ArcheoSciences

Revue d'archéométrie

32 | 2008

Varia

Datation ESR de dents d'aurochs du site Paléolithique inférieur de Castel di Guido (Italie)

*ESR dating of aurochs teeth from the Lower Paleolithic site of Castel di Guido
(Italy)*

Véronique Michel, Giovanni Boschian et Patricia Valensi

Édition électronique

URL : <http://journals.openedition.org/archeosciences/962>

DOI : 10.4000/archeosciences.962

ISBN : 978-2-7535-1597-0

ISSN : 2104-3728

Éditeur

Presses universitaires de Rennes

Édition imprimée

Date de publication : 31 décembre 2008

Pagination : 51-58

ISBN : 978-2-7535-0868-2

ISSN : 1960-1360

Référence électronique

Véronique Michel, Giovanni Boschian et Patricia Valensi, « Datation ESR de dents d'aurochs du site Paléolithique inférieur de Castel di Guido (Italie) », *ArcheoSciences* [En ligne], 32 | 2008, mis en ligne le 31 décembre 2010, consulté le 01 mai 2019. URL : <http://journals.openedition.org/archeosciences/962> ; DOI : 10.4000/archeosciences.962

Datation ESR de dents d'aurochs du site Paléolithique inférieur de Castel di Guido (Italie)

ESR dating of aurochs teeth from the Lower Paleolithic site of Castel di Guido (Italy)

Véronique MICHEL*, Giovanni BOSCHIAN** et Patricia VALENSI***

Résumé : Le site de Castel di Guido a été découvert en 1970. C'est un site de plein air qui se situe à environ 20 km au nord-ouest de Rome (Italie). Des restes d'Anténéandertaliens (*Homo heidelbergensis*) ont été découverts associés à une industrie acheuléenne riche en bifaces en os et à de nombreux restes fauniques. Ce site avait déjà fait l'objet d'une première série de datations de dents et d'ossements de grands mammifères par la méthode U-Th. Les âges ESR obtenus sur des dents de *Bos primigenius* sont présentés dans ce travail. Comme les teneurs en uranium des échantillons d'émail sont très élevées, les âges obtenus selon les deux modes de migration de l'uranium EU (early uptake) et LU (linear uptake) sont très différents. Ils recouvrent respectivement le stade isotopique marin (MIS) 7 et les stades MIS 10-11. La combinaison des méthodes U-Th (Série de l'uranium) et ESR (Résonance de spin électronique) permet la détermination du paramètre p de diffusion de l'uranium pour chacune des dents et l'obtention d'un âge US-ESR. Les valeurs du paramètre p indiquent une migration de l'uranium entre les deux modes EU et LU, propice à l'application du modèle US-ESR qui constitue une estimation de l'âge minimum. Dans l'unité 5 supérieure, une dent est datée de 327 (+34-31) ka par la méthode US-ESR (MIS 9). Dans l'unité inférieure 4, les âges US-ESR de trois dents sont légèrement plus petits compris entre 260 et 298 ka environ, ils recouvrent les stades MIS 8 et 9. Ces âges US-ESR sont en accord avec la biostratigraphie (Faunal Unit de Torre in Pietra, niveaux inférieurs) qui indique un environnement ouvert au cours du stade MIS 9.

Abstract: The Castel di Guido site was discovered in 1970. It is an open air site located in Italy about 20 km North-West of Roma. *Homo heidelbergensis* (Anteneandertal) remains were excavated and found in association with Acheulian artefacts such as bone bifaces and a great number of faunal remains. This site was first dated by using the U-Th dating method on bones and teeth of large mammals. ESR ages obtained from *Bos primigenius* teeth are presented in this work. As the uranium contents of enamel samples are very high, the ages obtained depend strongly on the EU (early uptake) and LU (linear uptake) uranium diffusion models, they are lying respectively within marine isotopic stage (MIS) 7 and MIS 10-11. The p uranium diffusion parameter of each tooth can be determined by the combination of the two dating methods (U-Th, Uranium series and ESR, Electron spin resonance) and leads to the calculation of the US-ESR model. The values of the p parameter indicate that the uranium diffusion lies between the EU and LU models and enable the application of the US-ESR model which provides an estimate of the minimum age. In the upper unit (5), a tooth was dated to 327 (+34-31) ka using the US-ESR method (MIS 9). In the lower unit (4), the US-ESR ages of three teeth range from ~260 to ~298 ka, lying within MIS 8 and 9. The US-ESR ages are in agreement with biostratigraphy (Faunal Unit of Torre in Pietra, lower levels), which suggests an open environment during the stage MIS 9.

Mots clés : Datation, Émail, ESR, Paléolithique inférieur, Uranium, US.

Key words: Dating, Enamel, ESR, Lower Paleolithic, Uranium, US.

* Géosciences Azur, UMR 6526 CNRS, UNSA – parc Valrose, 06108 Nice; Cé pam, UMR 6130 CNRS, UNSA – 250 rue Albert-Einstein, 06560 Valbonne. (vmichel@cepam.cnrs.fr)

** Dipartimento di Scienze Archeologiche, Università di Pisa – 53 via Santa Maria, I-56100 Pisa, Italy. (boschian@arch.unipi.it)

*** Laboratoire Départemental de Préhistoire du Lazaret – 33 bis bld Franck-Pilatte, 06300 Nice. (Valensi@lazaret.unice.fr)

1. INTRODUCTION

Le site de Castel di Guido est un site de plein air. Il se situe en Italie, à environ 20 km de Rome à une altitude de 71 m ASL (Fig. 1) où de nombreux sites du Paléolithique inférieur ont été découverts (Arnoldus-Huyzendveld *et al.*, 2001). À Castel di Guido, les vestiges ont été mis au jour au cours de fouilles de sauvetage entre 1980 et 1990. La stratigraphie du site est complexe. Selon Radmilli et Boschian (1996), les sédiments sont constitués de dépôts fluviaux, lacustres, sablonneux et volcaniques avec un remaniement important (Fig. 2). La position stratigraphique de Castel di Guido a été déterminée à partir de corrélations avec de nombreuses séquences de la région. Le site est caractérisé par la présence d'une industrie acheuléenne du Paléolithique inférieur associée à de nombreux restes fauniques (Radmilli et Boschian, 1996). Des outils taillés tels que des choppers, des chopping-tools et des bifaces ont été en partie réalisés avec des os de grands mammifères. Des restes humains d'Anté-

néandertaliens dont deux fémurs, un occipital, un fragment de maxillaire, un fragment de pariétal, un os temporal ont également été découverts et décrits (Radmilli et Boschian, 1996; Manzi *et al.*, 2001).

Les principales espèces fauniques découvertes dans la paléosurface, unités 4 et 5 du site, sont *Bos primigenius*, *Elephas antiquus*, *Equus caballus*, *Cervus elaphus*. Caloi *et al.* (1998) ont suggéré que cette association faunique correspond à l'unité faunique de Torre in Pietra, attribuée au stade isotopique marin (MIS) 9 (301-334 ka, Bassinot *et al.*, 1994). Les unités 4 et 5 ont succédé aux productions explosives du volcan Sabatino appelées : « Tufo rosso a scorie nere » (TRSN). Les données de la méthode K-Ar appliquée à des minéraux volcaniques de TRSN situe l'événement éruptif à 442 ± 7 ka (Evernden et Curtis, 1965; Fornaseri, 1985) et plus récemment à 449 ± 1 ka par la méthode Ar/Ar (Karner *et al.*, 2001). Ainsi, cette unité volcanique peut être corrélée au stade 12 (Bassinot *et al.*, 1994). Ce travail propose de présenter les résultats de datation U-Th/ESR de dents d'aurochs (*Bos primigenius*) des unités 4 et 5.

2. MATÉRIEL ET MÉTHODES

Les échantillons dentaires et osseux ont été prélevés sur des mâchoires d'aurochs (Fig. 3). L'émail, la dentine, le ciment et l'os ont été séparés à l'aide d'une fraiseuse de dentiste puis mis en poudre dans un mortier en agate. Les fractions à 100-200 μm d'émail des cinq dents d'aurochs (cast11479 de l'unité 5 et cast405, cast3436, cast6155, cast7599 de l'unité 4) ont été récupérées pour la datation ESR. Les âges U-Th des échantillons d'os, de dentine, d'émail et de ciment ont été déterminés par spectrométrie alpha et publiés par ailleurs (Michel *et al.*, 2001). Parmi les cinq dents analysées par ESR, quatre dents ont été analysées par le CRPG (Nancy) afin de déterminer les teneurs en Ca, P, CO_3 et F.

Les âges ESR ont été calculés à partir de l'équation d'âge (Grün, 1989) ci-dessous à l'aide du programme ESR de Grün : ESR-DATA (Grün, 2006a).

$$D_e = \int_0^t D(t) dt$$

avec D_e la dose équivalente (Gy), $D(t)$ la dose annuelle (Gy/an), t l'âge de l'échantillon (ans).

En effet, le principe de la méthode ESR (résonance de spin électronique) a été décrit dans la littérature (Grün, 1989; Rink, 1997; Grün, 2006b). Il repose sur le fait que les rayons α , β , γ émis par les éléments radioactifs naturels (U, Th, K) ainsi que les rayons cosmiques créent des radicaux dans le minéral apatite, constituant prédominant des restes

Figure 1 : Localisation géographique du site de Castel di Guido d'après la carte de Karner *et al.* (2001) modifiée.

Figure 1: Geographic situation of Castel di Guido site after the Karner *et al.* (2001)'s map with modifications.

Figure 2 : Coupe stratigraphique du site de Castel di Guido.
Figure 2: Stratigraphic section of Castel di Guido site.

Figure 3 : Mandibule d'aurochs préparée pour la datation U-Th et ESR.
Figure 3: Aurochs mandible prepared for the U-Th and ESR dating.

dentaires. L'émail dentaire contient 98 % d'hydroxyapatite carbonatée (Elliot, 1997).

Les âges ESR ont été calculés à partir de la détermination de la dose équivalente D_e obtenue par la méthode des doses ajoutées et de la dose annuelle $D(t)$ déterminée à partir de la radioactivité environnementale obtenue par spectrométrie alpha et gamma.

La méthode des doses ajoutées consiste à irradier artificiellement l'échantillon à des doses de plus en plus élevées, de mesurer le signal ESR correspondant et de tracer la courbe de croissance du signal. Pour ce faire, chaque échantillon en poudre a été divisé en 10 aliquotes irradiées à des doses croissantes de 0, 100, 200, 400, 800, 1 500, 2 200, 3 000, 4 500, 6 000 Gy par une source gamma de cobalt-60 calibrée (Fig. 4). Après irradiation,

les échantillons ont été stockés un mois avant la mesure par spectrométrie ESR afin d'éliminer les pics parasites. Le signal ESR mesuré provient du spectre d'absorption de l'énergie fournie par une source micro-onde électromagnétique, en fonction du champ magnétique appliqué perpendiculairement à la micro-onde dans des conditions de résonance (Dolo *et al.*, 2005). Les mesures ont été réalisées à l'aide d'un spectromètre EMX Brucker (X-Band : 9,77 GHz). Les conditions de mesure sont les suivantes : 3490 ± 50 G, température ambiante, puissance de micro-onde = 10 mW, fréquence de modulation = 100 kHz, amplitude de modulation = 1 G, constante de temps = 0,33 s, temps de balayage = 2,8 mn. Le signal ESR mesuré est un signal composite à $g_{\perp} = 2,0018$, $g_{\parallel} = 1,9970$. D'après la littérature, le signal serait la résultante de la présence de plusieurs radicaux paramagnétiques : CO_2^- , $\text{CO}_3^{\cdot-}$, SO_2^- et d'un méthyle organique (Callens *et al.*, 1989; Ikeya, 1993; Vanhaelewyn *et al.*, 2000). La hauteur du signal H1-B1 (peak-to-peak) à $g = 2,0018$ est mesurée pour chaque échantillon (Grün, 2000). Les hauteurs du signal ESR ont alors été reportées sur un graphique en fonction de la dose d'irradiation. La fonction exponentielle suivante $I = I_{\infty}(1 - e^{-(\mu(D\gamma + D_e))})$ a été ajustée, et la dose équivalente D_e obtenue par extrapolation à $D = 0$ (Fig. 4).

La dose annuelle ($D(t)$) comprend la dose externe (d_{ext}) et la dose interne (d_{int}). La dose externe correspond en partie à la dose émise par l'environnement sédimentaire encaissant (d_{sed}). Elle est calculée à partir des teneurs en U, Th, Ra, Rn et K mesurées par spectrométrie gamma à bas bruit de fond selon les procédures de mesures et d'étalonnage de Yokoyama et Nguyen (1980). L'émail dentaire d'aurochs étant recouvert dans sa partie intérieure de dentine et souvent dans sa partie extérieure de ciment, il est par conséquent nécessaire

Figure 4 : Courbe de croissance du signal ESR T1-B1 à $g = 2.0018$ et détermination de la dose équivalente.

Figure 4: Growth curve of the ESR signal T1-B1 at $g = 2.0018$ and determination of the equivalent dose.

de prendre en compte chacune de ces composantes dans la détermination de la dose annuelle externe : la dose émise par le ciment d'une part et celle émise par la dentine d'autre part. Concernant la contribution des rayons alpha émanant de ces tissus, elle a été éliminée en retirant une partie de la surface de l'émail dentaire avant la mise en poudre, soit une épaisseur

supérieure à 50 μm . Les épaisseurs retirées sur chacune des faces ont été mesurées à l'aide d'un micromètre. Quant à la contribution des particules bêta, les doses induites ($d_{\text{ext } \beta}$) ont été calculées à partir des mesures réalisées par spectrométrie alpha et par spectrométrie gamma. L'émail dentaire des dents analysées ayant une épaisseur comprise entre 1,3 et 1,8 mm, ce qui correspond au parcours moyen des particules bêta. Il est nécessaire de prendre en compte l'atténuation bêta. Dans le programme de Grün (2006a), elle est estimée en utilisant la procédure de Marsh (1999). À cette dose externe ($d_{\text{ext } \beta}$) s'ajoute la dose interne due aux particules bêta et alpha émises au sein de l'émail. Toutefois, comme les rayons alpha induisent moins d'électrons piégés que les rayons bêta et gamma, à dose égale, il est important de tenir compte de ce phénomène. Ainsi, l'efficacité des rayons alpha utilisée pour l'émail dentaire est donnée par le facteur $k\alpha = 0,13 \pm 0,02$ (Grün et Katzenberger-Appel, 1994). Par ailleurs, les flux alpha, bêta et gamma sont convertis en doses annuelles en utilisant les doses spécifiques données par Adamiec et Aitken (1998).

3. RÉSULTATS ET DISCUSSION

Les données analytiques des dents et des sédiments des unités 4 et 5 sont présentées dans les tableaux 1, 2 et 3. Les

Echantillon	D_e (Gy)	$D_{\text{ext sed}} (\gamma + \beta) + \cos D$ (mGy.a ⁻¹)	$D_{\text{ext } (\beta)}$ (mGy.a ⁻¹)		$D_{\text{int } (\alpha+\beta)}$ (mGy.a ⁻¹)		$D(t)$ (mGy.a ⁻¹)		Age ESR (ka)		U-Th age (ka)	US-ESR	
			EU	LU	EU	LU	EU	LU	EU	LU		Age (ka)	p^*
cast11479e	2171 ± 27	3,174			3,311	1,610	9,231	6,127	235 ± 14	354 ± 19	183 (+15-13)	327 (+34-31)	-0,6
cast11479d			2,746	1,343							174 ± 7		-0,6
cast405e	2291 ± 31	1,516			5,607	2,841	10,684	6,158	214 ± 13	372 ± 22	171 (+11-10)	298 (+43-39)	-0,6
cast405d		($\beta=0$)	1,633	0,826							227 (+19-16)		-0,9
cast405c			1,928	0,975							219 (+13-11)		-0,8
cast3436e	2101 ± 37	1,516			4,205	2,131	10,182	5,903	206 ± 14	356 ± 22	217 (+18-15)	271 (+37-34)	-0,9
cast3436d		($\beta=0$)	2,100	1,062							171 (+8-7)		-0,7
cast3436c			2,361	1,194							233 (+14-12)		-0,9
cast6155e	2151 ± 42	1,516			5,208	2,643	10,663	6,154	202 ± 13	350 ± 21	178 (+10-9)	260 (+37-33)	-0,8
cast6155d		($\beta=0$)	1,666	0,844							196 (+12-11)		-0,9
cast6155c			2,273	1,151							223 (+15-13)		-0,9
cast7599e	2617 ± 41	1,516			12,177	6,363	21,210	11,773	123 ± 8	222 ± 14	232 (+16-14)	nd	nd
cast7599d		($\beta=0$)	3,283	1,701							248 (+14-13)		nd
cast7599c			4,234	2,193							271 (+21-18)		nd

D_e = dose équivalente ($\pm$ erreur statistique) ; $D_{\text{ext sed}}$ = dose externe déterminée à partir des teneurs en U, Th, K des sédiments collectés sur le site. D_{ext} (dentine/cément) et D_{int} (enamel) sont déterminées à partir des rapports d'activité U, $^{234}\text{U}/^{238}\text{U}$ et $^{230}\text{Th}/^{234}\text{U}$ déterminés par spectrométrie alpha. La dose annuelle est calculée d'après Adamiec et Aitken (1998). EU = early uptake, LU = linear uptake (Ikeya, 1993) ; Les teneurs en eau sont (% poids) : sédiment = 20 ± 5 , dentine = 15 ± 5 , ciment = 15 ± 5 , émail = 2 ± 1 ; $k\alpha = 0,13 \pm 0,02$ (Grün et Katzenberger-Appel, 1994), $D(t) = D_{\text{ext}} + D_{\text{int}}$; p^* paramètre de diffusion de l'uranium d'après la méthode US-ESR (Grün et al., 1988) ; nd = non déterminé.

Tableau 1 : Ages ESR (EU), (LU), (US) déterminés à l'aide du programme informatique ESR-DATA de Grün (2006a).
Table 1: (EU), (LU), (US) ESR Ages calculated with the ESR-DATA computer program of Grün (2006a).

épaisseurs des échantillons d'émail analysés ainsi que les épaisseurs retirées au cours de la préparation sont présentées dans le tableau 2. Les teneurs en radioéléments des sédiments sont particulièrement élevées dans l'unité 5 alors qu'elle sont plus modérées dans l'unité 4 (Tableau 3). Les doses annuelles correspondantes sont de 3,174 mGy/an pour l'unité 5 et de 1,516 mGy/an pour l'unité 4 (Tableau 1, Fig. 5). La contribution de la dose annuelle du sédiment est deux fois plus importante pour la dent cast11479 par rapport aux autres dents. Pour cette dent, la dose bêta du sédiment est prise en compte car l'émail n'était pas recouvert de ciment sur la face côté sédiment contrairement aux autres dents ($\beta = 0$) (Tableau 1).

Les teneurs en uranium des échantillons sont particulièrement élevées. Elles sont comprises entre 195 et 427 ppm d'uranium pour les dentines, entre 265 et 549 ppm pour les ciments et entre 9 et 49 ppm pour les échantillons d'émail. Des teneurs en uranium aussi élevées ont été rarement signalées dans la littérature (Grün et Taylor, 1996; Chen *et al.*, 1997; Rhodes et Grün, 1999; Grün *et al.*, 2006). Elles sont également très importantes pour les os de Castel di Guido, comprises entre 249 et 863 ppm (Michel *et al.*, 2001).

Unité	Email	Epaisseur (mm)	Epr* (mm)	Ca (%)	P (%)	CO ₃ (%)	F (%)	Ca/P
5	cast11479e	1,38	0,075					
	cast405e	1,81	0,130	37,16	16,56	5,67	0,44	1,74
4	cast3436e	1,48	0,110	37,31	16,56	5,10	0,30	1,74
	cast6155e	1,52	0,080	37,04	16,60	5,13	0,47	1,73
	cast7599e	1,54	0,065	38,66	16,57	6,08	0,78	1,80

* Epr est l'épaisseur retirée sur chaque face.

Ca₁₀ (PO₄)₆ (OH)₂ : Ca/P = 1,67

Tableau 2 : Épaisseur d'émail, épaisseur retirée, composition chimique.

Table 2: Enamel thickness, removed thickness, chemical composition.

Tableau 3 : Données obtenues par spectrométrie gamma pour les sédiments de Castel di Guido.

Table 3: Data obtained by gamma Spectrometry for the Castel di Guido sediments.

Unité, N°	U (dpm/g)	Ra (dpm/g)	Rn (dpm/g)	Th (dpm/g)	K (%)
5, CDG90-13-sup	6,92 ± 0,15	6,11 ± 0,30	5,4 ± 0,06	11,03 ± 0,06	2,06 ± 0,03
	6,23 ± 0,13	6,95 ± 0,26	5,56 ± 0,05	10,93 ± 0,05	2,04 ± 0,02
moyenne pondérée	6,51 ± 0,34	6,60 ± 0,42	5,49 ± 0,08	10,97 ± 0,05	2,05 ± 0,01
4, CDG91-3-inf	2,48 ± 0,08	2,68 ± 0,14	2,27 ± 0,03	4,66 ± 0,03	1,94 ± 0,02
	2,82 ± 0,08	2,99 ± 0,15	2,44 ± 0,03	4,65 ± 0,03	2,01 ± 0,02
moyenne pondérée	2,64 ± 0,17	2,83 ± 0,15	2,35 ± 0,09	4,65 ± 0,01	1,98 ± 0,03

Les erreurs statistiques de comptage sont de 1 σ , incluant les erreurs sur la mesure sur l'échantillon et du standard (Yokoyama et Nguyen, 1980).

Figure 5 : Doses équivalentes, doses annuelles et âges ESR correspondants.

Figure 5: Equivalent doses, annual doses and corresponding ESR ages.

Du fait de ces teneurs en uranium élevées, les âges ESR des échantillons d'émail calculés selon les deux modes d'incorporation de l'uranium : le mode EU (*Early uptake*) et le mode LU (*linear uptake*) sont très différents (Fig. 6). Cependant ils sont moins dispersés que les âges U-Th des os, dentines, ciments et des échantillons d'émail (Fig. 6).

Les doses annuelles EU et LU des différentes composantes (émail, dentine et ciment) sont présentées dans le tableau 1 et la figure 5. Les doses annuelles internes (émail) sont plus particulièrement élevées comme l'indique la figure 5. Elles sont comprises entre 3,31 mGy/an (cast11479e, EU) et 12,18 mGy/an (cast7599e, EU). Les âges ESR sont compris entre 123 et 235 ka pour le mode EU et entre 222 et 235 ka pour le mode LU (Tableau 1, Fig. 6). L'émail cast7599e dont la teneur en uranium est extrêmement élevée (49 ppm) donne des âges EU (123 ka) et LU (222 ka) qui ne sont pas concordants avec ceux des autres échantillons (Fig. 6).

La détermination des compositions chimiques des échantillons d'émail a été réalisée afin de mieux appréhender les processus de fossilisation. Les résultats sont présentés dans le tableau 2. Les teneurs en Ca, P, F et carbonates des échantillons indiquent qu'ils sont constitués d'apatite carbonatée et fluorée. Les teneurs en carbonate, comprises entre 5,67 et 6,08 % sont nettement supérieures à la valeur de l'émail actuel (4,13 %, Michel *et al.*, 1995). La teneur en P est inférieure à l'actuel, ce qui indiquerait une substitution préférentielle des sites PO_4^{3-} par les carbonates au cours de la fossilisation. Les teneurs en fluor, comprises entre 0,30 et 0,78 %, sont particulièrement élevées si on les compare aux échantillons d'émail fossile du Lazaret (0,014-0,095 %, Michel *et al.*, 1995) ou à celle de l'émail de cerf actuel (0,013 %). Les ions OH^- seraient de ce fait remplacés en partie par des ions F^- dans le réseau apatite, renforçant ainsi l'émail dentaire fossile. Arnoldus-Huyzendveld *et al.* (2001) mentionnent la transformation de l'hydroxyapatite en fluorapatite au cours de la fossilisation dans le site préhistorique voisin de La Polledrara (Fig. 1) avec un environnement riche en cendres volcaniques. Les auteurs envisagent ainsi le même phénomène à Castel di Guido. On note que les teneurs en carbonate et en fluor de l'émail cast7599e sont supérieures (6,08 et 0,78 % respectivement) à celles des autres échantillons (5,13-5,67 % et 0,30-0,44 % respectivement), ce qui indiquerait des changements structuraux plus importants de cet émail au cours de la fossilisation avec une altération possible du signal ESR. Cela induirait une sous-estimation de la dose équivalente et par conséquent un rajeunissement de cet émail par rapport aux autres échantillons (Fig. 6) à moins qu'il s'agisse d'une sous-estimation de l'âge par une surestimation de la dose annuelle. En effet, les âges ESR des autres échantillons d'émail, dont les teneurs en uranium sont

Figure 6 : Représentation des âges U-Th des os et des dents, et des âges ESR (EU) (US) (LU) pour les unités 4 et 5 du site de Castel di Guido.

Figure 6: Apparent U-Th ages of bones and teeth and (EU) (US) (LU) ESR ages for units 4 and 5 of Castel di Guido.

nettement inférieures (de 9 à 15 ppm), sont plus cohérents entre eux et compris entre 202 et 235 ka pour le mode (EU) et entre 350 et 372 ka pour le mode (LU). Ainsi les âges EU correspondent au stade isotopique de l'oxygène 7 et les âges LU aux stades isotopiques 10 et 11 (Fig. 6).

Le contexte géologique du site suggère aussi de possibles modifications tardives de la composition chimique du sédiment et de l'os. La séquence est entrecoupée de fractures et de petites failles patinées d'oxydes de Mn en croûtes épaisses, indiquant une circulation importante d'eaux riches en éléments d'origine relativement profonde. Cela peut être une raison de l'enrichissement en uranium et de variations de la

teneur en eau du sédiment, manifestées de façon irrégulière dans le site par l'espacement à grosse maille du réseau de fractures. Ces phénomènes conduiraient à une évaluation plus difficile et imprécise de la dose annuelle à Castel di Guido.

La comparaison des âges U-Th et ESR des échantillons d'émail montre une bonne concordance entre les deux méthodes, à l'exception toujours de l'échantillon cast7599e (Fig. 7A). Par la combinaison des méthodes U-Th et ESR, un paramètre de diffusion de l'uranium est obtenu pour les échantillons cast11479e, cast405e, cast3436e, cast6155e. L'âge U-Th de l'émail cast7599e est supérieur à l'âge ESR, ce qui ne permet pas de déterminer un paramètre p . Dans ce cas, le modèle US ne donne pas de solution (Grün *et al.*, 1988). En ce qui concerne les autres échantillons, les paramètres p sont compris entre -0.9 et -0.6 indiquant une migration de l'uranium comprises entre les modes EU et LU comme le montre la représentation graphique des différents paramètres (Fig. 7B). Ces valeurs montrent donc que les âges ESR sont compris entre ces deux modes d'incorporation. Ainsi les âges US-ESR varient de 260 ka à 327 ka (Tableau 1). On note une décroissance des âges avec la profondeur, entre les stades isotopiques 8 et 9 (Fig. 6). La dispersion des âges et des teneurs en uranium très élevées montrent un mécanisme complexe de migration de l'uranium. De possibles déséquilibres dans la

famille de l'uranium peuvent entraîner des variations d'âge : ils pourraient impliquer une variation de la dose annuelle dans le temps et aussi expliquer la décroissance des âges observée avec la profondeur stratigraphique. Il est probable que les deux modèles EU et LU ne soient pas réalistes. Des apports ou pertes d'uranium se produisent pendant des phases de ruissellement liées à des phénomènes géologiques ou climatiques et à la géochimie environnante.

4. CONCLUSION

Les âges US-ESR obtenus sur les échantillons d'émail de dents d'aurochs des unités 4 et 5 de Castel di Guido sont dispersés entre 260 et 327 ka et recouvrent les stades isotopiques marins 8 et 9. Cette dispersion des âges est essentiellement liée à la quantité très importante d'uranium dans les échantillons et dénote une migration importante de celui-ci liée à une histoire géochimique complexe du site. Les âges sont fortement dépendants des modes d'incorporation de l'uranium.

L'étude de la faune menée par Caloi *et al.* (1988) indiquerait un remplissage contemporain de l'unité faunique de Torre in Pietra qui correspond au stade isotopique 9. Par conséquent les âges US-ESR sont proches de cette conclusion biostratigraphique mais ne sont pas plus précis.

L'industrie de Castel di Guido présente des affinités typologiques avec les autres sites de la région de Rome (Casal de' Pazzi, La Polledrara di Ceganibbio, Malagrotta, Torre in Pietra, etc.) attribués à la même unité faunique (Caloi *et al.*, 1988). Des affinités qui ont lieu d'être surtout par la typologie et la technologie de l'industrie osseuse. Elles sont aussi identifiables pour le site de Fontana Ranuccio, daté par la méthode K/Ar à 458 ± 6 ka (Biddittu *et al.*, 1979). Cela pose des questions intéressantes sur la durée des industries à bifaces en os du Latium.

Figure 7 : (A) Comparaison des âges U-Th et ESR des échantillons d'émail de Castel di Guido. (B) Représentation graphique du paramètre p de l'uranium pour chaque émail.

Figure 7: (A) Comparison between U-Th ages and ESR of enamel samples from Castel di Guido. (B) Graphical curves of the p parameter of uranium for each enamel.

Remerciements

Les auteurs tiennent à remercier Jean-Michel Dolo (LNE-LNHB, CEA-Saclay, Gif-sur-Yvette) pour l'accès au système calibré d'irradiation des échantillons et au spectromètre ESR, le Professeur Carlo Tozzi (Università degli di Pisa) pour les échantillons et le Professeur Henry de Lumley pour cette proposition d'étude.

Bibliographie

ADAMIEC, G., AITKEN, M., 1998. Dose-rate conversion factors: update, *Ancient TL*, 16, p. 37-50.

- ARNOLDUS-HUYZENDVELD A., ZARLENGA F., GIOIA, P., PALOMBO, M. R., 2001. Distribution in space and time and analysis of preservation factors of Pleistocene deposits in Roma area, *Proceedings of the 1st International Congress, The World of Elephants, Roma, CNR-Roma*, p. 10-17.
- BASSINOT, F.-C., LABEYRIE, L.-D., VINCENT, E., QUIDELLEUR, X., SHACKLETON, N. J., et LANCELOT, Y., 1994. The astronomical theory of climate and the age of the Brunhes-Matuyama magnetic reversal, *Earth and Planetary Science Letters*, 126, p. 91-108.
- BIDDITTU I., CASSOLI P. F., RADICATI F., SEGRE A. G., SEGRE NALDINI E. et VILLA I., 1979. Anagni, a K/Ar-dated Lower and Middle Pleistocene site, Central Italy, *Quaternaria*, 21, p. 53-71.
- CALLENS, F. J., VERBEECK, R. M. H., NAESSENS, D. E., MATTHYS, P. F. A. et BOESMAN, E. R., 1989. Effect of Carbonate Content on the ESR spectrum Near $g = 2$ of Carbonated Calciumapatites Synthesized from Aqueous Media, *Calcified tissue International*, 44, p. 114-124.
- CALOI, L. PALOMBO, M. R. et ZARLENGA, F., 1998. Late-Middle Pleistocene mammal faunas of Latium (central Italy) : stratigraphy and environment, *Quaternary International*, 47/48, p. 77-86.
- CHEN, T. M., YANG, Q., HU, Y. Q., BAO, W. B. et LI, T. Y., 1997. ESR dating of tooth enamel from Yunxian *Homo erectus* site, China, *Quaternary Science Reviews*, 16, p. 455-458.
- DOLO, J.-M., RAFFI J. et PICCERELLE P., 2005. Étude des mécanismes de radiolyse de l'alanine et des acides aminés. Implications pour la métrologie des rayonnements ionisants : Dosimétrie par résonance paramagnétique électronique de l'alanine, *Revue française de métrologie*, 4, p. 5-15.
- EVERNDEN, J. F. et CURTIS, G. H., 1965. The Potassium-Argon Dating of Late Cenozoic Rocks in East Africa and Italy, *Current Anthropology*, 6, p. 343-364.
- ELLIOT J. C., 1997. *Structure, crystal chemistry and density of enamel apatites, Dental enamel*, Wiley, Chichester, Ciba Foundation Symposium, 205, p. 54-72.
- FORNASERI, M., 1985. Geochronology of volcanic rocks from Latium (Italy), *Rendiconti della Società Italiana Mineralogia e Petrologia*, 40, p. 73-105.
- GRÜN, R., 1989. Electron spin resonance (ESR) dating, *Quaternary international*, 1, p. 65-109.
- GRÜN, R., 2000. Methods of dose determination using spectra of tooth enamel, *Radiation Measurements*, 32, p. 767-772.
- GRÜN, R., 2006a. *ESR-DATA. Unpublished Computer Program*, Canberra, Research School of Earth Sciences.
- GRÜN, R., 2006b. Direct Dating of Human Fossils, *Yearbook of physical anthropology*, 49, p. 2-48
- GRÜN, R., SCHWARCZ, H. P. et CHADAM, J. 1988. ESR dating of tooth enamel: coupled correction for U-uptake and U-series disequilibrium, *Nuclear Tracks and Radiation Measurements*, 14, p. 237-241.
- GRÜN, R. et KATZENBERGER-APEL, O. 1994. An Alpha irradiator for ESR dating, *Ancient TL*, 12, p. 35-38.
- GRÜN, R. et TAYLOR, L. 1996. Uranium and thorium in the constituents of fossil teeth, *Ancient TL*, 14, p. 21-25.
- GRÜN, R., EGGINS, S., WELLS R. T., RHODES, E., BESTLAND E., SPOONER N., AYLING M., FORBES M. et McCULLOCH M., 2006. A cautionary tale from down under: Dating the BlackCreek Swamp megafauna site on Kangaroo Island, South Australia, *Quaternary Geochronology*, 1, p. 142-150.
- IKEYA, M., 1993. *New applications of electron spin resonance : dating, dosimetry and microscopy*, Singapore, World Scientific.
- KARNER, D. B., MARRA F. et RENNE P. R., 2001. The history of the Monti Sabatini and Alban Hills volcanoes : groundwork for assessing volcanic-tectonic hazards for Rome, *Journal of Volcanology and Geothermal Research*, 107, p. 185-219.
- MANZI, G., PALOMBO, M. R., CALOI, L. et MALLEGN, F., 2001. Transitions in human evolution and faunal changes during the Pleistocene in Latium (Central Italy), *Proceedings of the 1st International Congress, The World of Elephants, Roma, CNR-Roma*, p. 59-66.
- MARSH, R. E., 1999. β -gradient isochrons using electron paramagnetic resonance: Towards a new dating method in archaeology, MSc thesis, McMaster University, Hamilton.
- MICHEL, V., ILDEFONSE, Ph. et 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, p. 145-159.
- MICHEL, V., YOKOYAMA, Y. et BOSCHIAN, G. 2001. Preliminary U-series results and dating of faunal remains from Castel di Guido, Italy. *Proceedings of the 1st International Congress, The World of Elephants, Roma, CNR-Roma*, p. 548-551.
- RADMILLI, A. M. et BOSCHIAN, G. 1996. *Gli scavi a Castel di Guido, il piu antico giacimento di cacciatore del Paleolitico inferiore nell'Agro Romano*, Firenze, Istituto Italiano di Preistoria e Protostoria.
- RINK, W. J., 1997. Electron Spin Resonance (ESR) Dating and ESR Applications in Quaternary Science and Archaeometry, *Radiation Measurements*, 27, p. 975-1025.
- RHODES, E. J. et GRÜN, R., 1999. Preliminary ESR dates for tooth enamel from Notarchirico, in PIPERNO, M. (ed.), *Notarchirico. Un sito Del Pleistocene Medio Iniziale nel Bacino di Venosa*, Edizioni Osanna, p. 245-251.
- VANHALEWYN, G., CALLENS, F. et GRÜN, R., 2000. EPR spectrum deconvolution and dose assessment of fossil tooth enamel using maximum likelihood common factor analysis, *Applied Radiation and Isotopes*, 52, p. 1317-1326.
- YOKOYAMA, Y. et NGUYEN, H. V., 1980. Direct and non destructive dating of marine sediments, manganese nodules, and corals by high resolution gamma-ray spectrometry, in GOLDBERG, E. D., HORIBE, Y., SARUHASHI, K. (Eds.), *Isotope Marine Chemistry*, Tokyo, Uchida Rokakuho, p. 259-289.