveau et actualisées afin qu'elles soient en accord avec les récentes avancées méthodologiques. Concrètement, les doses équivalentes De (Gy) ont été déterminées à l'aide du logiciel Microcal OriginPro 9.1 selon les critères de Duval et al. (2016), et les âges ESR/U-Th combinés ont été recalculés en utilisant le logiciel USESR de Shao et al. (2014). Ces nouvelles analyses ont été réalisées en collaboration avec Mathieu Duval (CENIEH). Les dix-sept dents analysées, proviennent des ensembles stratigraphiques CI, CII, CIII des niveaux archéologiques. Elles sont associées à l'industrie lithique, aux restes fauniques et aux restes humains découverts sur le site. Parallèlement aux datations ESR, la stabilité de l'émail dentaire dans le temps a été vérifiée, par des analyses Rietveld des spectres de diffraction DRX (Michel et al., 1995). En effet, l'émail est très bien conservé, contrairement à l'os ou la dentine qui recristallisent dans le temps (Figure 9).



Colonie actuelle de *Cladocora caespitosa* en Méditerranée
(squelette en carbonate de calcium CaCO_3 Aragonite)



système cristallin orthorhombique

Spectres de diffraction RX des coraux du Puits et de la fouille Centre (plage marine B)

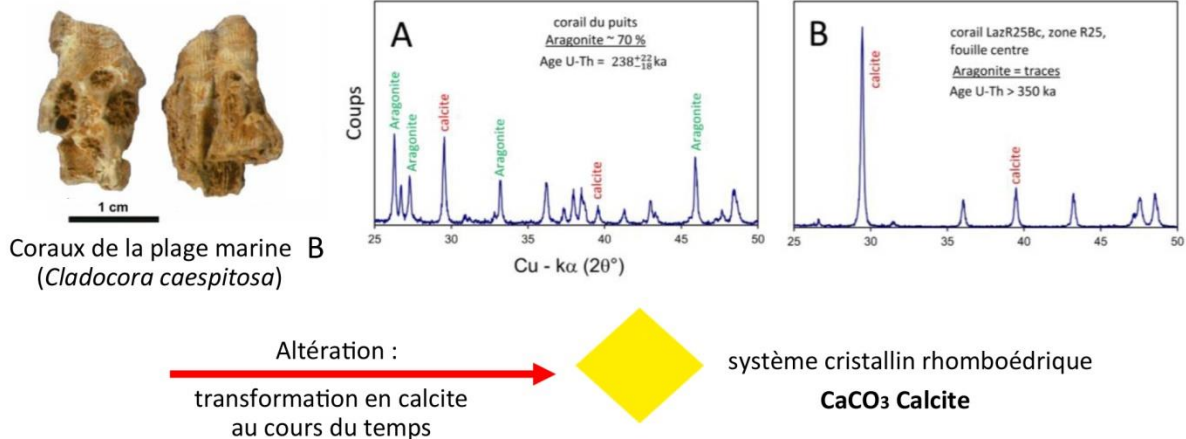


Figure 8. Colonie actuelle de corail *Cladocora caespitosa* constitué d'aragonite et spectres de diffraction XRD des coraux de la grotte du Lazaret constitués d'aragonite et de calcite.

Current aragonite coral of Cladocora caespitosa and XRD diagrams of corals from Lazaret Cave showing a large presence of calcite.

Le plancher stalagmitique E

Pour affiner la datation U-Th du plancher stalagmitique précédemment publiée (Falguères et al., 1992 ; Michel et al., 2011), des carottages ont été réalisés au fond de la grotte en 2014 afin de réaliser des datations U-Th très précises. Ces carottages se situent au niveau de la tranchée TRB (Michel et al., 2018). Une carotte de calcite pure LAZ-N1 a été prélevée dans la zone G26 (Figure 10) et a fait l'objet d'analyses U-Th par MC-ICP-MS par Hsun-Ming Hu, Tsai-Luen Yu et Chuan-Chou Shen au laboratoire HISPEC et des mesures du paléomagnétisme par Huihui Yang et Yu-Min Chou au laboratoire CMM (Center of Marine Magnetism).

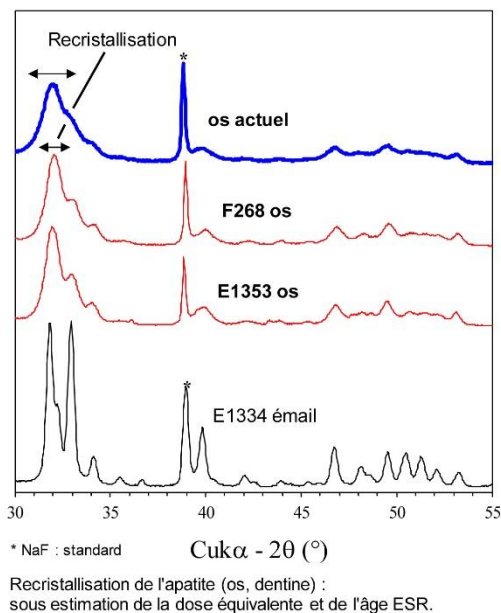
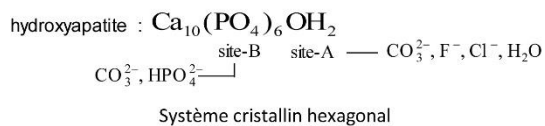
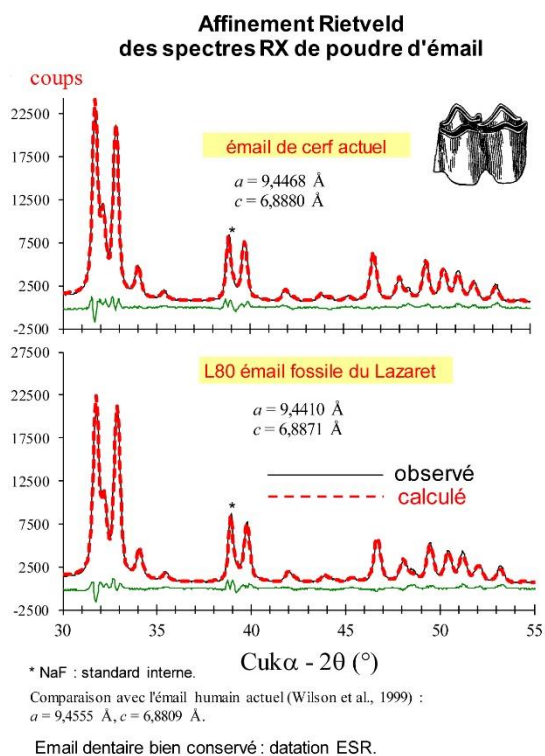


Figure 9. Spectre de diffraction RX (XRD) de l'émail dentaire de cerf du Lazaret (L80 émail) comparé à l'émail actuel, à l'aide de l'analyse Rietveld (Michel et al., 1995). Des spectres similaires indiquant une bonne conservation de l'émail dentaire fossile du Lazaret. Spectres XRD de l'émail de cerf E1334, des os F268 et E1353 du Lazaret comparés à l'os de cerf actuel indiquant une recrystallisation importante de l'os fossile par rapport à l'actuel (Michel et al., 1996).
XRD spectrum of red deer fossil enamel (sample L80) from Lazaret obtained by Rietveld analysis, and compared with modern enamel (Michel et al., 1995). The fossil enamel sample shows a good preservation. XRD spectra of red deer fossil enamel E1334, and of fossil bones F268, E1353 from Lazaret compared to a modern bone, showing evidence of recrystallization in fossil bone samples (Michel et al., 1996).

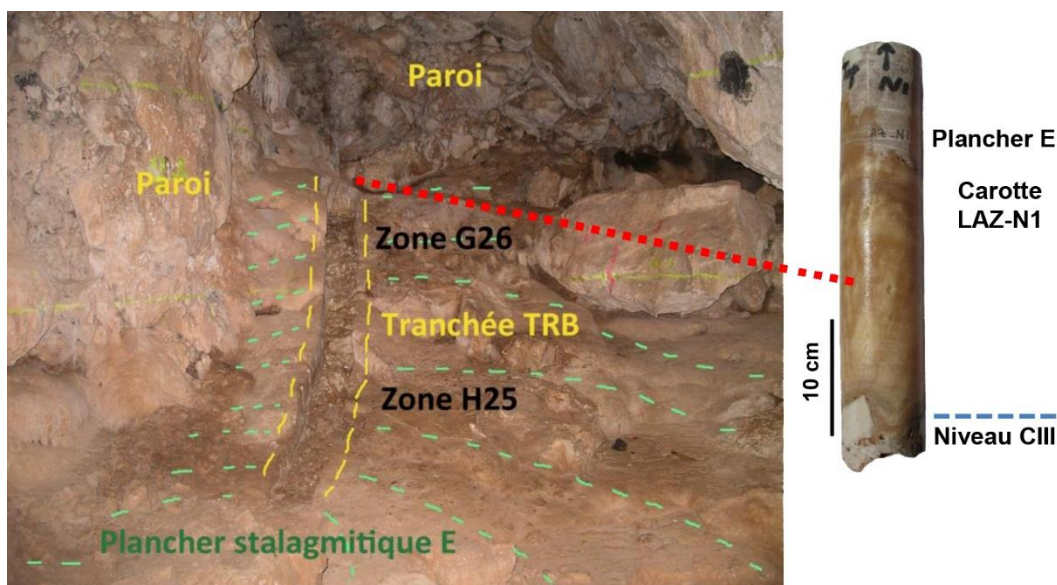


Figure 10. Localisation de la carotte LAZ-N1 du plancher stalagmitique E, en Zone G26, dans la grotte du Lazaret.
Location of the stalagmitic core Laz-N1, in Zone G26, at Lazaret Cave.

Résultats

La grotte du Vallonnet

Les données U-Th obtenues pour tous les échantillons de calcite prélevés en 2013 sont présentées par [Michel et al. \(2017\)](#). La détermination de l'âge U-Pb de l'échantillon PLIV-S (Plancher supérieur IV) n'a pu aboutir car les données du diagramme de Tera-Wasserburg obtenues sont dispersées suggérant différentes provenances du Pb commun non radiogénique, ou l'ouverture du système. Les données U-Pb obtenues avec succès pour trois échantillons de calcite sont présentées : il s'agit des résultats de l'échantillon du plancher inférieur PLI-H1 et de deux échantillons du plancher supérieur VM3 et PLIV-M. Les diagrammes de Tera-Wasserburg correspondants ont été déterminés à l'aide du logiciel Isoplot ([Ludwig, 2003](#)) (**Figure 11**, d'après [Michel et al., 2017](#)). Les rapports $^{234}\text{U}/^{238}\text{U}$ mesurés, ont permis de corriger l'âge U-Pb du déséquilibre initial de la chaîne de désintégration de l'uranium.

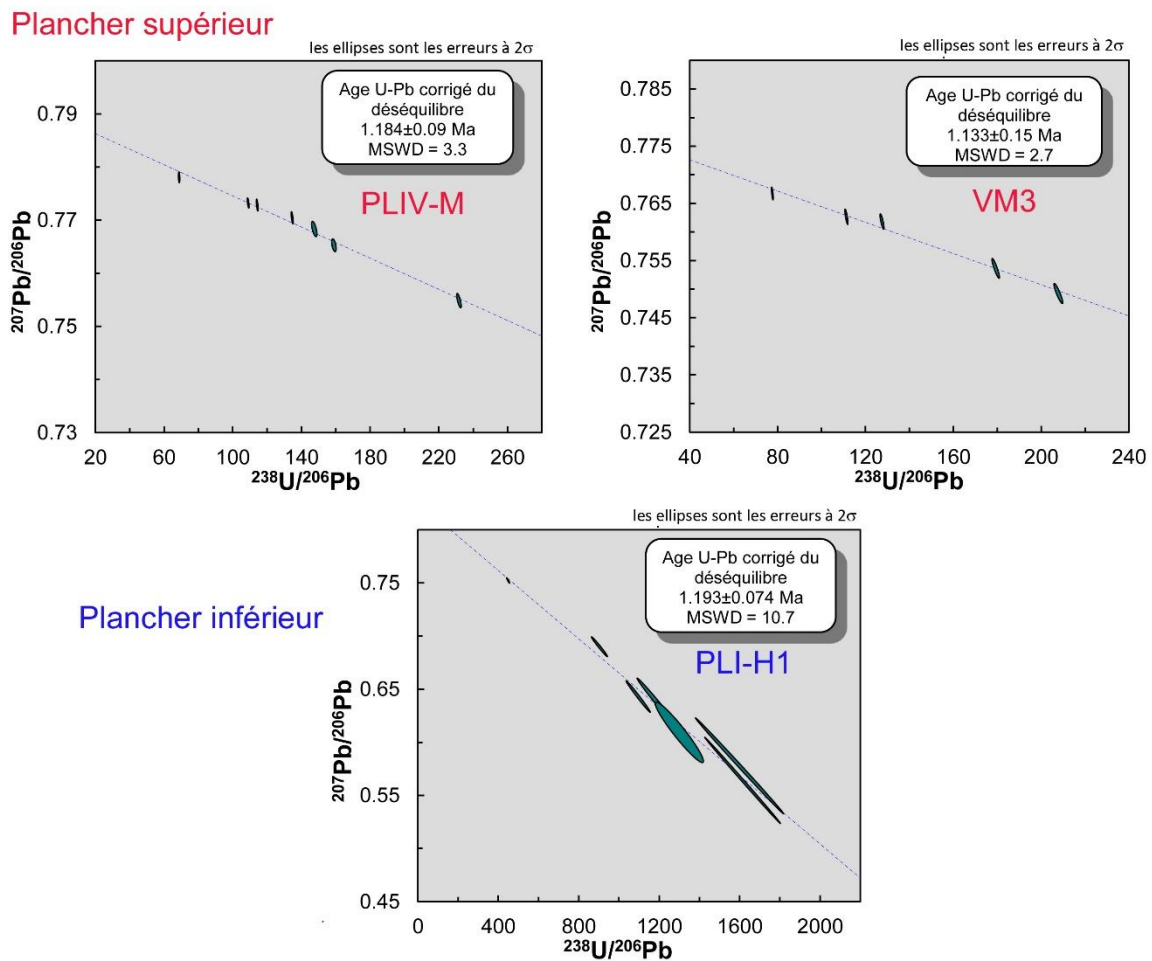
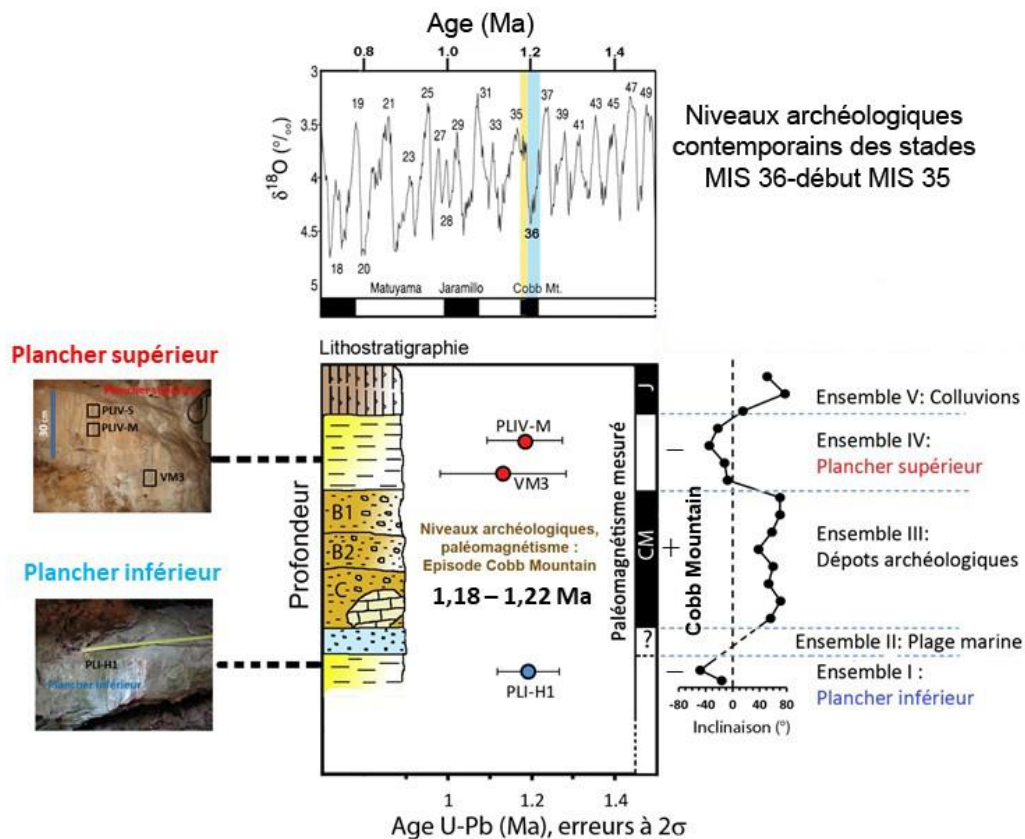


Figure 11. Datations U-Pb : diagrammes Tera-Wasserburg réalisés à l'aide du logiciel Isoplot (Ludwig, 2003) pour les échantillons PLIV-M, VM3 du plancher stalagmitique supérieur IV et PLI-H1 du plancher stalagmitique inférieur I de la grotte du Vallonnet avec correction des âges U-Pb du déséquilibre initial de la chaîne de désintégration de l'uranium, d'après Michel et al., (2017). On note la faible dispersion des données pour les échantillons PLIV-M et VM3 avec un indice statistique MSDW de 3,3 et 1,7 et une légère dispersion pour les données de l'échantillon PLI-H1 avec un indice MSDW de 10,7.

U-Pb dating: Tera-Wasserburg diagrams using Isoplot software (Ludwig, 2003) for PLIV-M, VM3 of the upper flowstone IV and PLI-H1 of the lower flowstone I of Vallonnet Cave taking into account the initial disequilibrium of uranium, after Michel et al. (2017). We note a low dispersion of the data for

the PLIV-M and VM3 samples with a MSDW statistical index of 3.3 and 1.7 and a slight dispersion for the data of the PLI-H1 sample with an MSDW index of 10.7

Le plancher inférieur I est daté de $1,19 \pm 0,07$ Ma et de $1,22 \pm 0,09$ Ma avec un MSWD de 10,7 (*Mean Square of the Weighted Deviation*), correspondant à l'analyse de l'échantillon PLI-H1. Le plancher supérieur IV, est daté de $1,13 \pm 0,15$ Ma et $1,14 \pm 0,15$ Ma (MSWD=2,7) correspondant à l'échantillon VM3 et de $1,18 \pm 0,09$ et $1,17 \pm 0,09$ Ma (MSWD= 3,3) pour l'échantillon PLIV-M. L'indice statistique MSWD, compris entre 2,7 et 10,7, indique une légère dispersion des données mais il est suffisamment faible pour conclure à une assez bonne précision de la détermination des âges U-Pb. Les teneurs en plomb sont comprises entre ~ 6 et 10 ppb pour le plancher stalagmitique supérieur IV et entre 0,3 et 1,8 ppb pour le plancher stalagmitique inférieur. Des teneurs bien distinctes montrant bien la présence de deux planchers stalagmitiques différents. Aussi, les faibles teneurs en Pb mesurées indiquent une faible contribution du Pb commun. Les âges U-Pb de la grotte du Vallonnet sont reportés dans la **Figure 12**, avec les données du paléomagnétisme, d'après Michel et al. (2017). La datation U-Pb et le paléomagnétisme permettent d'attribuer un âge de 1,22-1,18 Ma pour le remplissage archéologique du site, ce qui correspond à l'évènement magnétique Cobb Mountain (1,215-1,178 Ma ; Channell et al., 2020), soit aux stades MIS 36-début 35, en accord avec les données de la biostratigraphie.



Cobb Mountain (CM) = 1,215 à 1,178 Ma (Channell et al., 2020) (durée 37 000 ans)

Figure 12. Représentation des âges U-Pb des planchers stalagmitiques supérieur et inférieur, en fonction de la profondeur dans la séquence stratigraphique de la grotte du Vallonnet, avec les mesures du paléomagnétisme d'après Michel et al. (2017) avec modifications. Les âges U-Pb et le

paléomagnétisme indiquent que le remplissage archéologique s'est déposé au cours de l'évènement Cobb Mountain entre 1,22 et 1,18 Ma soit au cours des stades isotopiques MIS 36-35 d'après Channell et al. (2020). Courbe isotopique $\delta^{18}\text{O}$ de Lisiecki et Raymo (2005).

U-Pb ages of the upper and lower flowstones, with depth, in the stratigraphic section of Vallonnet Cave, with paleomagnetism data after (Michel et al. 2017) with modifications. The U-Pb ages and paleomagnetism constrains the archaeological levels to the Cobb Mountain event, between 1.22 and 1.18 Ma, during the MIS 36-35 after Channell et al. (2020). $\delta^{18}\text{O}$ data after Lisiecki et Raymo (2005).

La grotte du Lazaret

Les coraux de la plage marine B

L'échantillon de corail analysé par MC-ICP-MS fournit un âge très précis de $271,9 \pm 16,1$ ka (2σ), présenté en **Tableau I**. Cependant, ce résultat ne peut être considéré comme étant maximal compte tenu de la valeur élevée du pourcentage de calcite (30 %) dans l'échantillon, indiquant l'ouverture du système.

Tableau I. Analyse U-Th d'un échantillon de corail de la plage marine B. Rapports d'activités mesurés par MC-ICP-MS et âge U-Th. Les erreurs sont à 2σ .

U-Th analysis of coral from marine deposit B. Activity ratios measured by MC-ICP-MS and U-Th age. Errors are 2σ .

Echantillon	Zone	U (ppm)	$^{234}\text{U}/^{238}\text{U}$	$^{230}\text{Th}/^{232}\text{Th}$	$^{230}\text{Th}/^{234}\text{U}$	Age U-Th (ka)
Corail	Puits	$1,771 \pm 0,021$	$1,1480 \pm 0,0018$	26,13	$0,953 \pm 0,016$	$271,9 \pm 16,1$

Les restes fauniques des niveaux archéologiques CI, CII et CIII

Un exemple de dose équivalente est présenté pour l'émail dentaire F354e du Lazaret, déterminée à l'aide de la courbe de croissance obtenue à partir de la hauteur du signal ESR «pic-à-pic» T1-B2 et T1-B1 à l'aide du logiciel ESR-SAT de Yuji Yokoyama (Michel et al. 2009) (**Figure13**). Selon les critères définis par Duval et al. (2016), il est préférable de déterminer la dose équivalente à partir de T1-B2 à l'aide du logiciel OriginPro. La valeur obtenue est alors : $De=265,7 \pm 18,3$ Gy. L'âge déterminé pour cet émail F354e à l'aide du logiciel USESR de Shao et al. (2014) est de 203 ± 25 ka (**Figure14**).

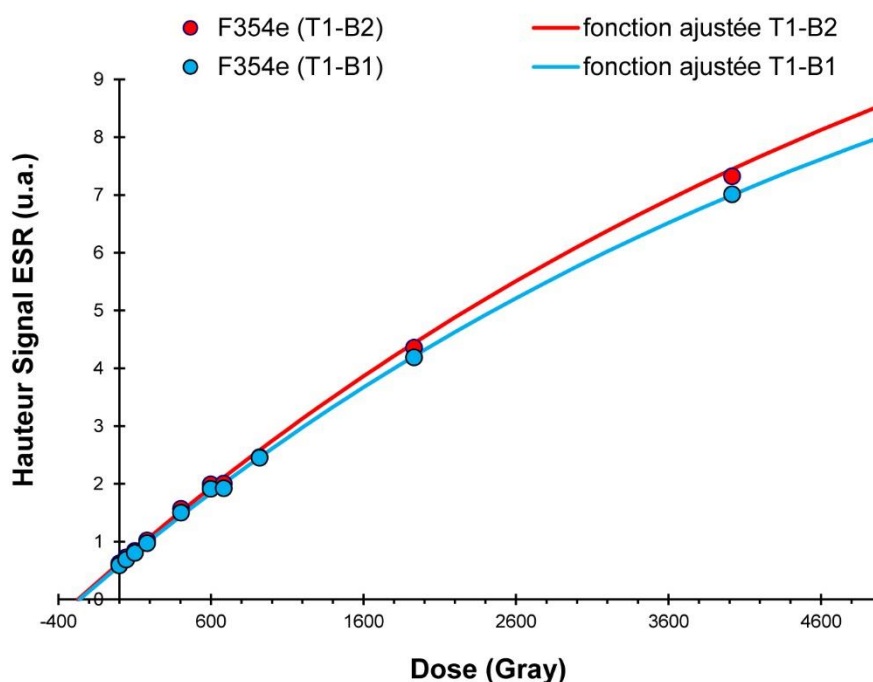


Figure 13. Courbe de croissance du signal ESR de l'émail dentaire de cerf F354e (ensemble stratigraphique CII), comparaison de la dose équivalente D_e obtenue par ajustement d'une fonction exponentielle SSE à l'aide du logiciel ESR-SAT de Yuji Yokoyama (T1-B1 : $D_e = 261,7 \pm 7,2$ Gy ; T1-B2 : $D_e = 272,5 \pm 8,4$ Gy) (Michel et al., 2009).
ESR dose response curve obtained for enamel sample F354e (stratigraphic section CII), SSE fitting comparison between the ESR-SAT software of Yuji Yokoyama (Michel et al.,2009) (T1-B1 : $D_e = 261,7 \pm 7,2$ Gy ; T1-B2 : $D_e = 272,5 \pm 8,4$ Gy).

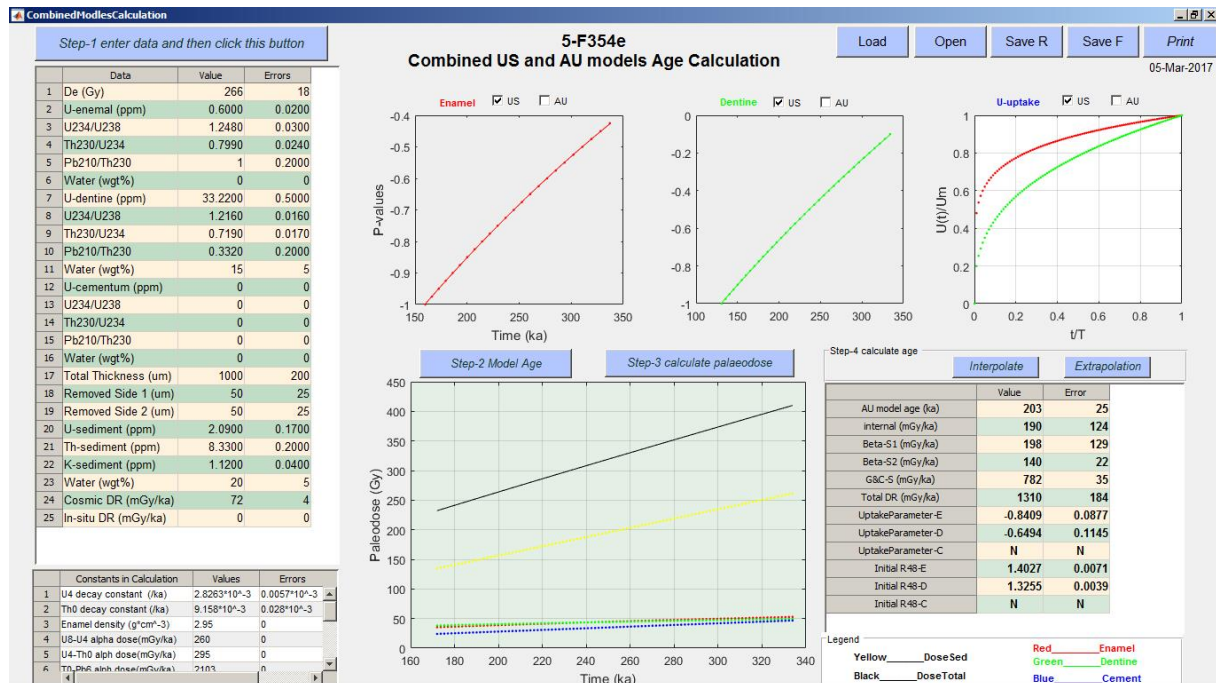


Figure 14. Age ESR/U-Th combiné, déterminé pour l'émail dentaire F354e à l'aide du logiciel USESR de Shao et al. (2014). L'âge ESR/U-Th combiné est de 203 ± 25 ka.
Combined ESR/U-Th age, for the enamel F354 using the USESR software of Shao et al. (2014). The combined ESR/U-Th age for this sample is 203 ± 25 ka.

Toutes les données ESR et U-Th obtenues ont été présentées par Michel et al. (2018). Les âges des dix-sept échantillons d'émail du Lazaret sont compris entre 106 ± 36 ka et 203 ± 25 ka.

Le plancher stalagmitique E

Les âges U-Th très précis sont compris entre $119,7 \pm 2,4$ ka à la base de la carotte et $8,1 \pm 0,7$ ka au sommet de la carotte. A la base de la carotte a été observée une recristallisation de la calcite ne permettant pas d'obtenir des résultats fiables à ce niveau. Le paléomagnétisme mesuré en parallèle indique que la carotte est dominée par une polarité normale, alors que deux intervalles de polarité inverse sont clairement visibles à la base. Celui situé au-dessus de la zone de recristallisation est associé à une datation numérique U-Th de ~ 100 ka qui permet de le corrélérer avec l'évènement magnétique Post-Blake (Singer et al., 2014; Channell et al., 2020). Par ailleurs, l'unique échantillon paléomagnétique situé sous la zone de recristallisation fournit également une polarité inverse qui peut être très corrélée à l'évènement Blake daté de 120 ka (Singer et al., 2014; Channell et al., 2020) compte tenu de la datation U-Th associée ($119,7 \pm 2,3$ ka).

Tous les résultats des datations du Lazaret sont présentés dans la **figure 15**. Les datations ESR/U-Th des échantillons d'émail dentaire de cerf associés aux restes humains montrent que

le remplissage archéologique s'est formé entre 120 ka et 190 ka, soit au cours du stade froid MIS 6.

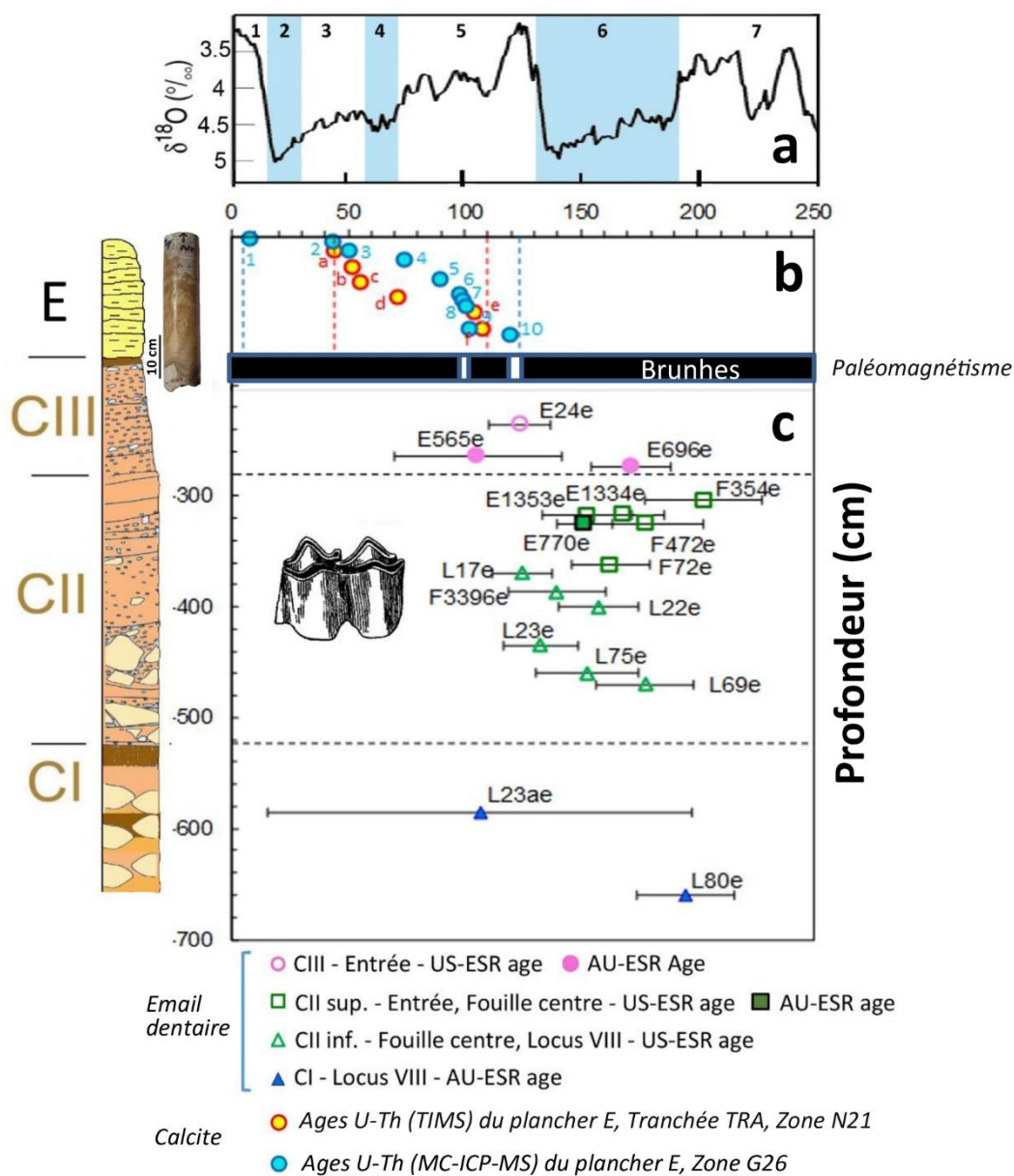


Figure 15. Datation de la grotte du Lazaret. Datations U-Th (TIMS) (Michel et al., 2011), et U-Th par MC-ICP-MS de la carotte LAZ-N1 du plancher stalagmitique E de la grotte du Lazaret (Chou et al., en cours) ; datations ESR/U-Th des échantillons d'émail de cerf des ensembles stratigraphiques CI, CII et CIII ; et résultats des mesures du paléomagnétisme de la carotte LAZ-N1 (plancher stalagmitique E) (Chou et al., en cours) et courbe isotopique $\delta^{18}\text{O}$ de Lisiecki et Raymo (2005).

Lazaret Cave dating. U-Th dating (TIMS) (Michel et al., 2011), and U-Th dating by MC-ICP-MS of the flowstone core LAZ-N1 (E) (Chou et al., in progress); ESR/U-Th dating of enamel samples from stratigraphic levels CI, CII and CIII; and palaeomagnetism of the LAZ-N1 core (flowstone E) (Chou et al., in progress) and $\delta^{18}\text{O}$ data after Lisiecki et Raymo (2005).

Les datations du plancher stalagmitique E par MC-ICP-MS sont comparées aux datations par spectrométrie de masse à ionisation thermique (TIMS) obtenues ultérieurement (Michel et al.,

2011). Elles sont ordonnées stratigraphiquement et montrent que le plancher stalagmitique s'est formé entre 120 ka et 8 ka, plus exactement au cours des périodes tempérées des stades isotopiques 5, 3 et 1, avec l'enregistrement des événements paléomagnétiques Post-Blake à 100 ka et Blake à 120 ka.

Conclusion

Les nouvelles datations obtenues pour la grotte du Lazaret et la grotte du Vallonet *via* une combinaison unique de différentes méthodes indépendantes, appliquées, selon les procédures analytiques et à l'aide des technologies les plus avancées, ont permis d'affiner le cadre chronologique existant. Le remplissage archéologique de la grotte du Vallonet, avec son industrie lithique archaïque du Paléolithique inférieur et ses restes fauniques présentant des traces évidentes de découpe témoignant de la présence des hominines (Michel et al., 2017), s'est déposé, d'après les dernières datations U-Pb et le paléomagnétisme, au cours des stades MIS 36-35, au cours d'une période froide et au début d'une période tempérée, en accord avec la biostratigraphie, soit entre 1,22 et 1,18 Ma. Les niveaux archéologiques acheuléens du site de plein air de Terra Amata se sont déposés au cours du stade 11 d'après la biostratigraphie et le contexte du site, avec une datation ESR à 380 ± 80 ka à affiner. Les niveaux archéologiques de la grotte du Lazaret avec ses restes humains, ses restes fauniques et son industrie lithique marquant la transition du Paléolithique inférieur-moyen, se sont déposés au cours du stade MIS 6, pendant une période froide, entre 120 et 190 ka. Le plancher stalagmitique recouvrant les niveaux archéologiques s'est formé, d'après les dernières datations U-Th, entre 120 et 8 ka pendant les périodes tempérées des stades MIS 5, 3, 1 et a enregistré les événements paléomagnétiques Post-Blake et Blake. Il constitue un repère chronologique important pour le remplissage Pléistocène du Lazaret.

RÉFÉRENCES BIBLIOGRAPHIQUES

- ALVAREZ C., PARES J.M., GRANGER D., DUVAL M., SALA R., TORO I. (2015).- « New magnetostratigraphic and numerical age of the Fuente Nueva-3 site (Guadix-Baza basin, Spain) ». *Quaternary International*, 389, pp. 224–234.
- BAHAIN J.-J. (1993).- « Datation par résonance de spin électronique (ESR) de carbonates et d'émail dentaire quaternaires : potentiel et problèmes ». *Phd Thesis, Muséum National d'Histoire Naturelle, Paris*, 114 p.
- BAHAIN J.-J., Yokoyama Y., FALGUERES C. and SARCIA M.N. (1992).- « ESR dating of tooth enamel : a comparison with K-Ar dating ». *Quaternary Science Reviews*, 11, pp. 245-250.
- BARD E., HAMELIN B., FAIRBANKS R.G., ZINDLER A. (1990).- « Calibration of the ^{14}C timescale over the past 30,000 years using mass spectrometric U-Th ages from Barbados corals ». *Nature*, 354, pp. 405-410.
- BLAIN H.-A., AGUSTI J., LORDKIPANIDZE D., ROOK L., DELFINO M. (2014).- « Paleoclimatic and paleoenvironmental context of the Early Pleistocene hominins from Dmanisi (Georgia, Lesser Caucasus) inferred from the herpetofaunal assemblage ». *Quaternary Science Reviews*, 105, 136-150.
- CARBONELL E., BERMUDEZ DE CASTRO J.M., PEREZ-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., NAVAZO M., RODRIGUEZ J., ROSELL J., ARSUAGA J.L. (2008).- The first hominin of Europe. *Nature*, 452, pp. 465-470.

- CHANNELL, J.E.T., SINGER, B.S., JICHA, B.R. (2020).- “Timing of Quaternary geomagnetic reversals and excursions in volcanic and sedimentary archives”. *Quaternary Sciences Reviews*, 228, 106114.
- DUVAL M., FALGUÈRES C., BAHAIN J.-J., GRÜN R., SHAO Q., AUBERT M., DOLO J.-M., AGUSTI J., MARTINEZ-NAVAROO B., PALMQVIST P., 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)”. *Quaternary Research*, 77, pp. 482-491.
- DUVAL M., GRÜN R. (2016).- “Are published ESR dose assessments on fossil tooth enamel reliable?” *Quaternary Geochronology*, 31, pp. 19-27.
- FALGUÈRES C., LUMLEY DE H., BISCHOFF J. L. (1992).- “U-series dates for stalagmitic flowstone E (Riss/Würm interglaciation) at grotte du Lazaret, Nice, France”. *Quaternary Research*, 38, pp. 227-233.
- FALGUERES C., BAHAIN J.-J., SALEKI H. (1997).- « U-series and ESR dating of teeth from Acheulian and Mousterian levels at La Micoque (Dordogne, France)”. *Journal of Archaeological Science*, 24, pp. 537-545.
- FERRING R., OHMS O., AGUSTI J., BERNA F., NIORADZE M., SHELIA T., TAPPEN M., VEKUA A., ZHVANIA D., LORDKIPANIDZE D. (2011).- “Earliest human occupations at Dmanisi (Georgian Caucasus) dated to 1.85-1.78 Ma”. *Proc. Natl. Acad. Sci. USA* 108, 10432–10436.
- GAGNEPAIN J. (1996).- « Etude magnétostratigraphique des sites du pléistocène inférieur et moyen des Alpes maritimes et d’Italie : la grotte du Vallonnet, Marina Airport, Ca’Belvedere di monte Poggiolo, Isernia la Pineta, Venosa Loreto ». *Phd Thesis, Muséum National d’Histoire Naturelle, IPH, Paris*.
- GARCIA T., FERAUD G., FALGUERES C., LUMLEY DE H., PERRENOUD C., LORDKIPANIDZE D. (2010).- « Earliest human remains in Eurasia: New ⁴⁰Ar/³⁹Ar dating of the Dmanisi hominid-bearing levels, Georgia.” *Quaternary Geochronology*, 5, pp. 443–451.
- GRÜN R. (1989).- “Electron spin resonance (ESR) dating”. *Quaternary International*, 1, pp. 65-109.
- GRÜN R., SCHWARCZ H.P. and CHADAM J. (1988).- “ESR dating of tooth enamel: coupled correction for U-uptake and U-series disequilibrium”. *Nuclear Tracks and Radiation Measurements*, 14, 237-241.
- GRÜN R., MCDERMOTT F. (1994).- “Open system modelling for U-series and ESR dating of teeth”. *Quaternary Geochronology*, 13, pp. 121-125.
- IKEYA M. (1975).- “Dating a stalactite by electron paramagnetic resonance”. *Nature*, 255, pp. 48-50.
- LISIECKI L. E., RAYMO M. E. (2005).- “A Pliocene-Pleistocene stack of 57 globally distributed benthic $\delta^{18}\text{O}$ records”. *Paleoceanography* 20, PA1003.
- LUDWIG K. R. (2003).- “User’s manual for Isoplot 3.0. A Geochronological Toolkit for Microsoft Excel”. *Berkeley Geochronology Center, Special Publication No. 4*.
- LUMLEY DE H. (1988).- « La grotte du Vallonnet, Roquebrune-Cap-Martin, Alpes-Maritimes, Situation géographique, Description, Historique ». *L’Anthropologie*, 92, pp. 387-397.
- LUMLEY DE H. dir. (2009).- « Terra Amata, Nice, Alpes-Maritimes, France : Cadre géogrphique, Historique, Contexte géologique, Stratigraphie, Sédimentologie, Datation ». TOME I, CNRS éd., Paris, 486 p.
- MICHEL V. (1995).- « Etude des influences des processus de fossilisation sur le fondement de la datation radiométrique. Application à la datation par U-Th et ESR de mâchoires (os, dent) de *Cervus elaphus* des niveaux archéologiques de la grotte du Lazaret ». *Phd Thesis, Muséum National d’Histoire Naturelle, Paris*, 240 p.
- MICHEL V., ILDEFONSE Ph., MORIN G. (1995).- “Chemical and structural changes in *Cervus elaphus* tooth enamels during fossilization (Lazaret cave): a combined IR and XRD Rietveld analysis”. *Applied Geochemistry*, 10, pp. 145-159.
- MICHEL V., ILDEFONSE Ph., MORIN G. (1996).- “Assessment of archaeological bone and dentine preservation from Lazaret cave (Middle Pleistocene) in France”. *Palaeogeography, Palaeoclimatology, Palaeoecology*, 126, pp. 109-119.
- MICHEL V., LOCHT J.-L., ANTOINE P., MASAUDI H., YOKOYAMA Y. ET FALGUÈRES C. (1999).- « Datation ESR/U-Th combinée des restes fauniques du site moustérien de plein air de Beauvais (France) ». *Comptes Rendus de l’Académie des Sciences Paris*, 329, pp. 369-375.

- MICHEL V., YOKOYAMA Y., FALGUERES C., IVANOVICH M. (2000).- “Problems encountered in the U-Th dating of fossil red deer jaws (bone, dentine, enamel) from Lazaret Cave: a comparative study with early chronological data”. *Journal of Archaeological Science*, 27, pp. 327-340.
- MICHEL V., YOKOYAMA Y. (2001).- « Méthodes U-Th/ESR en Préhistoire et problèmes d’altération des matériaux : exemple de la datation des carbonates et apatites de la grotte du Lazaret ». In : J-N. Barrandon, P. Guibert, V. Michel (Eds.), *Datation. Actes des XXI^e Rencontres internationales d’archéologie et d’histoire d’Antibes*, 19-21 octobre 2000, Antibes, APDCA, pp. 187-205.
- MICHEL V., SHEN G., VALENSI P., LUMLEY DE H. (2009).- “ESR dating of dental enamel from Middle Palaeolithic levels at Lazaret Cave, France”. *Quaternary Geochronology*, 4, pp. 233-240.
- MICHEL V., SHEN G., SHEN C.-C., FORNARI M., VÉRATI C., GALLET S., SABATIER D. (2011).- « Les derniers *Homo heidelbergensis* et leurs descendants les néandertaliens : Datation des sites d’Orgnac 3, du Lazaret et de Zafarraya ». *Comptes Rendus Palevol*, 10, 577-587.
- MICHEL V., SHEN C.-C., WOODHEAD J., HU H.-M., WU C.-C., MOULLE P.-E., KHATIB S., CAUCHE D., MONCEL M.-H., VALENSI P., CHOU Y.-M., GALLET S., ECHASSOUX A., ORANGE F., LUMLEY DE H. (2017).- “New dating evidence of the early presence of hominins in Southern Europe”. *Scientific Reports*, 7, Article number: 10074.
- MICHEL V., DUVAL M., SHEN G. (2018). – « Datation des dépôts pléistocènes de la grotte du Lazaret ». In : Les restes humains de la grotte du Lazaret, Nice, Alpes-Maritimes, France. Des *Homo erectus* européens évolués en voie de néandertalisation (dir. Marie-Antoinette de Lumley) CNRS éd., Paris, chapitre II, p. 37-50. ISBN: 978-2-271-12018-2.
- RICHARD D. A., BOTTRELL S. H., CLIFF R. A., STRÖHLE K., ROWE P. J. (1998).- “U-Pb dating of a speleothem of Quaternary age”. *Geochimica Cosmochimica Acta* 62, 3683–3688.
- SHAO Q., BAHAIN J.-J., DOLO J.-M., FALGUERES C. (2014).- “Monte Carlo approach to calculate US-ESR age and age uncertainty for tooth enamel”. *Quaternary Geochronology*, 22, 99-106.
- SHEN C.-C., WU C.-C., CHENG H., EDWARDS R. L., HSIEH Y.-T., GALLET S., CHANG C.-C., LI T.-Y., LAM D. D., KANO A., HORI M., AND SPÖTL (2012).- "High-precision and high-resolution carbonate ²³⁰Th dating by MC-ICP-MS with SEM protocols". *Geochimica et Cosmochimica Acta*, 99, pp. 71-86.
- SINGER B. S., GUILLOU H., JICHA B. R., ZANELLA E., CAMPS P. (2014).- “A Quaternary geomagnetic instability time scale”. *Quaternary*, 21, 29-52.
- STEARNS C.E., THURBER D.L. (1965). – “²³⁰Th-²³⁴U dates of late Pleistocene marine fossils from the Mediterranean and Moroccan littorals”. *Quaternaria*, 7, 29-42.
- TERA, F., WASSERBURG, G.J. (1972).- “U-Th-Pb systematics in three Apollo 14 basalts and the problem of initial Pb in lunar rocks”. *Earth and Planetary Science Letters*, 14, pp. 281–304.
- TORO-MOYANO I., MARTINEZ-NAVARRO B., AGUSTI J., SOUDAY C., BERMUDEZ DE CASTRO J.M., MARTINON-TORRES M., FAJARDO B., DUVAL M., et al. (2013).- “The oldest human fossil in Europe, from Orce (Spain)”. *Journal of Human Evolution*, 65, pp. 1–9.
- WALKER J., CLIFF R. A., LATHAM A. G. (2006).- “U-Pb Isotopic Age of the StW 573 Hominid from Sterkfontein, South Africa”. *Science* 314, 1592-1594.
- WINTLE A. G., AITKEN M. J. (1977).-“Thermoluminescence dating of burnt flint. Application to a Lower Paleolithic Site, Terra Amata”. *Archaeometry*, 19, pp. 111-130.
- WOODHEAD J., HELLSTROM J., MAAS R., DRYSDALE R., ZANCHETTA G., DEVINE P., TAYLOR E. (2006).- “U-Pb geochronology of speleothems by MC-ICPMS”. *Quaternary Geochronology*, 1, pp. 208–221.
- WOODHEAD J., PICKERING R. (2012).- “Beyond 500 ka: Progress and prospects in the U-Pb chronology of speleothems, and their application to studies in paleoclimate, human evolution, biodiversity and tectonics”. *Chemical Geology*, 322–323, pp. 290–299.
- YOKOYAMA Y., QUAEGEBEUR J.-P., BIBRON R., LEGER C., NGUYEN H.-V., POUPEAU G. (1981a).- “Electron spin resonance (ESR) dating of stalagmites of the Caune de l’Arago at Tautavel”. In *Absolute dating and isotope analysis in prehistory - methods and limits* (eds. H. de Lumley and J. Labeyrie), CNRS éd., Paris, pp. 507-532
- YOKOYAMA Y., QUAEGEBEUR J. P., BIBRON R., LEGER C., NGUYEN H.V., POUPEAU G. (1981b).- “Electron spin resonance (ESR) dating of bones of the Caune de l’Arago at Tautavel”.

- In *Absolute dating and isotope analysis in prehistory - methods and limits* (eds. H. de Lumley and J. Labeyrie), CNRS éd., Paris, pp. 457-492.
- YOKOYAMA Y., FALGUERES C., QUAEGEBEUR J.P. (1985).- « ESR dating of quartz from quaternary sediments: first attempt ». *Nuclear Tracks*, 10, pp. 921-928.
- YOKOYAMA Y. QUAEGEBEUR J.-P., BIBRON R., LEGER C., CHAPPAZ N., MICHELOT C., SHEN G., NGUYEN H.-V. (1983). – « ESR dating of stalagmites of the Caune de l’Arago, the grotte du Lazaret, the grotte du Vallonnet and the Abri Pié-Lombard: a comparison with the U-Th method. *Pact* 9, pp. 381-389.
- YOKOYAMA Y., BIBRON R., FALGUERES C. (1988).- « Datation absolue des planchers stalagmitiques de la grotte du Vallonnet à Roquebrune-Cap-Martin (Alpes-Maritimes) France, par résonance de spin électronique (ESR) ». *L’Anthropologie*, 92, pp. 429–436.