



**HAL**  
open science

## **Biocorrosion et art pariétal : une exclusion mutuelle à l'origine de vides archéologiques**

Laurent Bruxelles, Manon Beauvillier, Lionel Barriquand, Didier Cailhol, Élodie Dardenne, Anne-Lise Develle, Millena Frouin, Philippe Galant, Jean-Louis Galera, Kim Genuite, et al.

### ► **To cite this version:**

Laurent Bruxelles, Manon Beauvillier, Lionel Barriquand, Didier Cailhol, Élodie Dardenne, et al.. Biocorrosion et art pariétal : une exclusion mutuelle à l'origine de vides archéologiques : Méthodologie, premiers résultats et nouvelles perspectives de recherche. Hiatus, lacunes et absences : identifier et interpréter les vides archéologiques. Actes du 29e Congrès préhistorique de France, 31 mai-4 juin 2021, Toulouse, Session Les espaces vides : preuves d'absences ou absences de preuves ?, Société préhistorique française, pp.85-104, 2024. hal-04537266

**HAL Id: hal-04537266**

**<https://hal.science/hal-04537266>**

Submitted on 10 Apr 2024

**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.



Open licence - etalab

## **Biocorrosion et art pariétal : une exclusion mutuelle à l'origine de vides archéologiques Méthodologie, premiers résultats et nouvelles perspectives de recherche**

### ***Biocorrosion and Rock Art: A Mutual Exclusion at the Origin of Archaeological Voids Methodology, First Results and New Research Perspectives***

Laurent BRUXELLES, Manon BEAUVILLIER, Lionel BARRIQUAND, Didier CAILHOL,  
Élodie DARDENNE, Anne-Lise DEVELLE, Millena FROUIN, Philippe GALANT,  
Jean-Louis GALERA, Kim GENUITE, Yanik LE GUILLOU, Sixtine HOELLINGER,  
Stéphane JAILLET, David KANIEWSKI, Bruno LARTIGES, Gaël LE ROUX, Thierry OTTO,  
Céline PALLIER, Céline PISAPIA, Stéphane PFENDLER, Edwige PONS-BRANCHU,  
Stéphanie TOURON, Nathalie VANARA

**Résumé :** Depuis des millénaires, les hommes et les animaux ont fréquenté le milieu souterrain. Les grottes sont donc réputées pour les vestiges archéologiques qu'elles contiennent, dont notamment des œuvres pariétales, mais aussi pour abriter des colonies de chauves-souris parfois très importantes.

Si l'impact des chiroptères sur le milieu souterrain est connu depuis quelques années pour la formation de coupoles en *bell holes* au plafond et pour les altérations localisées provoquées par « les jus de guano » sur les parois et au sol, il apparaît désormais que cet impact avait été largement sous-évalué. En effet, ces dernières années, les recherches en karstologie ont intégré et développé cet aspect, révélant à quel point, même sous nos latitudes, l'impact de la biocorrosion est majeur. Ainsi, il est désormais acquis que les parois des grottes qui ont été occupées à différentes périodes par d'importantes colonies de chauves-souris ont été fortement modifiées. Elles sont non seulement altérées, mais aussi parfois très largement refaçonnées, au point que les sections de la galerie ont considérablement augmenté. De nouvelles formes de parois, jusque-là interprétées différemment voire inconnues, ont été identifiées, procurant de nouvelles clés de lecture des morphologies pariétales.

Dans les grottes initialement ornées, les œuvres pariétales ont été les premières touchées par ce recul puisqu'elles se situent à l'interface entre la roche et l'atmosphère de la cavité. On peut donc imaginer que là où la biocorrosion a agi, les traces des artistes de la Préhistoire ont disparu. L'identification de l'impact de la biocorrosion permet donc d'expliquer certains « vides » archéologiques, et surtout de relativiser les absences d'œuvres dans certaines parties de cavité, voire dans certaines grottes. En retour, compte tenu de la généralisation de ce phénomène, on peut alors s'étonner qu'il reste encore des cavités ornées. Les exemples les plus célèbres (Mas d'Azil, Ariège ; Chauvet, Ardèche ; Cosquer, Bouche-du-Rhône ; Lascaux, Dordogne...) montrent qu'il s'agit la plupart du temps de grottes ou de parties de grottes qui n'étaient plus accessibles aux chiroptères ; c'est-à-dire qu'après le passage des artistes, une fermeture localisée ou généralisée de la cavité a bloqué l'accès aux chauves-souris, permettant la préservation de ces œuvres fragiles jusqu'à leur découverte. Il est donc important désormais de revoir l'ensemble des grottes ornées, mais aussi des cavités occupées au cours du Paléolithique

pour évaluer en détail l'impact de la biocorrosion. Cette approche, nécessairement interdisciplinaire, regroupe des géomorphologues, des archéologues, des géochimistes, et également des climatologues, des éthologues et des microbiologistes. Plusieurs programmes de recherche interdisciplinaires, dont un programme collectif de recherche (PCR), viennent donc d'être lancés. Les résultats concernent bien entendu l'archéologie et aussi d'autres aspects comme les paléoenvironnements, l'anthropisation, l'éthologie et l'évolution des espèces de chiroptères, mais également la protection des sites archéologiques, du patrimoine bâti et des chauves-souris, elles aussi en danger.

**Mots-clés :** biocorrosion, chauves-souris, guano, phosphate, pollen, isotope, paléoenvironnement, anthropisation, taphonomie, conservation du patrimoine, éthologie des chiroptères.

**Abstract:** For millennia, men and animals have frequented the caves. They are therefore known for their archaeological remains, including rock art, but also for sheltering sometimes exceptionally large colonies of bats.

The impact of bats on the underground environment has been identified for a few years with for example the development of bell holes on the ceiling and for the localized weathering caused by guano leachates on the walls. It now appears that this impact had been greatly underrated. Indeed, in recent years, research in karst science has integrated and developed this aspect, revealing the extended impact of biocorrosion, even in temperate latitudes. Thus, it is now accepted that the walls of caves that have been occupied at different times by large colonies of bats have been greatly modified. They are not only weathered, but also sometimes very largely reshaped, to the point that the volume of the gallery has considerably increased. New wall features, hitherto unknown, have been identified and a whole new catalog invites the re-reading of parietal morphologies.

Obviously, in the initially decorated caves, rock art was the first affected by this retreat since it is located at the interface between the rock and the cave atmosphere. We can easily imagine that where biocorrosion was active, these traces of prehistoric artists may have disappeared. The identification of the impact of biocorrosion therefore makes it possible to explain certain "voids", without rock art, and above all to put into perspective the absence of rock art in some parts of the caves or even in some caves. In return, given the generalization of this phenomenon, we can then even ask why there are still decorated cavities? The most outstanding examples show that these are nearly always caves or parts of caves that were no longer accessible to bats. In these specific cases, a localized or generalized plugging of the caves blocked access to the bats after the passage of the artists, allowing the conservation of these fragile remains until today.

It is therefore important now to review all the decorated caves, but also the cavities occupied or accessible during the Palaeolithic, to assess in detail the impact of biocorrosion. This necessarily interdisciplinary approach brings together geomorphologists, archaeologists, geochemists, as well as climatologists, ethologists and microbiologists. Several interdisciplinary research programs, including a Collective Research Program (PCR), have therefore just been launched. The results of course concern archaeology, but also other aspects such as paleoenvironments, anthropization, ethology and the evolution of bats, and can be helpful for the conservation of archaeological sites and historical monuments.

During 2021, more than a hundred cavities were visited in South of France. The identification of many features of biocorrosion has enabled us to begin the construction of a catalog allowing users of the underground environment (speleologists, karstologists, archaeologists, chiropterologists, etc.) to identify these forms and to know how to interpret them. Several high-resolution 3D scans of cavities were performed to quantify these features. They will serve as a basis for aerological modelling and in particular to better understand the dissemination of acid gases released from guanos decay. More than 200 samples were taken for geochemical analyses, dating, extraction of paleoenvironmental data or to try to find DNA from ancient bat colonies. Many of them are still in progress, but the first results overpass our expectations. Thus, we were able to identify many types of phosphates and the complex reactions that lead to their formation in caves. They do not originate from megafauna bones as it was claimed before, but rather from the mineralization and leaching of bat guanos. Regarding guano deposits, we have developed a pollen extraction protocol and the first analyzes show the full potential for paleoenvironmental reconstructions. Thus, in one core, we observed the fairly fast passage from the mixed oak forest to an open environment marked by agro-pastoral activities. We therefore perceive the impact of Man on the landscape during the end of the Neolithic. In the same core, isotopic analyzes show the appearance of a copper peak. It is contemporary with the phase of anthropization shown by the pollens and reflects the beginning of copper metallurgy which signal has been concentrated in the guano of bats, via insects. This single example therefore shows the potential of guano studies, which now constitute a new proxy in karst environments that usually provide limited paleoenvironmental information.

An important series of dating was also conducted in order to constrain the paces of this evolution and to be able to correlate it with human activities. Several U/Th dating have been conducted on speleothems weathered by biocorrosion and then sealed by a new generation of calcite. This shows us that biocorrosion can be old and sometimes go back to the Eemian. By its action of smoothing the walls of the caves, it prepared the background for the Paleolithic artists as in the caves of Pech Merle (Lot) or Chauvet (Ardèche). <sup>14</sup>C dating of guanos also held their share of surprises, since it yielded sequences covering both the contemporary period and the historical periods, but also the entire Holocene and even the Upper Pleistocene. Some of these guanos have been dated to 48 ka BP. We will therefore soon have the possibility of studying the paleoenvironments of ancient periods, covering the entire history of our species, *Homo sapiens*, since its arrival in Europe. Thanks to the support of the MSH-T within the framework of the APEX 2021 call for projects, we have been able to develop cross-approaches, involving Toulouse laboratories, allowing both to better characterize the processes of biocorrosion and correlative features that can be detected on the walls, but also to develop paleoenvironmental approaches. This research, also conducted within the framework of a Collective Research Program (Ministry of Culture), with the support of Occitanie region and PyGar research program, has enabled significant progress in this innovative but very promising field.

**Keywords:** biocorrosion, bats, guano, phosphate, pollens, isotopes, palaeoenvironments, anthropization, taphonomy, heritage preservation.

## 1. INTRODUCTION

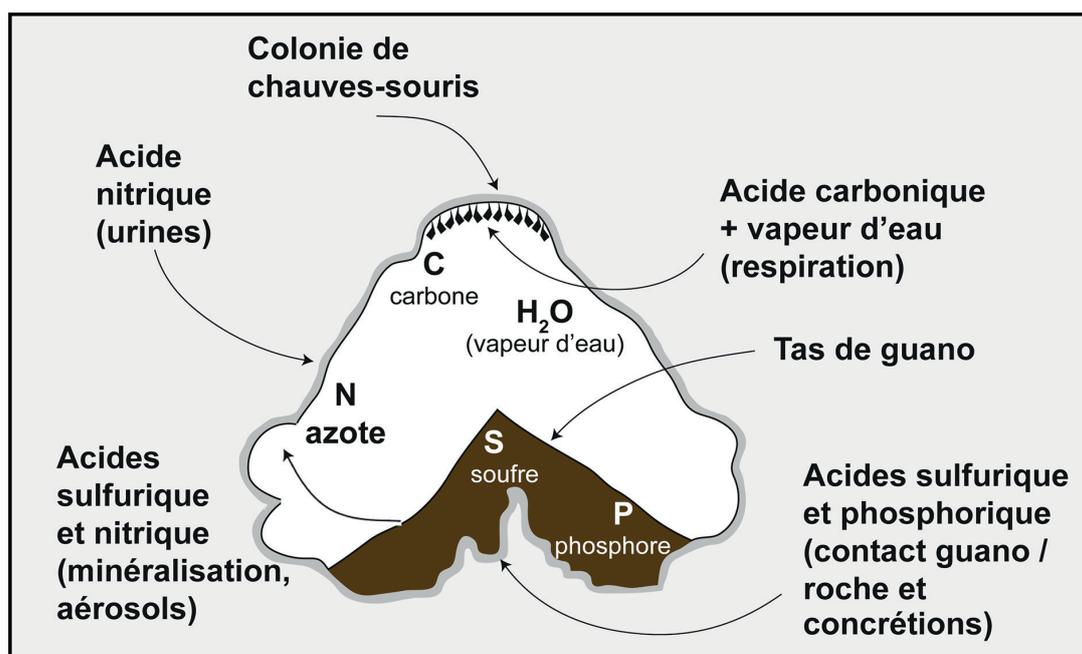
Depuis quelques années, la biocorrosion, et surtout celle liée à l'occupation des cavités par des colonies de chauves-souris, apparaît comme un facteur de première importance dans l'évolution des parois, et ce même à une grande distance de l'entrée. La présence des chiroptères, par leur métabolisme et par la constitution de tas de guano, modifie radicalement le milieu des grottes, originellement très stable, en induisant des conditions thermiques, climatiques, chimiques et microbiologiques aussi dynamiques qu'agressives (fig. 1). La respiration des chauves-souris dégage de la vapeur d'eau qui condense autour d'elles sur la voûte et du CO<sub>2</sub> qui passe en solution dans le film d'eau. Ce voile d'eau, légèrement agressif, dissout le calcaire et conduit à la formation de coupoles de plafond dont les *bell holes* sont une forme caractéristique (Lundberg et McFarlane, 2009 et 2012). Toutefois, c'est surtout la minéralisation des accumulations de guano au sol qui génère le plus de perturbations. Des acides puissants, comme l'acide sulfurique, carbonique et nitrique, sont volatilisés des accumulations de guano en cours de minéralisation et s'élèvent sous forme d'aérosols grâce à la chaleur issue de la fermentation, véhiculés par l'aérogologie de la galerie, léchant les parois de la grotte. Leur condensation se fait sous la forme d'un film d'eau acide qui corrode l'encaissant carbonaté. L'impact de ce processus ne se limite pas à la seule altération des parois : il conduit à une véritable modification de la morphologie de toute la section de la galerie, y compris des sols. En effet, la décomposition des tas de guano permet le transport d'acides forts, comme l'acide phosphorique,

dans le sol de la grotte, altérant le remplissage sédimentaire ainsi que le substrat. Ces phénomènes ou cascades de phénomènes, très rapides compte tenu de la sensibilité des calcaires à des conditions d'attaques chimiques très agressives, peuvent aboutir au refaçonnage complet des galeries, voire à leur expansion pouvant atteindre un doublement du volume initial du conduit (Audra *et al.*, 2016 ; Barriquand *et al.*, 2021).

En 2021, plusieurs programmes de recherches ont été lancés autour d'un programme collectif de recherche (PCR) dédié à la biocorrosion. Ainsi, un PEPS blanc (INEE du CNRS) et un APEX (MSHS-Toulouse) ont été obtenus. Depuis 2022, toujours en parallèle de ce PCR, une subvention de la région Occitanie et une autre de la Zone atelier PyGar nous ont permis d'accélérer le rythme de recherche, couplant les approches de terrain avec un large volet analytique. Des développements vers les pays d'Europe centrale et vers l'Afrique subsaharienne sont en cours et démontrent l'universalité de ce phénomène ainsi que toutes les perspectives de recherche qu'ouvre la biocorrosion au sens large.

### 1.1. Identification de la biocorrosion causée par les chauves-souris

Jusqu'à présent, l'impact de la biocorrosion sur les parois de cavités avait surtout été décrit dans les régions intertropicales (King-Webster et Kenny, 1958 ; Lundberg et McFarlane, 2009 et 2012). Il était implicitement admis que c'était dans des conditions climatiques très favorables au développement de très grosses colonies de chauves-souris (plusieurs centaines de milliers d'individus) que ce phénomène était possible et qu'il avait une



**Fig. 1** – Distribution des agents acides à partir des phases gazeuses et liquides issues de la minéralisation des tas de guano (d'après Audra *et al.*, 2016).

*Fig. 1* – Distribution of acidic agents from the gaseous and liquid phases resulting from the decay of bats guano (from Audra *et al.*, 2016 modified).



**Fig. 2** – Des morphologies comparables à celles décrites par J. Lundberg et D. A. McFarlane (2012) dans les grottes tropicales sont reconnaissables ici, dans la grotte d'Aldène (Hérault ; cliché P. Galant, DRAC Occitanie).

**Fig. 2** – Wall and roof features, comparable to those described by J. Lundberg and D. A. McFarlane (2012) in tropical caves, are recognizable here, in the cave of Aldène (Hérault; photo P. Galant, DRAC Occitanie).

expression morphologique tangible. Cependant, il n'avait pas été envisagé que la biocorrosion puisse également s'exprimer sous nos latitudes (Europe de l'Ouest) et dans des proportions parfois comparables à celle des cavités tropicales.

Ce n'est donc que très récemment, notamment en comparant les formes de biocorrosion que nous avons étudiées au Botswana (Dandurand *et al.*, 2019) avec celles que nous percevions dans les grottes du sud de la France, que nous avons réalisé l'ampleur de ce phénomène dans nos régions. En effet, la plupart des grottes naturellement accessibles de longue date ont été colonisées par des chauves-souris. Elles présentent des formes de biocorrosion plus ou moins marquées, mais que nous savons désormais déchiffrer (Audra *et al.*, 2016, 2017 et 2019 ; Bruxelles *et al.*, 2016, 2022a et 2022b ; Cailhol et Vanara, 2018 ; Cailhol, 2019). Dans certaines cavités, comme la grotte d'Azé (Saône-et-Loire), l'ampleur de la biocorrosion n'a rien à envier aux grottes tropicales. Ici, la section de la galerie d'entrée a été multipliée par deux, uniquement du fait de la biocorrosion (Barriquand *et al.*, 2021) voire encore plus dans la grotte du Déroc (Ardèche ; Audra *et al.*, 2016). Plusieurs cavités du sud de la France présentent également des impacts de très grande ampleur aboutissant à un refaçonnage total des galeries. Ce sont notamment les grottes d'Aldène (Hérault ; fig. 2),

de la Roquette (Gard) ou de l'Herm (Ariège) par exemple (Bruxelles *et al.*, 2021).

## 1.2. Les questions posées par la biocorrosion

L'identification et l'universalité des processus de biocorrosion en grotte soulèvent de nouveaux questionnements auxquels nous proposons de répondre collectivement dans le cadre de notre PCR par des approches croisées.

- Dans quelle mesure la répartition actuelle des grottes ornées reflète-t-elle une sélection originellement opérée par les sociétés préhistoriques ? La distribution actuelle des motifs et des panneaux ornés au sein des sites traduit-elle un choix initial ? Ou est-ce seulement la fraction résiduelle qui est aujourd'hui visible, uniquement là où les parois ont été conservées et préservées des altérations postérieures les plus actives, dont la biocorrosion ?
- Quelles sont les modifications chimiques et minéralogiques spécifiques induites sur les parois par la présence en nombre de colonies de chauves-souris, l'accumulation et la minéralisation de guano et des chaînes trophiques qui s'y rattachent ? La présence de certains dépôts minéraux phosphatés, dont la source de phosphore peut être due à la présence de guano, est-elle un

indicateur de biocorrosion passée ou actuelle ? Quels outils peut-on développer pour les détecter et les distinguer des autres sources de phosphates ?

- Quelle est l'influence des chauves-souris sur les communautés microbiennes des cavités ? Quels cortèges microbiens sont associés à la présence des chauves-souris ? Quel est le rôle de ces communautés microbiologiques dans le processus d'altération des parois, lié à de la biocorrosion ? Est-ce que la présence ou l'identification de la présence d'une ou de plusieurs communautés peuvent être considérées comme des indicateurs de biocorrosion en cours ou passée ?
- Quelles informations paléoenvironnementales peut-on extraire des guanos de chauves-souris ? Ces guanos peuvent-ils être considérés comme de nouveaux *proxies* corrélables avec les données archéologiques ? L'étude de l'ADN ou de proxies géochimiques ou isotopiques peut-elle fournir des informations complémentaires sur l'écologie des chiroptères ou sur l'impact de l'anthropisation ?
- Comment appréhender l'impact actuel de la présence de chauves-souris dans les grottes ornées, et également dans les sites archéologiques, historiques, voire le patrimoine bâti ? Quels moyens peut-on mettre en œuvre pour détecter ces altérations de manière préventive et comment y remédier ?

Il ne sera malheureusement pas possible de répondre à toutes ces questions dans cet article. Toutefois, nous présenterons la méthodologie mise en place dans le cadre de ce programme de recherche original afin de répondre à ces questions. Des résultats préliminaires, bien que parcellaires, seront livrés. Nous verrons qu'ils ouvrent déjà vers de riches perspectives dans des domaines que nous ne soupçonnions pas au départ, permettant de sortir de la grotte et du strict cadre des sites archéologiques. Ce sont tous les avantages de nouvelles approches croisées, avec une équipe fondamentalement interdisciplinaire et avant tout complémentaire.

## 2. APPROCHE MÉTHODOLOGIQUE

Cette problématique étant nouvelle, il a fallu constituer une équipe de recherche spécifique, regroupant plusieurs laboratoires à travers la France et faisant interagir des disciplines très variées. L'approche karstologique et géoarchéologique se place au centre de cette thématique, réussissant le pari de faire travailler ces disciplines en synergie.

### 2.1. Champs disciplinaires et équipe de recherche

De nombreux travaux ont déjà été consacrés à certains impacts de la présence en grotte de colonies de chauves-souris en région tropicale, à l'étude des pollens contenus dans les guanos, aux phosphates provenant de leur minéralisation ou à leur impact sur les vestiges

archéologiques. Or, ceux-ci ne traitent bien souvent que d'un aspect en particulier et nous avons voulu développer un programme de recherche qui prenne en compte l'ensemble de ces aspects. Seule une étude intégrée, interdisciplinaire et multiscale peut apporter des éléments de réponse globaux. Étudier la biocorrosion implique de comprendre l'ensemble de la chaîne de processus physiques, chimiques et biologiques et de prendre en compte leurs interrelations. Elle doit également être mise en perspective avec les données archéologiques, géomorphologiques, paléoenvironnementales, éthologiques et écologiques. C'est toute la difficulté et aussi tout l'intérêt de cette approche méthodologique. Bien sûr, celle-ci est évolutive et s'adapte aux découvertes et à l'avancement différentiel des observations, des analyses ou du traitement des données, mais aussi aux questionnements nouveaux qui ne manqueront pas d'apparaître.

Partant d'un constat géomorphologique que nous sommes désormais capables de réaliser, les karstologues sollicitent les archéologues et leur connaissance de l'art pariétal. En retour, les archéologues fournissent des informations sur les sites, leur chronologie, leur degré d'intégrité grâce à l'étude taphonomique des parois ornées, qui accompagne les relevés pariétaux. À ce niveau, la participation de plusieurs géoarchéologues est un gage de dialogue et d'échanges constructifs, puisque ces derniers se situent justement à l'interface de plusieurs disciplines. Les géologues et les géochimistes précisent les processus d'altération des parois et mettent au point des protocoles analytiques contribuant à mieux caractériser la biocorrosion passée ou actuelle. Ceci est également complété au travers d'une approche géo(micro)biologique et d'études des transformations minérales et du lien entre phases secondaires minérales et composés organiques potentiellement d'origine microbienne, mais aussi de l'identification des micro-organismes en présence, en relation directe ou indirecte avec le dépôt de guano de chauve-souris. Les échanges entre karstologues et géochimistes permettent d'évaluer l'extension des phénomènes de biocorrosion dans la cavité, au-delà des formes visibles. Les microbiologistes précisent les communautés bactériennes qui se développent dans ces environnements et leurs rôles dans le démarrage ou dans l'amplification des processus en jeu. Les karstologues contribuent à la documentation et à l'évaluation des dynamiques en jeu à partir de ces phénomènes, sur la base de la description et de la cartographie des morphologies des conduits et des dynamiques aérologiques qui opèrent. En même temps, les archéologues indiquent les hiatus qu'il convient de questionner et de tester.

Tout au long de ces recherches, des chiroptérologues apportent des informations concernant l'éthologie des chauves-souris afin de mieux comprendre les choix d'implantation et également le type d'impact selon le régime alimentaire, l'éthologie ou la saisonnalité. Enfin, les datations des guanos ou des revêtements de calcite précisent la plage temporelle concernée par cette approche et permettent de faire des corrélations avec l'archéologie et les variations climatiques. Lorsque leur nombre sera

suffisant, il sera possible d'identifier les périodes de plus grande activité corrosive et de les confronter aux différentes phases d'occupation des cavités.

En parallèle, à partir des tas de guano récents ou anciens, les spécialistes des paléoenvironnements fournissent des informations de premier ordre concernant les conditions extérieures contemporaines de la biocorrosion. Elles permettent de documenter le cadre paléoenvironnemental à haute résolution depuis le Pleistocène, mais aussi celui des occupations des sites archéologiques. En retour, les analyses polliniques et celles des isotopes permettent d'y lire les premiers signes d'anthropisation.

Enfin, ces mêmes disciplines interviennent de concert afin de proposer des solutions de diagnostic et de conservation aux services de l'État chargés de la préservation et de la gestion du patrimoine, aussi bien pour les grottes ornées que pour le patrimoine bâti qui peut lui aussi abriter des colonies de chauves-souris.

Les champs disciplinaires et les problématiques mobilisés sont les suivants :

- karstologie : identification et catalogue morphométrique des indices de biocorrosion *vs* formes d'origine karstique, lien entre les cavités et la surface, fonctionnements hydrogéologiques actuels et passés, cartographie morphosédimentaire à haute définition ;
- 3D et modélisation : caractérisation des formes liées à la biocorrosion, modélisation aérologique, contribution à l'aspect morphométrique du catalogue de formes ;
- géoarchéologie : histoire de la cavité en lien avec les fréquentations humaines et animales, ouverture des entrées ou des passages et leur fermeture, datation des fréquentations humaines, animales et des niveaux de sols, relevés de coupes stratigraphiques associées aux états de parois et à l'art pariétal ;
- archéologie/taphonomie : inventaire des grottes ornées, répartition de l'art pariétal, évaluation de l'impact sur les graphismes pariétaux et sur les vestiges archéologiques et paléontologiques au sol, altération des parois, altération des remplissages, référentiel photographique des états de surface des parois altérées par la biocorrosion ;
- géochimie/hydrochimie : caractérisation chimique des tas de guano et des jus de lixiviation des guanos, identification des aérosols, caractérisation chimique et minéralogique des dépôts par différentes techniques analytiques complémentaires, étude de coupes stratigraphiques des dépôts minéraux en paroi et au sol ;
- climatologie : fonctionnement aérologique de la cavité, perturbation par convection, thermographie infrarouge, suivis climatiques à haute fréquence, intégration des phénomènes de condensation-corrosion et dynamique saisonnière de l'aérologie ;
- paléoenvironnements, isotopie : phases de fréquentations massives de chiroptères au cours du Quaternaire en lien avec les variations climatiques, informations paléoenvironnementales extraites de l'analyse des accumulations de guano, indices d'anthropisation d'après le cortège pollinique et les isotopes des métaux ;
- chiroptérologie : comportement des chauves-souris selon les espèces et la saison, choix d'implantation,

métabolisme, type de déjections, monitoring des fréquentations (mesures infrarouge et ultrasonore, perturbations climatiques d'origine naturelle ou anthropique) ;

- géobiologie/(géo) microbiologie : évaluation *in situ* de l'état physiologique des biofilms, chaîne trophique des guanos, caractérisation des développements bactériens sur les parois, lien potentiel entre activité microbienne et altération minérale, interactions micro-organismes/minéraux à l'échelle micrométrique (techniques de micro-imagerie), identification des anciens biofilms ;
- conservation/prévention : détection préventive de l'impact de la biocorrosion, préconisations pour les grottes ornées et le patrimoine bâti.

## 2.2. Méthodes et outils

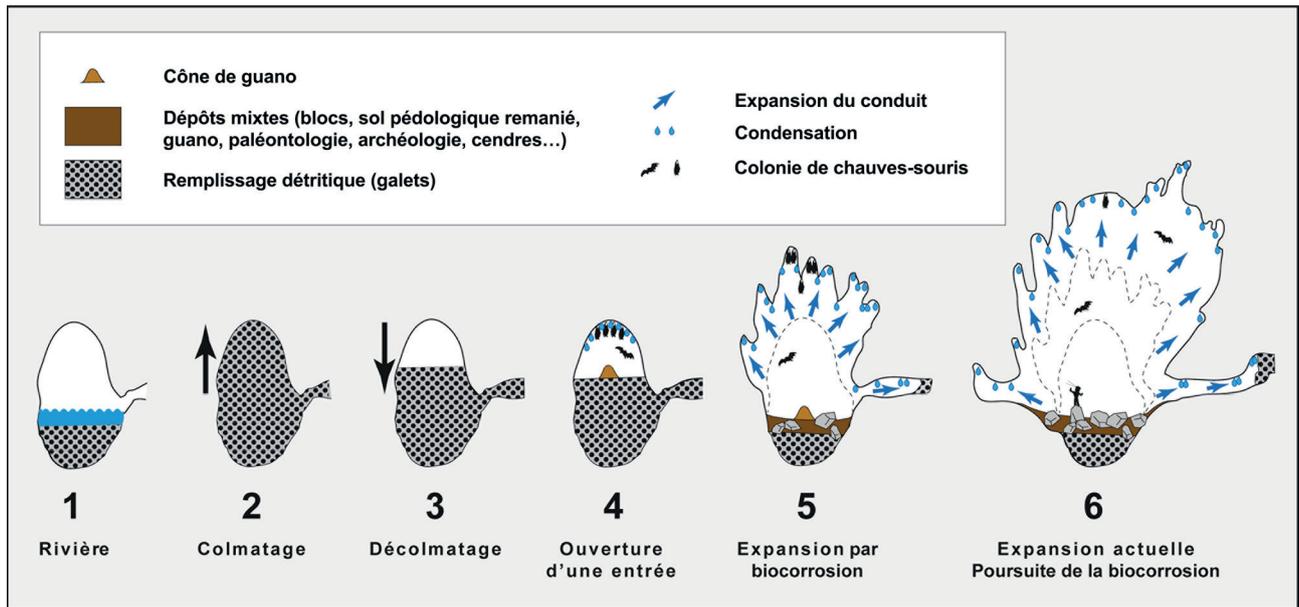
Le développement de cette nouvelle problématique implique la mobilisation d'une série de méthodologies originales, adaptées, et surtout évolutives. En une année de recherches, le champ des possibles s'est déjà élargi et il ne faut pas s'interdire d'en explorer de nouveaux.

Il s'agit donc, à ce stade, d'identifier toutes les pistes qui partent de la biocorrosion, tout en gardant une cohérence scientifique et thématique. Ainsi, l'approche de terrain nous apparaît fondamentale, car elle constitue le socle qui initie les questionnements et nourrit les problématiques. Avec le recul, il est surprenant d'être passé à côté d'autant de formes ou de processus que nous avons sous les yeux depuis toujours, mais que nous ne percevons pas. Il faut donc revoir les grottes sous cet angle, avec ce nouveau filtre, en caractérisant les formes et en documentant précisément les processus. Nous ne pourrions malheureusement pas présenter ici l'ensemble des approches menées conjointement et nous laisserons de côté les aspects géochimiques, microbiologiques et climatologiques.

### 2.2.1. Visite de cavités, lecture des formes

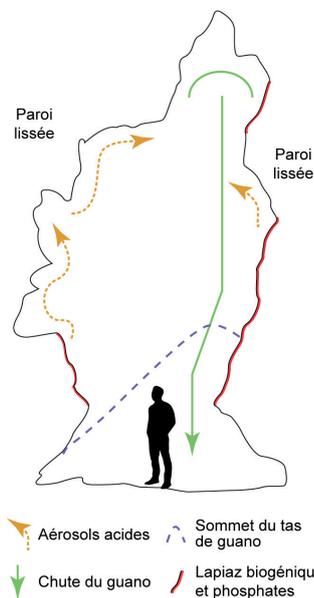
La prise en compte de la biocorrosion est donc une véritable révolution dans la lecture des formes karstiques des grottes. Si le phénomène est connu de longue date en zone tropicale, personne n'avait imaginé son impact dans les grottes de nos latitudes. Quelques traces laissées par les colonies de chauves-souris avaient été identifiées et leur rôle sur l'altération directe des parois pris en compte (Ferrier *et al.*, 2012). Cependant, à aucun moment un refaçonnage total des conduits, avec une expansion importante de la section des galeries (fig. 3), n'avait été envisagé sous nos latitudes (Audra *et al.*, 2016 ; Bruxelles *et al.*, 2016, 2021 et 2022a ; Barriquand *et al.*, 2021).

C'est grâce à notre expérience à l'étranger (Dandurand *et al.*, 2019), dans des régions mieux connues pour l'intensité de ce phénomène, que nous avons su encore mieux l'identifier et le caractériser. Dans nos régions, il apparaît désormais que l'ampleur des formes n'a rien à envier aux sites tropicaux où elles ont été initialement décrites (fig. 2). D'ailleurs, nombre de morphologies identifiées dans les grottes du sud de la France (fig. 4 ;



**Fig. 3 –** Expansion des vides sous l'effet de la condensation-corrosion en présence de guano et de chauves-souris, exemple de la grotte du Déroc (Ardèche ; d'après Audra et al., 2016).

**Fig. 3 –** Expansion of voids as an impact of condensation-corrosion in the presence of guano and bats (Déroc cave, Ardèche; from Audra et al., 2016 modified).



**Fig. 4 –** La section dissymétrique de cette galerie est due à une biocorrosion différentielle des deux parois. Alors que celle de droite évolue par corrosion directe sous le guano (lapiaz biogénique à croûtes de phosphates grises), celle de gauche, très lisse, recule plus rapidement du fait de la condensation-corrosion des aérosols acides libérés par la minéralisation du guano (succession de conques biogéniques ; grotte de la Roquette, Gard ; cliché P. Crochet, section S. Jaillet).

**Fig. 4 –** The asymmetrical section of this gallery is due to differential biocorrosion of the two walls. While the one on the right evolves by direct corrosion under the guano (biogenic lapiaz with gray phosphate crusts), the one on the left, very smooth, recedes more quickly due to the condensation-corrosion of the acid aerosols released by the mineralization of the guano (successive biogenic conches; La Roquette cave, Gard; photo P. Crochet, section S. Jaillet).

Bruxelles *et al.* 2021, 2022a et 2022b) ont été reconnues et précisées lors de nos dernières missions au Botswana en 2021, 2022 et 2023. On voit donc ici l'intérêt de l'aller-retour entre les formes le plus souvent fossiles dans nos régions, du fait de la raréfaction des chauves-souris, et les processus encore actifs dans la zone intertropicale, permettant également d'attribuer certaines microformes à la biocorrosion, comme des cupules centimétriques associées à des biofilms. Désormais, chaque nouvelle visite de grotte apporte son lot de découvertes et nous montre l'impact quasi généralisé de la biocorrosion dans certaines d'entre elles. Elle constitue donc un nouveau paradigme qui invite à une relecture de toutes les cavités dans le monde, aussi bien en karstologie qu'en archéologie.

À ce stade, il s'agit donc avant tout de réaliser une reconnaissance d'un maximum de cavités, ornées ou non, afin d'identifier et de caractériser l'impact de la biocorrosion. Entre 2021 et 2023, ce sont plus de 300 grottes et gouffres qui ont été étudiés. À chaque fois, nous avons effectué une lecture des formes de parois tout le long de la cavité et une cartographie de leur répartition. Ainsi, des formes nouvelles, jamais décrites jusqu'ici, ont été identifiées, comme les galeries dissymétriques de la grotte de la Roquette (Bruxelles *et al.*, 2022a ; ici fig. 4). À chaque fois, en plus de l'identification de ces formes, il faut considérer la chronologie relative entre biocorrosion et art pariétal, et aussi, fort logiquement, les dynamiques d'ouverture et de fermeture des cavités qui ont permis l'installation des chiroptères.

### 2.2.2. Échantillonnage et analyses

Toutes les cavités visitées n'ont pas été échantillonnées, car il importait tout d'abord de les réserver à des cas précis pouvant documenter un processus, voire une chaîne de processus. Il était cependant important, dès la première année, de lancer une série d'analyses afin de tester la faisabilité des différentes approches que nous souhaitons mener et d'obtenir nos premiers résultats. Plus de 400 échantillons, essentiellement de roche, de guano et de phosphate ont été prélevés pour la géochimie et la microscopie, la palynologie, les isotopes, la microbiologie, l'ADN et les datations. Pour chaque échantillon, une fiche de renseignements détaillée a été remplie, fondée sur le modèle de celles conçues pour des prélèvements archéologiques. L'ensemble des informations relatives à chaque échantillon a également été reporté dans un tableau qui centralise l'essentiel des informations des fiches, le statut de l'analyse et les résultats.

#### A - Paléoenvironnements

Les guanos de chauves-souris insectivores, par l'acidité générée lors de leur minéralisation, offrent des conditions de préservation particulièrement bonnes pour les pollens. Afin d'évaluer leur richesse et la possibilité d'un enregistrement paléoenvironnemental continu, nous avons réalisé des prélèvements de guano dans plusieurs

sites de l'aire d'étude. En fonction du type d'analyse ciblée, nous avons adapté la méthode de prélèvement.

Lorsqu'il s'agissait seulement de réaliser des tests de présence de pollens dans les guanos, nous avons rempli un ou plusieurs flacons de 60 ml, répartis sur l'épaisseur de l'accumulation de guano. Dans les sites où ces accumulations sont épaisses, nous avons effectué un carottage dans la couche de guano afin d'avoir un prélèvement en continu sur l'ensemble du dépôt. Après avoir réalisé quelques prélèvements à l'aide d'un tube PVC de 4 cm de diamètre, il est apparu qu'il n'y avait pas toujours assez de matière pour avoir un nombre suffisant de pollens ; d'autant moins qu'une partie de la carotte est désormais réservée pour les analyses géochimiques et isotopiques, voire pour des datations. Nous avons donc décidé de faire des prélèvements en tube PVC d'un diamètre de 10 cm. Leur longueur peut atteindre 1,5 m et ce sont donc plusieurs kilogrammes de guano qui sont échantillonnés à chaque fois (fig. 5).

Les guanos étant très riches en bactéries et en virus, nous avons mis en place un nouveau protocole d'extraction des pollens en laboratoire. Les carottes sont préalablement désinfectées à l'alcool à 70° sous un poste de sécurité microbiologique de type II à flux vertical. Chaque prélèvement de 2 cm<sup>3</sup> à 3 cm<sup>3</sup> est réalisé au moyen d'un carottier en verre, puis repoussé dans un tube de verre à bouchon vissant autoclavable. Les échantillons, la verrerie souillée et les déchets sont tous autoclavés à 134 °C sous 3 bars pendant 30 min. Les déchets sont alors mis au rebut et la verrerie, lavée pour être réutilisée ; les échantillons sont traités selon une variante du processus classique (Fægri et Iversen, 1989).

Il n'y a pas lieu de procéder à une décarbonatation des échantillons ni à une attaque à l'acide fluorhydrique, car la matrice ne contient pas ou guère de carbonate ou de silice cristallisée ou amorphe. Une première attaque à froid au KOH à 10 %, pendant moins de 10 min, est suivie d'une acidification à l'HCL à 30 % pour neutraliser le milieu. Cette attaque peut se répéter plusieurs fois avec des filtrations sur tamis à maille régulière de 160 µm pour prélever les restes de taille supérieure.

#### B - Datations

La chronologie de la biocorrosion dans les grottes est de première importance, l'altération des parois ayant pu intervenir avant le passage des artistes paléolithiques ou après. Dans le premier cas, elle aura eu pour effet de lisser les parois et de les « préparer » pour la réalisation des œuvres (Pech Merle [Lot] ; Chauvet [Ardèche] ; Gargas [Hautes-Pyrénées]). Dans le second cas, la biocorrosion aura effacé tout ou partie de l'art (Mas d'Azil [Ariège] ; Bruxelles *et al.*, 2016 ; Exteberry [Pyrénées-Atlantiques], ou Aldène : Bruxelles *et al.*, 2021). Parfois, les deux cas sont observables comme dans la grotte d'Isturitz (Pyrénées-Atlantiques). Il est également important de pouvoir quantifier le rythme de cette altération afin de savoir en combien de temps des œuvres pariétales peuvent être effacées et donc l'urgence des mesures à prendre dans des



**Fig. 5** – Carottage dans un tas de guano (grotte des Huguenots, Ardèche ; cliché J.-Y. Bigot).

**Fig. 5** – Coring in a pile of guano (Huguenots cave, Ardèche; photo J.-Y. Bigot).

sites ou dans le patrimoine bâti abritant des chauves-souris. Les datations des accumulations de guano sont également fondamentales si l'on veut replacer les informations paléoenvironnementales dans le contexte climatique ou archéologique. Il s'agit d'analyses incontournables qui vont nous permettre d'établir le premier canevas chronologique de la biocorrosion en France.

Deux méthodes ont été utilisées pour ce premier calage chronologique : le carbone 14 ( $^{14}\text{C}$ ) sur les guanos et l'uranium/thorium (U/Th) sur les concrétions de calcite. Celles-ci sont complémentaires selon les matériaux que l'on souhaite dater ou la période chronologique envisagée. Ainsi, pour les accumulations de guano, les datations par le  $^{14}\text{C}$  fonctionnent très bien, pour peu qu'ils ne soient pas plus vieux que 50-55 ka (Reimer *et al.*, 2020). Les premiers échantillons ont été confiés au laboratoire Beta Analytics en Floride. Une cinquantaine d'autres sont en cours d'analyse dans le cadre du programme Artémis. Pour les accumulations plus anciennes ou pour caractériser les phases de biocorrosion sur les spéléothèmes, dont certaines peuvent remonter à l'Éémien voire au-delà, il faut passer aux datations U/Th. Il s'agit alors de dater des planchers de calcite encadrant des accumulations anciennes de guano ou de contraindre chronologiquement les discordances dues à la biocorrosion dans la croissance

des spéléothèmes. La présence de phosphates sur ces discordances suffit pour confirmer l'origine biogénique de la corrosion qui a affecté les concrétions. Plusieurs campagnes de prélèvements ont été réalisées dans les concrétions de la grotte de la Roquette. Pour cela, nous avons carotté certains spéléothèmes et identifié dans la carotte les discordances. En plus des analyses géochimiques pour la recherche des phosphates, des datations ont alors été réalisées de part et d'autre de la discordance afin de situer la période de corrosion.

### 3. PREMIERS RÉSULTATS APPLICABLES AUX QUESTIONNEMENTS ARCHÉOLOGIQUES

La plupart des approches ont démarré en 2021 et les résultats sont donc préliminaires. Cependant la méthodologie mise en œuvre s'est avérée pertinente et des résultats prometteurs ont déjà été obtenus dans différents domaines. Nous ne présenterons ici que les résultats contribuant à répondre à la question des vides archéologiques ou qui documentent les paléoenvironnements contemporains des occupations humaines. Les données

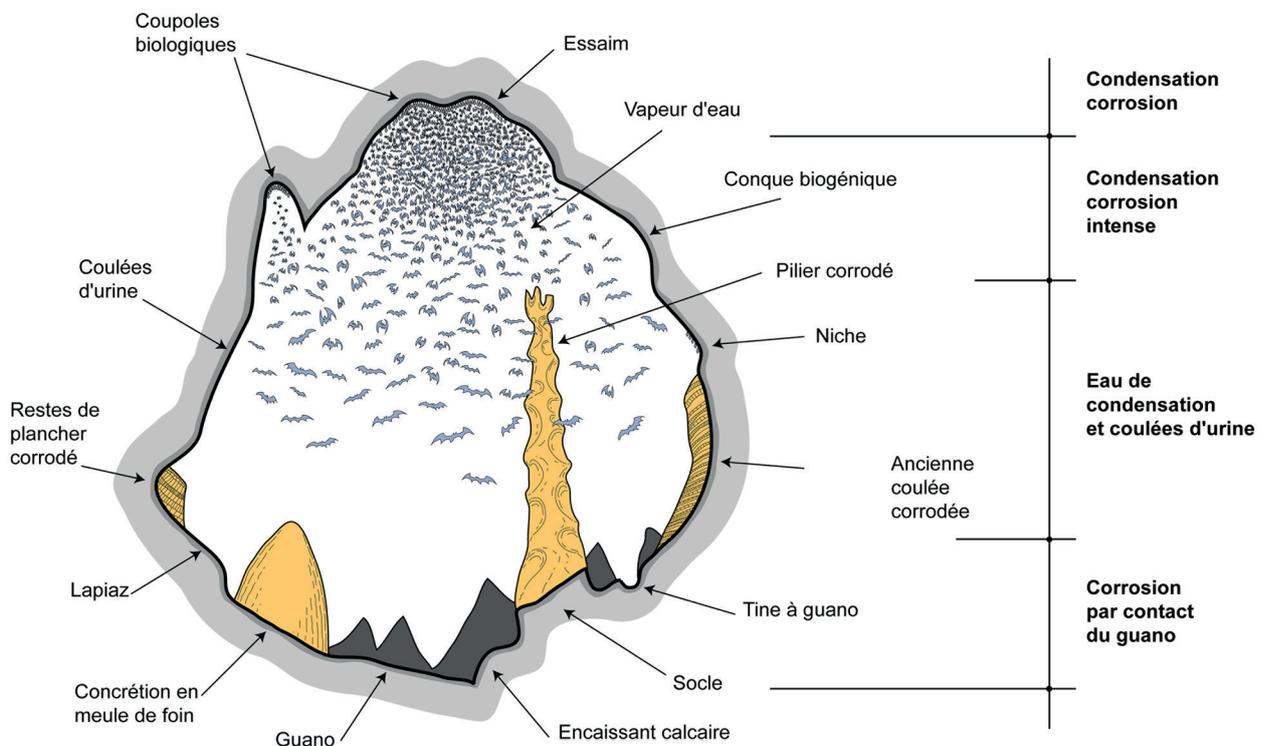
concernant la géochimie, la minéralogie, la climatologie ou la modélisation feront l'objet d'articles dédiés.

### 3.1. Morphologies karstiques et identification des indices de biocorrosion

La prise en compte des formes découlant de la biocorrosion implique désormais de revoir totalement nos interprétations karstologiques dans les tronçons de cavités occupés ou ayant été occupés par les chauves-souris. Les formes que nous y lisons sont souvent celles induites par la biocorrosion et pas uniquement les formes héritées de la formation et de l'évolution karstique de la cavité. Il est donc important d'être capable de distinguer les morphologies initiales, liées à la spéléogénèse, de celles qui modifient tardivement les conduits. Un certain nombre de retouches physiques (éboulements, gel), physico-chimiques (condensation-corrosion), géochimiques (concrétionnements, efflorescences) ou biochimiques (voiles bactériens, végétaux dans les zones d'entrée) étaient déjà connues. Facilement lisibles et le plus souvent assez localisées, elles affectent des portions de conduits qu'elles remodelent de manière plus ou moins importante. D'ailleurs, les entrées sont souvent les plus affectées, alors que plus en profondeur, hormis le concrétionnement ou les effondrements, ce sont les

formes interprétées comme découlant de la spéléogénèse initiale qui prédominent. Or la biocorrosion, non prise en compte jusqu'ici, peut les supplanter largement, jusqu'à les effacer entièrement du fait d'un recul de paroi d'ordre décimétrique à métrique. En outre, selon la configuration de la cavité et l'éthologie des chiroptères, la biocorrosion peut s'exercer sur de longs tronçons de cavités et ce jusqu'à plusieurs centaines de mètres voire un à deux kilomètres de l'entrée.

À ce stade de nos recherches, nous avons consacré de nombreuses séances de terrain à la visite de cavités afin d'y rechercher des traces de biocorrosion. Grâce à ces nouvelles observations, nous avons commencé à réaliser un catalogue des formes qui découlent de ce phénomène (fig. 6). Certaines d'entre elles, très caractéristiques, nous permettent d'identifier rapidement l'impact de la biocorrosion, même lorsque ces grottes ont été occupées très anciennement. Ce sont par exemple les coupoles biogéniques au plafond ou les tines à guano au sol (fig. 6). D'autres, parfois plus ambiguës, nécessitent un examen comparatif avec les morphologies karstiques typiques. C'est le cas des lapiaz biogéniques formés par cryptocorrosion sous une pellicule de guano ou des conques biogéniques formées par les convections d'air transportant des aérosols acides au-dessus des tas de guano (fig. 4 ; Bruxelles *et al.*, 2021 et 2022a). La présence de phos-



**Fig. 6** – Synthèse des principales morphologies et distribution des processus de biocorrosion, avec principalement de la condensation-corrosion sur les parois et sur les plafonds, et de la cryptocorrosion sous guano (d'après Audra *et al.*, 2016).

**Fig. 6** – Summary of the main morphologies and distribution of biocorrosion processes, with mainly condensation-corrosion on the walls and ceilings and cryptocorrosion under guano (from Audra *et al.*, 2016 modified).

phates est une signature de la biocorrosion, mais ces minéraux ne persistent pas toujours à la poursuite de l'évolution de la cavité. Il faut donc parfois se contenter d'une caractérisation morphométrique pour identifier ces formes.

Au point de vue géomorphologique, cette relecture des cavités change radicalement certaines interprétations. Par exemple, la présence de concrétions de calcite très corrodées, comme dans les grottes d'Isturitz ou Chauvet, a toujours été expliquée par un réennoiment du réseau karstique et donc justifiée par une remontée du niveau de base. En réalité, à la lumière des formes générées par la biocorrosion, il est désormais clair que ces concrétions n'ont jamais été ennoyées, mais plutôt attaquées par une biocorrosion intense dans une galerie exondée. Il faut donc revoir certains scénarios de spéléogenèse impliquant des évolutions géomorphologiques complexes, qui ont été établis sur la base de ce seul argument, d'autant plus que dans de nombreux cas, cela influe sur l'approche archéologique des sites (Bruxelles *et al.*, 2022b).

### 3.2. Chronologie et périodes d'occupation des cavités

Le guano de chauves-souris est constitué de matière organique et la datation directe par  $^{14}\text{C}$  est possible, pour peu qu'il ne soit pas encore entièrement transformé en phosphates. Plusieurs tests ont donc été lancés afin de s'assurer de la faisabilité et de la fiabilité de ces datations, aussi bien sur des guanos récents que sur des guanos plus évolués, et donc supposés plus anciens. La plupart des échantillons sont en cours de traitement, mais les premiers résultats confirment la faisabilité, ainsi que pour la première fois l'ancienneté de certains guanos.

Dans la grotte des Fées (Gard), un échantillon de guano assez évolué, de texture argileuse et localement scellé par un plancher de calcite, a donné un âge de  $48000 \pm 3400$  ans  $^{14}\text{C}$  BP. C'est la première fois à notre connaissance qu'un guano aussi ancien est daté dans ces régions. Il couvre une période peu documentée au point de vue paléoenvironnemental et confère à ces guanos un intérêt de premier ordre. Du fait de ce résultat, une nouvelle campagne d'échantillonnage a été organisée afin de carotter toute l'épaisseur du guano et d'en extraire des pollens. Au besoin, la datation U/Th de la calcite qui scelle le guano permettra de confirmer l'ancienneté de ce guano.

En Ardèche, dans la galerie du Lac de la grotte de Saint-Marcel, plusieurs tas de guano argileux ont été identifiés. Nous avons déjà prélevé ces guanos par carottage, mais nous étions dans l'attente de leur datation pour lancer leur analyse. Deux datations  $^{14}\text{C}$  ont été réalisées, une à la base et une au sommet. La fourchette chronologique couverte par ce guano va de  $7860 \pm 30$  ans  $^{14}\text{C}$  BP à  $6780 \pm 30$  ans  $^{14}\text{C}$  BP. On a donc ici un enregistrement d'un millier d'années sur une trentaine de centimètres d'épaisseur, à partir duquel il est donc possible de dresser un cadre paléoenvironnemental précis et à haute résolution. Une fenêtre temporelle relativement comparable,

concernant elle aussi le début de l'Holocène, a été identifiée dans la grotte de Miguro (Gard). Une accumulation de guano, dont la base n'a pas encore été atteinte, donne une fourchette allant de  $8820 \pm 30$  ans  $^{14}\text{C}$  BP à 40 cm de profondeur à  $5340 \pm 30$  ans  $^{14}\text{C}$  BP à proximité de la surface. Il sera donc possible ici d'étudier une séquence pollinique couvrant une grande partie de l'Holocène, y compris l'événement climatique de 8.2 ka, et de documenter les premières étapes de l'anthropisation voire l'apparition de la métallurgie du cuivre comme nous avons pu l'identifier dans l'aven d'Orgnac (voir ci-dessous ; Bruxelles *et al.*, 2021).

Enfin, la datation de la base de la séquence de guano de l'aven du Calabrien (Gard) montre toute la pertinence de cette approche, même pour les périodes historiques. Nous avons reconnu dans cette cavité les traces d'une ancienne exploitation de guano. La datation d'un charbon pris dans la base de la carotte a donné un âge comparable de  $1600 \pm 30$  ans  $^{14}\text{C}$  BP, soit du  $\text{IV}^{\text{e}}$  siècle de notre ère. Nous identifions ici les traces de la plus ancienne exploitation connue de guano. En outre, la datation du guano de la base de la carotte a donné un âge comparable, confirmant bien que cette méthode de datation est tout à fait pertinente pour la chronologie des guanos.

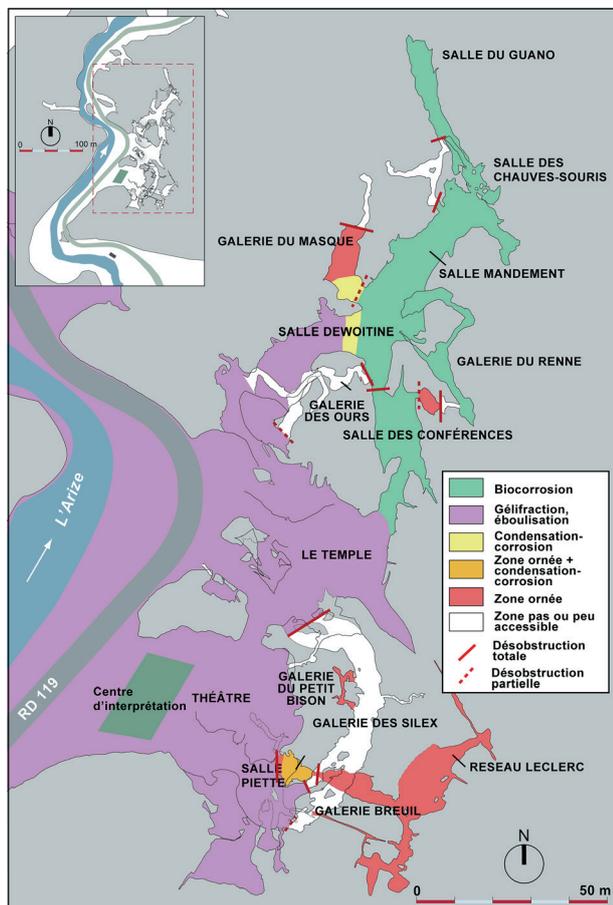
La datation  $^{14}\text{C}$  du guano est donc un élément fondamental de notre approche. Elle permet non seulement de caler les séquences, mais aussi au fur et à mesure de leur étude de cibler certains événements que l'on y lit, aussi bien pour l'aspect paléoenvironnemental que pour l'action de l'homme par exemple. La datation d'un grand nombre de guanos en grotte permettra donc de documenter les paléoenvironnements, d'y rechercher certains événements climatiques brutaux et aussi d'y lire l'impact des activités humaines. Il apparaît désormais qu'il est possible d'en extraire de longues séquences chronologiques avec des enregistrements à haute résolution. Des corrélations entre les différents sites seront alors possibles, permettant de proposer un premier canevas géographique de l'évolution du paysage depuis le Pléistocène supérieur avec un maillage assez dense pour ces zones karstiques souvent pauvres en informations de ce type.

La datation des guanos permet également de connaître les périodes de fréquentation des cavités par les chauves-souris. Ainsi, dans le cas d'importantes accumulations de guano holocènes, les chances que des vestiges d'art pariétal soient préservés sont quasiment nulles, sauf à l'écart des aires de nichage.

### 3.3. Taphonomie des parois et des vestiges archéologiques

Si la biocorrosion se traduit par un recul des parois par dissolution, il faut alors se poser la question de l'impact de ce phénomène sur les vestiges archéologiques et notamment sur l'art pariétal. L'altération et la dissolution des parois dans cette ambiance très agressive ont forcément affecté les œuvres pariétales, certainement de manière plus importante que les effets de la condensation-corrosion ou du ruissellement, classiquement iden-

tifiés jusqu'ici. Comment imaginer que des peintures de surface ou des gravures millimétriques puissent résister à plusieurs centimètres voire décimètres de recul des parois ? D'ailleurs, il est intéressant de noter, dans certaines cavités d'Occitanie, une exclusion systématique entre les secteurs où l'on détecte des indices de biocorrosion et les galeries où l'on trouve de l'art pariétal. C'est le cas de la grotte du Mas d'Azil notamment (fig. 7) où les œuvres pariétales ne sont plus préservées que dans des conduits latéraux alors que les groupes humains du Magdalénien ont forcément parcouru les grandes galeries pour y accéder (Bruxelles *et al.*, 2016). D'ailleurs, si les grandes galeries sont fortement retouchées par la biocorrosion, les petites galeries, celles qui sont encore ornées, ont pu préserver jusqu'à aujourd'hui leurs formes spéléogénétiques de creusement par les eaux torrentielles. Cette préservation différentielle des formes initiales de creusement karstiques s'accorde donc parfaitement avec



**Fig. 7** – Carte de synthèse des états des parois dans les galeries de la rive droite du Mas d'Azil (Ariège). En plus des phénomènes de gélification et d'ébouilisation, on note une exclusion systématique entre les secteurs soumis à la biocorrosion (en vert) et les parties ornées de la cavité (en rouge ; Bruxelles *et al.*, 2016).

**Fig. 7** – Summary of wall state in the passages on the right bank of Mas d'Azil (Ariège). In addition to the frost and rock fall phenomena, there is a systematic exclusion between the areas subject to biocorrosion (in green) and the rock art parts of the cavity (in red; Bruxelles *et al.*, 2016).

la préservation des œuvres pariétales. Dans les deux cas, elles témoignent d'une absence marquée de retouche par la biocorrosion. Cette exclusion se retrouve dans d'autres cavités, comme la grotte d'Aldène ou la grotte d'Extberry.

Dans d'autres sites, au contraire, les œuvres pariétales ont été exécutées sur les parois retouchées par la biocorrosion, dont l'aspect lissé caractérisé est associé à des morphologies typiques de la présence de colonies de chiroptères. Dans ce cas, l'altération biogénique est plus ancienne et les artistes ont utilisé les parois lissées par la biocorrosion pour réaliser leurs œuvres (Pech Merle, Isturitz, Chauvet ou Gargas par exemple ; Bruxelles *et al.*, 2021).

L'analyse des relations entre formes de biocorrosion et art pariétal est donc riche d'enseignements. L'altération d'origine biogénique peut dater d'un interglaciaire précédent lorsque les œuvres les recouvrent (grottes d'Isturitz, de Pech Merle, de Chauvet...) ou les exploitent (Gargas) ou, au contraire, d'une colonisation des cavités par les chauves-souris, postérieure au passage des artistes, dès le Tardiglaciaire par exemple (grottes du Mas d'Azil, d'Extberry, d'Aldène, etc. ; Bruxelles *et al.*, 2016 et 2021). Bien sûr, la biocorrosion est polygénique et une même cavité a pu être occupée durant les différentes périodes tempérées du Quaternaire. Tout dépend de l'histoire de la cavité et de son accessibilité au cours du temps, permettant ou non l'installation des chiroptères. On perçoit là tout l'intérêt de disposer d'une bonne chronologie (voir ci-dessus) pour caler les périodes de biocorrosion en fonction des périodes de fréquentation du milieu souterrain et savoir si la présence des chauves-souris a pu jouer un rôle dans la disparition des œuvres pariétales.

Les lixiviats des tas de guano sont également très acides, une partie du dépôt pouvant atteindre un pH 2 pendant la phase de minéralisation. Les acides phosphorique et sulfurique se diffusent dans les remplissages sous le guano et réagissent avec les éléments qu'ils rencontrent et avec l'encaissant carbonaté. Différents types de minéraux phosphatés vont donc se former en fonction des conditions locales et des éléments rencontrés. Au point de vue archéologique, ce lessivage entraîne l'altération voire la disparition des os, ce qui peut expliquer dans certains cas la présence de niveaux sans os alors que le lithique est toujours présent. Ce processus a été récemment identifié sur le site de Denisova (Sibérie ; Sokol *et al.*, 2022) ; il a été également identifié sur des sites français comme la Grande Roche (Quinçay, Vienne) ou Gatzarria (Ossas-Suhare, Pyrénées-Atlantiques). Dans ce dernier site, une approche géoarchéologique a été menée dans le cadre d'un master 2 (Hoellinger, 2022) afin de faire le lien entre la disparition latérale des ossements d'un niveau archéologique et la présence de phosphates issus d'un ancien tas de guano.

À partir de ces travaux précurseurs, il faudra revoir les autres sites où des niveaux archéologiques sans ossements sont connus afin de préciser si cette absence ne relève pas d'une question de taphonomie. L'identification des formes de biocorrosion sur la voûte ou sur les parois

de la cavité peut très vite donner une piste de réflexion et invoquer le rôle possible joué par les occupations de chauves-souris au-dessus du site.

### 3.4. Informations paléoenvironnementales et indices d'anthropisation

Lors de leur vol nocturne, les chauves-souris chassent les insectes dont les restes se retrouvent dans le guano. Elles ingèrent en même temps des pollens, des poussières et diverses pollutions, soit directement, soit *via* leur nourriture.

Les guanos de chauves-souris, s'ils ont ponctuellement été étudiés en lien avec l'archéologie (Farcas *et al.*, 2005 ; Leroy et Simms, 2006 ; Yin *et al.*, 2008 ; Svitavská-Svobodová *et al.*, 2015 ; Queffelec *et al.*, 2018 ; Cleary *et al.*, 2019), méritent d'être étudiés de manière encore plus systématique. En effet, ils constituent un nouveau proxy dans des contextes karstiques où les informations paléoenvironnementales sont habituellement assez rares. Alors que les tourbières d'altitude ou sur les roches du socle, ainsi que la zone margino-littorale sont connues pour les séquences polliniques qu'elles livrent, les massifs karstiques situés entre les deux sont avares de ce type d'information. Les remplissages des dolines sont encore peu étudiés dans ce sens et pas toujours favorables à la préservation des pollens du fait des conditions oxydantes, du lessivage et de la pédogenèse. Dans les grottes, les remplissages karstiques peuvent livrer quelques pollens,

mais là aussi, les conditions de conservation sont loin d'être optimales. Enfin, quelques essais ont été réalisés dans les spéléothèmes (travaux de B. Bastin en Belgique notamment ; Bastin, 1978), mais le nombre de pollens reste très faible et ces approches ont été abandonnées par la suite.

Or, dans ces zones karstiques, de nombreuses grottes sont occupées par les chauves-souris, et ce de tout temps. Cela signifie que l'on dispose là d'une grande quantité de données potentielles, couvrant une période chronologique large et avec un maillage assez dense. Il s'agit donc d'un proxy de choix, largement sous-exploité, qui peut fournir, avec une assez bonne résolution géographique et chronologique, un canevas précis des environnements successifs. Ce proxy peut permettre de faire le lien entre les informations obtenues en dehors des massifs karstiques et également de documenter de manière précise les environnements contemporains des occupations humaines, et ce au plus près des sites en grotte.

À titre d'exemple, l'analyse palynologique des guanos des premiers centimètres de la carotte 3 prélevée dans l'aven d'Orgnac (Ardèche) a livré des informations clés concernant l'évolution des écosystèmes durant la partie terminale du remplissage (Bruxelles *et al.*, 2021). Les résultats confirment tout d'abord que la conservation des bio-indicateurs fossiles est optimale dans les guanos du fait de leur acidité et de leur protection vis-à-vis des agents climatiques extérieurs. Il est donc possible d'entreprendre une étude paléoenvironnementale fiable (fig. 8).

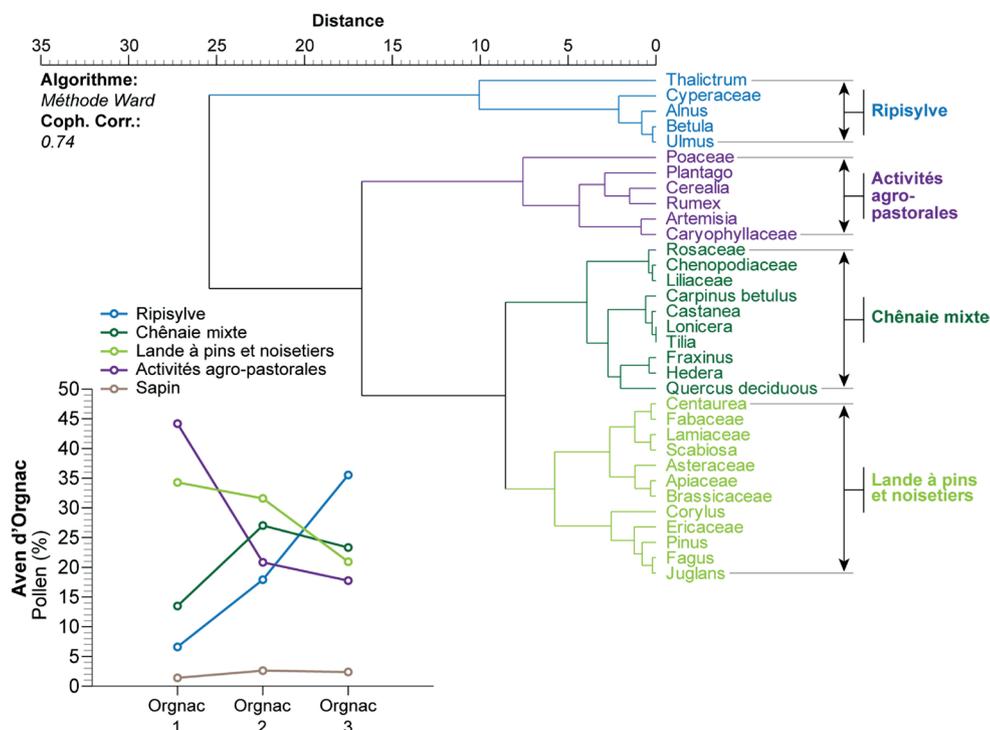


Fig. 8 – Analyses statistiques des pollens à partir de trois prélèvements (Orgnac 1, Orgnac 2 et Orgnac 3) issus du sommet de la carotte 3 d'Orgnac (voir fig. 9 pour leur localisation sur la carotte).

Fig. 8 – Pollens statistical analyzes from three samples (Orgnac 1, Orgnac 2 and Orgnac 3) taken from the top of Orgnac core 3 (refere to fig. 9 for their localization on the core).

Les données obtenues dans cette carotte ont été traitées par analyses statistiques (fig. 8) afin de reconstruire la dynamique des paléo-écosystèmes. Bien que préliminaire, cette étude montre l'évolution de trois contextes environnementaux différents, avec une phase initiale (Orgnac 3) où domine une ripisylve ainsi qu'une chênaie mixte. L'agriculture, présente, n'est cependant pas dominante. Dans la phase Orgnac 2, le milieu devient plus ouvert, avec dominance d'une lande à noisetiers et à pins. Une régression marquée de la ripisylve et une faible augmentation de la chênaie mixte ont également été enregistrées. L'agriculture s'étend légèrement, mais elle reste toujours secondaire dans la dynamique environnementale. Enfin, la phase Orgnac 1 montre une évolution importante des indicateurs anthropiques, notamment liée à une forte augmentation des céréales. En conséquence, la chênaie régresse et la ripisylve tend à disparaître. Seule la lande à pins et noisetiers se répand dans le paysage.

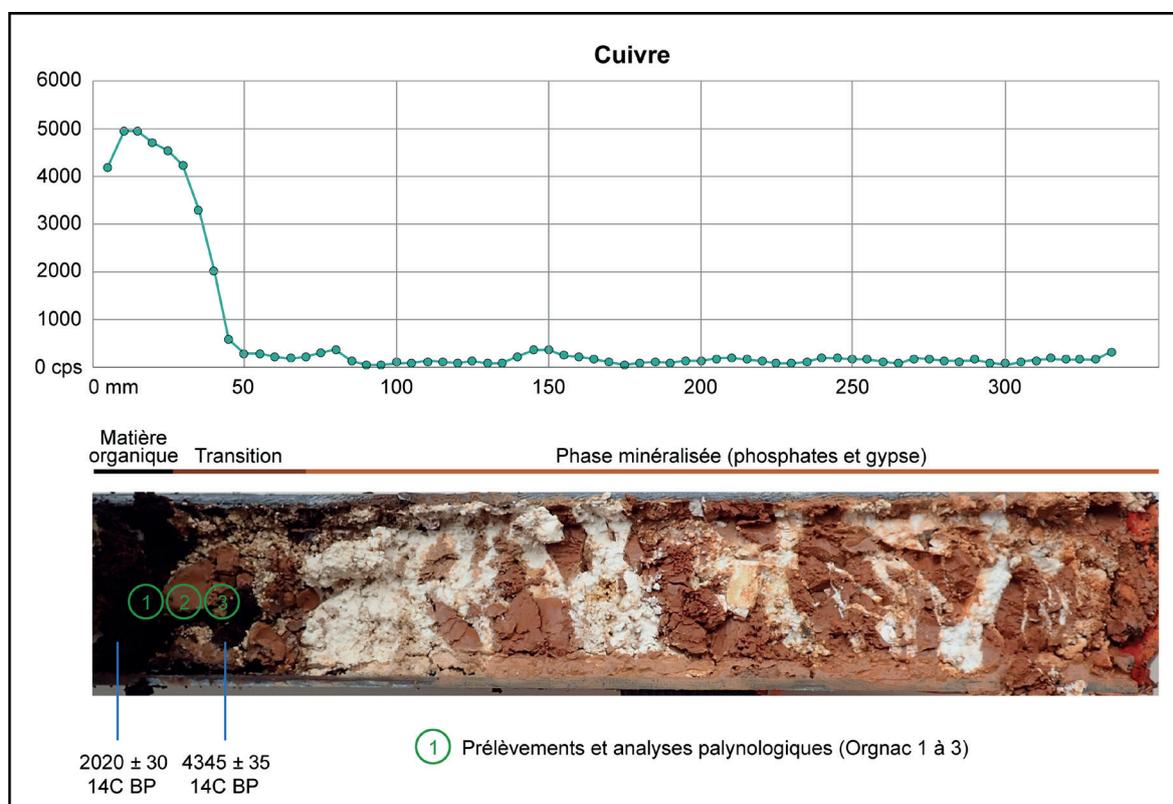
Ainsi, la mise en évidence de trois principales phases d'évolution confirme la pertinence de la prise en compte des guanos de chiroptères pour l'étude des paléoenvironnements et la nécessité de développer des recherches dans ce sens. Les indices d'anthropisation du milieu, qui y ont été identifiés sont en cohérence avec la fourchette chronologique documentée par cette partie de la carotte qui couvre les trois derniers millénaires avant notre ère. D'autres carottes présentant des séquences plus dilatées (voir ci-dessus) seront donc à même de fournir des enre-

gistements à haute résolution, aussi bien des paléoenvironnements naturels que des différentes étapes de l'anthropisation des milieux.

### 3.5. Composition élémentaire et isotopique de différents proxies en tant que traceurs paléoenvironnementaux et d'activités anthropiques

Les guanos renferment également de nombreux éléments d'intérêt, collectés par les chiroptères, dont les compositions isotopiques peuvent être déterminées et sont susceptibles, ainsi, d'apporter des informations complémentaires, que ce soit au niveau paléoenvironnemental ( $\Delta^{18}\text{O}$ ,  $\Delta^{13}\text{C}$ ,  $\Delta^{15}\text{N}$ ) ou concernant les activités humaines. Ainsi, la signature isotopique du cuivre, et surtout du plomb associé peut témoigner de l'apparition de la métallurgie dans les environs (Baron, 2005 ; Baron *et al.*, 2013). Ces analyses démarrent à peine dans le cadre de notre programme, mais l'étude de la carotte 3 d'Orgnac a montré la pertinence et la complémentarité de cette approche.

Des échantillons de cette carotte ont été analysés par XRF portable (NITON XL-3) tous les centimètres. Cet instrument non destructif a également une bonne sensibilité pour des éléments chimiques comme le plomb ou l'arsenic. On peut remarquer qu'un pic en cuivre apparaît très nettement à 3 cm du sommet de la carotte (fig. 9). Plu-



**Fig. 9** – Carotte de guano (noir), de gypse (blanc) et de phosphates (orange), prélevée dans les salles Hautes de l'aven d'Orgnac, corrélée à la mesure de la quantité de cuivre.

**Fig. 9** – Core of guano (black), gypsum (white) and phosphates (orange) taken from the Salles Hautes of the Orgnac cave and correlated with the quantification of copper.

sieurs hypothèses ont été envisagées, car il existe d'autres sources de cuivre dans la nature, et celui-ci aurait pu par exemple être remanié depuis les formations superficielles et ne traduire qu'une reprise d'érosion. Cependant, les occurrences de cuivre sont rares dans cette région karstique et inconnues au-dessus de la cavité. Si l'on corrèle ce pic de Cu aux datations, on s'aperçoit alors que le pic apparaît au début du III<sup>e</sup> millénaire avant notre ère. Sans vouloir tirer de conclusion hâtive, cette date correspond très précisément à l'apparition de la métallurgie du cuivre dans la région, un site contemporain étant connu dans la région de Grospierres (Furestier et Gros, 2017). Il serait donc envisageable que ce soient les traces de ces premières métallurgies que l'on retrouve dans les guanos. Par exemple, cette pollution pourrait venir des fumées de grillage du minerai, que les chauves-souris auraient rapportées dans les grottes à partir des insectes qu'elles consomment ou plus directement par leur respiration (Wurster *et al.*, 2015).

Afin de vérifier s'il s'agit de cuivre lié à la métallurgie, il est possible de coupler l'analyse élémentaire avec la recherche d'autres isotopes métalliques. Nous avons donc lancé une série de tests sur l'autre partie de la carotte, en recherchant simultanément les traceurs isotopiques des trois métaux : Pb, Zn et Cu. Cette approche pourrait apporter une réponse quant aux sources de ces métaux et caractériser plus particulièrement l'origine minière par exemple (Baron, 2005 ; Shotyk et Le Roux, 2005 ; Baron *et al.*, 2013 ; El Azzi *et al.*, 2013).

#### 4. CONCLUSION

La prise en compte de la biocorrosion oblige à reconsidérer, rien qu'au point de vue de la karstogenèse, une grande partie des scénarios évolutifs déduits de l'étude des formes de parois dans les grottes. Il s'agit là d'une véritable plus-value scientifique, car une nouvelle histoire géomorphologique et hydrogéologique peut être proposée, souvent plus en accord avec les données géologiques régionales.

Au point de vue archéologique, les premiers apports scientifiques que nous avons identifiés concernent la répartition de l'art pariétal et également la taphonomie des vestiges enfouis. En effet, la biocorrosion affecte non seulement les parois, mais aussi les sols des galeries, provoquant une taphonomie différentielle des vestiges et notamment des restes osseux. Les résultats que nous avons obtenus montrent que l'impact de la biocorrosion en grotte est tel et si largement réparti que l'on pourrait presque se poser la question suivante : pourquoi reste-t-il encore des grottes ornées ? Les premiers éléments de réponse que l'on peut recueillir montrent que très souvent, les chauves-souris n'ont pas ou n'ont plus eu accès à ces cavités, soit parce que les conduits étaient à l'écart des colonies (Mas d'Azil), soit parce que l'entrée de la cavité ou de la galerie s'est refermée peu après le passage des artistes préhistoriques. Pour ne citer que les plus

célèbres, c'est le cas de la grotte Chauvet (effondrement du porche, Sadier *et al.*, 2012), de la grotte Cosquer (Bouches-du-Rhône ; remontée du niveau de la mer), des grottes de Lascaux et de Cussac (Dordogne ; obstruction du porche par colluvionnement) ou des grottes de Pech Merle, Aldène, Exteberry (remplissage et fermeture d'un passage étroit).

La prise en compte de la biocorrosion invite donc à une reconsidération de la répartition de l'art pariétal, aussi bien au sein des cavités qu'à l'échelle de vastes territoires. L'identification de formes caractéristiques permet de faire parler les vides en expliquant éventuellement pourquoi certaines galeries, massifs ou régions ne présentent plus de vestiges pariétaux. Bien sûr, l'absence d'art pariétal dans une galerie marquée par la biocorrosion ne signifie pas qu'elle a forcément été ornée, la répartition de l'art pariétal étant avant tout une question d'accessibilité des grottes, mais aussi de choix de la part des artistes préhistoriques. Sur ce point, l'approche interdisciplinaire avec les équipes d'archéologues est fondamentale ; même si la prise en compte de la biocorrosion répond, dans de nombreux cas, à l'absence de ces traces, permettant même de révéler, comme dans la grotte du Mas d'Azil, une exclusion mutuelle systématique. À ce stade, la comparaison avec les données archéologiques tout comme l'exclusion systématique entre biocorrosion récente et art pariétal paléolithique (Bruxelles *et al.*, 2016 ; Cailhol *et al.*, 2021) permettent d'entrevoir sous un nouveau jour la question de la répartition de ces vestiges dont on savait pertinemment qu'ils sont résiduels par rapport à ce qui a été produit. Nous disposons donc d'une nouvelle clé de lecture, qu'il convient de manipuler avec rigueur et prudence, mais qui lève le voile sur un certain nombre de questions.

En retour, l'identification des processus en jeu permet de contribuer à la préservation des vestiges archéologiques et du patrimoine bâti. L'approche géochimique, aérologique et éthologique des chiroptères précise les mécanismes de la biocorrosion. Il est donc possible de constater et également de prévenir cet impact, y compris par le biais de la modélisation.

Ces travaux sur la biocorrosion ont également apporté leur lot de découvertes. Il apparaît que les guanos constituent une ressource sous-exploitée dans le domaine paléoenvironnemental. Ils sont facilement datables par la méthode du <sup>14</sup>C ; leur acidité permet une très bonne conservation des pollens et des données isotopiques. Fréquents dans les grottes, ces guanos constituent autant de *proxies* qui permettent de documenter à haute résolution le cadre des activités humaines depuis le Paléolithique supérieur au moins. Il est même possible d'y trouver, en complément, différents indicateurs de l'anthropisation du milieu depuis la seconde moitié de l'Holocène.

Enfin, une meilleure connaissance des processus et de leur rapidité permettra de faire des propositions concrètes pour des sites actuellement soumis à la biocorrosion. Ces résultats serviront de base à des programmes préventifs de protection des sites ornés tout comme du patrimoine bâti dans lesquels nous avons identifié de nombreux

impacts de biocorrosion. Forts d'une approche interdisciplinaire, nous serons en mesure de proposer des réponses concertées, prenant aussi bien en compte la préservation du patrimoine que la protection des chauves-souris. En effet, il ne s'agit pas de choisir entre culture et nature, mais plutôt d'avoir une réponse respectueuse, concertée et cohérente, sur la base d'une meilleure connaissance des processus, de l'éthologie des chiroptères et de la sensibilité du milieu.

**Remerciements :** Les auteurs tiennent à remercier le ministère de la Culture et notamment les DRAC Occitanie, Nouvelle-Aquitaine et Auvergne-Rhône-Alpes pour avoir permis le lancement et le financement d'un programme collectif de recherche (PCR) dédié à la question de la biocorrosion. Nous remercions également pour leur soutien le CNRS (PEPS blanc INEE), le programme APEX de la MSHS de Toulouse, la région Occitanie, la zone atelier PyGar et le programme de datation Artémis. Enfin, nous remercions pour leur accueil et leur soutien le conseil départemental d'Ardèche, le Grand Site de l'aven d'Orgnac, la grotte de Saint-Marcel-d'Ardèche, le comité départemental de spéléologie de l'Ardèche (CDS 07), T. Cuypers (ANA), T. Disca (Biotope), S. Vincent (LPO), B. Pascault (CEN Rhône-Alpes), G. Issartel (groupe Chiroptères du CORA) ainsi que tous les spéléologues et institutions qui sont venus en support à ce projet.

**Laurent BRUXELLES**  
CNRS, UMR 5608 TRACES,  
Toulouse, France  
GAES, University of the Witwatersrand  
laurent.bruxelles@cnrs.fr

**Manon BEAUVILLIER**  
Université Toulouse Jean-Jaurès,  
Toulouse, France

**Lionel BARRIQUAND**  
Université Savoie-Mont-Blanc,  
Le Bourget-du-Lac, France  
UMR 5204 EDYTEM

**Didier CAILHOL**  
INRAP Grand Sud-Ouest,  
Saint-Orens-de-Gameville, France  
UMR 5608 TRACES

**Élodie DARDENNE**  
Association française de karstologie,  
Nîmes, Toulouse

**Anne-Lise DEVELLE**  
Université Savoie-Mont-Blanc,  
Le Bourget-du-Lac, France  
UMR 5204 EDYTEM

**Millena FROUIN**  
UAR 3224 LRMH,  
pôle scientifique Grottes ornées,  
Champs-sur-Marne, France

**Philippe GALANT**  
DRAC Occitanie, SRA, Montpellier, France

**Jean-Louis GALERA**  
Association française de karstologie,  
Nîmes, Toulouse

**Kim GENUITE**  
Université Savoie-Mont-Blanc,  
Le Bourget-du-Lac, France  
UMR 5204 EDYTEM,

**Yanik LE GUILLOU**  
DRAC Occitanie, SRA, Toulouse, France  
UMR 5608 TRACES

**Sixtine HOELLINGER**  
Université Toulouse Jean-Jaurès,  
Toulouse, France

**Stéphane JAILLET**  
Université Savoie-Mont-Blanc,  
Le Bourget-du-Lac, France  
UMR 5204 EDYTEM

**David KANIEWSKI**  
Université Paul-Sabatier Toulouse 3,  
Toulouse, France  
UMR 5608 TRACES

**Bruno LARTIGES**  
GET, observatoire Midi-Pyrénées,  
Toulouse, France

**Gaël LEROUX**  
ENSAT, Auzeville-Tolosane, France

**Thierry OTTO**  
ECOLAB, université Paul-Sabatier Toulouse 3,  
Toulouse, France

**Céline PALLIER**  
INRAP Midi-Méditerranée,  
Villeneuve-lès-Béziers, France  
UMR 5608 TRACES

**Céline PISAPIA**  
Institut de physique du globe de Paris,  
Paris, France

**Stéphane PFENDLER**  
IUT Saint-Étienne, Saint-Étienne, France

**Edwige PONS-BRANCHU**  
LSCE (UMR CEA/CNRS/UVSQ), CEA  
Saclay, Gif-sur-Yvette, France

**Stéphanie TOURON**  
UAR 3224 LRMH,  
pôle scientifique Grottes ornées,  
Champs-sur-Marne, France

**Nathalie VANARA**  
Université Paris 1 Panthéon-Sorbonne,  
Paris, France  
UMR 5608 TRACES

## RÉFÉRENCES BIBLIOGRAPHIQUES

- AUDRA P., BARRIQUAND L., BIGOT J.-Y., CAILHOL D., CAILLAUD H., VANARA N., NOBÉCOURT J.-C., MADONIA G., VATTANO M., RENDA M. (2016) – L'impact méconnu des chauves-souris et du guano dans l'évolution morphologique tardive des cavernes, *Karstologia*, 68, p. 1-20.
- AUDRA P., BOSÁK P., GÁZQUEZ F., CAILHOL D., SKÁLA R., LISÁ L., JONÁŠOVÁ Š., FRUMKIN A., KNEZ M., SLABE T., ZUPAN H. N., AL-FARRAJ A. (2017) – Bat Urea-Derived Minerals in Arid Environment. First Identification of Allantoin, C<sub>4</sub>H<sub>6</sub>N<sub>4</sub>O<sub>3</sub>, in Kahf Kharrat Najem Cave, United Arab Emirates, *International Journal of Speleology*, 46, 1, p. 81-92.
- AUDRA P., DE WAELE J., BENTALEB I., CHROŇÁKOVÁ A., KRÍŠŤUFEK V., D'ANGELI I. M., CARBONE C., MADONIA G., VATTANO M., SCOPELLITI G., CAILHOL D., VANARA N., TEMOVSKI M., BIGOT J.-Y., NOBÉCOURT J.-C., GALLI E., RULL F., SANZ-ARRANZ A. (2019) – Guano-Related Phosphate-Rich Minerals in European Caves, *International Journal of Speleology*, 48, 1, p. 75-105.
- BARON S. (2005) – Traçabilité et évolution d'une pollution métallurgique médiévale de plomb argentifère sur le Mont-Lozère, thèse de doctorat, université Montpellier 2, Montpellier, 232 p.
- BARON S., TĀMAŞ C. G., LE CARLIER C. (2013) – How Mineralogy and Geochemistry Can Improve the Significance of Pb Isotopes in Metal Provenance Studies, *Archaeometry*, 56, 4, p. 665-680.
- BARRIQUAND L., BIGOT J.-Y., AUDRA P., CAILHOL D., GAUCHON C., HERESANU V., JAILLET S., VANARA N. (2021) – Caves and Bats: Morphological Impacts and Archaeological Implications. The Azé Prehistoric Cave (Saône-et-Loire, France). *Geomorphology*, 388, 107785.
- BASTIN B. (1978) – L'analyse pollinique des stalagmites : une nouvelle possibilité d'approche des fluctuations climatiques du Quaternaire, *Annales de la Société géologique de Belgique*, 101, p. 13-19.
- BRUXELLES L., JARRY M., BIGOT J.-Y., BON F., CAILHOL D., DANDURAND G., PALLIER C. (2016) – La biocorrosion, un nouveau paramètre à prendre en compte pour interpréter la répartition des œuvres pariétales, *Karstologia*, 68, p. 21-30.
- BRUXELLES L., BEAUVILLIERS M., BARRIQUAND L., CAILHOL D., FROUIN M., GALANT P., GENUITE K., LE GUILLOU Y., HOELLINGER S., JAILLET S., KANIEWSKI D., LARTIGES B., LEROUX G., OTTO T., PALLIER C., PFENDLER S., PONS-BRANCHU E., TOUTON S., VANARA N. (2021) – *Impact de la biocorrosion sur les grottes ornées et les monuments historiques*, rapport de 1<sup>re</sup> année de programme collectif de recherche, ministère de la Culture, Paris, 336 p.
- BRUXELLES L., BARRIQUAND L., BIGOT J.-Y., CAILHOL D., GÉNUITE K., JAILLET S. (2022a) – Origin of the Asymmetry of Certain Fossil Galleries: The Major Role of Biocorrosion as Exemplified in the Roquette Cave (Gard, France), in C. Gauchon et S. Jaillet (dir.), *Actes du 18<sup>e</sup> Congrès international de spéléologie (Savoie, 2022)*, Nîmes, Association française de karstologie (Mémoires de Karstologia, 24), p. 305-308.
- BRUXELLES L., BIGOT J.-Y., CAILHOL D., DANDURAND G., VANARA N., SWIERCZYNSKI F., VASSEUR F. (2022b) – Are Reshaped Speleothems Reliable Indicators of Former Rises of the Karstic Base Level? Some Criteria for Distinguishing between Flooding, Hydrodynamic Reuse and Biocorrosion, in C. Gauchon et S. Jaillet (dir.), *Actes du 18<sup>e</sup> Congrès international de spéléologie (Savoie, 2022)*, Nîmes, Association française de karstologie (Mémoires de Karstologia, 24), p. 335-338.
- CAILHOL D. (2019) – Les effets de la corrosion de condensation sur les parois de la grotte de Chenecey (Doubs, France), in Actes du 14<sup>e</sup> Congrès national de spéléologie (Sinterlaken, 2019), Granges, Société suisse de spéléologie (Supplément à Stalactite, 20), p. 173-178.
- CAILHOL D., VANARA N. (2018) – Étude des processus de condensation corrosion et de biocorrosion dans la grotte d'Espalungue, karst de la vallée d'Ossau, in *Préhistoire ancienne de la vallée d'Ossau, grotte d'Espalungue. Rapport 2018*, rapport de projet collectif de recherches, DRAC Nouvelle Aquitaine, p. 4-9.
- CAILHOL D., BON F., BIGOT J.-Y., BRUXELLES L., DANDURAND G., JARRY M., PALLIER C., VANARA N. (2021) – Influences de la corrosion de condensation et de la corrosion biogénique sur les parois et les dépôts de grotte, l'exemple de la grotte du Mas d'Azil (Ariège, France). *Préhistoire Art et Sociétés, Bulletin de la Société préhistorique Ariège-Pyrénées*, 71, p. 7-28.
- CLEARY D., FEURDEAN A., TANTĂUC I., FORRAY F. (2019) – Pollen,  $\delta^{15}\text{N}$  and  $\delta^{13}\text{C}$  Guano-Derived Record of Late Holocene Vegetation and Climate in the Southern Carpathians, Romania, *Review of Palaeobotany and Palynology*, 265, p. 62-75.
- DANDURAND G., DURANTHON F., JARRY M., STRATFORD D. J., BRUXELLES L. (2019) – Biogenic Corrosion Caused by Bats in Drotsky's Cave (the Gwihaba Hills, NW Botswana), *Geomorphology*, 327, p. 284-296.
- EL AZZI D., VIERS J., GUIRESSE M., PROBST A., AUBERT D., CAPARROS J., CHARLES F., GUIZIEU K., PROBST J.-L. (2013) – Origin and Fate of Copper in a Small Mediterranean Vineyard Catchment: New Insights from Combined Chemical Extraction and  $\delta^{65}\text{Cu}$  Isotopic Composition, *Science of the Total Environment*, 463-464, p. 91-101.
- FÆGRI K., IVERSEN J. (1989) – *Textbook of Pollen Analysis*, 4<sup>e</sup> éd., Chichester, John Wiley & Sons, 328 p.
- FARCAS S., TANTAU I., OTTO T., BODNARIUC A., DECU V., GHEORGHIU V. (2005) – Analyse palynologique du dépôt de guano de la grotte des chauves-souris de Gura Dobrogei, *Travaux de l'institut de spéléologie Émile-Racovitza*, 43-44, p. 45-64.
- FERRIER C., DEBARD É., KERVAZO B., AUJOULAT N., BAFFIER D., FERUGLIO V., FRITZ C., GÉLY B., GENESTE J.-M., KONIK S., LACANETTE D., LASTENNET R., MAKSUD F., MALAURENT P., PLASSARD F., TOSELLO G. (2012) – Approche taphonomique des parois des grottes ornées, in J. Clottes (dir.), *L'art pléistocène dans le monde*, actes du congrès IFRAO (Tarascon-sur-Ariège, septembre 2010), symposium 6 « Datation et taphonomie de l'art pléistocène », *Préhistoire, art et société*, 65-66, 192 p.

- FURESTIER R., GROS O. (2017) – Le Serre de Boidon (Gros-pierres), une datation inédite pour l'apparition de la métallurgie en Ardèche, *Ardèche archéologie*, 34, p. 52-53.
- HOELLINGER S. (2022) – *Taphonomie et préservation différentielle des ossements de la grotte de Gatzarria : la piste de la biocorrosion*, mémoire de master 2, université Toulouse 2 Jean-Jaurès, Toulouse, 64 p.
- KING-WEBSTER W. A., KENNY J. S. (1958) – Bat Erosion as a Factor in Cave Formation, *Nature*, 181, p. 1813.
- LEROY S., SIMMS M. (2006) – Iron Age to Medieval Entomogenous Vegetation and Rhinolophus Hipposideros Roost in South-Eastern Wales (UK), *Palaeogeography, Palaeoclimatology, Palaeoecology*, 237, 1, p. 4-18.
- LUNDBERG J., MCFARLANE D. A. (2009) – Bats and Bell Holes: The Microclimatic Impact of Bat Roosting, Using a Case Study from Runaway Bay Caves, Jamaica, *Geomorphology*, 106, p. 78-85.
- LUNDBERG J., MCFARLANE D. A. (2012) – Post-Speleogenetic Biogenic Modification of Gomantong Caves, Sabah, Borneo, *Geomorphology*, 157-158, p. 153-168.
- QUEFFELEC A., BERTRAN P., BOS T., LEMÉE L. (2018) – Mineralogical and Organic Study of Bat and Chough Guano: Implications for Guano Identification in Ancient Context, *Journal of Cave and Karst Studies*, 80, 2, p. 49-65.
- REIMER P. J., AUSTIN W., BARD E., BAYLISS A., BLACKWELL P. G., RAMSEY C. B., BUTZIN M., CHENG H., EDWARDS R. L., FRIEDRICH M., GROOTES P. M., GUILDERSON T. P., HAJDAS I., HEATON T. J., HOGG A. G., HUGHEN K. A., KROMER B., MANNING S. W., MUSCHELER R., PALMER J. G., PEARSON C., VAN DER PLICHT J., REIMER R. W., RICHARDS D. A., SCOTT E. M., SOUTHON J. R., TURNEY C. S. M., WACKER L., ADOLPHI F., BÜNTGEN U., CAPANO M., FAHRNI S., FOGTMANN-SCHULZ A., FRIEDRICH R., KÖHLER P., KUDSK S., MIYAKE F., OLSEN J., REINIG F., SAKAMOTO M., SOOKDEO A., TALAMO S. (2020) – The IntCal20 Northern Hemisphere Radiocarbon Age Calibration Curve (0-55 cal kBP), *Radiocarbon*, 62, 4, p. 725-757.
- SADIER B., DELANNOY J.-J., BENEDETTI L., BOURLÈS D., JAILLET S., GENESTE J.-M., LEBATARD E., ARNOLD M. (2012) – Further Constraints on the Chauvet Cave Artwork Elaboration, *Proceedings of the National Academy of Sciences of the United States of America*, 109, 21, p. 8002-8006.
- SOKOL E. V., MAXIM B., KOZLIKIN M. B., KOKH S., NEKIPELOVA A. V., KULIK N. A., DANILOVSKY A. V., KHVOROV P. V., SHUNKOV M. V. (2022) – Phosphate Record in Pleistocene-Holocene Sediments from Denisova Cave: Formation Mechanisms and Archaeological Implications, *Minerals*, 12, 553, 42 p.
- SHOTYK W., LE ROUX G. (2005) – Biogeochemistry and Cycling of Lad, *Metal Ions in Biological System*, 43, p. 239-275.
- SVITAVSKÁ-SVOBODOVÁ H., ANDREAS M., KRISTŮFEK V., BENEŠ J., NOVÁK J. (2015) – The Thousand-Year History of the Slovak Karst Inferred from Pollen in Bat Guano inside the Domic Cave (Slovakia), *Folia Geobotanica*, 50, p. 49-61.
- WURSTER C. M., MUNKSGAARD N., ZWART C., BIRD M. (2015) – The Biogeochemistry of Insectivorous Cave Guano: A Case Study from Insular Southeast Asia, *Biogeochemistry*, 124, p. 163-175.
- YIN X., XIA L., SUN L., LUO H., WANG Y. (2008) – Animal Excrement: A Potential Biomonitor of Heavy Metal Contamination in the Marine Environment, *Science of the Total Environment*, 399, p. 179-185.

