

N° d'ordre : 2725

THÈSE

présentée à

L'UNIVERSITÉ BORDEAUX I

ÉCOLE DOCTORALE DES SCIENCES DU VIVANT, GEOSCIENCES ET
SCIENCES DE L'ENVIRONNEMENT

par **Chantal Tribolo**

POUR OBTENIR LE GRADE DE

DOCTEUR

SPÉCIALITÉ : Anthropologie biologique

**APPORT DES METHODES DE LA LUMINESCENCE A LA CHRONOLOGIE DES
TECHNO-FACIES DU MIDDLE STONE AGE ASSOCIES AUX PREMIERS
HOMMES MODERNES DU SUD DE L'AFRIQUE**

Soutenue le : 29 octobre 2003

Après avis de :

M^{me} Alison Brooks, professeur à l'Université George Washington
M. Didier Miallier, professeur à l'Université d'Auvergne

Rapporteurs

Devant la commission d'examen composée de :

M. Jean-Philippe Rigaud, conservateur général du Patrimoine
M^{me} Alison Brooks, professeur à l'Université George Washington
M. Didier Miallier, professeur à l'Université d'Auvergne
M^{me} Ann Wintle, professeur à l'Université d'Aberyswyth
M. Jean-Jacques Hublin, professeur à l'Université Bordeaux I
M. Norbert Mercier, chargé de recherche au CNRS, Gif-sur-Yvette

**Président
Examineurs**

Avant-Propos

Je commencerai par remercier M. Laurent Turpin, directeur du Laboratoire des Sciences du Climat et de l'Environnement (LSCE, UMR CEA-CNRS), pour son accueil au sein du laboratoire, M. Philippe Jean-Baptiste, responsable du groupe Géochronologie et Géomarqueurs et Mme. Martine Paterné, responsable de l'équipe Géochronologie. Je tiens aussi à remercier Mme. Sylvie Joussaume qui était directrice adjointe du LSCE au début de ma thèse et qui m'avait encouragée lors de ma demande de bourse.

Tous mes remerciements également à M. le Professeur Jean-Jacques Hublin qui a accepté la charge de responsable universitaire.

Mes plus sincères remerciements à Mme. Hélène Valladas et M. Norbert Mercier, mon responsable de thèse au laboratoire, qui ont bien voulu me confier le sujet de recherche sur le MSA d'Afrique du Sud. Merci pour leur aide, leur soutien et tout ce qu'ils m'ont apporté tout au long de ces trois années. Ils ont également grandement contribué à l'amélioration de ce mémoire.

M. Norbert Mercier a eu un rôle déterminant dans l'orientation scientifique de mon travail. Je le remercie vivement pour tous ses conseils et tout ce qu'il m'a appris sur la luminescence et la dosimétrie.

Je remercie mesdames Alison Brooks et Ann Wintle ainsi que messieurs Didier Miallier, Jean-Philippe Rigaud, Norbert Mercier et Jean-Jacques Hublin qui ont gentiment accepté de participer au jury.

J'ai bénéficié de l'aide précieuse de M. Jean-Louis Joron pour les analyses par activation neutronique réalisées au laboratoire Pierre Süe (Saclay), de M. Jean-Louis Reyss du LSCE pour les analyses par spectrométrie gamma au Laboratoire Souterrain de Modane et de Mme. Madeleine Sélo, du Laboratoire d'Etude de la Matière Extra-Terrestre (CNRS-MNHN), pour la réalisation des cartographies par traces de fission. Ils ont toute ma gratitude.

Je n'oublie pas non plus l'aide apportée par messieurs Pierre-Yves Gillot, Jean-Claude Lefèvre et Jean-Pierre Villemotte, du Département de Géologie de l'Université Paris XI, pour la confection et l'analyse des lames minces.

Tous mes remerciements également à M. Jean-Noël Barrandon pour m'avoir donné accès à la LA-ICP-MS et au microscope électronique environnemental du laboratoire Ernest Babelon, à Orléans (CNRS). Un grand merci à M. Bernard Gratuze et Melle. Aurélie Deraisme pour le temps passé à mes côtés sur ces appareils.

M. Serge Sanzelle a accepté d'effectuer pour moi des calculs de paléodose à l'aide de logiciels qu'il a développés et je l'en remercie vivement. Je remercie aussi l'équipe de TL de l'Université de Clermont-Ferrand qui m'avait chaleureusement accueillie lors d'un stage précédent mon inscription en thèse ; je n'avais pas eu encore l'occasion de le faire par écrit.

Alexandre K. m'a souvent aidée à corriger l'anglais des textes de mes publications et communications. Merci à lui pour sa patience.

Mes missions en Afrique du Sud ont été effectuées au sein de l'équipe travaillant sur le gisement de Diepkloof Rock Shelter : messieurs Jean-Philippe Rigaud, Pierre-Jean Texier, Jean-Pierre Texier, Arnaud

Lenoble, François Lacrampe-Cuyaubère, Jean-Baptiste Boudias et Guillaume Porraz, et mesdames Véronique Laroulandie et Sandrine Costamagno. Merci à tous pour avoir rendu ces missions aussi intéressantes sur le plan scientifique qu'agréables sur le plan humain. M. Jean-Pierre Texier et M. Arnaud Lenoble m'ont beaucoup appris sur la géologie du gisement et des roches étudiées et je les en remercie.

Cette étude n'aurait pu aboutir sans la collaboration des préhistoriens en charge des différents gisements. Mes plus vifs remerciements à messieurs John Parkington, Cedric Poggenpoel, Christopher Henshilwood, Mme. Judith Sealy, M. Hilary Deacon, ainsi qu'à messieurs Graham Avery, Royden Yates, Curtis Marean et Pieter Nilssen avec lesquels j'ai eu des contacts répétés.

Merci également à mesdames Sarah Wurz et Heather Jones et messieurs James Feathers, Stephan Woodborne, Rainer Grün pour les informations échangées sur les gisements et les données chronologiques.

Messieurs Francesco d'Errico et Jaques Giraudeau ont permis mon intégration dans les projets financés par le CNRS qu'ils dirigent (programmes OHLL et ECLIPSE). Merci à tous les deux.

Tout au long de ses trois années, j'ai pu apprécier la collaboration scientifique et l'amitié de Zenobia Jacobs. Je remercie à cette occasion l'équipe de luminescence de l'Université d'Aberyswyth, et en particulier, Mme. Ann Wintle et M. Geoff Duller, pour les discussions intéressantes que nous avons eues.

Je remercie Mme. Maryse Mouveroux qui s'est occupée avec une constante bonne humeur de mes dossiers administratifs. Je n'oublie pas Mme. Laurence Viallette, d'une gentillesse exemplaire, qui entre deux congés de maternité, m'a été d'une aide très précieuse au laboratoire, ainsi que Mme. Evelyne Kaltnecker. Merci également à tout le personnel du LSCE, si ce n'est pour les longues discussions puisque je ne suis pas très loquace, du moins pour les sourires et les bonjours échangés dans les couloirs.

Je tiens enfin à renouveler mes plus sincères remerciements à Norbert Mercier et Hélène Valladas qui m'ont permis de travailler dans un contexte humain agréable. Merci encore.

Ce travail a été réalisé dans le cadre d'un Contrat de Formation par la Recherche (CFR), financé par le CEA.

Les missions de terrain ont bénéficié des financements des projets :

- "La parole aux symboles. Les implications linguistiques de l'archéologie, du langage et de la diversification des langues" ; programme "Origine des Hommes, des Langues et du Langage", CNRS
- "ECRAN - Environnement et Climat Récent en Afrique Australe et en Namibie " ; programme ECLIPSE, CNRS
- "Eland / Elan" ; Région Aquitaine
- "Mission Diepkloof " ; Ministère des Affaires Etrangères.

Table des matières

| | |
|---|-----------|
| <i>Avant-Propos</i> | 3 |
| <i>Table des matières</i> | 5 |
| <i>Listes des figures</i> | 9 |
| <i>Liste des tableaux</i> | 11 |
| <i>Avertissement</i> | 13 |
| <i>Introduction générale</i> | 15 |
| Chapitre I : Problématique et données chronologiques | 19 |
| Introduction | 19 |
| I. Middle Stone Age, Howieson's Poort et Still Bay : l'émergence de l'Homme "moderne" | 19 |
| 1. Brève définition du Middle Stone Age | 19 |
| 2. L'émergence de l'Homme Moderne | 22 |
| L'anatomie moderne | 22 |
| Le comportement moderne..... | 24 |
| Howieson's Poort et Still Bay..... | 26 |
| II. Chronologie de l'Howieson's Poort et du Still Bay | 27 |
| 1. Place de l'Howieson's Poort et du Still Bay au sein des autres techno-faciès MSA | 27 |
| 2. L'influence des études paléoenvironnementales sur la chronologie absolue du Middle Stone Age et de l'Howieson's Poort..... | 29 |
| Paléoenvironnements et chronologie à Border Cave et Klasies River | 30 |
| La Klasies River regression et les interprétations de l'Howieson's Poort..... | 32 |
| Critique de l'utilisation des paléoenvironnements pour l'établissement de la chronologie du MSA..... | 34 |
| 3. Les années 90 : les méthodes physico-chimiques de datation | 34 |
| Chapitre II : La luminescence des roches et son utilisation à des fins de datation (TL – OSL) . | 39 |
| I. La luminescence et l'équation d'âge | 39 |
| 1. Principe de la méthode..... | 39 |
| 2. Modèle physique du phénomène de luminescence | 42 |
| 3. Les signaux de luminescence (TL – OSL)..... | 44 |
| Caractéristiques d'un signal de TL | 44 |
| Caractéristiques d'un signal d'OSL..... | 45 |
| Croissance des signaux avec la dose..... | 46 |
| II. Les échantillons | 47 |
| 1. Choix des échantillons sur le terrain..... | 47 |
| 2. Description..... | 47 |
| 3. Préparation des échantillons | 48 |
| Préparation mécanique | 48 |
| Traitements chimiques | 48 |
| Conditions d'éclairage | 49 |
| 4. Blanchiment..... | 50 |
| L'opacité des quartzites | 50 |
| Test de blanchiment des quartzites..... | 50 |
| III. Détermination de la paléodose | 53 |
| 1. Détermination de la paléodose par la technique de la TL..... | 53 |
| Présélection de l'échantillon..... | 53 |

| | |
|---|-----------|
| Les mesures de TL | 53 |
| Construction des courbes de croissance ; test du plateau..... | 54 |
| Méthodes de calcul de la paléodose..... | 54 |
| 2. Protocole de détermination de la paléodose par la technique de l'OSL | 56 |
| Le principe | 56 |
| Températures de préchauffe et température d'excitation..... | 57 |
| Les tests de recyclage et de récupération | 58 |
| 3. Erreur sur la détermination de la paléodose..... | 59 |
| IV. Débit de dose interne: | 59 |
| 1. L'équation du débit de dose interne | 60 |
| 2. Détermination du débit de dose alpha..... | 61 |
| Efficacité relative des alpha | 61 |
| Le facteur de sensibilité alpha..... | 62 |
| Le débit de dose alpha équivalent bêta | 63 |
| 3. Détermination des teneurs internes..... | 63 |
| L'analyse par activation neutronique..... | 63 |
| La représentativité des teneurs moyennes..... | 64 |
| V. Débit de dose externe: | 66 |
| 1. Les techniques utilisées..... | 66 |
| Les dosimètres au CaSO ₄ | 66 |
| Le spectromètre de terrain..... | 67 |
| La spectrométrie gamma de laboratoire | 67 |
| 2. Variations du débit de dose gamma | 68 |
| Variation spatiale | 68 |
| Variation temporelle..... | 68 |
| VI. Calcul de l'âge et estimation de l'erreur..... | 70 |
| Chapitre III : Blombos Cave..... | 71 |
| I. Le gisement | 72 |
| 1. Stratigraphie..... | 72 |
| 2. Les vestiges lithiques et fauniques..... | 74 |
| Les vestiges lithiques et les matières minérales colorées..... | 74 |
| Les restes osseux et les pointes en os..... | 74 |
| Les coquillages et les ossements de poissons..... | 75 |
| II. Les échantillons étudiés..... | 75 |
| 1. Sélection des échantillons | 75 |
| 2. Observation des lames minces..... | 76 |
| III. Débit de dose interne : prise en compte de l'hétérogénéité au sein des quartzites et des silcrètes..... | 78 |
| 1. Détermination des teneurs moyennes par activation neutronique..... | 78 |
| 2. Distribution des radioéléments | 79 |
| Cartographie par traces de fission..... | 79 |
| Recherche d'informations complémentaires par d'autres méthodes | 81 |
| 3. Calcul du débit de dose interne | 81 |
| L'approche statistique..... | 81 |
| Calcul de la dose et estimation de l'erreur..... | 84 |
| IV. Débit de dose externe | 86 |
| 1. Détermination du débit de dose externe et étude de sa variation spatiale..... | 86 |
| 2. Variation temporelle du débit de dose gamma..... | 86 |
| V. Détermination de la paléodose..... | 90 |
| VI. Calcul des âges et discussion | 92 |

| | |
|--|------------|
| 1. Cohérence interne | 92 |
| 2. Comparaison avec d'autres données radiométriques..... | 93 |
| Chapitre IV : Diepkloof Rock Shelter | 95 |
| I. Le gisement | 96 |
| 1. Description de la stratigraphie et étude géologique | 96 |
| 2. La faune | 99 |
| 3. Les vestiges lithiques | 99 |
| 4. Les études chronologiques antérieures | 100 |
| II. Les échantillons étudiés..... | 101 |
| 1. Sélection des échantillons | 101 |
| 2. Observation des lames minces | 101 |
| III. Détermination de la paléodose | 102 |
| 1. Paléodose TL | 102 |
| Description des signaux de TL et analyse des difficultés | 102 |
| Les solutions envisagées | 104 |
| Bilan de l'étude de TL | 105 |
| 2. Paléodose OSL..... | 105 |
| Test d'applicabilité de SAR..... | 106 |
| Application de SAR aux échantillons de forte sensibilité OSL | 107 |
| Application de SAR aux échantillons de faible sensibilité OSL..... | 110 |
| 3. Bilan..... | 110 |
| IV. Débit de dose interne..... | 111 |
| 1. Concentrations moyennes en U, Th, K | 111 |
| 2. Distribution des radioéléments | 112 |
| Observation de la répartition de l'uranium | 112 |
| Conséquence sur le lien entre uranium et phosphates..... | 112 |
| 3. Calcul du débit de dose interne..... | 112 |
| V. Débit de dose externe..... | 114 |
| 1. Variation spatiale du débit de dose gamma | 114 |
| 2. Variation temporelle du débit de dose externe..... | 117 |
| 3. Débit de dose cosmique | 117 |
| VI. Calcul des âges et discussion | 117 |
| 1. Détermination d'un intervalle d'âge | 117 |
| 2. Comparaison avec d'autres données radiométriques..... | 120 |
| Chapitre V : Klasies River..... | 123 |
| I. Le gisement | 123 |
| 1. Stratigraphie..... | 126 |
| 2. Les vestiges lithiques | 128 |
| 3. Les vestiges fauniques | 128 |
| 4. Les Hommes anatomiquement modernes de Klasies River | 129 |
| 5. Etudes chronologiques antérieures | 129 |
| II. Les échantillons étudiés..... | 130 |
| 1. Sélection des échantillons | 130 |
| 2. Observation des lames minces | 130 |
| III. Détermination de la paléodose | 132 |
| 1. La question du blanchiment..... | 132 |
| 2. Les paléodoses TL et OSL..... | 133 |

| | |
|--|------------|
| 3. Comparaison des paléodoses TL et OSL | 136 |
| 4. Bilan..... | 137 |
| IV. Détermination du débit de dose | 138 |
| 1. Débit de dose interne | 138 |
| Détermination des teneurs moyennes..... | 138 |
| Calcul du débit de dose interne | 139 |
| 2. Débit de dose externe..... | 139 |
| Les mesures..... | 139 |
| Les débits de dose gamma déduits | 139 |
| Détermination du débit de dose gamma pour chaque échantillon lithique..... | 141 |
| Variation temporelle du débit de dose gamma | 142 |
| Débit de dose cosmique | 142 |
| V. Calcul des âges et discussion | 143 |
| 1. Cohérence interne | 143 |
| Calcul de l'âge | 143 |
| Discussion sur les sous-estimations possibles de l'âge..... | 144 |
| 2. Comparaison avec d'autres données radiométriques:..... | 145 |
| 3. Contexte paléoenvironnemental..... | 148 |
| Chapitre VI : Synthèse et Discussion | 151 |
| I. Chronologie des techno-faciès Howieson's Poort et Still Bay : apport de ce travail..... | 151 |
| 1. Données chronologiques pour l'Howieson's Poort..... | 151 |
| Rappel des résultats antérieurs | 151 |
| Rappel des résultats de ce travail | 152 |
| 2. Données chronologiques pour le Still Bay..... | 152 |
| II. Discussion | 154 |
| 1. Relations chronologiques entre les différents techno-faciès du MSA | 154 |
| 2. Evolution des techno-faciès du MSA en relation avec le climat..... | 155 |
| 3. Les origines de la "modernité" | 156 |
| Conclusion générale..... | 159 |
| Bibliographie..... | 163 |
| Annexes..... | 175 |
| Annexe I: Revue bibliographique des études chronologiques effectuées sur les sites du MSA d'Afrique du Sud | 177 |
| Annexe II: Séquences typo-chronologiques du MSA d'Afrique du Sud..... | 199 |
| Annexe III: Appareils de mesure de la TL et de l'OSL - Sources radioactives | 203 |
| Annexe IV: Technique des traces de fission | 207 |
| Annexe V : Procédure de détermination des facteurs d'atténuation à partir de l'observation d'une lame mince..... | 209 |
| Annexe VI: Ensemble des courbes et plateaux de TL et d'OSL..... | 211 |
| Annexe VII: Publications | 225 |

Liste des figures

| | | |
|-----------------|--|-----|
| Figure I-1 : | Exemples d'artefacts lithiques correspondant aux différentes phases de la préhistoire sud africaine | 20 |
| Figure I-2 : | Localisation des principaux sites où l'Howieson's Poort et/ou le Still Bay sont présents..... | 21 |
| Figure I-3 : | Evolution du taux d'oxygène 18 dans l'océan au cours des derniers 150 ka..... | 31 |
| Figure I-4 : | Ensemble des données chronologiques obtenues sur des échantillons associés à l'Howieson's Poort et publiées à ce jour | 35 |
| Figure II-1 : | Schéma représentant l'évolution de la luminescence avec le temps | 40 |
| Figure II-2 : | Familles radioactives du thorium 232 et de l'uranium 238..... | 41 |
| Figure II-3 : | Représentation schématique des niveaux d'énergie des charges dans un réseau cristallin expliquant le phénomène de la luminescence stimulée | 43 |
| Figure II-4 : | Courbes de TL naturelle et régénérée de l'échantillon KRM112 | 45 |
| Figure II-5a : | Signal d'OSL de l'échantillon DRS6 mesuré à puissance constante | 46 |
| Figure II-5b : | Signal d'OSL de l'échantillon DRS6 mesuré à puissance augmentée linéairement | 46 |
| Figure II-6 : | Photographie d'un partie de la lame mince de la silicrète BB20 observée en lumière naturelle..... | 48 |
| Figure II-7 : | Photographie d'un partie de la lame mince de la quartzite DRS2..... | 48 |
| Figure II-8 : | Evolution du signal de TL naturelle et artificielle (dose ajoutée de 75 Gy, symboles carrés) selon la préparation | 49 |
| Figure II-9 : | Photographie de la petite scie et d'un échantillon utilisé pour déterminer l'efficacité du blanchiment | 52 |
| Figure II-10 : | Signaux normalisés de TL et d'OSL en fonction de la distance entre le point d'échantillonnage et la surface exposée à la lumière naturelle..... | 52 |
| Figure II-11 : | Courbe de croissance du signal OSL de l'échantillon KRM 76 obtenue avec le protocole SAR | 52 |
| Figure II-12 : | Détermination de la paléodose pour l'échantillon KRM 62 à partir des courbes de croissances TL additives et régénérées construites avec des aliquotes multiples..... | 55 |
| Figure II-13 : | Courbe de croissance obtenue en appliquant le protocole SAR à une aliquote de l'échantillon KRM 62... 57 | 57 |
| Figure II-14 : | Variation des coefficients d'atténuation des particules bêta et des particules alpha en fonction de la granulométrie des grains de quartz | 61 |
| Figure III-1 : | Fragments d'ocre gravés provenant de l'ensemble BBCM1 | 71 |
| Figure III-2 : | Objets découverts à Blombos Cave | 71 |
| Figure III-3 : | Localisation de Blombos Cave | 73 |
| Figure III-4 : | Photographie de la coupe D..... | 73 |
| Figure III-5 : | Dessin de la coupe D montrant les différents niveaux LSA et MSA séparés par la dune | 73 |
| Figure III-6 : | Schéma de la séquence stratigraphique de Blombos Cave avec la localisation des principales découvertes et l'indication de leur abondance..... | 73 |
| Figure III-7 : | Emissions de TL naturelle et régénérée de l'échantillon BB21 | 76 |
| Figure III-8 : | Photographies des lames minces des échantillons de Blombos examinées au microscope optique | 77 |
| Figure III-9 : | Photographie des kaptons montrant la distribution des traces de fission de U235 pour deux échantillons. 80 | 80 |
| Figure III-10 : | Relevé des principaux points chauds pour l'échantillon BB1, d'après la cartographie par traces de fission 80 | 80 |
| Figure III-11 : | Images au MEB de grains de 100-160 µm obtenus par broyage | 82 |
| Figure III-12 : | Exemple de facteurs de fréquence f_i pour deux échantillons, BB15 et BB20..... | 83 |
| Figure III-13 : | Répartition sur le carroyage des échantillons datés et des dosimètres de Ca SO ₄ | 88 |
| Figure III-14 : | Ensemble des courbes de TL naturelles, additives et régénérées pour l'échantillon BB15..... | 91 |
| Figure III-15 : | Courbes de croissance de la TL en fonction de la dose pour l'échantillon BB15 | 91 |
| Figure III-16 : | Bilan des âges obtenus dans ce travail pour les échantillons de Blombos Cave | 92 |
| Figure IV-1 : | Localisation de Diepkloof Rock Shelter..... | 95 |
| Figure IV-2 : | Vue du site depuis la rivière Verlorenvlei | 96 |
| Figure IV-3 : | Plan du site | 97 |
| Figure IV-4 : | Photographie de la coupe stratigraphique du sondage principal..... | 98 |
| Figure IV-5 : | Photographie de segments découverts à Diepkloof dans l'Orange Black Complex | 100 |
| Figure IV-6 : | Courbes de TL en fonction de la température de DRS6 | 103 |
| Figure IV-7 : | Courbes de TL additives et régénérées de DRS1 en fonction de la température..... | 103 |

| | |
|---|-----|
| Figure IV-8 : Courbes additives et régénérées de DRS8 montrant l'évolution de la forme des courbes après la remise à zéro | 103 |
| Figure IV-9 : Résultats des tests d'OSL pour l'ensemble des échantillons | 106 |
| Figure IV-10 : Résultats obtenus avec le protocole SAR pour DRS2 | 108 |
| Figure IV-11 : Résultats obtenus avec le protocole SAR pour DRS6 | 108 |
| Figure IV-12 : Paléodose de DRS 3 en fonction de la température de préchauffe | 109 |
| Figure IV-13 : Résultats obtenus avec le protocole SAR pour DRS1 | 109 |
| Figure IV-14 : Projections horizontale et verticale de l'emplacement des échantillons lithiques et des dosimètres | 115 |
| Figure IV-15 : Evolution de l'âge des échantillons suivant les hypothèses extrêmes sur le débit de dose gamma | 119 |
| Figure V-1 : Localisation du site de Klasies River..... | 124 |
| Figure V-2 : Plan du site principal et localisation des différentes zones de fouilles menées | 124 |
| Figure V-3 : Schéma d'une coupe verticale du site principal..... | 125 |
| Figure V-4 : Localisation des échantillons étudiés..... | 131 |
| Figure V-5 : Signaux de TL naturelle de trois échantillons caractéristiques de Klasies River | 132 |
| Figure V-6 : Résultats de l'application du protocole SAR à l'échantillon KRM 121 | 135 |
| Figure V-7 : Bilan des paléodoses TL et OSL | 137 |
| Figure V-8 : Variation induite par le changement de modèle de distribution des radioéléments au sein des quartzites.. | 145 |
| Figure V-9 : Variation induite par une modification du débit de dose gamma | 145 |
| Figure V-10 : Bilan des études de datation radiométriques et chimiques effectuées à Klasies River | 147 |
| Figure VI-1: Bilan des données chronologiques radiométriques et chimiques pour l'Howieson's Poort et le Still Bay... | 153 |

Liste des tableaux

| | | |
|-----------------|---|-----|
| Tableau I-1 : | Données complémentaires à la carte sur les séquences des principaux sites MSA ayant un assemblage HP ou Still Bay | 21 |
| Tableau I-2 : | Exemples de dates C14 obtenues pour les niveaux Howieson's Poort ou Post Howieson's Poort..... | 30 |
| Tableau II-1 : | Caractéristiques des différents pièges fréquemment observés dans le quartz..... | 44 |
| Tableau II-2 : | Débits de dose et flux spécifiques d'après Adamiec et Aitken (1998) | 60 |
| Tableau II-3 : | Détermination des S-alpha ($\mu\text{Gy}/1000\text{ alpha}/\text{cm}^2$) par différentes techniques et protocoles | 63 |
| Tableau II-4 : | Etude de la représentativité des teneurs en U, Th et K des échantillons BB1 et BB6..... | 65 |
| Tableau II-5 : | Teneurs en U et Th obtenues sur des aliquotes d'environ 50 mg ou 100 mg | 65 |
| Tableau III-1 : | Teneurs en U, Th et K déterminées par activation neutronique | 78 |
| Tableau III-2 : | Relevé des principaux points chauds pour l'échantillon BB1, d'après la cartographie par traces de fission | 80 |
| Tableau III-3 : | Débits de dose interne dus aux alpha et bêta..... | 84 |
| Tableau III-4 : | Exemples de l'incidence sur le débit de dose calculé d'une erreur commise sur la granulométrie de la roche ou sur le modèle | 85 |
| Tableau III-5 : | Débits de dose gamma déduits des mesures dosimétriques pour les différentes couches..... | 88 |
| Tableau III-6 : | Résultats des analyses effectuées en spectrométrie gamma à bas bruit de fond sur des fragments de bloc de calcarénite..... | 89 |
| Tableau III-7 : | Résultats des analyses effectuées en spectrométrie gamma à bas bruit de fond sur des échantillons de sédiment | 89 |
| Tableau III-8 : | Paléodoses obtenues par différentes techniques de calcul: A technique "additive", N technique "normalisée" | 91 |
| Tableau III-9 : | Bilan des paramètres utilisés pour le calcul des âges | 93 |
| Tableau IV-1 : | Echantillons prélevés à Diepkloof Rock Shelter lors des campagnes de janvier et novembre 2001 | 101 |
| Tableau IV-2 : | Bilan des paléodoses obtenues pour l'ensemble des échantillons par les différents techniques et protocoles | 111 |
| Tableau IV-3 : | Concentrations en radioéléments déterminées par activation neutronique | 111 |
| Tableau IV-4 : | Débits de dose alpha et bêta calculés à partir du modèle statistique | 113 |
| Tableau IV-5 : | Résultat des analyses par spectrométrie gamma à bas bruit de fond sur des échantillons de sédiment | 116 |
| Tableau IV-6 : | Bilan des données utilisées pour le calcul des âges..... | 118 |
| Tableau V-1 : | Description schématique de l'organisation stratigraphique de Klasies River..... | 127 |
| Tableau V-2 : | Valeurs des paléodoses TL pour les pics basse et haute température | 134 |
| Tableau V-3 : | Teneurs moyennes en U, Th et K déterminées par activation neutronique..... | 138 |
| Tableau V-4 : | Bilan des mesures de débit de dose gamma et cosmique effectuées par différents chercheurs à Klasies River..... | 140 |
| Tableau V-5 : | Bilan des datations TL à Klasies River | 143 |
| Tableau V-6 : | Bilan des études de datation radiométriques et chimiques effectuées à Klasies River | 146 |

Avertissement

Il est d'usage, en France, de nommer "Paléodose" la dose déterminée au laboratoire qui intervient dans le calcul d'un âge TL ou OSL. En toute rigueur, il serait pourtant souhaitable de dénommer cette dose différemment (par exemple, en l'appelant Dose Equivalente) afin de la différencier de la paléodose proprement dite qui reste inaccessible. Conscient de cette nuance, nous avons ici, malgré tout, suivi l'usage et utilisé le terme courant de paléodose.

Indiquons aussi que dans ce manuscrit, nous avons utilisé comme symbole décimal le point, et non la virgule, pour tirer profit des facilités offertes par les logiciels, notamment les tableurs.

Introduction générale

L'apparition précoce au confins du Pléistocène moyen et inférieur de l'Homme anatomiquement moderne en différentes régions du continent africain a été révélée par plusieurs découvertes paléanthropologiques et archéologiques auxquelles d'autres disciplines comme la génétique et la géochronologie ont ensuite apporté leur support. En particulier, des fossiles humains modernes ont été découverts dans plusieurs sites archéologiques du sud de l'Afrique attribués au Middle Stone Age.

L'étude des industries lithiques du Middle Stone Age, particulièrement abondantes dans cette région, permet de suivre l'évolution du comportement de l'Homme anatomiquement moderne depuis son apparition jusqu'à l'émergence des industries dites "modernes", qui se sont répandues en Afrique au cours du Late Stone Age et en Europe dès *ca.* 35 ka avant le présent, lors du Paléolithique Supérieur. Dans cette perspective, deux techno-faciès, l'Howieson's Poort et le Still Bay suscitent un intérêt particulier car, bien qu'appartenant au Middle Stone Age, ils présentent certains aspects spécifiques des périodes postérieures, du Late Stone Age, par exemple.

Actuellement, le Middle Stone Age d'Afrique du Sud ne bénéficie pas d'un cadre chronologique suffisamment bien étayé pour retracer les étapes de l'évolution culturelle des populations qui l'ont fabriqué. En effet, il se situe en deçà des limites d'application du radiocarbone (40-50 ka environ) et les interprétations chronologiques qui ont été proposées à partir des données paléoenvironnementales relatives à chaque gisement, restent controversées. Il était donc nécessaire d'avoir recours à d'autres méthodes de datation pour fixer de nouveaux jalons temporels, et c'est ainsi que des techniques comme la résonance paramagnétique électronique (ESR), les déséquilibres dans la famille de l'uranium (U-Th) ou la luminescence stimulée optiquement (OSL) ont commencé à être utilisées. Cependant, les résultats de ces méthodes sont encore beaucoup trop rares et la position chronologique de l'Howieson's Poort et du Still Bay reste incertaine. Notre objectif a donc été de préciser le cadre chronologique de ces deux techno-complexes en utilisant la méthode de datation par la thermoluminescence (TL) appliquées aux pierres chauffées. Malgré l'abondance de ce type de vestiges, cette méthode n'avait pas encore été appliquée aux sites du Middle Stone Age sud-africain et nous nous sommes donc attachés à multiplier les datations TL pour apprécier leur cohérence et pour les comparer aux autres résultats radiométriques disponibles, de façon à dégager un cadre chronologique pertinent.

Notre recherche a porté sur trois sites de référence, choisis en fonction de la puissance de leur stratigraphie et de l'intérêt des vestiges culturels qui y ont été découverts. Le premier, Blombos Cave, fouillé sous la direction de C. Henshilwood, se trouve en bordure de l'Océan Indien, à une centaine de kilomètres à l'est du Cap. Il comporte l'un des plus importants assemblages Still Bay découverts à ce jour ainsi que des artefacts très rares pour le Middle Stone Age, tels des fragments d'ocres gravées et des pointes façonnées en os, que l'on aurait attendu dans un contexte plus récent. Le second site, Diepkloof Rock Shelter situé à une centaine de kilomètres au Nord-Est du Cap, comporte une épaisse séquence associée à l'Howieson's Poort. Son étude fait l'objet d'une collaboration entre les Universités du Cap (Pr J.E. Parkington) et de Bordeaux I (Dr J-P. Rigaud). Le troisième gisement, Klasies River, sur la côte à 400 km environ à l'est du Cap, a été fouillé jusqu'en 1999 par le Pr. H.J. Deacon de l'Université de Stellenbosh. Il s'agit d'un site clef du Middle Stone Age d'Afrique du Sud qui a livré plusieurs ossements attribués à l'Homme anatomiquement moderne ; de plus, sa stratigraphie de près de 20 mètres de puissance permet de suivre l'évolution typo-technologique de l'industrie lithique sur une longue période. Pour ce site, nous nous sommes surtout intéressés aux niveaux Howieson's Poort car ils sont particulièrement bien développés en plusieurs secteurs de la grotte, ce qui rendait possible la confrontation de nos résultats.

Le silex couramment utilisé pour dater les sites du Paléolithique moyen européen est très rare dans les sites sud-africains et nous avons donc exploité des fragments de quartzite et de silcrète chauffés dont le constituant principal est le quartz, minéral très favorable à la datation par TL. L'une des difficultés rencontrées avec ce type de roche est la répartition hétérogène des radioéléments, ce qui nous a conduit à modifier l'approche utilisée avec le silex pour estimer le débit de dose interne. Conjointement à la TL, nous nous sommes aussi efforcés d'exploiter le signal de luminescence optique (OSL) du quartz de certains de nos échantillons après avoir abordé la question relative à son effacement possible à la suite de leur exposition à la lumière.

Dans le chapitre I, nous exposons les différentes hypothèses qui ont permis d'associer le Middle Stone Age à l'émergence de l'Homme anatomiquement moderne et de relier le développement de techno-complexes comme l'Howieson's Poort et le Still Bay à l'apparition de certains comportements dits "modernes". Sont présentées également les données chronologiques disponibles pour ces deux techno-faciès. Le chapitre suivant est dédié à la méthode de datation par la luminescence, sous ses aspects théoriques, méthodologiques et techniques, en insistant sur les protocoles utilisés pour nos échantillons. Les chapitres III à V sont consacrés aux trois sites étudiés: après une description du contexte archéologique et des études dont il a fait l'objet, nous

montrons comment ont été obtenus les différents paramètres nécessaires au calcul des âges ainsi que les développements méthodologiques suscités ; enfin nous discutons la validité de nos résultats du point de vue méthodologique. Le dernier chapitre (VI) présente une nouvelle synthèse des données obtenues pour l'Howieson's Poort et le Still Bay fondée sur nos résultats et ceux d'autres méthodes de datation ; leurs implications sont alors discutées.

Chapitre I : Problématique et données chronologiques

Introduction

Ce chapitre a deux objectifs : le premier est de présenter la problématique archéologique et paléanthropologique dans laquelle s'inscrit cette étude chronologique. Nous introduirons ainsi les notions de Middle Stone Age, Howieson's Poort (HP) et Still Bay (SB), tout en montrant comment elles s'intègrent dans le débat sur l'origine de notre espèce et de son comportement. Le second objectif est de montrer comment se sont construites les chronologies du Middle Stone Age et plus particulièrement de l'Howieson's Poort ; les différentes hypothèses élaborées aux cours des trois dernières décennies et les données les plus récentes sont exposées.

I. Middle Stone Age, Howieson's Poort et Still Bay : l'émergence de l'Homme "moderne"

1. Brève définition du Middle Stone Age

La définition du Middle Stone Age remonte aux années 20. Goodwin (1926), travaillant sur les diverses collections d'artefacts lithiques provenant de sites sud africains, propose tout d'abord les termes Early Stone Age (ESA) et Late Stone Age (LSA) : ils désignent respectivement les assemblages caractérisés par un outillage sur bloc et par un outillage sur éclat. Goodwin (Goodwin, 1928 ; Goodwin et Van Riet Lowe, 1929) réalise cependant rapidement que de nombreux assemblages ne rentrent dans aucune de ces catégories : il s'agit bien d'outillages sur éclats, mais ceux-ci sont différents de ceux du LSA. De façon informelle, les termes Middle Stone Age (MSA) ont par la suite été utilisés pour désigner tous les assemblages intermédiaires entre ESA et LSA, ne comportant ni les bifaces et hachereaux du ESA, ni les nombreux microlithes du LSA (A.I. Thackeray, 1992 ; Evans, 1994 ; Wurz, 1997 ; McBrearty et Brooks 2000) (fig. I-1). Appliquée tout d'abord à l'Afrique du Sud, la définition a été étendue à toute l'Afrique sub-saharienne (Klein, 2000; Deacon et Wurz, 1996), voire à l'Afrique toute entière (McBrearty et Brooks, 2000). Dans le cadre de cette thèse cependant, nous nous sommes concentrés uniquement sur la zone au sud de la rivière Limpopo (fig. I-2), comme la désigne A. I. Thackeray en 1992 dans sa synthèse sur le MSA.

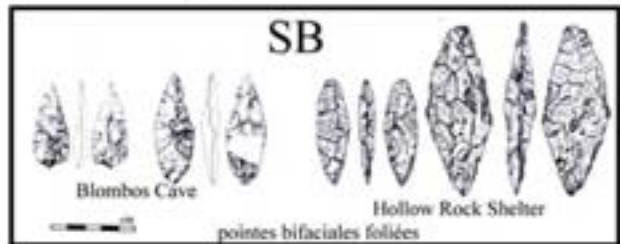
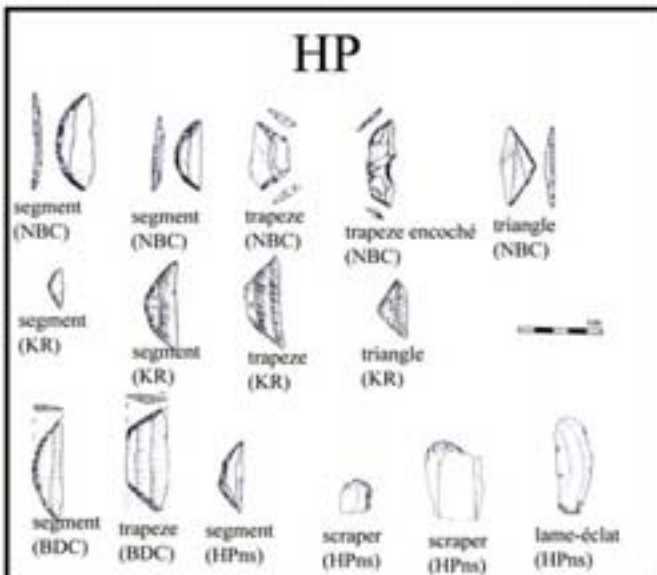
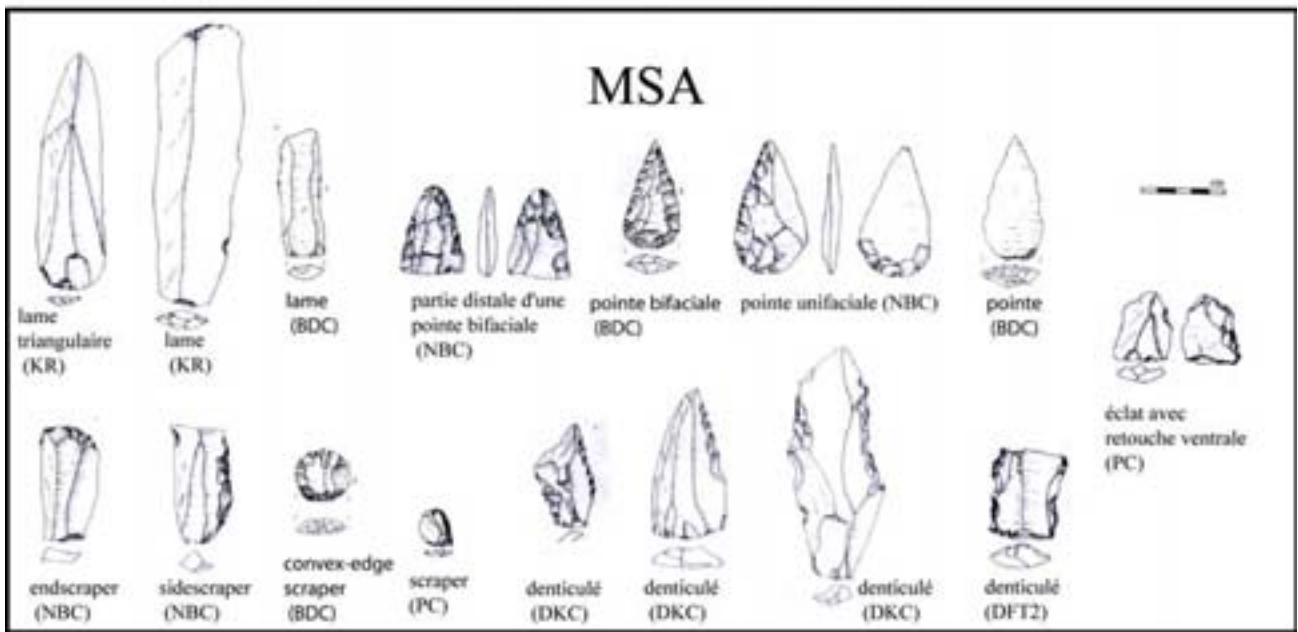


Fig. 1-1: Exemples d'artefacts lithiques correspondant aux différentes phases de la préhistoire sud africaine mentionnées dans le texte. Les outils MSA présentés sont pré et post HP. L'échelle est la même pour tous les dessins. Ceux-ci sont tirés de Volman 1984, Klein 2001, Henshilwood *et al.* 2001, Thackeray 1992, Evans 1994, Beaumont 1978
NBC: Nelson Bay Cave;
BDC : Border Cave
HPns: Howieson's Poort Name Site
KR: Klasies River
DKC: Die Kelders Cave

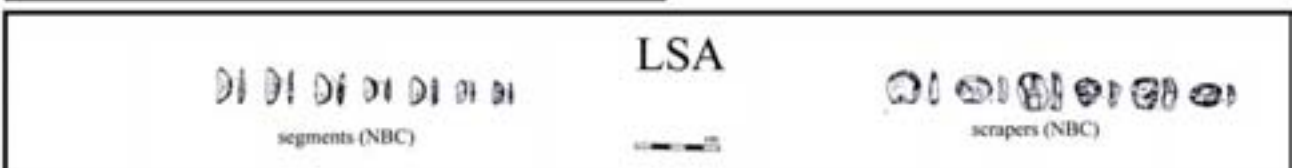




Figure I-2: Localisation des principaux sites où l'Howieson's Poort et/ou le Still Bay sont présents, et des sites mentionnés dans le texte.

| site | préHP-MSA | HP | postHP-MSA | hiatus long MSA/LSA | LSA/Pottery/ Iron age |
|-------------------------------|-----------------|--------------|------------------|---------------------|-----------------------|
| Peers Cave | oui | oui | oui | ? | ? |
| Klasies River | oui | oui | oui | oui | <5ka |
| Apollo11 | oui | oui | oui | non | <20 ka |
| Rose Cottage | oui | oui | oui | non | <20ka |
| Border cave | oui | oui | oui | oui? | <0.5ka |
| Umhlatuzana | oui | oui | oui | non | <26ka |
| Klipfonteinrand | oui | oui | non | ? | <? |
| Nelson Bay | oui | oui | non | oui | <17ka BP |
| Cave of Hearths | oui | oui | non | ? | ? |
| Paardeberg | oui | oui? | non | oui | <12 ka? |
| Boomplass | non | oui | oui | non | <21ka |
| Sehonghong | non | oui? | oui après hiatus | non | <20ka |
| Montagu | non (acheuléen) | oui | non? | oui | <5ka |
| Diepkloof Rock Shelter | non | oui | oui? | oui | <2ka |
| Oyster Bay | non | oui | non | ? | ? |
| Howieson's Poort | non | oui | non | | non |
| Die Kelders | | HP discuté | | oui | <2ka |
| Blombos | | pre SB et SB | | oui | <2ka |

Tableau I-1 : Données complémentaires à la carte (fig. I-2) sur les séquences des principaux sites MSA ayant un assemblage HP ou Still Bay (Blombos Cave).

Pendant longtemps le MSA été considéré comme grossièrement comparable au Paléolithique moyen européen, mais néanmoins plus tardif et plutôt contemporain du Paléolithique supérieur (ex : Clark, 1970 et Klein, 1970). L'Afrique était alors considérée comme un continent sur lequel les progrès techniques et culturels avaient été retardés.

Dans les années 50 en particulier, la théorie des "pluviaux", établie à partir des travaux effectués en Afrique de l'Est, ceux de Leakey entre autres (Leakey et Solomon, 1929 ; Leakey et Cole, 1952, cités par Wurz 1997), donnait des équivalences entre les périodes glaciaires et interglaciaires de l'hémisphère nord et des périodes humides et sèches respectivement de l'hémisphère sud. Ainsi, le MSA était associé au pluvial gamblien, correspondant à la période glaciaire du Würm (Clark, 1959). Le modèle pluvial/interpluvial fut abandonné dans les années 60 mais l'hypothèse d'un MSA "jeune" restait cependant confortée par les toutes premières dates radiocarbone : par exemple un âge de 60 ka pour un niveau du ESA à Kalambo Falls (Zambie) ou des âges de 6 à 13 ka BP pour le Magosian, que l'on pensait être à l'interface entre MSA et LSA. La découverte dans les niveaux MSA de quelques ossements attribués à l'Homme anatomiquement moderne allait également dans le sens d'une contemporanéité avec le Paléolithique Supérieur européen. Il a fallu attendre le début des années 70 pour que l'hypothèse sur l'âge du MSA connaisse une révolution : Vogel et Beaumont (1972) en datant par la méthode du radiocarbone plusieurs niveaux de sites Sud Africains attribués au Early Late Stone Age (ELSA) ou à la fin du MSA, montraient ainsi que la transition MSA/LSA devait se situer au-delà de 35 ka. Le Middle Stone Age est devenu alors l'équivalent temporel du Paléolithique Moyen européen. La conséquence la plus importante de ce changement de chronologie est que le MSA est passé au premier plan des recherches sur l'émergence de l'Homme anatomiquement et culturellement "moderne".

2. L'émergence de l'Homme Moderne

L'anatomie moderne

Afin d'éviter toute ambiguïté sur la terminologie, on désignera ici par *Homo sapiens* les hominidés d'anatomie proche de l'actuelle. Ce terme équivaut dans la suite du texte aux termes d'*Homo sapiens sapiens* ou d'Homme anatomiquement moderne d'un certain nombre d'auteurs (voir discussion dans Hublin 2001). La question de leur origine est vivement débattue. On peut résumer ce débat complexe à deux théories. Dans la première, dite hypothèse multirégionale (ex : Wolpoff,

1996), les *Homo sapiens* peuplant les différents continents à la fin du Pléistocène supérieur sont les descendants directs de populations archaïques locales généralement attribuées à une autre espèce, *Homo erectus sensu lato*. Un flux génique important entre les lignées régionales aurait permis le maintien d'un patrimoine génétique commun et l'intégrité de l'espèce. Dans la seconde théorie, actuellement la plus généralement admise, les *Homo sapiens* sont issus d'une source unique et récente, probablement africaine, et ont rapidement remplacé les populations archaïques en Europe (*Homo neanderthalensis*) et en Asie (*Homo erectus*) lors de mouvements migratoires qui pourraient avoir débuté il y a plus de 50 ka¹. C'est l'hypothèse de "l'Eve africaine" ou "Out of Africa" etc... (Bräuer 1984, 1992, Stringer et Andrews 1988, Stringer 2003)². Cette hypothèse a été soutenue à divers niveaux, de l'anthropologie physique à la génétique des populations actuelles et passées (ex : Cann *et al.*, 1987 ; Cann, 2001 ; Cavalli-Sforza *et al.*, 1988 ; Cavalli-Sforza, 1998), et bien sûr, par l'archéologie et la paléanthropologie : les seuls ossements d'*Homo sapiens* découverts à ce jour et datés de façon certaine de plus de 60 ka, se trouvent en effet en Afrique et au Moyen Orient. En Afrique du Sud, entre autres, huit sites ont livré des ossements attribués à *Homo sapiens* dans des niveaux associés à des faciès MSA, estimés à plus de 60 ka : Florisbad, Border Cave, Die Kelders¹, Equus cave, Klasies River, Sea Harvest, Hoedjiespunt et Blombos³ (pour références et détails voir Klein, 2001, et McBrearty et Brooks, 2000) (fig. I-2). Le contexte parfois incertain des découvertes (voir Sillen et Morris, 1996, pour Border Cave), l'archaïsme possible de certains ossements (voir Churchill *et al.*, 1996, Pearson et Grine, 1997 pour Klasies River) et la faible pertinence de certaines datations (voir Klein *et al.*, 1991, Lee-Thorp et Beaumont, 1995, pour Equus Cave) compliquent l'interprétation de ces découvertes. Cependant, certains auteurs n'ont pas hésité à évoquer ce que l'on pourrait appeler la théorie de "l'Eve Sub Saharienne" (Vogel et Beaumont, 1972; Beaumont *et al.*, 1978 ; Deacon et Schuurman 1992 ; Deacon 1993...).

Ainsi, les *Homo sapiens* auraient longuement évolué en Afrique avant d'arriver en Europe il y a au plus 45 ka. Les nombreuses recherches effectuées en Europe ont conduit les chercheurs à qualifier le comportement des *Homo sapiens* du Paléolithique Supérieur de "moderne". Ces *Homo sapiens* ont-ils développé un nouveau type de comportement au moment de, ou peu avant, leur

¹ l'immigration en Australie daterait de 62 ka.

² Il existe un certain nombre de variantes à cette hypothèse suivant par exemple le nombre de vagues migratoires ou l'échange génétique effectué ou non avec les populations archaïques.

³ Ces ossements sud africains sont souvent très fragmentaires et sans connexions. Aucune inhumation volontaire n'a été mise en évidence, sauf peut-être à Border Cave. Pour certains sites, l'hypothèse du cannibalisme, rituel ou alimentaire, a été avancée par quelques auteurs (White, 1987).

arrivée en Europe, hypothèse parfois désignée sous les termes de "Human revolution" (Mellars, 1989), ou doit-on en chercher les origines bien avant, c'est-à-dire dans le MSA, en Afrique? C'est une des questions les plus vivement débattues sur nos origines.

Le comportement moderne

Avant de poursuivre, il semble nécessaire de revenir sur la définition de comportement moderne. Il y a en général deux points d'accord : le premier est que l'homme du Paléolithique Supérieur d'Europe ou du Later Stone Age d'Afrique a un comportement "moderne", c'est-à-dire comparable en bien des aspects à celui des chasseurs-cueilleurs des périodes très récentes et actuelles. Le second point est que ce comportement est dû à des capacités cognitives particulières, avec notamment des possibilités d'abstraction et de langage complexe. Le problème majeur est la reconnaissance de ce comportement dans les vestiges archéologiques.

Historiquement, la définition du comportement "moderne" s'est fondée sur plusieurs critères élaborés en comparant Paléolithique Supérieur et Paléolithique Moyen en Europe⁴. Ces critères pouvaient être d'ordre technologique : augmentation du nombre d'objets formels (c'est-à-dire dont on peut reconnaître les caractéristiques et que l'on peut nommer), standardisation (unification de la forme), diversification spatiale et temporelle, diversification des matériaux employés, utilisation très importante des matières dures d'origine animale. Ils pouvaient être également d'ordre écologique, avec l'introduction de la pêche ou de la chasse des oiseaux ; d'ordre social, la structure du groupe étant matérialisée par un espace de vie ordonné, par des déplacements de grande envergure (les objets semblent se déplacer sur des centaines de kilomètres, soit à cause de migrations, soit par échanges entre les groupes). Pour finir, citons les importants critères d'ordre symbolique : l'art et les objets d'ornement personnel seraient typiques du comportement moderne.

Parmi l'ensemble des critères qui ont été cités dans la littérature, un certain nombre a été abandonné, beaucoup ont été jugés "eurocentriques" et inadéquats : sont-ils tous vraiment signe d'une supériorité cognitive, et inversement leur absence n'est-elle pas parfois le signe d'un manque de technologie et non d'infériorité cognitive (ex : Ambrose et Lorenz, 1990)? H.J. Deacon par exemple, qui a étudié d'importants sites d'Afrique du Sud, pense que d'autres critères doivent être utilisés : "these should include nuclear family basis to foraging groups with social mechanisms for

⁴ Ceci sous-entend que les Hommes du Paléolithique Moyen (Néandertal notamment) n'étaient pas doués de capacités cognitives identiques à celles des Hommes actuels, hypothèse qui ne fait pas l'unanimité (ex : Zilhao et d'Errico 1999, d'Errico *et al.* 2003).

aggregation and dispersal, individual domestic hearths, active hunting of all size of bovids, management of plant food resources, colour symbolism, and reciprocal exchange of artefact" (H.J. Deacon, 1995, p.129). Selon H.J. Deacon, ces critères "plus appropriés" ne sont pas ceux qui différencient Néandertal et Cro-Magnon, mais ceux qui lient les hommes du MSA, du LSA et les chasseurs cueilleurs actuels... Evidemment, la réponse à la question des origines du comportement moderne dépend fortement de la définition que l'on en a... "If we take into account appropriate criteria,[...] the indications are that Middle Stone Age people did think like us." (Deacon et Deacon, 1999, p.101).

Parce qu'il est difficile d'arriver à un consensus sur la définition exacte du comportement "moderne" et sur son empreinte dans les vestiges archéologiques, et parce qu'elle comporte une part de subjectivité, certains chercheurs pensent que les critères archéologiques de la "modernité" comportementale devraient être définis de façon plus rigoureuse pour rendre effective leur application (ex: Hublin, Lewis-William, colloque "From tools to symbols" Johannesburg, mars 2003). Néanmoins, jusqu'à présent, la plupart des chercheurs travaillant sur le MSA les ont très largement utilisés.

Klein (1992, 1995, 1998, 1999, 2000, 2001, 2003) est convaincu de la "non modernité" comportementale d'*Homo sapiens* avant 45 ka. Son principal argument est que l'exploitation de l'environnement n'était pas aussi complète au MSA qu'au LSA : pas de chasse des espèces les plus dangereuses, pas de chasse d'oiseaux, pas de pêche, pas de mobilité saisonnière. Klein a beaucoup travaillé sur les macrofaunes d'Afrique du Sud et sur le site de Klasies River en particulier qui, comme l'ont écrit McBrearty et Brooks (2000), sur ce point "domine le débat". Les interprétations de la faune de Klasies ont été très discutées et controversées (Klein, 1976 ; Binford, 1984 ; Klein, 1989 ; Deacon, 1993 ; Milo, 1998 ; Bartram et Marean, 1999 ; Klein *et al.*, 1999 ; McBrearty et Brooks, 2000 ; Outram, 2001). Klein rajoute à son argumentation en faveur de "la non modernité" l'absence du travail de l'os et l'absence d'art ou de symbolisme. Les quelques "exceptions" montrant *a priori* que cette absence n'était pas totale seraient, selon Klein (2001 p.9), des intrusions non détectées. Pour expliquer l'écart de temps entre l'apparition de l'anatomie moderne d'*Homo sapiens* et l'apparition du comportement "moderne", Klein émet l'hypothèse qu'une mutation neurologique, indécélable sur le squelette, s'est opérée il y a environ 50 ka. Cette mutation pourrait être celle du gène FOXP2, impliqué dans le langage et dont il a été montré que la mutation la plus récente remonte à moins de 200 ka (Enard *et al.*, 2002 ; Klein 2003). Seul un tel changement pourrait expliquer, selon Klein, pourquoi l'expansion vers l'Europe ne s'est pas produite il y a plus de 45 ka.

McBrearty et Brooks (2000) défendent une hypothèse très différente : "the revolution that wasn't". Reprenant tous les critères fréquemment cités pour la modernité comportementale, quoique doutant parfois de leur pertinence, elles montrent qu'ils apparaissent en Afrique de façon graduelle, les uns après les autres peu avant ou au cours du MSA, et en déduisent que les capacités cognitives des hommes du MSA africain étaient modernes. Brooks et McBrearty s'appuient sur les données de l'Afrique toute entière, et prennent en compte, notamment, de nombreux exemples en Afrique du Sud. On peut citer parmi ceux-ci l'occupation au MSA de sites dans des environnements écologiques plus variés et plus indépendants des points d'eau que pendant le ESA (Deacon, 1989, p.557, mais voir Volman, 1984, p.194), et d'autres critères comme : la fabrication courante de lames, la variabilité spatiale et temporelle des pointes lithiques, la pêche attestée à Blombos Cave, la présence de coquillages dans de nombreux sites, l'existence possible de sépultures à Border Cave, la découverte de perles à Cave of Hearths, Boomplaas, Bushman Rock Shelter, l'utilisation de pigments à Border cave, Klasies River, Diepkloof Rock Shelter, Lion Cavern etc... Notons qu'une grande partie de l'argumentation de McBrearty et Brooks sur l'Afrique du Sud concerne plus particulièrement deux techno-faciès du MSA : l'Howieson's Poort (HP) et dans une moindre mesure, le Still Bay (SB).

Howieson's Poort et Still Bay

Ces deux techno-faciès ont en effet la particularité d'avoir des pièces lithiques s'intégrant parfaitement dans l'outillage habituel du MSA, mais aussi des outils rappelant clairement ceux du LSA (fig. I-1). Dans l'HP, les éléments typiques du MSA seraient des "éclats à talon facettés, des pointes unifaciales et bifaciales foliacées, des grattoirs et des burins sur éclats ou sur lames" (McBrearty et Brooks, 2000, p.501). Les éléments habituellement associés au LSA et donc "modernes" seraient principalement des microlithes, outils géométriques à dos abattus (croissants ou segments, trapèzes, triangles), réalisés majoritairement dans des matériaux fins exotiques, c'est-à-dire ne provenant pas des abords directs du site de découverte. Certains auteurs ont également argumenté sur l'utilisation de la technique du "punch struck", ce qui serait cependant difficile à démontrer (Wurz, 1997 ; McBrearty et Brooks, 2000), sur l'emmanchement des outils (Volman, 1984 ; Deacon, 1993 ; Klein, 1999) ou sur le degré avancé de standardisation (nuancé par A. I. Thackeray, 1992, mais voir Wurz, 1997). H.J. Deacon, lors de son étude des sites de Klasies River et Boomplaas Cave ajoute que la superposition de foyers qui y est perceptible est un argument en faveur de l'organisation de l'espace et de l'exploitation de plantes à bulbes (géophytes), à l'instar des hommes du LSA. Semblent également être associés à l'HP, les coquilles d'oeuf d'autruche incisées

de Diepkloof Rock Shelter, une pointe en os à Klasies River, et peut-être un poignard en os à Border Cave.

Le Still Bay est caractérisé, quant à lui, par des pointes bifaciales foliacées très fines retouchées par pression, réalisées surtout dans des matériaux fins exotiques (comme le silcrète) et parfois comparées aux pointes en feuille de Laurier du Solutréen (Mellars et Rigaud cités par Henshilwood et Sealy, 1999). Très peu d'assemblages SB sont connus mais l'étude de ce techno-faciès connaît un regain d'intérêt depuis la découverte et la fouille de Blombos Cave (Henshilwood et Sealy, 1997 ; Henshilwood *et al.*, 2001, 2001, 2002). Dans ce site ont été exhumés en plus du grand nombre de pointes SB, de nombreuses pointes en os (en fait surtout sous le niveau SB), des os de grands poissons interprétés comme produits de pêche et de nombreux fragments d'ocre dont deux au moins auraient été gravés avec des intentions symboliques (Henshilwood *et al.*, 2002).

Klein dans son argumentation parle peu ou pas du tout de l'HP et du SB (non mentionnés par exemple dans Klein, 2001). Klein rappelle simplement que ces deux techno-faciès sont loin d'avoir l'ensemble des caractères de modernité attendus : outillages en os trop rares, chasse moins efficace qu'au LSA, etc... (Klein, 1992, p. 11; Klein, 1999, p.438).

Quoiqu'il en soit, HP et SB ont la particularité d'avoir des éléments caractéristiques à la fois du MSA et du LSA et de ne pas être stratigraphiquement à la limite entre MSA et LSA. C'est leur position chronologique, relative et absolue, qui leur donne une importance particulière : elle montrerait qu'un certain type de comportement, fréquent au LSA, a des racines bien ancrées dans le MSA, que l'on juge ce comportement "moderne", ou non.

II. Chronologie de l'Howieson's Poort et du Still Bay

1. Place de l'Howieson's Poort et du Still Bay au sein des autres techno-faciès MSA

Les séquences typologiques du MSA en Afrique du Sud sont caractérisées par une forte variabilité inter et intra-sites (A.I. Thackeray, 1992, p. 398) et par un très faible pourcentage de retouches des éclats (moins de 1%). A cela s'ajoutent la rareté des longues séquences stratigraphiques et un certain manque de consensus sur la terminologie utilisée pour décrire les assemblages (ex: Wadley et Harper, 1989 ; Evans, 1994 ; Wurz, 1997). Tout ceci freine l'établissement de la typo-chronologie pour l'ensemble du sud de l'Afrique (A.I. Thackeray, 1992 ; Parkington, 1990). A Klasies River, Singer et Wymer (1982) ont cependant défini dans l'ordre chronologique un MSAI, MSAIL, HP, MSAIL et MSAIV. Parallèlement, à Border Cave, Beaumont

(Beaumont *et al.*, 1978 ; Beaumont, 1980) a défini un MSA 1, MSA2 (HP), MSA3, et enfin Volman 1984, réunissant les informations obtenues pour de nombreux sites, a défini un MSA1, MSA2a, MSA2b, HP, et MSA3 (voir annexe II pour la correspondance entre les séquences et pour leurs descriptions sommaires). Tous ces auteurs s'accordent pour dire que la séquence typochronologique est un "continuum" et que le découpage est plutôt formel. Selon certains, l'Howieson's Poort apparaît comme une exception à ce "continuum" (Singer et Wymer, 1982)⁵. Ce faciès a jusqu'à présent été considéré comme un phénomène synchrone et donc comme un marqueur chronologique (Deacon et Schuurman, 1992), puisqu'il n'apparaît qu'une seule fois par séquence, est *a priori* facilement reconnaissable par son outillage caractéristique et est présent dans un grand nombre de sites.

En fait, la situation est un peu plus complexe. Ainsi, le caractère continu des différents techno-faciès et la rupture associée à l'HP ont tous deux été remis en question (Wurz, 2002 ; Harper, 1997). De même, pour la transition de l'Howieson's Poort au LSA : y-a-t-il un véritable retour à un MSA classique entre HP et LSA, comme cela a été suggéré pour les sites de Klasies River, Border Cave, Boomplaas, Apollo11, Rose Cottage et Umhlatuzana (ex: Wadley, 1997) ou bien une évolution "douce" de l'HP au LSA (Kaplan, 1989 ; Parkington, 1990 ; Harper, 1997 ; Clark, 1999), redonnant ainsi un caractère transitoire à l'HP⁶? Enfin, le fait que l'HP soit un véritable marqueur chronologique peut être critiqué : les assemblages qui lui ont été attribués du fait de la présence d'outils à dos l'ont-t-il été à tort ou à raison (Parkington, 1990⁷; Feathers *et al.*, en prép)? D'ailleurs, l'identification de l'HP n'est pas sans problèmes : doit-on considérer que les assemblages montrant une augmentation de la proportion de silcrète mais dépourvus d'outils à dos sont HP? Cette question a été soulevée à Die Kelders ou pour l'ensemble RF à Klasies River (Grine *et al.*, 1991 ; A.I. Thackeray, 2000 ; H.J. Deacon communication personnelle). Enfin, tous les auteurs ne s'accordent pas sur la répartition des sites contenant un assemblage HP : selon certains, ils se trouvent répartis au sud du Zambèze, c'est-à-dire en Afrique du Sud, en Namibie et au

⁵ Singer et Wymer: (1982) sont tellement frappés par les différences entre MSA et HP qu'ils suggèrent sans s'avancer davantage que l'HP est le produit d'un groupe d'hommes venant d'ailleurs (hypothèse rejetée par les autres auteurs).

⁶ Avant que les fouilles de Klasies ne démontrent la présence d'un MSA "classique" au-dessus de l'HP, les caractéristiques de ce dernier avaient conduit à le placer dans la transition MSA-LSA : "second intermediate period". Les observations faites alors à Peers Cave et Bambata Cave où du MSA "classique" était stratigraphiquement au dessus de l'HP n'avaient pas été prises en compte par la communauté scientifique, tant la théorie évolutive des industries était forte (Wurz 1997).

⁷ "We have not yet demonstrated the unitary nature of the HP. It remains possible that there are several phenomena linked only by a superficial sharing of backed elements".

Zimbabwe (Wurz, 1997 ; Deacon et Schurman, 1992 ; Deacon et Wurz, 1996) mais selon McBrearty et Brooks (2000, p. 499), l'HP n'est pas connu au nord d'Apollo 11 (Namibie). Les industries MSA à dos et pointes que l'on trouve au Zimbabwe et Tanzanie seraient plus tardives et n'auraient pas toutes les caractéristiques de l'HP de la Province du Cap.

A la différence de l'Howieson's Poort, le Still Bay n'a été découvert que dans un nombre restreint de sites, tous situés dans la province du Cap. Un assemblage SB a été mentionné par Miller *et al.* (1999) à Apollo 11 (Namibie) mais cette attribution ne semble pas être confirmée par les autres auteurs (Volman, 1984 ; Freundlich *et al.*, 1980 ; Henshilwood, communication personnelle). De plus, soit les fouilles de ces sites sont anciennes, soit les puissances stratigraphiques sont limitées. Il en résulte une incertitude quant à la position exacte du Still Bay par rapport aux autres techno-faciès. A Peers Cave, seul site ayant à la fois du SB et du HP, les pointes bifaciales foliacées marqueur du SB se trouvent sous le niveau HP (Peers 1929, Yates, communication personnelle). Pour étayer l'hypothèse d'un Still Bay antérieur à l'HP, Henshilwood (Henshilwood *et al.* 2001) s'est reporté sur d'autres sites où des pointes, autres que les pointes typiquement SB, ont été découvertes. Il a par exemple remarqué que les pointes bifaciales non foliacées sont présentes généralement à la base ou sous les niveaux HP, comme à Klasies River (éclats avec retouches bifaciales), Nelson Bay Cave et Paardeberg, mais sont absentes du post HP (à Peers Cave, Boomplaas, Die Kelders 1, Klasies River et Stratalhan Bay Cave). En résumé, si le SB a pour marqueur la pointe foliacée, il se trouve chronologiquement juste avant l'HP mais ceci n'est observé stratigraphiquement qu'à Peers Cave.

2. L'influence des études paléoenvironnementales sur la chronologie absolue du Middle Stone Age et de l'Howieson's Poort

En 1972, Vogel et Beaumont montrent que le MSA est certainement en grande partie au delà des limites d'application du radiocarbone (C14). Cette méthode n'a cependant cessé d'être utilisée, créant une certaine confusion du fait de la coexistence d'âges finis et infinis, pour l'HP en particulier. Le tableau I-2 rapporte quelques exemples de ces datations de l'HP par C14. L'argument généralement avancé, mais invérifiable, pour rejeter les dates finies est celui de la contamination de l'échantillon par du carbone "jeune". D'autres méthodes de datation sont donc nécessaires pour établir la chronologie du MSA. Cependant, celles-ci n'ont été appliquées en Afrique du Sud, sauf exception, que depuis une quinzaine d'années. Pour palier ce manque, les chercheurs ont d'abord utilisé les données paléoenvironnementales fournies par les sites archéologiques en relation avec

l'échelle isotopique marine (fig. I-3) : il s'agissait à partir de ces données (faune, sédiment, etc..) de déduire des conditions climatiques locales et de situer leur évolution dans le cadre de l'évolution climatique globale. Ce type d'étude nécessite de travailler sur des séquences longues puisqu'il faut retracer les variations relatives des différents paramètres. Border Cave et Klasies River ont été les principaux sites étudiés ainsi. Nous exposons dans ce qui suit essentiellement les données pour l'HP. Pour les autres périodes et d'autres sites, les données sont reportées en annexe I.

| Sites | dates BC | remarque | référence |
|------------------|-------------------------|----------|--|
| Howieson's Poort | 3940 +/- 60 | | J. Deacon 1995 |
| | 9380 +/- 210 | | |
| | 11120 +/- 160 | | |
| | 9700 +/- 90 | | |
| | 19070 +/- 190 | | |
| | 9540 +/- 100 | | |
| | 18740 +/- 320 | | |
| 19600 +/- 220 | | | |
| Nelson Bay Cave | 24120 +/- 660 | | Fairhall <i>et al.</i> 1976 |
| | 17600 +/- 195 | | |
| | 22400 +/- 340 | | |
| Diepkloof | 29400 +/- 675 | | Parkington et Poggenpoel 1987 |
| | > 24400 | | |
| | > 45270 | | Parkington 1990 |
| | 40800 +/- 1400 | | |
| 42400 +/- 1600 | | | |
| Umhlatuzana | 45200 +/- 3200 | | Kaplan 1989 |
| Boomplaas | > 40000 | post HP | Fairhall <i>et al.</i> 1976 |
| Border Cave | > 48700 | | Butzer <i>et al.</i> 1978 Beaumont 1980 |
| | 36000 +/- 1000 | | |
| | > 47500 | | |
| | > 48350 | | |
| | > 42600 | | |
| | 42000 +/- 3000 -2000 | | |
| > 48500 | | | |
| Rose Cottage | > 50200 | post HP | ref. dans Wadley 1991 |
| | 36100 +/- 2000 | post HP | |
| | > 39000 | post HP | |
| | > 42500 | post HP | |
| | > 48400 | post HP | |
| | > 50000 | post HP | |

Tableau I-2 : Exemples de dates C14 obtenues pour les niveaux Howieson's Poort ou Post Howieson's Poort (indiqués post HP). Des âges de 4 à plus de 50 ka ont été déterminés, mais les âges finis sont généralement rejetés car les échantillons sont considérés comme étant contaminés. A Nelson Bay Cave par exemple, le matériau daté, du sédiment, serait très sensible aux contaminations ; dans le site éponyme d'Howieson's Poort, cette contamination serait due à la présence de racines d'un arbre.... Vogel considère que dans un groupe de dates C14 pour une couche donnée, la plus grande est probablement la plus juste, la contamination par du C14 "jeune " étant plus probable et ayant plus d'incidence que la contamination par du C14 "vieux"...

Paléoenvironnements et chronologie à Border Cave et Klasies River

L'hypothèse qui a prévalu dans un premier temps, suite aux travaux de Butzer (1978, 1982, 1984), Klein (1974, 1976, 1977) et D.M. Avery (1982, 1987, 1992), a été l'association de l'Howieson's Poort au stade 5. A Klasies River en particulier, ces trois auteurs ont argumenté que le stade 4 n'était sans doute pas enregistré dans la séquence, différents indices suggérant la proximité de la côte (voir aussi Hendley et Volman, 1986), et donc l'absence d'une régression importante du niveau de la mer que l'on attendrait *a priori* pour ce stade. Cependant, ces auteurs sont restés

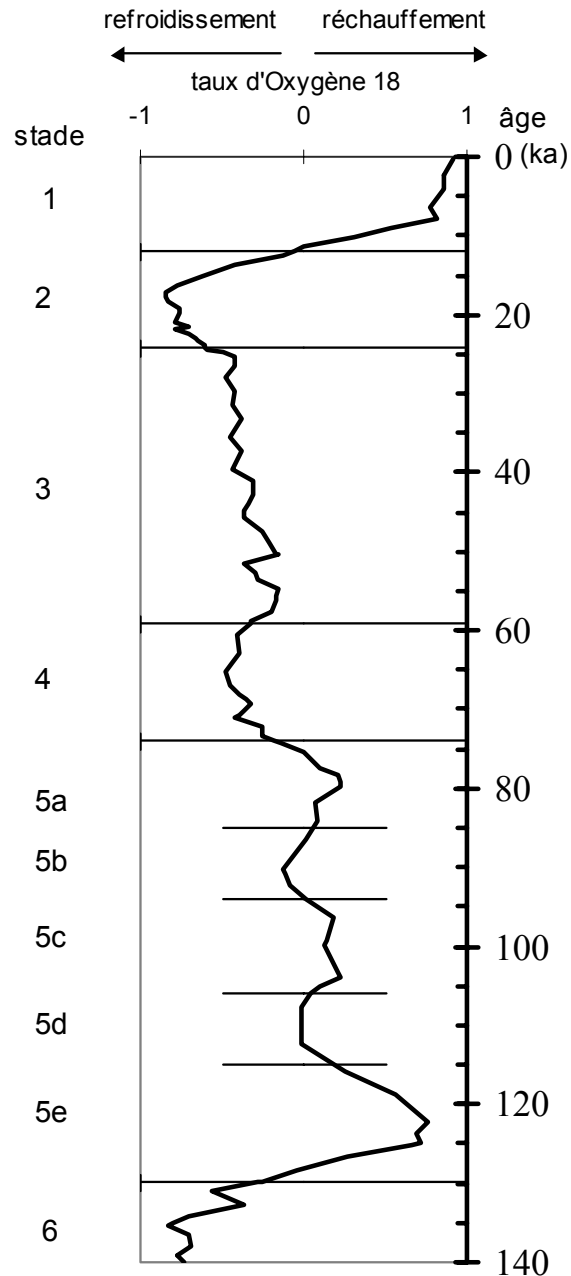


Figure I-3 : Evolution du « taux » d'oxygène 18 (δO_{18}) dans l'océan au cours des derniers 150 ka, d'après Martinson *et al.* 1987. Le taux d'oxygène 18 dans les carottes de glaces ou les carottes de sédiments marins reflète la quantité de glace aux pôles et donc la température moyenne globale de la planète. L'évolution du taux permet de définir des stades chauds ("interglaciaires", 1 et 5) et des stades froids ("glaciaires"). Le stade 4 correspond au début de la dernière glaciation, le stade 3, plus clément, comprend de nombreux "interstades", et le stade 2 correspond au maximum glaciaire (extension maximale de la calotte glaciaire, recul du niveau océanique etc...). Le lien entre la température océanique globale et celle d'une localité continentale est loin d'être direct.

en désaccord au sujet des caractéristiques du climat régnant lors de l'HP. Butzer (1984) en particulier associe généralement l'HP à une période froide : les fragments de voûte à Border Cave et Diepkloof sont interprétés comme des éboulis secs dus au gel, la présence d'un sol ferrugineux à Nelson Bay Cave est également interprété comme un indice de refroidissement climatique. D.M. Avery (1982, 1987, 1992) par contre, sur la base de la biodiversité des micromammifères et des reconstructions végétales, associe l'HP à une période relativement clémente, que ce soit à Border Cave ou à Klasies River. Ces auteurs ont ainsi proposé les interstades 5c à 5a, selon les sites étudiés.

L'hypothèse de l'association de l'Howieson's Poort au stade 3 a également été avancée mais elle est restée plus marginale. Schackelton (1982), à partir de mesures isotopiques de l'oxygène dans les coquillages de Klasies River (travail souvent jugé fondamental pour avoir démontré l'association de la base de la séquence de Klasies au stade 5e), montre que le taux de $\delta O18$ correspondrait à un environnement un peu plus froid pour l'échantillon du niveau HP que pour les autres niveaux. S'il propose le stade 5b, il ne peut exclure le stade 3.

En 1992, J.F. Thackeray (voir aussi Thackeray 1987 et Thackeray et Avery 1990) a mené une étude statistique multivariée sur la microfaune de Klasies River. Complétant son analyse avec celle de la variation de fréquence des coquillages dans la séquence, il déduit une courbe de l'évolution de la température qu'il cale sur l'échelle isotopique marine globale. L'HP est ainsi associé aux phases chaudes du stade 3, vers 58-48 ka.

La troisième et dernière hypothèse qui a été développée est celle de la "*Klasies regression*" : H.J. Deacon (Deacon *et al.*, 1986, 1988 ; Deacon et Geleijnse, 1988 ; Deacon, 1989, 1995) suggère que l'HP à Klasies River (et des autres sites HP qu'il suppose synchrones) est associé à une régression climatique majeure, du stade 5a au stade 4. Son argumentation est basée sur de nouvelles mesures du taux d'oxygène 18 dans les coquillages, sur la proportion et la nature des espèces terrestres et marines, sur la nature du sédiment et l'évolution de la micro et de la macro faune. H.J. Deacon interprète les assemblages carbonisés des niveaux HP comme des résidus de combustions volontaires de géophytes, et donc comme un indice d'économie terrestre et non plus marine.

La Klasies River regression et les interprétations de l'Howieson's Poort

H.J. Deacon (1989, 1993, 1995 ; Deacon et Wurz, 1996) s'est fondé de l'association supposée de ce techno-faciès avec la péjoration climatique 5a-4 pour en donner une nouvelle interprétation. Il propose que la modification technologique du MSA II à l'HP n'a pas été réalisée pour faire face à un nouvel environnement mais pour maintenir une cohésion sociale entre les différents groupes :

l'utilisation de matériaux fins et rares comme le silcrète et la standardisation des formes donnent de la valeur aux outils qui peuvent alors être échangés. La modification technologique est donc symbolique. Wurz (Deacon et Wurz, 1996 ; Wurz, 1999, 2000) s'attachera par ailleurs à montrer que les formes des artefacts de l'HP ou les matériaux utilisés n'ont pas été choisis pour des raisons fonctionnelles. Au MSA III, associé à la transgression suivante, la forte cohésion sociale entre les groupes n'a plus de raison d'être, d'où le retour à une technologie "classique". C'est cette capacité de "switch on and off" du comportement symbolique qui permet à H.J. Deacon de conclure que les hommes du MSA avaient un comportement moderne.

Ambrose et Lorenz (1990), bien qu'utilisant aussi l'association de l'HP à une péjoration climatique majeure, arrivent à la conclusion inverse. Se basant sur des modèles ethnologiques, ils développent une théorie selon laquelle l'emploi de matériaux exotiques est liée au stress climatique: schématiquement, plus l'environnement est hostile et les ressources imprévisibles, plus les groupes doivent se déplacer et échanger entre eux. Ceci induit une modification des ressources lithiques puis de la techno-typologie. Si l'HP peut *a priori* correspondre à ce schéma, et être alors le premier exemple d'évolution comportementale liée au climat⁸, Ambrose et Lorenz (1990) développent un certain nombre d'arguments pour montrer que les hommes du MSA ne répondent pas parfaitement au modèle théorique contrairement à ceux du LSA. Par exemple, ils pensent que le MSAlII, qu'ils associent à un climat hostile (stades 4 et 3), aurait dû correspondre à une intensification du comportement initié durant l'HP, et non à un retour à une technologie "classique". La principale explication avancée rejoint celle de Klein : les hommes du MSA n'étaient pas suffisamment habiles à la chasse, par déficience de capacités cognitives...

D'autres interprétations de l'Howieson's Poort en liaison avec l'évolution du climat ont été proposées mais en considérant cette fois-ci une amélioration de ce dernier. D.M. Avery (1987), par exemple, a suggéré que le développement technologique de l'HP était la conséquence d'un comportement opportuniste : la biodiversité de la faune (micro et macro) augmentant un peu avant l'apparition de l'Howieson's Poort, celui-ci pourrait avoir été développé pour tirer parti de la situation. Lorsque la biodiversité régresse à nouveau, l'ancien mode de vie reprend (MSA III).

Les divergences dans les interprétations des données paléoclimatiques ont donc conduit à des divergences aussi bien sur la position chronologique de l'Howieson's Poort que sur ses interprétations.

⁸ "the Howieson's Poort was the result of changes in the adaptation of an indigenous population in response to environmental change".

Critique de l'utilisation des paléoenvironnements pour l'établissement de la chronologie du MSA

A la fin des années 80, plusieurs auteurs ont critiqué l'interprétation des données paléoenvironnementales et leur utilisation à des fins chronologiques (Van Andel, 1989 ; Parkington, 1990 ; A.I. Thacheray, 1992). Le premier niveau de critique est celui de l'analyse de certaines données paléoenvironnementales. On peut donner l'exemple des "éboulis secs", dont l'association au gel selon Butzer est contestée par d'autres auteurs (Goede *in* Deacon *et al.*, 1984 ; Texier *in* Rigaud *et al.*, 2000). Le second niveau de critique concerne l'association des indices paléoclimatiques à la courbe isotopique globale : le manque de certitude sur le caractère continu ou discontinu des données, le caractère fortement oscillant de la courbe isotopique marine etc... font partie des problèmes soulevés. Parkington écrit notamment : "Given that the rates of deposition, scales of change in biological and geological materials and sensitivities of proxy measures are all but unknown and presumably variable, the opportunity of mismatching is obvious". Dans le même temps les divergences dans les interprétations proposées par les différents auteurs sur les différentes données sont soulignées, ainsi que les interdépendances dans certains raisonnements. Il n'y a malheureusement pas en Afrique du Sud de pièges sédimentaires (bassins, lacs, etc..) autres que les sites archéologiques susceptibles de fournir des données indépendantes pour la période correspondant au MSA (Partridge 1997).

Parkington (1990) finit par conclure que les dates C14 situées dans le stade 3 pourraient être correctes et mériteraient plus de considération. Il note en effet que leur rejet ne repose que sur une hypothèse d'ancienneté et de synchronisme de l'HP qui n'est pas confirmée de façon indéniable par les données paléoenvironnementales. A.I. Thackeray (1992) conclut, quant à elle : "it is the attempt to explore ways of obtaining absolute dates that can only contribute to solving the chronological chasm in which studies find themselves at present". L'application de méthodes radiométriques de datation, autres que le C14, sera effectivement développée au cours des années 90.

3. Les années 90 : les méthodes physico-chimiques de datation

L'application de méthodes physico-chimiques sur des sites du MSA en Afrique du Sud a débuté en fait bien avant les années 90, notamment à Klasies River (Bada et Deems, 1975 ; Goede et Hitchman, 1987), mais aucune donnée directe pour l'Howieson's Poort n'avait été obtenue. Malgré les efforts produits depuis, sa chronologie, comme celle du MSA dans son ensemble, reste à préciser : trop peu de sites et trop peu d'échantillons de chaque site ont été étudiés jusqu'à présent.

De plus, ces méthodes possèdent un certain nombre de sources d'erreurs sur des paramètres difficiles à maîtriser, comme les conditions de température (Racémisation des Acides Aminés), les variations de débit de dose (Résonance Electronique de Spin, Thermo et Opto Luminescence), ou la

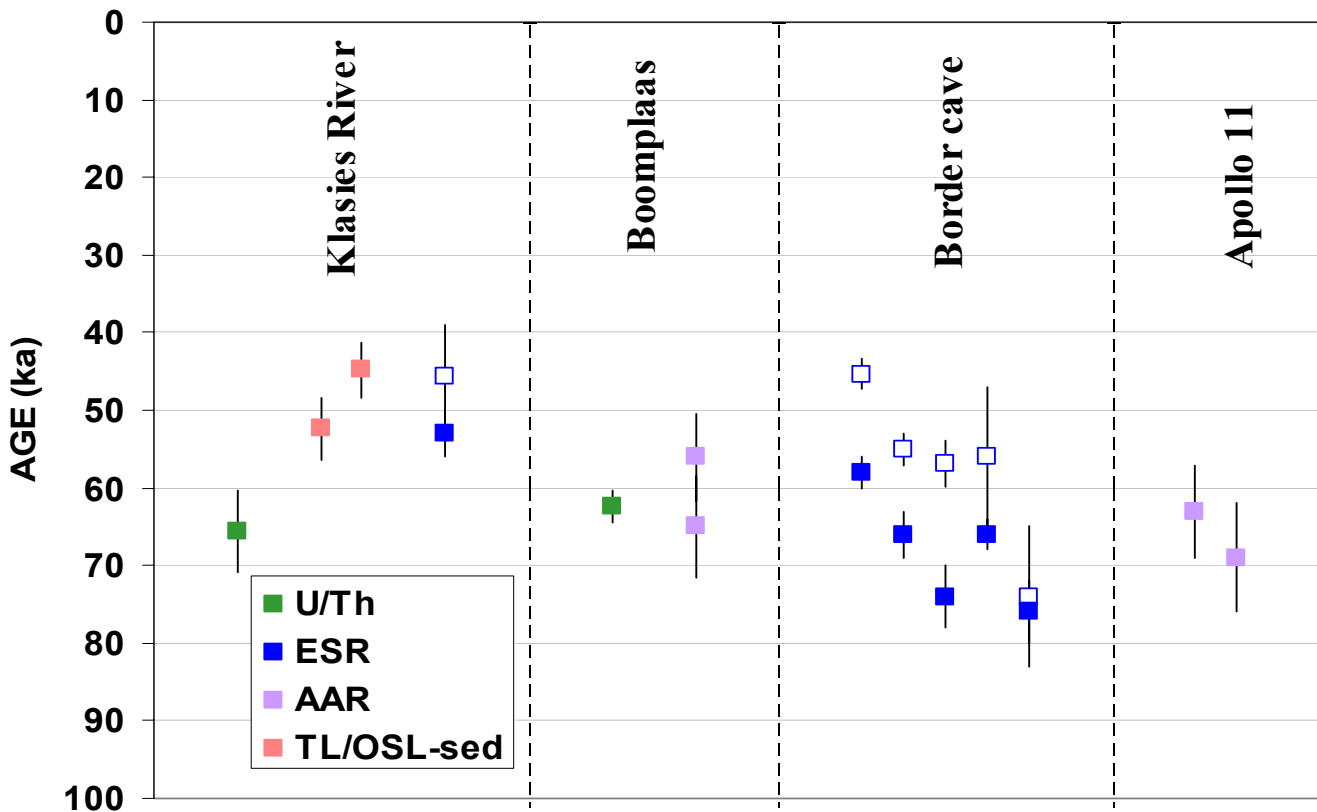


Figure I-4 : Ensemble des données chronologiques obtenues sur des échantillons associés à l'Howieson's Poort et publiées à ce jour. Chaque point représente l'âge obtenu pour un échantillon; lorsque plusieurs âges ont été proposés pour le même échantillon, ils sont reportés sur la même abscisse. En particulier, pour l'ESR, les carrés blancs représentent les âges calculés avec les anciennes estimations. Chaque âge ESR est la moyenne obtenue pour plusieurs aliquotes prélevées sur chaque dent. Les résultats par AAR de Brooks *et al.* ne sont pas indiqués ici car nous manquons d'informations précises sur ces travaux. D'après Vogel 2000, Feathers 2002, Grün *et al.* 1990, Grün *et al.* 1990, Grün et Beaumont 2001, Miller et Beaumont 1989, Miller *et al.* 1999.

pollution initiale en thorium (Uranium/Thorium). Néanmoins, les résultats obtenus jusqu'à présent ont permis d'écarter certaines hypothèses, comme celles de l'association de l'HP avec le stade 5 ou avec la seconde partie du stade 3. Ces données sont brièvement exposées ci-dessous (fig. I-4).

La méthode de la résonance électronique de spin (RPE ou ESR) a été appliquée par Grün à Border Cave et Klasies River (Grün *et al.*, 1990, 1990). Dans les deux sites, les résultats ont d'abord été considérés comme "jeunes" par rapport aux résultats attendus ou à ceux obtenus par

d'autres méthodes. Grün a récemment repris la datation des deux sites (Grün et Beaumont, 2001 ; Grün communication personnelle) en utilisant les mêmes échantillons mais en appliquant de nouvelles techniques de mesure (combinaison des méthodes U-Th et ESR à Klasies), en recalculant les paléodoses et en effectuant une révision importante des coefficients d'atténuation bêta (les débits de dose ont changé d'un facteur 1.6). A Border Cave, une révision de la dose externe gamma a également été faite, et à Klasies River, la dose cosmique a été prise en compte, contrairement aux premiers calculs. Les âges des échantillons HP sont différents d'un site à l'autre : alors qu'à Border Cave les cinq résultats vont de 58 ± 2 à 76 ± 4 ka (Grün et Beaumont, 2001), l'HP de Klasies River semble avoir été plus tardif et limité dans le temps. L'unique échantillon associé à l'HP est en effet daté de 53 ± 3 ka et est encadré par deux âges de 53 ± 3 ka pour le post-HP et 60 ± 5 ka pour le pré-HP (Grün, communication personnelle).

Le résultat obtenu par Vogel (2000) à Klasies grâce à la méthode de l'uranium-thorium (U/Th) appliquée à des spéléothèmes est de 65.6 ± 5.3 ka, compatible à deux sigma seulement avec l'âge ESR. La pollution initiale en Thorium n'est pas, selon l'auteur, inquiétante. Ce problème est plus marqué à Boomplaas, mais est contourné grâce à une technique d'isochrone et l'âge ainsi obtenu pour l'HP est de 62.4 ± 2.0 ka.

A l'exception des âges de 56 ou 65 ka⁹ obtenus pour Boomplaas (Miller *et al.* 1999), les autres résultats de la technique de la racémisation des acides aminés (AAR) sur des coquilles d'oeuf d'autruche sont généralement sensiblement supérieurs à 65ka. Des âges compris entre 72 à 80 ka ont été obtenus à Boomplaas (McBrearty et Brooks, 2000), et de 65 à 80 ka à Klasies River (Brooks *et al.* 1993). A Border Cave, Miller *et al.* (1989, 1992, 1993, 1999) n'ont pu obtenir de résultats directement sur des échantillons associé à l'HP mais ils ont pour le post HP un âge de 69 ± 7 ka. Enfin, à Apollo11, Miller *et al.* (1999) ont daté l'HP à 63 ± 6 et 69 ± 7 ka. Miller *et al.* (1999) conseillent de considérer leurs résultats plutôt comme des minima en raison de certaines erreurs possibles (dérives de cinétiques par rapport au modèle théorique, non prise en compte de la calibration des âges C14 utilisés à leur tour pour calibrer la vitesse de racémisation). Miller *et al.* donnent 80 ka comme estimation maximale pour l'HP.

Les méthodes de la luminescence n'ont été appliquées que sur la fin des années 90. Feathers (2002) a utilisé la méthode de soustraction pour différents échantillons provenant de Klasies River. Cette méthode permet en théorie d'évaluer l'évolution temporelle du débit de dose et d'obtenir un âge qui en est indépendant. Feathers montre ainsi que contrairement à ce que l'on pouvait craindre,

⁹ selon le modèle de calibration choisi.

le débit de dose semble avoir peu augmenté, conduisant à une légère sous-estimation des âges. En particulier pour l'HP, l'auteur propose un intervalle de 55-60 ka au lieu de 52.4 ± 4 et 46.7 ± 3.3 ka calculés avec le débit actuel. D'autres études par les méthodes de luminescence ont été réalisées à Diepkloof Rock Shelter, Rose Cottage, Sibudu et Border Cave par Woodborne, Feathers, Godfrey-Smith, Huxtable, Jacobs, Duller, Wintle, Valladas et Mercier, mais elles attendent d'être publiées (ou ne concernent pas directement les niveaux HP, ex: Woodborne et Vogel 1997 pour Rose Cottage).

A Die Kelders, où des estimations diverses fondées sur les paléoenvironnements et la typotechnologie avaient été faites à l'instar des autres sites (Grine *et al.*, 1991)(annexe I), les méthodes de l'ESR et de l'OSL (Feathers et Bush, 2000 ; Schwarcz et Rink, 2000) ont montré que les différents niveaux avaient des âges indiscernables (compatibilité à 2 sigma pour tous). Cependant, suivant la méthode et le taux moyen d'humidité choisi, ces âges varient de 50 à 80 ka. De plus, la présence de l'HP est discutée : il n'y a pas eu de découverte d'outils à dos mais on a constaté une augmentation des matériaux fins exotiques (silcrète) dans un des niveaux (Avery *et al.* 1997). A.I. Thackeray (2000) penche finalement en faveur de l'absence de l'HP à Die Kelders.

Comme nous l'avons déjà mentionné, les résultats des méthodes chimiques et radiométriques, quoique encore peu nombreux, montrent que l'HP ne se trouve ni dans le stade 5, ni à la fin du stade 3. Bien qu'ils n'en apportent pas la preuve, ils ont été souvent considérés comme une confirmation de l'hypothèse de Deacon sur la *Klasies regression*. Un âge "autour de 70 ka" (ou plus) est ainsi celui qui a été le plus souvent reporté dans la littérature de la dernière décennie (A.I. Thackeray, 1989 ; Ambrose et Lorenz, 1990 ; G. Avery, 1995 ; Deacon et Wurz 1996 ; Avery *et al.* 1997; Klein, 1999 ; Carrion *et al.*, 2000 ; Wurz, 2000). Que penser des résultats au-delà de 75 ka et de ceux en deçà de 60 ka? Sont-ils corrects ou doit-on les imputer à des problèmes de méthode? Que dire du synchronisme et de la durée de l'HP dans les différentes régions? Les questions restent ouvertes.

Nous avons relativement peu parlé du Still Bay. Rappelons que le nombre de sites contenant ce techno-faciès est restreint ; de plus, les fouilles sont souvent anciennes (site éponyme de Still Bay, Peers Cave, Dale Rose Parlour), ou la puissance stratigraphique des sites est faible (Hollow Rock Shelter). Les seules tentatives de datation directe effectuées avant que ne débute cette thèse ont été réalisées à Blombos Cave : Vogel *et al.* (1999), appliquant la méthode de soustraction en OSL, ont obtenu un âge de 103 ± 9.8 ka. Cependant, Huntley (2002) a émis de réserves sur l'application de cette technique (voir aussi Vogel *et al.*, 2002), et des problèmes de mélanges de

grains bien et mal blanchis ont été suspectés (Woodborne dans Henshilwood *et al.*, 2001, p. 426). Miller *et al.* (1999) mentionnent un âge AAR de 83 ka à Apollo 11, mais comme nous l'avons dit précédemment, la présence du SB dans ce site est contestée.

Conclusion

Howieson's Poort et Still Bay pourraient être les produits de comportements modernes très précoces. Comprendre ces deux techno-faciès et leur place au sein du reste du MSA revêt une importance particulière dans le contexte de l'origine africaine d'*Homo sapiens* et de son évolution comportementale. Leur interprétation passe par la connaissance précise de leur chronologie. Celle-ci, difficile à établir, a fait l'objet de nombreuses discussions et de recherches. En résumé, jusqu'au début des années 90, les études paléoenvironnementales associaient l'HP au stade 5b (95ka), principalement sous l'influence des travaux de Butzer, mais Deacon (1989, 1995) formulant l'hypothèse de la *Klasies regression* a privilégié la transition 5a-4. Cependant, l'utilisation des études paléoenvironnementales pour dater les industries et les dépôts a été très critiquée : manque de connaissance général sur les paléoenvironnements et l'influence de leurs évolutions sur les paramètres étudiés, faiblesse des arguments et incohérences des résultats, etc... La nécessité de travailler avec des méthodes de datation radiométriques a été alors souvent évoquée et cette approche n'a été effective qu'à partir du début des années 90.

Les âges obtenus par AAR, U/Th, ESR ou TL/OSL pourraient supporter l'hypothèse de H.J. Deacon, mais encore très peu de sites sont datés et les âges obtenus s'étalent en fait largement de 45 à 80 ka. Il est *a priori* possible que l'HP ait duré plus longtemps que ce que l'on pense, ou au contraire que ce large intervalle résulte de l'imprécision des méthodes. Quant au Still Bay, le manque de chronologie relative (sauf à Peers Cave où le Still Bay est antérieur à l'Howieson's Poort) ou absolu (unique datation à Blombos de 103 ± 9.8 ka) est évident. Dater d'autres séquences Howieson's Poort et Still Bay ou utiliser d'autres matériaux et méthodes pour les séquences déjà étudiées était indispensable. C'est ce que nous nous sommes proposé de faire en appliquant les méthodes de la luminescence aux pierres chauffées provenant de Blombos Cave, Klasies River et Diepkloof Rock Shelter.

Chapitre II : La luminescence des roches et son utilisation à des fins de datation (TL – OSL)

Introduction

Le phénomène de luminescence stimulée thermiquement a été observé dès le 17^e siècle mais ce n'est qu'au début des années 1950 que son utilisation comme chronomètre naturel a été proposé (Daniels *et al.*, 1953). D'abord appliquée aux poteries, la technique de la thermoluminescence (TL) qui met à profit ce phénomène à des fins chronologiques, a été étendue aux pierres de foyers et aux sédiments chauffés (ex: Valladas, 1979 ; Valladas, 1992). Depuis quelques années, la technique de la luminescence stimulée optiquement (OSL), fortement apparentée à la TL, est appliquée aux sédiments non chauffés (Huntley *et al.*, 1985 ; Wintle, 1997). TL et OSL sont donc deux facettes d'une même méthode exploitant le phénomène de luminescence (Aitken, 1985, 1998).

La méthode de la luminescence permet de dater les matériaux précédemment cités sur des périodes allant de quelques années à quelques centaines de milliers d'années ; elle est donc particulièrement bien adaptée à l'étude chronologique des gisements archéologiques et à celle des premiers Hommes anatomiquement modernes (ex: Mercier *et al.*, 1995).

Ce chapitre a pour objectif de présenter brièvement les aspects théoriques, méthodologiques et techniques de la méthode que nous avons mise en œuvre dans ce travail. Nous insisterons plus particulièrement sur le cas des pierres chauffées siliceuses qui constituent l'essentiel de notre matériel d'étude, et sur les protocoles employés pour parvenir à leur datation.

I. La luminescence et l'équation d'âge

1. Principe de la méthode

Certains matériaux comme par exemple le quartz, ont la capacité lorsqu'ils sont soumis à une dose d'irradiation (unité : joule par kilogramme ou gray -Gy-), de stocker dans les différents défauts présents dans leur réseau cristallin des électrons dont le nombre est fonction de la dose

totale reçue. Si l'on mesure cette dose, et également le débit moyen avec lequel elle a été délivrée, on peut en déduire la durée de l'irradiation c'est-à-dire "l'âge", qui en est le rapport :

$$\text{AGE} = \frac{\text{DOSE TOTALE RECUE (depuis le temps } t=0)}{\text{DEBIT DE DOSE}}$$

Notons que la différence entre les « méthodes » fondées sur la dosimétrie des rayonnements ionisants provient principalement de la façon dont la dose totale reçue est mesurée : dans le cas de la méthode de la luminescence en particulier, on utilise le fait que la lumière émise sous l'action d'une chauffe (TL) ou d'un éclairage (OSL) est fonction de la dose reçue.

Le temps $t=0$ correspond à l'événement qui a effacé les doses préalablement accumulées (fig. II-1). Pour les pierres de foyers, il s'agit de la chauffe préhistorique, pour les sédiments non chauffés, de leur dernière exposition à la lumière. Suite à cet événement, la dose accumulée croît en fonction de l'irradiation naturelle due à la présence dans toutes les roches et les sédiments, en très

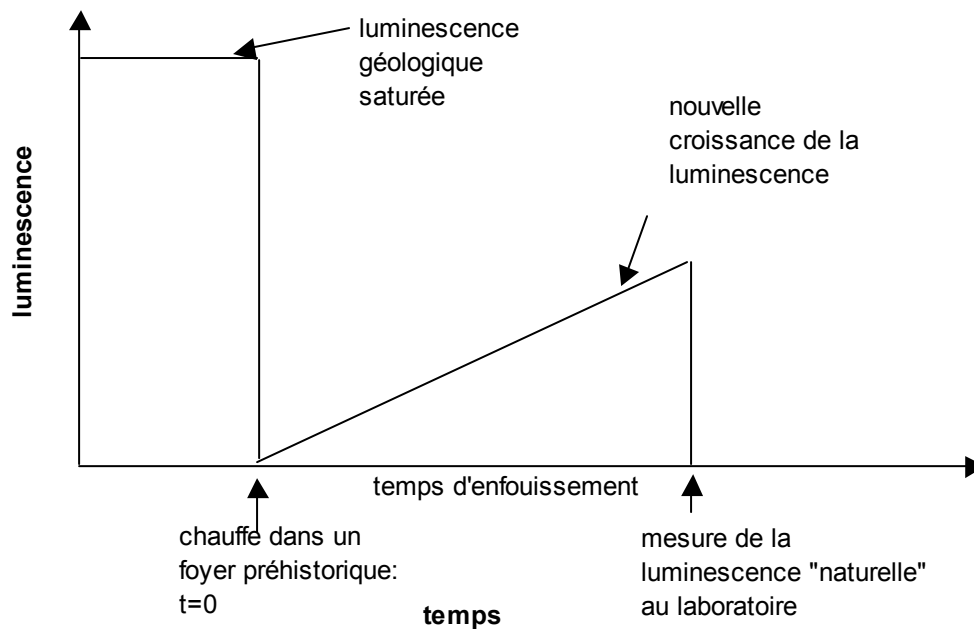


Figure II-1: Schéma représentant l'évolution de la luminescence avec le temps. Nous pourrions remplacer "la chauffe" au temps $t=0$ par "l'éclairage" (on dit aussi blanchiment) quand il s'agit de sédiments. Pour être mesurée, la luminescence est stimulée au laboratoire par chauffage (TL) ou par éclairage (OSL).

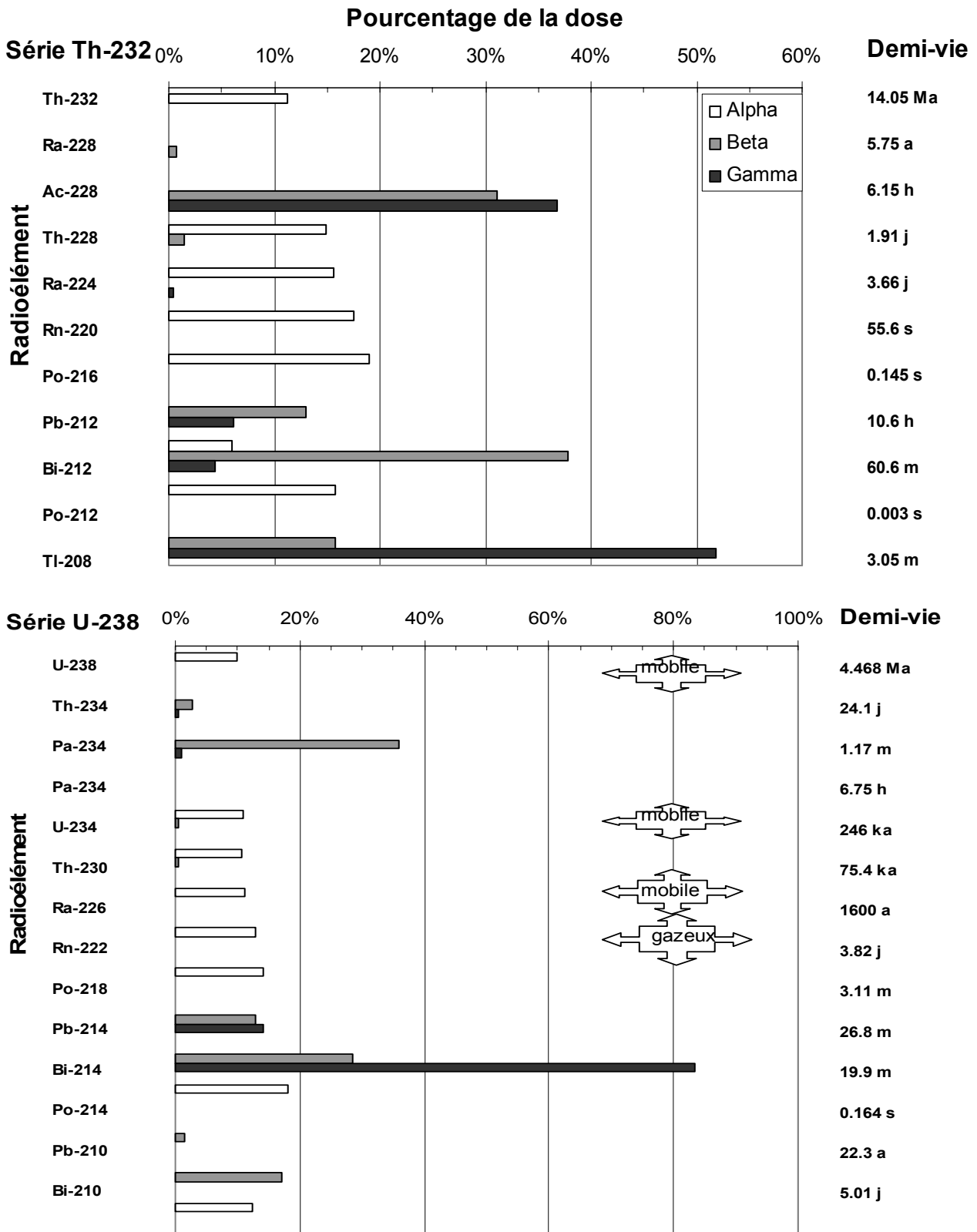


Figure II-2 : Familles radioactives du thorium 232 et de l'uranium 238. Les radioéléments sont notés dans l'ordre de décroissance radioactive. Les particules et/ou rayonnements émis lors des désintégrations sont indiqués ainsi que leur contribution à l'énergie totale (pour un type d'émission donné) émise par la famille lorsqu'elle est à l'équilibre séculaire. Les radioéléments susceptibles d'induire un déséquilibre par leur mobilité sont indiqués. Le potassium (K40) se désintègre en Ar40 ou en Ca40, tous deux stables, avec émission d'une particule bêta et d'un rayonnement gamma.

faibles quantités, de radioéléments. Ceux-ci appartiennent aux familles radioactives de l'uranium (U) et du thorium (Th). Contribuent également l'isotope 40 du potassium (K) et, dans une bien plus faible mesure, le rubidium (Rb), souvent négligé. La figure II-2 rappelle les différents radioéléments composant les familles radioactives, leur période¹ de désintégration ainsi que le rayonnement émis et sa contribution au débit de dose total délivré par la série en question. Le rayonnement cosmique participe aussi à l'irradiation. Le débit de dose est décomposé en une partie "interne" due aux radioéléments de la roche et en une partie "externe" due aux radioéléments du sédiment et aux cosmiques. La dose totale reçue pendant la période d'enfouissement, généralement nommée dose "archéologique", paléodose ou encore dose équivalente, résulte de ces différentes sources de rayonnement.

2. Modèle physique du phénomène de luminescence

Dans un cristal, une particule chargée telle un électron ne peut avoir n'importe quel niveau d'énergie. Le modèle des bandes schématise ce principe (fig. II-3) : dans leur état stable, les électrons sont dans la bande d'énergie de valence, mais lors d'une excitation, c'est-à-dire lorsqu'ils ont acquis de l'énergie, par exemple au cours de l'irradiation du cristal, ils se retrouvent dans la bande de conduction. Entre ces deux bandes se trouve la bande interdite, qui correspond à toutes les énergies que l'électron ne peut avoir. Ce schéma s'applique idéalement à un cristal parfait mais tous les cristaux ont des défauts, dus à la présence d'impuretés ou à des déformations locales du réseau cristallin. Ces défauts créent alors dans la bande interdite des niveaux d'énergie discrets, « des pièges », où les électrons peuvent résider. C'est grâce à ces niveaux que le matériau peut garder la mémoire de la dose reçue lors d'une irradiation.

Les particules alpha, bêta et le rayonnement gamma émis lors des désintégrations radioactives sont les principales sources de l'ionisation des atomes et donc du passage des électrons de la bande de valence à la bande de conduction. (fig. II-3a). Cependant, une particule ne reste jamais longtemps dans un état excité. En perdant l'excès d'énergie nouvellement acquis, l'électron a alors une certaine probabilité d'être piégé (fig. II-3b). Par ailleurs, plus la différence d'énergie entre la bande de conduction et le piège est grande, plus la probabilité pour que l'électron s'en échappe est faible. Ceci est formalisé par l'équation suivante (dans le cas d'une cinétique de premier ordre):

$$\lambda = s \exp(-E/kT)$$

¹ Rappelons que la période de désintégration est le temps nécessaire pour que la moitié des atomes radioactifs présents initialement se soient désintégrés.

où λ est la probabilité d'éviction de l'électron (en s^{-1}),

s est le facteur de fréquence (en s^{-1}), propre au type de piège,

E est l'énergie d'activation (en J) ; c'est la différence d'énergie entre la bande de conduction et le niveau du piège.

k est la constante de Boltzmann, égale à 1.38×10^{-23} J/K,

T est la température (en °K). Notons déjà que plus elle est élevée, plus la probabilité d'éviction est importante.

La stabilité du piège, égale à $1/\lambda$, représente le temps nécessaire pour que la moitié des électrons présents initialement quittent le piège. C'est parce que cette valeur est très supérieure aux intervalles de temps considérés en datation (elle est estimée à des dizaines, voire des centaines de millions d'années selon les pièges) que l'on peut considérer que les électrons sont effectivement piégés.

Cependant, si une énergie suffisante est fournie, par exemple sous forme de chaleur ou de lumière, l'électron peut regagner la bande de conduction puis la bande de valence. Ici intervient le deuxième phénomène qui est à l'origine de la production de lumière (fig. II-3c) : parallèlement au piégeage de l'électron, une charge positive ou trou, a été stockée dans un autre niveau d'énergie de la bande interdite, appelé centre de recombinaison. L'électron libéré peut alors se recombiner avec ce trou, provoquant ainsi l'émission d'un photon. Du fait de cette émission lumineuse, les centres de recombinaison sont aussi appelés centres luminogènes.

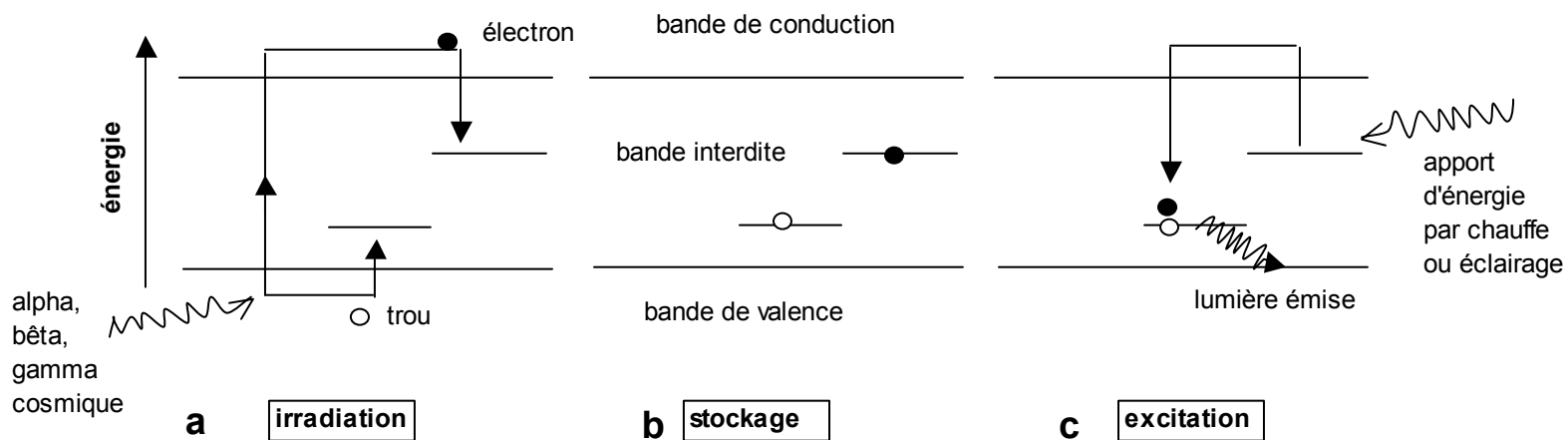


Figure II-3: Représentation schématique des niveaux d'énergie des charges dans un réseau cristallin expliquant le phénomène de la luminescence stimulée (d'après Aitken 1998). Il s'agit bien sûr ici du modèle simplifié à l'extrême : les différents pièges, à des énergies variables, photosensibles ou non, les différents centres de recombinaison (radiatifs ou non), et les compétitions (probabilité pour un électron d'interagir avec une entité plutôt qu'une autre) ne sont pas représentés.

Ainsi, plus le matériau est irradié, plus le nombre de charges stockées dans les pièges est grand et plus l'intensité lumineuse stimulée par une chauffe (signal de TL) ou un éclairage (signal d'OSL) sera importante. En fait, la réalité est beaucoup plus complexe : les types de pièges et de centres de recombinaison sont multiples et des interactions ainsi que des compétitions entre ces entités existent (Mc Keever et Chen, 1997). Un autre phénomène, appelé fading anomal, peut aussi intervenir : il correspond à la perte d'une partie des électrons piégés malgré une stabilité thermique du piège considérée satisfaisante (Wintle, 1973). Il pourrait être dû à un transfert des électrons vers le centre luminogène par effet tunnel² (ex: Visocekas, 1993). Notons cependant que cet effet peut être important chez certains feldspaths, mais il est négligeable pour les quartz si bien que nous ne l'avons pas étudié dans notre travail.

3. Les signaux de luminescence (TL – OSL)

Caractéristiques d'un signal de TL

Lorsque l'on chauffe un échantillon avec une vitesse de montée en température constante, la TL émise se présente sous forme de pics. Leur position est liée avant tout à la profondeur du piège : les pics présents aux températures les plus élevées correspondent aux pièges les plus stables. Le signal de TL naturel d'un échantillon n'a par conséquent que des pics situés en général au-delà de 250°C alors que le même échantillon chauffé à 500°C au laboratoire et irradié présente aussi des pics en deçà de 250°C, si la mesure de TL est réalisée dans un temps court par rapport à la durée de vie des pièges (fig. II-4).

Les pics présents sur une courbe de TL dépendent beaucoup du type de minéral étudié. Dans notre cas, nous nous sommes intéressés uniquement au quartz. Les températures, les énergies d'activation, et les durées de vie des principaux pics de ce minéral sont indiqués dans le tableau II-1

| Pic (°C) | 110 | 190 | 240 | 325 | 375 |
|---|----------------------------------|------------------------|-----------------------|----------------------|-----------------------|
| Energie d'activation (eV) | 0.80 à 0.99 selon les auteurs | 1.42 | 1.60 | 1.69 | 1.66 |
| Facteur de fréquence (s ⁻¹) | 8x10 ¹² | 3.4 x 10 ¹⁴ | 9.2x 10 ¹⁴ | 1 x 10 ¹⁴ | 1.5x 10 ¹³ |
| Durée de vie (a) à 15°C | 10 ⁻³ | 0.7x10 ³ | 340x10 ³ | 100x10 ⁶ | >10 ⁸ |

Tableau II-1: Caractéristiques des différents pièges fréquemment observés dans le quartz. Les températures des pics correspondent à des vitesses de montée en température de 2 à 10°C/sec. D'après Aitken, 1985, p. 272.

² Cet effet est dû à la nature quantique des électrons.

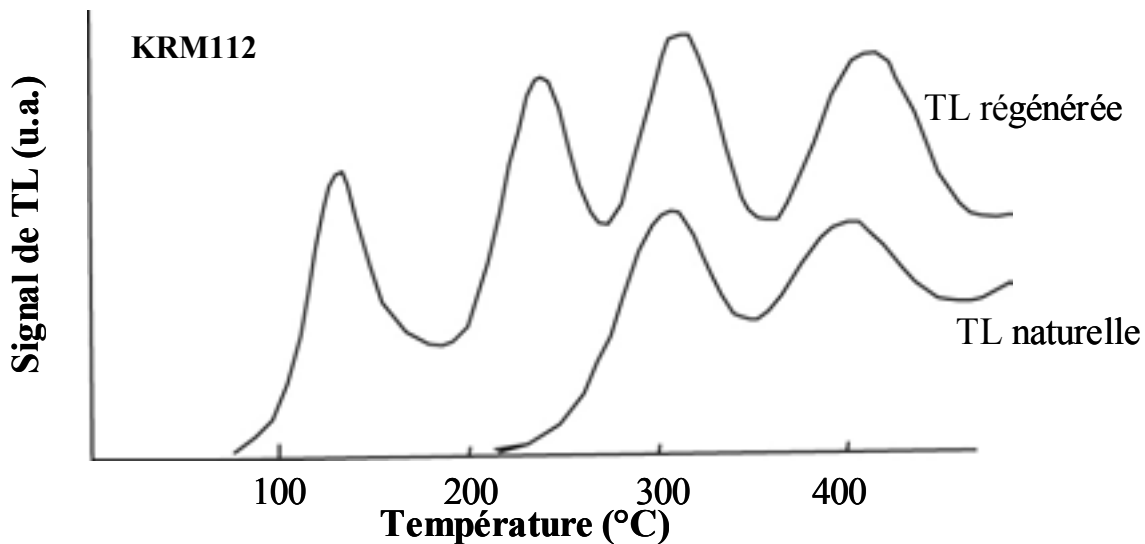


Figure II-4: Courbes de TL naturelle et régénérée de l'échantillon KRM112. L'aliquote naturelle ne présente que deux pics stables à 310 et 400°C (pour une vitesse de montée en température de 10°C/s), alors que celle qui vient d'être irradiée au laboratoire (73.2 Gy après une chauffe à 500°C sans palier) présente des pics supplémentaires à 110 et 240°C.

Caractéristiques d'un signal d'OSL

Pour des raisons techniques, le signal d'OSL a tout d'abord été stimulé à puissance constante (on parle alors de CW OSL pour "continuous wave"). Dans ce cas, il se présente sous une forme qui n'est pas exactement celle d'une fonction exponentielle décroissante comme on l'attendrait dans le cas d'une cinétique de premier ordre (fig. II-5a). Plusieurs auteurs (ex: Smith et Rhodes, 1994 ; Bailey *et al.* 1997) ont montré que ce signal pouvait par contre être décomposé en une somme d'exponentielles décroissantes ayant chacune une vitesse de blanchiment donnée : "rapide", "moyenne" ou "lente". Ces différentes composantes ont été observées grâce aux progrès techniques qui ont permis de faire varier linéairement la puissance d'excitation (on parle de LM OSL pour "linearly modulated"). Le signal d'OSL présente alors des pics dus à ces différentes composantes (fig. II-5b) (ex: Bulur *et al* 1996, 2000 ; Singarayer 2002).

Il est important de noter que l'efficacité du blanchiment n'est pas liée à la profondeur du piège: un autre facteur intervient en effet. C'est la section efficace, c'est-à-dire la probabilité d'interaction des photons avec les électrons piégés. Ainsi, le pic de TL instable à 110°C et le pic stable à 325°C sont très rapidement blanchis, mais de façon partielle pour ce dernier. Par contre, le pic de TL instable à 280°C et le pic stable à 375°C le sont difficilement (ex: Spooner *et al.*, 1988). Il a de plus été montré que le pic à 325°C et le principal signal d'OSL (c'est-à-dire la composante rapide de la figure II-5b) avaient la même origine (même piège), mais utilisaient des centres luminogènes différents (voir résumé dans Wintle et Murray, 2000, p.389).

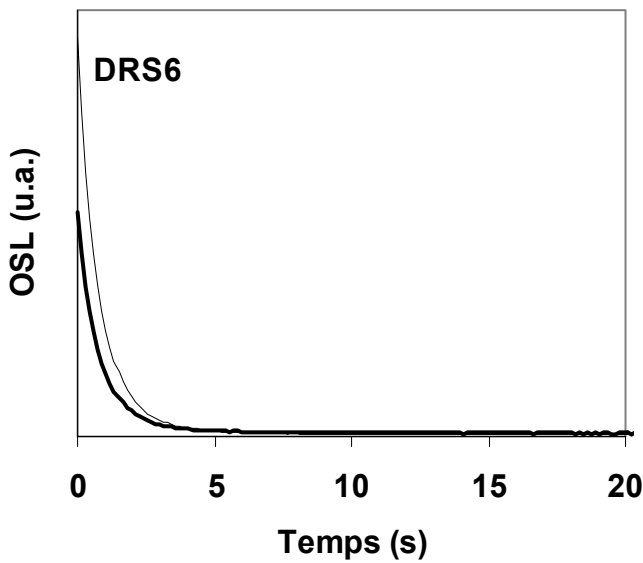


Figure II-5a: Signal d'OSL de l'échantillon DRS6 mesuré à puissance constante (CW OSL). Le signal naturel est symbolisé par le trait fin et le signal régénéré par le trait épais. Tous deux ont été mesurés après une préchauffe de 10 sec à 200°C.

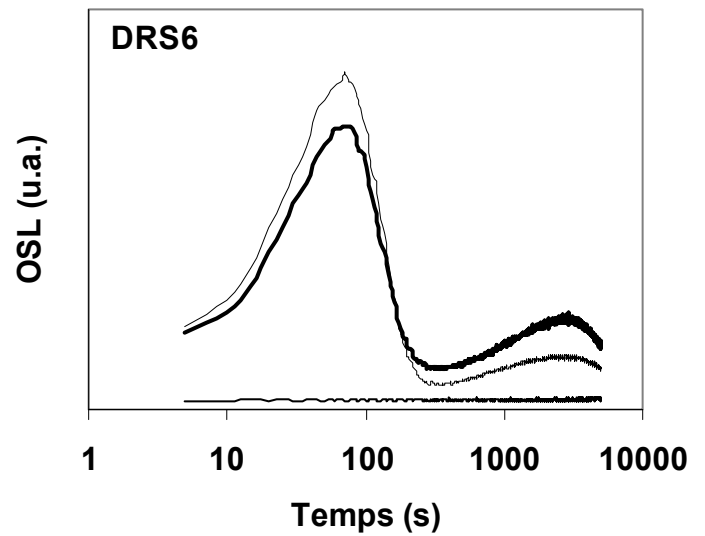


Figure II-5b: Signal d'OSL de l'échantillon DRS6 mesuré à puissance augmentant linéairement (LM OSL). Le signal naturel est symbolisé par le trait fin et le signal régénéré par le trait épais. Tous deux ont été mesurés après une préchauffe de 10 sec à 200°C. Le signal enregistré après une chauffe à 500°C vidant tous les pièges est également indiqué. Notons l'échelle logarithmique utilisée ici.

Croissance des signaux avec la dose

Les signaux de TL et d'OSL croissent avec la dose, mais contrairement à l'OSL, le signal de TL croît particulièrement lentement à basse dose (*ca.* < 1 Gy ; c'est la supralinéarité). A haute dose, les signaux ont des comportements similaires et saturent. Cette saturation fixe la limite d'application de la méthode. Elle dépend du type de stimulation (TL/OSL), du piège considéré et de la longueur d'onde examinée. Pour le quartz, elle se situe en TL et en OSL aux environs de 100 Gy³ si l'on considère la composante bleue (300-400 nm) du spectre d'émission.

³ ce qui pour un débit de dose de 1000 μ Gy/a correspond à un âge de 100 ka.

II. Les échantillons

Les roches chauffées que nous avons étudiées sont des quartzites⁴ et des silcrètes (ex: Summerfield, 1982, 1983), qui sont deux types de roches siliceuses.

1. Choix des échantillons sur le terrain

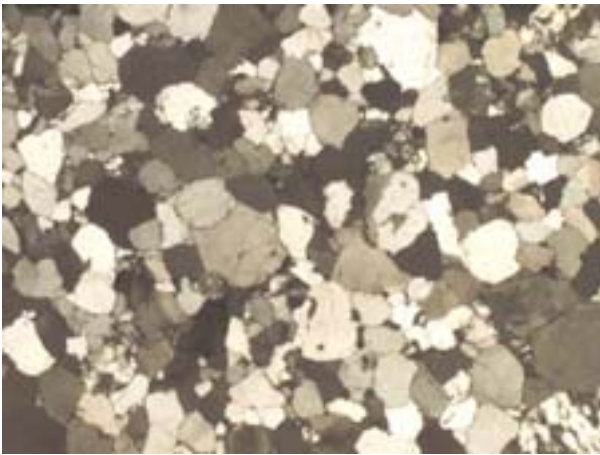
Les échantillons ont été sélectionnés en général directement au cours de la fouille, selon leurs dimensions et la présence de traces de chauffe (bien que très peu marquées sur les quartzites et les silcrètes), mais aussi d'après leur localisation : les zones de foyers ou les zones riches en éléments carbonisés ont été privilégiées alors que celles proches de la surface ou susceptibles d'être le siège de fortes variations de la dose gamma ont été évitées.

Dans le cas de Klasies River cependant, les échantillons ont été sélectionnés bien après la fin des fouilles, ce qui a quelque peu compliqué leur étude (cf. chapitre V, et § II-4 ci-dessous).

2. Description

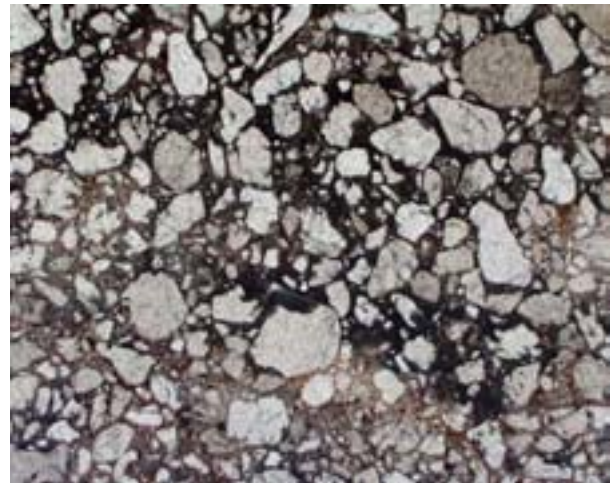
Pour connaître la structure des roches sélectionnées, des lames minces ont été systématiquement réalisées au Département de Géologie de l'Université Paris XI et étudiées en collaboration avec P-Y Gillot (Université Paris XI), J-P Texier et A. Lenoble (IPGQ, Université Bordeaux I). Le quartz est dans tous les échantillons le constituant majoritaire et les grains sont plus ou moins bien classés du point de vue granulométrique (fig. II- 6). En particulier, pour la plupart des silcrètes, des grains de l'ordre de plusieurs dizaines de micromètres sont dispersés dans une matrice fine crypto cristalline. C'est par exemple le cas de la silcrète BB20 dont une section est présentée en figure II-7. Ces roches, quartzites et silcrètes, renferment aussi des oxydes de fer et quelques rares minéraux colorés en lumière polarisée (micas, zircons...). Ces constituants sont susceptibles de concentrer les radioéléments (U, Th, K) alors que les quartz en sont généralement dépourvus, créant ainsi une hétérogénéité, à l'échelle des grains, de la distribution des radioéléments.

⁴ *roche sédimentaire constituée de grains de quartz détritiques cimentés par du quartz néoformé, ce qui lui confère une très grande dureté. En domaine métamorphique, les quartzites peuvent résulter de la recristallisation d'un grès ou de roches siliceuses initialement constituées de silice amorphe et de calcédoine.* Définition du dictionnaire du BRGM.



6.0 mm

Figure II-6: Photographie d'une partie de la lame mince de la quartzite DRS2.



4.4 mm

Figure II-7: Photographie d'une partie de la lame mince de la silcrète BB20 observée en lumière naturelle.

3. Préparation des échantillons

Préparation mécanique

Au cours de son enfouissement, tout échantillon est irradié par les particules alpha et bêta provenant du sédiment proche dont les parcours sont d'environ 20 μm et 2 mm respectivement. La couche externe (c'est-à-dire les deux premiers millimètres) de l'échantillon reçoit donc une dose plus grande que sa partie interne. Pour simplifier la dosimétrie, nous avons systématiquement éliminé la couche externe, sur au moins 2 mm d'épaisseur, avec une scie diamantée.

Le cœur de l'échantillon a ensuite été broyé dans un mortier d'Habisch et la poudre tamisée à 160 μm . Il a été vérifié que cette technique de broyage n'induit pas de signal de TL parasite (triboluminescence). Pour la détermination de la paléodose, nous avons couramment utilisé la fraction 100-160 μm .

Traitements chimiques

La poudre a subi différents traitements chimiques afin d'obtenir du quartz pur. Une attaque à l'acide chlorhydrique (1mol.l^{-1}) a permis d'éliminer les carbonates qui présentent en général un signal de luminescence gênant. Pour trois échantillons de Klasies River (KRM 86, 114 et 116), un comportement irrégulier a été détecté dès les premières mesures de TL : faible reproductibilité des signaux, pics parasites apparaissant de façon aléatoire, pics très larges à basse température. Nous

avons donc effectué une attaque supplémentaire à l'acide hexafluorosilicique (H_2SiF_6 ; 30%) pendant une semaine. Cet acide permet en effet de dissoudre certains minéraux (comme les feldspaths) mais laisse les quartz intacts⁵, contrairement à l'acide fluorhydrique.

A l'issue de cette attaque chimique, nous avons pu observer que la reproductibilité des mesures était bonne (dispersion inférieure à 5%). Nous avons constaté en particulier sur l'échantillon KRM 86 la disparition des pics à basse température et, comme on peut le voir sur la figure II-8, une simplification du pic haute température due à l'effacement d'une ou de plusieurs composantes situées vers 320-350°C. Le minéral éliminé par l'acide hexafluorosilicique est non déterminé. Indiquons toutefois qu'un signal d'IRSL, souvent faible, a été détecté pour certains échantillons mais qu'il n'est pas systématiquement lié au comportement irrégulier observé en TL. D'autre part, l'analyse des lames minces montre qu'il ne peut pas être dû aux feldspaths, absents dans ces quartzites.

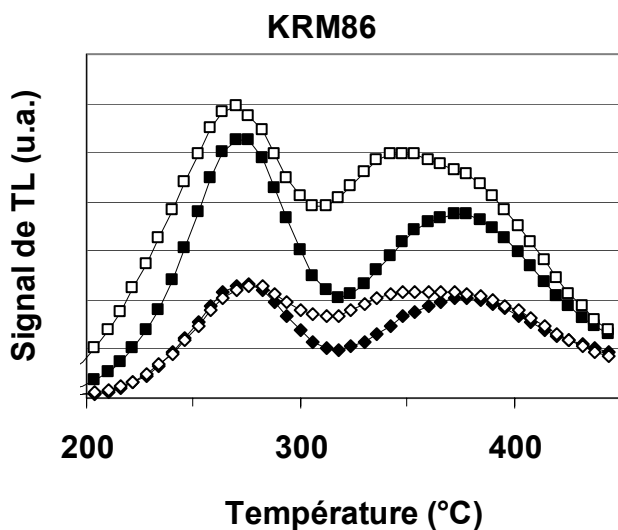


Figure II-8: Evolution du signal de TL naturel (losanges) et artificiel (dose ajoutée de 75 Gy, symboles carrés) de KRM86 en fonction du traitement chimique. Les courbes en noir ont été obtenues avec de la poudre nettoyée pendant une semaine à l'acide hexafluorosilicique et les courbes en blanc, avec de la poudre nettoyée à l'acide chlorhydrique uniquement. Une préchauffe de 210°C sans palier a été appliquée avant chaque mesure. Chaque courbe est la moyenne de 4 mesures.

Conditions d'éclairage

Toute la préparation des échantillons a été réalisée dans des conditions d'éclairage contrôlées, c'est-à-dire en lumière rouge (tubes néon recouverts de cinq couches de filtres plastiques LEE 106) afin d'éviter l'effacement du signal de luminescence. Ce type d'éclairage, même s'il n'est pas confortable, a l'avantage d'induire un vidage des pièges du quartz très lent par rapport à d'autres longueurs d'ondes (ex: Spooner *et al.*, 1988).

⁵ Pour cela, l'acide est préalablement saturé avec de la silice amorphe pure.

4. Blanchiment

L'opacité des quartzites

La plupart des quartzites ne sont pas translucides en apparence lorsqu'on les observe à l'oeil nu, même sur une faible épaisseur. Ainsi, on peut a priori penser que la couche externe d'un échantillon lithique empêche la lumière de le pénétrer et préserve le signal de luminescence. Par ailleurs, Richardson (1994), qui s'est intéressé à la possibilité de dater des quartzites non chauffées et qui a étudié la vitesse de blanchiment dans ce type de matériau, a observé que le blanchiment total sur un millimètre d'épaisseur n'était atteint qu'au bout d'un an.

Cependant, des doutes sur la réelle préservation du signal de luminescence ont été soulevés lorsque nous avons comparé à des fins méthodologiques les paléodoses TL et OSL de quartzites provenant du Portugal (Valladas *et al.*, 2001 ; Tribolo *et al.*, 2003) (annexe VII). Pour deux de ces échantillons, les paléodoses OSL étaient inférieures de 40% environ aux paléodoses TL et des tests complémentaires nous ont permis de vérifier que cette différence n'était pas due aux protocoles utilisés. Aussi, avons-nous envisagé un effacement du signal OSL puisque celui-ci blanchit beaucoup plus rapidement que le signal TL (Godfrey-Smith *et al.*, 1988). Un tel blanchiment pouvait en effet avoir eu lieu puisque ces échantillons étaient restés exposés à la lumière depuis leur découverte.

Il est important de rappeler ici que le quartz, constituant majoritaire des quartzites, laisse passer les UV et que ceux-ci sont particulièrement efficaces pour effacer le signal de luminescence puisque chaque photon est relativement énergétique. D'autre part, même si la transmittance est très faible (nous avons essayé de la mesurer avec un spectrophotomètre mais sans réel succès), il faut prendre en compte la durée de l'exposition à la lumière et donc, en fait, réaliser que la quantité d'énergie absorbée peut être non négligeable.

Comme les échantillons de Klasies River ont été découverts longtemps avant leur sélection pour la datation, que leurs conditions de stockage vis à vis de la lumière ne sont pas connues, et aussi qu'une grande partie d'entre eux était de faible épaisseur (*ca.* 1cm), il nous a paru indispensable de vérifier directement si le blanchiment de leurs signaux de luminescence était possible.

Test de blanchiment des quartzites

Nous avons mené deux expériences complémentaires :

1) Trois quartzites de bonnes dimensions, dont deux provenant de Klasies River et une de Diepkloof Rock Shelter, ont été sciées de manière à disposer d'un parallélépipède rectangle de 3 à 5 cm de longueur (Tribolo *et al.*, 2003) (annexe VII). Ces fragments ont été recouverts d'un film opaque de sorte qu'une seule des deux plus petites faces reste visible. Son exposition à la lumière naturelle a duré un mois. Nous avons ensuite mesuré les signaux de TL et d'OSL en fonction de la distance par rapport à la surface exposée (fig. II-9) : pour chaque point de mesure, de la poudre directement obtenue par sciage a été répartie sur 6 disques. Sur 3 d'entre eux, nous avons effectué une mesure de TL (jusqu'à 500°C, à 5°C/min) suivie d'une irradiation, d'une préchauffe de 10 sec à 180°C et d'une nouvelle mesure pour normaliser les signaux. Sur les trois autres disques, nous avons effectué une mesure d'OSL (40 sec à 125°C) suivie d'une irradiation, d'une préchauffe sans palier à 160°C et d'une nouvelle mesure d'OSL pour normaliser les signaux. Pour comparer les signaux entre eux et quantifier leur effacement respectif, nous avons pris comme référence l'extrémité du parallélépipède qui avait été protégée de la lumière.

Nous avons observé un blanchiment non négligeable du signal d'OSL sur les deux quartzites de Klasies River. Par exemple, le signal d'OSL de l'échantillon KRM11 est effacé à plus de 20% jusqu'à 1.5 cm de profondeur (fig. II-10). La quartzite de Diepkloof (DRS 4) en revanche, n'a pas été blanchie, sauf en surface. Notons aussi que le signal de TL est moins affecté que celui d'OSL : pour tous les échantillons, il n'est significativement blanchi que sur la surface exposée c'est-à-dire sur 1 à 2 millimètres. Cette expérience montre donc que le blanchiment des quartzites est possible, variable d'une quartzite à l'autre et qu'il affecte principalement le signal d'OSL.

2) Nous avons d'autre part mesuré l'amplitude des signaux OSL des échantillons de Klasies River sélectionnés pour la datation. Pour chaque échantillon, nous avons appliqué le protocole SAR (voir §III-2 plus bas) qui permet une comparaison du signal naturel avec des signaux régénérés. Il s'agissait de voir si l'échantillon possédait un signal OSL exploitable et d'évaluer la paléodose.

Pour la moitié des échantillons (KRM 68, 76, 96, 97, 102, 112, 114 et 120), le signal naturel était très faible par rapport aux signaux de régénération. Par exemple, la figure II-11 montre la courbe de croissance des signaux régénérés obtenue pour KRM76. Le signal naturel conduit alors à une paléodose de *ca.* 4 Gy qui est bien inférieure, en ordre de grandeur, à ce que l'on s'attendrait à trouver. Il est donc vraisemblable que le signal d'OSL naturel de cet échantillon en particulier ait été blanchi. Nous verrons au chapitre V l'approche utilisée pour vérifier que le signal de TL n'a pas été affecté par l'éclairement et qu'il permet donc d'obtenir des paléodoses fiables.



Figure II-9 : Photographie de la petite scie et d'un échantillon utilisé pour déterminer l'efficacité du blanchiment en fonction de la distance à la surface exposée.

Figure II-10 a, b et c : Signaux normalisés de TL et d'OSL en fonction de la distance entre le point d'échantillonnage et la surface exposée à la lumière naturelle pendant un mois. On peut constater que le signal d'OSL est fortement blanchi, alors que le signal de TL n'est affecté significativement qu'en surface.

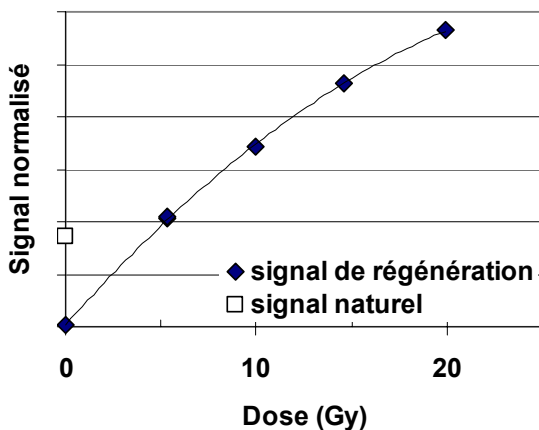
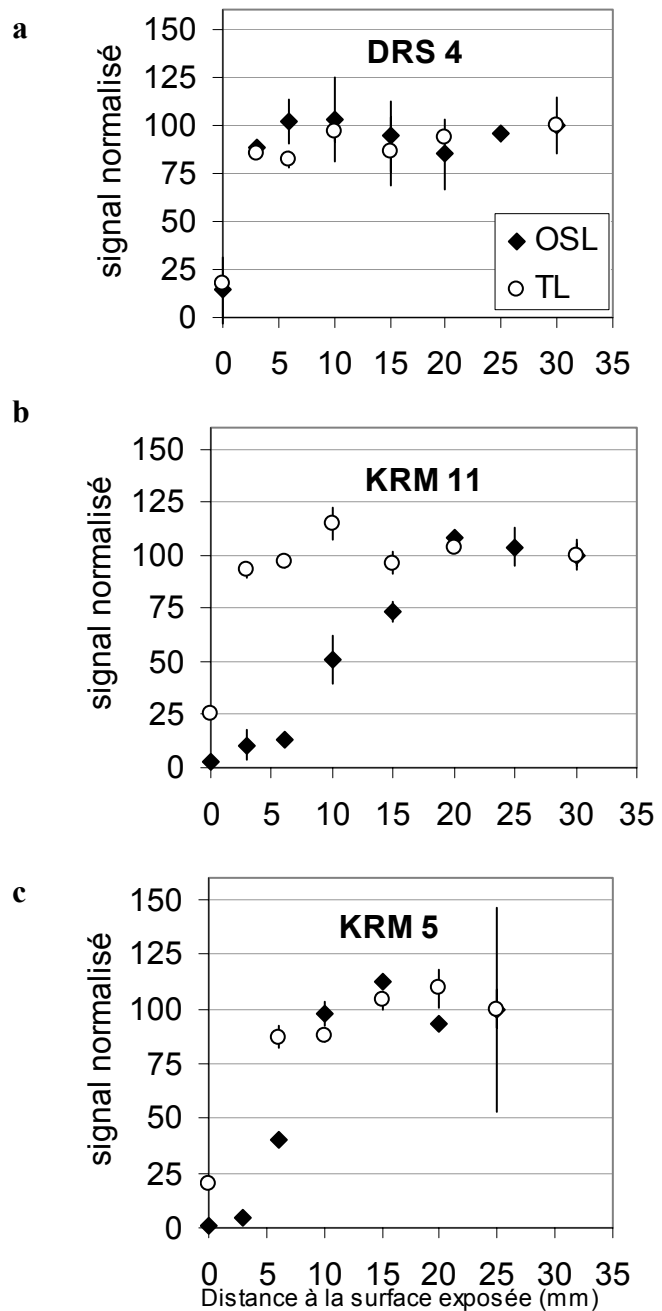


Figure II-11 : Courbe de croissance du signal OSL de l'échantillon KRM 76 obtenue avec le protocole SAR (une seule aliquote a été mesurée avec une préchauffe de 220°C). Le faible signal naturel conduit à une paléodose apparente de 4 Gy environ qui est bien inférieure à ce que l'on pouvait attendre. Il est donc vraisemblable qu'il ait été en partie effacé depuis la mise à jour de l'échantillon.

III. Détermination de la paléodose

La paléodose est due à l'irradiation naturelle de l'échantillon ; elle est évaluée en comparant le signal de luminescence qu'elle induit aux signaux générés en laboratoire par des doses artificielles. Les appareils de mesure et les sources radioactives que nous utilisons sont décrits dans l'annexe III.

1. Détermination de la paléodose par la technique de la TL

Pour déterminer la paléodose par la technique de la TL, nous avons utilisé la méthode "additive" et la méthode de "normalisation". Leur différence réside uniquement dans la façon de traiter les données. Elles nécessitent toutes deux la construction des courbes de croissance du signal TL en fonction de la dose, à partir de la poudre naturelle (courbe additive), et à partir d'une fraction de la poudre dont le signal naturel a été effacé (courbe de régénération).

Présélection de l'échantillon

Des tests préliminaires réalisés en irradiant la poudre naturelle à l'aide d'une source de laboratoire, permettent d'évaluer la databilité d'un échantillon. Si le signal sature entre 300 et 450°C, cela peut signifier que l'échantillon n'a pas du tout été chauffé dans le passé. Dans ce cas, il n'est pas datable puisque le signal TL n'a pas été remis à zéro. Il se peut aussi que le signal sature seulement à haute température. Ceci se produit lorsque la chauffe archéologique n'a pas été suffisante pour effacer entièrement le signal de TL géologique. Il n'est pas toujours facile de détecter ce problème par simple observation des courbes de TL et le test du plateau effectué lors de la détermination de la paléodose est nécessaire et permet alors de trancher.

Les mesures de TL

Les tests préliminaires permettent d'évaluer approximativement la paléodose et donc de choisir les doses nécessaires à la construction des courbes de croissance.

Pour construire la courbe régénérée, la poudre est en général chauffée 1h30 à 350°C. Cette procédure est en fait celle utilisée pour les silex car elle est suffisante pour effacer le signal naturel sans induire de forts changements de sensibilité (Valladas, 1992). Pour nos échantillons, nous

avons aussi parfois utilisé des températures plus basses, jusqu'à 300°C pendant huit heures environ, pour essayer de minimiser les effets de la chauffe.

Les courbes additives et régénérées ont été construites en mesurant 16 aliquotes de 10 mg chacune, quatre par dose appliquée. Les mesures ont toujours été faites quelques jours au moins après les irradiations de sorte que les pics les plus instables disparaissent "naturellement". Nous avons aussi parfois effectué une préchauffe pour éliminer les pics stables à notre échelle de temps mais qui sont instables à l'échelle du temps préhistorique. Lors des mesures, la TL a été enregistrée jusqu'à 450°C (pour une vitesse de montée en température de 5°/sec). Après chaque mesure, une nouvelle chauffe a été effectuée afin d'enregistrer le bruit de fond.

Construction des courbes de croissance ; test du plateau

Les données ont été analysées à l'aide d'un logiciel développé par N. Mercier (ANATOL). A partir des courbes de TL, les courbes de croissance additives et régénérées ont été construites par interpolation des points de mesure à l'aide d'une fonction type (linéaire, quadratique ou exponentielle saturante). L'analyse des courbes de croissance a ainsi permis de déterminer la paléodose en fonction de la température de chauffe (test du plateau), selon l'une des méthodes exposées ci-après. Pour des échantillons insuffisamment chauffés dans le passé, les paléodoses augmentent avec la température car le résidu du signal de TL géologique augmente aussi. Si au contraire, les paléodoses sont indépendantes de la température, cela signifie que le signal de TL géologique a été entièrement effacé par la chauffe archéologique et donc, que l'échantillon est datable.

Méthodes de calcul de la paléodose

Méthode "additive" (fig. II-12a)

L'extrapolation de la courbe additive jusqu'à l'axe des abscisses permet d'obtenir une estimation D de la paléodose P, qui n'est pas rigoureusement exacte, à cause de la croissance supralinéaire à basse dose. L'extrapolation de la courbe régénérée permet d'obtenir la correction de supralinéarité Δ . Nous avons donc simplement :

$$P = D + \Delta$$

Méthode dite de "normalisation"(fig. II-12b)

Dans cette méthode, la courbe additive est glissée le long de l'axe des abscisses jusqu'à ce qu'elle s'ajuste, à un facteur d'homothétie près, à la courbe régénérée. Mathématiquement, ceci est réalisé en calculant pour une dose P' donnée, les rapports :

$$R_i = \frac{TL_1(di)}{TL_2(P'+di)}$$

où TL_1 et TL_2 représentent respectivement la luminescence des courbes additive et régénérée et où di est compris entre 0 et la dose maximale ajoutée.

Le logiciel détermine alors la dose P' pour laquelle la dispersion des rapports R_i est minimale, autrement dit, la dose pour laquelle l'homothétie des courbes est la mieux vérifiée. Cette dose correspond à la paléodose recherchée.

Cette technique ne peut pas être utilisée lorsque les courbes de croissance additive et régénérée s'approchent de la linéarité puisque les solutions sont alors infinies (la dispersion sur R_i est identique pour toute valeur de P').

On peut ajouter que ces deux méthodes de calcul donnent des résultats d'autant plus justes que les intervalles de dose considérés, pour les courbes de croissance additive et régénérée, sont peu différents.

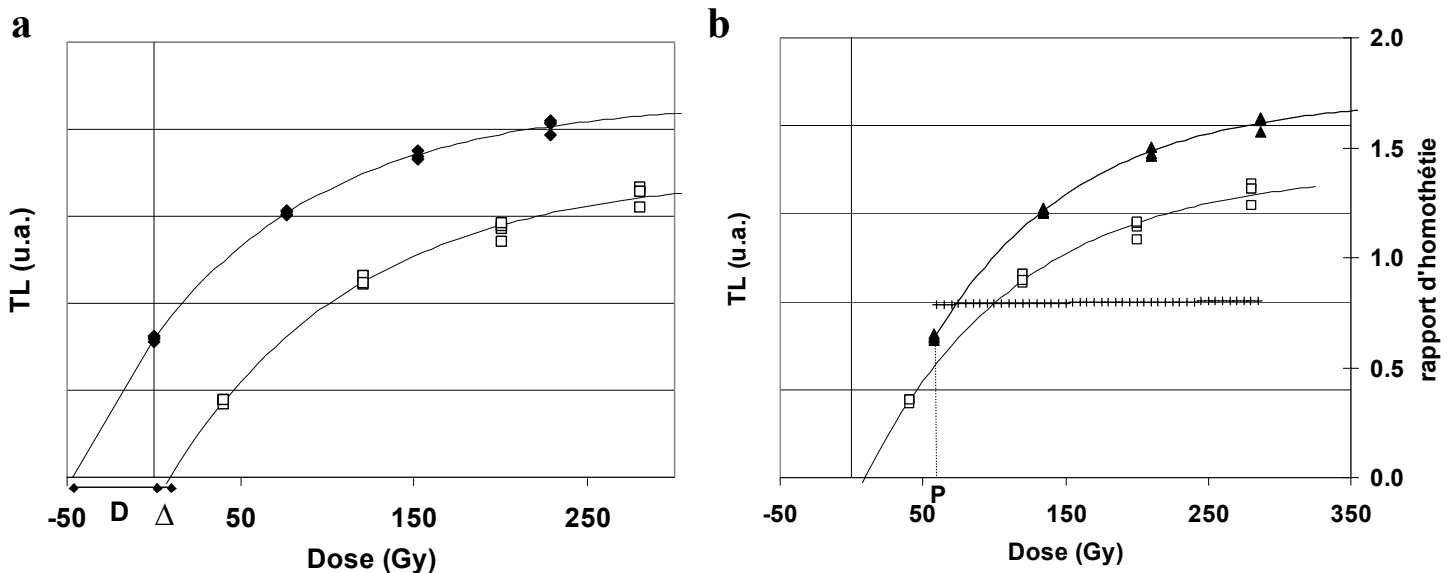


Figure II-12: Détermination de la paléodose pour l'échantillon KRM 62 à partir des courbes de croissances TL additives (symboles noirs) et régénérées (symboles blancs) construites avec des aliquotes multiples. Les courbes sont des exponentielles saturantes de la forme $y = A(1 - \exp(-B(x+C)))$. **(a)** : méthode de détermination "additive". La paléodose est la somme de deux interceptes à l'origine, soit $46.8 + 9.4 = 56.1$ Gy. Les erreurs sont additionnées quadratiquement (soit 2.5 Gy). **(b)**: méthode de détermination par "normalisation". La courbe de croissance additive est glissée le long de l'axe des abscisses jusqu'à ce que l'homothétie des deux courbes soit respectée. La paléodose est 58.1 ± 1.4 Gy.

2. Protocole de détermination de la paléodose par la technique de l'OSL

Les paléodoses OSL présentées dans les chapitres suivants ont été déterminées avec le protocole SAR (Murray et Wintle, 2000) car il offre plusieurs avantages par rapport à d'autres protocoles : faible quantité de matière nécessaire, rapidité liée à l'enchaînement des mesures, contrôles de fiabilité intégrés aux séquences de mesure.

Dans ce protocole, le signal naturel est comparé à des signaux régénérés, induits par des doses artificielles après effacement du signal précédent. L'ensemble des mesures est réalisé sur une seule aliquote⁶. Cette manière de procéder donne ainsi son nom au protocole (SAR pour Single-Aliquot Regenerative-dose protocol).

Le principe

On pourrait, en principe, simplement comparer le signal naturel et les signaux régénérés pour obtenir la paléodose. Cependant, il est indispensable d'éliminer avant la mesure d'OSL les signaux instables. Ceci est réalisé à l'aide d'une préchauffe à une température assez élevée mais celle-ci induit des changements de sensibilité du minéral. Pour en tenir compte, on utilise le fait que la sensibilité du signal OSL de l'échantillon à un moment donné est corrélé linéairement à celle du signal OSL qui suit, pourvu qu'il n'y ait pas eu de préchauffe entre ces deux mesures ou que celle-ci ait été réalisée à une température basse. Ainsi, après chaque dose de régénération (comme après la dose naturelle), l'échantillon reçoit une dose petite par rapport à la paléodose (dose test), et il n'est que faiblement préchauffé. Ces signaux de dose test servent donc de signaux de normalisation puisqu'ils intègrent les changements de sensibilité induits par les fortes préchauffes qui suivent les doses de régénération. Chaque cycle du protocole SAR se compose donc de :

irradiation⁷

préchauffe à une température donnée pendant 10 sec

mesure d'OSL de la dose de régénération⁸ pendant 40 sec à 125°C (Rx)

irradiation pour normalisation (dose test)

préchauffe sans palier à 160°C

mesure d'OSL de la dose test pendant 40 sec à 125°C (Tx)

⁶ dans la pratique, un disque sur lequel les grains de quartz sont collés avec de l'huile de silicone.

⁷ au premier cycle, l'irradiation artificielle est nulle.

⁸ dose naturelle (paléodose) au premier cycle.

Les cycles sont répétés en faisant varier la dose d'irradiation de façon à construire la courbe de croissance régénérée Rx/Tx en fonction de la dose. Le signal naturel R_0/T_0 , mesuré lors du premier cycle, est reporté sur la courbe ainsi définie, et la paléodose est déduite (fig. II-13).

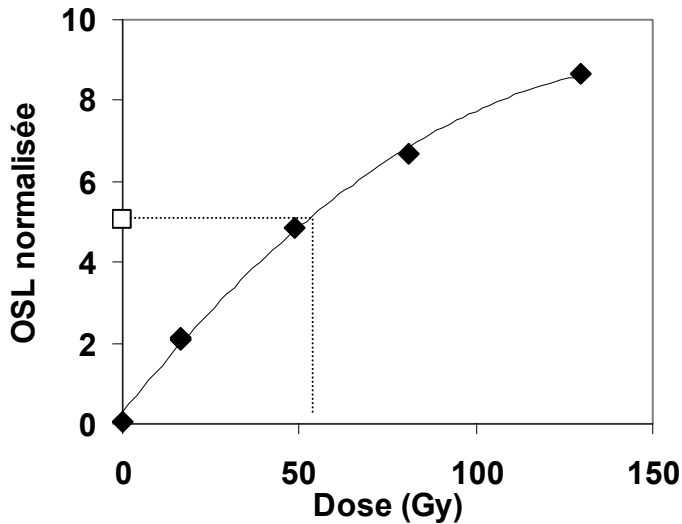


Figure II-13 : Courbe de croissance obtenue en appliquant le protocole SAR à une aliquote de l'échantillon KRM 62 pour une température de préchauffe de 180°C. Le signal naturel normalisé est symbolisé par le carré blanc et les signaux de régénération par les losanges noirs. Le taux de recyclage est 0.98 et le taux de récupération de 0.7%. Les points de mesure normalisés sont interpolés avec une fonction exponentielle saturante de la forme $y = A (1 - \exp(-B + (x+C)))$. La paléodose déduite est 52 ± 3 Gy.

La durée de la mesure du signal d'OSL dépend du système de stimulation. Typiquement nous avons travaillé sur 100 s avec la lampe halogène, et 40 seulement avec les diodes (annexe III). Il s'agit de vider les pièges les plus photosensibles rapidement et de la façon la plus complète possible. Le signal restant, dû principalement aux pièges les moins photosensibles, continue à décroître très lentement. C'est ce signal, pris sur les derniers canaux de l'enregistrement de l'OSL régénérée qui est utilisé comme bruit de fond pour obtenir L_r et aussi L_t .

Températures de préchauffe et température d'excitation

Comme une aliquote suffit pour déterminer une paléodose, il est possible d'acquérir plusieurs déterminations en faisant varier la température de préchauffe de façon à contrôler l'indépendance de la paléodose vis-à-vis de ce paramètre (test du plateau de préchauffe). Pour nos échantillons, nous avons en général mesuré 3 disques pour 8 températures de préchauffe différentes, comprises entre 160 et 300°C par pas de 20°. La préchauffe de la dose test est courte et basse (160°C sans palier) afin d'éviter les changements de sensibilité.

La température à laquelle on porte l'échantillon pendant une stimulation optique influe sur l'amplitude du signal. Jusqu'à une certaine température, la vitesse d'éviction des électrons augmente

et le signal d'OSL également. On parle alors d'assistance thermique. Il existe un effet compétitif, appelé *quenching* thermique, qui agit non pas sur la vitesse d'éviction des électrons mais sur les centres luminogènes : plus la température augmente, plus l'efficacité des centres diminue. A ceci s'ajoute un déplacement vers les grandes longueurs d'onde de l'OSL émise lorsque la température augmente, ce qui, à cause de l'efficacité de détection des filtres utilisés, peut aussi conduire à une apparente diminution du signal (Spooner, 1994 ; Wintle et Murray, 2000).

Enfin, il faut mentionner que le pic à 110°C joue un rôle important : des échanges ont lieu soit sous l'effet de la chauffe, soit sous l'effet de la stimulation optique, entre les pièges responsables de ce pic et ceux à l'origine du pic à 325°C. Par exemple, lors de la stimulation optique d'un échantillon naturel, des électrons peuvent se déplacer du piège à 325°C vers le piège à 110°C, conduisant ainsi à une augmentation de la TL émise à cette température (*photo-transferred TL*). Ces électrons (également parvenus dans d'autres pièges instables) peuvent, pendant un éventuel stockage à la température ambiante ou suite à une préchauffe, gagner à nouveau le pic à 325°C causant alors une nouvelle croissance du signal d'OSL. On parle alors de transfert thermique ou de récupération (Aitken et Smith, 1988).

Afin d'éviter les interactions du piège à 110°C et de limiter le phénomène de *quenching* thermique, il est donc nécessaire d'effectuer les mesures d'OSL à 125°C (Wintle et Murray, 1998, 2000).

Les tests de recyclage et de récupération

Deux conditions sont nécessaires (mais insuffisantes) pour que le protocole SAR s'applique correctement : la première est que les corrections de sensibilité soient efficaces. Pour cela, un test de recyclage est effectué. Il consiste à mesurer, en début et en fin de séquence, les signaux normalisés obtenus pour la même dose de régénération. Dans le cas idéal, leur rapport est égal à l'unité mais il est admis que la correction de sensibilité est acceptable tant que ce rapport est compris entre 0.9 et 1.10 (ex: Armitage *et al.*, 2000 ; Murray et Olley, 2003). Notons cependant que ce test n'assure pas que la première dose test utilisée permette le contrôle de la sensibilité du signal naturel.

La seconde condition est que la préchauffe n'induisse pas des transferts supplémentaires des pièges instables vers le piège d'OSL. Pour le vérifier, un test de transfert thermique ou de récupération est effectué en mesurant le signal normalisé produit par une dose de régénération nulle. Ce signal est comparé à celui de la dose naturelle. Il est admis que le phénomène de

récupération est négligeable si le rapport des signaux normalisés ne dépasse pas 5% (Murray et Olley, 2003).

3. Erreur sur la détermination de la paléodose

Dans le cas de la TL, l'erreur sur la paléodose est en partie liée à la reproductibilité des mesures qui dépend de la sensibilité et de l'hétérogénéité de l'échantillon. Or, le fait d'utiliser des coupelles de 10 mg environ conduit en général à une reproductibilité des mesures pour une dose donnée meilleure que 5%. L'erreur sur la paléodose provient donc essentiellement de l'extrapolation des courbes de croissance de la TL en fonction de la dose qui sont représentées par des fonctions mathématiques ajustées aux points expérimentaux par la technique des moindres carrés. Elle est en moyenne comprise entre 3 et 8%.

En OSL, l'origine de l'erreur sur la paléodose est identique mais cette dernière est estimée de manière différente qu'en TL. En effet, nous avons utilisé le protocole SAR qui permet l'obtention d'une dose équivalente pour chaque aliquote analysée. L'incertitude sur chacune de ces déterminations est faible (1 à 2%), si la statistique de comptage est correcte, puisque la dose est calculée par interpolation et non par extrapolation, ce qui a pour effet de la rendre pratiquement insensible au choix de la fonction mathématique choisie pour représenter la croissance du signal d'OSL en fonction de la dose. L'erreur sur la paléodose est alors estimée en considérant la dispersion des doses équivalentes individuelles.

A ces erreurs statistiques s'ajoute l'erreur systématique liée à la calibration des sources radioactives estimée à 2% environ.

IV. Débit de dose interne:

Pour évaluer le débit de dose interne d'une roche, il convient tout d'abord de considérer le parcours des particules y contribuant, c'est-à-dire la distance sur laquelle elles perdent leur énergie cinétique par le biais d'interactions électroniques et nucléaires.

Puisque dans la silice, les particules alpha et bêta émises par les radioéléments présents dans les roches ont des parcours respectifs de l'ordre de 20 μm et de 2 mm environ, en raison de leur masse et de leur charge, elles contribuent majoritairement au débit de dose interne. En revanche, les

gamma, sans masse ni charge puisque ce sont des rayonnements électromagnétiques, interagissent peu et leur parcours peut atteindre 30-40 cm pour les plus énergétiques (énergie > 2 MeV). Leur contribution à la dose interne des échantillons étudiés est donc faible et dépend de la masse et de la forme de chacun d'eux (Valladas, 1985). Elle s'exprime par le coefficient F (facteur de forme).

1. L'équation du débit de dose interne

Le débit de dose interne dépend des teneurs en radioéléments de l'échantillon et de leur répartition dans la roche. En effet, puisque le parcours des particules alpha et bêta est bien inférieur aux dimensions de l'échantillon (typiquement de l'ordre de quelques centimètres), la dose reçue en un point dépend de sa distance par rapport aux émetteurs.

Quand la répartition des radioéléments est homogène, à une échelle inférieure aux parcours des particules, la répartition de la dose est aussi homogène. Pour calculer cette dose, il suffit alors de déterminer les teneurs en radioéléments et de les multiplier par les débits de dose spécifiques. Ces derniers ont été calculés à l'aide de tables nucléaires (Adamiec et Aitken, 1998) et sont donnés dans le tableau II-2.

| | | U | Th | K |
|--|-------|-------|------|-----|
| débit de dose spécifique (µGy/a) | gamma | 113 | 47.6 | 243 |
| | bêta | 146 | 273 | 782 |
| | alpha | 5847 | 1642 | |
| flux spécifique (alpha/cm ² /a) | alpha | 18138 | 5075 | |

Tableau II-2: Débits de dose et flux spécifiques d'après Adamiec et Aitken (1998). Pour U et Th, les débits et flux comprennent la contribution de chaque élément des familles radioactives à l'équilibre séculaire pour 1 ppm de parent. Pour le potassium, les débits sont calculés pour une concentration de 1%. L'uranium comprend la famille de 238U et celle de 235U, avec un rapport respectif des deux parents en masse de 99.29% et 0.71%.

Le débit de dose interne peut donc s'écrire :

$$\begin{array}{l}
 \text{D alpha} \\
 \text{contribution alpha}
 \end{array}
 +
 \begin{array}{l}
 [\text{U}].\text{D}_{\beta\text{U}} + [\text{Th}].\text{D}_{\beta\text{Th}} + [\text{K}].\text{D}_{\beta\text{K}} \\
 \text{contribution bêta}
 \end{array}
 +
 \begin{array}{l}
 \text{F} \cdot \{[\text{U}].\text{D}_{\gamma\text{U}} + [\text{Th}].\text{D}_{\gamma\text{Th}} + [\text{K}].\text{D}_{\gamma\text{K}}\} \\
 \text{contribution gamma}
 \end{array}$$

où $D_{\beta\text{U}}$, $D_{\beta\text{Th}}$, $D_{\beta\text{K}}$, $D_{\gamma\text{U}}$, $D_{\gamma\text{Th}}$, $D_{\gamma\text{K}}$ sont les débits de dose spécifiques bêta et gamma, pour U, Th et K, respectivement et F, le facteur de forme.

Quand la répartition des radioéléments est hétérogène à l'échelle des grains de quartz, ce qui est le cas pour nos échantillons si l'on se réfère à l'observation des lames minces, il faut alors tenir compte de l'atténuation de la dose qui est fonction de la distance entre les radioéléments. Les

coefficients d'atténuation ont été calculés par Mejdahl (1979) et Brennan *et al.* (1991) pour les bêta du potassium et des familles de l'uranium et du thorium, et pour les alpha de ces deux familles, dans le cas d'un grain de quartz placé dans une matrice homogène infinie (fig. II-14). Le coefficient ne dépend alors que de la taille du grain.

Notons que ces coefficients d'atténuation ont été calculés pour des grains sphériques alors que dans la pratique, les grains ne le sont pas. Cependant, Fain *et al.* (1999) ont montré que la dépendance des coefficients bêta à l'égard de la forme du grain était minime.

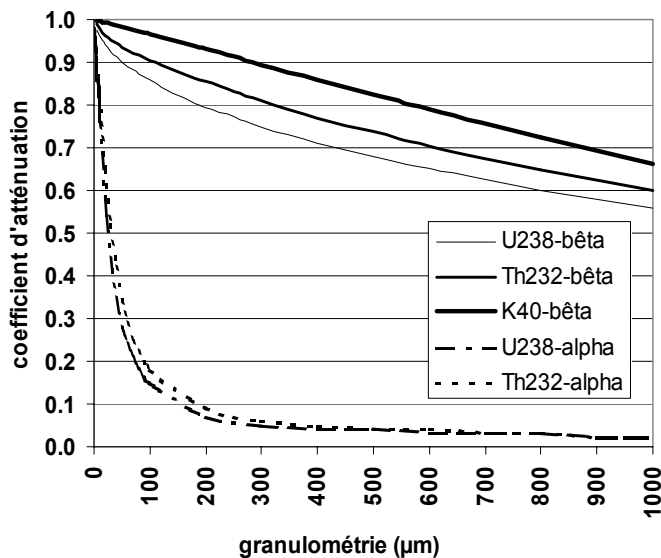


Figure II-14 : Variation des coefficients d'atténuation des particules bêta (d'après Mejdahl, 1979) et des particules alpha (Brennan, Lyons & Phillips, 1991) en fonction de la granulométrie des grains de quartz : ce coefficient représente la fraction de dose reçue par un grain de classe granulométrique donnée placé dans une matrice infinie.

2. Détermination du débit de dose alpha

Efficacité relative des alpha

Les particules alpha ont la particularité de produire à doses égales moins de luminescence que les bêta ou les gamma, en raison de leur masse et de leur charge. Elles sont en effet fortement ionisantes ce qui a pour conséquence une saturation des pièges le long de leur trajectoire et, de fait, une perte relative de leur efficacité à produire des charges piégées. Or, la paléodose est en quelque sorte la somme des charges piégées dues aux alpha, bêta et gamma, et elle est évaluée en comparant la luminescence naturelle à celle induite au laboratoire par un seul type de rayonnement (gamma ou bêta). On détermine ainsi une dose "équivalente" gamma ou bêta. Il est donc aussi nécessaire d'exprimer tous les débits de dose dans cet équivalent, ce qui est fait en déterminant le coefficient de sensibilité alpha.

Le facteur de sensibilité alpha

Le facteur de sensibilité alpha que nous avons utilisé a été défini par:

$$S\text{-alpha} = \frac{L\alpha \cdot \text{dose bêta}}{L\beta \cdot \text{"flux total" alpha}}$$

où $L\alpha$ et $L\beta$ sont les signaux de luminescences induits respectivement par le "flux total" alpha (c'est-à-dire le nombre d'alpha reçus par cm^2) et par la dose bêta. Le S-alpha s'exprime donc en $\text{Gy}/\text{alpha}/\text{cm}^2$ (Valladas et Valladas, 1982).

Pour déterminer le facteur S-alpha d'un échantillon, celui-ci est broyé finement et les grains déposés par sédimentation dans l'acétone sur des disques d'acier inoxydable, en couche fine ($1 \text{ mg}/\text{cm}^2$). Les irradiations ont été réalisées avec une source alpha de ^{238}Pu et une source bêta (annexe III). Pour la plupart des échantillons, le S-alpha a été déterminé en réalisant des mesures de TL. Mais, pour les échantillons de Diepkloof, les techniques de la TL et de l'OSL ont été appliquées conjointement car nous les avons utilisées pour évaluer les paléodoses. Or, rien ne prouve *a priori* que les facteurs S-alpha mesurés en TL et en OSL soient identiques.

Les mesures en OSL ont été effectuées sur des aliquotes uniques après que le signal naturel ait été effacé, par une chauffe pendant 1h30 à 350°C comme pour les mesures de TL, ou par blanchiment de 200s à 125°C effectué dans l'appareil Risoe, ou, enfin, après des mesures de paléodoses avec le protocole SAR. La dispersion des résultats obtenus en OSL (de 5 à 17%) pour les différentes remises à zéro, est plus élevée que ce qui a pu être observé lors d'une expérience identique réalisée sur des échantillons de quartzite provenant du Portugal (Tribolo *et al.*, 2001) (annexe VII). Néanmoins, les S-alpha mesurés par les techniques de l'OSL et de la TL sont compatibles à $\pm 7\%$ près (tableau II-3) sauf dans le cas de DRS3, DRS6 et DRS7, pour lesquels les S-alpha mesurés en OSL sont 34, 16 et 20% plus faibles que ceux mesurés en TL. L'origine de ces différences reste à déterminer mais, nous avons associé les paléodoses OSL aux S-alpha mesurés selon la même technique, et la même démarche a été utilisée pour les données de la TL.

| | OSL | | | TL |
|------|----------------|---------|---------|------|
| | post-paléodose | blanchi | chauffé | |
| DRS1 | 5.6 | 5.6 | 7.4 | 6.5 |
| DRS2 | 6.2 | 5.4 | 4.7 | 5.6 |
| DRS3 | 7.3 | 8.1 | 9.7 | 12.6 |
| DRS5 | 6.3 | 8.2 | 6.9 | 6.9 |
| DRS6 | 5.5 | 7.2 | 5.0 | 7.1 |
| DRS7 | 5.6 | 5.6 | 5.1 | 6.8 |
| DRS8 | 8.1 | 8.0 | 7.3 | 7.3 |

Tableau II-3: Détermination des S-alpha ($\mu\text{Gy}/1000 \text{ alpha}/\text{cm}^2$) par différentes techniques et protocoles : en OSL, après des mesures de paléodose ou une remise à zéro par un blanchiment ou une chauffe (350°C , 90 min), et en TL après une remise à zéro par une chauffe. L'incertitude statistique est comprise entre 5 et 15%.

Le débit de dose alpha équivalent bêta

Pour un échantillon de teneur [U] et [Th], le débit de dose alpha équivalent bêta est donné par :

$$S\text{-alpha} . \{ [U].\Phi_U.\eta_U + [Th].\Phi_{Th}.\eta_{Th} \}$$

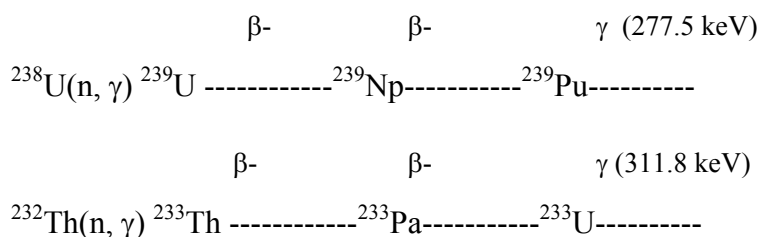
où Φ_U et Φ_{Th} sont les flux spécifiques pour les séries de l'uranium et du thorium (à l'équilibre séculaire), et η_U et η_{Th} sont les facteurs correctifs prenant en compte la différence d'énergie entre la source artificielle et les sources naturelles ($\eta_U=0.89$ et $\eta_{Th}=0.93$).

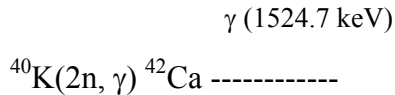
Dans le cas où les grains de quartz ont des dimensions supérieures à une fraction du parcours des particules alpha, il est nécessaire de prendre en compte les facteurs d'atténuation des particules alpha (tableau II-2).

3. Détermination des teneurs internes

L'analyse par activation neutronique

Pour tous nos échantillons, les teneurs en radioéléments (U, Th et K) ont été déterminées par la technique de l'activation neutronique mise en oeuvre par Jean-Louis Joron au laboratoire Pierre Süe de Saclay (Joron, 1974). Les échantillons ont été irradiés avec des neutrons épithermiques (réacteur Osiris) ou thermiques (réacteur Orphée) ; leur capture a induit les réactions nucléaires suivantes :





La détection des rayonnements gamma de 277.5, 311.8 et 1524.7 keV a permis de calculer les teneurs en U, Th, K respectivement, par comparaison avec les standards utilisés : le granite GSN pour U et Th, et le mica phlogopite pour K. Pour effectuer ces analyses, nous avons prélevé des aliquotes de 100 mg (une pour U et Th et une pour K) de poudre dans la fraction <160 µm destinée à la détermination de la paléodose.

La représentativité des teneurs moyennes

Nous avons testé la représentativité de ces aliquotes. Ce contrôle a été réalisé pour des échantillons de Blombos Cave et de Diepkloof Rock Shelter.

Pour Blombos, nous avons scié des fragments de la silcrète BB6 et de la quartzite BB1 qui ont été réduits en poudre comme précédemment. La poudre a été divisée en plusieurs aliquotes de 100 mg chacune. Nous avons également subdivisé l'une des aliquotes de l'échantillon BB6 en plusieurs aliquotes de 5 à 20 mg chacune pour pousser plus avant l'étude de l'homogénéité. Les résultats sont présentés dans le tableau II-4. La dispersion sur le thorium est inférieure à 10% pour BB1 et à 3% pour BB6 même lorsque la masse de l'aliquote diminue, ce qui montre que la poudre de cet échantillon est homogène. La dispersion sur l'uranium semble un peu plus importante pour BB1 (21%) : une aliquote en particulier a une teneur élevée, située à plus de deux sigma de la moyenne. Il est donc vraisemblable qu'elle contienne un ou plusieurs minéraux particulièrement riches en uranium. Ces résultats suggèrent que les minéraux lourds sont présents dans les échantillons de Blombos mais qu'ils restent rares.

Pour Diepkloof, nous avons broyé un fragment des échantillons DRS1, DRS2, DRS6, DRS7 et DRS8 et avons divisé la poudre en aliquotes de 100 ou 50 mg environ. La dispersion des résultats pour le thorium est comprise entre 5 et 15% (tableau II- 5). Pour l'uranium, elle est voisine de 10% mais elle s'élève à 21% pour DRS7 : une des aliquotes de cet échantillon semble contenir aussi un minéral particulièrement riche en uranium.

En conséquence, ces analyses montrent que les teneurs déterminées sur une aliquote de 100 mg sont globalement représentatives de la teneur moyenne du fragment dont elles proviennent, à 10% près. Notons aussi, dès à présent, que les différences des teneurs moyennes mesurées pour un échantillon donné, entre le fragment utilisé pour ces expériences et le coeur qui a servi aux mesures de paléodose (chapitres III et IV) indiquent qu'à l'échelle de la roche, la répartition des

radioéléments n'est pas homogène et qu'il est donc indispensable de mesurer la paléodose et les teneurs en radioéléments, sur la poudre homogénéisée provenant du même fragment.

| échantillon masse approximative des aliquotes (mg) | BB1 | | BB6 | | BB6 |
|---|-----|-----|-----|-----|-----|
| | U | Th | U | Th | Th |
| teneurs (ppm) | 0.5 | 4.1 | 3.3 | 5.0 | 5.6 |
| | 0.7 | 4.9 | 3.0 | 5.3 | 5.4 |
| | 0.6 | 4.4 | 3.0 | 5.1 | 5.5 |
| | 0.9 | 5.3 | 3.3 | 5.0 | 5.4 |
| | 0.7 | 5.2 | 3.0 | 5.4 | 5.1 |
| | 0.7 | 4.1 | 3.4 | 5.2 | 5.6 |
| | 0.7 | 4.7 | 3.4 | 5.3 | 5.4 |
| | 0.6 | 4.2 | 2.9 | 5.3 | 5.4 |
| | 0.5 | 4.3 | | | 5.4 |
| | 0.6 | 4.3 | | | 5.2 |
| | 0.7 | 3.8 | | | |
| | 1.0 | 4.9 | | | |
| moyenne | 0.7 | 4.5 | 3.1 | 5.2 | 5.4 |
| écart type | 0.1 | 0.5 | 0.2 | 0.2 | 0.2 |
| dispersion (%) | 21% | 10% | 6% | 3% | 3% |

Tableau II-4 : Etude de la représentativité des teneurs en U, Th et K des échantillons BB1 et BB6. Des aliquotes de 100 mg ont été mesurées pour BB1 et BB6, et de 5 à 20 mg pour BB6.

| échantillon radioélément | DRS1 | | DRS7 | | DRS8 | | DRS2 | | DRS6 | |
|-----------------------------|------|------|-------------|------|------|------|------|------|------|------|
| | U | Th | U | Th | U | Th | U | Th | U | Th |
| teneurs (ppm) | 0.90 | 3.68 | 1.13 | 3.90 | 0.53 | 3.10 | 0.21 | 1.56 | 0.28 | 1.98 |
| | 1.15 | 4.70 | 0.55 | 3.41 | 0.42 | 3.10 | 0.24 | 1.63 | 0.36 | 1.88 |
| | 1.03 | 4.57 | 0.80 | 3.51 | 0.60 | 3.00 | 0.27 | 1.87 | 0.35 | 1.85 |
| | 0.91 | 5.14 | 0.81 | 4.26 | 0.54 | 3.90 | 0.28 | 1.79 | 0.29 | 1.70 |
| | 0.95 | 5.00 | 0.69 | 3.40 | 0.52 | 3.00 | 0.23 | 1.80 | 0.31 | 1.81 |
| | 0.87 | 4.13 | 0.66 | 4.04 | | | | | 0.30 | 1.74 |
| | 1.09 | 5.27 | 0.86 | 3.66 | | | | | | |
| | 0.87 | 3.85 | 0.58 | 4.41 | | | | | | |
| | 0.90 | 5.38 | 0.66 | 3.53 | | | | | | |
| | 0.95 | 3.69 | 0.78 | 3.68 | | | | | | |
| moyenne | 0.96 | 4.54 | 0.75 | 3.78 | 0.52 | 3.22 | 0.25 | 1.73 | 0.32 | 1.83 |
| écart type | 0.10 | 0.66 | 0.17 | 0.36 | 0.06 | 0.38 | 0.03 | 0.13 | 0.03 | 0.10 |
| % | 10% | 15% | 22% | 9% | 12% | 12% | 12% | 7% | 10% | 6% |

Tableau II-5 : Teneurs en U et Th obtenues sur des aliquotes d'environ 50 mg (DRS1 et DRS7) ou 100 mg (DRS8, DRS2 et DRS6).

V. Débit de dose externe

Pour les fragments de roche datés, le débit de dose externe provient exclusivement des rayonnements gamma et des cosmiques puisque la surface des échantillons irradiée par les alpha et bêta émis par les radioéléments du sédiment, a été éliminée par sciage lors de la préparation.

Ce débit de dose externe a été mesuré directement sur le terrain avec des dosimètres ou avec un spectromètre portable. Des analyses complémentaires ont aussi été faites au laboratoire par spectrométrie gamma à bas bruit de fond sur des échantillons de sédiment.

1. Les techniques utilisées

Les dosimètres au CaSO₄

Les dosimètres contiennent de la poudre de sulfate de calcium (CaSO₄:Dy) qui constitue la substance active, enfermée dans une capsule de cuivre électrolytique, d'environ un millimètre d'épaisseur. Cette enveloppe arrête les particules alpha et bêta émises par les radioéléments du sédiment. Après avoir été chauffés pour effacer tout signal de luminescence, les dosimètres sont implantés dans les coupes, à au moins 30 cm de profondeur et de la surface, de façon à être irradiés dans les mêmes conditions que les échantillons.

Le sulfate de calcium est un dosimètre sensible (en comparaison du quartz), mais plusieurs mois d'enfouissements sont néanmoins nécessaires pour que la dose enregistrée puisse être lue dans des conditions satisfaisantes. Lorsque les dosimètres sont retirés, un dosimètre supplémentaire est chauffé : il permet d'enregistrer la dose reçue pendant le transport (Dt).

La dose enregistrée par un dosimètre comprend la dose gamma (D_γ), la dose cosmique (D_{cos}), la dose de transport et aussi une dose d'auto-irradiation (Df). La dose gamma qu'aurait reçu du quartz s'il s'était trouvé à la place du sulfate de calcium est alors obtenue à partir de la dose mesurée, en tenant compte de l'auto-irradiation, du fading du dosimètre pendant la durée d'enfouissement (f_{fading}) et enfin d'un facteur lié à l'absorption par le cuivre des gamma de basse énergie et à la différence des coefficients d'absorption du quartz et du CaSO₄:Dy (f_{abs}).

La dose cosmique étant évaluée séparément, la dose gamma est donnée par :

$$D_{\gamma} = ((D_{\text{dosim}} - D_t) * f_{\text{fading}} - D_f - D_{\text{cos}}) * f_{\text{abs}}$$

Pour le sulfate de calcium que nous avons utilisé, le fading est de l'ordre de 3% et la dose d'auto-irradiation, due aux impuretés contenues dans le sulfate de calcium lui-même et dans la

capsule de cuivre, a été évaluée à $15 \pm 5 \mu\text{Gy/a}$. Le facteur f_{abs} vaut 3% (Valladas, 1982 ; Valladas et Valladas, 1987).

Les erreurs statistiques sont liées à la mesure de la dose par thermoluminescence et sont typiquement de 2-3% ; l'erreur systématique est due à la calibration de la source bêta utilisée lors de ces mesures : elle est estimée à 1.5%.

Le spectromètre de terrain

L'appareil que nous avons utilisé est la Nanoprobe commercialisée par la société Ariès. Il est surtout utilisé en complément des dosimètres car il permet d'obtenir sur le terrain, en des temps courts de l'ordre de quelques minutes, des informations sur les variations relatives du débit de dose gamma en différents points du gisement. Il est ainsi très utile pour affiner la stratégie de mise en place des dosimètres.

La Nanoprobe a aussi été calibrée pour estimer le débit de dose cosmique, ce qui est utile notamment lorsqu'au-dessus des couches archéologiques existe un surplomb rocheux (c'est le cas des abris sous roche), pour lequel le calcul de la dose cosmique serait difficile. Cette dernière approche est effectivement possible puisque la dose cosmique s'exprime en fonction de la profondeur par la relation :

$$D_{\text{cos}} = 210 \cdot \exp(-0.07x + 0.0005x^2)$$

où D_{cos} est le débit de dose cosmique exprimé en $\mu\text{Gy/a}$, et x le produit de la densité par la profondeur (g/cm^2). Cette équation s'applique au niveau de la mer pour x compris entre 150 et 5000g/cm^2 et pour une latitude de 55° (Prescott et Hutton, 1988, 1994).

La spectrométrie gamma de laboratoire

Cette technique a été utilisée pour analyser des prélèvements de sédiment. Elle est mise en oeuvre par JL Reyss (LSCE) au Laboratoire Souterrain de Modane.

Avant la mesure, l'échantillon est séché à l'étuve, broyé et homogénéisé. Une dizaine de grammes sont prélevés et placés dans un tube scellé. La mesure n'est réalisée qu'une quinzaine de jours plus tard afin que le radon (gaz de la famille de l'uranium) qui aurait pu s'échapper lors de la préparation, soit à l'équilibre avec son parent.

Les principales raies utilisées sont :

- pour la famille de l'uranium 238: 63 keV (^{234}Th), 295 et 352 keV (^{214}Pb), 609keV (^{214}Bi), 46.5 keV (^{210}Pb) et 186keV (^{226}Ra et ^{235}U) ;
- pour la famille du Th232 : 338, 911, 969 keV (^{228}Ac), 239keV (^{212}Pb) et 583 keV (^{208}Tl) ;

- pour le potassium : 1460keV (^{40}K).

Compte tenu du bruit de fond extrêmement bas au laboratoire Souterrain de Modane et de l'efficacité importante du détecteur utilisé, les erreurs statistiques sont faibles, <1% pour la raie du ^{40}K et de quelques pourcents seulement pour les raies situées à basse énergie (^{210}Pb et ^{234}Th).

2. Variations du débit de dose gamma

Variation spatiale

Lorsqu'un fragment de roche chauffée est mis à jour lors de la fouille, il n'est déjà plus possible de mesurer le débit de dose gamma à son emplacement exact⁹. Bien que les dosimètres soient placés au plus près de la localisation de l'échantillon, les débits de doses enregistrés peuvent être assez différents de celui reçu par celui-ci au cours de son enfouissement si la répartition des radioéléments est hétérogène dans la couche archéologique. Dans ce cas, il est très difficile d'évaluer correctement la dose gamma moyenne que l'échantillon a effectivement reçue. Seule la multiplication des mesures de terrain et de laboratoire, destinées à connaître les teneurs en radioéléments des différents constituants du sédiment, apporte une information indirecte.

Variation temporelle

Le débit de dose gamma peut aussi varier dans le temps. Les deux sources principales de variation sont les changements du taux d'humidité du sédiment et la mobilité de certains radioéléments qui peut entraîner la rupture de l'équilibre séculaire des familles radioactives. Une troisième source de variation de la dose gamma, qui n'est pas souvent considérée, est liée à la compaction des sédiments ou à toute autre transformation diagénétique (décomposition des matières organiques ou dissolution des carbonates en milieu acide, etc...).

Taux d'humidité

L'eau absorbe les rayonnements alpha, bêta et gamma. Ainsi, à teneurs en radioéléments identiques, le débit de dose reçu par un échantillon entouré de sédiment humide est plus faible que celui qu'il aurait reçu si le sédiment avait été sec. Les variations du taux d'humidité jouent donc sur le débit de dose.

⁹ Il arrive que l'on puisse implanter les dosimètres dans la zone qui sera fouillée dans une campagne suivante mais cette opportunité est rare.

Les dosimètres prennent en compte le taux d'humidité du sédiment lors de la mesure. Mais si l'on estime que dans le passé, le taux moyen d'humidité était différent du taux actuel, il faudrait *a priori* corriger le débit mesuré. Cependant, estimer le taux moyen d'humidité au cours de l'enfouissement est très difficile et nous nous abstenons de faire ce type de correction, sauf si les données de la fouille (études géologique, micromorphologique, ...) indiquent des conditions dans le passé bien différentes de l'actuel.

Rupture de l'équilibre séculaire

Les familles radioactives sont composées d'éléments se désintégrant avec des périodes très différentes, allant pour la famille de l'uranium par exemple, de 4.47 milliards d'années à 164 millisecondes, et dont les comportements géochimiques sont variés (certains éléments sont gazeux, d'autres passent plus ou moins facilement en solution, etc). Si les radioéléments restent en place (cas d'un système dit fermé), ils présentent tous la même activité : c'est l'équilibre séculaire. Par contre, si un des éléments de la chaîne migre (il peut y avoir apport ou départ), l'équilibre est rompu. La chaîne de l'uranium est de ce point de vue particulièrement sensible : sous certains degrés d'oxydation, l'uranium est en effet très soluble et le radon, situé en milieu de chaîne, est un gaz qui peut diffuser à travers le sédiment. La famille du thorium en revanche l'est beaucoup moins : le thorium est peu mobile car facilement adsorbé et les périodes radioactives de ses fils sont courtes. Le potassium est par contre susceptible d'être transporté par l'eau.

La technique de la spectrométrie gamma à bas bruit de fond permet de déterminer les activités des différents éléments des familles radioactives: si elles ne sont pas identiques, cela implique qu'il y a eu migration de certains radioéléments. Quand les activités mesurées sont les mêmes, cela signifie qu'il n'y a pas eu de mobilité aux cours des derniers 10 000 ans, mais cela n'informe pas sur les périodes antérieures (Mercier, 2001). Ces analyses sont donc particulièrement utiles pour comprendre la géochimie passée des radioéléments d'un sédiment mais elles ne permettent pas en général d'affirmer avec certitude que le débit de dose gamma n'a pas varié au cours du temps.

VI. Calcul de l'âge et estimation de l'erreur

Les âges TL et OSL présentés dans les chapitres consacrés aux trois sites étudiés ont été calculés en effectuant le rapport de la paléodose, c'est-à-dire de la dose déterminée au laboratoire, et de la somme des débits de dose interne et externe.

L'erreur sur un âge donné a été estimée en combinant séparément les erreurs systématiques et statistiques, selon les recommandations de Aitken (1985). Contrairement à l'usage, nous avons considéré que le chiffre de la centaine d'année n'était pas significatif lorsque les âges sont exprimés en ka.

Conclusion

La méthode de datation par luminescence exige une étude au cas par cas de chaque échantillon et de chaque site. Nous en avons présenté les grandes lignes dans ce chapitre. Il faut avoir conscience que le cas idéal (échantillon homogène présentant un signal peu saturant et de forte sensibilité, situé dans un environnement également homogène et stable au cours du temps du point de vue de la dosimétrie) n'existe pas. Ceci conduit inexorablement à s'adapter et à affronter les problèmes méthodologiques qui se posent. Ainsi, nous avons dû nous préoccuper de la distribution hétérogène des radioéléments dans les quartzites et les silcrètes qui constituent notre matériau d'étude, et adapter notre approche pour la détermination du débit de dose interne. Ce problème a été rencontré pour tous les échantillons étudiés ici, mais nous l'avons exposé plus particulièrement au travers de l'étude des échantillons de Blombos Cave (chapitre III). Les signaux de luminescence des échantillons de Diepkloof Rock Shelter présentent par ailleurs un comportement relativement inhabituel, ce qui nous a contraint à rechercher un protocole de détermination de la paléodose adapté (chapitre IV). Enfin, à Klasies River, le problème particulier que nous avons dû aborder est celui du blanchiment accidentel des quartzites (chapitre V).

Chapitre III : Blombos Cave

Introduction

Blombos Cave est l'un des rares sites contenant le techno-faciès Still Bay. Il a de plus été le lieu de découvertes très peu communes pour le MSA (Henshilwood *et al.*, 2001, 2001, 2002) : ont été répertoriés, outre les nombreuses pointes foliacées du Still Bay (plus de 400), 28 pointes en os dont certaines sont finement polies, des ossements de grands poissons, et plus de 8000 fragments d'ocre dont au moins deux sont gravés (fig. III-1 et III-2). Ces artefacts constituent autant d'éléments à prendre en compte dans le débat sur l'émergence du comportement "moderne" : ils suggèrent en effet que le développement de certaines pratiques, comme la pêche et le travail de l'os, ou l'usage de l'expression symbolique (gravures, polissage non fonctionnel des pointes en os) ont été initiés plus tôt que ce qui avait été envisagé jusqu'à récemment.

Pour préciser la position chronologique de ces objets, nous avons entrepris la datation par la méthode de la luminescence d'échantillons lithiques prélevés dans les niveaux MSA. Notre objectif était aussi de tester l'antériorité du techno-faciès Still Bay par rapport à celui de l'Howieson's Poort.



Figure III-1: Fragments d'ocre gravés provenant de l'ensemble BBCM1. Les motifs semblent avoir été reproduits délibérément de façon identique sur les deux fragments. Clichés C. Henshilwood.



Figure III-2: Objets découverts à Blombos Cave : pointes bifaciales foliacées caractéristiques du Still Bay, pointes en os polies et fragments d'ocre. Image disponible sur le site Web officiel de Blombos. (<http://naples.cc.sunysb.edu/CAS/cape.nsf/pages/blombos3>)

Dans ce chapitre consacré à notre étude chronologique, nous insisterons plus particulièrement sur la détermination du débit de dose interne, rendue délicate du fait de l'hétérogénéité de la distribution des radioéléments au sein des quartzites. Les résultats de cette étude sont en cours de publication.

I. Le gisement

Blombos Cave se situe en bordure de l'Océan Indien (34°25'S, 21°13'E, 35m d'altitude) à 25 kilomètres du village de Still Bay (fig. III-3). La grotte a été découverte au début des années 90 lors d'une prospection menée par C. Henshilwood qui a dirigé les fouilles des niveaux LSA et, depuis 1997, celles des niveaux MSA.

1. Stratigraphie

La cavité est de petite dimension, environ 55 m². Elle se développe à la limite entre la calcarénite du "Bredadorps group" et la quartzite du "Table mountain sandstone group". L'épaisseur du remplissage varie de 2-3 m à l'entrée, à 4-5m au fond de la grotte. Le niveau LSA, daté de moins de 2000 ans par la méthode du radiocarbone, repose sur une dune de sable jaune stérile de 5 à 60 cm d'épaisseur selon les endroits, elle-même recouvrant les couches MSA (fig. III-4 et III-5). Ces couches MSA sont constituées d'éléments très divers tels que des sables, des cendres et des coquillages. Un phénomène de subsidence, peut-être dû à la dissolution des matières organiques ou à celle des roches à la base de la cavité, a été observé : les couches suivent les formes imposées par les gros blocs de calcarénite dispersés dans le site.

Les niveaux MSA ont jusqu'ici été divisés en trois ensembles (fig. III-6). Au sommet, l'ensemble BBCM1 (couches CA, CB, CC, CD, CE) est constitué de sable brun, de lentilles discontinues de coquillages ou de cendres et de charbons. Il contient la majorité des pointes Still Bay, quelques pointes en os à la base, ainsi que 7 dents humaines (Grine *et al.*, 2000 ; Grine et Henshilwood, 2002). Les fragments d'ocre gravés (Henshilwood *et al.*, 2002) en proviennent également (fig. III-1). Au-dessous, l'ensemble BBCM2 est composé d'une couche de sable brun (CFA) reposant sur un amas coquillier (CFB-CFC) présentant quelques "foyers", puis d'une couche plus sableuse et plus riche en "foyers" (CGA). Il contient aussi quelques pointes bifaciales et la majorité des pointes en os. Enfin, l'ensemble BBCM3 est composé d'une couche de sable brun clair (CGB/CH) où la densité d'artefacts est peu importante, puis d'un épais amas coquillier (CI) contenant des restes de foyers et de cendres. Les couches sous-jacentes, de CJ à CP, sont essentiellement sableuses mais renferment quelques lentilles de matière carbonisée.

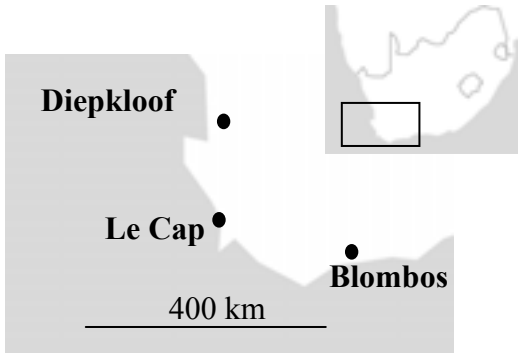


Figure III-3: Localisation de Blombos Cave.

Figure III-4: Photographie de la coupe D (voir fig. III-5). On distingue nettement la dune de sable séparant les niveaux LSA au sommet, des niveaux MSA à la base (cliché H. Valladas).

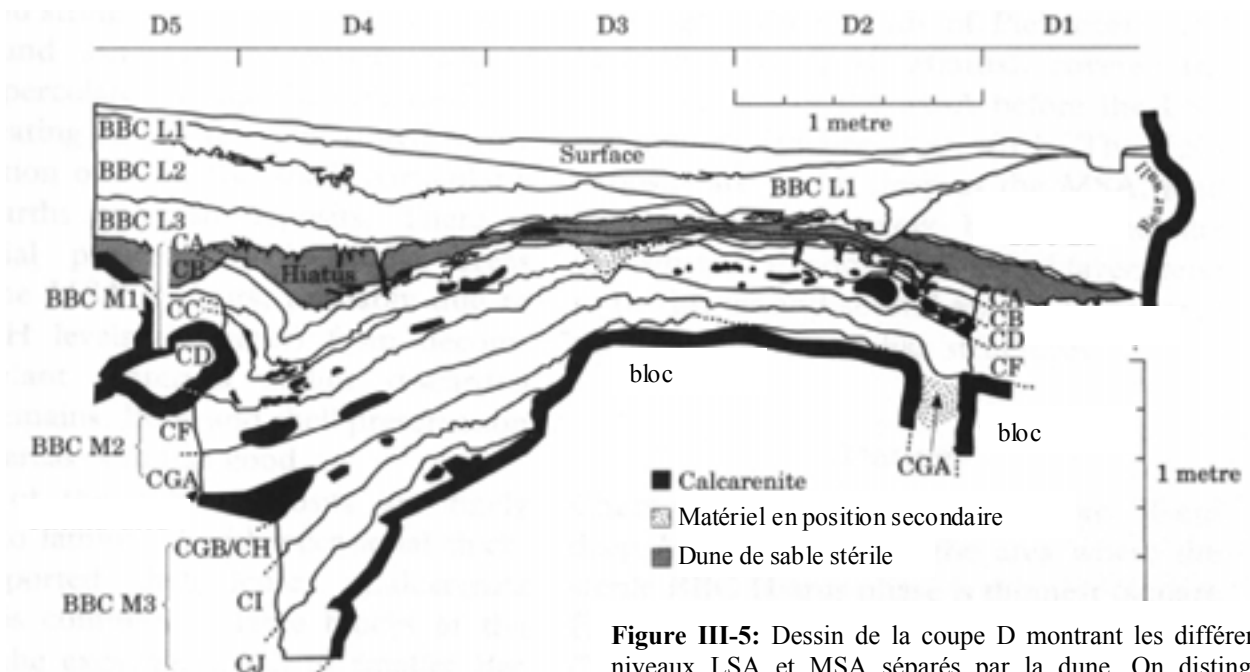


Figure III-5: Dessin de la coupe D montrant les différents niveaux LSA et MSA séparés par la dune. On distingue également les blocs de calcarénite provenant de l'effondrement de la voûte, et la déformation des couches autour de ces blocs. D'après Henshilwood *et al.*, 2001.

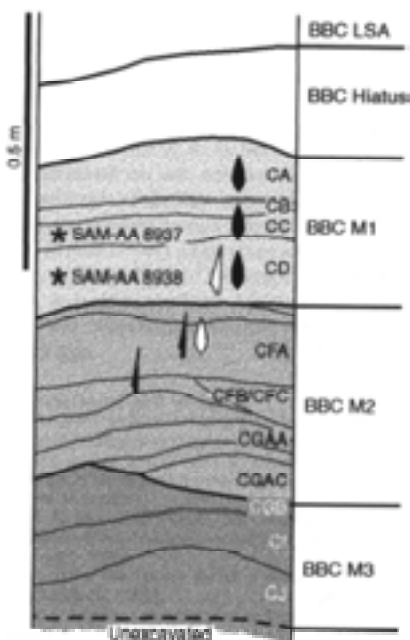


Figure III-6: Schéma de la séquence stratigraphique de Blombos Cave avec la localisation des principales découvertes et l'indication de leur abondance (blanc : rare; noir : abondant) : pointes bifaciales (ovales), pointes en os et ocres gravées (étoiles). D'après Henshilwood *et al.*, 2002.

2. Les vestiges lithiques et fauniques

Les vestiges lithiques et les matières minérales colorées

Près de 50 000 artefacts lithiques ont été découverts durant les campagnes de 1998 et 1999 (Henshilwood *et al.*, 2001). Comme indiqué précédemment, l'ensemble BBCM1 est associé à la phase Still Bay. L'outillage lithique des ensembles BBCM2 et BBCM3 serait équivalent à la phase MSA2b, selon la typologie définie par Volman (1984) (annexe II). Il a été noté que la densité d'artefacts est plus faible pour BBCM2 que pour BBCM1 et BBCM3. Cet ensemble est aussi marqué par une baisse importante de la proportion relative de silicrète (30% de silicrète contre 63% et 72% dans BBCM3 et BBCM1 respectivement) à l'avantage du quartz. La proportion relative de retouches, faible dans l'ensemble (<2%) comme dans la plupart des assemblages MSA, diminue de BBCM1 à BBCM3. Dans BBCM1, les pointes bifaciales représentent près de 50% des outils retouchés.

L'ensemble BBCM3 contient la majorité des fragments d'ocre et des autres pigments (définis comme matières colorées et pulvérulentes) découverts à Blombos. Une source possible pour ces pigments se trouve actuellement à une quinzaine de kilomètres du site. Des traces d'utilisation, par raclage et écrasement ("grinding"), ont été observées sur certains fragments et une vingtaine d'entre eux ont été interprétés comme étant des "crayons".

Les restes osseux et les pointes en os

La macrofaune a été étudiée par R. Klein (Henshilwood *et al.*, 2001). Les fragments osseux portent des traces de découpe et de chauffe qui ne peuvent avoir été produites que par l'Homme. A l'inverse, les traces laissées par les porcs-épics sont rares ainsi que les coprolithes d'hyène.

Les damans du Cap (*Procapra capensis*) et les fousseurs du Cap (*Bathyergus suillus*) sont les deux espèces les plus représentées dans toute la séquence. Klein utilise la taille des fousseurs du Cap, et dans une moindre mesure celle des tortues, ainsi que la présence ou l'absence de certaines espèces, pour proposer une évolution climatique au cours du MSA, et plus particulièrement à la limite entre le MSA et le LSA : le MSA à Blombos serait ainsi associé à un climat plus humide et à une végétation plus riche en herbes que le LSA.

Les pointes en os (Henshilwood *et al.*, 2001) proviennent majoritairement de l'ensemble BBCM2. Leur étude suggère qu'elles ont été fabriquées à partir d'os frais, selon une séquence bien définie, différente de celle utilisée au LSA. Leur utilisation a été variée, incluant aussi bien le

travail du cuir ou des matières végétales que la chasse. Il a été suggéré aussi que ces objets dont le poli très fin est inhabituel, pourraient avoir une valeur symbolique.

Les coquillages et les ossements de poissons

Les études préliminaires (Henshilwood *et al.*, 2001) montrent que la densité de coquillages est particulièrement importante dans le niveau CI de l'ensemble BBCM3, puis qu'elle diminue dans les ensembles supérieurs. Les espèces identifiées sont globalement identiques à celles présentes actuellement aux abords du site mais une évolution dans leurs proportions relatives a été notée, en particulier entre l'ensemble BBCM3 et les deux autres. Ceci pourrait s'expliquer par une température de l'eau de mer plus basse pendant le dépôt de l'ensemble BBCM3. Cependant, il est aussi possible d'envisager un comportement humain différent à l'égard des espèces, certaines étant consommées sur place, d'autres transportées jusqu'au site.

L'analyse des restes de poissons montre que ceux-ci sont trop gros pour avoir été transportés par des oiseaux marins et qu'ils ont donc probablement été pêchés par l'Homme bien qu'aucun vestige relatif à cette technique n'ait été découvert jusqu'à présent à Blombos Cave.

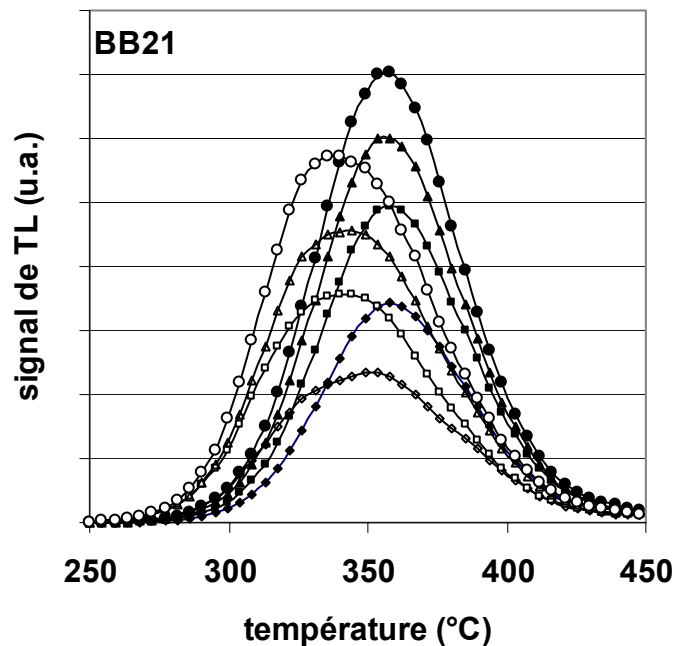
II. Les échantillons étudiés

1. Sélection des échantillons

Vingt-quatre fragments de roche ont été sélectionnés sur le site, soit parce qu'ils présentaient des marques de chauffe, soit parce qu'ils étaient situés à proximité des restes de foyers. Une seconde sélection a eu lieu au laboratoire par l'observation de leurs signaux de TL. Pour certains échantillons, la chauffe archéologique s'est avérée insuffisante, ce qui s'est traduit par des signaux de TL saturés. Nous avons également constaté qu'une partie des échantillons était sensible à une remise à zéro de leur signal de TL, quelque soit la température de chauffe utilisée (entre 300 et 500°C). Ceci se traduit, comme on peut le voir pour l'échantillon BB21 (fig. III-7), par un changement de la forme des courbes de TL. Ces échantillons ont dû être écartés.

Sept échantillons seulement ont pu être datés : une quartzite (BB 23) et quatre silcrètes (BB12, 15, 20 et 24) provenant de l'ensemble BBCM1, une quartzite (BB1) et une silcrète (BB6) provenant de l'ensemble BBCM2.

Figure III-7 : Emissions de TL naturelle et régénérée de l'échantillon BB21. Chaque courbe est la moyenne de quatre mesures. Les doses ajoutées à la dose archéologique sont 0, 78, 157 et 235 Gy (symboles noirs) ; les doses de régénération (symboles blancs) sont 99, 190, 280 et 370 Gy. La remise à zéro a été effectuée par une chauffe à 300°C pendant 7h30, et les mesures de TL ont été précédées d'une préchauffe de 2 heures à 200°C.



2. Observation des lames minces

L'observation des lames minces, étudiées en collaboration avec P-Y Gillot (Université Paris XI), J-P Texier et A. Lenoble (IPGQ, Université Bordeaux I), a montré que le quartz est toujours le constituant majoritaire, mais des différences de structure et de granulométrie sont notables d'un échantillon à l'autre (fig. III-8). Dans les silcrètes BB6, BB20 et BB24, les grains de quartz sont mal classés et dispersés dans une matrice fine, cryptocristalline (grains $< 15\mu\text{m}$). Dans la silcrète BB15, le granoclassement est au contraire très régulier, et les grains sont "soudés" les uns aux autres du fait de l'absence de matrice fine. Enfin, dans les deux quartzites (BB1 et BB23), deux classes de grains sont présentes, l'une comprise entre 200 et 300 μm , l'autre, plus petite de 20-50 μm . Les grains sont organisés selon des plans de clivage et les interstices ("fissures") allongés dans ces plans seraient comblés par des phyllosilicates en plaquette altérés.

Des oxydes de fer sont présents dans tous les échantillons et relativement abondants ; les minéraux lourds sont au contraire rares. Ces minéraux sont susceptibles de concentrer certains radioéléments, en particulier l'uranium et le thorium, à la différence des quartz qui en sont généralement dépourvus. Il est donc vraisemblable que les radioéléments sont répartis de façon inhomogène à l'échelle des grains, entraînant ainsi une hétérogénéité du débit de dose au

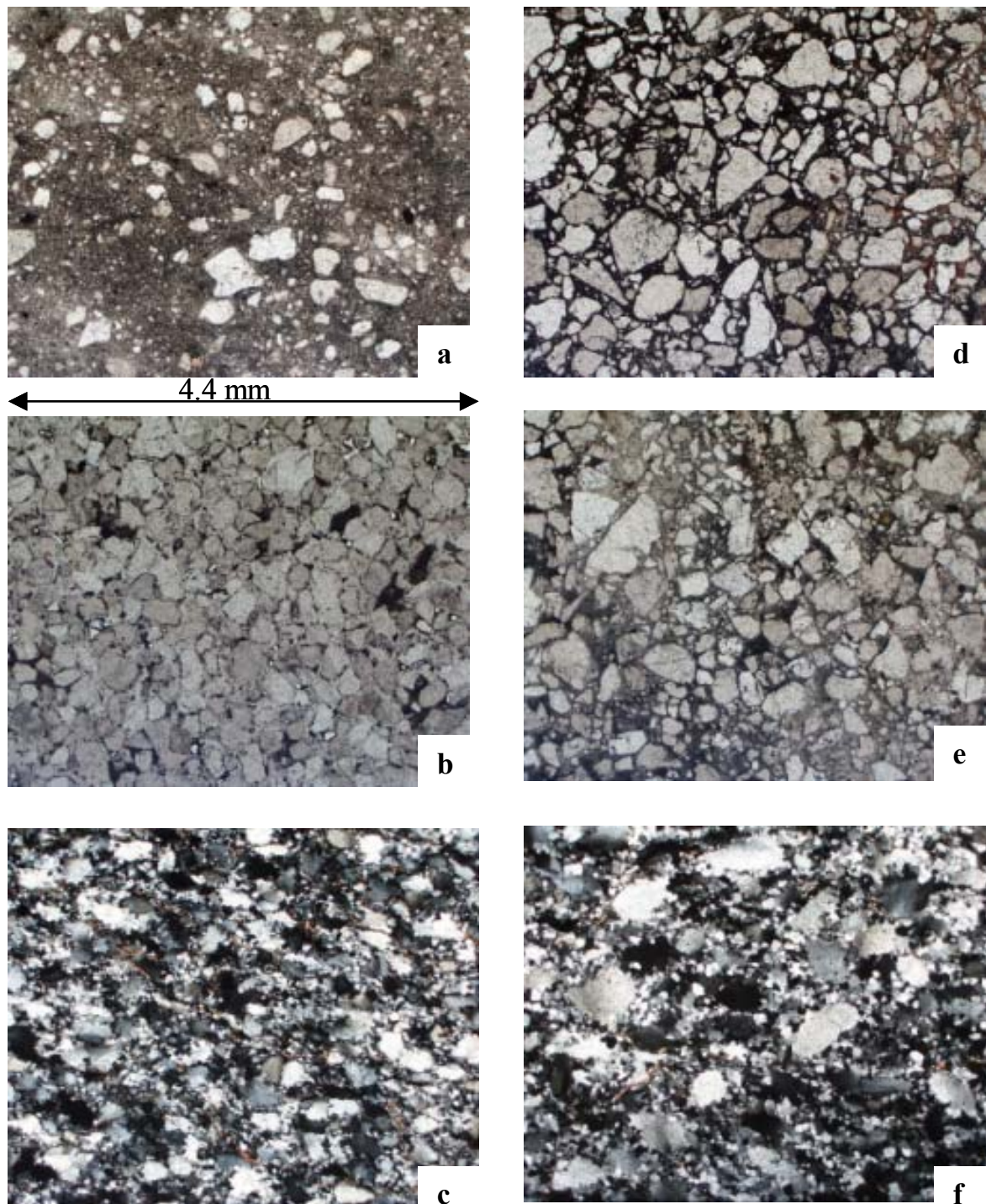


Figure III-8 : Photographies des lames minces des échantillons de Blombos examinées au microscope optique, en lumière naturelle (a : BB24, b : BB15, d : BB20, e : BB6) et en lumière polarisée (c : BB1, f : BB23).

sein des roches. Ceci constitue l'une des principales difficultés rencontrée lors de l'étude des échantillons de Blombos. L'approche que nous avons développée pour la résoudre est détaillée dans les paragraphes suivants.

III. Débit de dose interne : prise en compte de l'hétérogénéité au sein des quartzites et des silcrètes

La dose reçue en un point donné au coeur d'une roche dépend à la fois de la concentration des émetteurs alpha, bêta et gamma au sein de cette roche, et de la position relative du point considéré par rapport aux émetteurs. Ces deux aspects, concentration et distribution des radioéléments, sont examinés ici et seront pris en compte pour calculer le débit de dose interne.

1. Détermination des teneurs moyennes par activation neutronique

Nous avons déterminé les concentrations moyennes en radioéléments (U, Th et K) par la méthode de l'activation neutronique (chapitre II). Les résultats sont rassemblés dans le tableau III-1 : les teneurs en U et Th varient d'un échantillon à l'autre, de 0.20 à 3.88 ppm et de 1.77 à 6.73 ppm respectivement, indépendamment du type de roche. Pour le potassium par contre, les teneurs sont beaucoup plus élevées dans les quartzites (1017 et 1955 ppm) que dans les silcrètes (61 à 85 ppm), à l'exception de l'échantillon BB15 qui a une teneur intermédiaire (507 ppm).

| échantillon | nature | Th (ppm) | U (ppm) | K (ppm) |
|-------------|-----------|----------|---------|---------|
| BB24 | silcrete | 3.48 | 2.50 | 95 |
| BB23 | quartzite | 1.77 | 0.20 | 1017 |
| BB20 | silcrete | 5.15 | 2.03 | 61 |
| BB15 | silcrete | 2.69 | 1.14 | 507 |
| BB12 | silcrete | 3.06 | 2.42 | 81 |
| BB6 | silcrete | 5.60 | 3.88 | 85 |
| BB1 | quartzite | 6.73 | 1.03 | 1955 |

Tableau III-1 : Teneurs en U, Th et K déterminées par activation neutronique sur le cœur de chaque échantillon à partir de prélèvements de 100 mg.

2. Distribution des radioéléments

Cartographie par traces de fission

Nous avons cherché à obtenir des informations sur la répartition spatiale des radioéléments au sein des roches. Nous avons d'abord étudié la répartition de l'uranium en faisant une cartographie par la technique des traces de fission. Cette expérience, réalisée par Madeleine Sélo au Laboratoire d'Etude de la Matière Extra-Terrestre (CNRS-MNHN), a porté sur les quartzites BB1 et BB23 et sur la silcrète BB6. Une présentation détaillée de la méthode et des techniques analytiques utilisées dans ce travail sont proposées en annexe IV.

Dans la quartzite BB1, on vérifie bien que l'uranium est présent uniquement à l'extérieur des grains de quartz, probablement dans les joints de grains. Il est distribué d'une part, de façon relativement homogène avec une teneur moyenne faible de 0,063 ppm et d'autre part, à hauteur de 63% (Sélo, communication personnelle), sous forme de concentrations ponctuelles dénommées « points chauds » (33 ont été répertoriés) et en remplissage de fissures (fig. III-9 a). Dans ces points chauds, on mesure des teneurs allant de 14 à plus de 600 ppm sur des surfaces 50 à 200 µm de diamètre (Tableau III-2). La carte schématique (fig. III-10) montre entre autres l'hétérogénéité de la répartition des points chauds.

Pour la quartzite BB-23, un modèle de distribution similaire à celui de BB1 est observé, mais avec une teneur en uranium de la "matrice" plus faible (0.020 ppm), et des concentrations ponctuelles moins fréquentes (22) que dans BB1, mais très enrichies, souvent de l'ordre de 400 et >600 ppm.

Par contre, dans le cas de BB6 (fig. III-9b), l'uranium est concentré essentiellement dans la phase cryptocristalline, laissant des espaces vides correspondant aux grains de quartz de plusieurs dizaines de µm de diamètre. De petites concentrations en oursin se superposent aussi à l'ensemble. Nous avons également constaté qu'une large fissure présente sur ce fragment concentre fortement l'uranium (>600 ppm).

Ces observations confirment que la distribution de l'uranium est hétérogène dans les échantillons étudiés et que la prise en compte de ce facteur sera essentielle pour estimer correctement le débit de dose interne.

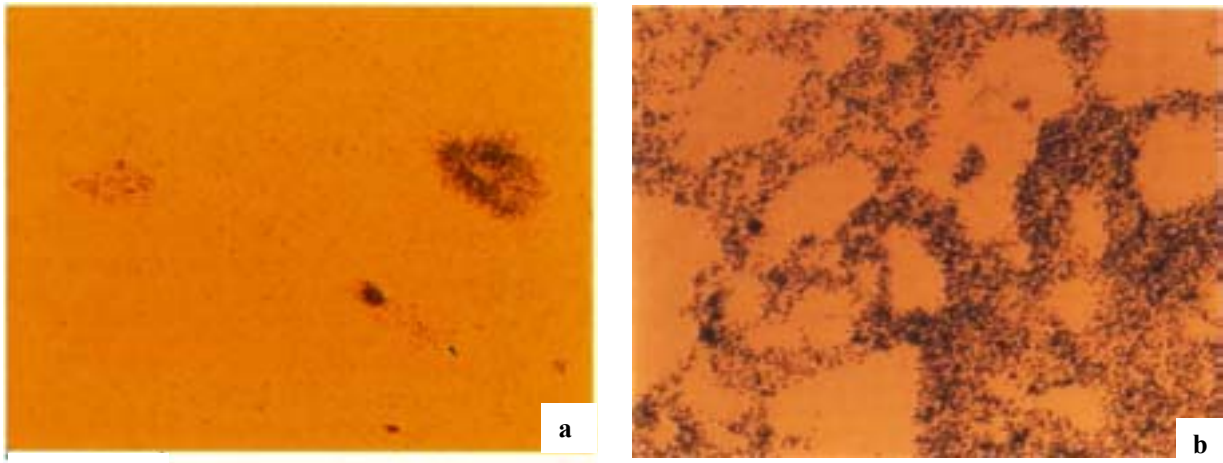
100 μm

Figure III-9 : Photographie des kaptons (voir annexe IV) montrant la distribution des traces de fission de U235 pour deux échantillons. L'échelle est la même pour les deux photographies. **a** : exemple de concentrations (« points chauds ») d'uranium dans BB1; **b** : dans BB6, les vides laissés par les grains de quartz dépourvus d'uranium, sont facilement identifiables. Celui-ci se concentre dans la phase fine, probablement entre les micro-grains.

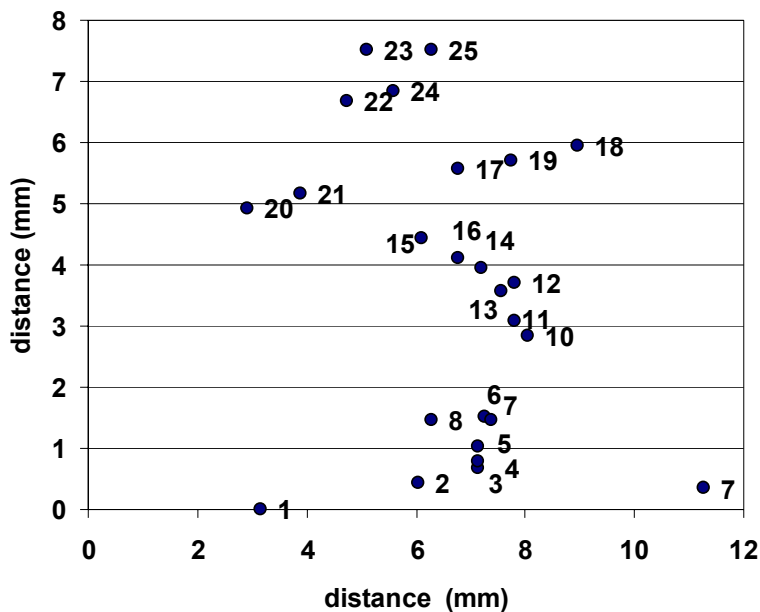


Figure III-10 et Tableau III-2 : Relevé des principaux points chauds (forte concentration en uranium) sur une surface voisine du cm^2 , pour l'échantillon BB1, d'après la cartographie par traces de fission.

Chaque numéro de la figure renvoie au tableau où sont indiqués les concentrations en uranium (par unité de surface), et la surface occupée par chaque point chaud. A cette échelle, l'échantillon semble très hétérogène.

| N° | teneur (ppm) | diamètre équivalent (μm) |
|----|--------------|---------------------------------------|
| 1 | 73 | 40 |
| 2 | 26 | 70 |
| 3 | 16 | 90 |
| 4 | 89 | 20 |
| 5 | 42 | 30 |
| 6 | >600 | 230 |
| 7 | 163 | 90 |
| 8 | 31 | 60 |
| 9 | 71 | 110 |
| 10 | 29 | 100 |
| 11 | 33 | 100 |
| 12 | >600 | 180 |
| 13 | 24 | 40 |
| 14 | 150 | 40 |
| 15 | >200 | 110 |
| 16 | >300 | 40 |
| 17 | 268 | 70 |
| 18 | 35 | 30 |
| 19 | 294 | 30 |
| 20 | 15 | 30 |
| 21 | 52 | 30 |
| 22 | >400 | 40 |
| 23 | >600 | 40 |
| 24 | 30 | 250 |
| 25 | >600 | 50 |

Recherche d'informations complémentaires par d'autres méthodes

Nous avons également tenté d'obtenir des informations sur la répartition du thorium et du potassium en utilisant d'autres techniques : la LA-ICP-MS (Laser Induced Coupled Plasma Mass Spectrometry) et la micro-fluorescence X au Microscope Electronique à Balayage, au Centre Ernest Babelon (Institut de Recherche sur les Archéomatériaux, UMR 5060, Orléans) avec l'aide de B. Gratuze, J-N. Barrandon et A. Deraisme. La micro-fluorescence X avait auparavant été utilisée lors de l'étude de quartzites provenant du Portugal dont les concentrations en thorium étaient alors suffisamment fortes pour être détectées (Valladas *et al.*, 2001). Malheureusement, cette technique n'a pas pu fournir d'informations pertinentes pour nos échantillons. Quant à la technique de LA-ICP-MS, les dissolutions différentielles des différents éléments sous l'action du laser étaient trop importantes pour que les résultats puissent être validés.

En résumé, les expériences montrent que les radioéléments sont distribués de façon hétérogène mais qu'aucune technique ne permet d'en obtenir une cartographie détaillée.

3. Calcul du débit de dose interne

L'approche statistique

Il serait en théorie possible d'utiliser des informations détaillées sur la distribution des différents radioéléments pour calculer le débit de dose interne par une méthode de Monte-Carlo. Cependant, nous venons de voir que les données concernant cette distribution sont trop limitées pour appliquer une telle approche. Pour estimer le débit de dose interne, nous avons alors choisi une approche statistique fondée sur l'hypothèse d'une répartition uniforme des radioéléments à l'extérieur des grains de quartz. Même si cette hypothèse va à l'encontre, pour certains échantillons, des données fournies par l'observation des lames minces (présence de rares minéraux lourds) et de celles des traces de fission (présence de points chauds), elle semble justifiée pour la majorité de nos échantillons pour lesquels la matrice fine est importante.

Pour calculer le débit de dose à l'aide de ce modèle simple, il suffit de connaître la teneur moyenne en radioéléments et la taille des grains de quartz puisque la dose déposée dans les grains dépend directement de cette dernière (chapitre II) : la dose reçue est d'autant plus forte que la taille des grains est petite.

Avec cette approche, la contribution au débit de dose interne alpha ou bêta pour une famille donnée (U, Th ou K) peut s'écrire comme suit:

$$\text{contribution} = Z \cdot C \cdot d_s \cdot a_i$$

avec : i = intervalle (classe) granulométrique

Z = facteur d'efficacité : égal à 1 pour les particules bêta et égal à S -alpha pour les particules alpha (chapitre II)

C = concentration du radioélément (en ppm) déterminée par activation neutronique

d_s = débit de dose spécifique (en Gy/ppm) calculé par Adamiec et Aitken, 1998 (chapitre II)

a_i = facteur d'atténuation pour l'intervalle i , (Mejdahl, 1979 ; Brennan, Lyons et Phillips, 1991) (fig. II-14)

Les débits de dose ainsi calculés ne seront cependant pertinents que si la taille des grains utilisés pour la mesure de la paléodose correspond effectivement à la taille originelle de ces grains. Or, l'examen au Microscope Electronique à Balayage (MEB) a montré que les grains de granulométrie 100-160 μm obtenus par broyage, n'avaient pas la taille réelle des grains constituant la roche : comme on peut le voir sur la figure III-11, le broyage peut en effet casser les grains les plus gros et ne pas séparer les plus petits, créant ainsi des amalgames de grains de tailles différentes.

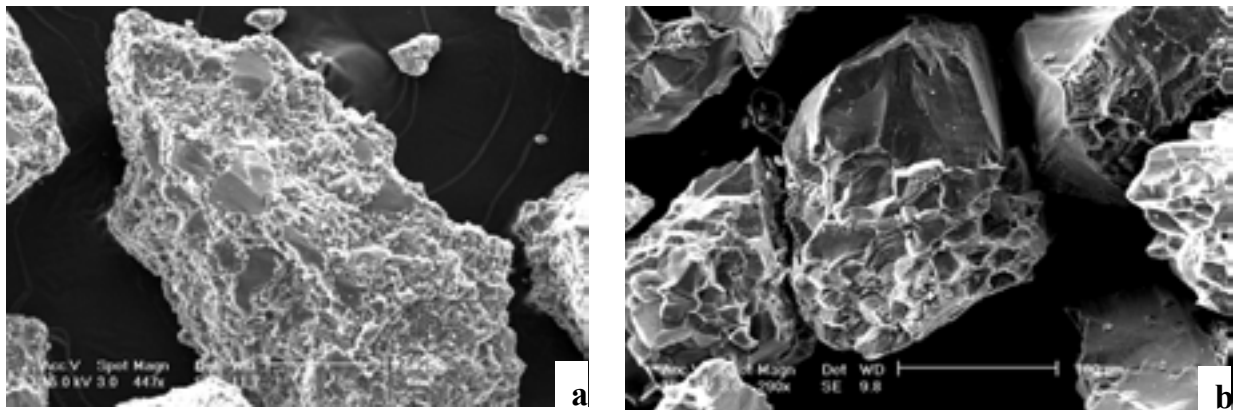


Figure III-11 : Images au MEB de grains de 100-160 μm obtenus par broyage. a) BB24. Les petits grains semblent enrobés par la matrice très fine. b) BB1: des grains de *ca.* 20 μm sont restés collés à un grain de 100 μm dont la dimension initiale est inconnue.

En conséquence, pour calculer le débit de dose, il faut que nous prenions en compte la dose reçue par chacune des fractions granulométriques qui contribue au signal de TL naturel, et donc à l'estimation de la paléodose. Il est donc essentiel de connaître la taille originelle des grains constituant la roche et, par conséquent, de déterminer le diagramme granulométrique (f_i) de chaque échantillon. Pour cela, nous avons fait l'hypothèse que le broyage n'avait pas créé de fracture

préférentielle (par exemple, nous avons supposé qu'il n'y avait pas plus de "vrais" petits grains dans la fraction broyée 0-100 μm que dans la fraction 100-160 μm).

En tenant compte des facteurs f_i , la contribution au débit de dose interne alpha ou bêta pour une famille donnée (U, Th ou K) devient alors:

$$\text{contribution} = \sum_i Z \cdot C \cdot d_s \cdot a_i \cdot f_i$$

où f_i est égal au pourcentage du volume occupé par les grains de granulométrie i puisque le signal de TL est fonction de la masse, et par conséquent du volume.

Ainsi, pour calculer les diverses contributions au débit de dose interne, il faut uniquement déterminer les paramètres f_i . Une estimation rapide de la taille des grains peut être faite par l'observation des lames minces. Mais pour obtenir une information plus quantitative, nous avons analysé l'image des lames minces de nos échantillons. En effet, Delesse (1847, cité par Clark, 1982) a montré que la fréquence surfacique d'une phase minérale sur la section aléatoire d'une roche était proportionnelle à sa fréquence volumique. Dans le cas de nos échantillons, nous avons considéré que chaque classe granulométrique était une phase. L'analyse d'image a été réalisée soit "manuellement", soit à l'aide d'un logiciel (Scion Image)¹ (Francus, 1997, 1998). Dans le premier cas, un petit et un grand axe ont été définis pour chaque grain et leur moyenne a été considérée comme représentant approximativement le diamètre du grain (annexe V). Dans le second cas, l'aire a été directement fournie par le programme d'analyse et nous en avons déduit le diamètre. Nous avons pu vérifier que les résultats obtenus par les deux méthodes étaient concordants.

Comme exemples, les diagrammes granulométriques des échantillons BB15 et BB20 sont présentés en figure III-12. Pour BB15, les grains sont relativement bien classés entre 200 et 350 μm

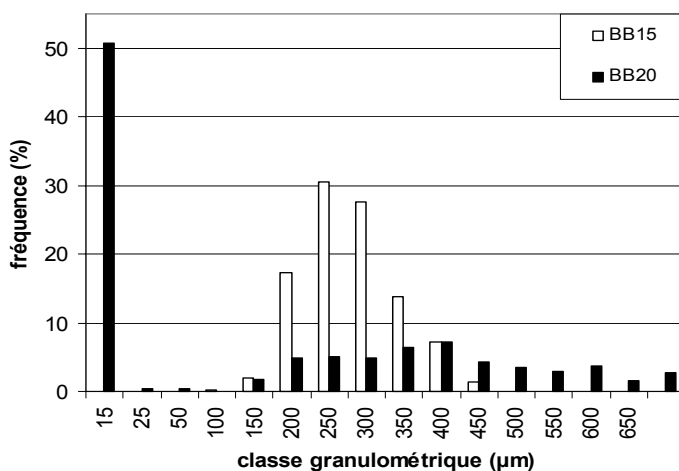


Figure III-12 : Exemple de facteurs de fréquence f_i (pourcentage volumique pour une classe granulométrique donnée) pour deux échantillons, BB15 et BB20.

¹ Il s'agit d'un logiciel en libre accès, conçu par Scion Corporation pour PC, basé sur NIH-image de Waysne Rasband (National Institute of Health U.S.A).

et la fraction fine est absente, alors que pour BB20, cette dernière est prépondérante et les gros grains vont de 200 à plus de 600 μm .

Calcul de la dose et estimation de l'erreur

Les débits de dose interne calculés à l'aide du modèle choisi sont donnés dans le tableau III-3.

| échantillon | nature | débit de dose ($\mu\text{Gy/a}$) | | | |
|-------------|-----------|------------------------------------|----|------|----|
| | | alpha | +- | bêta | +- |
| 24 | silcrete | 187 | 20 | 373 | 30 |
| 23 | quartzite | 22 | 2 | 122 | 8 |
| 20 | silcrete | 118 | 12 | 328 | 24 |
| 15 | silcrete | 11 | 1 | 192 | 13 |
| 12 | silcrete | 129 | 14 | 331 | 27 |
| 1 | quartzite | 295 | 10 | 559 | 22 |
| 6 | silcrete | 90 | 32 | 378 | 45 |

Tableau III-3: Débits de dose interne dus aux alpha et bêta, calculés en supposant une répartition des radioéléments uniforme à l'extérieur des grains de quartz.

Les valeurs obtenues sont très variables, de 11 ± 1 à 295 ± 10 $\mu\text{Gy/a}$ pour les débits de dose alpha, et de 122 ± 8 à 559 ± 22 $\mu\text{Gy/a}$ pour les débits de dose bêta. Les erreurs indiquées ici ne prennent en compte que l'incertitude sur la teneur moyenne et sur la détermination du facteur de sensibilité alpha (chapitre II). Cependant, d'autres sources d'erreur sont à considérer. Elles concernent soit le modèle lui-même, soit l'évaluation de la granulométrie (facteurs f_i).

De manière générale, les sources d'erreur affectant la détermination des facteurs f_i sont les suivantes: 1) un ensemble de grains d'un diamètre donné conduit, par le jeu des sections aléatoires, à des "disques" de diamètres différents sur la lame mince et donc fausse l'évaluation du diamètre réel ; 2) la représentativité de la lame mince en ce qui concerne la granulométrie globale peut n'être que partielle ; 3) la résolution de l'image ne permet pas d'identifier avec certitude les très petits grains, comme par exemple dans le cas des silcrètes à matrice fine. En effet, si la surface globale occupée par cette phase peut être déterminée, le diagramme granulométrique correspondant (et donc le choix du facteur d'atténuation) s'avère difficile à établir.

Pour évaluer l'impact des erreurs possibles sur les débits calculés, nous avons envisagé différentes hypothèses. Les données du tableau III-4 montrent comment évoluent les débits de dose alpha et bêta selon le type d'erreur commise, concernant soit la granulométrie, soit le modèle. Nous pouvons constater que les erreurs commises sur la granulométrie n'ont une incidence que sur le débit de dose alpha, lorsque la fraction fine est importante. Ainsi pour BB20, le débit passerait de 118 à 132 $\mu\text{Gy/a}$ et n'augmenterait donc que de 10% si la fraction fine était constituée de grains de 5 μm (au lieu de 10 μm), et il diminuerait de 10 % si la taille des grains était plutôt de 15 μm . Ces

erreurs restent donc acceptables puisque la fraction de la dose alpha interne par rapport au débit de dose total est petite.

En revanche, l'erreur sur le modèle peut avoir un impact beaucoup plus grand. Notons déjà que puisque les grains de quartz sont effectivement dépourvus de radioéléments, et que l'atténuation augmente avec la distance entre les radioéléments, le modèle considéré correspond à un débit de dose maximal. Pour évaluer l'erreur, nous avons supposé que les radioéléments n'étaient pas répartis uniformément à l'extérieur des grains de quartz, mais qu'ils étaient concentrés en des points chauds, plus ou moins distants les uns des autres, comme cela semble être le cas pour certains de nos échantillons. Les résultats du calcul (tableau III-4) montrent alors que la distance entre les points chauds a effectivement un impact significatif sur les débits calculés, comme on pouvait s'y attendre compte tenu des parcours des particules mises en jeu. Ceci concerne principalement les contributions dues aux particules bêta, les contributions alpha étant alors faibles.

| erreur sur la granulométrie | | débit de dose ($\mu\text{Gy/a}$) | | | |
|--|--------------------------------------|------------------------------------|----|------|----|
| | | alpha | +- | bêta | +- |
| BB20 | | | | | |
| résultats du modèle | | 118 | 12 | 328 | 24 |
| diamètre supposé de la fraction fine | 5 μm | 132 | 13 | 332 | 25 |
| | 15 μm | 106 | 11 | 327 | 24 |
| erreur générale sur le spectre (sauf fraction fine <15 μm) | sous-estimation de 50 μm | 115 | 12 | 324 | 24 |
| | sous-estimation de 100 μm | 112 | 11 | 321 | 24 |
| erreur sur le modèle | | | | | |
| BB1 | | | | | |
| résultats du modèle | | 90 | 10 | 378 | 22 |
| modèle à points chauds | 300 μm | 11 | 1 | 330 | 19 |
| | 600 μm | 7 | 1 | 289 | 17 |
| BB15 | | | | | |
| résultats du modèle | | 11 | 1 | 192 | 13 |
| modèle à points chauds | 300 μm | 9 | 1 | 188 | 12 |
| | 600 μm | 5 | 1 | 163 | 11 |

Tableau III-4 : Exemples de l'incidence sur le débit de dose calculé d'une erreur commise sur la granulométrie de la roche ou sur le modèle. Dans le premier cas, on considère que la granulométrie de la fraction fine est de 5 ou 15 μm au lieu de 10 μm utilisé dans le modèle. On considère également une erreur sur la grande fraction, sous-estimée de 50 ou 100 μm . En ce qui concerne l'erreur sur le modèle, on considère un modèle où les radioéléments sont tous répartis sous forme de points chauds distants de 300 ou 600 μm .

IV. Débit de dose externe

1. Détermination du débit de dose externe et étude de sa variation spatiale

Vingt-quatre dosimètres contenant du sulfate de calcium ont été disposés dans les coupes au cours des différentes campagnes de fouille. Les débits de dose gamma déduits des dosimètres ont été obtenus après avoir soustrait la contribution du rayonnement cosmique ($45\mu\text{Gy/a}$) mesurée indépendamment avec un spectromètre de terrain par l'équipe d'Aberyswyth. La dune de sable au-dessus des couches MSA présente, comme on pouvait s'y attendre, un débit de dose gamma relativement faible (dosimètres : 324 à $391\mu\text{Gy/a}$ ($\pm 3\%$) ; spectromètre de terrain : $311 \pm 47 \mu\text{Gy/a}$; spectrométrie gamma de laboratoire : $238 \mu\text{Gy/a}$ ($\pm 5\%$)). Pour les niveaux MSA sous-jacents, les débits de doses sont plus élevés mais restent relativement peu dispersés malgré la nature hétérogène des couches : ils sont compris entre 400 et $557 \mu\text{Gy/a}$ avec une moyenne de $468 \pm 52 \mu\text{Gy/a}$, soit un écart type de 12% seulement. Par ailleurs, les variations observées sont indépendantes de la zone ou de la profondeur des niveaux (fig. III-13 et tableau III-5).

Des fragments de gros blocs de calcarénite présents à différents endroits dans la grotte ont également été prélevés pour des mesures de spectrométrie gamma de laboratoire afin d'estimer l'impact de ces blocs sur la variation spatiale du débit de dose gamma. Ces mesures ont montré que les teneurs en radioéléments de la calcarénite étaient peu différentes de celles du sédiment, d'où des débits de dose voisins ($437 \pm 25 \mu\text{Gy/a}$, à 0% d'humidité; tableau III-6). Ce résultat a été confirmé par une mesure faite avec un spectromètre gamma de terrain dans une anfractuosit  de la roche encaissante ($409 \pm 61 \mu\text{Gy/a}$). L'ensemble de ces résultats suggère que les variations spatiales du débit de dose sont relativement faibles et que l'on peut donc associer la dose mesurée par les dosimètres à l'échantillon lithique le plus proche sans commettre d'erreur majeure.

2. Variation temporelle du débit de dose gamma

Les teneurs en radioéléments d'échantillons de sédiment prélevés en différents points de la grotte ont été déterminées par spectrométrie gamma au laboratoire souterrain de Modane, avec la collaboration de Jean-Louis Reyss (du LSCE). Ces mesures ont mis en évidence un déséquilibre dans la famille de l'uranium (tableau III-7) identifié par le rapport $\text{Th}234/\text{Ra}226$ (compris entre 0.9 et 1.7 selon les échantillons). En effet, celui-ci serait égal à l'unité en cas d'équilibre séculaire.

L'origine de ce déséquilibre a été déterminée sur un échantillon grâce à des mesures de spectrométrie alpha. Elles ont montré que l'équilibre était rompu entre le thorium 230 et le radium 226, et que ceci était dû à un départ de radium. Ce départ de radium entraîne une forte diminution du débit de dose gamma, puisque 95% de la dose gamma émise par la famille de l'uranium provient des désintégrations post-radium. Cependant, dans le cas des quartzites et des silcrètes datés, la contribution de l'uranium du sédiment au débit de dose externe est en moyenne de 56 ± 6 % seulement (d'après la spectrométrie gamma des sédiments) et le débit externe ne représente que *ca.* 54 ± 12 % du débit de dose total. Dans ces conditions, même si l'erreur sur le débit de dose externe dû à l'uranium atteignait 50%, l'erreur sur l'âge ne dépasserait pas 15%. Cet exemple montre la faible dépendance de nos résultats à l'égard de ce paramètre qui reste, malgré nos investigations, mal contrôlé.

Des informations sur l'impact du déséquilibre sur les âges TL peuvent être également déduites des travaux de Vogel *et al.* (1999). Ces derniers ont effectué des datations par luminescence (OSL) sur un échantillon de sédiment provenant du haut de la séquence MSA en utilisant la technique de soustraction. Celle-ci consiste à calculer séparément les âges pour les quartz et les feldspaths et à déduire un âge indépendant du débit de dose externe en combinant les données relatives aux deux types de minéraux. Les écarts entre les âges "quartz", "feldspaths" et "combiné" obtenus par cette technique (respectivement 87.2 ± 3.9 , 94.4 ± 4.7 et 103.0 ± 9.8 ka) ne sont pas significatifs puisque les intervalles définis se recouvrent à 2 sigma (voir également Huntley 2002 pour une critique de cette étude). Ces données montrent donc que si il y a eu une évolution du débit de dose externe, comme le suggèrent Vogel *et al.* (1999), elle est restée faible, certainement inférieure à ce que nous avons envisagé à titre d'exemple dans le paragraphe précédent (<50%). Toutes ces informations suggèrent que le débit de dose externe n'a pas varié de manière significative au cours de l'enfouissement des roches datées.

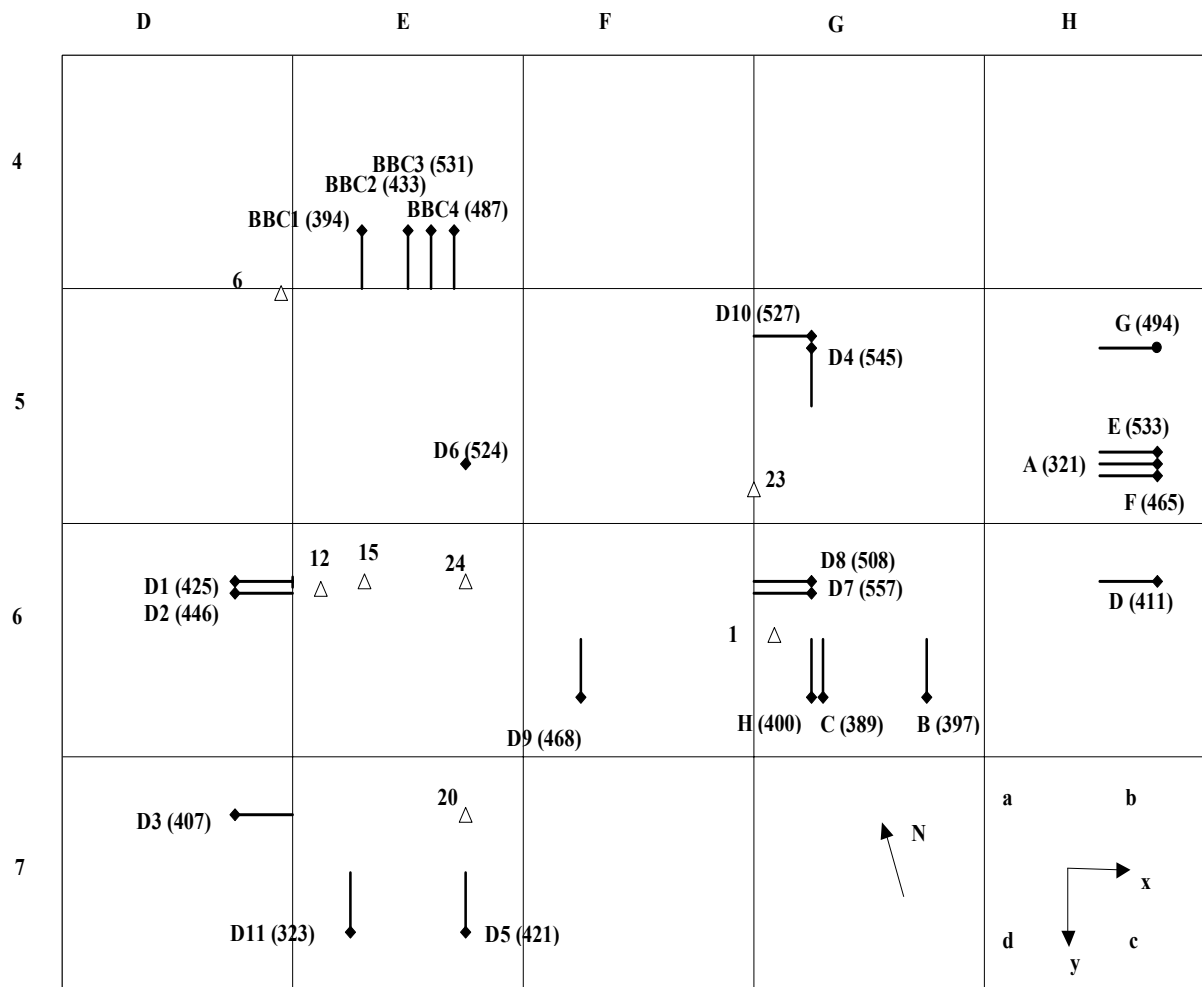


Figure III-13 : Répartition sur le carroyage des échantillons datés (triangles) et des dosimètres de Ca SO₄ (losanges noirs; le trait schématise le tube d'insertion du dosimètre). Chaque carré fait 1m de côté. La dose gamma de chaque dosimètre, indiquée entre parenthèse, a été calculée en tenant compte du fading et de la self-dose du CaSO₄, du débit de dose cosmique et de l'atténuation des gamma de basse énergie par l'enveloppe du dosimètre (cuivre : 1 mm d'épaisseur ; chapitre II).

| dosimètre | couche | carré | débit de dose gamma ; (μGy/a) |
|-----------|---------|-------|----------------------------------|
| BBC1 | dune | E5 | 394 |
| A | dune | H5c | 321 |
| D11 | dune | E7a | 323 |
| BBC2 | CA | E5 | 433 |
| D4 | CAB | G5c | 545 |
| D5 | CAC | E7b | 421 |
| D3 | CAC | E7a | 407 |
| D1 | CC | E6a | 425 |
| G | CD | H5a | 494 |
| H | CD/CDB | G6a | 400 |
| D2 | CF | E6a | 446 |
| BBC3 | CFA | E5 | 531 |
| BBC4 | CFA | E5 | 487 |
| D | CFA | H6a | 411 |
| D9 | CFA | F6a | 468 |
| D10 | CFB | F5b | 527 |
| B | CFD | G6b | 397 |
| F | CGAA | H5c | 465 |
| C | CGAC | G6a | 389 |
| D8 | CGB | F6b | 508 |
| E | CH/CI | H5c | 533 |
| D6 | CI | E5d | 524 |
| D7 | CIA/CIB | F6b | 557 |

Tableau III-5 : Débits de dose gamma déduits des mesures dosimétriques pour les différentes couches. Celles-ci sont rangées dans l'ordre stratigraphique. La dose gamma indiquée tient compte de l'humidité actuelle du terrain. Elle a été calculée en soustrayant un débit de dose cosmique de 45 μGy/a. L'erreur sur chaque mesure est de 2 à 3 %.

| échantillon de roche | carré | famille de l'Uranium | | | famille du Thorium | | Potassium | Th234/Ra226 | débit de dose gamma ($\mu\text{Gy/a}$) |
|----------------------|---------|----------------------|-----------------|-----------------|--------------------|-----------------|-----------------|-------------|--|
| | | 234Th | 226Ra | 210Pb | 228Ra | 228Th | 40K | | |
| R7 | G5 | 1.51 \pm 0.15 | 1.36 \pm 0.05 | 0.87 \pm 0.31 | 0.32 \pm 0.04 | 0.40 \pm 0.22 | 0.52 \pm 0.30 | 1.11 | 418 |
| R2 | G5 | 1.85 \pm 0.20 | 1.38 \pm 0.05 | 1.33 \pm 0.18 | 0.27 \pm 0.03 | 0.31 \pm 0.02 | 0.60 \pm 0.03 | 1.34 | 415 |
| R4 | E4 | 1.43 \pm 0.14 | 1.43 \pm 0.05 | 1.08 \pm 0.23 | 0.38 \pm 0.06 | 0.64 \pm 0.02 | 1.23 \pm 0.04 | 1.00 | 446 |
| R3 | E5 | 1.53 \pm 0.13 | 1.70 \pm 0.05 | 1.42 \pm 0.21 | 0.45 \pm 0.04 | 0.59 \pm 0.02 | 1.13 \pm 0.03 | 0.90 | 468 |
| R6 | plafond | 2.45 \pm 0.15 | 1.44 \pm 0.05 | 1.39 \pm 0.26 | 0.40 \pm 0.04 | 0.39 \pm 0.02 | 0.75 \pm 0.02 | 1.70 | 386 |

Tableau III-6 : Résultats des analyses effectuées en spectrométrie gamma à bas bruit de fond sur des fragments de bloc de calcarénite préalablement étuvés à 100 °C. Les activités sont données pour les familles de l'uranium et du thorium en dpm/g. Pour le potassium, la teneur est indiquée en %. Le déséquilibre important pour le fragment R6, mesuré par le rapport Th234/Ra226 qui diffère significativement de l'unité, peut s'expliquer par sa position particulière au plafond et non dans la fouille elle-même.

| couche | échantillon associé | famille de l'Uranium | | | famille du Thorium | | Potassium | Th234/Ra226 |
|--------|---------------------|----------------------|-----------------|-----------------|--------------------|-----------------|-----------------|-------------|
| | | 234Th | 226Ra | 210Pb | 228Ra | 228Th | 40K% | |
| Dune | | 1.10 \pm 0.10 | 0.92 \pm 0.05 | 0.80 \pm 0.27 | 0.27 \pm 0.04 | 0.43 \pm 0.02 | 0.06 \pm 0.01 | 1.20 |
| BZB | BB24 | 1.96 \pm 0.11 | 1.75 \pm 0.03 | 1.54 \pm 0.16 | 0.52 \pm 0.04 | 0.53 \pm 0.02 | 0.40 \pm 0.02 | 1.12 |
| CAC | BB20 | 2.15 \pm 0.12 | 1.91 \pm 0.04 | 1.48 \pm 0.19 | 0.47 \pm 0.04 | 0.59 \pm 0.02 | 0.63 \pm 0.02 | 1.13 |
| CCh1 | BB12-15 | 3.01 \pm 0.11 | 1.95 \pm 0.05 | 1.86 \pm 0.24 | 0.51 \pm 0.05 | 0.53 \pm 0.02 | 0.41 \pm 0.01 | 1.54 |
| CF2 | BB6-8 | 1.95 \pm 0.11 | 0.90 \pm 0.03 | 0.70 \pm 0.13 | 0.18 \pm 0.03 | 0.19 \pm 0.01 | 0.29 \pm 0.02 | 2.17 |
| CF2 | BB9 | 0.85 \pm 0.06 | 0.68 \pm 0.02 | 0.69 \pm 0.13 | 0.22 \pm 0.02 | 0.31 \pm 0.02 | 0.29 \pm 0.01 | 1.25 |
| CGAC | BB1 | 2.65 \pm 0.10 | 1.92 \pm 0.02 | 1.57 \pm 0.13 | 0.56 \pm 0.01 | 0.48 \pm 0.02 | 1.08 \pm 0.02 | 1.38 |
| CGAC | BB3 | 2.80 \pm 0.11 | 1.91 \pm 0.04 | 1.97 \pm 0.21 | 0.56 \pm 0.04 | 0.60 \pm 0.02 | 1.15 \pm 0.03 | 1.47 |

Tableau III-7 : Résultats des analyses effectuées en spectrométrie gamma à bas bruit de fond sur des échantillons de sédiment. Les activités des éléments des familles de l'uranium et du thorium sont données en dpm/g et la teneur du potassium en %. Toutes ces analyses ont été réalisées à partir de sédiments étuvés à 100 °C et conditionnés dans des boîtes scellées. Un délai de deux semaines au moins a été observé avant l'analyse proprement dite de manière à permettre la recroissance du radon dont une fraction aurait pu disparaître lors de la préparation.

V. Détermination de la paléodose

Les échantillons présentent des courbes de TL en fonction de la température aux caractéristiques relativement variées : BB23 et BB6 ont un large pic composite centré vers 360 et 340°C respectivement ; BB24 a un pic unique à 400°C et les autres échantillons présentent deux pics relativement bien résolus à 325 et 400°C (annexe VI).

Pour déterminer la paléodose, nous avons utilisé le protocole consistant à comparer la courbe de croissance de la TL obtenue après ajout de doses à la poudre naturelle, à la courbe de TL obtenue par régénération, c'est à dire après effacement du signal naturel par chauffage suivi d'irradiations à des doses croissantes (ex fig.III-14 et III-15). Pour la majorité des échantillons, les températures de chauffe utilisées pour effacer le signal de TL naturelle ont été 300 ou 320°C. D'autre part, des préchauffes systématiques à 160 à 200°C ont été effectuées pour effacer le signal présent à basse température (<210°C).

Nous avons utilisé les deux modes de calcul exposés au chapitre II: la méthode "additive" pour laquelle les doses extrapolées à partir des courbes de croissance additive et régénérée sont ajoutées, et la méthode de "normalisation" où les courbes additive et régénérée sont ajustées par glissement de la première sur la seconde, moyennant un facteur d'homothétie. Ces deux méthodes nécessitent de définir mathématiquement la courbe de croissance de la TL en fonction de la dose passant par les points expérimentaux et il arrive que l'algorithme utilisé pour cela ne trouve pas de solution. Cela a été notamment le cas pour l'échantillon BB1 et nous avons donc eu recours à la technique LISA développée au laboratoire de TL de l'Université Blaise Pascal - Clermont-Ferrand II (Sanzelle *et al.*, 1996). Pour l'échantillon BB23, un changement de forme des courbes de TL en fonction de la température lors de la remise à zéro a rendu impossible l'utilisation de la technique de régénération. Nous n'avons cependant pas rejeté cet échantillon car sa TL naturelle était suffisamment loin de la saturation : il était possible de considérer l'extrapolation de la courbe de croissance additive comme approximation de la paléodose, sachant cependant que cela conduirait à une sous-estimation qui ne devrait pas dépasser une dizaine de pourcents.

Les paléodoses obtenues sont reportées dans le tableau III-8 (voir l'annexe VI pour l'ensemble des courbes de TL et plateaux). Les résultats obtenus par les deux techniques de calcul sont compatibles à un sigma pour BB20 et BB24, et à deux sigma pour BB15 et BB12. Pour ces deux échantillons, l'écart entre les deux techniques peut être dû à une petite différence dans les formes des courbes de croissance de la TL en fonction de la dose. Dans tous les cas (sauf BB1 et

BB23), la paléodose utilisée pour le calcul de l'âge est la moyenne de celles obtenues par les deux techniques de calcul, même si les erreurs associées aux deux valeurs diffèrent significativement. En effet, nous considérons que l'erreur associée à la paléodose additive n'est pas représentative de l'erreur globale et qu'elle est en fait surestimée ; ceci tient au fait qu'une erreur importante affecte la correction de supralinéarité bien que celle-ci ne représente qu'une faible proportion de la paléodose totale.

| échantillon | nature | méthode | paléodose (Gy) | +/- |
|-------------|-----------|---------|----------------|------|
| 24 | silcrete | A | 82.7 | 12.6 |
| | | N | 83.4 | 3.2 |
| 23 | quartzite | A* | 47.3 | 3.4 |
| 20 | silcrete | A | 79.8 | 8.4 |
| | | N | 74.2 | 3.0 |
| 15 | silcrete | A | 41.8 | 2.7 |
| | | N | 48.8 | 1.5 |
| 12 | silcrete | A | 68.5 | 8.8 |
| | | N | 84.5 | 3.1 |
| 1 | quartzite | LISA | 73.3 | 4.3 |
| 6 | silcrete | A | nd | |
| | | N | 150.0 | 4.0 |

Tableau III-8: Paléodoses obtenues par différentes techniques de calcul : A technique "additive", N technique "normalisée".

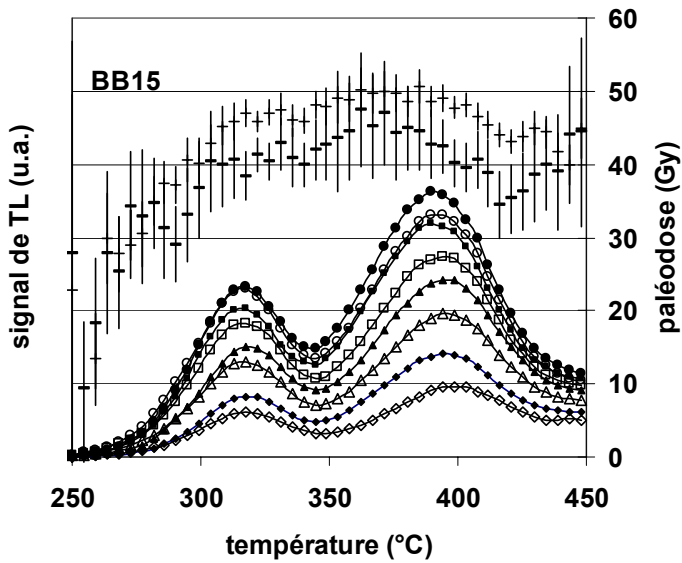


Figure III-14 : Ensemble des courbes de TL naturelles, additives et régénérées pour l'échantillon BB15. Chaque courbe est la moyenne de quatre mesures. Les doses ajoutées sont 0, 39, 78 et 118 Gy (symboles noirs) et les doses régénérées sont 35, 75, 115 et 156 Gy (symboles blancs). La remise à zéro a été effectuée par une chauffe à 320°C pendant 8h; une chauffe de 2h à 160 °C a été appliquée avant d'effectuer les mesures de TL. Les plateaux de paléodose obtenus avec la méthode Additive (A) (trait épais) et de Normalisation (N) (trait fin) sont indiqués.

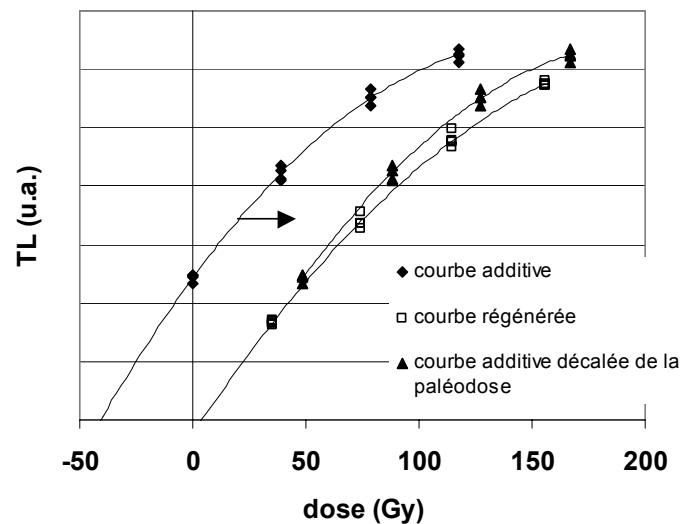


Figure III-15 : Courbes de croissance de la TL en fonction de la dose pour l'échantillon BB15. La TL a été intégrée sur l'intervalle 380-420°C. Pour obtenir la paléodose, les doses extrapolées des courbes additive et régénérée ont été ajoutées (cas de la méthode "additive"), ou bien la courbe additive a été glissée le long de l'axe des abscisses et sa forme comparée à celle de la courbe régénérée (méthode de "normalisation").

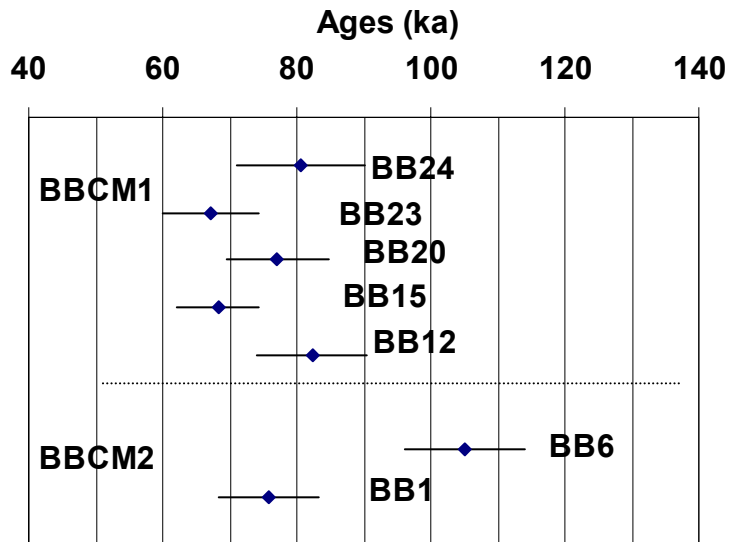
VI. Calcul des âges et discussion

1. Cohérence interne

Les âges calculés sont reportés dans le tableau III-9 et sur la figure III-16, dans l'ordre stratigraphique. Pour les échantillons de l'ensemble BBCM1 (BB24, BB23, BB20, BB15 et BB12), tous les âges sont compatibles à un sigma. Pour les échantillons de BBCM2 (BB6 et BB1), la compatibilité n'est qu'à deux sigma. On peut remarquer que les âges les plus grands sont obtenus sur les silcrètes, alors que les plus petits le sont sur les quartzites mais aussi sur BB15 qui, contrairement aux autres silcrètes, n'a pas de matrice fine.

Il est possible que la dispersion des âges observée provienne de la mauvaise adéquation du

Figure III-16 : Bilan des âges obtenus dans ce travail pour les échantillons de Blombos Cave. Les échantillons sont dans l'ordre stratigraphique, BB24 étant situé le plus haut dans la séquence.



| ref. | carré couche | paléodose | débit de dose | | | | | | | débit de dose total | AGE |
|------|--------------|-----------|---------------|---------------|----------|---------|-------|-------|-----------|---------------------|-----|
| | | | gamma externe | gamma interne | cosmique | S-alpha | bêta | alpha | | | |
| | | Gy | μGy/a | μGy/a | μGy/a | | μGy/a | μGy/a | μGy/a | ka | |
| BB24 | E6b BZB | 83 ± 8 | 410 | 16 | 45 | 5.6 | 373 | 187 | 1031 ± 55 | 81 ± 10 | |
| BB23 | G5c CAB | 47 ± 3 | 507 | 9 | 45 | 6.4 | 122 | 22 | 705 ± 52 | 67 ± 7 | |
| BB20 | E7b CAC | 77 ± 6 | 489 | 19 | 45 | 5.4 | 328 | 118 | 999 ± 56 | 77 ± 8 | |
| BB15 | E6a CCh1 | 45 ± 2 | 400 | 16 | 45 | 6.1 | 192 | 11 | 664 ± 42 | 68 ± 6 | |
| BB12 | E6a CCh1 | 77 ± 6 | 387 | 38 | 45 | 6.4 | 331 | 129 | 929 ± 50 | 82 ± 8 | |
| BB6 | D5b CF2 | 150 ± 4 | 468 | 57 | 45 | 7.3 | 559 | 295 | 1424 ± 73 | 105 ± 9 | |
| BB1 | G6a CGAC | 73 ± 4 | 395 | 58 | 45 | 4.8 | 378 | 90 | 967 ± 46 | 76 ± 7 | |

Tableau III-9 : Bilan des paramètres utilisés pour le calcul des âges. Les échantillons sont dans l'ordre stratigraphique.

modèle de répartition des radioéléments utilisé pour le calcul du débit de dose interne dans lequel, rappelons-le, il est fait l'hypothèse que les radioéléments sont répartis de façon homogène à l'extérieur des grains de quartz. En effet, grâce aux cartes des traces de fission, nous avons vu que ce modèle correspondait mieux aux silcrètes à matrice fine qu'aux quartzites où l'uranium est en majeure partie concentré en certains points, correspondant sans doute à des minéraux accessoires particulièrement riches, comme le zircon. Nous savons aussi que ce modèle conduit en théorie à un âge minimum puisque le débit de dose est alors maximum. Il n'est donc pas étonnant que les âges des échantillons pour lesquels la matrice fine est absente (c'est à dire BB23, BB15 et BB1) soient légèrement plus petits que ceux obtenus pour les autres échantillons. Il serait alors sans doute mieux adapté de considérer pour ces échantillons une répartition des radioéléments sous la forme de points chauds. Ainsi, pour une distance moyenne entre les points chauds de 1000 μm , l'âge de BB15 serait de 75 ± 7 ka au lieu de 68 ± 6 ka et celui de BB1 deviendrait 98 ± 10 ka au lieu de 76 ± 8 ka. Ces résultats seraient alors en très bon accord avec ceux obtenus sur les silcrètes. En conséquence, on doit envisager la possibilité que les âges des quartzites (BB1 et BB23) et de BB15, donnés dans le tableau III-10, puissent être légèrement sous-estimés.

Pour les silcrètes à matrice fine, le modèle semble bien adapté. On peut cependant se demander quel peut être l'impact d'un biais systématique sur la détermination du diagramme granulométrique. En effet, comme nous l'avons déjà dit, il est difficile de distinguer la granulométrie de la phase fine ; nous l'avons fixé à 10 μm et utilisé les coefficients correspondants. Si nous tendons vers l'extrême, et considérons un diamètre de 0 μm , l'âge passe de 77 ± 8 à 75 ± 7 ka pour BB20, et de 81 ± 10 à 77 ± 9 ka pour BB24. Les valeurs obtenues avec ces différentes hypothèses sont compatibles à un sigma ce qui démontre qu'un tel biais, s'il devait exister, aurait une incidence négligeable sur les âges TL. En résumé, on peut proposer avec confiance un âge moyen de 74 ± 5 ka pour l'ensemble BBCM1.

2. Comparaison avec d'autres données radiométriques

Les âges TL peuvent être comparés à ceux obtenus récemment par les méthodes de l'OSL et de l'ESR. Jacobs a utilisé, dans le cadre de sa thèse de doctorat de l'Université d'Aberyswyth (UK), la technique du grain unique en OSL, développée durant ces dernières années aux laboratoires de Risø et Aberyswyth (ex: Duller *et al.*, 1999, 2000 ; Bøtter-Jensen *et al.*, 2000). Cette technique, appliquée aux sédiments, permet de mesurer la paléodose de grains individuels de quartz et donc de sélectionner les mieux blanchis. A Blombos notamment, les mélanges entre le sable éolien et des

grains de desquamation de la calcarénite mal blanchis pouvaient être suspectés (Woodborne cité par Henshilwood *et al.*, 2001, p.426). Jacobs a obtenu sur la dune située au sommet de l'ensemble BBCM1 des âges de 67.3 ± 3.8 , 65.6 ± 2.8 et 68.8 ± 3.0 ka, et pour l'ensemble BBCM1 lui-même, des âges préliminaires de 73.4 ± 3.1 et 75.2 ± 3.9 ka (Jacobs *et al.* 2003 et communication personnelle). Ces résultats sont en excellent accord avec l'âge moyen pondéré de 74 ± 5 ka que nous proposons pour l'ensemble BBCM1. D'autre part, Jones (master de l'Université McMaster, Canada ; Jones 2001) a appliqué la technique de l'ESR à 7 dents provenant également de l'ensemble BBCM1. Les résultats dépendent fortement du modèle de capture de l'uranium utilisé : en supposant un modèle de capture précoce (early uptake), l'âge est de 62 ± 6 ka et devient 80 ± 6 ka pour un modèle de capture linéaire (linear uptake). Ce dernier est en accord à 1 sigma avec les âges moyens obtenus par les techniques de la luminescence sur les sédiments et les pierres chauffées.

L'accord entre les méthodes montre que si le débit de dose externe a changé au cours du temps, ses variations n'ont eu qu'un impact mineur. En effet, comme l'influence relative de ce paramètre dépend des matériaux, toute erreur sur sa valeur aurait dû conduire à une dispersion importante des différents résultats.

Cette comparaison montre aussi que l'approche utilisée pour la détermination du débit de dose interne des échantillons datés par TL, bien que reposant sur une approximation simple, conduit à des résultats cohérents avec ceux des autres méthodes radiométriques.

Conclusion

Suite aux investigations menées, nous proposons un âge moyen de 74 ± 5 ka pour l'ensemble BBCM1 contenant les pointes Still Bay, les ocres gravées et une partie des pointes en os. Ce résultat est en accord avec ceux obtenus par d'autres méthodes radiométriques, l'ESR et l'OSL en grain unique donnant respectivement 80 ± 6 et 74 ± 4 ka. Cet accord montre que notre approche pour la détermination de la dosimétrie interne est valide, même si elle repose sur un modèle statistique simple. Une approche identique a donc été utilisée lors de l'étude des deux autres gisements (Diepkloof et Klasies River) dont les résultats sont présentés dans les chapitres suivants.

Chapitre IV : Diepkloof Rock Shelter

Introduction

Diepkloof Rock Shelter (32°23'14.7" S, 18°27'13.5" E) se situe dans le Sandveld, région semi-aride au nord du Cap (fig. IV-1). Le gisement est à 80-100 m d'altitude et à 300 m de la rivière Verlorenvlei qui se jette 18 km plus à l'ouest dans l'Océan Atlantique, au niveau du village d'Elands Bay. Les fouilles de Diepkloof Rock Shelter et du site adjacent Diepkloof Krall Shelter ont débuté en 1973 (Parkington et Poggenpoel, 1987) et ont été reprises ponctuellement durant les trois décennies qui ont suivi. Depuis 1999, des fouilles annuelles ont été programmées dans le cadre d'une collaboration entre le Département d'Archéologie de l'Université du Cap dirigé par John Parkington (équipe de terrain menée par Cedric Poggenpoel) et l'Institut de Préhistoire et de Géologie du Quaternaire de l'Université Bordeaux I : *mission Diepkloof* et *projet Eland/Elan* dirigés par Jean-Philippe Rigaud.

C'est dans le cadre de ce programme que nous avons pu participer aux fouilles et mener l'étude chronologique. Celle-ci s'est avérée particulièrement complexe : nous avons en effet rencontré des difficultés aussi bien pour déterminer la paléodose (inapplicabilité des protocoles classiques de TL et d'OSL), que pour déterminer le débit de dose annuel (variation spatiale du débit de dose gamma). Les approches adoptées pour analyser et surmonter ces difficultés sont exposées dans ce chapitre. Malgré nos efforts, de nombreuses questions restent ouvertes et les âges proposés ne sont que préliminaires.

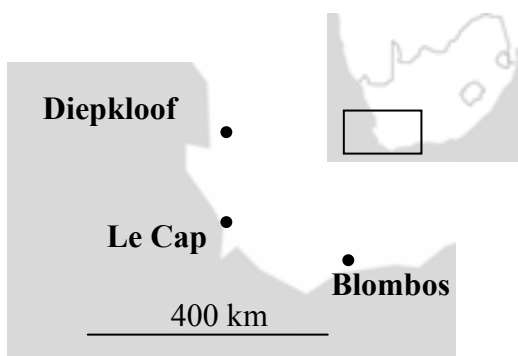


Figure IV-1: Localisation de Diepkloof Rock Shelter.

I. Le gisement

Les informations et les documents présentés ci-dessous sont en grande partie issus des rapports qui ont suivi les trois premières campagnes de fouilles programmées (Rigaud *et al.*, 2000, 2001). Jean-Pierre Texier et Arnaud Lenoble (IPGQ, Université Bordeaux I-CNRS) ont réalisé l'étude géologique, tandis que Sandrine Costamagno (CNRS, Université de Toulouse) et Pierre-Jean Texier (CNRS, CEPAM) ont étudié respectivement la faune et les vestiges lithiques.

1. Description de la stratigraphie et étude géologique

L'abri est creusé dans une butte témoin d'un relief tabulaire de grès quartzitique appartenant au groupe de la *Table Mountain* (fig. IV-2). Il mesure environ vingt-cinq mètres de long sur quinze mètres de profondeur et est largement ouvert en direction de l'est. Le principal secteur fouillé se situe dans le fond de l'abri et couvre un peu plus de 9 m². Une tranchée a également été ouverte le long de l'axe nord/sud sur une dizaine de mètres (fig. IV-3).



Figure IV-2 : Vue du site depuis la rivière Verlorenvlei.

La partie supérieure de la séquence stratigraphique est composée de niveaux LSA, datés de moins de 2000 ans par la méthode du radiocarbone et fouillés entièrement pendant les campagnes des années 70. Dans le sondage principal, ces niveaux LSA reposent directement sur un ensemble de lits sédimentaires associés au techno-faciès Howieson's Poort¹. Au-dessous, un autre ensemble

¹ La fouille de la tranchée au sud de l'abri semble indiquer qu'un niveau MSA postérieur à l'Howieson's Poort et caractérisé par des pointes unifaciales, a été conservé dans cette zone. Le contact entre la zone sud et le sondage principal reste à établir.

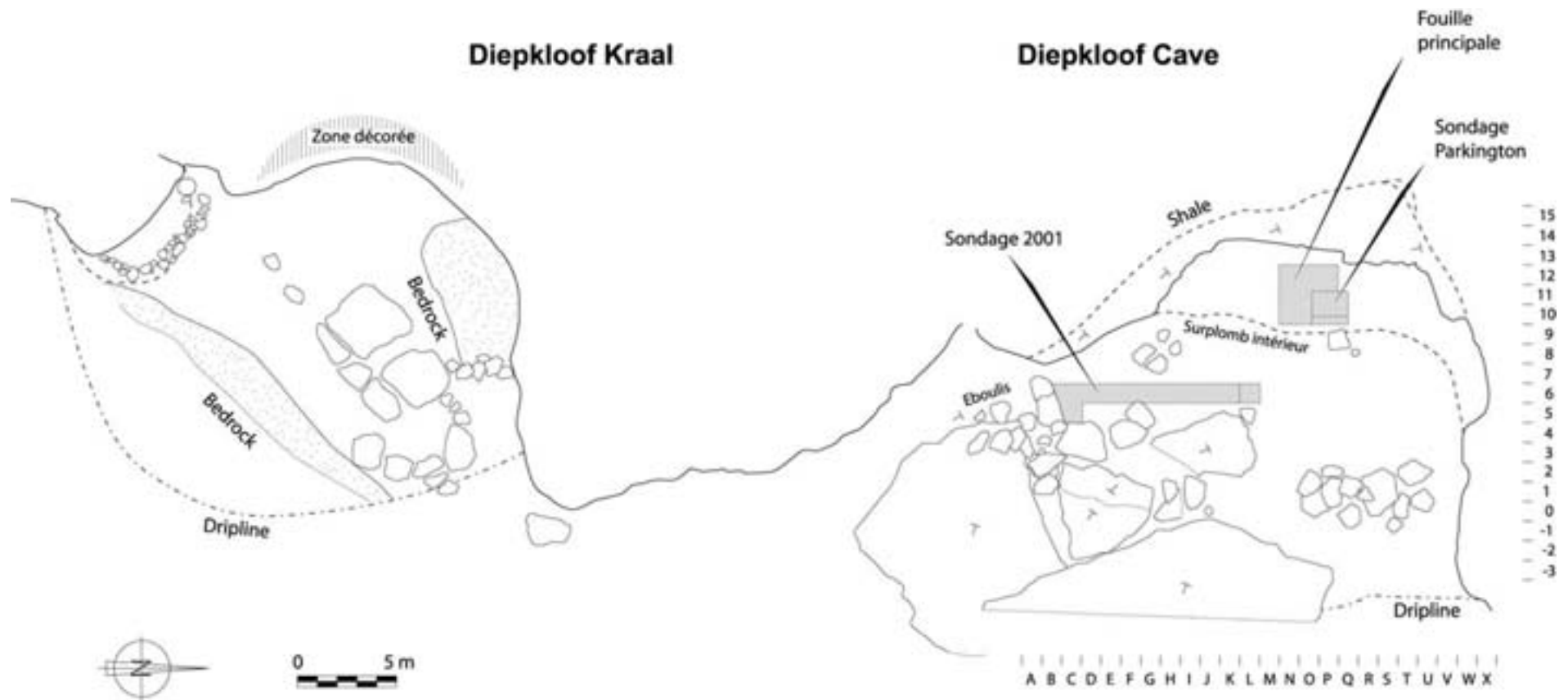


Figure IV-3 : Plan du site. Les zones fouillées sont indiquées en gris clair. Le sondage « Parkington » correspond au sondage initial, effectué avant que ne débutent les fouilles programmées.

semble être marqué par une discontinuité techno-typologique, faunique et sédimentologique, mais n'a pas encore fait l'objet de fouilles et d'études approfondies.

L'ensemble associé à l'Howieson's Poort a été appelé *Orange Black Complex* en raison de la coloration contrastée du sédiment qui le compose : des lentilles de 1 à 10 cm d'épaisseur et de quelques dizaines de centimètres d'extension, noires, blanches, grises ou brunes se succèdent sans ordre régulier (fig. IV-4). Les lits noirs sont essentiellement composés de charbons de bois et les lits blancs de cendres carbonatées ; les lits gris sont des mélanges de charbons et de cendres plus riches en quartz ; enfin, les lits bruns jaunes sont dépourvus de cendres mais sont riches en phosphates (provenant du guano?). Des cristaux de sels, identifiés comme étant de la halite (NaCl) et du gypse (CaSO_4) imprègnent les différentes couches. Le matériel sédimentaire peut avoir des origines diverses : anthropiques, comme les charbons, les cendres carbonatées et les fragments osseux, ou naturelles, comme les grains de quartz, les plaquettes et blocs de quartzite produits respectivement par la désagrégation granulaire et l'éboulisation de la roche encaissante. Quant aux sels, ils proviennent vraisemblablement des brouillards salés et des poussières éoliennes.

L'étude de la structure des lits sédimentaires (pendage, laminations ...) et de l'organisation de certains éléments qui les composent (plaquettes quartzitiques, charbons...) suggèrent que des phénomènes de ruissellement sont à l'origine de la mise en place finale du dépôt (du moins de l'*Orange Black Complex*). Ces ruissellements, peut-être dus à des pluies violentes mais brèves,

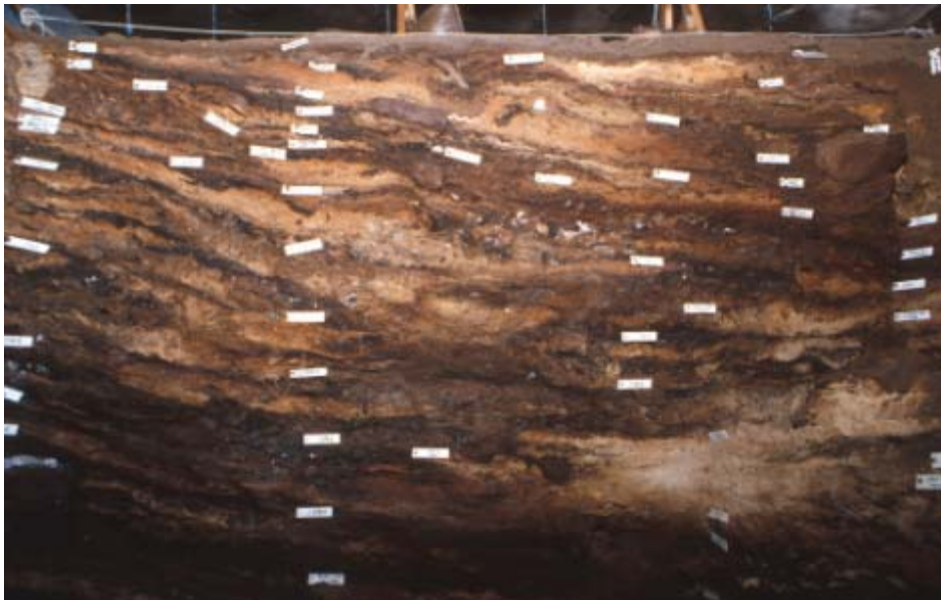


Figure IV-4: Photographie de la coupe stratigraphique du sondage principal (en direction du nord) ; document issu de rapport du programme Eland / Elan de janvier 2000.

seraient cependant restés des phénomènes de surface et n'auraient pas altéré les dépôts déjà en place. En effet, les cristaux de sel, très solubles², et les matières organiques (ex: brins d'herbe) ainsi que les lits de cendres (lits blancs) n'auraient pas été aussi bien conservés si des percolations importantes avaient eu lieu.

2. La faune

Lors des deux premières campagnes de fouille, près de 1300 vestiges osseux provenant de la partie supérieure de l'*Orange Black Complex* ont été coordonnés. Ils sont caractérisés par un état particulièrement fragmentaire (70 à 80% mesurent moins de 4 cm de long), ce qui complique l'analyse anatomique et taxonomique. Il a néanmoins pu être déterminé que plus de 50 % de ces fragments étaient des restes de tortue et que l'accumulation de la faune avait une origine essentiellement anthropique. Cet ensemble faunique est aussi caractérisé par le fait que de nombreuses traces de chauffe sont observables : près de 95% des pièces portent des traces de combustion ce qui rappelle la forte teneur en cendres et en charbons du sédiment. Les ossements ont vraisemblablement été brûlés accidentellement au contact des foyers, et non volontairement pour servir de combustible ou pour des questions d'hygiène. L'extrême fragmentation des vestiges peut, quant à elle, avoir plusieurs origines, la première étant probablement l'action de l'Homme comme l'attestent certaines traces de percussion, la seconde étant sans doute la combustion. La cristallisation des sels de gypse et de halite à l'intérieur des os aurait également pu jouer un rôle dans la fragmentation.

3. Les vestiges lithiques

Lors des campagnes de 1999 et 2001, 2073 objets lithiques ont été coordonnés. Ces objets sont constitués à 70% de quartz et quartzite que l'on trouve en abondance aux abords du site, et dans une moindre mesure (25%) de silcrète, dont la source n'a pas été encore identifiée. L'utilisation de cornéenne (ou *hornfels*) semble plus rare.

Les produits de débitage sont caractérisés par leur petit module. Les nucléus par exemple font tous, à une exception près, entre 20 et 30 mm dans leur plus grande dimension. L'outillage retouché

² Les sels de halite et de gypse ne seraient conservés dans les sols qu'en dessous des isohyètes de 25 et 200 mm respectivement.

est peu abondant (<2%) mais est dominé par des segments et des croissants qui sont des pièces à dos courbes caractéristiques des assemblages Howieson's Poort (fig. IV-5). Notons enfin que quelques pièces constituées d'hématite, d'ocre, ou de "shale" (matériau relativement mou et rouge dont la source se trouve au fond de l'abri), portent des traces d'usure et attestent l'utilisation de pigments par les Hommes du MSA.

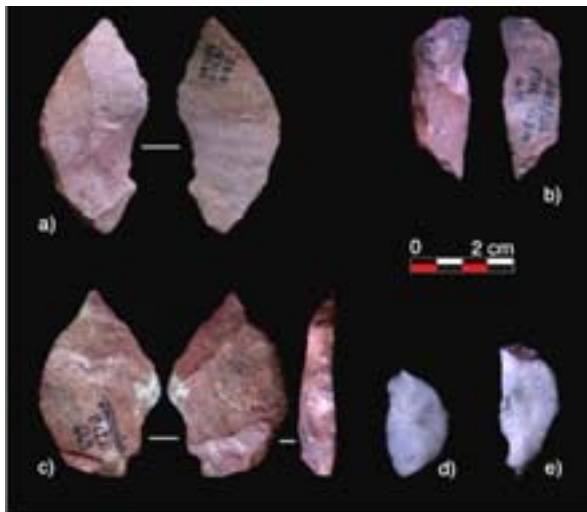


Figure IV-5 : Photographie de segments découverts à Diepkloof dans l'*Orange Black Complex*. Cliché fourni par J-P. Rigaud.

4. Les études chronologiques antérieures

Des datations par les méthodes du radiocarbone et de la luminescence avaient été entreprises avant que ne débute la *mission Diepkloof*. Dans le sondage initial ("Parkington"), autour duquel se développe la fouille actuelle, des âges C14 de 29400 ± 675 (Pta1051), >24400 (GaK4596) et >45270 ans BP (Pta1054) ont été obtenus sur des fragments de charbon. Ils proviennent tous de l'*Orange Black Complex* : les deux premiers étaient situés à 10 cm sous la surface des niveaux MSA, et le dernier, 60 cm plus bas (Parkington et Poggenpoel, 1987). Dans une autre zone, des âges de 40800 ± 1400 (Pta-4489) et 42400 ± 1600 ans BP (Pta-4488) ont aussi été obtenus (Parkington, 1990). L'absence de repérage précis (carroyage, élévations) au moment du prélèvement des échantillons cités précédemment rend cependant difficile leur localisation exacte par rapport aux données actuelles. Une datation C14 effectuée en 2002 sur des fragments végétaux prélevés dans la zone sud (carré E6, niveau "buddy, becky", situés *a priori* au-dessus du niveau Howieson's Poort), a fourni un âge ≥ 55 ka BP (GifA 102381).

Woodborne (Pretoria, Afrique du Sud) et Feathers (Seattle, USA) ont de leur côté entrepris des datations par les méthodes de luminescence sur cinq échantillons de sédiments provenant de la

coupe nord du sondage principal (coupe aujourd'hui reculée d'une cinquantaine de centimètres). Les âges obtenus, qui restent non publiés à ce jour, sont centrés sur 70 ka pour toute l'épaisseur des niveaux associés à l'Howieson's Poort (Feathers *et al.*, en préparation).

II. Les échantillons étudiés

1. Sélection des échantillons

Sept quartzites et deux silcrètes, DRS1 à DRS9, pesant de 8 à 379 g ont été sélectionnées aux cours des campagnes de janvier et novembre 2001 pour être datées par les méthodes de la luminescence. Ces échantillons proviennent des carrés O11, P11 et Q11, situés à proximité de la coupe nord du sondage principal, et sont répartis sur une trentaine de centimètres d'épaisseur dans la partie supérieure de l'*Orange Black Complex* (tableau IV-1).

| échantillon | carré | unité | X | Y | Z | nature | remarques |
|-------------|-----------|---------|----|-------|-----|-----------|--------------------------|
| DRS1 | P11 B | OB2 | 98 | 50 | 86 | quartzite | galet percuteur |
| DRS2 | Q10D/Q11A | sur OB1 | 33 | 0/100 | 77 | quartzite | MSA post HP? |
| DRS3 | Q11A | OB3 | 30 | 23 | 106 | silcrete | |
| DRS4 | Q11A | OB3 | 30 | 23 | 106 | quartzite | pas suffisamment chauffé |
| DRS5 | O11C | OB2 | 70 | 68 | 85 | quartzite | |
| DRS6 | P11C | OB4 | 80 | 99 | 97 | quartzite | |
| DRS7 | P11B | OB4 | 87 | 50 | 105 | quartzite | |
| DRS8 | P11C | OB5 | 72 | 88 | 101 | quartzite | |
| DRS9 | O11C | OB2 | 86 | 68 | 87 | silcrete | pas suffisamment chauffé |

Tableau IV-1: Échantillons prélevés à Diepkloof Rock Shelter lors des campagnes de janvier et novembre 2001. Les unités "OB" définissent les différentes couches de l'*Orange Black Complex* mais sont présentées à titre indicatif : leur intégrité reste à vérifier. L'origine des coordonnées X et Y est prise dans chaque carré dans l'angle sud-est. L'altitude Z représente la distance par rapport à un niveau arbitrairement choisi au-dessus de la fouille. Tous les échantillons sont associés à l'Howieson's Poort, mais il a été suggéré que DRS2 pourrait être post-Howieson's Poort.

2. Observation des lames minces

L'observation des lames minces de ces échantillons a été faite en collaboration avec A. Lenoble. La silcrète DRS3 est constituée de grains de quartz mal classés de quelques dizaines à quelques centaines de micromètres de diamètre, inclus dans une matrice fine cryptocristalline. La cimentation par croissance des grains de quartz qui composent les quartzites n'est que partielle et il en résulte une porosité intergrain ouverte. Seul DRS1 semble avoir une cimentation complète et une porosité faible. Ces porosités accueillent certains éléments tels les oxydes de fer et les phosphates. Des minéraux fortement colorés en lumière polarisée sont également présents, mais

rare.

Les teneurs en phosphate varient d'un échantillon à l'autre : DRS7 et DRS6 semblent être les plus riches ; DRS1, de porosité faible, en a peu et la silcrète DRS3 en est également dépourvue. On peut supposer que les phosphates présents dans les quartzites proviennent du sédiment environnant (lits jaunes beiges) et qu'ils ont pénétré les roches via les porosités. Si la nature des phosphates présents dans le sédiment a pu être identifiée (hydroxyl-apatite et whitelockite ; Lenoble communication privée), celle des phosphates présents dans les roches reste incertaine : ils sont en trop faible quantité pour être analysés par la technique de la diffraction X.

La présence de phosphates dans les roches étudiées est relativement inhabituelle et suscite deux questions : la première concerne l'influence de cet élément sur le signal de luminescence ; la seconde est relative à la période d'apparition des phosphates dans la roche et à la modification du débit de dose interne qui a pu en résulter.

III. Détermination de la paléodose

1. Paléodose TL

Description des signaux de TL et analyse des difficultés

Les signaux de TL naturelle varient d'un échantillon à l'autre : DRS1 et DRS3 ont deux pics bien résolus à 325 et 400°C ; DRS 2, DRS6 et DRS7 ont un pic composite très large centré sur 350°C ; DRS4, DRS5 et DRS8 ont trois pics à 325, 365 et 400°C, le deuxième étant à peine identifiable (l'ensemble des courbes naturelles et artificielles est rassemblé dans l'annexe VI).

L'analyse des courbes TL nous a permis d'identifier plusieurs difficultés que nous exposerons brièvement ici avec les solutions envisagées pour les résoudre. Pour un grand nombre d'échantillons de Diepkloof, ces difficultés ne nous ont pas permis de déterminer une paléodose TL :

- La première est la saturation du signal TL à haute température (entre 350 et 450 °C) qui nous a conduit à écarter immédiatement les échantillons DRS4 et DRS9.

- La seconde tient au fait que la composante basse température (320 °C dans le cas de DRS1 et DRS6) signal croît plus rapidement que la composante haute température (fig. IV-6). Nous ne pensons pas que ce phénomène soit dû à une chauffe archéologique insuffisante des échantillons (cas de DRS6 et DRS1) : en effet, comme le montre la figure IV-7 pour DRS1, les courbes régénérées, obtenues après une chauffe au laboratoire dont on peut contrôler l'efficacité, présentent cette même caractéristique. Ceci suggère donc que l'une des composantes sature plus rapidement

que l'autre. On ne peut alors déterminer la paléodose que si ces composantes sont bien isolées en température, ce qui est le cas pour DRS1 mais pas pour DRS6.

- La troisième difficulté est liée à la différence de forme des courbes additives et régénérées (échantillons : DRS2, DRS5, DRS6, DRS7 et DRS8). Par exemple, le pic à 360°C de DRS 8 (fig. IV-8) n'est plus présent dans les signaux régénérés. Ceci peut être lié à la chauffe à haute

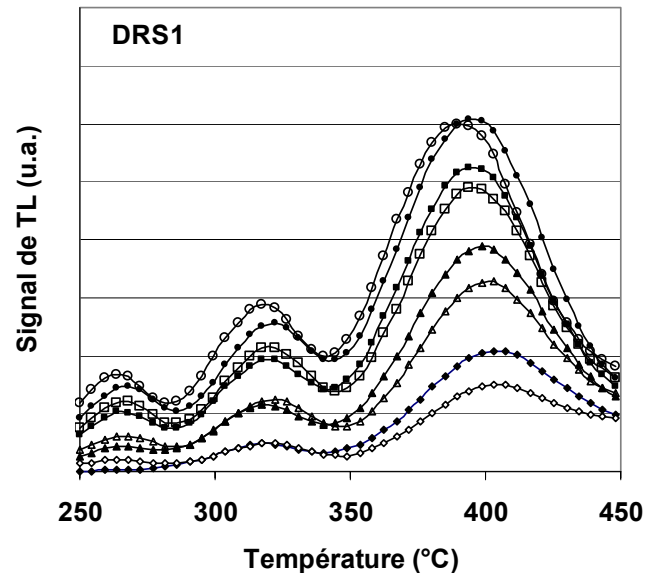
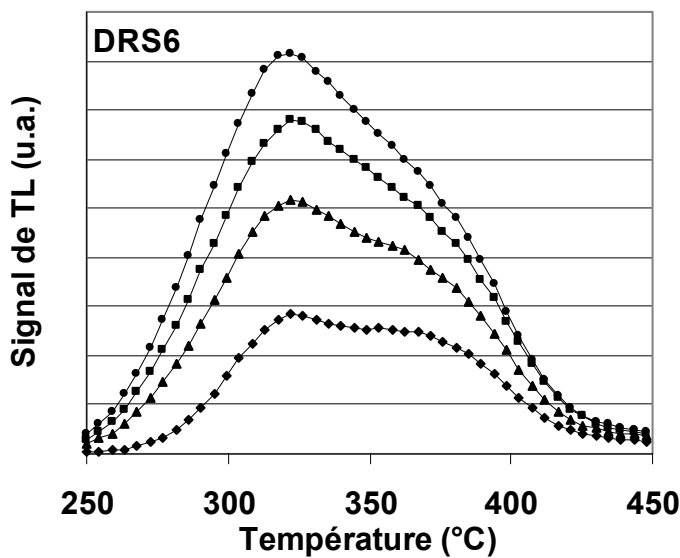


Figure IV-6: Courbes de TL en fonction de la température de DRS6. Les doses ajoutées sont 0, 44, 88 et 133 Gy. Une préchauffe sans palier a été effectuée à 210 °C avant chaque mesure. Chaque courbe est la moyenne de 4 mesures. Les deux composantes du pic de DRS6 sont mal résolues et n'évoluent pas de façon identique lorsque la dose augmente : la composante haute température semble saturer alors que la composante basse température continue de croître.

Figure IV-7: Courbes de TL additives (en noir) et régénérées (en blanc) de DRS1 en fonction de la température. Les doses ajoutées sont 0, 65, 168 et 311 Gy. Les doses régénérées sont 51, 116, 219 et 437 Gy. Pour les séries additive et régénérée, la croissance du pic haute température est plus lente que celle du pic basse température.

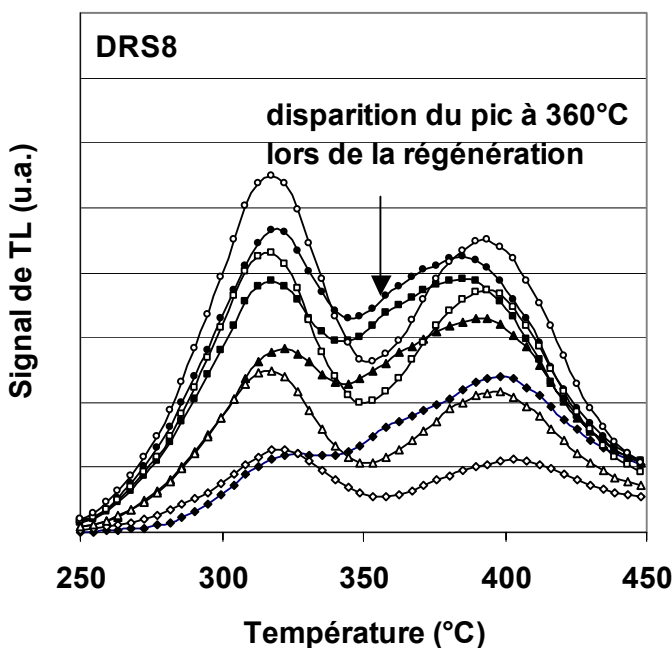


Figure IV-8 : Courbes additives (symboles noirs) et régénérées (symboles blancs) de DRS8 montrant l'évolution de la forme des courbes après la remise à zéro. Les doses ajoutées sont 0, 63, 127, 190 Gy et les doses régénérées sont 40, 80, 180 et 279 Gy. La remise à zéro a été effectuée par une chauffe de 8h à 320 °C.

température utilisée pour effectuer la remise à zéro du signal TL (changements de sensibilités différents selon les pics), ou bien, à la présence d'une phase minérale autre que le quartz.

Les solutions envisagées

Nous avons d'abord vérifié que le comportement observé lors de la remise à zéro n'était pas lié à la présence de phosphates, dont les propriétés de luminescence sont mal connues. Pour cela, nous avons traité les échantillons DRS7 et DRS2 à l'acide hexafluorosilicique (H_2SiF_6 à 31%) pendant plusieurs semaines. Cette attaque chimique a provoqué pour DRS2 la disparition de la composante basse température, ce qui indique qu'une phase minérale a bien été éliminée lors du traitement, mais les courbes régénérées ont conservé des formes différentes des courbes additives.

Nous avons alors essayé d'effacer le signal de TL naturelle en utilisant différentes températures de chauffe, avec l'espoir que les changements de sensibilité induits par ce traitement thermique seraient mineurs. Pour DRS2, nous avons testé différentes conditions de chauffe : 500 °C sans palier, 320 °C pendant 8h, 300 °C pendant 10h, 280 °C pendant 8h40, 250 °C pendant 16h. Cependant, et bien que le signal de TL naturelle ait été entièrement effacé, aucun de ces traitements ne s'est avéré efficace dans la mesure où les courbes régénérées que nous avons produites présentaient toutes des formes très différentes des courbes additives.

Pour éviter toute chauffe de l'échantillon, nous avons aussi tenté d'effacer le signal naturel en soumettant les échantillons à un éclairage fort (50h30 sous une lampe reproduisant le spectre solaire) mais nous avons constaté que le signal résiduel était important, ce qui rendait cette voie inexploitable.

Suite à ces résultats décevants, nous avons renoncé à modifier les conditions de remise à zéro et avons choisi une autre approche qui consiste à ne travailler que sur un seul pic (ou composante), c'est à dire sur un signal provenant d'un seul piège. D'un point de vue pratique, deux solutions sont envisageables : 1) utiliser une préchauffe de manière à ne conserver que la composante haute température, ou bien, 2) séparer les pics par un traitement mathématique (ce que nous appelons "déconvolution" dans la suite du texte).

- La première expérience a été testée sur les échantillons DRS2, DRS5, DRS6, DRS7 et DRS8. Les préchauffes étaient comprises entre 330 et 360 °C, selon la courbe TL de chaque échantillon. Dans l'ensemble, les résultats n'ont pas été satisfaisants : en effet, bien que la technique se soit avérée efficace pour isoler le pic haute température, nous avons observé une forte dispersion des mesures que nous n'expliquons pas. Celle-ci entraîne une grande incertitude sur l'extrapolation

de la courbe de croissance. Pour DRS6 par exemple, la paléodose calculée est 70 ± 23 Gy, soit une incertitude de 30% environ. Cette solution n'a donc pas été retenue.

- La technique de la déconvolution a alors été appliquée aux courbes des échantillons DRS2, DRS6 et DRS7, à l'aide du logiciel Origin. Nous avons considéré que chaque composante du signal pouvait être représentée par une courbe gaussienne. Le signal de DRS2 ayant 3 composantes très mal résolues, la déconvolution s'est avérée particulièrement difficile et n'a pas abouti. Pour les signaux de DRS 6 et DRS7, qui n'ont que deux composantes, la déconvolution a été effectuée sur l'ensemble des courbes naturelles et additives moyennes (mesures de 4 aliquotes de 10 mg chacune). Nous avons utilisé les maxima d'amplitude des pics déconvolués pour construire les courbes de croissance de la TL en fonction de la dose et en déduire les paléodoses. Celles-ci sont respectivement 27 ± 5 et 74 ± 33 Gy pour les composantes basse et haute température de DRS6 ; 7 ± 1 et 134 ± 38 Gy pour DRS7. Il est évident que les résultats obtenus pour un même échantillon sont incompatibles et nous n'expliquons pas de tels écarts. Par ailleurs, comme les doses calculées par extrapolation sont entachées d'une erreur importante, nous n'avons pas poussé plus loin nos recherches dans cette voie.

Bilan de l'étude de TL

Compte tenu des difficultés rencontrées avec les échantillons de Diepkloof, nous n'avons pu appliquer le protocole de TL pour la détermination de la paléodose qu'aux échantillons DRS1 et DRS3. Les pics basse et haute température de DRS3 ont donné des résultats concordants : 64 ± 8 et 62 ± 6 Gy respectivement. En revanche, pour l'échantillon DRS1, la paléodose calculée à partir du pic situé à 325 °C est plus basse que celle obtenue à partir du pic à 400 °C (53 ± 4 contre 65 ± 1 Gy).

Pour les autres échantillons, aucune des solutions envisagées pour surmonter ces difficultés n'a abouti. En conséquence, nous nous sommes orientés vers le signal d'OSL et avons cherché à l'utiliser afin d'estimer la paléodose.

2. Paléodose OSL

Nous avons choisi d'appliquer le protocole SAR (Murray et Wintle, 2000) pour déterminer la paléodose de nos échantillons. Celui-ci conduit à la construction d'une courbe de croissance des

signaux d'OSL après qu'ils aient été normalisés au moyen d'une dose test. La paléodose est calculée par projection du signal naturel normalisé sur la courbe ainsi définie (chapitre II).

Test d'applicabilité de SAR

Dans un premier temps, nous nous sommes assurés que ce protocole, qui est aujourd'hui couramment utilisé pour la datation par OSL des grains de quartz sédimentaires, convenait à nos échantillons chauffés. En particulier, nous avons vérifié qu'il permettait de retrouver une dose artificielle connue. Nous avons dans ce but éclairé nos échantillons au moyen du système de stimulation de l'appareil Risø (200s à 125°C) pour effacer le signal d'OSL naturel, puis nous les avons irradiés avec une dose de 52.8Gy pour simuler une paléodose et nous avons cherché à la mesurer pour chacun des échantillons.

Les valeurs obtenues pour DRS2, DRS3, DRS6 et DRS7 (fig. IV-9a) étaient égales à la paléodose simulée à 3 % près. Les résultats de ce test étaient moins satisfaisants pour DRS1, DRS5 et DRS8 dont la sensibilité était relativement faible, mais restaient acceptables. Seule la dose obtenue pour DRS5 était compatible à trois sigma seulement avec la dose attendue.

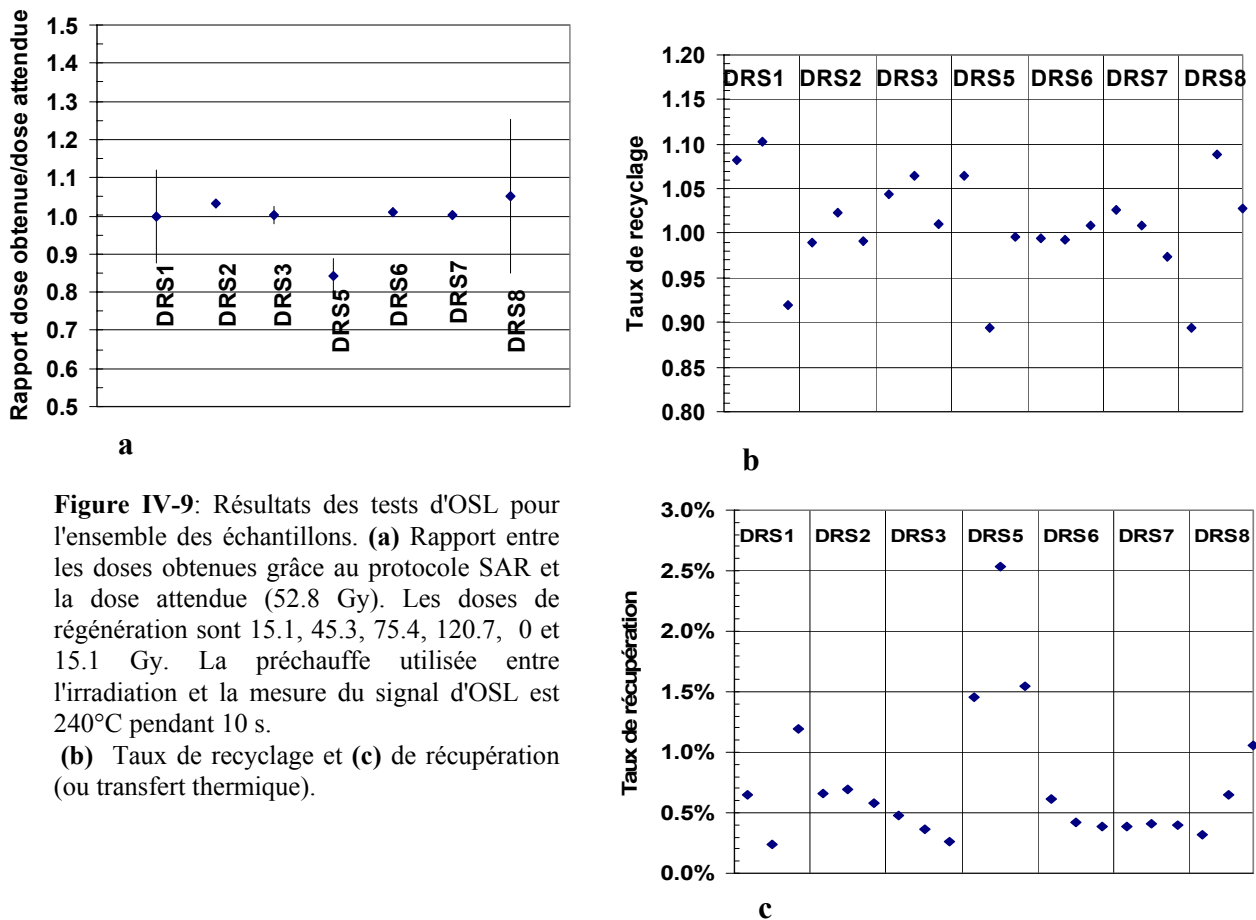


Figure IV-9: Résultats des tests d'OSL pour l'ensemble des échantillons. **(a)** Rapport entre les doses obtenues grâce au protocole SAR et la dose attendue (52.8 Gy). Les doses de régénération sont 15.1, 45.3, 75.4, 120.7, 0 et 15.1 Gy. La préchauffe utilisée entre l'irradiation et la mesure du signal d'OSL est 240°C pendant 10 s. **(b)** Taux de recyclage et **(c)** de récupération (ou transfert thermique).

Ces mesures nous ont par ailleurs permis d'évaluer le taux de recyclage et de récupération -ou "transfert thermique"- (fig. IV-9b et c). Pour tous les échantillons, le taux de recyclage était compris entre 0.9 et 1.1 et le taux de récupération, inférieur à 5%. Ces valeurs étaient tout à fait acceptables suggérant que le signal d'OSL devrait permettre la détermination de la paléodose de nos échantillons à l'aide du protocole SAR.

Application de SAR aux échantillons de forte sensibilité OSL

La paléodose des échantillons de forte sensibilité (DRS2, DRS3, DRS6, DRS7) a été déterminée pour différentes températures de préchauffe (de 160 à 300°C par pas de 20°). Pour DRS2 (fig. IV-10a) et DRS3 (annexe VI), la paléodose était relativement indépendante de la température de préchauffe, entre 200 et 260 °C, alors que pour DRS6 (fig. IV-11a) et DRS7 (annexe VI), elle augmentait avec la préchauffe sur l'intervalle 160-300 °C, de 34 et 44% respectivement. Nous avons cherché à expliquer cette évolution et à la "corriger" puisqu'il nous était alors impossible de déterminer la paléodose bien que les contrôles annexes (taux de recyclage et de récupération : figures IV-11b et c) étaient acceptables.

Nous avons formulé l'hypothèse qu'une composante lente du signal d'OSL (la composante S2 : Singarayer et Bailey, en préparation) pouvait avoir contribué aux signaux régénérés. Or, cette composante a une durée de vie inférieure à 20 ka à 20 °C et n'est donc pas stable par rapport à l'âge présumé de nos échantillons. Afin de nous en affranchir, nous avons appliqué la technique de l'OSL modulée (OSL LM) pour laquelle la puissance de stimulation croît linéairement (Bulur, 1996) et qui permet de séparer les différentes composantes du signal.

Nous avons ainsi modifié le protocole SAR en remplaçant toutes les mesures d'OSL classiques (notées ici OSL CW pour Continuous Wave) par des mesures d'OSL LM.

L'application de ce protocole à DRS6 et DRS7 a permis d'obtenir une paléodose indépendante de la température de préchauffe au-delà de 220°C, avec un taux de recyclage compris entre 0.9 et 1.1 et un taux de récupération inférieur à 1%, satisfaisant ainsi les conditions nécessaires à l'obtention d'une paléodose fiable (annexe VI). Ce protocole modifié a aussi été appliqué aux échantillons DRS2 et DRS3, pour lesquels des plateaux de préchauffe avaient été obtenus entre 200 et 260°C avec le protocole SAR classique. Comme on peut le voir pour DRS3 (fig. IV-12), les deux protocoles conduisent à des résultats compatibles.

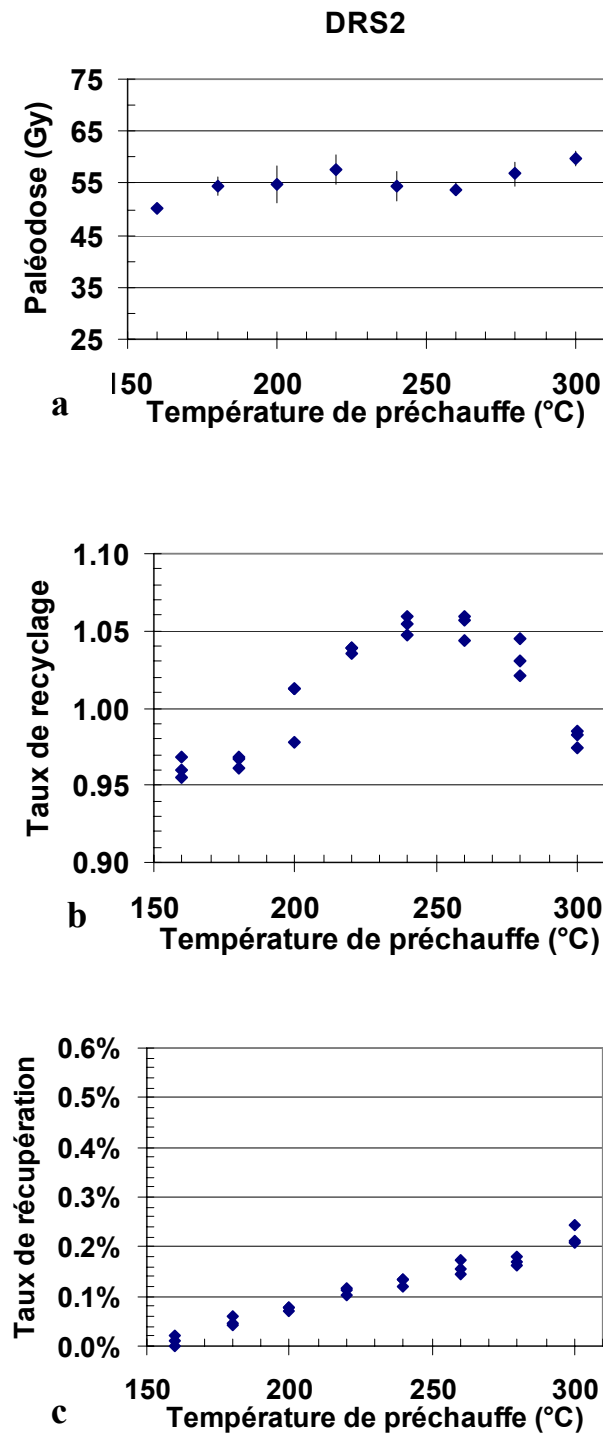


Figure IV-10: Résultats obtenus avec le protocole SAR pour DRS2 (a) Paléodose en fonction de la température de préchauffe. Chaque point est la moyenne de 3 mesures. Les doses de régénération sont 0, 13.8, 41.5, 69.1, 110.6, 13.8 Gy. La dose test est 5.6 Gy.

(b) Taux de recyclage et (c) taux de transfert thermique ou récupération, en fonction de la température de préchauffe pour DRS2. Chaque point est le résultat obtenu sur une aliquote

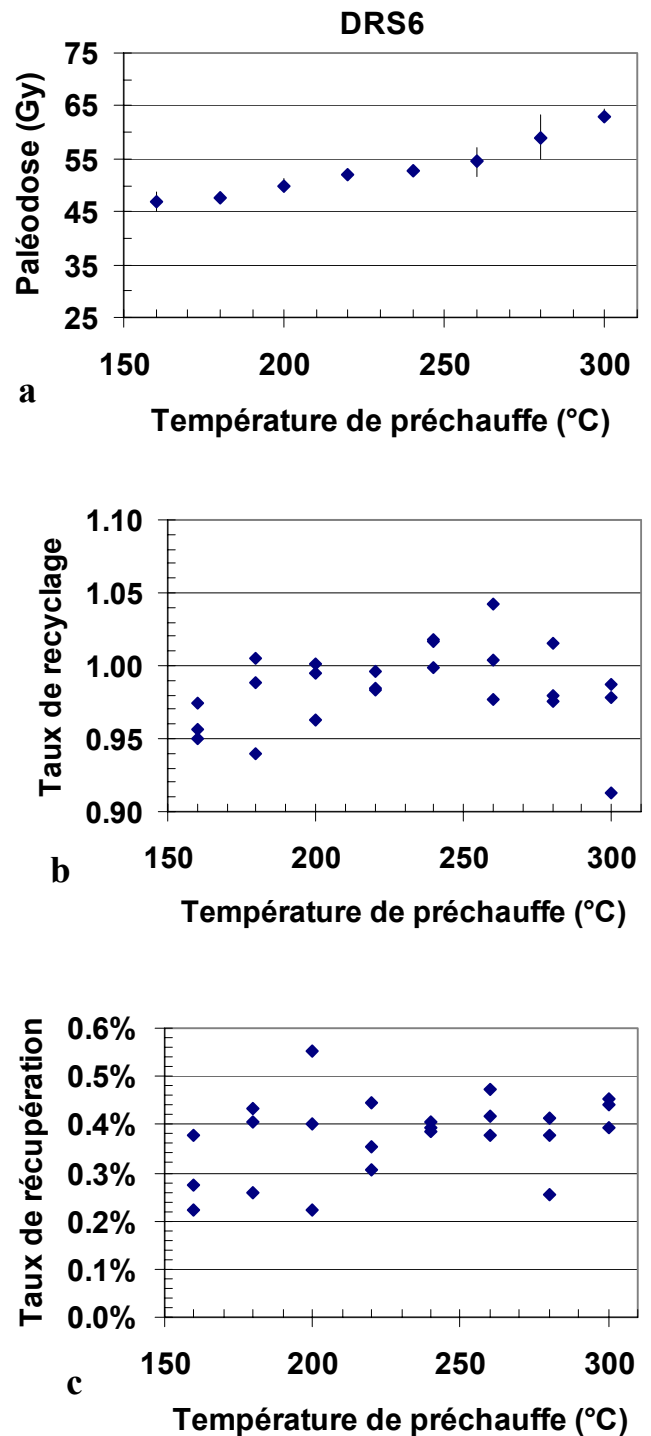


Figure IV-11: Résultats obtenus avec le protocole SAR pour DRS6 (a) Paléodose en fonction de la température de préchauffe pour DRS6. Chaque point est la moyenne de 3 mesures. Les doses de régénération sont 12.3, 36.8, 61.3, 98.0, 0 et 12.3 Gy. La dose test est 3.1 Gy.

(b) Taux de recyclage et (c) taux de transfert thermique ou récupération, en fonction de la température de préchauffe pour DRS6. Chaque point est le résultat obtenu sur une aliquote.

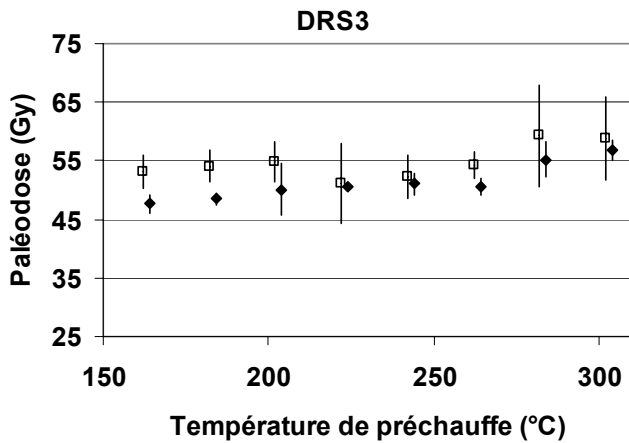


Figure IV-12: Paléodose de DRS 3 en fonction de la température de préchauffe pour une stimulation de l'OSL à puissance constante (losanges noirs) ou à puissance modulée linéairement (carrés blancs). Chaque point est la moyenne de trois aliquotes.

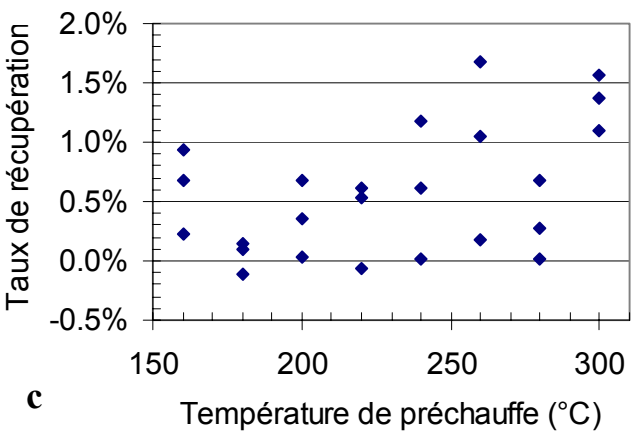
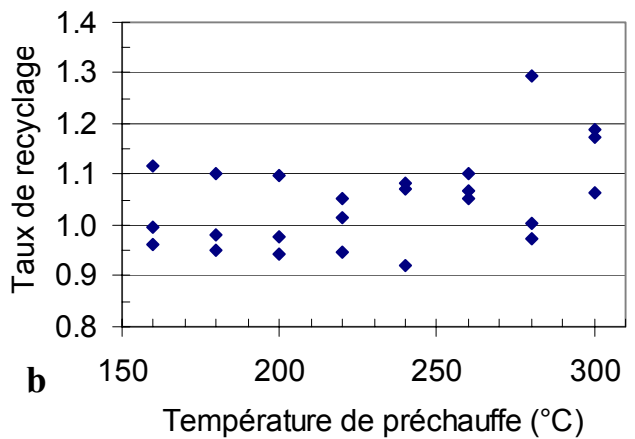
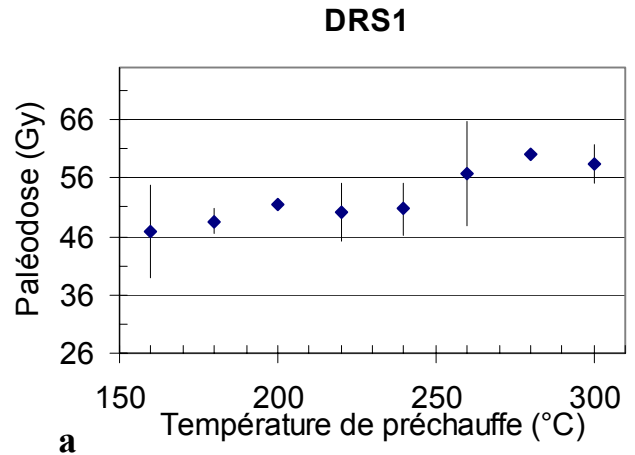


Figure. IV-13: Résultats obtenus avec le protocole SAR pour DRS1. **(a)** Paléodoses en fonction de la température de préchauffe pour une stimulation à puissance constante. Chaque point est la moyenne de 3 mesures sauf pour les températures de préchauffe de 280 et 300°C pour lesquelles les aliquotes ayant un taux de recyclage supérieur à 1.10 n'ont pas été prises en compte. Les doses de régénération étaient 0, 11.2, 33.5, 55.9, 89.5, 11.2 Gy. La dose test était 5.3 Gy. **(b)** Taux de recyclage et **(c)** taux de transfert thermique ou récupération, en fonction de la température de préchauffe pour DRS1. Chaque point est le résultat obtenu sur une aliquote. Les taux de récupération négatifs sont dus à la statistique sur le bruit de fond et sont en fait compatibles avec 0.

On peut donc en conclure que 1) les deux protocoles sont interchangeables pour les échantillons peu sensibles à la préchauffe et que, 2) dans les cas où la paléodose déterminée avec le protocole classique (OSL CW) augmente avec la température de préchauffe, par exemple pour DRS 6 et 7, le protocole OSL LM s'applique mieux dans la mesure où cette dépendance disparaît.

Application de SAR aux échantillons de faible sensibilité OSL

Nous avons appliqué le protocole SAR classique aux échantillons DRS1, DRS5 et DRS8 qui présentent une faible sensibilité. Pour palier le problème de la faible statistique de comptage, nous avons d'une part intégré leur signal sur 10 canaux (au lieu des 2 canaux utilisés dans le cas des échantillons sensibles) et, pour DRS5, nous avons augmenté la dose test à 20% de la paléodose attendue au lieu de 10%. Les résultats pour DRS1 sont portés sur la figure IV-13 (ceux de DRS5 et DRS8 sont dans l'annexe VI). Les paléodoses obtenues sont assez dispersées (atteignant jusqu'à 25% pour DRS5) et augmentent avec la température de préchauffe bien que les taux de recyclage soient, une fois encore, compris entre 0.9 et 1.10 et les taux de récupération, inférieurs à 5%. Par ailleurs, le protocole de SAR modifié (OSL LM) n'est pas applicable car le signal de la dose test est trop faible et difficilement discernable du bruit de fond de l'appareil de mesure. En conséquence, nous ne pouvons proposer de valeur de paléodose pour DRS5 et DRS8.

3. Bilan

A cause des différences de forme des courbes de TL régénérées par rapport aux courbes additives, nous n'avons pu obtenir de paléodose par la technique de la TL que pour les échantillons DRS1 et DRS3. En OSL, nous avons essayé d'appliquer le protocole SAR classique à tous les échantillons mais il est apparu que la paléodose augmentait avec la température de préchauffe pour DRS6 et DRS7, et aussi pour les échantillons de plus faible sensibilité : DRS1, DRS5 et DRS8. La modification du protocole SAR, consistant à mesurer le signal d'OSL avec une puissance augmentant linéairement avec le temps (OSL LM), a permis d'obtenir des paléodoses indépendantes de la température pour les échantillons DRS6 et DRS7. Pour DRS5 et DRS8, aucune paléodose n'a pu être pour l'instant estimée de façon fiable. Ces résultats sont résumés dans le tableau IV-2.

| Echantillon | | TL basse T° | TL haute T° | OSL CW | | OSL LM | |
|-------------|---------|-------------------------------|--------------------|------------------------------|-------------|-----------------------|---------------------|
| | | | | plateau de préchauffe | | plateau de préchauffe | |
| DRS2 | | changement à la remise à zéro | | 180-280 | 55.3 +- 2.5 | 220-300 | 61.5 +- 4.0 |
| DRS1 | A | 56.3 +- 1.2 | 62.7 +- 1.7 | pas de plateau de préchauffe | | signal trop faible | |
| | N | 50.4 +- 7.0 | 66.8 +- 1.1 | | | | |
| | moyenne | 53.4 +- 4.1 | 64.8 +- 1.4 | | | | |
| DRS3 | A | 63.5 +- 8.3 | 62.4 +- 5.7 | 200-260 | 50.6 +- 2.1 | 160-300 | 54.7 +- 5.4 |
| | N | trop linéaire | | | | | |
| DRS6 | | changement à la remise à zéro | | pas de plateau de préchauffe | | 200-280 | 59.1 +- 2.1 |
| DRS 7 | | changement à la remise à zéro | | pas de plateau de préchauffe | | 220-300 | 104.3 +- 6.7 |
| DRS5 | | changement à la remise à zéro | | pas de plateau de préchauffe | | signal trop faible | |
| DRS8 | | changement à la remise à zéro | | pas de plateau de préchauffe | | signal trop faible | |

Tableau IV-2 : Bilan des paléodoses obtenues pour l'ensemble des échantillons par les différentes techniques et protocoles. Les paléodoses indiquées en gras sont celles utilisées pour le calcul de l'âge.

IV. Débit de dose interne

Comme indiqué à la fin du chapitre II, le débit de dose interne des échantillons de Diepkloof a été calculé en appliquant le modèle de répartition précédemment détaillé, dans lequel les radioéléments sont uniformément distribués à l'extérieur des grains de quartz.

1. Concentrations moyennes en U, Th, K

Les concentrations moyennes en radioéléments U, Th et K des quartzites et de la silcrète, déterminées par activation neutronique, sont portées dans le tableau IV-3. Les teneurs des quartzites vont de 0.43 à 0.85 ppm pour l'uranium et sont cinq à sept fois plus élevées pour le thorium (2.27 à 5.86 ppm). Les teneurs en potassium vont de 0.04 à 0.37%. Pour la silcrète DRS3, les teneurs sont de 1.73 ppm en U, 0.05% en K et 3.64 ppm en Th.

| échantillon | U (ppm) : | Th (ppm) : | K (%) : |
|-------------|-----------|------------|---------|
| DRS1 | 0.75 | 4.02 | 0.25 |
| DRS2 | 0.53 | 2.81 | 0.04 |
| DRS6 | 0.43 | 2.27 | 0.21 |
| DRS7 | 0.85 | 5.86 | 0.37 |
| DRS3 | 1.73 | 3.64 | 0.05 |

Tableau IV-3 : Concentrations en radioéléments déterminées par activation neutronique à partir d'aliquotes de 100 mg. Celles-ci proviennent de la même poudre que celle utilisée déterminer la paléodose.

2. Distribution des radioéléments

Observation de la répartition de l'uranium

Une cartographie de l'uranium par la technique des traces de fission a été réalisée par Madeleine Sélo. Seules les quartzites ont pu être étudiées (la silcrète DRS3 était trop petite pour fournir le fragment nécessaire à l'étude). Les cartes obtenues montrent que l'uranium est réparti sous forme de petites concentrations localisées sur des plages de quelques centaines de micromètres de diamètre, aux teneurs très variables. La carte détaillée des concentrations obtenues pour l'échantillon DRS5 par exemple, montre que ces teneurs vont de <5 ppm à >800 ppm, et que les points chauds s'étendent sur des surfaces allant de *c.a.* 10 à 150 de μm de diamètre. Ils sont par ailleurs distants en moyenne de *c.a.* $350\mu\text{m}^3$.

Conséquence sur le lien entre uranium et phosphates

La configuration des points chauds dans les différentes roches, associée aux teneurs moyennes assez faibles en uranium, suggère que les phosphates n'ont pas été un agent important dans le transport de ce radioélément. L'uranium est plus probablement associé aux minéraux lourds présents. Nous pouvons en conclure que si les phosphates se sont introduits dans les roches postérieurement au dépôt des couches, ils sont peu susceptibles d'être à l'origine d'une quelconque évolution du débit de dose interne.

3. Calcul du débit de dose interne

Les débits de dose internes calculés avec le modèle statistique utilisé sont portés dans le tableau IV-4 (colonnes de gauche). A l'exception de l'échantillon DRS3, la contribution des alpha au débit de dose interne reste faible ($< 22 \pm 2 \mu\text{Gy/a}$) et n'excède pas 6 %. Pour DRS3, la contribution alpha s'élève à 52 % ou à 42 % du débit de dose interne, selon que l'on considère l'une ou l'autre des efficacités alpha (S-alpha), déterminées par TL ou par OSL, respectivement.

Rappelons que le modèle conduit théoriquement à un débit de dose maximal et que deux sources d'erreur principales doivent être considérées : 1) une erreur due au fait que le modèle ne représente pas exactement la réalité ; 2) une erreur due à la détermination des facteurs f_i lors de

³ Valeur estimée à partir du nombre total de points chauds (186) sur la surface examinée ($3.1 \times 5.4 \text{ mm}^2$). Il est ainsi difficile de lui attribuer un écart type.

l'analyse des lames minces. Pour la silcrète DRS3, nous constatons (tableau IV-4 ; colonnes de droite) qu'une erreur sur le modèle entraînerait une erreur importante sur le débit de dose interne. Cependant, cet échantillon a une matrice fine susceptible de contenir les radioéléments de façon plus uniforme que les quartzites à gros grains de quartz et l'on peut donc penser que le modèle de répartition utilisé est bien adapté à cet échantillon.

En revanche, pour les quartzites, les cartes des traces de fission ont montré qu'un modèle à points chauds serait a priori plus proche de la réalité. Cependant, comme les grains de quartz de ces quartzites ont des diamètres supérieurs à 100 μm , l'atténuation de la dose alpha est importante et sa contribution au débit de dose interne total est faible. En conséquence, une erreur commise sur le modèle n'aura qu'un impact mineur sur l'estimation du débit de dose alpha. Cependant, l'erreur sur le débit de dose bêta serait plus importante : elle diminuerait de 22% pour DRS2 si l'on considérait, au lieu de la répartition uniforme envisagée, des points chauds distants de 1000 μm . Bien que cette hypothèse soit envisageable, ainsi que toute autre pour laquelle la distance moyenne entre points chauds serait comprise entre 0 et 1000 μm , nous n'avons actuellement aucune raison pour préférer l'une à l'autre. Aussi, nous semble-t-il plus raisonnable actuellement de privilégier le modèle standard sachant qu'il conduit à des débits de dose maximum et donc, à des âges minimum.

Enfin, nous avons déjà mentionné (chapitre III/§ III-3) que l'erreur sur la granulométrie conduisait à une erreur minime sur le débit de dose. Par exemple, une sous-estimation systématique de 200 μm de la granulométrie de DRS2 conduirait à une erreur de seulement 1% sur le débit de dose bêta.

| | modèle utilisé pour le calcul de l'âge | | | | modèle de répartition en points chauds distants de 1000 μm | | | |
|--------------------|--|----|------|----|---|----|------|----|
| | alpha | +- | bêta | +- | alpha | +- | bêta | +- |
| DRS2 | 7 | 1 | 140 | 6 | 2 | 1 | 110 | 5 |
| DRS1 | 22 | 2 | 361 | 22 | 4 | 1 | 255 | 16 |
| DRS3 (S-alpha TL) | 413 | 42 | 373 | 26 | 12 | 1 | 232 | 16 |
| DRS3 (S-alpha OSL) | 275 | 28 | 373 | 26 | 8 | 1 | 232 | 16 |
| DRS6 | 6 | 1 | 238 | 16 | 2 | 1 | 183 | 12 |
| DRS7 | 16 | 2 | 470 | 30 | 5 | 1 | 357 | 23 |
| DRS5 | 6 | 1 | 190 | 12 | 2 | 1 | 151 | 10 |
| DRS8 | 11 | 1 | 197 | 11 | 4 | 1 | 153 | 9 |

Tableau IV-4: Débits de dose alpha et bêta calculés à partir du modèle statistique dans lequel les radioéléments sont répartis uniformément à l'extérieur des grains de quartz. Les débits calculés pour un modèle à points chauds distants de 1000 μm sont présentés afin de montrer comment évoluent les débits selon les paramètres du modèle. Les débits de dose de DRS3 sont indiqués pour deux valeurs de S-alpha (déterminées par TL ou par OSL).

V. Débit de dose externe

1. *Variation spatiale du débit de dose gamma*

Dix dosimètres (SO_4Ca) ont été placés dans les coupes à proximité des échantillons prélevés pendant des périodes de 298 ou 364 jours ; une mesure a également été effectuée grâce à un spectromètre gamma de terrain (cristal NaI, chapitre II). Les valeurs des débits de dose gamma déduits, prenant en compte l'atténuation par l'eau au moment des mesures, vont de 499 ± 7 à 904 ± 17 $\mu\text{Gy/a}$ (incertitudes statistiques) et l'on peut noter que des variations importantes existent sur de courtes distances (quelques dizaines de centimètres). Par exemple, on peut constater sur la figure IV-14 que les dosimètres n°2 et n°3, distants de 40 cm seulement, ont enregistré des débits de dose gamma de 587 et 759 $\mu\text{Gy/a}$ respectivement. En conséquence, comme les dosimètres ne se trouvent pas exactement aux emplacements qu'occupaient les échantillons lithiques, il nous semble peu pertinent d'utiliser les débits de dose gamma enregistrés par les dosimètres pour calculer les âges.

Nous avons analysé par spectrométrie gamma de laboratoire des échantillons de sédiment prélevés à proximité de chaque échantillon lithique. Les mesures ont été réalisées par Jean-Louis Reyss (LSCE) au laboratoire souterrain de Modane. Ces analyses (tableau IV-5) ont montré que la forte variabilité du débit de dose gamma était sans doute due au potassium qui, dans tous les cas examinés, induit plus de 40% du débit de dose total, et qui par ailleurs varie de $\pm 50\%$ d'un échantillon à l'autre. Notons qu'il n'est pas non plus possible d'utiliser ces analyses pour déduire le débit de dose gamma applicable à l'échantillon lithique associé : en effet, chaque échantillon de sédiment ne pesant qu'une centaine de grammes à peine, il n'est que peu représentatif du sédiment contenu dans la sphère de 30 cm de diamètre située autour de l'échantillon daté, et d'où proviennent l'ensemble des gamma qui l'irradient.

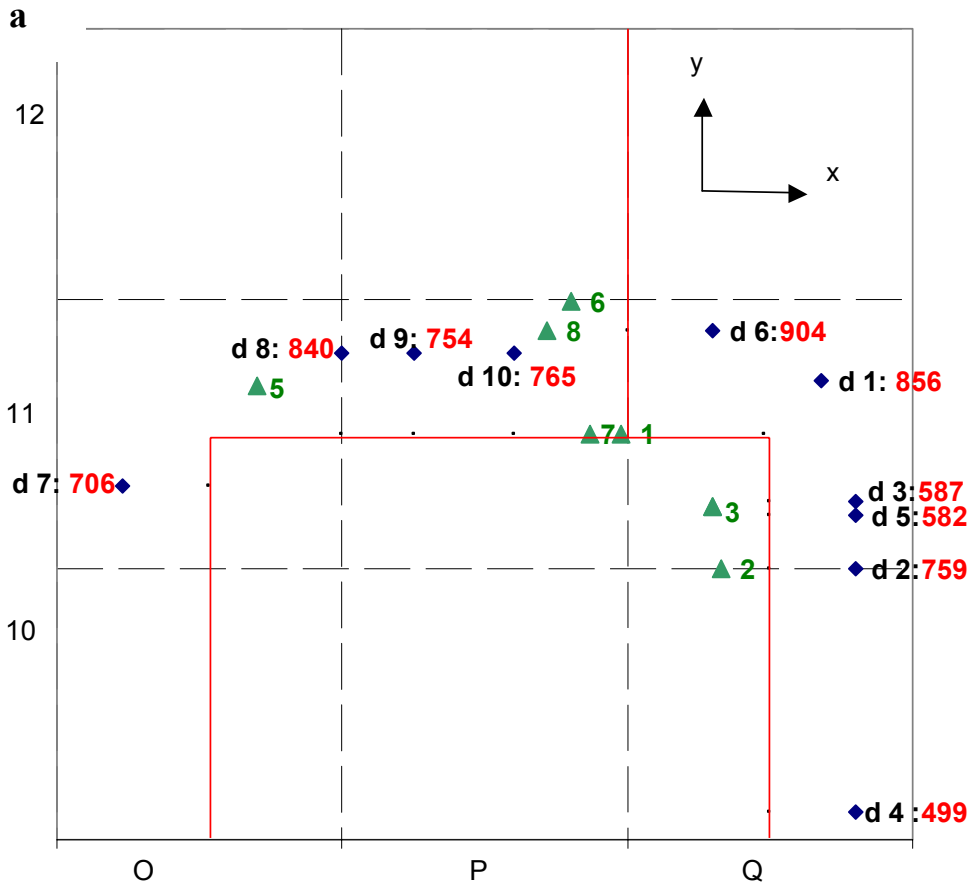
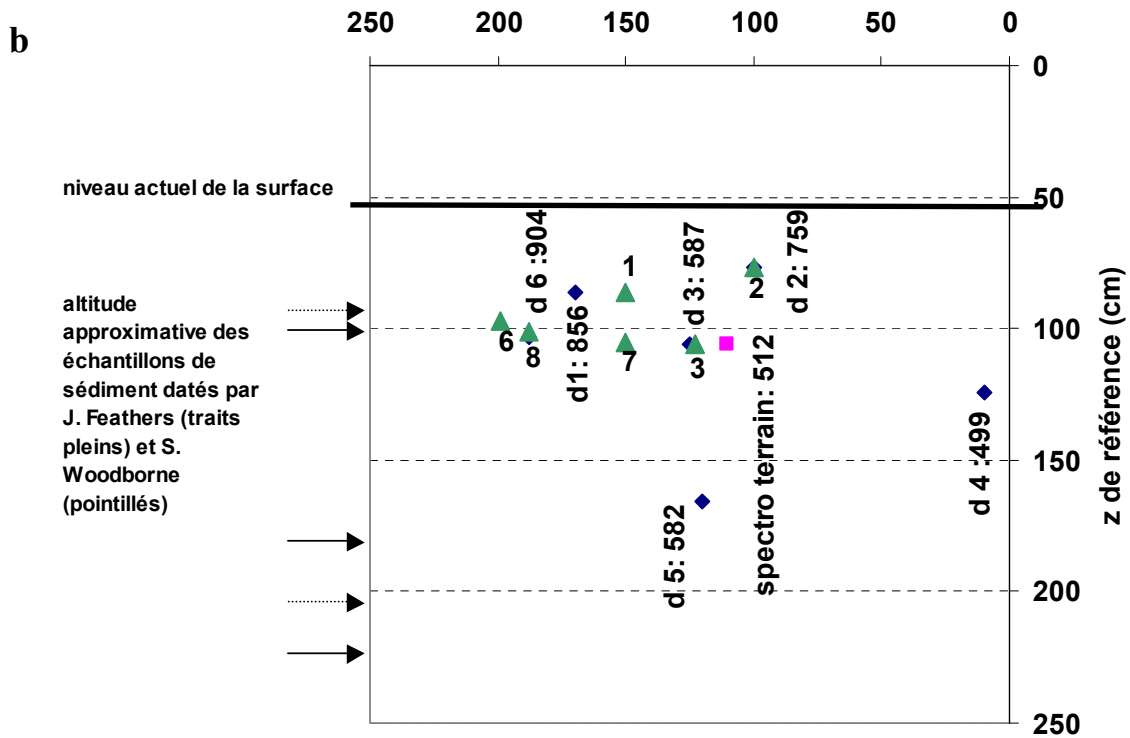


Figure IV-14: Projections horizontale (a) et verticale (b) de l'emplacement des échantillons lithiques (triangles) et des dosimètres (losanges), et positionnement de la mesure effectuée avec un spectromètre gamma de terrain (carré). Chaque carré fait 1m de côté. Les débits de dose gamma déduits (en $\mu\text{Gy/a}$), tenant compte de l'humidité actuelle du terrain, sont indiqués. Ils ont été calculés en tenant compte du fadage et de la self-dose du CaSO_4 , de la contribution des rayons cosmiques et de l'atténuation par le cuivre des gamma de basse énergie.



| échantillon lithique associé | 234Th | | 226Ra | | 210Pb | | 228Ra | | 228Th | | 40K | | Th/Ra | U | Th | K | dose gamma annuelle déduite | humidité | dose gamma annuelle déduite |
|------------------------------|----------------|--------|-------|--------|-------|--------|-------|--------|-------|--------|------|--------|----------|-----|---|-----|-----------------------------|------------------|-----------------------------|
| | activité dpm/g | | | | | | | | | | | | teneur % | | débits de dose déduits $\mu\text{Gy/a}$ | | | $\mu\text{Gy/a}$ | |
| DRS1 | 1.38 | ± 0.14 | 0.90 | ± 0.02 | 0.90 | ± 0.20 | 0.86 | ± 0.04 | 0.88 | ± 0.02 | 2.83 | ± 0.04 | 1.53 | 137 | 174 | 687 | 998 | 6.8% | 926 |
| DRS2 | 1.06 | ± 0.13 | 0.86 | ± 0.02 | 1.01 | ± 0.14 | 0.77 | ± 0.03 | 0.83 | ± 0.02 | 1.23 | ± 0.03 | 1.23 | 131 | 160 | 299 | 591 | 7.0% | 547 |
| DRS3 | 0.75 | ± 0.07 | 0.61 | ± 0.01 | 0.53 | ± 0.07 | 0.62 | ± 0.02 | 0.62 | ± 0.01 | 1.51 | ± 0.02 | 1.23 | 93 | 124 | 366 | 583 | 8.0% | 535 |
| DRS5 | 0.85 | ± 0.10 | 0.80 | ± 0.02 | 0.84 | ± 0.12 | 0.67 | ± 0.03 | 0.68 | ± 0.02 | 1.31 | ± 0.03 | 1.06 | 126 | 135 | 319 | 580 | 11.1% | 515 |
| DRS8 | 0.61 | ± 0.10 | 0.56 | ± 0.03 | 0.60 | ± 0.30 | 0.62 | ± 0.03 | 0.60 | ± 0.02 | 3.51 | ± 0.05 | 1.09 | 89 | 122 | 854 | 1065 | 12.5% | 932 |
| DRS9 | 1.05 | ± 0.10 | 1.00 | ± 0.02 | 1.00 | ± 0.10 | 0.82 | ± 0.02 | 0.96 | ± 0.02 | 1.07 | ± 0.02 | 1.05 | 157 | 178 | 261 | 595 | | |

Tableau IV-5 : Résultat des analyses par spectrométrie gamma à bas bruit de fond sur des échantillons de sédiment. Les échantillons ont été étuvés à 100 °C avant d'être analysés. Les débits de dose indiqués pour l'uranium sont calculés à partir de la moyenne des teneurs en 234Th et 226Ra quand il y a équilibre, et à partir des teneurs en 226Ra lorsqu'il y a déséquilibre (puisque les éléments post-radon fournissent 95% de la dose). Les débits de dose prenant en compte l'atténuation due à l'eau ont également été calculés (dernière colonne). Ces débits de dose sont présentés à titre indicatif mais ne peuvent être utilisés directement dans l'équation d'âge car l'échantillon analysé, préparé à partir d'une centaine de grammes de sédiment, n'est pas représentatif de l'environnement de l'échantillon lithique associé, le volume de sédiment concerné par le rayonnement gamma étant une sphère de 30 cm de diamètre. Ces analyses permettent d'évaluer la contribution relative des différentes familles radioactives : le potassium, par exemple, contribue à plus de 40 % du débit de dose total.

2. Variation temporelle du débit de dose externe

Les analyses par spectrométrie gamma des échantillons de sédiment ont aussi permis de contrôler l'état d'équilibre des familles radioactives et donc d'obtenir de l'information sur l'évolution du débit de dose gamma au cours du temps. Nous avons ainsi pu constater un déséquilibre dans la famille de l'uranium pour trois échantillons de sédiment (associés à DRS1, DRS2 et DRS3 ; tableau IV-5). L'origine de ce déséquilibre n'a cependant pu être déterminée. Les analyses géologiques exposées au début de ce chapitre suggèrent toutefois que les percolations sont peu importantes à Diepkloof. Or, comme l'eau est le principal agent pouvant entraîner une mobilité des radioéléments, en particulier de l'uranium et du potassium, on peut faire l'hypothèse que ces derniers n'ont été que peu mobilisés et par conséquent, que le débit de dose actuel est vraisemblablement voisin du débit de dose qui a prévalu au cours de l'enfouissement des échantillons lithiques.

3. Débit de dose cosmique

Le débit de dose cosmique a été mesuré grâce à un spectromètre de terrain. Comme on pouvait s'y attendre du fait de l'épaisseur de la voûte (plusieurs dizaines de mètres), la valeur est faible : $11 \pm 2 \mu\text{Gy/a}$ en surface, entre la zone de fouille et la limite de la falaise, et $5 \pm 1 \mu\text{Gy/a}$ à 1m de profondeur dans la coupe de la section nord (Q9/Q11).

VI. Calcul des âges et discussion

1. Détermination d'un intervalle d'âge

Les grandes variations spatiales du débit de dose gamma font que les doses enregistrées par les dosimètres peuvent ne pas être représentatives des doses réellement reçues par les échantillons lithiques. Ceci est probablement la cause de la forte dispersion des âges obtenus. Ceux-ci s'étalent en effet de 46 ± 5 à 78 ± 8 ka (tableau IV-6).

Pour contraindre davantage la période de mise en place des dépôts, nous avons tenté de définir à partir de nos données, l'intervalle de temps le plus probable en considérant les débits

| | S-alpha teneurs internes $\mu\text{Gy}/1000$ alpha.cm^2 U (ppm) : Th (ppm) : K (%) : | | | | débits de dose internes | | | débits de dos externe | | débit de dose total | | paléodose | | | Age | |
|------|---|-------|------|-------|-------------------------|------------------|-----|-----------------------|----|---------------------|----|-----------|-----|---|-----|---|
| | gamma | alpha | beta | gamma | cosmique | $\mu\text{Gy/a}$ | +/- | technique | Gy | +/- | ka | +/- | | | | |
| DRS2 | 5.4 | 0.53 | 2.81 | 0.04 | 26 | 7 | 140 | 660 | 5 | 839 | 66 | OSL-LM | 62 | 4 | 73 | 8 |
| DRS1 | 6.5 | 0.75 | 4.02 | 0.25 | 57 | 22 | 361 | 710 | 5 | 1155 | 75 | TL | 65 | 1 | 56 | 5 |
| DRS3 | 12.6 | 1.73 | 3.64 | 0.05 | 19 | 413 | 373 | 558 | 5 | 1367 | 75 | TL | 62 | 6 | 46 | 5 |
| DRS3 | 8.4 | 1.73 | 3.64 | 0.05 | 19 | 275 | 373 | 558 | 5 | 1229 | 68 | OSL-LM | 55 | 5 | 44 | 5 |
| DRS6 | 5.9 | 0.43 | 2.27 | 0.21 | 19 | 6 | 238 | 823 | 5 | 1090 | 83 | OSL-LM | 59 | 2 | 54 | 5 |
| DRS7 | 5.5 | 0.85 | 5.86 | 0.37 | 61 | 16 | 470 | 786 | 5 | 1338 | 84 | OSL-LM | 104 | 7 | 78 | 8 |

Tableau IV-6 : Bilan des données utilisées pour le calcul des âges. Les débits de dose gamma externes sont ceux déduits des enregistrements effectués grâce aux dosimètres au sulfate de calcium associés à chaque échantillon, et tiennent compte du facteur d'atténuation dépendant de la forme et de la masse de chaque échantillon lithique. Les débits de dose gamma internes tiennent également compte de ce facteur. Les débits de dose alpha sont indiqués en équivalent bêta (c'est-à-dire que le facteur de sensibilité S-alpha est pris en compte). Les techniques utilisées pour déterminer les paléodoses sont : TL (thermoluminescence, pic haute température) ou OSL-LM (luminescence stimulée optiquement, technique de modulation linéaire). Notons que pour DRS3, la différence entre les S-alpha TL et OSL (et donc entre les débits de dose alpha équivalent bêta) semble être compensée par celle des paléodoses. Nous n'avons pas rencontré de cas similaires pour d'autres échantillons et n'avons pas de justification théorique à proposer pour le moment.

extrêmes. Pour cela, nous avons supposé que :

- les échantillons ont des âges voisins puisqu'ils proviennent du même ensemble sédimentaire
- la dispersion des âges est due uniquement aux problèmes de détermination du débit de dose externe.

Avec un débit de dose gamma maximal, les âges calculés sont des minima possibles pour chaque échantillon. Cependant, le plus grand de ces âges ne peut pas être plus petit puisqu'il faudrait alors que le débit de dose gamma soit plus grand encore, ce qui est contraire à l'hypothèse de départ. Cet âge fixe donc la limite inférieure de l'intervalle recherché. Inversement, le raisonnement peut être fait en considérant le débit de dose minimal : le plus petit des âges obtenus correspond alors à la limite supérieure de l'intervalle.

Pour Diepkloof, le débit de dose maximal choisi a été $1400\mu\text{Gy/a}$, qui est sans doute une valeur surestimée puisque le débit de dose maximal obtenu sur une petite portion de sédiment sec ne dépasse pas $1100\mu\text{Gy/a}$ et que les débits de doses enregistrés sur le terrain ne dépassent pas $1000\mu\text{Gy/a}$. Le débit de dose minimal choisi a été $300\mu\text{Gy/a}$; cette valeur est ainsi inférieure au débit le plus faible enregistré. L'intervalle d'âge déduit de ces valeurs repose alors sur les échantillons DRS3 et DRS7. Il s'étend de 50 à 55 ka (fig. IV-15) et est compatible avec les résultats obtenus par ailleurs pour DRS1 et DRS6 en utilisant le débit de dose déduit des dosimètres associés (56 ± 5 et 54 ± 4 ka).

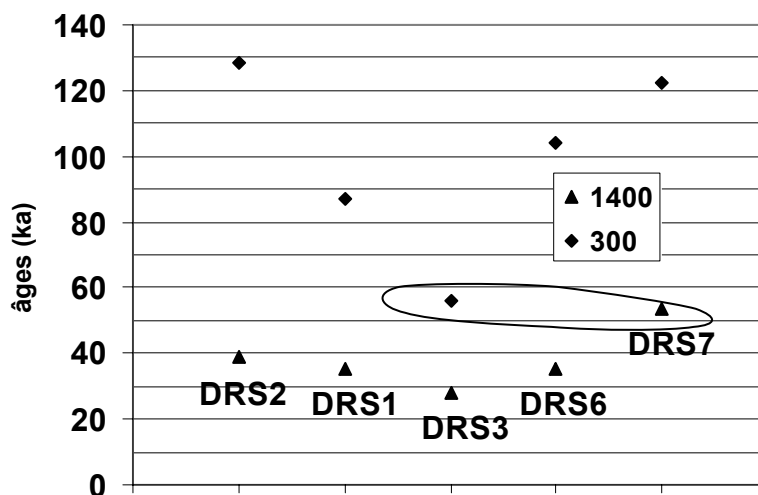


Figure IV-15 : Evolution de l'âge des échantillons suivant les hypothèses extrêmes sur le débit de dose gamma, indiqué en légende en $\mu\text{Gy/a}$. Les points entourés sont ceux discutés dans le texte.

Il est en fait possible que la dispersion des âges ait d'autres sources que celle de la mauvaise évaluation du débit de dose externe. En effet, les âges peuvent par exemple être sous-estimés du fait de l'utilisation du modèle de répartition des radioéléments dans les roches. Si nous avons

considéré des points chauds distants de 1000 μ m (ce qui peut être considéré comme une hypothèse extrême), les âges calculés pour DRS1 et DRS6 seraient respectivement de 63 ± 5 et 57 ± 5 ka (au lieu de 56 ± 5 et 54 ± 5 ka calculés avec les dosimètres associés). En tenant compte de cette hypothèse, l'intervalle "le plus probable" serait ainsi 55-65ka.

2. Comparaison avec d'autres données radiométriques

Notons que l'intervalle de 55-65 ka reste inférieur à celui proposé en OSL par Feathers et Woodborne (Feathers *et al*, in prep), centré sur 70 ka. Ces deux auteurs ont travaillé sur des échantillons de sédiments prélevés dans les mêmes carrés que nos échantillons, à des profondeurs similaires ou supérieures (fig. IV-13). Pour cette étude, les mesures du débit de dose gamma n'ont pas été effectuées *in situ*, mais au laboratoire, sur différents constituants des couches (sédiments, roches, sels, charbons etc...), et le débit de dose a été calculé par reconstitution de l'environnement de l'échantillon prélevé. Etant donné la complexité de la succession des couches et la variabilité des teneurs des différents constituants, le bon accord entre les âges obtenus par ces deux auteurs, indépendamment l'un de l'autre, est presque étonnant. Cependant, nous pouvons signaler que les débits de doses gamma qu'ils ont utilisés sont globalement inférieurs à ceux que nous avons mesurés directement sur le site : Feathers trouve ainsi des débits de 420 à 534 μ Gy/a et Woodborne, de 395 à 251 μ Gy/a, alors que nos valeurs, mesurées *in situ*, vont de 499 à 904 μ Gy/a. Les valeurs basses qu'ils ont obtenues sont en partie dues à l'utilisation d'un fort facteur d'atténuation pour les gamma qui a été évalué d'après les teneurs en eau et en matière organique (teneurs déduites de la perte de masse après chauffe à haute température), ces dernières pouvant atteindre 30% de la masse totale de sédiment. Cependant, comme la matière organique n'avait pas été retirée du sédiment avant que celui-ci ne soit analysé par spectrométrie gamma et alpha, on peut s'interroger sur la pertinence du facteur d'atténuation utilisé. Il est donc possible que les concentrations déduites soient sous-estimées (Feathers, communication personnelle). Dans ce cas, l'ensemble des débits de doses (alpha et bêta inclus) seraient également sous-estimés et les âges proposés par les deux auteurs seraient surestimés. L'hypothèse d'un âge inférieur à 70 ka reste donc plausible.

Conclusion

Compte tenu des informations disponibles, la meilleure estimation de l'âge des échantillons de Diepkloof associés au techno-faciès de l'Howieson's Poort est l'intervalle 55-65 ka. L'étude doit

cependant être poursuivie pour valider cette hypothèse. Il faut espérer que d'autres secteurs du gisement non encore explorés présenteront une variabilité de dose gamma plus faible (ce pourrait être le cas pour la zone des dosimètres n°7 à 10). Par ailleurs, un plus grand nombre d'échantillons datés permettrait d'écarter ceux dont l'étude est particulièrement délicate. La poursuite de ce travail a déjà commencé puisque 18 nouveaux échantillons ont été prélevés lors de la campagne de novembre 2002, et 7 nouveaux dosimètres ont été placés sur le site.

Chapitre V : Klasies River

Introduction

Nous avons déjà mentionné le site de Klasies River à de nombreuses reprises au cours du premier chapitre : sa puissance stratigraphique et la découverte d'ossements attribués à des *Homo sapiens* anciens en font un site exceptionnel. Il a aussi joué un rôle essentiel dans la définition de la séquence typochronologique du MSA (ex : Volman, 1984), et dans le débat sur les capacités cynégétiques des hommes de cette période (ex : McBrearty et Brooks, 2000). Klasies River est donc un gisement de référence pour l'étude du MSA sud africain.

Nous présentons dans ce chapitre l'étude chronologique effectuée sur une vingtaine de quartzites prélevées dans ce gisement, et plus particulièrement dans les niveaux associés au technofaciès Howieson's Poort. La difficulté de cette étude est principalement due au fait qu'elle a été réalisée longtemps après l'arrêt des fouilles. Ceci a rendu délicat le positionnement des dosimètres par rapport aux échantillons sélectionnés et il a fallu se préoccuper de l'effet de l'exposition prolongée des échantillons à la lumière après leur découverte.

I. Le gisement

Klasies River (34°06'S, 24°24'E) se situe sur la côte Tsitsikama, à l'ouest du cap Saint-Francis et à 35 km de Humansdorp. Ce gisement est constitué d'une série de grottes distantes de plusieurs centaines de mètres, creusées dans la falaise côtière qui, au plan géologique, est rattachée au groupe quartzique de la Table Mountain (fig. V-1). Le site principal comprend les grottes nommées 1B, 1C et 1 situées à un niveau de + 6 m au-dessus de l'océan et 1A et 2, à +18m (fig.V-2).

Les fouilles ont tout d'abord été conduites par Singer et Wymer en 1967 et 1968 (Singer et Wymer, 1982) puis elles ont été reprises par Deacon de 1984 à 1999 (Deacon *et al.*, 1986 ; Deacon et Geleinjse, 1988 ; Deacon 1989, 1993, 1995).

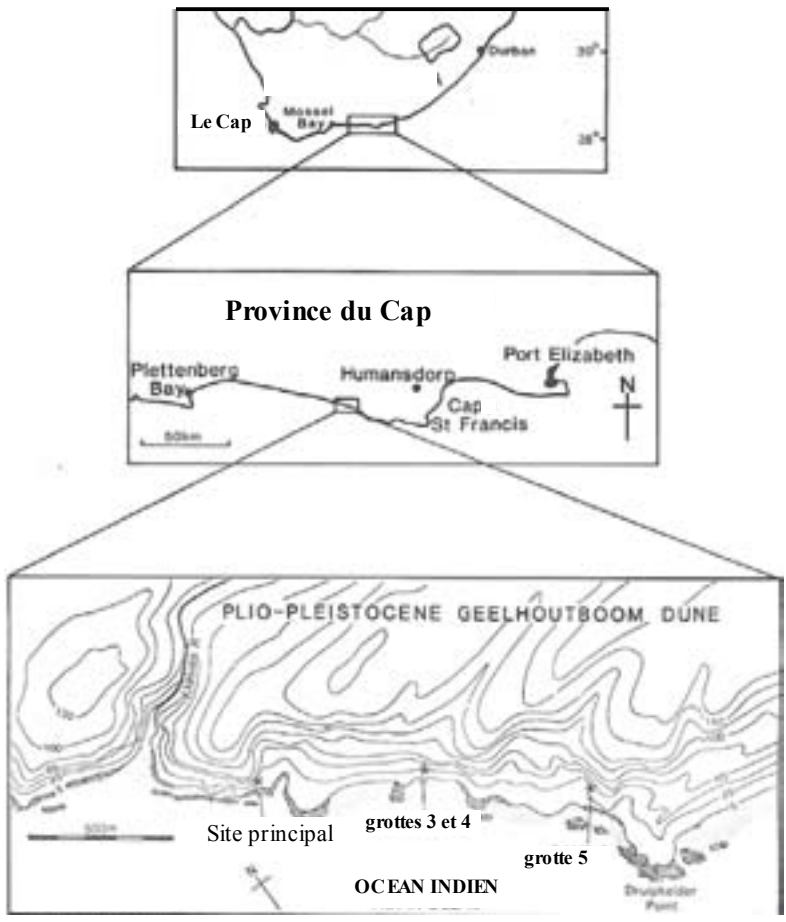


Figure V-1: Localisation du site de Klasies River ; d'après Deacon et Geleijnse (1988).

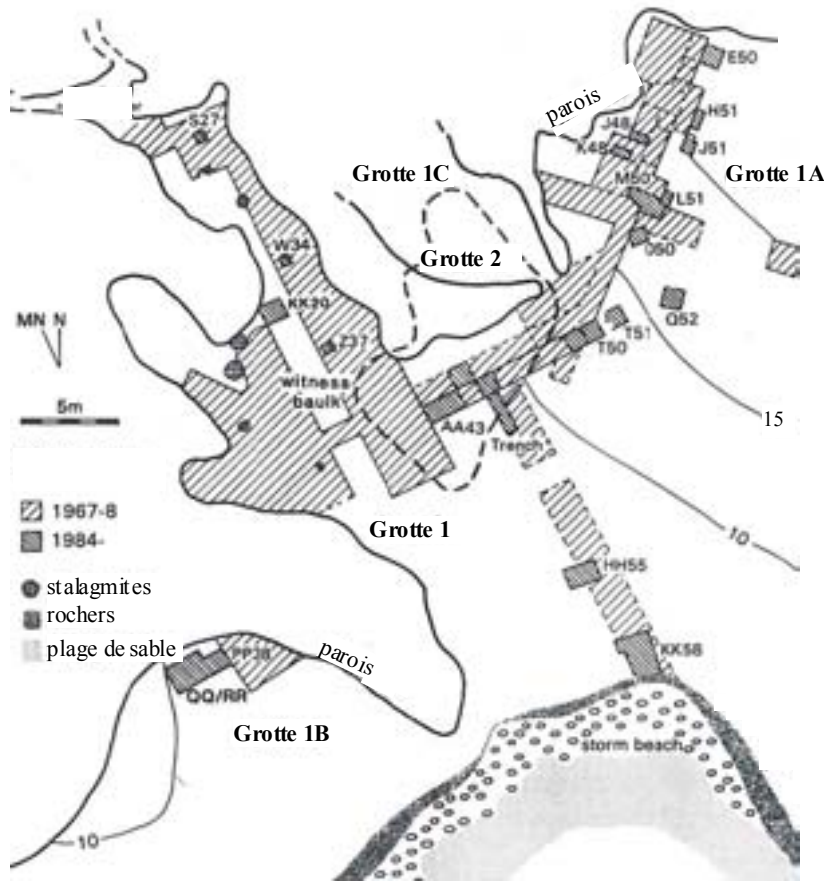


Figure V-2: Plan du site principal et localisation des différentes zones de fouilles menées par Singer et Wymer (1967-1968) et Deacon (1984-1988); d'après Deacon et Geleijnse (1988).

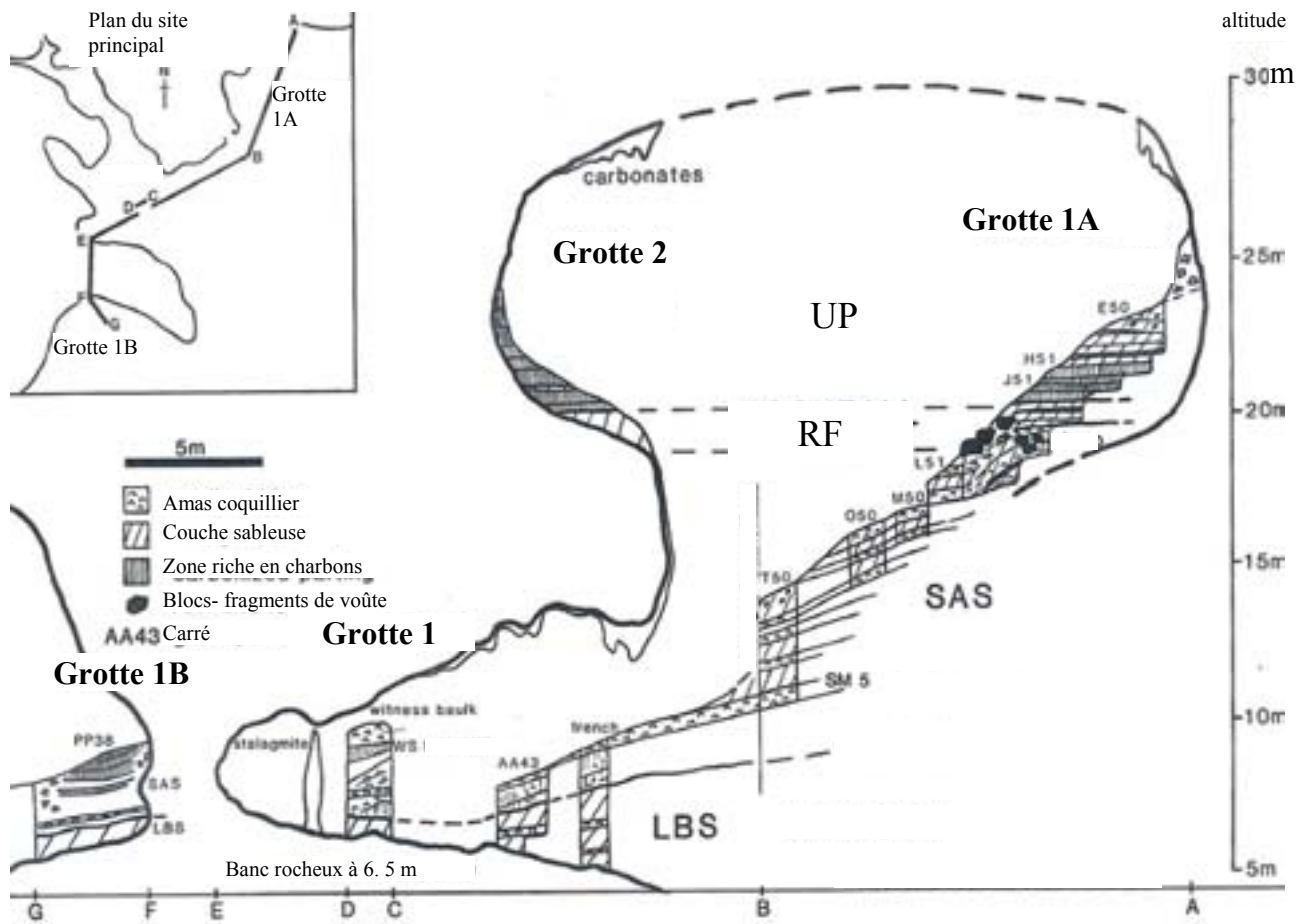


Figure V-3: Schéma d'une coupe verticale du site principal. Les différents ensembles définis par Deacon sont indiqués ; d'après Deacon et Geleijnse (1988).

1. Stratigraphie

Plusieurs auteurs se sont intéressés à la stratigraphie de Klasies River et à son interprétation. Alors que Singer et Wymer (1982) ont défini une quarantaine de niveaux dans les différentes grottes, Deacon a regroupé les couches en quatre ensembles principaux, en se fondant sur la lithologie et la typologie (fig. V-3 et tableau V-1). Schématiquement, la séquence sédimentaire de Klasies peut être représentée sous la forme d'un cône de 16 m de hauteur, développé principalement en avant de la falaise, mais aussi dans les grottes. Selon l'interprétation proposée par Deacon et Geleijnse (1988) (voir tableau V-1 pour des détails complémentaires), l'ensemble LBS à la base, associé au MSA I, a été tout d'abord déposé à l'intérieur et devant les grottes 1B et 1. Les sables qui le composent proviennent de la plage toute proche qui se serait formée pendant la régression du stade isotopique 5d. A la fin de cet épisode, une période de hiatus sédimentaire est marquée par le développement de spéléothèmes. L'ensemble SAS qui se développe ensuite est associé au MSA II : c'est l'ensemble le plus important puisque son épaisseur atteint une dizaine de mètres. Le sédiment qui le compose proviendrait de la dune fossile Geelhoutboom située au-dessus de la falaise, à l'aplomb du gisement. L'accumulation du sédiment, tout en permettant l'accès aux grottes 1A et 2, aurait bloqué celui des grottes 1 et 1B. Le remplissage de celles-ci dériverait alors de l'écoulement du sédiment le long de la pente du cône ("foot slope chamber"). Au-dessus de l'ensemble SAS, l'ensemble RF est composé de sables quasi stériles. Enfin, l'ensemble UP, que l'on trouve à l'intérieur et devant les grottes 1A et 2, contient de l'Howieson's Poort puis du MSA III. Les niveaux Howieson's Poort sont caractérisés par une très forte concentration de matériaux brûlés.

Après une longue période d'abandon du site par l'Homme, la remontée de la mer lors de l'Holocène aurait conduit à une érosion importante du cône dont les deux-tiers auraient disparu. Ceci aurait eu pour effet de déconnecter la grotte 1B du reste de la séquence et de dégager l'accès de la grotte 1 que des Hommes du LSA, il y a moins de 5000 ans, ont ainsi pu occuper.

| nomenclature des couches ou des ensembles | | | | description / interprétation | attribution culturelle |
|---|-----------------------------|-----------------|-------|--|------------------------------|
| Deacon | | Singer et Wymer | | | |
| | | KRM1 | KRM1A | | |
| | | 1-12 | | Grand hiatus entre 12 et 13 (Butzer, 1982) avec formation de plancher stalagmitique et absence de sédimentation. | LSA |
| WS | | 13 | | Sables clairs ; sans doute en position secondaire, comme les couches 14 et 15 de la grotte 1. | MSA IV |
| UP | | | 1-9 | 2 à 4 m d'épaisseur; grande densité d'artefacts, nombreux foyers. Des restes d'os, coquillages et artefacts lithiques sont cimentés dans la paroi jusqu'à 5 m au-dessus du sommet de la couche 1, indiquant une forte érosion... Les couches 1 à 9 sont beaucoup plus sableuses et moins riches en matériaux carbonisés que les couches 10 à 21. | MSA III |
| | | | 10-21 | | HP |
| RF | | | 22 | 1 m d'épaisseur; constitué de sable brun rouge et de nombreux blocs et fragments de roche. | stérile ou HP ou MSA II rare |
| SAS | | | 23-33 | 10 m d'épaisseur dans et/ou devant la grotte 1A. Des sables fins, cendres et amas coquilliers s'intercallent. Les traces d'occupation humaine sont nombreuses. C'est dans cet ensemble que la plupart des ossements humains de Klasies ont été découverts. | MSA II |
| | SASR | 14 | | Suite du fonctionnement en drainage, nombreux fragments de roche. | |
| | SASW | 15 | | "Foot slope chamber" : le cône d'accumulation de sédiment qui se forme devant les grottes commence à s'éroder et à remplir le sommet de la grotte KRM1. | |
| | SASU | 16 | | Foyers, amas coquillier à l'entrée de la grotte 1. Occupation humaine directe. | |
| | SASB | 17 | | | |
| SAS | SCB2 YS1 YS1B SCB1 | 37 | | Le placement de la couche 37 par rapport aux ensembles LBS et SAS est discuté: elle serait culturellement rattachée à LBS, mais semble plus tardive (Bada 1975, Goede et Hitchman 1987), et lithologiquement rattachée à SAS... Un ensemble RBS a été créé puis abandonné pour ce niveau. | MSA I |
| LBS | | 38 | | Sable brun clair intercalé avec des niveaux discrets d'amas coquilliers et de "foyers" contenant artefacts, faune et restes humains. Un deuxième plancher stalagmitique a commencé à se former au-dessus de la couche 38. | |
| | | 39-40 | | Plage de galets recouverte d'un plancher stalagmitique d'où s'élèvent de très larges stalagmites. | stérile |
| roche mère | | | | | |

Tableau V-1: Description schématique de l'organisation stratigraphique de Klasies River. La grotte 1B ne contiendrait que la partie initiale du dépôt, très condensé par rapport à la grotte 1A (LBS et SAS) et la grotte 2, une partie de l'ensemble RF et surtout UP. L'interprétation donnée est celle de Deacon et Geleijnse (1988), mais certains auteurs (Singer et Wymer 1982, Butzer 1982, Hendey et Volman 1986) en ont proposé d'autres, par exemple en ce qui concerne la nature primaire ou secondaire des couches 13 à 17 dans la grotte KRM1 (et par conséquent en ce qui concerne l'intégrité de ce que Singer et Wymer ont appelé le MSA IV).

LBS = Light brown sand; SAS = Sand Ash Shell; RF= Rock Fall; UP= Upper Member; WS = Wight Sand.

2. Les vestiges lithiques

Les vestiges lithiques découverts à Klasies River, qui se comptent par centaines de milliers, ont joué un rôle prépondérant dans la définition de la séquence typo-chronologique du MSA sud africain (chapitre I, annexe II). Le découpage proposé par Singer et Wymer (1982) en MSA I, II, HP, MSA III et IV a été qualifié par ces derniers de "formel", sur l'observation d'une continuité importante entre ces différentes phases (à l'exception de l'Howieson's Poort). Ce schéma a cependant été globalement repris par Volman (1984), puis par Thackeray et Kelly (1988) et A.I. Thackeray (1989). Ces derniers ont travaillé sur le matériel lithique issu des fouilles de H. Deacon, pour lequel aucune sélection due à l'utilisation d'un tamis à gros maillage n'avait été opérée, contrairement aux travaux de Singer et Wymer. Wurz (1999, 2000, 2002), qui a également étudié les vestiges lithiques de Klasies River en privilégiant l'approche technologique, est arrivée à la conclusion que le découpage proposé par Singer et Wymer sur une base typologique était seulement "formel" et avait un réel fondement technologique.

3. Les vestiges fauniques

Les vestiges fauniques de Klasies River ont fait l'objet de nombreuses études qui ont porté sur la macrofaune (Klein, 1974, 1976), la microfaune (D.M. Avery, 1987) et la malacologie (Voigt, 1982). C'est l'étude de la macrofaune issue des fouilles de 1967-68 qui a suscité le plus de discussions.

Le débat a évolué autour de deux axes principaux. Le premier a concerné l'habileté des chasseurs du MSA. Selon les auteurs, elle a été qualifiée d'archaïque (Binford, 1984), de pré (ou non) moderne (Milo, 1998 ; Klein, 1998), ou enfin de moderne (H.J. Deacon, 1995). Klein, en particulier, notant l'absence de restes de poissons ou d'oiseaux (mis à part les pingouins), et le fort pourcentage d'élands du Cap, espèce relativement docile, comparée aux buffles et autres animaux plus dangereux représentés uniquement par des individus très jeunes ou vieux, a avancé l'hypothèse que les chasseurs du MSA étaient moins habiles que ceux du LSA.

Le second axe du débat a porté sur l'interprétation d'un aspect particulier de l'assemblage faunique, baptisé la "Klasies pattern" par Bartram et Marean (1999). Il consiste en une sous-représentation des os longs des membres par rapport aux os de la tête et des extrémités pour les grands bovidés. Certains auteurs ont suggéré une interprétation comportementale (Binford, 1984 ; Klein, 1976, 1989) ou taphonomique (Klein, 1989), alors que d'autres ont montré qu'il s'agissait

plutôt d'un biais méthodologique relatif à l'échantillonnage et à l'analyse (Turner, 1989 ; Bartram et Marean, 1999 ; mais voir Klein *et al.*, 1999 ; Outram, 2001).

4. Les Hommes anatomiquement modernes de Klasies River

Plus d'une vingtaine de fragments osseux et de dents attribués à l'Homme ont été découverts à Klasies River. Ces vestiges ont été décrits notamment par Singer et Wymer (1982), puis par Rightmire et Deacon (1991, 2001). Il s'agit principalement d'éléments crâniens dont la majorité provient de la base de l'ensemble SAS. Deux fragments de maxillaire ont également été découverts dans l'ensemble LBS, et quelques éléments dans les niveaux associés à l'Howieson's Poort.

Ces restes ont suscité diverses questions sur leur association stratigraphique. Par exemple, la mandibule 41185 a été découverte dans la grotte 1B dont la stratigraphie est déconnectée du reste de la séquence. De même, la question s'est posée de savoir si les restes découverts par Singer et Wymer dans la grotte 1 ("west-cutting F") étaient bien en position primaire car cette zone a été interprétée comme étant la base d'un écoulement sédimentaire (Rightmire et Deacon, 1991, p. 135).

L'appartenance de ces vestiges à un groupe humain plutôt qu'à un autre a aussi été très débattue. Selon les analyses métriques de Wolpoff et Caspari (1990), les vestiges sont ceux d'Hommes "archaïques". Cependant, pour la majorité des spécialistes, tels que Singer et Wymer (1982), Bräuer *et al.* (1992), Rightmire et Deacon (1991, 2001), ce sont des hommes anatomiquement modernes. Rightmire et Deacon (1991, 2001) ont en outre signalé que ces vestiges, parfois graciles ou robustes, étaient marqués par un dimorphisme sexuel fort.

Enfin, comme ces restes présentent un état fragmentaire et des traces de chauffe et/ou de découpe, White (1987) a avancé l'hypothèse que ces séquelles étaient dues à la pratique du cannibalisme.

5. Etudes chronologiques antérieures

L'un des objectifs de Deacon lors de la reprise de fouilles à Klasies River en 1984, était de préciser la chronologie de la séquence. Plusieurs méthodes radiométriques et chimiques ont été appliquées, en particulier : la racémisation des acides aminés (Bada et Deems, 1975 ; Brooks *et al.*, 1993), l'uranium/thorium (Vogel, 2000), la résonance paramagnétique électronique (Goede et Hitchman, 1987 ; Grün *et al.*, 1990 ; Grün, communication personnelle 2003), et les méthodes de la luminescence (Feathers, 2002). Les résultats de ces différentes études sont détaillés dans l'annexe I. La figure V-10, présentée à la fin de ce chapitre et insérant nos propres résultats, en donne un bilan.

Notons que quatre échantillons seulement provenant des niveaux associés à l'Howieson's Poort avaient été étudiés par les différents chercheurs, et que la méthode de la luminescence n'avait pas encore été appliquée aux pierres chauffées.

II. Les échantillons étudiés

1. Sélection des échantillons

Une centaine d'échantillons, de provenance connue, a été sélectionnée par Hélène Valladas à partir des collections de l'Université de Stellenbosh. Le choix a été effectué selon les dimensions de l'échantillon et la présence de traces de chauffe (couleur, cupules etc.), bien que celles-ci ne soient pas aisément identifiables sur les quartzites et les silcrètes. Une deuxième sélection a été réalisée au laboratoire en examinant les signaux de TL. Il est alors apparu que pour la majorité des pièces, le signal de TL était saturé (*i.e.* pas de croissance du signal avec la dose ajoutée), soit parce que l'échantillon n'avait pas été suffisamment chauffé dans le passé, soit parce qu'il avait déjà été trop longuement irradié depuis sa chauffe archéologique. A l'issue de ces tests, 16 quartzites pesant entre 8 et 152 grammes ont été retenues pour datation par la méthode de la luminescence. Parmi ces échantillons (fig. V-4) :

- KRM 62 provient du carré T50 (base de l'ensemble SAS) et est donc associé au MSA II
- KRM 68 provient du carré J51 – ensemble RF
- KRM 81, 86, 76, 102, 96, 97 et 103 proviennent du carré H51 et KRM 114, 116, 115, 112, 120 et 121, du carré E50. Tous ces échantillons sont associés à l'Howieson's Poort.
- KRM 118 provient du carré E50 et il est associé au MSA III.

2. Observation des lames minces

Les lames minces des différentes quartzites sélectionnées ont été observées en collaboration avec A. Lenoble. Les grains de quartz, qui en sont le constituant majoritaire, présentent une granulométrie relativement bien classée, toujours $>100\mu\text{m}$, et sont organisés selon des plans de clivage. Entre ces plans, on note pour une partie des échantillons la présence d'un minéral orangé en feuillet ("phylosilicates en plaquette"), de nature indéterminée. On note également, comme dans les

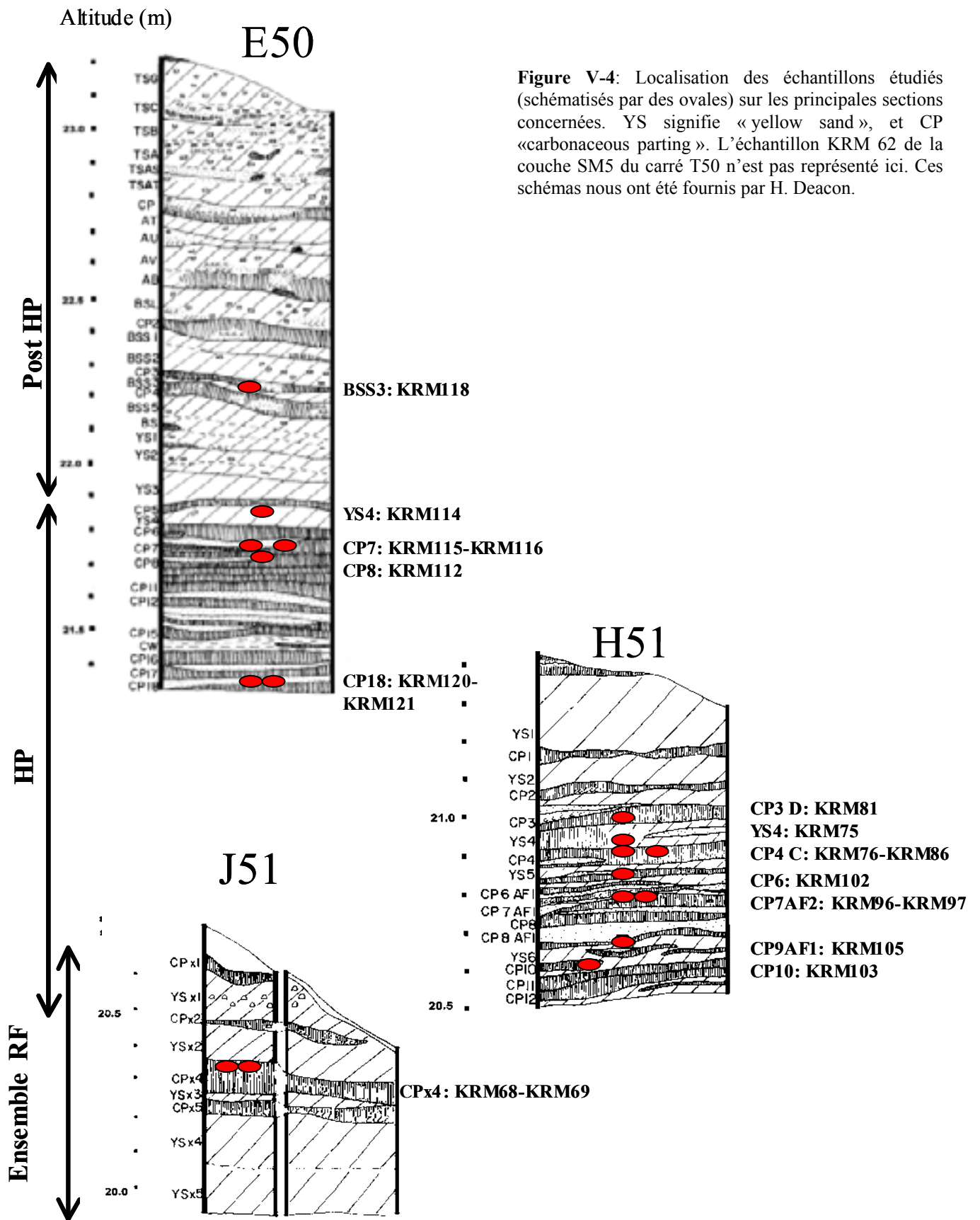


Figure V-4: Localisation des échantillons étudiés (schématisés par des ovales) sur les principales sections concernées. YS signifie « yellow sand », et CP « carbonaceous parting ». L'échantillon KRM 62 de la couche SM5 du carré T50 n'est pas représenté ici. Ces schémas nous ont été fournis par H. Deacon.

quartzites de Blombos et de Diepkloof, la présence d'oxydes de fer et de rares minéraux fortement colorés en lumière polarisée qui pourraient être de petits zircons. La porosité de ces quartzites est quasiment nulle.

III. Détermination de la paléodose

Pour les mesures de luminescence, les échantillons ont été préparés comme indiqué dans le chapitre II. La figure V-5 présente des émissions de TL typiques des échantillons de Klasies. Les courbes de TL naturelle sont constituées de deux pics bien résolus à 325°C et 400°C.

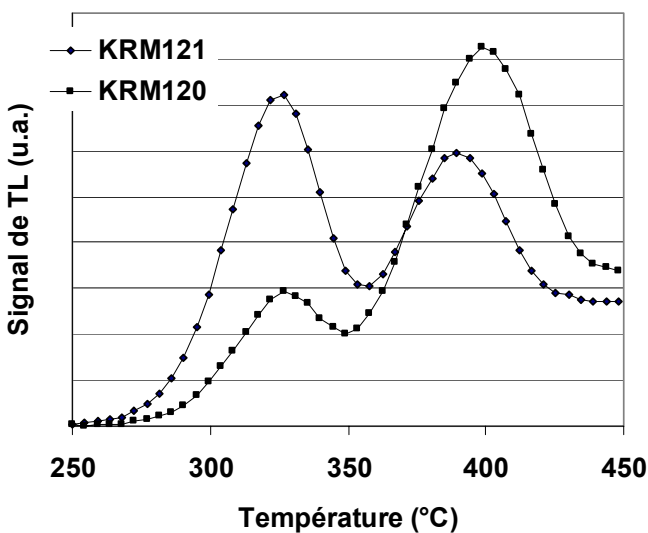


Figure V-5: Signaux de TL naturelle de deux échantillons caractéristiques de Klasies River. Pour les échantillons sélectionnés, comme KRM121 et KRM120, deux pics sont présents vers 325 et 400°C, avec des rapports d'amplitude variables d'un échantillon à l'autre. Chaque courbe est la moyenne de 4 mesures. Une préchauffe à 210°C sans palier a été effectuée avant chaque mesure sauf pour KRM 62, 96, 102, et 118, pour lesquels le pic instable à 280°C était bien résolu et jugé peu gênant.

1. La question du blanchiment

Nous avons vu au cours du chapitre II que pour une partie des échantillons de Klasies River, la paléodose obtenue lors de tests d'OSL était bien inférieure à ce que l'on pouvait attendre : les fouilles de H. Deacon datent en effet des années 80-90 et les échantillons n'ont pas été conservés dans l'obscurité après leur découverte, ce qui a probablement conduit à un effacement du signal d'OSL.

Nous avons vu d'autre part que dans une expérience menée sur des fragments de quartzites exposés à la lumière, le signal d'OSL était affecté jusqu'à 15 mm de profondeur, contrairement à celui de TL. Celui-ci n'est en effet affecté qu'en surface ou au maximum, sur les cinq premiers millimètres et pourrait donc être utilisé pour déterminer la paléodose.

Cependant, comme ce contrôle n'a porté que sur trois échantillons, la question du blanchiment du signal de TL des quartzites de Klasies reste en suspens : on peut se demander si le signal de thermoluminescence de ces quartzites n'a pas été partiellement effacé et s'il est encore utilisable pour leur datation.

Pour obtenir des informations sur un effacement possible de la TL, nous avons exploité le fait que le signal d'OSL et le signal de TL n'ont pas *a priori* la même vitesse de blanchiment. De même, il est vraisemblable, bien que nous ne l'ayons pas vérifié pour ces échantillons, que la vitesse de blanchiment des deux pics de TL soit différente. S'il y a eu un blanchiment important du signal de TL, on devrait donc obtenir des paléodoses différentes en OSL et sur chaque pic de TL.

Nous avons donc appliqué le protocole SAR aux échantillons ayant montré dans les tests préliminaires que leur signal d'OSL n'était pas fortement blanchi (c'est-à-dire KRM 62, 81, 115, 116, 118, 121; KRM 103 et 86 n'ont pas été étudiés car ils présentent une sensibilité trop faible), et nous avons calculé pour chaque échantillon les valeurs de la paléodose TL en exploitant séparément les pics situés à basse et haute température.

Notons d'ores et déjà que la sensibilité en OSL est assez faible pour la plupart des échantillons, contrairement à celle de la TL qui est très forte.

2. Les paléodoses TL et OSL

Les paléodoses TL mesurées sur les pics basse et haute température par les techniques "additive" et de "normalisation" sont portées dans le tableau V-2. Pour les échantillons KRM 76 et KRM 103, la technique de normalisation n'a pu être appliquée du fait de la croissance très linéaire du signal en fonction de la dose reçue.

Comme on peut le constater, les deux techniques de calcul appliquées à un pic donné conduisent à des résultats très voisins, aussi avons-nous calculé leur moyenne ainsi que celle des erreurs. Pour la plupart des échantillons étudiés, les paléodoses déduites des signaux TL à haute et à basse température sont statistiquement compatibles à un sigma ou à deux sigma. Seuls trois échantillons, KRM68, 97 et 102, présentent des paléodoses mesurées à partir du pic basse température significativement inférieures (de 20% environ) à celles déduites du pic haute température.

| échantillon | méthode | basse T° | +- | haute T° | +- |
|-------------|---------|---------------|------------|-------------|------------|
| 62 | A | 55.2 | 1.8 | 56.2 | 2.5 |
| | N | 54.6 | 1.4 | 58.1 | 1.4 |
| | moyenne | 54.9 | 1.6 | 57.2 | 2.0 |
| 68 | A | 40.8 | 1.4 | 51.9 | 2.7 |
| | N | 39.8 | 1.1 | 51.9 | 1.5 |
| | moyenne | 40.3 | 1.3 | 51.9 | 2.1 |
| 76 | A | 34.3 | 1.2 | 34.7 | 1.1 |
| | N | trop linéaire | | 33.1 | 1.3 |
| | moyenne | 34.3 | 1.2 | 33.9 | 1.2 |
| 81 | A | 45.4 | 2.1 | 45 | 2.9 |
| | N | 47.2 | 1.6 | 49.8 | 2.2 |
| | moyenne | 46.3 | 1.9 | 47.4 | 2.6 |
| 86 | A | 51.6 | 4.1 | 60.7 | 6.9 |
| | N | 57.3 | 2.2 | 65.9 | 2.6 |
| | moyenne | 54.5 | 3.2 | 63.3 | 4.8 |
| 96 | A | 29.2 | 1.3 | 33.5 | 1.9 |
| | N | 27.2 | 0.8 | 34.3 | 7.6 |
| | moyenne | 28.2 | 1.1 | 33.9 | 4.8 |
| 97 | A | 26.5 | 0.7 | 31.7 | 1.1 |
| | N | 26.5 | 0.5 | 32.3 | 1 |
| | moyenne | 26.5 | 0.6 | 32.0 | 1.1 |
| 102 | A | 33.8 | 1.0 | 42.7 | 1.5 |
| | N | 30.8 | 1.2 | 41.8 | 1.5 |
| | moyenne | 32.3 | 1.1 | 42.3 | 1.5 |
| 103 | A | 31.8 | 1.3 | 35.7 | 2.3 |
| | N | trop linéaire | | 35.9 | 2.1 |
| | moyenne | 31.8 | 1.3 | 35.8 | 2.2 |
| 112 | A | 39.3 | 1.7 | 39.7 | 1.7 |
| | N | 40.4 | 1.1 | 42.0 | 1.3 |
| | moyenne | 39.9 | 1.4 | 40.9 | 1.5 |
| 114 | A | 48.4 | 4.1 | 46.8 | 6.1 |
| | N | 45.7 | 1.5 | 46 | 1.3 |
| | moyenne | 47.1 | 2.8 | 46.4 | 3.7 |
| 115 | A | 46.9 | 2.2 | 51.2 | 2.8 |
| | N | 41.6 | 1.5 | 46.4 | 1.9 |
| | moyenne | 44.3 | 1.9 | 48.8 | 2.4 |
| 116 | A | 74.5 | 3.3 | 79.8 | 4.2 |
| | N | 69.9 | 2.9 | 88.3 | 3.4 |
| | moyenne | 72.2 | 3.1 | 84.1 | 3.8 |
| 118 | A | 37.2 | 0.9 | 39.5 | 1.6 |
| | N | 37.3 | 0.8 | 41.2 | 1 |
| | moyenne | 37.3 | 0.9 | 40.4 | 1.3 |
| 120 | A | 43.6 | 1.2 | 48.2 | 1.9 |
| | N | 47.1 | 1.3 | 50.9 | 1.5 |
| | moyenne | 45.4 | 1.3 | 49.6 | 1.7 |
| 121 | A | 32.8 | 2.1 | 35.3 | 2.5 |
| | N | 34.6 | 1.7 | 39.6 | 1.7 |
| | moyenne | 33.7 | 1.9 | 37.5 | 2.1 |

Tableau V-2 : Valeurs des paléodoses TL pour les pics basse et haute température, selon les techniques de calcul : "additive" (A) et de "normalisation" (N).

Nous avons déterminé la paléodose OSL grâce au protocole SAR, appliqué sur 24 aliquotes par échantillon, en réalisant trois mesures indépendantes pour chaque température de préchauffe, comprise entre 160 et 300°C par pas de 20°.

Sur la figure V-6 sont portés les résultats obtenus pour l'échantillon KRM 121 (voir l'annexe VI pour les autres échantillons). On constate sur cet exemple que les paléodoses obtenues sont indépendantes de la température de préchauffe. Par ailleurs, les taux de recyclage sont satisfaisants, égaux à l'unité à 10% près, et les taux de récupération toujours inférieurs à 2%. Comme les conditions d'application du protocole SAR sont réunies, la paléodose OSL a été calculée pour cet échantillon en moyennant les 24 valeurs individuelles déterminées. Pour les autres échantillons le plateau de préchauffe est parfois plus restreint, mais les conditions d'applications de SAR sont également remplies.

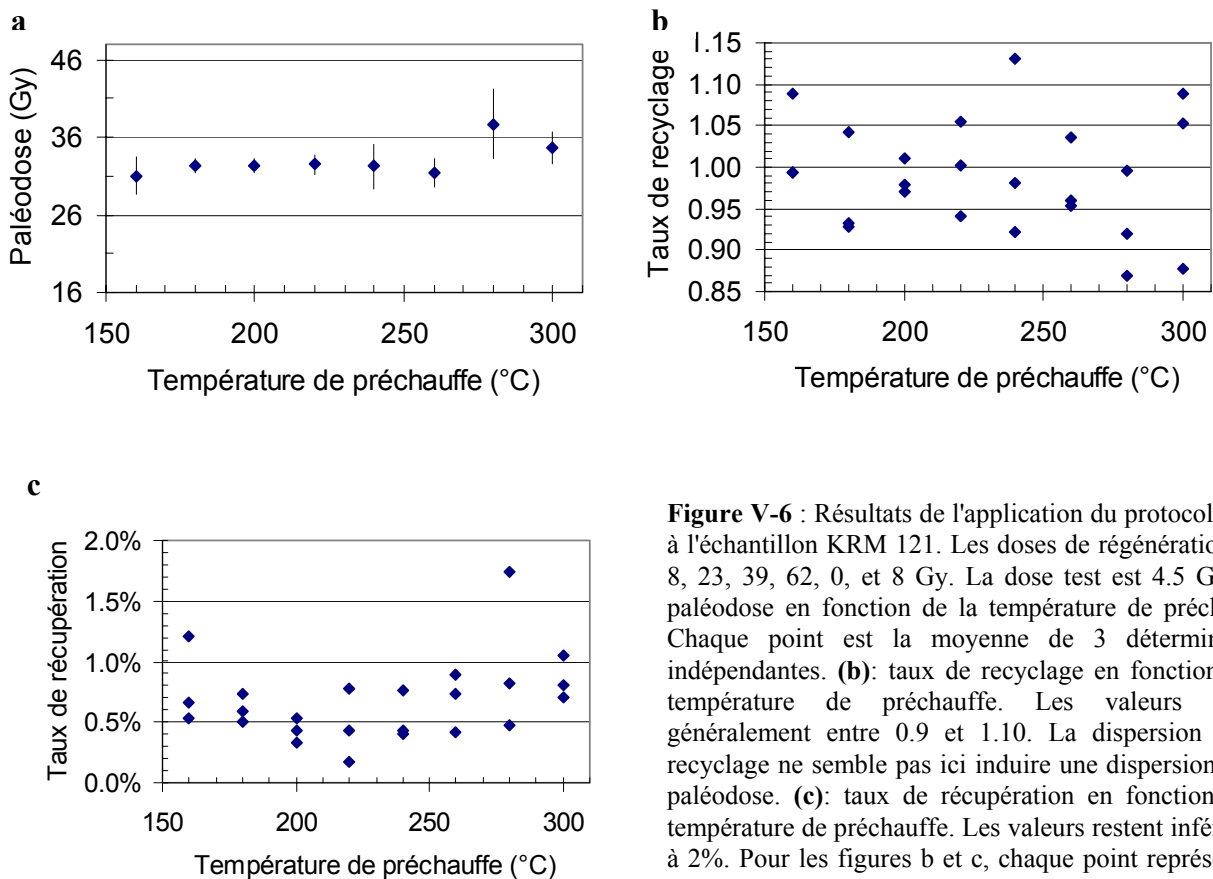


Figure V-6 : Résultats de l'application du protocole SAR à l'échantillon KRM 121. Les doses de régénération sont 8, 23, 39, 62, 0, et 8 Gy. La dose test est 4.5 Gy. **(a):** paléodose en fonction de la température de préchauffe. Chaque point est la moyenne de 3 déterminations indépendantes. **(b):** taux de recyclage en fonction de la température de préchauffe. Les valeurs restent généralement entre 0.9 et 1.10. La dispersion sur le recyclage ne semble pas ici induire une dispersion sur la paléodose. **(c):** taux de récupération en fonction de la température de préchauffe. Les valeurs restent inférieures à 2%. Pour les figures b et c, chaque point représente le résultat obtenu sur une aliquote.

3. Comparaison des paléodoses TL et OSL

Les paléodoses obtenues en TL sur les pics basse et haute température (tableau V-2) et en OSL sont portées sur la figure V-7 : leur comparaison permet de classer les échantillons en quatre groupes distincts.

Groupe 1 : toutes les paléodoses sont compatibles, aux erreurs près. C'est par exemple le cas des échantillons KRM 62, 118 et 121. On peut en déduire que leur exposition à la lumière n'a pas affecté la partie interne utilisée pour la détermination des paléodoses.

Groupe 2 : Ces échantillons peuvent aussi être considérés comme fiables car leur paléodose OSL est compatible avec celles mesurées en TL, qui sont elles-mêmes compatibles entre elles (au plus à deux sigma). On peut alors sans crainte considérer que la paléodose TL déduite à partir du pic haute température n'est pas sous-estimée.

Groupe 3 : Cette fois encore, les deux paléodoses TL sont compatibles (à un sigma pour KRM 76, 96, 112, 114 et à 2 sigma pour KRM 120) mais elles sont nettement plus élevées que celles obtenues par OSL. Ces observations suggèrent que l'émission d'OSL a été partiellement effacée mais que l'émission de TL n'a pas été blanchie.

Groupe 4 : La valeur de la paléodose obtenue sur le pic basse température est jusqu'à 20% inférieure à celle obtenue sur le pic haute température (cas des KRM 68, 97, 102). L'explication la plus plausible est que le premier pic a été partiellement effacé dans le passé. En effet, il n'y a pas d'argument pour penser que la valeur obtenue sur le second puisse être surestimée en raison d'une chauffe préhistorique insuffisante car le test du plateau est satisfaisant (voir chapitre II) et d'autre part, le signal d'OSL fournit des paléodoses jusqu'à 50% plus basses que celles du pic haute température, ce qui suggère qu'il a été, comme on pouvait s'y attendre, fortement blanchi.

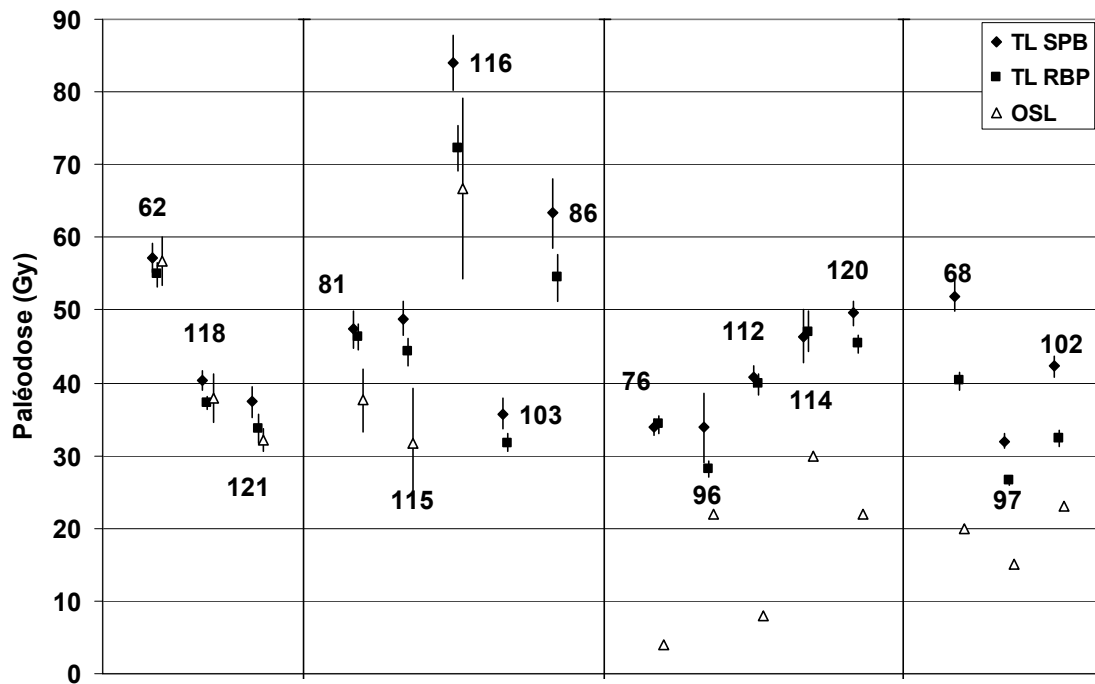


Figure V-7 : Bilan des paléodoses TL et OSL. Les groupes sont décrits dans le texte. Les paléodoses OSL pour KRM 103 et 86 n'ont pas été déterminées. Nous n'indiquons pour les échantillons des groupes 3 et 4 que les résultats des tests d'OSL.

4. Bilan

Pour les échantillons des groupes 1 à 3, le bon accord entre les valeurs de paléodoses obtenues sur les pics basse et haute température suggère que l'exposition à la lumière n'a pas affecté de façon critique le signal de TL, même si cette exposition a parfois effacé partiellement le signal d'OSL. Les paléodoses déduites en TL peuvent donc être considérées comme fiables. En revanche, pour les échantillons du groupe 4, un blanchiment partiel du pic TL basse température est attesté et l'on peut donc se demander si le pic haute température n'a pas été lui aussi affecté. La seule façon de mettre en évidence un éventuel blanchiment de cette émission est de comparer les âges obtenus pour les échantillons de ce groupe avec ceux des autres groupes, qui sont plus fiables.

IV. Détermination du débit de dose

1. Débit de dose interne

Le débit de dose interne a été déterminé de façon similaire à ce qui a été fait pour les échantillons de Blombos Cave et de Diepkloof Rock Shelter.

Détermination des teneurs moyennes

Les teneurs moyennes en radioéléments mesurées par activation neutronique sont très variables selon les échantillons : de 0.28 à 2.12 ppm pour l'uranium, de 0.82 à 11.35 ppm pour le thorium et de 0.03 à 0.79 % pour le potassium (tableau V-3, colonnes 2 à 4). Les échantillons de Klasies River étaient souvent trop petits pour permettre une analyse de la représentativité des aliquotes utilisées, comme celles réalisées dans le cas de Blombos et Diepkloof. Nous avons donc appliqué, en nous fondant sur les résultats de Blombos, une erreur systématique de 10% pour tenir compte de l'éventuelle inhomogénéité de la poudre.

| échantillon | U ppm | Th ppm | K % | diamètre μm |
|-------------|----------|-----------|--------|---------------------------|
| 62 | 0.35 | 2.28 | 0.17 | 300 |
| 76 | 0.42 | 0.82 | 0.03 | 250 |
| 81 | 0.61 | 4.04 | 0.14 | 200 |
| 86 | 0.44 | 2.64 | 0.56 | 300 |
| 96 | 0.28 | 1.29 | 0.10 | 250 |
| 97 | 0.46 | 1.3 | 0.08 | 300 |
| 102 | 0.49 | 3.54 | 0.15 | 200 |
| 103 | 0.41 | 1.82 | 0.79 | 350 |
| 112 | 0.47 | 2.62 | 0.11 | 200 |
| 114 | 0.48 | 1.88 | 0.24 | 250 |
| 115 | 0.87 | 3.54 | 0.16 | 300 |
| 116 | 2.12 | 11.35 | 0.41 | 200 |
| 118 | 0.59 | 1.77 | 0.12 | 300 |
| 120 | 0.41 | 2.29 | 0.40 | 100 |
| 121 | 0.28 | 1.43 | 0.08 | 400 |

Tableau V-3 : Teneurs moyennes en U, Th et K déterminées par activation neutronique. Les erreurs statistiques et systématiques sont de 10% chacune. La cinquième colonne du tableau indique la taille des grains de quartz, déterminée grâce à l'observation des lames minces.

Comme précédemment, nous avons supposé que les radioéléments étaient répartis uniformément à l'extérieur des grains de quartz. L'examen des lames minces a montré que, contrairement aux échantillons de Blombos et Diepkloof, les quartz contenus dans les quartzites de Klasies River sont caractérisés par une granulométrie homogène, d'où la possibilité de proposer un diamètre moyen pour chaque échantillon (entre 100 et 400 μm , ; tableau V-3, colonne 5). Dans ce cas favorable où il n'y a qu'une seule classe granulométrique, le facteur f_i est alors égal à l'unité

(chapitre III/ § III). La granulométrie n'ayant pu être déterminée pour l'échantillon KRM 68, nous avons dû l'écarter de l'étude.

Calcul du débit de dose interne

Comme les grains de quartz de tous les échantillons ont un diamètre supérieur à 100 μm , l'atténuation des alpha était très forte et leur contribution à la dose très faible comparée à celle des bêta et gamma. L'efficacité des alpha (facteur S-alpha) n'ayant pas été mesurée avec précision, une valeur de $5.0 \pm 2.5 \mu\text{Gy}/1000\alpha/\text{cm}^2$ a été appliquée par défaut.

Notons qu'à l'instar des teneurs moyennes en U, Th et K, le débit de dose interne dû aux alpha, et surtout aux bêta, est très variable d'un échantillon à l'autre puisqu'il va de 96 ± 6 à $849 \pm 49 \mu\text{Gy}/\text{a}$ (tableau V-5).

2. Débit de dose externe

Les mesures

Une douzaine de dosimètres de sulfate de calcium a été déposée dans les niveaux MSA, avec la collaboration de H.J Deacon et S. Woodborne. Nous avons aussi eu accès aux mesures effectuées par d'autres chercheurs : ainsi Grün *et al.* (1990) puis Jacobs (communication personnelle) ont fait des mesures directes sur le terrain en utilisant un spectromètre portable. Feathers (2002) et Jacobs (comm. pers.) ont aussi analysé en laboratoire par spectrométrie gamma à bas bruit de fond des échantillons de sédiment et ils en ont déduit des débits de dose. Jacobs et Feathers ont effectué leurs analyses aux mêmes endroits, sauf exception, et leurs résultats sont donc comparables. Par contre, celles de Grün *et al.* et les nôtres ont été réalisées en des endroits différents.

Les débits de dose gamma déduits

Les débits de doses gamma et cosmique sont reportés dans le tableau V-4 où ils sont classés selon la zone étudiée. Les débits de dose déduits des dosimètres ou des mesures faites avec les spectromètres de terrain tiennent compte de l'atténuation par l'eau contenue dans le sédiment au moment des mesures. Les résultats obtenus par ces deux techniques pour l'ensemble du site sont globalement compatibles (on exclut le cas de la grotte 2) : ils vont de 351 à 548 $\mu\text{Gy}/\text{a}$ avec les dosimètres et de 310 à 500 $\mu\text{Gy}/\text{a}$ avec les spectromètres de terrain.

| source | référence de l'échantillon ou du dosimètre | grotte | carré | ensemble | couche ou sous-ensemble Deacon | couche Singer et Wymmer | association culturelle | gamma labo | gamma terrain-spectromètre | gamma terrain-dosimètre | cosmiques calculés | cosmiques mesurés | taux d'humidité |
|-------------|--|-------------|-------------|------------|--------------------------------|-------------------------|------------------------|------------|----------------------------|-------------------------|--------------------|-------------------|-----------------|
| | | | | | | | | µGy/a | µGy/a | µGy/a | µGy/a | µGy/a | % |
| R. Grun | 546 | 1A | ? | | | | post HP | | 430 | | | | |
| Gif | 12 | 1A | E50 | UP | | | post HP haut | | | 351 | | | |
| Gif | 11 | 1A | E50 | UP | | | post HP bas | | | 426 | | | |
| J. Feathers | 201 | 1A | E50 | UP | | 9 | post HP | 487 | | | 110 | | |
| Z. Jacobs | ZKR5 | 1A | E50 | UP | | 9 | post HP | 514 | 500 | | | 110 | 6 |
| J. Feathers | 255 | 1A | H51 | UP | | 15 | HP | 500 | | | 35 | | |
| Gif | 10 | 1A | H51 | UP | | | HP haut | | | 548 | | | |
| Gif | 9 | 1A | H51 | UP | | | HP milieu | | | 487 | | | |
| Gif | 8 | 1A | H51 | UP | | | HP bas | | | 396 | | | |
| R. Grun | 545 | 1A | ? | UP | | | HP bas | | 380 | | | | |
| Z. Jacobs | ZKR6 | 1A | H51 | UP | | 20 | HP bas | 485 | 350 | | | 50 | 21 |
| Z. Jacobs | ZKR9 | 2 | (a) | UP | | | HP milieu | 807 | 630 | | | 70 | 31 |
| Z. Jacobs | ZKR10 | 2 | (b) | UP | | | HP milieu | 364 | | | | | 9 |
| J. Feathers | 227 | 2 | (c) | UP | | 1/2 | HP | 464 | | | 11 | | |
| Z. Jacobs | ZKR8 | 2 | | RF | | 22 | | 314 | 280 | | | 50 | 14 |
| Z. Jacobs | ZKR4 | 1A | J 51 | RF | | 22 | | 342 | 330 | | | 60 | 17 |
| J. Feathers | 265 | 1A | J51 | RF | | 22 | | 299 | | | 87 | | |
| Gif | 7 | 1A | T50 | SAS | SM5 | | | | | 386 | | | |
| Z. Jacobs | ZKR2 | 1 | WB | WS | | | MSA IV | 340 | 310 | | | 20 | 10 |
| J. Feathers | 272 | 1 | WB | WS | | 13 | | 312 | | | 1? | | |
| J. Feathers | 274 | 1 | WB | SAS | SAS W | 15 | MSA II | 354 | | | 4? | | |
| Z. Jacobs | ZKR1 | 1 | WB | SAS | SASW | | | 457 | 400 | | | 50 | 8 |
| Gif | 6 | 1 | WB | SAS | SAS W haut | | | | | 409 | | | |
| Gif | 5 | 1 | WB | SAS | SAS W bas | | | | | 388 | | | |
| R. Grun | 543 | 1 | WB | SAS | base | 17 | | | 410 | | | | |
| R. Grun | 544 | 1A | ? | SAS | | 27 | | | 320 | | | | |
| R. Grun | 547 | 1A | ? | SAS | | | | | 320 | | | | |
| J. Feathers | 455 | 1/1A | AA43 | SAS | SAS U | 16 | MSA II | 505 | | | 44 | | |
| J. Feathers | 282 | 1/1A | AA43 | LBS | | 38 | MSA I | 252 | | | 34 | | |
| Gif | 4 | 1/1A | AA43 | LBS | SAS2 | | | | | 359 | | | |
| Gif | 3 | 1/1A | AA43 | LBS | SAS3, SH | | | | | 371 | | | |
| Gif | 2 | 1/1A | AA43 | LBS | SAS4, SHB | | | | | 392 | | | |
| Gif | 1 | 1/1A | AA43 | LBS | SAS 4 SH, SHC, SHD | | | | | 422 | | | |
| Z. Jacobs | ZKR3 | 1 | AA43 | LBS | SAS 3SH/SAS 4S | | | 341 | 340 | | | 60 | 19 |
| Z. Jacobs | ZKR7 | 1B | PP38 | LBS | RS | | MSA I | 578 | 410 | | | 70 | 24 |

Tableau V-4: Bilan des mesures de débit de dose gamma et cosmique effectuées par différents chercheurs à Klasies River. Les débits de dose gamma calculés à partir des mesures de laboratoire correspondent à du sédiment sec (pas d'atténuation par l'eau). Ceux obtenus directement sur le terrain avec les dosimètres de sulfate de calcium ou les spectromètres portables tiennent compte de l'humidité du sédiment au moment de la mesure.

Dans le carré E50 (grotte 1A), le débit de dose augmente légèrement avec la profondeur, alors que dans le carré H51, distant de deux mètres environ, il semble au contraire décroître. Mais compte tenu de l'étendue du site, il est clair que d'autres mesures seraient nécessaires pour préciser ces variations spatiales. De plus, nous ne pouvons pas toujours en avoir une bonne perception car les informations sur l'emplacement des mesures sont parfois incomplètes.

Détermination du débit de dose gamma pour chaque échantillon lithique

Il n'a pas été possible de connaître le nom exact des couches dans lesquels les dosimètres ont été insérés. Nous avons donc dû utiliser les indications rapportées par S. Woodborne ("haut", "bas" ou "milieu" de coupe) pour associer un débit de dose gamma à nos échantillons. Le choix a été fait comme suit:

- pour KRM 118 qui est le seul échantillon des niveaux post HP, nous avons utilisé la moyenne des débits déduits des dosimètres "post HP haut" et "post HP bas", soit $389 \pm 39 \mu\text{Gy/a}$. Pour les échantillons des couches Howieson's Poort situées dans le carré E50 à la base de la section, nous n'avons pas de mesure directe du débit de dose. A la base du post HP, en E50, le débit s'élève à $500 \mu\text{Gy/a}$. Si le débit augmente avec la profondeur, comme le suggèrent nos données, il devrait être supérieur à $500 \mu\text{Gy/a}$ dans le niveau HP. Cependant, pour le carré H51, les dosimètres situés à la base, au milieu et à la surface des couches HP ont enregistré les doses respectives de 396, 487 et $548 \mu\text{Gy/a}$ et, dans le reste de la séquence, les débits de dose enregistrés dépassent rarement $550 \mu\text{Gy/a}$. Nous avons donc utilisé pour les échantillons de la base du carré E50 un débit de dose moyen de $450 \pm 90 \mu\text{Gy/a}$, qui couvre l'ensemble de ces valeurs.

- pour le secteur H51, comme il n'a pas été possible de placer un dosimètre dans chacune des couches étudiées, nous avons considéré la position relative des trois dosimètres et des échantillons lithiques. Pour les échantillons centraux (KRM 86, 76, 96, 97 et 102), nous avons utilisé le résultat du dosimètre "central", $487 \pm 49 \mu\text{Gy/a}$. Pour l'échantillon KRM81 situé dans la partie supérieure de la couche, nous avons calculé la moyenne entre les dosimètres "haut" et "central", soit $518 \pm 51 \mu\text{Gy/a}$. Pour l'échantillon KRM 103 situé plus bas, nous avons pris la moyenne entre les dosimètres "central" et "bas" et appliqué une erreur permettant de couvrir toutes les valeurs intermédiaires, soit $442 \pm 64 \mu\text{Gy/a}$.

- En T50, un dosimètre a été placé dans la même couche que KRM 62 ; c'est cette valeur que nous avons considérée : $386 \pm 39 \mu\text{Gy/a}$.

Variation temporelle du débit de dose gamma

Feathers (2002) qui s'est penché sur la question de la radioactivité à Klasies River, a constaté que la variabilité spatiale du débit de dose était faible localement, mais il a observé un fort déséquilibre des chaînes radioactives dont les causes seraient diverses d'un endroit à l'autre du gisement : départ ou arrivée d'uranium, départ de radon... La compaction des couches qui, à l'origine, étaient riches en coquillages et en matières organiques et l'évolution du taux d'humidité ont aussi été avancées pour expliquer ce phénomène.

Afin d'évaluer l'évolution du débit de dose et tenter de s'en affranchir, Feathers a appliqué la technique TL/OSL de soustraction aux quartz et feldspaths extraits d'échantillons de sédiment (voir chapitre III). Les âges obtenus sur ces deux phases minérales sont, à une exception près, compatibles à deux sigma (résultats reportés en annexe I). Quant aux âges "soustractions", ils ont une barre d'erreur telle qu'ils ne permettent pas de révéler une quelconque évolution de la dose. Feathers (2002) a donc conclu que la variation du débit de dose au cours du temps avait dû être assez faible mais qu'une petite augmentation était néanmoins envisageable. En conséquence, pour tenir compte de cet effet, il a proposé de nouveaux intervalles d'âge, qui correspondent à une correction du débit de dose total de - 5 à - 22% par rapport au débit actuel.

Débit de dose cosmique

N'ayant pu effectuer de mesures directes de la dose cosmique, nous avons utilisé les valeurs calculées par Feathers qui tiennent compte de la configuration de la grotte. En E50, le débit de dose cosmique est estimé à $110 \pm 11 \mu\text{Gy/a}$ (en accord avec la mesure directe réalisée par Jacobs) et en H51, à $35 \pm 15 \mu\text{Gy/a}$. N'ayant pas de données pour T50, nous avons calculé la moyenne entre les doses cosmiques des carrés AA43 et J51 (soit $61 \pm 30 \mu\text{Gy/a}$), sachant que, selon les informations fournies par H.J Deacon, l'exposition aux rayonnements en T50 devait être par le passé intermédiaire entre celles de AA43 et J51.

V. Calcul des âges et discussion

1. Cohérence interne

Calcul de l'âge

Les données expérimentales et les âges déduits sont réunis dans le tableau V-5. Les résultats obtenus sur les échantillons des niveaux Howieson's Poort sont compris entre 50 ± 4 et 62 ± 7 ka et sont compatibles à 1 sigma ; la moyenne pondérée déduite est de 56 ± 3 ka. Les échantillons post HP (KRM 118) et pré HP (KRM 62) sont datés respectivement de 60 ± 5 ka et 91 ± 8 ka. L'âge obtenu pour KRM 118 est compatible à un sigma avec celui des échantillons HP ce qui suggère que l'Howieson's Poort à Klasies River n'a que peu duré et que le MSA III s'est déposé rapidement après.

| échantillon | débit de dose interne | | | débit de dose externe | | dose annuelle | | paléodose | | Age | |
|-------------|---------------------------|---------------------------|--------------------------|---------------------------|-------------------------------|----------------------------|----|--------------|-----|--------------|---|
| | gamma $\mu\text{Gy/a}$ | alpha $\mu\text{Gy/a}$ | beta $\mu\text{Gy/a}$ | gamma $\mu\text{Gy/a}$ | cosmiques $\mu\text{Gy/a}$ | + - $\mu\text{Gy/a}$ | | + - Gy | | + - ka | |
| KRM118 | 18 | 5 | 188 | 350 | 110 | 671 | 37 | 40.4 | 1.3 | 60 | 5 |
| KRM114 | 10 | 6 | 266 | 428 | 110 | 819 | 88 | 46.4 | 3.7 | 57 | 8 |
| KRM115 | 18 | 9 | 284 | 423 | 110 | 845 | 86 | 48.8 | 2.4 | 58 | 7 |
| KRM116 | 53 | 38 | 811 | 423 | 110 | 1435 | 98 | 84.1 | 3.8 | 59 | 6 |
| KRM112 | 10 | 9 | 193 | 428 | 110 | 749 | 86 | 40.9 | 1.5 | 55 | 7 |
| KRM120 | 18 | 15 | 407 | 419 | 110 | 969 | 89 | 49.6 | 1.7 | 51 | 6 |
| KRM121 | 12 | 3 | 116 | 405 | 110 | 646 | 81 | 37.5 | 2.1 | 58 | 8 |
| KRM81 | 18 | 13 | 268 | 487 | 35 | 820 | 51 | 47.4 | 2.6 | 58 | 5 |
| KRM76 | 6 | 4 | 93 | 458 | 35 | 595 | 46 | 33.9 | 1.2 | 57 | 5 |
| KRM86 | 19 | 6 | 497 | 458 | 35 | 1014 | 61 | 63.3 | 4.8 | 62 | 7 |
| KRM102 | 16 | 11 | 247 | 458 | 35 | 766 | 49 | 42.3 | 1.5 | 55 | 5 |
| KRM96 | 8 | 4 | 134 | 453 | 35 | 634 | 46 | 33.9 | 4.8 | 54 | 9 |
| KRM97 | 9 | 4 | 141 | 453 | 35 | 642 | 46 | 32.0 | 1.1 | 50 | 4 |
| KRM103 | 8 | 4 | 139 | 420 | 35 | 606 | 61 | 35.8 | 2.2 | 59 | 7 |
| KRM62 | 29 | 5 | 209 | 328 | 61 | 632 | 36 | 57.5 | 2 | 91 | 8 |

Tableau V-5 : Bilan des datations. Notons le grand intervalle couvert par les paléodoses et par le débit de dose interne, et le petit intervalle couvert au contraire par le débit de dose externe. Les doses gamma internes et externes présentées ici tiennent compte de l'atténuation due à la masse et à la forme de l'échantillon. Rappelons que l'échantillon KRM 118 est associé au MSA III et KRM 62 au MSA II. Tous les autres échantillons sont associés à l'Howieson's Poort et leurs âges sont faiblement dispersés ; l'âge moyen pondéré est 56 ± 3 ka.

L'âge moyen obtenu par la TL pour le niveau Howieson's Poort, 56 ± 3 ka, correspond au stade isotopique 3 et il est donc postérieur de plusieurs milliers d'années à la période proposée par Deacon (1989, 1993 ; chapitre I), qui situait ce niveau vers 70 ka, lors de la régression marine qui a

marqué la fin du stade 5a et le début du stade 4. Avant de valider le résultat TL, il importe donc de discuter des sources d'erreur qui auraient pu conduire à la sous-estimation des âges. Au nombre de trois, elles concernent les points suivants qui seront examinés successivement :

- le blanchiment du signal qui induirait une sous-estimation de la paléodose,
- le modèle de distribution des radioéléments dans les quartzites qui correspond au débit de dose interne maximal possible,
- le débit de dose gamma, qui selon Feathers aurait pu être en moyenne légèrement plus bas que l'actuel.

Discussion sur les sous-estimations possibles de l'âge

Notons qu'il n'y a pas de différence importante entre les âges des échantillons du groupe 4 pour lequel nous avons suspecté un blanchiment possible du pic TL haute température et ceux des autres échantillons. Malgré tout, si l'on écarte ces échantillons, la moyenne obtenue alors est 57 ± 3 ka et reste très voisine de celle calculée précédemment. De même, s'il l'on écarte tous les échantillons pour lesquels le signal d'OSL semble avoir été blanchi (groupes 3 et 4), la moyenne devient 58 ± 4 ka et reste donc compatible à 1 sigma avec l'intervalle défini initialement.

Pour apprécier l'erreur résultant d'une mauvaise estimation du débit de dose interne, nous avons recalculé les âges en utilisant un modèle de distribution des radioéléments différent qui conduit inévitablement à augmenter l'âge apparent. Ainsi, si l'on considère non plus une répartition homogène autour des grains mais une répartition en "points chauds" distants de $1000\mu\text{m}$ par exemple, l'âge moyen des échantillons Howieson's Poort passe de 56 à 62 ka (fig. V-8). Dans ce cas, la dispersion sur les résultats reste comparable à la dispersion initiale (8% au lieu de 6%). Si l'on augmente davantage la distance entre les points chauds, la dispersion augmente également (15% pour une distance de $2000\mu\text{m}$) et des inversions stratigraphiques (notamment pour KRM 116 et 86) apparaissent du fait de la grande variabilité des paléodoses et des teneurs en radioéléments des échantillons. Ces observations permettent donc d'estimer à *ca.* 10% la sous-estimation maximale des âges résultant du modèle de distribution des radioéléments. Toutefois, rien n'indique que des "points chauds" distants de $1000\mu\text{m}$ en moyenne existent.

Enfin, en ce qui concerne le débit de dose gamma, Feathers a suggéré que le débit actuel pouvait être légèrement surestimé et, arbitrairement, il a proposé de considérer des valeurs inférieures de 5 à 22% par rapport à ce dernier. Si l'on recalcule les âges TL en adoptant l'hypothèse proposée par Feathers, l'âge moyen passe de 56 à 58 ka pour une diminution du débit de dose gamma de 5%, à 60 ka, pour une diminution de 10% et à 65 ka pour une diminution de 22%.

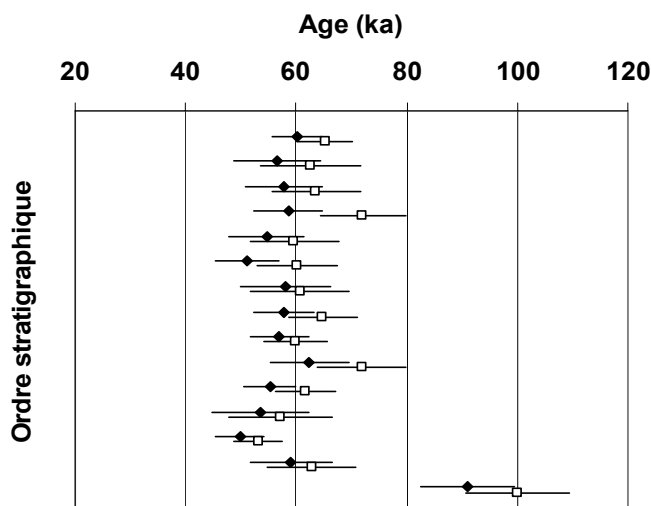


Figure V-8 : Variation induite par le changement de modèle de distribution des radioéléments au sein des quartzites. Les échantillons sont présentés dans l'ordre stratigraphique comme dans le tableau V-5. Les losanges noirs correspondent aux âges calculés en considérant une répartition des radioéléments uniforme à l'extérieur des grains de quartz, et les carrés blancs correspondent à ceux obtenus en considérant une répartition sous forme de points chauds distants de 1000 μm .

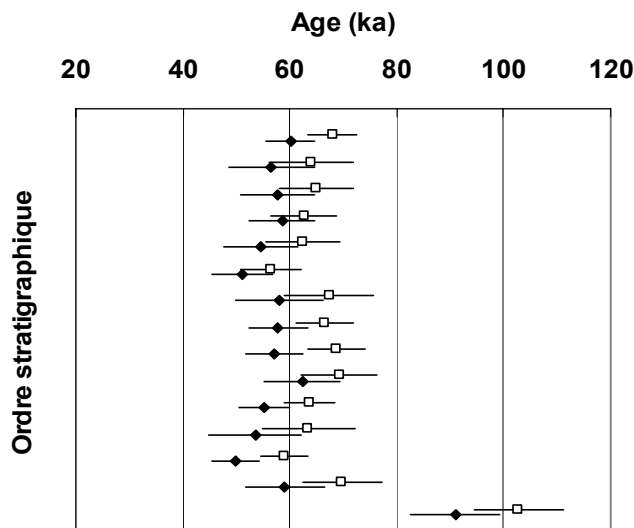


Figure V-9 : Variation induite par une modification du débit de dose gamma. Les losanges noirs représentent les âges calculés pour le débit de dose actuel, et les carrés blancs, ceux obtenus pour un débit 22% plus bas que l'actuel, ce qui correspond au maximum de variation proposé par Feathers.

les résultats obtenus dans ce dernier cas sont portés sur la figure V-9. Nous pouvons donc déduire que s'il y a effectivement eu variation du débit de dose externe, l'âge des niveaux Howieson's Poort serait compris entre 56 et 65 ka. La dose externe reste donc la source la plus importante de sous-estimation possible de l'âge.

Enfin, notons que le cumul de toutes les incertitudes précédemment citées pourrait amener l'âge moyen au-delà de 65 ka.

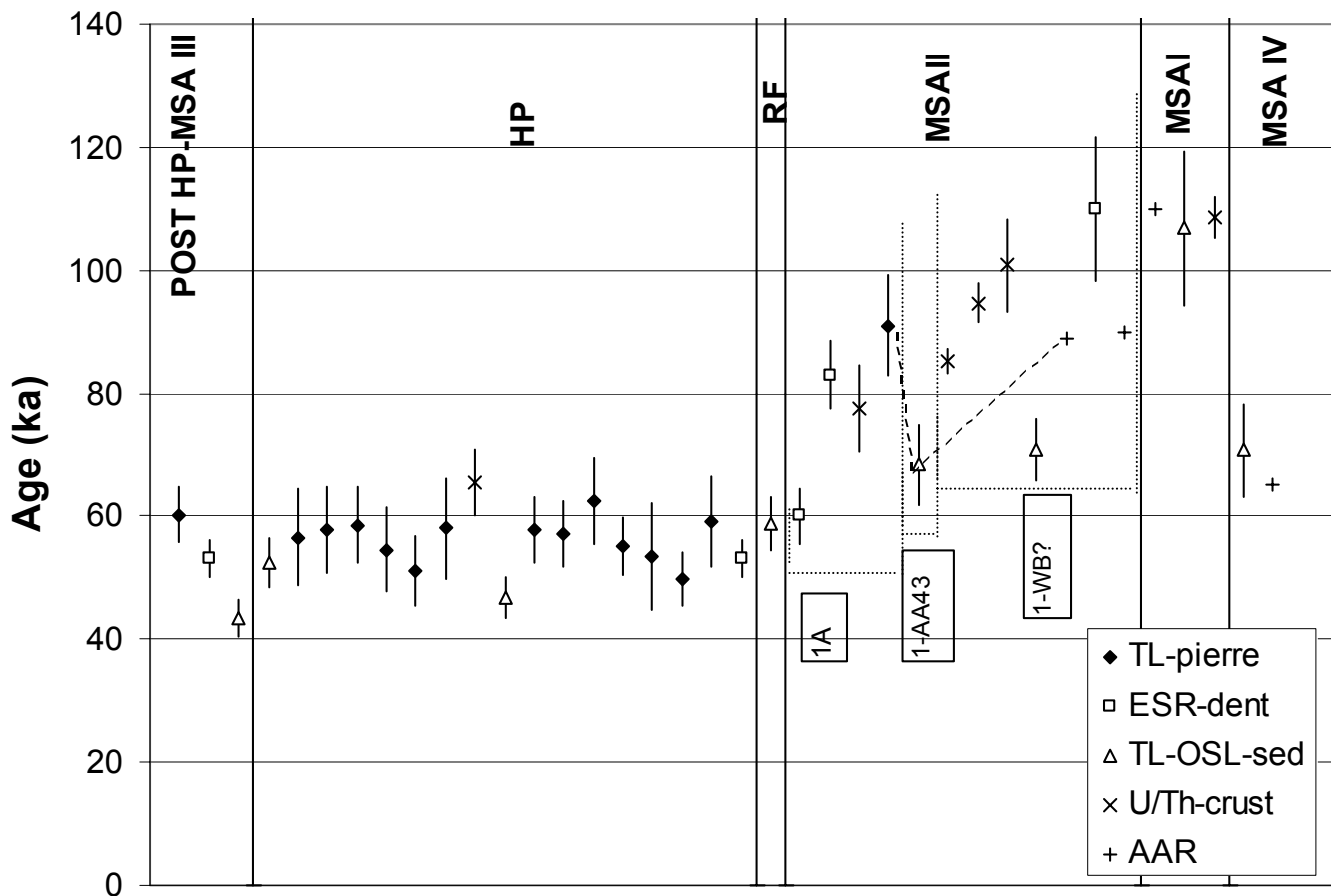
2. Comparaison avec d'autres données radiométriques:

Les âges obtenus par la TL sont comparés aux autres résultats disponibles dans le tableau V-6 et la figure V-10. Comme la provenance de certains échantillons n'est pas toujours clairement indiquée dans les publications, les corrélations stratigraphiques et la synthèse de ces données sont parfois délicates à établir précisément.

Feathers (2002), qui a daté des sédiments par OSL, TL et IRSL, a obtenu pour les niveaux Howieson's Poort des âges de 46.7 ± 3.3 ka (grotte1A, couche 15) et 52.4 ± 4.0 ka (grotte 2,

| échantillon | méthode | grotte | carré | couche | association culturelle | âge | | |
|-------------|-----------------|--------|-------|---------|------------------------|-------|----|------|
| KRM 118 | TL-pierre | 1A | E50 | BSS3 | post HP | 60 | +- | 5 |
| 546 | ESR-dent | 1A | ? | | post HP | 53 | +- | 3 |
| UW201 | TL-OSL-sed | 1A | E50 | | 9 base post HP | 43.4 | +- | 3.0 |
| UW227 | TL-OSL-sed | 2 | | | 1/2 HP | 52.4 | +- | 4.0 |
| KRM114 | TL-pierre | 1A | E50 | YS4 | HP | 57 | +- | 8 |
| KRM115 | TL-pierre | 1A | E50 | CP7 | HP | 58 | +- | 7 |
| KRM116 | TL-pierre | 1A | E50 | CP7 | HP | 59 | +- | 6 |
| KRM112 | TL-pierre | 1A | E50 | CP8 | HP | 55 | +- | 7 |
| KRM120 | TL-pierre | 1A | E50 | CP18 | HP | 51 | +- | 6 |
| KRM121 | TL-pierre | 1A | E50 | CP18 | HP | 58 | +- | 8 |
| U-615 | U/Th-crust | 1A | H51 | | 14 HP | 65.6 | +- | 5.3 |
| UW255 | TL-OSL-sed | 1A | H51 | | 15 HP | 46.7 | +- | 3.3 |
| KRM81 | TL-pierre | 1A | H51 | CP3 | HP | 58 | +- | 5 |
| KRM76 | TL-pierre | 1A | H51 | CP4 | HP | 57 | +- | 5 |
| KRM86 | TL-pierre | 1A | H51 | CP4 | HP | 62 | +- | 7 |
| KRM102 | TL-pierre | 1A | H51 | CP6 | HP | 55 | +- | 5 |
| KRM96 | TL-pierre | 1A | H51 | CP7AF1 | HP | 54 | +- | 9 |
| KRM97 | TL-pierre | 1A | H51 | CP7AF1 | HP | 50 | +- | 4 |
| KRM103 | TL-pierre | 1A | H51 | CP10 | HP | 59 | +- | 7 |
| 545 | ESR-dent | 1A | ? | | base HP | 53 | +- | 3 |
| UW265 | TL-OSL-sed | 1A | J51 | | 22 stérile | 58.7 | +- | 4.3 |
| 544 | ESR-dent | 1A | ? | | 27 haut MSA II | 60.0 | +- | 4.5 |
| 547 | ESR-dent | 1A | ? | ? | haut MSA II | 83 | +- | 5.5 |
| U-367 | U/Th-crust | 1A | ? | | 30 MSA II | 77.4 | +- | 7.0 |
| KRM62 | TL-pierre | 1A | T50 | SM5 | base MSA II | 91 | +- | 8 |
| UW455 | TL-OSL-sed | 1 | AA43 | SM5- 16 | MSA II | 68.4 | +- | 6.5 |
| U-075 | U-Th stalagmite | 1 | secD | 14 base | MSA II | 85.2 | +- | 2.1 |
| U-061 | U-Th stalagmite | 1 | secD | 14 base | MSA II | 94.6 | +- | 3.2 |
| U-142 | U-Th stalagmite | 1 | secM | 14 base | MSA II | 100.8 | +- | 7.5 |
| UW274 | TL-OSL-sed | 1 | WB | | 15 MSA II | 70.9 | +- | 5.1 |
| | AAR | 1 | ? | | 16 MSA II | 89 | +- | |
| 543 | ESR-dent | 1 | WB | | 17 MSA II | 110 | +- | 11.7 |
| | AAR | 1 | ? | | 37 MSA II | 90 | +- | |
| | AAR | 1 | ? | | 38 MSA I | 110 | +- | |
| UW282 | TL-OSL-sed | 1 | AA43 | | 38 MSA I | 106.8 | +- | 12.6 |
| U-369 | U-Th stalagmite | 1 | secK | | 40 MSA I | 108.6 | +- | 3.4 |
| UW272 | TL-OSL-sed | 1 | WB | | 13 MSA IV | 70.7 | +- | 7.4 |
| | AAR | 1 | ? | | 13 MSA IV | 65 | +- | |

Tableau V-6 et Figure V-10 : Bilan des études de datation radiométriques et chimiques effectuées à Klasies River d'après Grün (US-ESR, communication personnelle 2003), Bada et Deems 1975 (AAR), Feathers 2002 (TL-OSL sédiment) et Vogel 2000 (U-Th). L'âge indiqué pour la dent N°543 correspond à une correction de l'âge publié par Grün *et al.* (1990) après modification du coefficient d'atténuation bêta. Pour le MSA II, les résultats relatifs à une zone donnée (grotte 1A, grotte 1 carré AA43, et grotte 1 witness baulk et zone adjacente) sont, sauf erreur de notre part, dans l'ordre stratigraphique. Les trois résultats reliés par un trait marquent la corrélation stratigraphique établie par les archéologues (couche SM5-16). D'après l'ensemble de ces résultats, le MSA I est daté de 110 ka environ, le MSA II correspond à la période la plus longue (c'est aussi la partie la plus importante de la stratigraphie - en épaisseur) de 110 à 60-80 ka. L'HP et le MSA III correspondraient à une période très courte, inférieure aux barres d'erreur, située vers 60 ka avant le présent. Par différence, la période de transition stérile entre le MSA II et l'HP est donc centrée sur 60-80 ka. Le MSA IV, comme l'avait suggéré H. Deacon, n'est pas postérieur au MSA III, mais s'intercale entre le MSA II et l'HP (contemporain de la déposition de l'ensemble RF).



couche 1/2) en utilisant le débit de dose actuel. Ces résultats sont compatibles avec celui de la TL (56 ± 3 ka) à 2 et à 1 sigma, respectivement.

Après avoir daté par ESR cinq dents prélevées dans différents niveaux de Klasies River (Grün *et al.* (1990), Grün (communication personnelle) a utilisé récemment une technique combinant l'ESR et l'U/Th permettant de mieux contrôler le problème de l'absorption de l'uranium par les dents et donc, l'évolution du débit de dose. Une seule dent associée à l'Howieson's Poort a été datée de 53 ± 3 ka, et est encadrée par un échantillon post HP daté de 53 ± 3 ka et par un échantillon pré-HP daté de 60^{+5}_{-4} ka. La date de 53 ± 3 ka est compatible à 1 sigma avec notre résultat et avec ceux de J. Feathers.

Enfin, Vogel (2000) a appliqué la méthode de l'U/Th à des stalagmites et à des planchers stalagmitiques et a obtenu un âge de 65.6 ± 5.3 ka sur un échantillon associé à l'Howieson's Poort, après correction de la pollution initiale en thorium. Cet âge est compatible à 2 sigma avec les résultats obtenus pour l'Howieson's Poort par la TL.

En résumé, tous les âges obtenus par les méthodes fondées sur la dosimétrie des rayonnements sont compatibles à 1 sigma et inférieurs à 56 ka ; l'âge obtenu par la méthode U-Th est sensiblement plus élevé, 65.6 ± 5.3 ka, mais il reste néanmoins compatible avec les autres résultats. Cette petite différence entre les méthodes peut être expliquée de la façon suivante : soit l'âge « vrai » est bien centré sur 50-60 ka et l'âge U-Th est légèrement surestimé pour une raison qu'il reste à découvrir (correction de pollution en Th232 insuffisante? corrélation stratigraphique erronée?), soit les méthodes dosimétriques (TL, OSL et ESR) sous-estiment l'âge « vrai » du fait d'une modification du débit de dose externe et dans ce cas, celui-ci se trouve plutôt dans l'intervalle 60-70 ka. Ce scénario reste cependant difficile à accepter car les échantillons (quartzites, sédiment, dents) proviennent de niveaux différents et les âges sont diversement dépendants du débit de dose externe.

3. Contexte paléoenvironnemental

Les datations obtenues pour le niveau Howieson's Poort ne permettent pas de trancher entre la fin du stade 4 (60-65ka) et le début du 3 (50-60 ka) ; quoiqu'il en soit, elles correspondraient à la fin d'un stade froid ou au début d'un stade plus clément et non à un refroidissement important (transition du stade 5a au stade 4), comme l'avait suggéré H. Deacon en se fondant sur l'interprétation paléoclimatique des vestiges découverts. L'hypothèse de la "*Klasies regression*"

proposée par H. Deacon est aussi en contradiction avec l'interprétation de certaines données naturalistes ou physico-chimiques concernant la microfaune et la faune, les mesures isotopiques de l'oxygène $\delta O18$ et les coquillages :

- La microfaune et la faune :

Notons la contradiction entre l'existence d'une faible biodiversité dans la microfaune de l'Howieson's Poort constatée par Deacon et celle d'une forte biodiversité avancée par D.M. Avery (1987). Deacon mentionne l'augmentation du taxon *Otomys saundersiae* qu'il interprète comme un indicateur glaciaire (Deacon *et al.*, 1984), mais d'après la figure 2(a) de D.M. Avery (1987), le pic majeur de fréquence de cette espèce correspond aux échantillons associés au MSA III. Deacon, en se référant aussi à l'étude de Klein (1976) sur la macrofaune, mentionne notamment l'augmentation du nombre d'animaux mangeurs d'herbe ("grazers") par rapport à celui des mangeurs de feuilles ("browsers"), qu'il interprète comme un indicateur d'une baisse de température. Cependant, Avery montre, à partir des mêmes données de Klein, que l'Howieson's Poort s'accompagne d'une augmentation de la biodiversité de la macrofaune par rapport aux périodes antérieures et postérieures (MSA II et III, respectivement). Elle suggère aussi que l'augmentation des "grazers" pourrait être un biais dû à l'amalgame des assemblages HP et MSIII effectué par Klein pour améliorer la statistique. Enfin, rappelons que Thackeray et Avery (1990) concluent par une étude statistique multivariée sur la microfaune de Klasies River, à une augmentation de la température lors de l'Howieson's Poort et J.F. Thackeray (1992) propose une association de ce techno-faciès avec les phases chaudes du stade 3 (48-58 ka).

- Les mesures isotopiques de l'oxygène $\delta O18$:

Deacon *et al.* (1988) associent l'évolution du $\delta O18$ des coquilles associées à l'Howieson's Poort à une baisse de température globale importante et donc à une régression majeure. Cependant, Van Andel (1989) a suggéré que les coquillages du littoral pouvaient avoir une évolution isotopique différente de l'évolution globale à cause des modifications particulières des courants côtiers. De plus, Schackelton (1982), n'a pas exclu d'après son étude isotopique la possibilité d'une association de l'Howieson's Poort au stade 3.

- Les coquillages :

Plusieurs auteurs (ex: Deacon et Geleijnse, 1988 ; J.F. Thackeray, 1992), bien qu'admettant que la dissolution différentielle des coquillages selon les couches soit problématique, ont utilisé l'évolution de la fréquence des mollusques pour la corrélérer à la distance site-plage et donc aux niveaux de la mer et aux paléotempératures. La dissolution des coquilles semble avoir été

particulièrement importante dans l'ensemble supérieur du remplissage (« Upper ») et ce fait a été corroboré par Schackelton qui a noté le mauvais état des coquillages dans cette zone.

Malgré ces restrictions, J.F. Thackeray (1992) corrèle les niveaux Howieson's Poort avec l'évolution de la température globale au début du stade 3. Voigt (1982), examinant l'évolution de la fréquence de *Perna perna* associé aux eaux chaudes et de *Patella granatina* associé aux eaux froides suggère également que l'Howieson's Poort peut être associé à une phase plus chaude que le MSA II et le MSAIII, durant la période glaciaire.

Enfin, Deacon (Deacon *et al.*, 1986 ; Deacon, 1989) avance l'argument du développement de l'espèce *Donax serra* (mollusque appréciant l'environnement sableux) pour démontrer le retrait de la mer. Cependant, l'amas coquillier correspondant est situé sous l'ensemble RF et il est donc bien antérieur à l'Howieson's Poort.

Il n'y a donc pas véritablement d'arguments paléoenvironnementaux s'opposant formellement à l'association de l'Howieson's Poort avec une transgression entre les stades 4 et 3, plutôt qu'avec la régression entre les stades 5a et 4. Au contraire, certains arguments plaident en faveur de cette hypothèse (travaux de Thackeray, 1992, et Schackelton, 1982), d'autres suggéreraient même que la régression majeure a précédé l'Howieson's Poort (amas coquillier de *Donax serra*).

Conclusion

Les âges obtenus par la TL pour l'Howieson's Poort de Klasies River montrent une bonne cohérence : les treize résultats sont compatibles à 1 sigma, quelque soit la couche de provenance, et ce malgré une grande variabilité des débits de dose internes et des paléodoses. L'âge moyen pondéré, 56 ± 3 ka, est concordant avec les résultats obtenus sur les sédiments (méthode de la luminescence), sur les dents (ESR et U/Th) ainsi que sur une formation stalagmitique (U/Th). Il est cependant plus jeune que ce qui est généralement attendu pour l'Howieson's Poort, notamment à Klasies River où Deacon avait associé ce techno-faciès à la régression qui a marqué la fin du stade 5 et le début du stade 4 (75-65 ka d'après Martinson *et al.*, 1987). Parmi les sources de sous-estimation possibles de l'âge TL notamment, l'hypothèse d'une évolution du débit de dose externe est la plus préoccupante. Cependant le bon accord entre les âges obtenus par différentes méthodes sur différents matériaux pour lesquels la contribution du débit externe varie, va à l'encontre de cette hypothèse. Soulignons pour terminer qu'il n'y a pas d'arguments qui empêchent formellement d'associer l'Howieson's Poort avec une période de transgression, plutôt qu'avec une période de régression.

Chapitre VI : Synthèse et Discussion

Introduction

Nous n'avons discuté dans les chapitres consacrés à la datation de chaque gisement que de la validité des âges d'un point de vue méthodologique et de leur comparaison avec d'autres données radiométriques obtenues pour les mêmes gisements. Ce chapitre a pour objectif de porter nos résultats dans un cadre plus large et de discuter leur apport sur le plan archéologique.

I. Chronologie des techno-faciès Howieson's Poort et Still Bay : apport de ce travail

1. Données chronologiques pour l'Howieson's Poort

Rappel des résultats antérieurs

Les données chronologiques pour l'Howieson's Poort, obtenues grâce aux méthodes radiométriques (U/Th, ESR, TL/OSL) et chimiques (AAR) ont été publiées, dans leur majorité, au cours des quatre dernières années. Ces résultats, encore peu nombreux, ne concernaient que quatre sites - Klasies River, Border Cave, Boomplaas et Apollo11 (fig. VI-1) - et ils étaient étalés sur un intervalle relativement large, allant de 45 à 80 ka. Ils permettaient donc d'écarter l'hypothèse d'une association de l'Howieson's Poort avec la seconde partie du stade isotopique 3, association que semblaient suggérer certaines données C14 (Parkington, 1990), ou avec le stade 5, hypothèse plus largement soutenue par différentes études paléoenvironnementales (Butzer, 1978, 1984 ; D.M. Avery, 1982, 1987, 1992 ; Klein, 1977 ; Hendey et Volman, 1986). Toutefois, cet intervalle était bien trop grand pour situer précisément dans le temps ce techno-faciès et, sans données complémentaires, il était difficile de privilégier certains résultats plutôt que d'autres d'autant que les incertitudes associées étaient grandes, de l'ordre de 5 ka. Cependant, on a souvent écrit, durant la dernière décennie, que l'Howieson's Poort était centré sur 70 ka, suivant ainsi l'hypothèse de la *Klasies regression* qui associe l'Howieson's Poort à la régression majeure survenue au début du stade 4 (Thackeray, 1989 ; Ambrose et Lorenz, 1990 ; Avery, 1995 ; Deacon et Wurz, 1996 ; Avery *et al.*, 1997 ; Klein, 1999 ; Carrion *et al.*, 2000 ; Wurz, 2000).

Les données récentes, mais non encore publiées, vont à l'encontre de cette conclusion et plaident plutôt en faveur de la partie inférieure de cet intervalle : A Rose Cottage, Valladas *et al.* (en préparation) ont daté par TL trois pierres chauffées provenant des niveaux Howieson's Poort de 60.2 ± 7.4 , 57.4 ± 3.5 et 61.6 ± 4.8 ka; Jacobs *et al.* (communication orale, Johannesburg 2003 et communication personnelle), appliquant la méthode OSL en grain unique à ces mêmes niveaux, ont obtenu des âges centrés sur 60 ka, tout comme pour des échantillons provenant de Sibudu Cave.

Rappel des résultats de ce travail

Nos résultats pour l'Howieson's Poort semblent aussi indiquer un âge proche, voire inférieur à 60 ka.

Pour Klasies River, l'étude de 13 échantillons lithiques provenant de l'ensemble des niveaux Howieson's Poort nous a conduit à proposer un âge moyen de 56 ± 3 ka (chapitre V). Bien que faiblement dispersés et en accord les données ESR et OSL (Grün, communication personnelle ; Feathers, 2002), nos résultats pourraient être légèrement sous-estimés en raison de la possible variation temporelle du débit de dose gamma. Ils seraient alors compatibles avec l'âge de 65 ± 5 ka obtenu en U-Th sur un plancher stalagmitique (Vogel, 2000). Cependant, il est possible aussi que la pollution initiale en thorium de cet échantillon unique de plancher ait été sous-estimée, conduisant à une surestimation de l'âge U-Th.

Pour le gisement de Diepkloof Rock Shelter, nous avons placé entre 55-65 ka les niveaux supérieurs associés à l'Howieson's Poort. Cet intervalle, un peu large en raison des difficultés liées à la variation spatiale du débit de dose gamma, devrait pouvoir être affiné par des études complémentaires.

2. Données chronologiques pour le Still Bay

Pour ce techno-faciès, la seule donnée radiométrique publiée jusqu'à récemment (hormis les âges C14 infinis) était un âge OSL de 103.0 ± 9.8 ka obtenu par la technique de soustraction sur un échantillon de sédiment provenant de la partie supérieure de la séquence MSA de Blombos Cave (Vogel *et al.*, 1999).

Nous avons daté 7 échantillons provenant de ce gisement, dont 5 sont associés à l'assemblage Still Bay. L'âge TL moyen de 74 ± 5 ka, se trouve en bon accord avec ceux de l'ESR de 80 ± 6

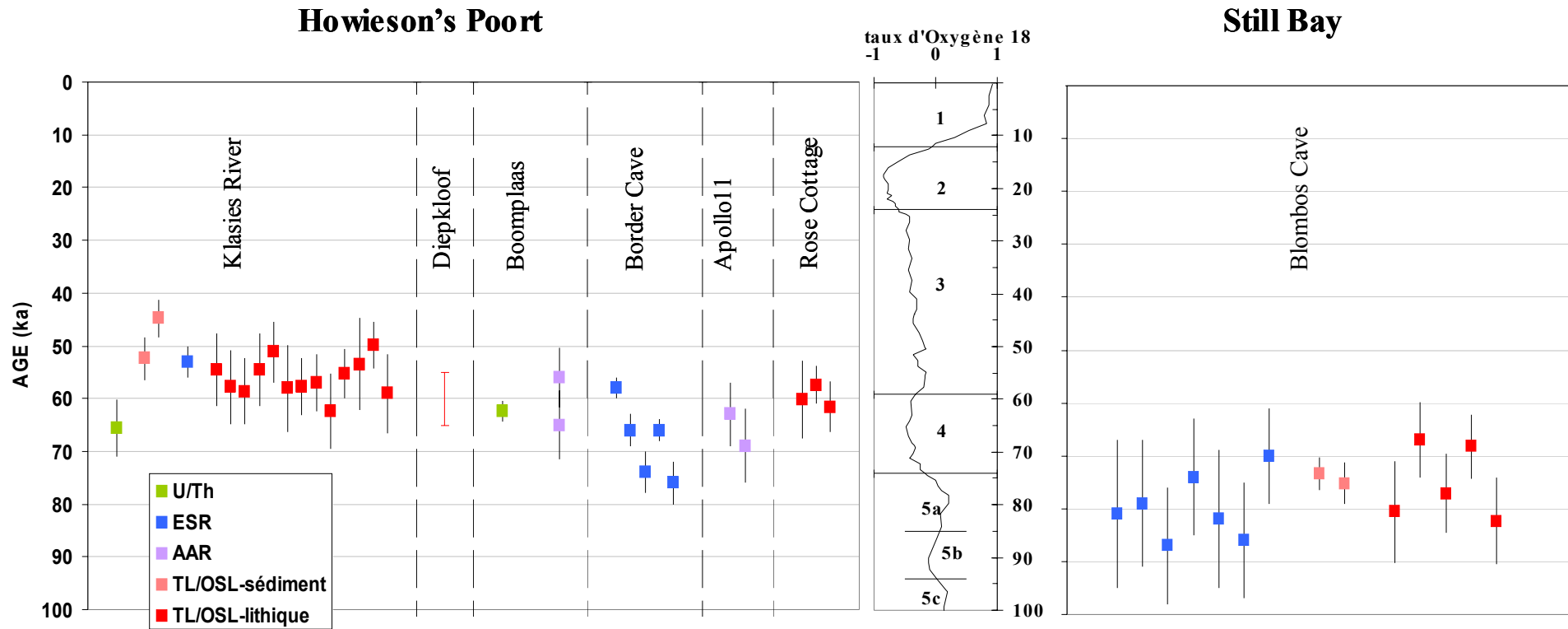


Figure VI-1: Bilan des données chronologiques radiométriques et chimiques pour l'Howieson's Poort et le Still Bay. Chaque point correspond à un échantillon (AAR mis à part), sauf dans le cas de Diepkloof (intervalle de temps déduit de cinq échantillons). D'après Vogel 2000, Feathers 2002, Grün et Beaumont 2001, Miller *et al.* 1999, Jones 2001, Jacobs communication personnelle, Valladas communication personnelle, Grün communication personnelle. Les données de Brooks et al. (voir chapitre I) ne sont pas indiquées sur la figure car nous manquons d'informations précises sur ces résultats.

ka (Jones, 2001) et de l'OSL de 74 ± 4 ka (Jacobs, communication personnelle).

II. Discussion

1. Relations chronologiques entre les différents techno-faciès du MSA

Ces données récentes permettent de proposer une nouvelle lecture de la chronologie de l'Howieson's Poort : la majorité des âges se trouve désormais centrée sur 60 ka, et seuls ceux obtenus à Border Cave par la technique de l'ESR suggèrent une origine plus ancienne, dès 80 ka (Grün *et al.*, 2001). L'Howieson's Poort semble ainsi avoir existé pendant une courte durée dans les gisements de Klasies River et Rose Cottage en particulier, et avoir perduré 20 ka environ à Border Cave. Ces dernières données devraient impliquer la coexistence de l'Howieson's Poort avec d'autres techno-faciès. Cependant, cette hypothèse va à l'encontre des données de terrain puisque jusqu'à présent, aucune interstratification des différents techno-faciès n'a été observée (ex: Ambrose et Lorenz, 1990, p.5 ; Deacon, 1992, p.112). Ceci est-il dû au fait que ces interstratifications n'ont pas été reconnues, en raison des similitudes souvent soulignées entre les techno-faciès, ou qu'elles n'existent que dans des sites non encore fouillés ?

Néanmoins, il faut rappeler que les données sur l'évolution des paléotempératures déduites d'une analyse multivariée de la micro-faune (Thackeray et Avery, 1990), avaient suggéré que les techno-faciès Howieson's Poort de Border Cave et de Klasies River devaient être contemporains. En conséquence, l'autre hypothèse serait de remettre en cause certains âges ESR de Border Cave : en effet, seuls deux d'entre eux sont significativement plus grands que les autres et conduisent à envisager un intervalle large, allant jusqu'à 80 ka, pour l'Howieson's Poort et l'on peut donc se demander si ces deux résultats ne seraient pas erronés. Il est vrai qu'un âge de 69 ± 7 ka a été obtenu par AAR (Miller *et al.*, 1999) pour les niveaux post-HP du même gisement, mais quel crédit accorder à ce résultat qui est, notons-le, incohérent avec l'âge ESR de 58 ± 2 ka obtenu pour le sommet des niveaux Howieson's Poort? Actuellement, l'étude par la TL de pierres chauffées provenant de Border Cave est en cours au laboratoire de Gif-sur-Yvette et nous espérons que ces nouvelles données apporteront un complément d'information utile pour trancher entre ces deux hypothèses.

Dans ce débat, on peut aussi mentionner que Feathers (1997) avait déterminé un âge de 55.4 ± 4.7 ka à White Painting Rock Shelter pour un niveau riche en outils à dos qui serait alors

contemporain de celui de Klasies. Se pose alors la question de l'unité de l'Howieson's Poort (Parkington, 1990) : le techno-faciès de White Painting Rock Shelter situé au nord ouest du Botswana est-il identique à celui des gisements situés au sud de la rivière Limpopo ou des variantes existent-elles qui pourraient être mises en parallèle avec les différences d'âges observées?

Si l'on s'en tient à la Province du Cap, l'âge obtenu pour l'assemblage Still Bay de Blombos Cave suggère que ce techno-faciès est antérieur à l'Howieson's Poort. Rappelons que cette hypothèse avait été émise par Henshilwood *et al.* (2001) qui avait observé dans différents sites que les niveaux à pointes bifaciales (Still Bay ou non Still Bay) se trouvent sous les niveaux Howieson's Poort. A Blombos Cave, la dune stérile recouvrant les niveaux Still Bay a été datée par OSL du stade 4 (69.2 ± 3.9 ka, 67.3 ± 3.8 ka) (Jacobs *et al.*, 2003), et à Die Kelders, la dune recouvrant les niveaux MSA n'a pas été datée directement, mais ces derniers l'ont été, par ESR et TL/OSL de 70 ou 60-70ka respectivement (Schwarcz et Rink, 2000 ; Feathers et Bush, 2000). On peut alors envisager que les niveaux dunaires soient les vestiges d'un même événement climatique et que le MSA de Die Kelders et le Still Bay de Blombos Cave soient, en fait, contemporains. Cette hypothèse est plausible puisque le Still Bay est marqué par une augmentation de l'usage des silcrètes, qui a aussi été observée dans les niveaux MSA de Die Kelders, lesquels sont dépourvus des outils à dos caractéristiques de l'Howieson's Poort.

2. Evolution des techno-faciès du MSA en relation avec le climat

Plusieurs auteurs (Deacon, 1989 ; Ambrose et Lorenz, 1990) ont développé la thèse selon laquelle la péjoration climatique lors du passage des stades 5a à 4 était à l'origine des développements techno-typologiques de l'Howieson's Poort. D'après les datations « physico-chimiques » et si l'on écarte provisoirement le cas problématique de Border Cave, l'Howieson's Poort semblerait plutôt associé à la transition stade 4 - stade 3 (datée de 59 ± 6 ka), et donc à une amélioration climatique. Nous avons vu qu'à Klasies River (chapitre V), les données paléoclimatiques étaient suffisamment contradictoires pour qu'il n'y ait pas d'opposition formelle à cette association. Rappelons, entre autres, que les données de la microfaune (D.M. Avery, 1987) suggèrent une amélioration climatique et que les analyses multivariées (Thackeray et Avery, 1990) supportent aussi cette hypothèse, associant l'Howieson's Poort à une augmentation de température corrélée au début du stade 3 (48-58 ka) (J.F. Thackeray, 1992).

En résumé, le techno-faciès de Still Bay de Blombos Cave et les industries MSA de Die Kelders précéderaient de peu la dégradation climatique survenue au cours du stade 4, durant laquelle se seraient déposés les niveaux dunaires présents dans ces gisements. L'Howieson's Poort ne serait apparu que plus tard, à la fin du stade 4 ou au tout début du stade 3. Pour tester cette hypothèse, il conviendrait de revoir la chronologie de Border Cave et de multiplier les datations de gisements situés dans différentes régions du sud de l'Afrique afin d'étudier le synchronisme des différents techno-faciès.

3. Les origines de la "modernité"

Nous avons débuté ce mémoire en présentant succinctement le débat sur l'émergence du comportement moderne (chapitre I). Même si le qualificatif de "moderne" est très discutable, il est clair que l'Howieson's Poort et le Still Bay ont des caractéristiques que l'on retrouve plus fréquemment au LSA qu'aux périodes antérieures. Ainsi, la fabrication de microlithes et d'outils géométriques remonterait à au moins 60 ka puisqu'ils sont présents dans l'Howieson's Poort. Les résultats de Blombos Cave font aussi remonter à 75 ka environ l'usage de symboles, si l'on accepte l'interprétation des ocres gravées associées au niveau Still Bay (Henshilwood *et al.*, 2002) (annexe VII). Cet âge fixe également la limite *ante quem* du travail de l'os, les pointes étant majoritairement sous le niveau Still Bay. Il est équivalent, voire plus grand que celui attribué au harpon en os découvert à Katanda, au Zaïre (Yellen *et al.*, 1995 ; Brooks *et al.*, 1995 ; Feathers et Migliorini, 2001).

Conclusion

Aujourd'hui, même si la chronologie de l'Howieson's Poort et du Still Bay est un peu mieux connue qu'il y a 10 ans, de très nombreuses questions restent en suspens. La proportion de sites datés est toujours faible et le risque de généralisation excessive des résultats est important. Pour avancer sur le sujet, les études chronologiques devront être poursuivies mais la principale difficulté sera probablement liée à la relative imprécision des résultats : si les différents techno-faciès évoluent rapidement, sur des périodes inférieures à 5000 ans, il sera vraisemblablement difficile, sans améliorations de la précision des datations, de suivre leur évolution. Les recherches

méthodologiques en géochronologie sont donc une nécessité, comme nous avons essayé de le montrer, et elles devront donc impérativement être poursuivies et développées.

Conclusion générale

L'objectif de ce travail étant d'obtenir de nouvelles données chronologiques pour les technofaciès Still Bay et Howieson's Poort, nous avons daté par les méthodes de la luminescence des pierres chauffées prélevées dans trois gisements « clefs » : Blombos Cave, Diepkloof Rock Shelter et Klasies River.

Les roches étudiées étaient des quartzites et des silcrètes qui, jusqu'à présent, ont été moins utilisées que les silex pour établir la chronologie du Paléolithique et, parmi la cinquantaine d'échantillons testés, seulement une vingtaine présentait un comportement satisfaisant pour être datée. Selon les caractéristiques des échantillons, nous avons mesuré la paléodose en utilisant les techniques de la TL ou de l'OSL (chapitre IV), mais nous avons montré que, dans ce second cas, il était indispensable que les échantillons aient été protégés de la lumière dès leur découverte pour éviter toute perte de leur signal (Tribolo *et al.*, 2003) (chapitre II et V).

En ce qui concerne la détermination du débit de dose interne, nous avons proposé une nouvelle approche pour tenir compte de la répartition des radioéléments au sein des échantillons. Dans l'impossibilité d'obtenir une définition précise de cette répartition pour tous les radioéléments, nous avons choisi d'utiliser un modèle statistique qui s'apparente à celui généralement employé pour la datation des sédiments et qui est fondé sur l'hypothèse d'une répartition homogène à l'extérieur des grains de quartz. Les roches étudiées se différencient cependant des sédiments par le fait que le broyage pratiqué avant les mesures de luminescence ne respecte pas la granulométrie initiale des grains de quartz et qu'il est donc nécessaire de déterminer la distribution granulométrique dans chaque échantillon et d'en tenir compte pour estimer le débit de dose interne (Tribolo *et al.*, en préparation) (chapitre III).

Nous avons réfléchi à plusieurs modifications pour améliorer cette approche. La première, que nous avons commencé à tester, consisterait à ne plus broyer la roche mais à la dissoudre à l'aide d'acide de façon à séparer les grains de quartz en respectant leur granulométrie initiale. Cette technique éviterait ainsi les incertitudes liées à la détermination des diagrammes granulométriques. Cependant, comme la plus grande source d'erreur dans l'estimation de la dose interne est liée au modèle lui-même, il apparaît nécessaire d'obtenir de l'information sur la répartition de l'uranium et du thorium. L'utilisation de la technique de l'autoradiographie alpha (Sanzelle *et al.*, 1983) devra donc être explorée dans l'avenir.

D'autre part, la principale source d'erreur sur les âges que nous avons rencontrée, notamment dans le cas de Diepkloof, est liée à la variation spatiale et temporelle du débit de dose externe (chapitre IV et chapitre V). Pour améliorer la résolution spatiale, il faudrait multiplier les mesures de débit de dose sur le terrain avant que ne débute la fouille et, pour s'affranchir de l'évolution temporelle, il serait utile de développer des méthodes d'isochrones.

Malgré ces difficultés, les âges moyens obtenus, 74±5 ka pour l'assemblage Still Bay à Blombos Cave (5 échantillons), 56±3 ka pour l'Howieson's Poort à Klasies River (13 échantillons) et l'estimation préliminaire, 55-65 ka, proposée pour ce techno-faciès à Diepkloof sont cohérents avec d'autres données radiométriques. Ils confirment que le Still Bay est antérieur à l'Howieson's Poort et montrent que ce complexe lithique serait plus tardif que ce qui était avancé jusqu'à récemment : il serait associé à la transition des stades 4 à 3 plutôt qu'à celle des stades 5a à 4, et se situerait ainsi lors d'une amélioration et non d'une détérioration des conditions climatiques. Nos résultats modifient donc les interprétations qui avaient été proposées sur la relation entre l'apparition de ce techno-faciès et l'évolution du climat et de l'environnement.

A Klasies River, aucune différence d'âge n'a pu être décelée entre le début et la fin de la séquence Howieson's Poort, ce qui signifie que ce techno-faciès a probablement duré dans ce site moins de 10 ka. A Border Cave, la situation pourrait être différente puisque les datations ESR indiquent un début possible à 80 ka et une durée de 20 ka. L'avenir montrera si ces âges plus anciens sont erronés ou si une réelle différence existe entre Klasies River et Border Cave.

Le nombre de sites datés étant encore trop restreint, de nombreuses questions restent ouvertes tant pour l'Howieson's Poort que pour le Still Bay. Il est indispensable de poursuivre les études chronologiques de ces deux techno-faciès mais aussi de les intégrer à une étude globale des autres techno-faciès du MSA, même s'ils sont encore mal définis actuellement, de façon à décrire l'évolution temporelle au cours de cette période et de préciser ses limites chronologiques, en particulier sa transition avec le Late Stone Age.

Dans ce but, de nouveaux projets ont dorénavant et déjà été engagés : ainsi, le site de Peers Cave à quelques kilomètres au sud du Cap où l'on a découvert par le passé à la fois du Still Bay et de l'Howieson's Poort est à nouveau fouillé par R. Yates (du South African Museum) et des échantillons sont déjà au laboratoire de Gif. A Mossel Bay, qui se trouve sur la côte entre les sites de Blombos et Klasies River, C. Marean (Université Stony Brook) et P. Nielsen (South African Museum) ont initié un vaste projet incluant la fouille de plusieurs grottes du MSA. Des séquences

stratigraphiques ayant déjà été repérées, nous y avons prélevé des pierres chauffées et effectué les premières mesures dosimétriques.

Nous espérons que ces nouvelles recherches contribueront efficacement à l'établissement de la chronologie du Middle Stone Age d'Afrique du Sud et, de là, permettront de préciser à la fois la date d'apparition et l'évolution du comportement des premiers Hommes anatomiquement modernes.

Bibliographie

- Adamiec G. et Aitken M.J. (1998) : *Dose-rate conversion factors: update*. Ancient TL, Vol.16, n°2, pp 37-50.
- Aitken M. (1998) : *An introduction to optical dating*. Oxford Science Publications, Oxford.
- Aitken M.J. (1985) : *Thermoluminescence dating*. Academic Press, London.
- Aitken M.J. et Smith B.W. (1988) : *Optical dating: recuperation after bleaching*. Quaternary Science Reviews, Vol.7, pp 387-393.
- Ambrose S.H. et Lorenz K.G. (1990): *Social and ecological models for the Middle Stone Age in Southern Africa*. Mellars P. (eds.) : *The emergence of modern humans: an archaeological perspective*, pp3-33. Edinburgh University Press, Edinburgh.
- Armitage S.J., Duller G.A.T., et Wintle A.G. (2000) : *Quartz from southern Africa : sensitivity changes as the result of thermal pretreatment*. Radiation Measurements, Vol.32, pp 571-577.
- Avery D.M. (1982) : *The micromammalian fauna from Border Cave, Kwazulu, South Africa*. Journal of Archaeological Science, Vol.9, pp 187-204.
- Avery D.M. (1987) : *Late Pleistocene coastal environment of the Southern Cape Province of South Africa: micromammals from Klasies River Mouth*. Journal of Archaeological Science, Vol.14, pp 405-421.
- Avery D.M. (1992) : *The environment of early modern humans at Border cave, South Africa: micromammalian evidence*. Palaeogeography, Palaeoclimatology, Palaeoecology , Vol.91, pp 77-87.
- Avery D.M. (1995) : *Physical environment and site choice in South Africa*. Journal of Archaeological Science, Vol.22, n°3, pp 343-353.
- Avery G., Cruz-Urbe K., Goldberg P., Grine F.E., Klein R.G., Lenardi M.J., Marean C.W., Rink W.J., Schwarcz H.P., Thackeray A.I., et Wilson M.L. (1997) : *The 1992-93 excavations at Die Kelders Middle and Later Stone Age cave site, South Africa*. Journal of Field Archaeology, Vol.24, pp 263-291.
- Bada J.L. et Deems L. (1975) : *Accuracy of dates beyond the C-14 dating limit using the aspartic acid racemization reaction*. Nature, Vol.255, pp 218-219.
- Bailey R.M., Smith B.W., et Rhodes E.J. (1997) : *Partial bleaching and the decay form characteristics of quartz OSL*. Radiation measurements, Vol.27, pp 123-136.
- Bartram L.E. et Marean C.W. (1999) : *Explaining the "Klasies Pattern": Kua Ethnoarchaeology, the Die Kelders Middle Stone Age archaeofauna, long bone fragmentation and carnivore ravaging*. Journal of Archaeological Science, Vol.26, pp 9-29.
- Beaumont P.B. (1980) : *On the age of Border cave hominids 1-5*. Paleontologia Africana, Vol.23, pp 21-33.
- Beaumont P.B., de Villier H., et Vogel J.C. (1978) : *Modern man in sub-saharan Africa prior to 49000 BP: a review and evaluation with particular reference to Border Cave*. South African Journal of Science, Vol.74, pp 409-419.
- Beaumont P.B., Miller G.H., et Vogel J.C. (1992) : *Contemplating old clues to the impact of the future greenhouse climates in South Africa*. South African Journal of Science, Vol.88, pp 490-498.
- Binford L.R. (1984) : *Faunal remains from Klasies River Mouth*. Academic Press, New-York

- Bird M.I., Fifield L.K., Santos G.M., Beaumont P.B., Zhou Y., Di Tada M.L., et Hausladen P.A. (2003) : *Radiocarbon dating from 40 to 60 ka BP at Border cave, South Africa*. *Quaternary Science Review*, Vol.22, pp 943-947.
- Bøtter-Jensen L., Bulur E., Duller G.A.T., et Murray A.S. (2000) : *Advances in luminescence instrument systems*. *Radiation Measurements*, Vol.32, pp 523-528.
- Bøtter-Jensen L. et Duller G.A.T. (1992) : *A new system for measuring optically stimulated luminescence from quartz samples*. *Nuclear Tracks and Radiation Measurements*, Vol.20, n°4, pp 549-553.
- Bräuer G. (1984): *A craniological approach to the origin of anatomically modern Homo sapiens in Africa and implications for the appearance of modern Europeans*. Smith F.H. et Spencer F. (eds.) : *The Origins of Modern Humans : a World Survey of the Fossil Evidence*, pp327-410. Alan R. Liss, NewYork .
- Bräuer G. (1992): *Africa's place in the evolution of Homo sapiens*. Bräuer G. et Smith F.H. (eds.) : *Continuity or replacement : controversies in Homo sapiens evolution*, pp83-98. Balkema, Rotterdam
- Brennan B.J., Lyons R.G., et Phillips S.W. (1991) : *Attenuation of alpha particle track dose for spherical grains*. *Nuclear Tracks and Radiation Measurements*, Vol.18, pp 249-253.
- Brooks A.S., Helgren D.M., Cramer J.S., Franklin A., Hornyak W., Keating J.M., Klein R.G., Rink W.J., Schwarcz H.P., Leith Smith J.N., Stewart K., Todd N.E., Verniers J., et Yellen J.E. (1995) : *Dating and context of three Middle Stone Age sites with bone points in the Upper Semliki Valley, Zad're*. *Science*, Vol.268, pp 548-553.
- Brooks A.S., Hare P.E., et Kokis J.E. (1993) : *Age of anatomically modern human fossils from the cave of Klasies River Mouth, South Africa*. *Carnegie Institution of Washington, year book 92*, Vol.92, pp 95-96.
- Bulur E. (1996) : *An alternative technique for optically stimulated luminescence (OSL) experiment*. *Radiation Measurements*, Vol.26, pp 701-709.
- Bulur E., Botter-Jensen L., et Murray A.S. (2000) : *Optically stimulated luminescence from quartz measured using the linear modulation technique*. *Radiation Measurements*, Vol.32, pp 407-411.
- Butzer K.W. (1978) : *Sediment stratigraphy of the Middle Stone Age sequence at Klasies River Mouth, Tsitsikama coast, South Africa*. *South African Archaeological Bulletin*, Vol.33, pp 141-151.
- Butzer K.W. (1982): *Geomorphology and sediment stratigraphy*. Singer R. et Wymer J. (eds.) : *The Middle Stone Age at Klasies River Mouth in South Africa*, pp33-42. University of Chicago Press, Chicago.
- Butzer K.W. (1984): *Archaeology and quaternary environment in the interior of southern Africa*. Klein R.G. (eds.) : *Southern African prehistory and paleoenvironment*, pp1-64. Balkema, Rotterdam.
- Butzer K.W., Beaumont P.B., et Vogel J.C. (1978) : *Litho-stratigraphy of Border Cave, Kwazulu, South Africa: a Middle Stone Age sequence beginning c. 195000 BP*. *Journal of Archaeological Science*, Vol.5, pp 317-341.
- Cann R.L., Stoneking M., et Wilson A.C. (1987) : *Mitochondrial DNA and Human evolution*. *Nature*, Vol.325, pp 31-36.
- Cann R.L. (2001) : *Genetic clues to dispersal in human populations: retracing the past from the present*. *Science*, Vol.291, pp 1742-1748.
- Carrion J.S., Brink J.S., Scott L., et Binneman J.N.F. (2000) : *Palynology and palaeoenvironment of Pleistocene hyena coprolites from an open-air site at Oyster Bay, Eastern Cape coast, South Africa*. *South African Journal of Science*, Vol.96, pp 449-453.
- Cavalli-Sforza L.L. (1998) : *The DNA revolution in population genetics*. *Trends in genetics*, Vol.14, n°2, pp 60-65.
- Cavalli-Sforza L.L., Piazza A., Menozzi P., et Moutain J. (1988) : *Reconstruction of human evolution : bringing together genetic, archaeological, and linguistic data*. *Proc. Natl. Acad. Sci. USA*, Vol.85, pp 6002-6006.

- Churchill S.E., Pearson O.M., Grine F.E., Trinkaus E., et Holliday T.W. (1996) : *Morphological affinities of the proximal ulna from Klasies River main site: archaic or modern?* Journal of Human Evolution, Vol.31, n°3, pp 213-237.
- Clark A.M.B. (1999) : *Late Peistocene technology at Rose Cottage cave: a search for modern behavior in a MSA context.* African Archaeological Review, Vol.16, n°2, pp 93-119.
- Clark J.D. (1959) : *The prehistory of southern Africa.* Pelican, London
- Clark J.D. (1970) : *The prehistory of Africa.* Praeger, New-York
- Clark R.L. (1982) : *Point count estimation of charcoal in pollen preparations and thin sections of sediments.* Pollen et Spores, Vol.24, n°3-4, pp 523-535.
- d'Errico F., Henshilwood C., Lawson G., Vanhaeren M., Tillier A.-M., Soressi M., Maureille B., Nowell A., Lakarra J., Backwell L., et Julien M. (2003) : *Archaeological evidence for the emergence of language, symbolism and music -An alternative multidisciplinary perspective.* Journal of World Prehistory, Vol.17, n°1, pp 1-70.
- Daniels F., Boyd C.A., et Saunder D.F. (1953) : *Thermoluminescence as a research tool.* Science, Vol.117, pp 343-349.
- Deacon H.J. (1979) : *Excavations at Boomplaas Cave - a sequence trough the upper Pleistocene and Holocene in South Africa.* World Archaeology, Vol.10, n°3, pp 241-257.
- Deacon H.J. (1989): *Late Pleistocene paleoecology and archaeology in the southern Cape, South Africa.* Mellars P. et Stringer S. (eds.) : The Human Revolution, pp547-564. Edinburgh University Press, Edinburgh.
- Deacon H.J. (1993): *Southern Africa and modern human origins.* Aitken M.J., Stringer C.B., et Mellars P.A. (eds.) : The origin of modern humans and the impact of chronometric dating: a discussion, pp104-117. Princeton University Press, Princeton.
- Deacon H.J. (1995) : *Two late Pleistocene-Holocene archaeological depositories from the southern Cape, South Africa.* South African Archaeological Bulletin, Vol.50, pp 121-131.
- Deacon H.J. et Deacon J. (1999) : *Human beginnings in South Africa.* David Philip publishers, Cape Town & Johannesburg
- Deacon H.J., Deacon J., Scholtz A., Thackeray J.F., Brink J.S., et Vogel J.C. (1984): *Correlation of paleoenvironmental data from the late Peistocene and Holocene deposits at Boomplaas Cave, southern Cape.* Vogel J.C. (eds.) : Late cainozoic paleoclimates of the southern hemisphere, pp339-351. Balkema, Rotterdam.
- Deacon H.J. et Geleijnse V.B. (1988) : *The stratigraphy and sedimentology of the main site sequence, Klasies River, South Africa.* South African Archaeological Bulletin, Vol.43, pp 5-14.
- Deacon H.J., Geleijnse V.B., Thackeray A.I., Thackeray J.F., Tusenius M.L., et Vogel J.C. (1986) : *Late Pleistocene cave deposits in the southern Cape : current research at Klasies River.* Palaeoecology of Africa, Vol.17, pp 31-37.
- Deacon H.J. et Schuurman R. (1992): *The origins of modern people: the evidence from Klasies River Mouth.* Bräuer G. et Smith F.H. (eds.) : Continuity or replacement: controversies in *Homo sapiens* evolution, pp121-129. Balkema, Rotterdam.
- Deacon H.J., Talma A.S., et Vogel J.C. (1988): *Biological and cultural development of Pleistocene people in an Old World southern continent.* Prescott J.R. (eds.) : Early man in the Southern Hemisphere [Supplement to Archaeometry: Australian Studies], ppS23-S31. University of Adelaide, Adelaide.
- Deacon H.J. et Wurz S. (1996): *Klasies River Mouth main site, cave 2: a Howiesons Poort occurrence.* Pwiti G. et Soper R. (eds.) : Aspects of African Archaeology, pp213-218. 10th congress of the pan african association for prehistory and related studies. University of Zimbabwe Publications.

- Deacon J. (1995) : *An unsolved mystery at the Howieson's Poort name site*. South African Archaeological Bulletin, Vol.50, pp 110-120.
- Delesse M.A. (1847) : *Procédé mécanique pour déterminer la composition des roches*. Comptes Rendus à l'Académie des Sciences, Paris, Vol.25, pp 544-545.
- Duller G.A.T., Bøtter-Jensen L., Kohsiek P., et Murray A.S. (1999) : *A High-sensitivity optically stimulated luminescence scanning system for measurement of single sand-sized grains*. Radiation Protection Dosimetry, Vol.84, pp 325-330.
- Duller G.A.T., Botter-Jensen L., et Murray A.S. (2000) : *Optical dating of single sand-size grains of quartz : sources of variability*. Radiation Measurements, Vol.32, pp 453-457.
- Enard W., Khaitovich P., Klose J., Zöllner S., Heissig F., Giavalisco P., Nieselt-Struwe K., Muchmore E., Varki A., Ravid R., Doxiadis G.M., Bontrop R.E., et Pääbo S. (2002) : *Intra- and Interspecific Variation in Primate Gene Expression Patterns*. Science, Vol.296, pp 340-343.
- Enard W., Przeworski M., Fisher S.E., Lai C.S.L., Wiebe V., Kitano T., Monaco A.P., et Pääbo S. (2002) : *Molecular evolution of FOXP2, a gene involved in speech and language*. Nature, Vol.418, pp 869-872.
- Evans U. (1994) : *Hollow Rock Shelter, a Middle Stone Age site in the Cederberg*. South African Field Archaeology, Vol.3, pp 63-73.
- Fain J., Soumana S., Montret M., Pilleyre T., et Sanzelle S. (1999) : *Luminescence and ESR dating: Beta-dose attenuation for various grain shapes calculated by a Monte-Carlo method*. Quaternary Geochronology, Vol.18, pp 231-234.
- Fairhall A.W., Young A.W., et Erickson L.J. (1976) : *University of Washington dates IV*. Radiocarbon, Vol.18, pp 221-239.
- Feathers J.K. (1997) : *Luminescence dating of sediment samples from White Paintings Rockshelter, Bostwana*. Quaternary Science Review, Vol.16, pp 321-331.
- Feathers J.K. (2002) : *Luminescence dating in less than ideal conditions: case studies from Klasies River main site and Duinefontein, South Africa*. Journal of Archaeological Science, Vol.29, pp 177-194.
- Feathers J.K. et Bush D.A. (2000) : *Luminescence dating of Middle Stone Age deposits at Die Kelders Cave*. Journal of Human Evolution, Vol.38, n°1, pp 91-119.
- Feathers J.K. et Migliorini E. (2001) : *Luminescence dating at Katanda - a reassessment*. Quaternary Science Review, Vol.20, pp 961-966.
- Feathers J.K., Woodborne S., Vogel J., Parkington J.E., Yates R., et Poggenpoel C.A. (en préparation) : *Luminescence dating of Middle Stone Age deposits at Diepkloof Rock Shelter, Cape Province, South Africa*.
- Francus P. (1997) : *Contribution de la micro-sédimentologie assistée par analyse d'image aux reconstitutions paléoclimatiques de séquences lacustres du Quaternaire. Les exemples du lac Baïkal (Sibérie), de Vico (Italie) et de Nogaret (France)*. pp345. Université catholique de Louvain.
- Francus P. (1998) : *An Image - analysis technique to measure grain-size variation in thin sections of soft clastic sediments*. Sedimentary Geology, Vol.121, pp 289-298.
- Freundlich J.C., Schwabedissen H., et Wendt W.E. (1980) : *Köln radiocarbon measurements II*. Radiocarbon, Vol.22, n°1, pp 68-81.
- Godfrey-Smith D.I., Huntley D.J., et Chen W.-H. (1988) : *Optical dating studies of quartz and feldspar sediment extracts*. Quaternary Science Reviews, Vol.7, pp 373-380.
- Goede A. et Hitchman M.A. (1987) : *Electron Spin Resonance analysis of marine gastropods from coastal*

- archaeological sites in southern Africa*. *Archaeometry*, Vol.29, n°2, pp 163-164.
- Goodwin A.J.H. (1926) : *South African stone implement industries*. *South African Journal of Science*, Vol.23, pp 784-788.
- Goodwin A.J.H. (1928) : *An introduction to the Middle Stone Age of South Africa*. *South African Journal of Science*, Vol.25, pp 410-418.
- Goodwin A.J.H. et Van Riet Lowe C. (1929) : *The Stone Age cultures of South Africa*. *Annals of the South African Museum*, Vol.27. 289pp.
- Grine F.E. et Henshilwood C.S. (2002) : *Additional human remains from Blombos Cave, South Africa: 1999-2000 excavations*. *Journal of Human Evolution*, Vol.42, n°3, pp 293-302.
- Grine F.E., Henshilwood C.S., et Sealy J.C. (2000) : *Human remains from Blombos Cave, South Africa (1997-1998 excavations)*. *Journal of Human Evolution*, Vol.38, n°6, pp 755-765.
- Grine F.E., Klein R.G., et Volman T.P. (1991) : *Dating, archaeology and human fossils from the Middle Stone Age levels of Die Kelders, South Africa*. *Journal of Human Evolution*, Vol.21, n°5, pp 363-395.
- Grün R. et Beaumont P.B. (2001) : *Border Cave revisited : a revised ESR chronology*. *Journal of Human Evolution*, Vol.40, pp 467-482.
- Grün R., Beaumont P.B., et Stringer C.B. (1990) : *Electron Spin Resonance dating evidence for early modern humans at Border Cave in South Africa*. *Nature*, Vol.344, n°6266, pp 537-539.
- Grün R., Shackleton N.J., et Deacon H.J. (1990) : *Electron Spin Resonance dating of tooth enamel from Klasies River Mouth cave*. *Current Anthropology*, Vol.31, n°4, pp 427-432.
- Grün R., Brink J.S., Spooner N.A., Taylor L., Stringer Chris B., Franciscus R.G., et Murray A.S. (1996) : *Direct dating of Florisbad hominid*. *Nature*, Vol.382, pp 500-501.
- Harper P.T.N. (1997) : *The Middle Stone Age sequences at Rose Cottage Cave : a search for continuity and discontinuity*. *South African Journal of Science*, Vol.93, pp 470-475.
- Hendey Q.B. et Volman T.P. (1986) : *Last interglacial sea levels and coastal caves in the Cape Province, South Africa*. *Quaternary Research*, Vol.25, pp 189-198.
- Henshilwood C. et Sealy J. (1997) : *Bone artefacts from the Middle Stone Age at Blombos Cave, Southern Cape, South Africa*. *Current anthropology*, Vol.38, n°5, pp 890-895.
- Henshilwood C. et Sealy J. (1999). document non publié : Blombos Cave and Die Kelders Tour, 15th/16th January, 1999, pp1-18.
- Henshilwood C.S., D'Errico F., Marean C.W., Milo R.G., et Yates R. (2001) : *An early bone tool industry from the Middle Stone Age at Blombos Cave, South Africa : implications for the origins of modern human behaviour, symbolism and language*. *Journal of Human Evolution*, Vol.41, pp 631-678.
- Henshilwood C.S., D'Errico F., Yates R., Jacobs Z., Tribolo C., Duller G.A.T., Mercier N., Sealy J.C., Valladas H., Watts I., et Wintle A.G. (2002) : *Emergence of Modern Human Behavior: Middle Stone Age Engravings from South Africa*. *Science*, Vol.295, pp 1278.
- Henshilwood C.S., Sealy J., Yates R., Cruz-Uribe K., Goldberg P., Grine F.E., Klein R.G., Poggenpoel C.A., van Niekerk K., et Watts I. (2001) : *Blombos Cave, Southern Cape, South Africa: preliminary report on the 1992-1999 excavations of the Middle Stone Age levels*. *Journal of Archaeological Science*, Vol.28, pp 421-448.
- Hublin J.-J. (2001). Barham L. et Robson-Brown K. (eds.) : *Human Roots : Africa and Asia in the Middle Pleistocene*. Western Academic & Specialist Press, Bristol.

- Huntley D.J. (2002) : *Comment on "Luminescence Dating of Coastal Sands: overcoming changes in environmental dose rate" by J.C. Vogel, A.G. Wintle and S.M. Woodborne*. Journal of Archaeological Science, Vol.29, pp 559-560.
- Huntley D.J., Godfrey-Smith D.I., et Thewalt M.L.W. (1985) : *Optical dating of sediments*. Nature, Vol.313, pp 105-107.
- Jacobs Z., Wintle A.G., et Duller G.A.T. (2003) : *Optical dating of dune sand from Blobos Cave, South Africa: I-multiple grain data*. Journal of Human Evolution, Vol.44, n°5, pp 599-612 .
- Jacobs Z., Wintle A.G., et Duller G.A.T. (2003) : *Optical dating of dune sand from Blobos Cave, South Africa: II-single grain data*. Journal of Human Evolution, Vol.44, n°5, pp 613-625.
- Jones H.L. (2001): *Electron spin resonance dating of tooth enamel at three palaeolithic sites*. Unpublished M.Sc. thesis, McMaster University.
- Joron J.-L. (1974): *Contribution à l'analyse des éléments en traces dans les roches et les minéraux par activation neutronique. Application à la caractérisation d'objets archéologiques*. Thèse non publiée, Université Paris Sud.
- Kaplan J.M. (1989) : *45000 years of hunter-gatherer history in Natal as seen from Umhlatuzana Rock Shelter*. South African Archaeological Society Goodwin Series, Vol.6, pp 7-16.
- Kleeman J.D. et Lovering J.F. (1967) : *Uranium distribution studies by fission track registration in Lexan plastic prints*. Atomic Energy in Australia, Vol.10, n°4, pp 3-8.
- Klein R.G. (1970) : *Problems in the study of the Middle Ston Age of South Africa*. South African Archaeological Bulletin, Vol.25, pp 127-135.
- Klein R.G. (1974) : *Environment and subsistence of prehistoric man in the Southern Cape Province, South Africa*. World Archaeology, Vol.5, pp 249-283.
- Klein R.G. (1976) : *The mammalian fauna of the Klasies River Mouth sites, Southern Cape Province, South Africa*. South African Archaeological Bulletin, Vol.31, pp 75-98.
- Klein R.G. (1977) : *The mammalian fauna from the Middle and Later Stone Age (Later Pleistocene) levels of Border Cave, Natal Province, South Africa*. South African Archaeological Bulletin, Vol.32, pp 14-27.
- Klein R.G. (1989) : *Why does skeletal part representation differ between smaller and larger bovids at Klasies River Mouth and other archaeological sites?* Journal of Archaeological Science, Vol.6, pp 363-381.
- Klein R.G. (1992) : *The archaeology of modern human origins*. Evolutionary Anthropology, Vol.1, n°1, pp 5-14.
- Klein R.G. (1995) : *Anatomy, behavior and modern human origins*. Journal of World Prehistory, Vol.9, n°2, pp 167-198.
- Klein R.G. (1998): *Why anatomically modern people did not disperse from Africa 100 000 years ago*. Akazawa T., Aoki K., et Bar Yosef O. (eds.) : Neanderthals and modern Humans in Western Asia, pp509-521. Plenum Press, New York.
- Klein R.G. (1999) : *The Human career: human biological and cultural origins (2nd edition)*. University of Chicago Press, Chicago.
- Klein R.G. (2000) : *Archaeology and the evolution of human behavior*. Evolutionary Anthropology, pp 17-36.
- Klein R.G. (2001) : *Southern Africa and modern human origins*. Journal of Anthropological Research, Vol.57, n°1, pp 1-16.
- Klein R.G. (2003) : *Whither the Neanderthals?* Science, Vol.299, pp 1525-1527.

- Klein R.G., Cruz-Uribe K., et Beaumont P.B. (1991) : *Environmental, ecological, and palaeoanthropological implications of the late Pleistocene mammalian fauna from Equus Cave, northern Cape Province, South Africa*. Quaternary Research, Vol.36, pp 94-119.
- Klein R.G., Cruz-Uribe K., Halkett D., Hart T., et Parkington J.E. (1999) : *Paleoenvironmental and human behavioral implications of the Boegoeberg 1 late pleistocene Hyena Den, Northern Cape Province, South Africa*. Quaternary Research, Vol.52, pp 393-403.
- Klein R.G., Cruz-Uribe K., et Milo R.G. (1999) : *Skeletal part representation in archaeofaunas: comments on "explaining the "Klasies pattern": Kua ethnoarchaeology, the Die Kelders Middle Stone Age archaeofauna, long bone fragmentation and carnivore ravaging" by Bartram et Marean*. Journal of Archaeological Science, Vol.26, n°9, pp 1225-1234.
- Kronfeld J. et Vogel J.C. (1980) : *U Fingersprints in groundwater*. Nuclear active, Vol.22, pp 30-32.
- Kuman K., Inbar M., et Clarke R.J. (1999) : *Palaeoenvironments and cultural sequence of the Florisbad Middle Stone Age hominid site, South Africa*. Journal of Archaeological Science, Vol.26, n°12, pp 1409-1425.
- Leakey L.S.B. et Cole S. (1952): *Proceedings of the Pan-African congress on Prehistory, Nairobi 1947*. Blackwell, Oxford.
- Leakey L.S.B. et Solomon J.D. (1929) : *African pluvial periods and prehistoric man*. Man, Vol.29, pp 213-214.
- Lee-Thorp J.A. et Beaumont P.B. (1995) : *Vegetation and Seasonality shifts during the late Quarternary deduced from $^{13}C/^{12}C$ ratios of grazers at Equus Cave, South Africa*. Quaternary Research, Vol.43, n°3, pp 426-432.
- Martinson D.G., Pisias N.G., Hays J.D., Imbrie J., Moore T.C., et Shackelton N.J. (1987) : *Age dating and the orbital theory of the Ice ages: development of a high-resolution 0 to 300000-years chronostratigraphy*. Quaternary Research, Vol.27, pp 1-29.
- McBrearty S. et Brooks A. (2000) : *The revolution that wasn't: a new interpretation of the origin of modern human behavior* . Journal of Human Evolution, Vol.39, pp 453-563.
- McKeever S.W.S. et Chen R. (1997) : *Luminescence models*. Radiation measurements, Vol.27, n°5/6, pp 625-661.
- Mejdahl V. (1979) : *Thermoluminescence dating: beta-dose attenuation in quartz grains*. Archaeometry, Vol.21, n°1, pp 61-72 .
- Mellars P. (1989) : *Major issues in the emergence of modern humans*. Current Anthropology, Vol.30, n°3, pp 349-385.
- Mercier N. (2001): *Demande d'habilitation à diriger des recherches*. Université Bordeaux I.
- Mercier N., Valladas H., et Valladas G. (1995) : *Flint thermoluminescence dates from the CFR Laboratory: contribution to the study of the chronology of the Middle Palaeolithic*. Quaternary Science Reviews, Vol.14, pp 351-364.
- Miller G.H. et Beaumont P.B. (1989) : *Dating the Middle Stone Age at Border cave, South Africa, by the epimerization of the isoleucine in ostrich egg shells*. Bulletin of the geological Society Am. Abstracts with programs, Vol.21, pp A235.
- Miller G.H., Beaumont P.B., Jull A.J.T., et Johnson B. (1992): *Pleistocene geochronology and the paleothermometry from protein diagenesis in ostrich eggshells: implication for the evolution of modern humans*. Aitken M.J., Stringer C.B., et Mellars P.A. (eds.) : *The origin of modern Humans and the impact of chronometric dating*, pp149-157. Philosophical transactions of the Royal Society of London; series B .
- Miller G.H., Beaumont P.B., Jull A.J.T., et Johnson B. (1993): *Pleistocene geochronology and the paleothermometry from protein diagenesis in ostrich eggshells: implication for the evolution of modern humans*. Aitken M.J., Stringer C.B., et Mellars P.A. (eds.) : *The origin of modern Humans and the impact of chronometric dating*,

pp49-68. Princeton University Press, Princeton.

- Miller G.H., Beaumont P.B., Deacon H.J., Brooks A.S., Hare P.E., et Jull A.J.T. (1999) : *Earliest modern humans in southern Africa dated by isoleucine epimerization in ostrich eggshell*. Quaternary Science Review, n°18, pp 1537-1548.
- Milo R.G. (1998) : *Evidence for hominid predation at Klasies River Mouth, South Africa, and its implications for the behavior of early modern Humans*. Journal of Archaeological Science, Vol.25, n°2, pp 99-133.
- Murray A.S. et Wintle A.G. (2000) : *Luminescence dating of quartz using an improved single-aliquot regenerative-dose protocol*. Radiation Measurements, Vol.32, pp 57-73.
- Murray A.S. et Olley Jon M. (2003) : *Precision and accuracy in the optically stimulated luminescence dating of sedimentary quartz : a status review*. Geochronometria, Vol.21, pp 1-16.
- Outram A.K. (2001) : *FOCUS: the scapula representation could be the key: a further contribution to the "Klasies Pattern" debate*. Journal of Archaeological Science, Vol.28, pp 1259-1263.
- Parkington J.E. (1990): *A critique on the consensus view on the age of the Howieson's Poort assemblages in South Africa*. Mellars P. (eds.) : *The emergence of modern humans: an archaeological perspective*, pp34-55. Edinburgh University Press, Edinburgh.
- Parkington J.E. et Poggenpoel C. (1987) : *Diepkloof Rock Shelter*. British archaeological report international series, Vol.S352, pp 269-293.
- Partridge T.C. (1997) : *Cainozoic environmental change in southern Africa, with special emphasis on the last 200,000 years*. Progress in Physical Geography, Vol.21, pp 3-22.
- Pearson O.M. et Grine F.E. (1997) : *Re-analysis of the hominid radii from cave of hearths and Klasies River Mouth, South Africa*. Journal of Human Evolution, Vol.32, n°6, pp 577-592.
- Peers B. (1929) : *Preliminary report on the archaeology of the Fish Hoek -Noord Hoek Valley*. Manuscrit non publié; Bibliothèque de l'Université du Cap.
- Prescott J.R. et Hutton J.T. (1988) : *Cosmic ray and gamma ray dosimetry for TL and ESR*. Nuclear tracks and radiation measurements, Vol.14, n°1/2, pp 223-227.
- Prescott J.R. et Hutton J.T. (1994) : *Cosmic ray contributions to dose rates for luminescence and ESR dating: large depths and long-term time variations*. Radiation measurements, Vol.23, n°2/3, pp 497-500.
- Price P.B. et Walker R.M. (1963) : *A simple method for measuring low uranium concentrations innatural crystals*. Appl. Phys. Lett., Vol.2, pp 23-25.
- Richardson C. A. (1994): *Luminescence dating of quartzite from the Diring Yutakh site*. Unpublished M.A. thesis. Simon Fraser University, British Columbia.
- Rigaud J.P., Texier J.-P., et Texier P.-J. (2000) : *Eland/Elan, rapport scientifique sur les travaux effectués en 1999*.
- Rigaud J.-P., Costamagno S., Lenoble A., Texier J.-P., Texier P.-J., Tribolo C., Allenet G., Leroyer C., et Lacrampe F. (2001) : *Rapport sur les travaux effectués au cours de la campagne 2001 dans l'abri de Diepkloof (Province du Cap, Afrique du Sud)*.
- Rightmire P.G. et Deacon H.J. (1991) : *Comparative studies of Late Pleistocene human remains from Klasies River Mouth, South Africa*. Journal of Human Evolution, Vol.20, pp 131-156.
- Rightmire P.G. et Deacon H.J. (2001) : *New human teeth from Middle Stone Age deposits at Klasies River, South Africa*. Journal of Human Evolution, Vol.41, n°6, pp 535-544.
- Sanzelle S., Fain J., et Miallier D. (1983) : *Thermoluminescence dating : alpha dosimetry using solid state track*

- detector. PACT, Vol.9, pp 59-68.
- Sanzelle S., Miallier D., Pilleyre T., Fain J., et Montret M. (1996) : *A new slide technique for regressing TL/ESR dose response curves - intercomparisons with other regression techniques*. Radiation measurements, Vol.26, n°4, pp 631-638.
- Schwarcz H.P. et Rink W.J. (2000) : *ESR dating of the Die Kelders Cave 1 site, South Africa*. Journal of Human Evolution, Vol.38 , n°1, pp 121-128.
- Shackelton N.J. (1982): *Stratigraphy and chronology of the Klasies River Mouth deposits: oxygene isotope evidence*. Singer R. et Wymer J. (eds.) : The Middle Stone Age at Klasies River Mouth in South Africa, pp194-199. University of Chicago Press, Chicago.
- Sélo M. (1983): *La fission nucléaire et sa signification en géochronologie, paléothermométrie et géochimie- Applications à l'étude particulière des basaltes océaniques*. Thèse d'Etat. Université Paris VI.
- Sillen A. et Morris A. (1996) : *Diagenesis of bone from Border Cave: implications for the age of the Border Cave hominids*. Journal of Human Evolution, Vol.31, pp 499-506.
- Singarayer J.S. (2002): *Linearly modulated optically stimulated luminescence of sedimentary quartz : physical mechanisms and implications for dating*. Thèse non publiée, Université d'Oxford.
- Singarayer J.S. et Bailey R.M. (en préparation) : *Further investigations of quartz optically stimulated luminescence components using linear modulation*.
- Singarayer J.S., Bailey R.M., et Rhodes E.J. (2000) : *Potential of the slow component of quartz OSL for age determination of sedimentary samples*. Radiation Measurements, Vol.32, pp 873-880.
- Singer R. et Wymer J. (1982) : *The Middle Stone Age at Klasies River Mouth in South Africa*. University of Chicago Press, Chicago.
- Smith B.W. et Rhodes E.J. (1994) : *Charge movements in quartz and their relevance to optical dating*. Radiation Measurements, Vol.23, n°2/3, pp 329-333.
- Spooner N.A. (1994) : *On the optical dating signal from quartz*. Radiation Measurements, Vol.23, pp 593-600.
- Spooner N.A., Prescott J.R., et Hutton J.T. (1988) : *The effect of illumination wavelenght on the bleaching of the thermoluminescence (TL) of quartz*. Quaternary Science Reviews, Vol.7, pp 325-329.
- Storzer D., Jessberger E. K., Kunz J., et Lange J.M. (1995) : *Synopsis von Spalspuren und Kalium-Argon-Datierungen an Ries Impaktgläsern und Moldaviten*. Exk. f. u Veröffl.GGW, Berlin, Vol.195, pp 79-80.
- Stringer C.B. (2003) : *Out of Ethiopia*. Nature, Vol.423, pp 692-694.
- Stringer C.B. et Andrews P. (1988) : *Genetic and fossil evidence for the origin of Modern Humans*. Science, Vol.239, pp 1263-1268.
- Summerfield M.A. (1982): *Distribution, nature and probable genesis of silcrete in arid and semi-arid southern Africa*. Yaalon D.H. (eds.) : Aridic Soils and Geomorphic Processes, pp37-65.
- Summerfield M.A. (1983) : *Petrography and diagenesis of silcrete from the Kalahari basin and Cape coastal zone, Southern Africa*. Journal of sedimentary petrology, Vol.53, pp 895-909.
- Tankard A.J. et Schweitzer F.R. (1976): *Textural analysis of cave sediments : Die Kelders, Cape Province, South Africa*. Davidson D.A. et Schackley M.L. (eds.) : Geoarchaeology, pp289-316. Duckworth, London.
- Thackeray A.I. (1989) : *Changing fashions in the Middle Stone Age: the stone artefact sequence from Klasies River main site, South Africa*. African Archaeological Review, Vol.7, pp 33-57.

- Thackeray A.I. (1992) : *The Middle Stone Age south of the Limpopo River*. Journal of World Prehistory, Vol.6, n°4, pp 385-440.
- Thackeray A.I. (2000) : *Middle Stone Age artefacts from the 1993 and 1995 excavations of Die Kelders cave 1, South Africa*. Journal of Human Evolution, Vol.38, pp 147-168.
- Thackeray A.I. et Kelly A. (1988) : *A technical and typological analysis of MSA assemblages antecedent to the Howiesons Poort at Klasies River Mouth main site*. South African Archaeological Bulletin, Vol.43, pp 15-26.
- Thackeray J.F. (1987) : *Late quaternary environmental changes inferred from small mammalian fauna, Southern Africa*. Climatic Change, Vol.10, pp 285-305.
- Thackeray J.F. (1992): *Chronology of late Pleistocene deposits associated with Homo sapiens at Klasies River Mouth, South Africa*. Heine K. (eds.) . Palaeoecology of Africa and the surrounding islands. Balkema, Rotterdam.
- Thackeray J.F. et Avery D.M. (1990): *A comparison between temperature indices for late Pleistocene sequences at Klasies River and Border Cave, South Africa*. Heine K. (eds.) : IXth biennial conference of the Southern African Society for Quaternary Research, University of Durban, 1989. Palaeoecology of Africa and the surrounding islands, Vol.21, pp311-315. Balkema, Rotterdam.
- Turner A. (1989) : *Sample selection, schlepp effects and scavenging : the implications of partial recovery for interpretations of the terrestrial mammal assemblage from Klasies River Mouth*. Journal of Archaeological Science, Vol.16, pp 1-11 .
- Valladas G. (1982) : *Mesure de la dose gamma annuelle de l'environnement d'un site archéologique par un dosimètre TL*. PACT, Vol.6, pp 78-85.
- Valladas G. (1979) : *La datation des roches par thermoluminescence. Applications*. Bulletin de L'association française pour l'étude du Quaternaire, Vol.1, n°2, pp 43-52.
- Valladas G., Mercier N., et Létuvé R. (1994) : *A simple semi-automatic TL apparatus of new design*. Ancient TL, Vol.12, pp 39-40.
- Valladas H. (1985): *Datation par la thermoluminescence de gisements moustériens du sud de la France*. Thèse non publiée, Muséum National d'Histoire Naturelle et Université Paris VI.
- Valladas H. (1992) : *Thermoluminescence dating of flint*. Quaternary Science Reviews, Vol.11, pp 1-5.
- Valladas H. et Valladas G. (1987) : *Thermoluminescence dating of burnt flint and quartz : comparative results*. Archaeometry, Vol.29, pp 214-220.
- Valladas H., Mercier N., Froget L., Joron J.-L., Reyss J.-L., et Aubry T. (2001) : *TL dating of upper Palaeolithic sites in the Coa Valley (Portugal)*. Quaternary Science Reviews, Vol.20, pp 939-943.
- Valladas H. et Valladas G. (1982) : *Effet de l'irradiation alpha sur des grains de quartz*. PACT, Vol.6, pp 171-178.
- Van Andel T.H. (1989) : *Late Pleistocene sea levels and the human exploitation of the shore and shelf of southern South Africa*. Journal of Field Archaeology, Vol.16, n°2, pp 133-155.
- Visocekas R. (1993) : *Tunneling radiative recombination in K-feldspars sanidine*. Nuclear Tracks and Radiation Measurements, Vol.21, pp 175-178.
- Vogel J.C. (2000): *Radiometric dates for the Middle Stone Age in South Africa*. Tobias P.V.T., Raath M.A., Moggi-Cecchi J., et Doyle G.A. (eds.) : Humanity-from African Naissance to coming Millenia. University of Florence, Florence.
- Vogel J.C., Wintle A.G., et Woodborne S.M. (2002) : *Reply to comment by D.J. Huntley on "Luminescence dating of coastal sands: overcoming changes in environmental dose rate" by J.C. Vogel, A.G. Wintle and S.M. Woodborne, Journal of Archaeological Science 26, 729-733 (1999)*. Journal of Archaeological Science,

- Vol.29, pp 561.
- Vogel J.C. et Beaumont P.B. (1972) : *Revised radiocarbon chronology for the Later Stone Age in South Africa*. Nature, Vol.237, pp 50-51.
- Vogel J.C. et Visser E. (1981) : *Pretoria radiocarbon dates II*. Radiocarbon, Vol.23, n°1, pp 43-80.
- Vogel J.C., Wintle A.G., et Woodborne S.M. (1999) : *Focus: Luminescence dating of coastal sands: overcoming changes in environmental dose rate*. Journal of Archaeological Science, Vol.26, pp 729-733.
- Voigt E.A. (1982): *The molluscan fauna*. Singer R. et Wymer J. (eds.) : The Middle Stone Age at Klasies River Mouth in South Africa, pp155-186. University of Chicago Press, Chicago.
- Volman T.P. (1984): *Early prehistory of Southern Africa*. Klein R.G. (eds.) : Southern African prehistory and paleoenvironments , pp169-220. Balkema, Rotterdam.
- Wadley L. (1991) : *Rose Cottage cave : background and preliminary report on the recent excavations*. South African Archaeological Bulletin, Vol.46, pp 125-130.
- Wadley L. (1997) : *Rose Cottage Cave : Archaeological work 1987 to 1997*. South African Journal of Science, Vol.93, pp 439-444.
- Wadley L. et Harper P. (1989) : *Rose Cottage cave revisited : Malan's Middle Stone Age collection*. South African Archaeological Bulletin, Vol.44, pp 23-32.
- Wadley L. et Vogel J.C. (1991) : *New dates from Rose Cottage Cave, Ladybrand, eastern Orange Free State*. South African Journal of Science, Vol.87, pp 605-607.
- White T.D. (1987) : *Cannibalism at Klasies?* Sagittarius, Vol.2, pp 6-9.
- Wintle 1973 (1973) : *Anomalous fading of thermoluminescence in mineral samples*. Nature, Vol.245, pp 143-144.
- Wintle A.G. (1997) : *Luminescence dating: laboratory procedures and protocols*. Radiation measurements, Vol.27, n°5/6, pp 769-817.
- Wintle A.G. et Murray A.S. (1997) : *The relationship between quartz thermoluminescence, photo-transferred thermoluminescence, and optically stimulated luminescence*. Radiation Measurements, Vol.27, n°4, pp 611-624.
- Wintle A.G. et Murray A.S. (2000) : *Quartz OSL: Effects of thermal treatment and their relevance to laboratory dating procedures*. Radiation Measurements, Vol.32, pp 387-400.
- Wintle A.G. et Murray A.S. (1998) : *Towards the development of a preheat procedure for OSL dating of quartz*. Radiation Measurements, Vol.29, n°1, pp 81-94.
- Wolpoff M.H. et Caspari R. (1990) : *Metric analysis of the skeletal material from Klasies River Mouth, Republic of South Africa*. American Journal of Physical Anthropology, Vol.81, pp 319.
- Wolpoff M.H. (1996) : *Interpretations of multiregional evolution*. Science, Vol.274, pp 704-706.
- Woodborne S. et Vogel J.C. (1997) : *Luminescence dating at Rose Cottage Cave : a progress report*. South African Journal of Science, Vol.93, pp 476-478.
- Wurz S. (1997): *The Howiesons Poort at Klasies River: from artefacts to cognition*. Unpublished M.A. thesis, University of Stellenbosch.
- Wurz S. (1999) : *The Howieson's Poort backed artefacts from Klasies River: an argument for symbolic behavior*. South African Archaeological Bulletin, Vol.169, pp 38-50.

Wurz S. (2000): *The Middle Stone Age sequence at Klasies River, South Africa*. Thèse non publiée, Université de Stellenbosch.

Wurz S. (2002) : *Variability in the Middle Stone Age lithic Sequence, 115 000-60 000 years ago at Klasies River, South Africa*. *Journal of Archaeological Science*, Vol.29, pp 1001-1015.

Yellen J.E., Brooks A.S., Cornelissen E., Mehlman M.J., et Stewart K. (1995) : *A Middle Stone Age worked bone industry from Katanda, Upper Semliki Valley, Zaire*. *Science*, Vol.268, pp 553-556.

Young D.A. (1958) : *Etching of radiation damage in lithium fluoride*. *Nature*, n°182, pp 375-377 .

Zilhao J. et D'Errico F. (1999) : *The chronology and taphonomy of the earliest aurignacien and its implications for the understanding of neanderthal extinction*. *Journal of World Prehistory*, Vol.13, n°1, pp 1-68.

Annexes

Annexe I : Revue bibliographique des études chronologiques effectuées sur les sites du MSA d'Afrique du Sud

Dans cette annexe, nous proposons une revue bibliographique des études chronologiques ou paléoenvironnementales comportant une part d'interprétation chronologique, qui ont été réalisées pour le MSA d'Afrique du Sud. Les quatre principaux sites concernés sont Border Cave, Klasies River, Boomplaas et Die Kelders. Apollo11 et Rose Cottage sont aussi brièvement mentionnés. Nous n'avons pas indiqué les nombreux résultats du radiocarbone pour les autres sites. Après une présentation sommaire de chaque gisement, les données sont citées dans l'ordre de parution des articles concernés, avec un bref commentaire explicatif.

1-Border Cave

Border cave (27°1'19"S, 31°39'24"E) se situe sur le flanc ouest des montagnes du Lebombo, à 605m d'altitude et domine le Swaziland lowveld, 300m plus bas. La première campagne de fouilles a été dirigée par Dart en 1934 et a été poursuivie en 1941-1942 par Malan, Cook et Wells suite à la découverte par un extracteur de guano d'ossements humains. Beaumont a repris l'étude du site durant les années 70 et 80 (Beaumont *et al.*, 1978 ; Beaumont, 1980). La cavité est de forme semi-circulaire et relativement large. La puissance stratigraphique est d'environ 4 m et le dépôt est caractérisé par une alternance de niveaux blancs cendrés (White Ash) et de niveaux bruns sableux (Brown Sand). Le site a toujours connu une atmosphère (interne) hyper-aride permettant une excellente conservation des sels et des matières organiques. Les niveaux LSA (1BS UP) se superposent à des niveaux attribués au Early Late Stone Age (ELSA)¹ (1BSB, 1BSC, 1WA), puis au MSA 3 (2BS, 2WA), MSA 2-HP (3BS, 3WA, 1RGS) et enfin au MSA 1 (4BS à 6BS) selon la typologie définie par Beaumont (annexe II).

De nombreuses études chronologiques ou paléoenvironnementales ont été menées à Border Cave et ont la particularité d'avoir presque toutes été révisées.

¹ contesté par Wadley, 1997.

Klein 1977 : macrofaune

Les ossements de macrofaune trouvés à Border Cave sont dans un état fragmentaire avancé et une très faible proportion peut être déterminée au niveau du genre et de l'espèce. Klein a cependant utilisé les données obtenues pour comparer la fréquence des animaux mangeant des feuilles d'arbustes et d'arbres ("browser") par rapport à ceux mangeant de l'herbe ("grazers"). Pour interpréter cette fréquence du point de vue climatique, il a observé son évolution pour les niveaux datés par C14, ainsi que pour la faune actuelle des réserves naturelles de la région de Border Cave. Il en a déduit que la végétation est plus arbustive lorsque les températures sont basses et plus herbeuse lorsqu'il fait chaud. Ainsi, les ensembles MSA 1, MSA 2 (HP) et ELSA sont corrélés à un climat froid, alors que le MSA3 est corrélé à un climat plus chaud. En supposant que l'Howieson's Poort est synchrone sur l'ensemble du sud de l'Afrique, Klein corrèle l'assemblage de Border Cave à celui de Klasies River que Butzer a daté du stade 5b. Klein propose ainsi une association du MSA 1 et du MSA 2 (HP) au stade 5b, du MSA 3 au stade 5a et de l'ELSA au stade 4.

Butzer *et al.* 1978, Butzer 1984 : sédimentologie

Butzer a étudié la géologie et la sédimentologie du gisement. Pour transférer les données sédimentologiques aux données climatiques puis chronologiques, l'auteur s'appuie principalement sur 1) la présence d'éboulis, interprétés comme des produits du gel et de l'humidité, et 2) sur les hiatus et les paléosols, montrant un arrêt de la sédimentation et une augmentation de l'humidité. L'évolution du paramètre froid/humidité est comparée à celle supposée pour les stades isotopiques. Pour préciser la chronologie des niveaux les plus anciens, Butzer a aussi utilisé une extrapolation des âges C14, moyennant l'évaluation du taux de sédimentation et une évaluation des périodes de hiatus et des taux de compaction. En 1984, Butzer a proposé une révision de sa chronologie. Elle concerne surtout les niveaux inférieurs : Avery (1982) a montré que la microfaune pour ces niveaux ne pouvait pas correspondre au stade 6, qui aurait été trop froid pour elle ; les niveaux inférieurs doivent donc être postérieurs à ce stade.

| Couche (nomenclature Butzer) | Couche | association | 1978 | | 1984 |
|---------------------------------|---------------|-------------|----------------------|----------|-------|
| | | | âge C14 extrapolé ka | Stage OI | |
| 1a | 1BS UP | Iron age | 0.7 | 1 | |
| break | | | 13 | 1 | |
| 1b | 1BS LRA | stérile | 29 | 2 | 2 |
| break | | | 33 | 2 | |
| 2-3 | 1BS LRB/C-1WA | ELSA | 38 | 2/3 | 3 |
| break | | | 49 | 3 | |
| 4 | 2BS UP | MSA3b | | 3 | |
| break | | | 57 | 3 | |
| 5a | 2BS LRA | MSA3b | | 3/4 | 3/4 |
| 5b-5c | 2BS LRB-LRC | MSA3b/MSA3a | | 4 | 4 |
| break | | | 69 | 5a late | |
| 6-7a | 2WA-3BS UP | MSA3a/MSA2 | | 5a early | 5a |
| 7b-8 | 3BS A/B- 3WA | MSA2 | | 5b | 5a-5b |
| Minor paleosol | | | 105-108 | 5c | |
| 9 | 1GBS/4BS UP | MSA1 | | 5d | |
| 10 | 1GBS/4BS LR | MSA1 | | 5d | |
| 11 | 4WA-5BS | MSA1 | | 5d | 5c |
| Major paleosol | | | 145-154 | 5e | |
| 12 | 5WA | MSA1 | | 6 | 5d |
| break | | | 154-165 | | |
| 13 | 5WA | MSA1 | | 6 | |
| 14 | 6BS | MSA1 | | 6 | 5e |
| 15 | 6BS | MSA1 | | 6 | |
| Weathering? | | | 186-208 | 7 | |

Beaumont *et al.* 1978, Beaumont 1980

Beaumont *et al* ont utilisé des arguments similaires à ceux de Butzer, notamment en ce qui concerne la présence d'éboulis ou de hiatus. Leurs conclusions sont cependant en partie légèrement différentes : le MSA 3b est ainsi associé au stade 3e, le MSA 3a au stade 5a, le MSA 2 au stade 5b, et le MSA 1 aux stades 5c à 5e. Beaumont modifia à plusieurs reprises ces associations chronologiques, en intégrant au fur et à mesure les nouvelles données disponibles (Beaumont *et al.* 1992).

Avery 1982, Avery 1992: microfaune

D.M. Avery a utilisé dans sa première étude le taux de fréquence des micromammifères pour reconstruire le paysage végétal, ainsi que l'indice "Shannon" de biodiversité des espèces pour en déduire la viabilité du milieu (difficile, ou prévisible). C'est en associant ces données aux niveaux datés par C14 et en remontant ainsi de proche en proche sur la courbe isotopique marine, que l'auteur déduit les positions chronologiques de chaque ensemble stratigraphique. Dans la révision de 1992, faite avec un

échantillonnage plus large et avec une approche un peu différente, les associations niveaux-stades isotopiques sont globalement confirmées.

| | | 1982 | 1992 |
|--------------|-------------|-------|-------|
| couche | association | stade | |
| 1BS LRA -LRB | ELSA | 2 | 3 |
| 1BS LRC | ELSA | 2 /3 | |
| 2BS UP | MSA3b | 3 | |
| 2BS LRA | MSA3b | 3/4 | 3/4 |
| 2BS LR B | MSA3b | 3/4 | 4-5b |
| 2WA | MSA3a | 4 | |
| 3BS | MSA2 | 4-5a | |
| 3WA | MSA2 | 5a | |
| 4BS | MSA1 | 5b | |
| 4WA | MSA1 | 5b | 5c-5e |
| 5BS | MSA1 | 5c | |
| 5WA-6BS | MSA1 | | |

Beaumont *et al.* 1978, Beaumont 1980, Beaumont *et al.* 1992 : C14

Les datations C14 ont été faites à partir de matériaux divers tels : brindilles, feuilles, herbes, charbons, collagène. Vogel recommande de prendre en compte les valeurs les plus élevées dans une série (les plus jeunes pouvant résulter d'une légère contamination par du carbone moderne...).

| Réf. | Carré (profondeur cm) | couche | association | âge BP (ka) | +/- |
|-----------|-----------------------|----------|-------------|-------------|-------|
| Pta-1728 | T21 8-15 | 1BS UP | Iron Age | 0.09 | 0.105 |
| Pta-870 | T21-8-15 | 1BS UP | IA | 0.170 | 0.045 |
| Pta-703 | T22 (8-15) | 1BS UP | IA | 0.5 | 0.045 |
| LJ-2889 | T22 (30-38) | 1BS UP | IA | 0.5 | 0.07 |
| LJ2890 | T22 (38-46) | 1BS UP | IA | 0.59 | 0.07 |
| Pta-715 | T19 (30-38) | 1BS UP | IA | 0.44 | 0.055 |
| Pta-777 | 2S (13) | 1BS UP | IA | 0.34 | 0.045 |
| Pta-1318 | 2S (13) | 1BS UP | IA | 0.048 | 0.045 |
| Pta-506 | S19 (38-46) | 1BS LR A | Stérile | 2.01 | 0.05 |
| LJ -2891 | T22 (46-53) | 1BS LR A | Stérile | 0.65 | 0.07 |
| Pta- 4984 | V-W21 | 1BS LR A | Stérile | 20.7 | 0.25 |
| Pta- 4986 | V-W21 | 1BS LR A | Stérile | 27.4 | 0.25 |
| Pta- 4784 | V-W18 | 1BS LR A | Stérile | 36.7 | 1.2 |
| Pta-4789 | V-W15 | 1BS LR A | Stérile | 24.3 | 0.35 |
| Pta-721 | S19 (46-53) | 1BS LR B | ELSA ? | 13.3 | 0.15 |
| LJ -? | T22 (61-69) | 1BS LR B | ELSA ? | 28.5 | 1.8 |
| Pta-4779 | V-W21 | 1BS LR B | ELSA ? | 38.7 | 1.2 |
| Pta-4758 | V-W21 | 1BS LR B | ELSA ? | 38.5 | 1.2 |
| Pta-4744 | V-W20 | 1BS LR B | ELSA ? | 39.0 | 1.2 |
| Pta-4778 | V-W17 | 1BS LR B | ELSA ? | 37.9 | 1.5 |
| Pta-4793 | V-W15 | 1BS LR B | ELSA ? | 39.3 | 1.9 |
| Pta-5015 | V-W15 | 1BS LR B | ELSA ? | 37.9 | 1.3 |
| LJ -2892 | T22 (69-76) | 1BS LR C | ELSA | 33.0 | 2.0 |
| Pta-4711 | V-W19 | 1BS LR C | ELSA | 38.2 | 1.1 |
| Pta-4706 | V-W19 | 1BS LR C | ELSA | 35.4 | 0.96 |
| Pta-4700 | V-W19 | 1BS LR C | ELSA | 34.8 | 0.93 |

| | | | | | |
|-------------|----------|------------------------|--------|--------|-------------|
| Pta-4710 | V-W19 | 1BS LR C | ELSA | 38.9 | 1.2 |
| Pta-4775 | V-W19 | 1BS LR C | ELSA | 39.2 | 1.0 |
| Pta-4697 | V-W18 | 1BS LR C | ELSA | 35.6 | 0.76 |
| Pta-4776 | V-W18 | 1BS LR C | ELSA | 38.9 | 1.0 |
| Pta -704 | S21 (69) | 1BS LR C- 1WA | ELSA | 38.6 | 1.5 |
| Pta-1964 | Q18 | 1 WA | ELSA | >25.5 | |
| Pta-1995 | S 21 | 1 WA | ELSA | >25.5 | |
| Pta-4875 | V-W16 | 1WA | ELSA | 37.7 | 0.59 |
| Pta-424 | V-W16 | 1WA | ELSA | 35.7 | 1.1 |
| Pta-4880 | V-W16 | 1WA | ELSA | 39.8 | 0.62 |
| Pta-4903 | V-W18 | 1WA | ELSA | 38.3 | 1.4 |
| Pta-4854 | V-W18 | 1WA | ELSA | 37.0 | 1.2 |
| Pta-4852 | V-W18 | 1WA | ELSA | 35.6 | 0.95 |
| Pta-4856 | V-W18 | 1WA | ELSA | 38.7 | 1.7 |
| UCLA-1754 C | Q19 | 1 WA top | ELSA | 33 | 2 |
| UCLA-1754 D | Q19 R19 | 1 WA base | ELSA | 34.8 | 2.5 |
| Pta-446 | T21 | 1 WA top | ELSA | 37.5 | 1.2 |
| Pta -422 | T21 | 1WA top | ELSA | 36.8 | 1.0 |
| Pta -433 | T21 | 1 WA middle | ELSA | 36.1 | 0.9 |
| Pta -424 | T21 | 1 WA base | ELSA | 35.7 | 1.1 |
| Pta -1190 | R19 | 1 WA base ² | ELSA | 45.0 | +2.75 – 2.2 |
| Pta -1274 | Q20 | 2 BS UP | MSA 3b | 47.2 | +4.2 -2.75 |
| Pta -1275 | Q21 | 2 BS UP | MSA 3b | >49.1 | +3.0 -2.0 |
| Pta -877 | Q22 | 2 BS UP | MSA 3b | 45.4 | |
| LJ-? | Q23 | 2 BS UP | MSA 3b | 45.4 | +3 -2 |
| Pta -1244 | R21 | 2 BS UP | MSA 3b | >48.8 | |
| Pta -872 | T23 | 2 BS UP | MSA 3b | >42.3 | |
| UCLA-1754F | R20,S22 | 2WA | MSA 3a | >45.0 | |
| Pta -489 | A7 | 1 RGBS A | MSA2 | >48.7 | |
| Pta-421 | OZ 7 | 1 RGBS B | MSA2 | 36 | 1 |
| Pta-447 | OZ 7 | 1 RGBS B | MSA2 | >47.5 | |
| Pta -459 | OZ7 | 1 RGBS B | MSA2 | >48.35 | |
| Pta-463 | PZ 7 | 1 RGBS B | MSA2 | >42.6 | |
| Pta-719 | OZ 7 | 1 RGBS B | MSA2 | 42 | +3 -2 |
| Pta-488 | OZ7, OZ9 | 1 RGBS B | MSA2 | >48.5 | |

Miller et Beaumont 1989, Miller *et al.*1992, Miller *et al.* 1993, Miller *et al.* 1999 : AAR

146 fragments d'oeuf d'autruche ont été analysés pour cette étude. Une attention particulière a été portée à la détection de chauffe parasite des échantillons et aux bioturbations. Dans le niveau Howieson's Poort (3BS, 3WA et 1RGBS), tous les échantillons se sont avérés chauffés et donc non datables.

² Vogel l'attribue à 2BSUP.

| couche | association | C14 | Age AAR (ka) |
|----------|-------------|--|--------------|
| 1BS LRB | ELSA | 38.5 +- 1 (moyenne 12 dates sur charbon) | * |
| 1WA | ELSA | 37 à 40 ka (charbons et bois) 36.1 +- 0.9 (OES) | * |
| 2BS UP | MSA 3b | | 47 +-5 |
| 2BS LRC | MSA 3a | | 56 +-6 |
| 2WA | MSA 3a | | 69 +-7 |
| 4BS, 4WA | MSA1 | | >100 |
| 5BS | MSA1 | | >100 |

*pour calibration.

Grün *et al.* 1990, Grün et Beaumont 2001, Grün (poster colloque GMPCA2003): ESR

Le site est a priori favorable à l'application de la méthode ESR car l'aridité du sédiment a permis de minimiser la capture d'uranium par les dents. 25 dents ont ainsi été analysées (deux à trois fragments par dent). La révision de 2001, par rapport à l'étude publiée en 1999, tient compte des nouvelles techniques de calcul de la paléodose, de nouvelles mesures *in situ* du débit de dose gamma et d'une nouvelle évaluation des coefficients d'atténuation bêta (Yang *et al.*, 1998) et des débits de dose spécifiques (Adamiec et Aitken, 1998). Plus récemment, Grün a effectué une datation directement sur une dent d'une mandibule humaine (BC5) trouvée à la base du niveau 3WA, mais dont le position stratigraphique était remise en question par certains auteurs (ex : Sillen et Morris, 1996). La datation directe quasi non destructive est possible grâce aux techniques d'ablation laser. L'âge obtenu, de 75 ka environ, confirme l'ancienneté de la mandibule (poster, colloque du GMPCA 2003).

| Réf. | niveau | | association | 1990 | | 2001 | |
|-------------|--------|-----|-----------------|---------------|------------|---------------|----------|
| | | | | moyennes (ka) | | moyennes (ka) | |
| | | | | | ± | | ± |
| 531-644-646 | 1BS | LRC | early LSA | 31 | 2 | 33 | 1 |
| 645 | 1WA | UP | | 29 | 1 | 39 | 3 |
| 530 | | 2 | | 31 | 4 | 36 | 1 |
| 540 | 2BS | UP | MSA 3 | 35 | 2 | 41 | 2 |
| 532-533-537 | | LRC | | 44 | 7 | 48 | 1 |
| 529-541 | 2WA | | | 48 | 2 | 63 | 2 |
| 535 | 3BS | 1 | Howiesons Poort | 45 | 2 | 58 | 2 |
| 608 | | 2 | | 55 | 2 | 66 | 3 |
| 607 | | 3 | | 57 | 3 | 74 | 4 |
| 536-609 | 3WA | | | 56 | 9 | 66 | 2 |
| 601 | 1RGSB | | 74 | 9 | 76 | 4 | |
| 534-647-538 | 4BS | | MSA 1 | 72 | 8 | 82 | 2 |
| 602 | 4WA | 1 | | 88 | 8 | 118 | 4 |
| 603 | | 6 | | 103 | 30 | 116 | 5 |
| 604 | | 7 | | 131 | 5 | 174 | 5 |
| 605 | 5BS | 2 | | 136 | 5 | 166 | 6 |
| 539 | | 5 | | 120 | 10 | 147 | 6 |
| 754 | 5WA | 1 | | | | 174 | 9 |
| 753 | | 2 | | | 227 | 11 | |

Bird et al. 2003 : C14

L'objectif de cette récente étude était d'évaluer les traitements élaborés pour extraire le carbone de l'échantillon et éviter ainsi les contaminations par du carbone moderne. Les échantillons de charbon choisis proviennent de couches précédemment datées entre 40 et 60 ka. Les résultats sont comparés à ceux de l'ESR et de l'AAR. Bien que les âges C14 ne soient pas calibrés, l'accord entre les méthodes est satisfaisant. Les auteurs pensent que l'inversion stratigraphique observée pour les échantillons de 2BSLRA&B pourrait simplement provenir d'une erreur d'étiquetage.

| Réf | carré | couche | association | âge (a) BP | |
|-------|--------|-----------|-------------|---------------|------------|
| 17304 | V20 | 1WA-LRA | ELSA | 38540 | +850-950 |
| 17307 | V20 | 2BS-UP | MSA3b | 41640 | +940-1070 |
| 15805 | V20 | 2BS-UP | MSA3b | 46000 | +1150-1340 |
| 17302 | V20 | 2BS-UP | MSA3b | 43880 | +1040-1190 |
| 17306 | V20 | 2BS-UP | MSA3b | 48030 | 1360-1630 |
| 17304 | V18 | 2BS-LRA | MSA3b | 48940 | +1740-2230 |
| 15814 | V18 | 2BS-LRA | MSA3b | 48730 | +1360-1640 |
| 17319 | T20 | 2BS-LRA-B | MSA3b | 37420 | +920-1050 |
| 19213 | T20 | 2BS-LRA-B | MSA3b | 25200 | +400-410 |
| 16305 | V18 | 2BS-LRB | MSA3b | 53510 | +1870-2450 |
| 17308 | V18 | 2BS-LRB | MSA3b | 46880 | +1290-1540 |
| 17504 | V18 | 2BS-LRB | MSA3b | 49840 | +1580-1960 |
| 15813 | V18 | 2BS-LRB | MSA3b | 50380 | +2380-3400 |
| 16304 | T20 | 2BS-LRC | MSA3a | 55410 | +2210-3060 |
| 17505 | V19 | 2BS-LRC | MSA3a | 57910 | +2950-4700 |
| 17303 | V19 | 2WA | MSA3a | 55250 | +2270-3200 |
| 18626 | V16-Q2 | 2WA | MSA3a | 58240 | +2640-3950 |
| 19010 | V19 | 2WA | MSA3a | 57490 | +2820-4380 |
| 19011 | T20 | 2WA | MSA3a | 62460(>58160) | +4300-9900 |
| 19013 | T20 | 2WA | MSA3a | 54950 | +2616-3900 |

2- Klasies River

Le lecteur peut se reporter au chapitre V pour la description stratigraphique du site. Dans les paragraphes et les tableaux ci-dessous, les nomenclatures des couches établies par Singer et Wymer ou par Deacon sont variablement utilisées selon les indications données dans les publications.

Klein 1974, 1976 : macrofaune

Klein n'a pas cherché à dater le site par le biais de la macrofaune. Il a cependant indiqué en 1974 que des indices de proximité de côte sont présents sur toute la séquence (oiseaux, poissons et coquillages). Ainsi, "it is possible that the whole sequence falls into a 15-20000 years interval at the beginning of the last glacial before the first major ice advance and drop in sea level[...]". En 1976, il écrivit que puisque le site est daté entre 125 ka (stade 5e) et 30 ka par la combinaison du C14 et de la corrélation des données géologiques aux stades isotopiques, il n'est pas nécessaire d'utiliser la faune pour établir une chronologie. Il reste par ailleurs prudent dans ses propositions où il corrèle l'évolution mangeurs de feuilles/mangeurs d'herbes ("grazers/browsers") à l'évolution climatique (schématiquement "froid/chaud"). L'Howieson's Poort et le MSAIII par exemple, pourraient ainsi dater du début du stade 4. Ces corrélations seront cependant reprises par d'autres auteurs, notamment Deacon pour développer l'hypothèse de *la Klasies Regression*. En outre, cette étude est importante pour le débat qu'elle suscitera (références données dans les chapitres I et V) sur les aptitudes des chasseurs du MSA.

Bada et Deems 1975: AAR

La méthode de l'AAR a été appliquée à des ossements. La calibration de la vitesse de racémisation a été réalisée à partir de dates C14 obtenues à Nelson Bay Cave, également situé en bordure de côte, à plusieurs dizaines de kilomètres à l'ouest de Klasies River.

Notons qu'il y a une erreur de frappe (?) dans la publication originale, les deux couches 37 et 38 étant nommées respectivement 18 et 19.

| couche | abri | âge (ka) |
|--------|-------|----------|
| 13 | KRM 1 | 65 |
| 16 | KRM 1 | 89 |
| 37 | KRM 1 | 90 |
| 38 | KRM 1 | 110 |

Butzer 1978, 1982³ : sédimentologie

Contrairement à Border Cave, Klasies River ne présente aucune trace de débris de voûte attribuables au gel. Ceci serait dû selon Butzer, non pas à l'absence effective de gel, mais à la nature de la roche. L'auteur s'appuie alors davantage sur les indices donnés par les niveaux marins: présence de plages de galet, analyse des sables qui peuvent être typiques soit d'une plage, soit d'un transport éolien lors d'une régression. Butzer ajoute des arguments concernant la faune : mollusques, faune marine (dauphins et surtout phoques) sont présents dans la majeure partie du dépôt, indiquant ainsi la proximité de la côte.

| niveau | association | stade |
|-------------|-------------|-----------|
| KMR1-13 | MSAIV | 4 |
| KRM1A-1-9 | MSAIII | 5a |
| KRM1A-10-21 | HP | 5b |
| KRM1A-22-33 | MSAII | fin 5c |
| KRM1-14 | MSAII | milieu 5c |
| KRM1-15 | MSAII | début 5c |
| KRM1-16-17 | MSAII | fin 5d |
| KRM1-37-40 | MSAI | 5e à 5d |

Kronfeld et Vogel 1980 : U/Th

Nous citons cet article car il est parfois cité dans la littérature sur Klasies River. Il ne contient pourtant aucun détail sur la datation (le nom du site n'est même pas indiqué); il s'agit en fait d'un article méthodologique et la datation à Klasies sert d'exemple. L'âge obtenu sur un spéléothème est de 98+-6 ka.

Singer et Wymer 1982: C14

Les données C14 publiées par ces deux auteurs ont souvent été critiquées car elles ont été obtenues par un "laboratoire commercial", et il est soupçonné que les traitements n'ont pas été adéquats pour éliminer les pollutions par du carbone récent ce qui aurait produit un mélange d'âges finis et infinis (ex : Vogel, 2000).

| Réf. | nature | abri | culture | âge | |
|---------|------------|------|---------|------|-----|
| GX-969 | charbon | 1 | Wilton | 2525 | 85 |
| GX-971 | coquillage | | | 2795 | 95 |
| GX-970 | charbon | | | 4755 | 95 |
| GX-973 | charbon | | | 4695 | 180 |
| GX-1397 | coquillage | 5 | | 2285 | 105 |

³ il s'agit du même article publié à deux reprises, dont l'une dans la monographie de Singer et Wymer sur Klasies River.

| | | | | | |
|---------|-----------------|----|-----|--------|----------------|
| GX-1378 | charbon | | | 4110 | 160 |
| GX-1373 | charbon | 1A | MSA | 27400 | +3300 -2300 |
| GX-1374 | charbon | | | 11685 | 450 |
| GX-1375 | charbon | | | >35000 | |
| GX-1376 | charbon | | | >32000 | |
| GX-983 | sol charbonneux | | | >38130 | |
| GX-1380 | charbon | | | >35000 | |
| GX-1381 | charbon | | | >38000 | |
| GX-1379 | charbon | | | >37000 | |
| GX-1391 | charbon | | | 29400 | 1600 |
| GX-1390 | charbon | | | 28100 | 1500 |
| GX-1392 | charbon | | | >34000 | |
| GX-1393 | charbon | | | 18400 | 650 |
| GX-985 | charbon | | | >33600 | |
| GX-1377 | charbon | | | >38300 | |
| GX-974 | charbon | 1 | | >25000 | |
| GX-975 | charbon | | | 30450 | 950 |
| GX-979 | bone apatite | | | 26800 | 1400 |
| GX-1395 | charbon | | | 30300 | +1400 -1600 |
| GX-1396 | charbon | | | >38300 | |
| GX-1382 | charbon | | | >31200 | |
| GX-1383 | charbon | 1B | | >31200 | |
| GX-1384 | charbon | | | >33500 | |
| GX-1385 | charbon | | | >31500 | |
| GX-1386 | charbon | | | 26300 | +4300 -2800 |
| GX-1387 | coquillage | | | >38200 | |
| GX-1388 | coquillage | | | >32700 | |
| GX-1389 | coquillage | | | >33600 | |

Schackelton 1982 : O18

Schackelton a effectué des mesures de $\delta O18$ par spectrométrie de masse sur des coquillages (*Turbo samarticus*). La corrélation à la courbe isotopique marine globale n'a cependant été effectuée qu'après considération, entre autres, de l'âge présumé du MSA (i.e. antérieur à 40 ka) et des niveaux marins possibles.

| abri | couche | association | proposition d'après OI18 |
|------|--------|-------------|--|
| 1A | 20 | HP | 3 (mais 5d ou 5b froid pas impossible) |
| 1 | 15 | MSA II | 5 c ou 5 a |
| 1 | 38 | MSA I | 5 e |
| 1B | 12 | MSA I | 5 e |
| 5 | 6 | MSA I | 5 e |

Hendey et Volman 1986

Hendey et Volman ont discuté les associations entre les indices de niveaux marins (plages fossiles etc...) et la chronologie absolue. Dans le cas de Klasies River en particulier, ils critiquent l'âge proposé pour la formation de la grotte 1A mais ils reconnaissent globalement que la base du dépôt peut dater du stade 5e ou 5d, et que l'ensemble peut être associé au stade 5, si l'on en juge par les indices de proximité de la côte.

Avery 1987 : microfaune

Avery a travaillé sur la microfaune de la grotte 1A. Les proportions relatives de certaines espèces caractéristiques lui ont permis de faire une reconstruction de l'environnement végétal (ouvert, fermé), et d'évaluer la proximité de la côte. Avery a aussi calculé l'indice de biodiversité Shannon, donnant des informations sur la viabilité du milieu. C'est cet indice surtout qui permet à l'auteur de proposer une datation relative : elle note que les valeurs de l'indice sont compatibles avec un climat interglaciaire et que son évolution se cale relativement bien avec celle du δO_{18} global.

| association | stade |
|-------------|----------|
| MSAIII | 5b –5a |
| HP | 5c |
| MSAII | 5d |
| MSAI | début 5d |

Goede et Hitchman 1987 : ESR

La méthode ESR a été appliquée à des coquillages, mais en raison de la trop faible durée de vie des pièges observables, la datation s'est avérée impossible. Une datation relative a cependant été proposée : les auteurs ont ainsi déterminé 4 groupes pour les 13 échantillons analysés.

| échantillon | nature | abri | association | groupe | commentaires |
|-------------|--------|------|-------------|--------|--|
| GOE-11 | s | 5 | LSA | I | |
| GOE-7 | o | 1 | LSA | I | |
| GOE-3 | c | 1A | HP/MSAII | II | période courte entre MSA II et HP |
| GOE-4 | c | 1A | HP/MSAII | II | |
| GOE-5 | c | 1A | HP/MSAII | II | |
| GOE-6 | c | 1A | HP/MSAII | II | |
| GOE-8 | o | 1 | HP/MSAII | II | |
| GOE-15 | o | 1B | MSA I | III | |
| GOE-10 | o | 1 | MSA I | III | |
| GOE-12 | c | 5 | MSA I | IV | soit beaucoup plus vieux (stade 7), soit enrichissement en uranium (plus probable) |
| GOE-13 | s | 5 | MSA I | IV | |
| GOE-14 | s | 5 | MSA I | IV | |
| GOE-16 | o | 1 | MSA I | IV | |

s= shell, o=operculum, c=columella

Deacon, Talma, Vogel 1988 : (U/Th), O18

Bien que cet article ait été très souvent cité, il ne comporte que des résultats préliminaires pour lesquels de l'information manque (nombre d'échantillons, zones de prélèvements, traitements). Il est simplement indiqué que de nouvelles mesures de $\delta O18$ obtenues sur des coquillages confirment l'association de l'ensemble LBS au stade 5e, et que l'ensemble UP peut être corrélé à la transition du stade 5a au stade 4.

Grün *et al.* 1990, Grün communication personnelle 2003 : ESR

La méthode de l'ESR a été appliquée à 5 dents d'animaux. La révision faite en 2003, tout comme pour Border Cave, prend en compte les facteurs d'atténuation bêta et les débits de dose spécifiques corrigés.

| Réf | Abri | couche | association | EU | ± | LU | ± | US 2003 | |
|-----|------|--------------------|-------------|------|-----|------|------|---------|----|
| 543 | 1 | 17 base SAS | MSAII | 67.9 | 7.2 | 93.5 | 10.4 | ? | ? |
| | | | | 63.9 | 5.3 | 88.3 | 7.8 | | |
| 544 | 1A | 27 (SAS) | MSAII | 46.4 | 3.4 | 60.5 | 4.9 | 60 | +5 |
| | | | | 49.9 | 5.0 | 65.8 | 7.0 | | -4 |
| | | | | 57.3 | 4.5 | 72.8 | 6.4 | | |
| 547 | 1A | non en place (SAS) | | 46.7 | 3.8 | 68.6 | 6.3 | 83 | +6 |
| | | | | 53.4 | 3.8 | 78.5 | 6.6 | | -5 |
| | | | | 65.7 | 6.5 | 82.0 | 8.8 | | |
| 545 | 1A | base HP | HP | 33.5 | 5.8 | 47.5 | 8.4 | 53 | 3 |
| | | | | 31.2 | 5.8 | 44.2 | 8.4 | | |
| | | | | 30.9 | 2.0 | 45.1 | 3.2 | | |
| 546 | 1A | au dessus HP | MSA III | 36.2 | 2.4 | 46.7 | 3.5 | 53 | 3 |
| | | | | 39.0 | 5.3 | 56.2 | 8.0 | | |
| | | | | 38.0 | 6.3 | 49.5 | 8.4 | | |

EU: early uptake (capture récente)

LU: linear uptake (capture linéaire de l'uranium)

US: U series: la mesure parallèle de la concentration en uranium et thorium permet de s'affranchir du choix du modèle de capture de l'uranium.

Thackeray 1992 : microfaune et coquillages

J.F. Thackeray a utilisé d'une part une analyse factorielle de l'abondance des différents taxons de microfaune, et d'autre part l'évolution de la fréquence des coquillages. L'analyse factorielle lui a permis de déduire des indices de paléotempérature comparables à ceux de la carotte de glace de Vostok ; l'abondance des coquillages refléterait, malgré les problèmes géochimiques ou de taphonomie, la distance site-plage et pourrait donc être reliée aux stades isotopiques.

Thackeray déduit ainsi :

MSA I : début du stade 5 vers 125ka

MSA II : partie chaude de 5a et plus froide de 5b (soit 80-90 ka)

RF member : partie du stade 4

HP : les deux périodes les plus chaudes du stade 3 soit 58-48 ka

MSA III : suite du stade 3 soit 48-38 ka

Vogel 2000: U/Th

La méthode de l'U/Th a été appliquée à des planchers stalagmitiques et à des stalagmites. Une tentative a aussi été faite sur des coquillages mais les résultats obtenus semblent ne pas être fiables en raison de l'accumulation de l'uranium au cours du temps. La pollution initiale en thorium est selon l'auteur, relativement faible. Le facteur F=1 permet d'en tenir compte.

| Réf. | Position et matériel utilisé | | | | association | âge (ka) | |
|-----------------------------------|------------------------------|--------------------|---------|-----------------|-------------|------------|-------------|
| | Abri | couche | secteur | matériel | | F=0 | F=1 |
| U-615 | 1A | 14 (UP) | | plancher | HP | 70,9 ± 5.3 | 65.6 ± 5.3 |
| U-367 | 1A | 30 (SAS) | | plancher | MSAII | 82.7 ± 7.0 | 77.4 ± 7.0 |
| U-075 | 1 | base 14 (SAS) | D | Haut stalagmite | MSA II | 85.2 ± 2.1 | 85.2 ± 2.1 |
| U-061 | 1 | base 14 (SAS) | D | Base stalagmite | MSAII | 94.6 ± 3.2 | 94.6 ± 3.2 |
| U-142 | 1 | base 14 (SAS) | M | Base stalagmite | MSAII | 101.7± 7.5 | 100.8 ± 7.5 |
| U-369 | 1 | haut 40 (sous LBS) | K | Base stalagmite | MSA I | 113.0± 3.4 | 108.6 ± 3.4 |
| Echantillons de coquilles marines | | | | | | | |
| U-139 | 1A | 22 | | | MSA II | 28.5 ± 2.2 | 28.1 ± 2.2 |
| U-140 | 1 | 15 | | | MSA II | 37.4 ± 3.2 | 36.6 ± 3.2 |

Vogel 2000: C14

Ces trois échantillons sont les mêmes que ceux qui avaient été analysés par un autre laboratoire et publiés dans Singer et Wymer 1982, et pour lesquels des âges finis avaient été obtenus.

| Réf | position | | association | âge (a) BP |
|----------|----------|--------|-------------|------------|
| | Abri | Couche | | |
| Pta 1856 | 1A | 6 | MSA III | >45200 |
| Pta 1767 | 1A | 17 | HP | >50000 |
| Pta 1765 | 1A | 18 | HP | >40000 |

Feathers 2002: TL/OSL

Feathers, analysant les conditions géologiques, a tout d'abord qualifié le gisement du "worst case imaginable" en ce qui concerne l'application des méthodes de la luminescence : compactions, fortes variabilité de l'humidité etc.... Il a cependant appliqué les techniques de TL, OSL, IRSL et la technique de soustraction à des quartz et à des feldspaths extraits des sédiments. Les résultats montreraient que le débit de dose n'a en définitive pas beaucoup varié. Les âges calculés avec le débit actuel ne seraient ainsi que légèrement sous-estimés et Feathers propose donc les intervalles les plus probables.

| Réf. | grotte | couche | ensemble | association | TL/OSL quartz | IRSL feldspaths K | soustraction | débit actuel | recommandé |
|-------|--------|--------|-----------|-------------|---------------|--------------------------|--------------|--------------|------------|
| UW272 | 1 | 13 | WS | MSA IV | 70.7±7.4 | | | | |
| UW201 | 1A | 9 | UP | Post HP | 43.7±4.0 | 42.9±4.6 | 31.0±11.7 | 46.5±3.1 | 50 |
| UW227 | 2 | 1/2 | UP | HP | 50.6±4.9 | 56.1±6.9 | 58.8±22.8 | 52.4±4.0 | 55-60 |
| UW255 | 1A | 15 | UP | HP | 42.1±4.7 | 47.9±5.1 (62.5±9.9)** | 63.6±19.0 | 44.8±3.5 | 55-60 |
| UW265 | 1A | 22 | RF | MSA II ? | 54.4±5.3 | 67.6±7.6 | 80.6±17.6 | 58.7±4.3 | 70-80 |
| UW455 | 1A | 16 | SAS U | MSA II | 61.7±9.0 | 75.9±9.5 | 107.3±34.7 | | 75-85 |
| UW274 | 1 | 15 | SAS W | MSA II | 67.4±6.6 | 76.0±7.9 | 67.9±23.4 | 70.9±5.1 | 75-85 |
| UW282 | 1A | 38 | LBS | MSA I | 112.1±16.4 | 99.2±19.6 | 78.2±13.6 | 106.8±12.6 | 110-115 |
| UW275 | 5 | 6 | base dune | MSA I | 137.4±13.6 | | | | |

*moyenne pondérée de TL/OSL et IRSL.

** 4-11µm

3- Boomplaas

Boomplaas (33°23'S, 22°11'E) se trouve au nord de la ville d'Oudtshoorn, à 800 m d'altitude, à 60 m au-dessus du fond de la Cango Valley. Les fouilles ont été dirigées par H. Deacon de 1974 à 1983, avec pour objectif de mener une importante étude paléoenvironnementale pluridisciplinaire. L'épaisseur des dépôts est de 5 m environ. Ceux-ci peuvent être décrits comme une succession de limons argileux rouges bruns quasi stériles ou riches en microfaune et débris de voûte, et de niveaux plus riches en artefacts, contenant des "foyers", des cendres et des plantes carbonisées. Le niveau Howieson's Poort se trouve à la base de la séquence (OCH), suivi de niveaux MSA (il n'y a pas encore eu de publication du matériel découvert ; niveaux BOL, OLP, BP), puis d'une zone de transition MSA/LSA (YOL) et de niveaux LSA (LPC, LP, GWA/HCA, CL, BRL, BLA, BLD, DGL, CBM) (Deacon, 1979 ; Deacon *et al.*, 1984 ; H.J. Deacon, 1995).

Deacon *et al.* 1984 : études paléoenvironnementales

L'un des objectifs de l'étude de Boomplaas était de mener une étude paléoenvironnementale aussi complète que possible (Deacon, 1979). Dans la synthèse publiée en 1984, les implications chronologiques sont données, quoique peu discutées. En particulier, il est dit que la base du dépôt date de 80 ka environ mais la justification ne sera rendue explicite que bien plus tard : l'estimation est faite à partir de l'extrapolation des dates C14, en considérant une vitesse de sédimentation constante (voir ci-dessous). Pour le reste, combinant les données de la macrofaune, de la microfaune et de la géologie, Deacon *et al.* concluent que : la base est liée à l'amélioration climatique du stade 5a ; le niveau OCH (Howieson's Poort) pourrait être lié à une augmentation des précipitations durant l'intervalle 5-4 ; le niveau BOL au-dessus correspondrait au stade 4, d'après les données de la microfaune, et le niveau OLP au stade 3. Les niveaux au-dessus sont datés par la méthode du C14.

Deacon, 1995; Thackeray 2002 et communication personnelle : Vitesse de sédimentation

Il a été noté par plusieurs auteurs, grâce aux données du C14, que la vitesse de sédimentation semblait relativement constante. En extrapolant ces données pour les niveaux au-delà de la limite d'application du C14 (40 ka), des estimations de 80 ka (H.J. Deacon 1995) ou de 51 ka (J.F. Thackeray) ont été proposées pour l'Howieson's Poort.

Fairhall *et al.* (1976): C14

| Réf. | Couche | association | Matériau | Age a BP | ± |
|--------|-----------------|-------------|---------------------------------|----------|-----|
| UW 337 | (AF)-DGL(/L13) | LSA | Charbon | 1630 | 50 |
| UW 338 | BLD 2(/I14) | LSA | Charbon | 1700 | 50 |
| UW 336 | BLD (AM-AF/P18) | LSA | Charbon | 1955 | 65 |
| UW 307 | BLD | LSA | Charbon | 1510 | 75 |
| UW 306 | (AF1) BRL | LSA | Charbon | 6400 | 75 |
| UW 301 | CL | LSA | Charbon | 14200 | 240 |
| UW 300 | (AF1) LP | LSA | Poussière de charbon (sédiment) | 21110 | 420 |
| UW 304 | BPBH | MSA | Charbon dans sédiment | 32400 | 700 |
| UW 305 | OLP1 | MSA | Charbon | >40 | |
| UW308 | (P12) BOL | MSA | Charbon dans sédiment | >40 | |

Miller *et al.* (1999): AAR

La calibration de la vitesse de racémisation a été effectuée directement par des mesures de C14 sur les coquilles d'oeuf d'autruche. En raison du faible échantillonnage, de la vitesse de racémisation assez lente et de l'utilisation d'âges C14 relativement jeunes, les auteurs n'ont pu trancher entre deux modèles de calibration : la première utilisant la température déterminée à partir de l'âge C14 le plus grand, l'autre en utilisant l'ensemble des âges C14 (déterminations de 2 vitesses moyennes d'épimérisation, avant et après 14 ka), d'où les deux âges proposés pour l'Howieson's Poort.

| Couche | association | C14 OES (ka, BP) | | AAR (ka, BP) |
|--------|-------------|------------------|-------|-----------------|
| BLD | LSA | 9.8 | 0.105 | |
| BLA | | | | * |
| BRL | | | | |
| CL | | 10.43 | 0.08 | * |
| GWA | | 17.8 | 0.125 | * |
| LPM | | 21.24 | 0.190 | * |
| | | 21.31 | 0.170 | |
| BPK | MSA 3 | 32.89 | 0.99 | * |
| BPA | | | | * |
| OLP | | | | 44 +- 4 |
| OCH | HP | | | 56 +- 6/ 65 +-6 |

* pour calibration

Vogel (2000) : C14

Les âges C14 ont été déterminés à partir de charbons ou de formations carbonatées ("dripstones"). Ces dernières sont utiles à l'auteur pour voir si les spéléothèmes qu'il date par U/Th (voir ci-dessous) ont fonctionné en système fermé.

| Réf. | couche | association | matériau | âge (a) BP | ± |
|----------|---------|-------------|-------------|------------|------|
| Pta-2262 | CBM | LSA | spéléothème | 2890 | 50 |
| Pta-1828 | CL1 | LSA | charbon | 12060 | 110 |
| Pta-2259 | CLbase | LSA | spéléothème | 13210 | 120 |
| Pta-3899 | CL3 | LSA | charbon | 13220 | 250 |
| Pta3283 | GWA | LSA | charbon | 17830 | 180 |
| Pta-2298 | LPC | LSA base | spéléothème | 21070 | 180 |
| Pta-1810 | LPC | LSA base | charbon | 21220 | 190 |
| Pta-2268 | BP top | MSA haut | spéléothème | 26670 | 280 |
| Pta-2274 | BP base | MSA | charbon | 32670 | 240 |
| Pta-2219 | BP base | MSA | charbon | 33920 | 770 |
| Pta-2220 | BP base | MSA | charbon | 34740 | 360 |
| Pta-2302 | OLP1 | MSA | spéléothème | 31680 | 550 |
| Pta-1811 | OLP1 | MSA | charbon | 37400 | 1370 |
| Pta-2464 | OCH2 | HP | spéléothème | >49000 | |

Vogel (2000): U/Th

L'auteur a considéré que la croissance de la stalagmite développée entre les niveaux OCH et CL est équivalente à celle du dépôt. La pollution initiale en thorium a été évaluée par une méthode d'isochrone sur une petite stalagmite trouvée en OCH2, et appliquée aux autres échantillons.

| Réf. | couche | association | âge (ka) | | | |
|-----------|---------|---------------|----------|------|---------|-----|
| | | | apparent | ± | corrigé | ± |
| U-368 | base CL | LSA (Robberg) | 30.7 | 2.5 | 21.0 | 2.4 |
| U-366 | OLP1 | MSA | 46.5 | 2.7 | 35.2 | 2.6 |
| U-417 | OCH2 | HP | 69.9 | 3.2 | 64.0 | 3.2 |
| U-365 | OCH2 | HP | 70.6 | 3.9 | 58.6 | 3.7 |
| U-414 | OCH2 | HP | 107.4 | 12.3 | 66.1 | 13 |
| composite | OCH2 | HP | | | 62.4 | 2.0 |

4- Die Kelders Cave

Die Kelders Cave (34°32'S, 19°22'E) se situe sur la côte sud-ouest, à l'ouest du Cap des Aiguilles et 180km à l'est du Cap. Le gisement a été fouillé tout d'abord par F.R. Schweitzer de 1969 à 1973 puis par G. Avery de 1992 à 1995. Le site, actuellement très légèrement au dessus du niveau de la mer, est en fait constitué de deux cavités contiguës de faible profondeur, creusées (par l'action des vagues? ou une circulation d'eau douce?) à la base d'une falaise de 12 m de hauteur, au contact du socle quartzitique et de la falaise de calcaire. La stratigraphie est schématiquement composée d'un niveau LSA de 1m à 1m50 d'épaisseur âgé de moins de 2000 ans, d'une dune de sable stérile de 40 à 85 cm d'épaisseur, puis de niveaux MSA. Ceux-ci sont caractérisés par une succession de niveaux sableux presque stériles marquant des phases d'abandon, et de niveaux plus riches en artefacts marquant les périodes d'occupation (respectivement numéro impairs et pairs). Tout comme à Blombos Cave, une forte subsidence a été observée d'après la déformation des couches autour de gros blocs de calcaires (Avery *et al.*, 1997; Marean *et al.*, 2000).

Fairhall *et al.* 1976 : C14

Un charbon provenant du niveau LSA a été daté de 1570 +/- 55 a BP. Il y eut à Die Kelders d'autres datations C14 que celle publiée dans cet article, surtout pour les niveaux LSA, âgés de moins de 2000 ans.

Tankard et Schweitzer 1976, Hendeby et Volman 1986, Grine *et al.* 1991

La présence d'un sable éolien dans les niveaux MSA, supposé provenir du plateau continental, ainsi que la présence de fragments de voûte interprétés comme une conséquence du gel, conduisent les différents auteurs à conclure que ces niveaux ont été déposés pendant une période de froid, d'humidité c.à d. de régression marine. A la base de la séquence, la couche 17 constituée d'un lit de galet correspondrait à un niveau marin relativement haut, que les auteurs associent soit au stade 5a, soit au stade 5e. Les niveaux MSA seraient donc postérieurs et dateraient du stade 4. Hendeby et Volman supportent aussi l'hypothèse du stade 5, alors que Tankard et Schweitzer discutent sur le début du stade 3 ou une partie du 4 seulement.

Grine *et al.* (1991) rappellent également que la microfaune et la macrofaune correspondent plutôt à des conditions froides et humides. Un certain nombre de suppositions est également tiré de l'étude des assemblages lithiques. L'absence d'outils à dos peut ainsi signifier l'absence d'Howieson's Poort. Tout le MSA de Die Kelders serait donc antérieur à la période de développement de ce techno-faciès. Comme celle-ci est généralement estimée à plus de 75 ka dans les autres sites, tout le MSA correspondrait à une phase froide du stade 5, soit 5d ou 5b. Une autre hypothèse est que l'augmentation de silicrète dans le niveau 12 marque l'Howieson's Poort. Par comparaison aux autres sites, le niveau 12 daterait donc 70-75 ka et les niveaux supérieurs seraient associés au MSA3, daté dans d'autres sites du stade 4. Cette hypothèse serait appuyée par l'observation d'une décroissance de la taille des éclats dans les niveaux 6 à 9: cette décroissance serait en effet observée pour les niveaux post-HP à Klasies River et Boomplaas. La croissance de ces éclats pour les niveaux 5-4 montrerait au contraire que ces derniers sont postérieurs à ceux de Klasies River et Border Cave et contemporains des plus jeunes niveaux de Boomplaas, estimés à 40-32 ka (Deacon 1989).

Schwarzc et Rink 2000 : ESR

La méthode de l'ESR a été appliquée à de l'émail dentaire. Les auteurs montrent que les âges des différents niveaux sont statistiquement indiscernables. Ils précisent qu'il est difficile de trancher sur le taux d'humidité au cours de l'enfouissement. L'âge dépend en outre beaucoup du modèle de capture de l'uranium ; l'âge obtenu en considérant une capture précoce semble mieux s'accorder avec les âges OSL (voir ci-dessous).

| échantillon | sous échantillon | couche | capture linéaire de l'uranium | | | Capture précoce de l'uranium | | |
|-------------|------------------|--------|-------------------------------|-----------|-----------|------------------------------|-----------|-----------|
| | | | humidité (%) | 10 | 20 | 30 | 10 | 20 |
| 95038 | 1A | 4/5 | 86.0±7.2 | 92.2±7.2 | 97.9±7.2 | 67.9±5.1 | 71.5±5.2 | 74.8±5.2 |
| | 2A | | 91.0±8.1 | 97.9±8.2 | 104.3±8.2 | 73.9±6.0 | 78.1±6.2 | 82.1±6.2 |
| | 2B | | 89.8±8.2 | 96.1±8.4 | 102.1±8.4 | 70.5±5.9 | 74.2±6.1 | 77.5±6.2 |
| 95389 | | | 104.5±6.3 | 110.4±6.6 | 116.3±6.9 | 75.4±4.3 | 78.3±4.5 | 81.1±4.6 |
| 95037 | A | 6 | 84.7±8.2 | 91.2±8.3 | 97.4±8.3 | 69.4±5.9 | 76.7±6.1 | 77.4±6.1 |
| | B | | 86.1±8.2 | 92.2±8.3 | 97.9±8.3 | 67.7±5.7 | 71.3±5.9 | 74.5±5.9 |
| 95391 | | 10 | 147.1±7.6 | 153.9±7.9 | 160.0±8.0 | 99.4±4.7 | 102.3±4.9 | 104.9±5.0 |
| 95390 | | 12 | 89.1±7.3 | 96.0±7.3 | 102.7±7.6 | 73.8±5.0 | 78.4±5.2 | 82.6±5.3 |
| 95392 | A | 12 | 84.4±6.9 | 90.5±7.3 | 96.3±7.7 | 67.5±5.1 | 71.2±5.4 | 74.6±5.6 |
| | B | | 77.7±5.3 | 83.6±5.6 | 89.2±5.8 | 63.5±3.8 | 67.3±4.0 | 70.7±4.1 |

95037 et 95038 sont deux fragments de la même dent. Il n'a pas été possible de déterminer lequel des deux fragments avait migré entre les couches 4/5 et 6.

Feathers et Bush 2000 : OSL

Ces deux auteurs ont utilisé les techniques de single et multiple aliquote en OSL sur des quartz (ou feldspaths) extraits des sédiments, prélevés préférentiellement dans les couches sableuses quasi stériles marquant les périodes d'abandon. Les inversions stratigraphiques pourraient être dues à une mauvaise évaluation de la teneur en eau, peut-être plus importante à la base de la séquence que pour les couches supérieures. Les auteurs ont montré que les déséquilibres dans les chaînes radioactives avaient un impact négligeable et qu'il n'y a pas de contamination par des grains mal blanchis.

| couche | quartz 90-125µm | | | | | feldspaths 4-11µm | |
|-------------|-----------------|--------------------|---------------------|----------|----------|-------------------|----------|
| | TL | OSL single aliquot | OSL multi aliquotes | | | IRSL | |
| humidité(%) | 15 | 15 | 10 | 15 | 20 | 25 | 15 |
| 4/5 | 50.7±4.7 | | 55.0±4.3 | 58.0±4.5 | 61.0±4.6 | 63.9±4.8 | |
| 7 | 75.3±6.8 | | 63.9±7.0 | 67.3±7.4 | 70.7±7.7 | 74.2±8.1 | |
| 9 | 79.7±15.6 | | 63.0±5.7 | 66.4±5.9 | 69.7±6.2 | 73.1±6.5 | |
| 11 | 67.0±10 | 70.3±5.8 | 59.4±5.0 | 62.6±5.3 | 66.7±5.5 | 68.9±5.7 | 69.9±6.5 |
| 13 | 51.4±6.0 | 58.6±5.4 | 51.5±4.2 | 54.3±4.4 | 57.0±4.5 | 59.8±4.70 | 50.6±4.6 |

5- Autres résultats

Apollo 11

Apollo11 (27°45'S, 17°06'E) est une petite cavité située au sud de la Namibie, à 1050 m d'altitude, près d'un affluent de la rivière Orange. Le gisement a été fouillé par Wendt dans les années 70 et est connu pour avoir livré quelques objets "d'art mobilier" (plaquettes peintes) associés au MSA. La stratigraphie a jusqu'à 2.3 m d'épaisseur et contient des assemblages LSA à Post Howieson's Poort. La présence de pointes bifaciales dans le niveau G est peut-être à l'origine de son association au Still Bay par Miller *et al.* (1999) mais cet avis n'est pas partagé par d'autres auteurs.

| couche | association | C14 (BP) (Freundlich <i>et al.</i> , 1980) | C14 (BP) (Vogel et Wissner 1981) | C14 Miller <i>et al.</i> , 1999 | AAR Miller <i>et al.</i> , 1999 |
|--------|-------------|--|--|---|------------------------------------|
| A+B | pottery | 490 +- 45 1460 +- 55 1670 +- 55 | | | |
| C | LSA | 6200+-65 7200+-75 9430+-90 10420+-80 | | | |
| D | ELSA | 13030+-100 13470+-125 13690+-120 14550+-60 18660+-210 19760+-175 | | 9150 +-70** 9.90 +- 70** 35955 +-755(rejeté) 41200+-165 (ELSA/MSA) considéré comme minimum | * utilisé pour calibration |
| E | MSA (late) | 26 700+-650 28400+-450 32700+-860 33370+-550 46400+3500- 2500 | | | 59 +- 6 |
| F | HP | | >48400 | | 63 +-6 69 +-7 |
| G | Still Bay | >49000 >48500 >48000 >47500 >49500 >48500 >48500 >49500 >49500 | >50500 >49000 | | >83 |
| H | MSA (early) | | | | |

** : même fragment d'OES

Rose Cottage Cave

Rose Cottage (29°13'S, 27°28'E) se situe à 1660 m d'altitude, dans le Platberg, à quelques kilomètres au nord ouest de la frontière du Lesotho. Ce gisement a fait l'objet de fouilles depuis les années 40 dont les plus récentes ont été menées entre 1987 et 1997 par Lyn Wadley. L'interprétation stratigraphique (7 m d'épaisseur) et "culturelle" du site a beaucoup varié avec le temps et les auteurs. D'après les dernières interprétations, le site comprendrait une phase antérieure à l'Howieson's Poort (HP) assimilable à du MSA 2b (Volman), une phase HP, et une phase post HP (MSA 3 Volman), ainsi qu'un important dépôt LSA comprenant Pottery Wilton, Wilton, Oakhurst et Robberg (Wadley et Harper, 1989; Wadley et Vogel, 1991 ; Wadley, 1991).

Jusqu'à présent, seuls les âges C14 ont été publiés. Plusieurs spécialistes des méthodes de luminescence ont cependant travaillé à Rose cottage (Valladas *et al*, en préparation ; Godfrey-Smith communication privée ; Jacobs, communication orale au colloque "From tools to symbols", Johannesburg 2003 ; Woodborne, communication à H. Valladas). Woodborne et Vogel (1997) n'ont travaillé que sur les niveaux datés par C14 pour faire une étude méthodologique.

pour les autres sites...

D'autres données radiométriques (autres que C14) sont disponibles pour d'autres sites mais pour des périodes généralement plus anciennes (>125ka) : Duinefontein (Klein *et al.*, 1999 ; Feathers 2002), Florisbad (Grün *et al.*, 1996 ; Kuman *et al.*, 1999), Wonderwerk (Vogel 2000). Feathers (1997) a publié des âges pour White Painting Rock Shelter au nord du Boswtana, dont l'un des niveaux daté d'environ 50 ka contient une industrie qui aurait des affinités avec l'Howieson's Poort. La méthode du radiocarbone ou des méthodes paléoenvironnementales ont aussi été largement utilisées pour les autres sites du MSA, avec les difficultés signalées dans le chapitre I.

Annexe II : Séquences typochronologiques du MSA d'Afrique du Sud

Dans le tableau suivant, les descriptions des principales typochronologies établies pour le MSA d'Afrique du Sud sont reportées : celle définie par Singer et Wymer (1982) à partir des assemblages de Klasies River rapportée par Thackeray (1992), celle définie par P. Beaumont à partir des assemblages de Border Cave, et aussi la typochronologie définie par Volman (1984) qui a essayé de faire une synthèse en examinant de nombreuses séquences. Les correspondances établies entre des différents systèmes sont les suivants:

$MSA\ 3_{volman} = MSA\ III+IV$

$MSA\ 2b_{volman} = MSA\ II$

$MSA\ 2a_{volman} = MSA\ I$

$MSA3_{beaumont} = MSAIII+IV$

$MSA2_{beaumont} = HP$

$MSA1_{beaumont} = MSAI+II$

| | | |
|--|---|---|
| <p><u>Volman, 1984</u></p> <p>MSA 1 "very little formal retouch"; "Retouched points are absent"; "scraper retouch is very rare" " high proportion of cores for the production of flakes with intersecting dorsal scars"; "small, broad flakes with few faceted butts" " Most carefully trimmed flakes are denticulates, which appear to represent the well-retouched end of a continuum dominated by pieces with minimal denticulate-like trimming."</p> | <p><u>Thackeray, 1992</u></p> <p>décrit en fait la sequence établie par Singer et Wymer pour KRM qui soulignent que "the differences between these industries are far outweighed by their similarities"</p> | <p><u>Beaumont, 1980 ; Beaumont <i>et al.</i>, 1978</u> (voir aussi résumé dans Avery, 1992, p.74)</p> <p>"entirely unbroken cultural trajectory in which no portion can be construed as being "intrusive" " data for the MSA indicate sequential shifts with time in tooltype frequency and morphology which cannot readily be interpreted or subdivided in terms of discrete Industries"</p> |
| <p>MSA 2 "both the relative abundance and variety of formally retouched pieces increases from the MSA2a to the MSA2b". "relatively large, narrow flakes (including flake-blades and true blades) which decrease in average length through time"; "Sidescrapers increase relative to endscrapers within MSA2 sequences" "Unifacial and bifacial points appear for the first time in MSA 2"; "hafted tools made their appearance by this time"</p> <p>MSA 2a "Unifacial and bifacial points are rare or absent" "denticulate are common"</p> <p>MSA2b "denticulates are much less common or absent" " some MSA 2b collections contain backed and/or truncated pieces which would not appear out of context place in the following Howieson's Poort."</p> | <p>MSA I "long thin flake-blades, made on local quartzite, a minimal percentage of which have been retouched to form points and especially denticulates"</p> <p>MSA II "higher frequencies of convergent or pointed flake-blades" " fewer worked points"</p> | <p>MSA 1 (Pietersburg) "progressive increase with time in the relative proportion of formal tools" "untrimmed flake classes [...] show decreasing dimensions with time" "strongly convergent points, some with trimmed edge, as also occasional unifacial and bifacial specimens" "high values for trimmed points 2" "absence of backed pieces 2"</p> |
| <p>HP/Epi-Pietersburg/Modderpoort "relatively numerous segments, trapezoids and other backed and/or truncated forms" "flakes [...]are on average, smaller, relatively broader and have lower proportions of faceted butts than flakes in overlying or underlying assemblages" "some assemblages contain well-retouched unifacial and bifacial points : in others , bifacial points are absent and even minimally trimmed unifacial points are absent or very rare" "scrapers occur in all HP assemblages" "denticulates [...]appear to be uniformly rare." "there is considerable variability in the representation and relative frequencies of most other formal tool types found with the characteristic Howieson's poort pieces;"</p> | <p>HP "various backed and/or truncated pieces such as trapezoids and segments (crescents), often considered larger than those found in the LSA [...] which are often made on fine-grained raw material such as silcrete or chert". " typical MSA flake-blades (elongated flakes) and flake-blade sections, a negligible proportion of which is retouched to form unifacial and bifacial points, denticulates, or scrapers." "HP flake-blades are on the whole, smaller than those</p> | <p>MSA 2 (Epi-Pietersburg ou HP) "obtrusive presence of backed pieces 2 (mainly segments)" "blades are abundant and include consistent proportion of slender punched specimens" "low values for trimmed points"</p> |

| | | |
|---|---|---|
| | <p>found in other MSA assemblages." "much variability in the kinds and relative frequencies of retouched artifacts"</p> | |
| <p>MSA 3 "quite varied" "not readily distinguished as a group from MSA 2 assemblages, especially MSA 2b ones."</p> | <p>MSA III "similar to MSA II and has unifacial points and flake-blades with lateral retouch ("knives").</p> <p>MSA IV "flake-blades are less common" " "increase in small convergent exempls".</p> | <p>MSA 3a "absence of backed pieces 2, limited to occasional specimens which are entirely of trapezoidal shape" "occasional segments persist" "triangular flakes are infrequent and [...] often show butt reduction from the ventral to produce 'Emireh-type' point" "presence of modified butts" "low values for trimmed points"</p> <p>MSA 3b "absence of backed pieces 2" "absence of modified butts" "low values for trimmed points" "absence of convergent points" "partial replacement of prepared cores by bipolar classes"</p> |

Annexe III : Appareils de mesure de la TL et de l'OSL - Sources radioactives

Appareils de mesure de TL

Tous les appareils consacrés à la mesure du signal de TL ont été construits au laboratoire dans les années 80-90 par G. Valladas (Valladas *et al.*, 1994). Leur principe de base est identique : une plaque dont on contrôle la vitesse de montée en température chauffe l'échantillon qui est positionné sous un tube photomultiplicateur (PM) chargé d'enregistrer la luminescence. Les différences d'un appareil à l'autre se situent principalement 1) dans le type et la quantité de coupelles qu'ils peuvent accueillir, 2) dans le système d'enregistrement du signal auquel ils sont reliés et 3) dans l'usage que l'on en fait.

Devant les PM, il est possible de placer différents types de filtres et d'atténuateurs. Nous avons travaillé pour les quartz avec des filtres de type MTO 380, dont le maximum de transmission de la bande passante est situé vers 380 nm.

Le premier appareil ne peut recevoir qu'une seule coupelle à la fois (en acier inoxydable, de 8 mm de diamètre). Le PM est un XP1230 Radiotechnique. Cet appareil est lié à une table traçante et à une échelle de comptage qui dénombre la quantité de photons reçus par le PM. Il est utilisé lors des tests de TL pour sélectionner les échantillons et évaluer les doses à appliquer pour construire les courbes de croissance.

Le second appareil possède un carrousel recevant jusqu'à 16 aliquotes. Les coupelles en titane font 12 mm de diamètre. Elles permettent de mesurer une grande quantité de matière et d'améliorer la statistique de comptage. Le PM est de type EMI 9635QB. Les signaux détectés par le PM sont enregistrés sur un PC à l'aide de programmes informatiques élaborés par N. Mercier. Cet appareil est consacré à la détermination de la paléodose des échantillons.

Le dernier appareil possède un carrousel accueillant jusqu'à 24 coupelles de 8 mm de diamètre. Sa particularité est de disposer d'une petite source bêta permettant d'enchaîner les irradiations et les mesures de TL. Il s'agit d'une source bêta de ^{90}Sr - ^{90}Y délivrant une dose de 14.8 mGy/min⁴. Cet appareil est consacré d'une part, à la mesure des doses enregistrées par les dosimètres de sulfate de calcium afin de déterminer le débit de dose annuel gamma et, d'autre part,

⁴ à du sulfate de calcium en poudre.

aux mesures de sensibilité alpha. Comme l'appareil précédent, séquences de mesures et enregistrements des données sont effectués grâce à un PC.

Notons que toutes les mesures se font sous atmosphère d'azote.

L'appareil de mesure de l'OSL

Nous utilisons au laboratoire un appareil conçu et commercialisé par le Risø National Laboratory au Danemark (Bøtter Jensen et Duller, 1992 ; Botter Jensen *et al.*, 2000). Cet appareil de type TL/OSL-DA-15, est muni :

- d'une plaque chauffante
- d'un système de stimulation optique constitué de diodes électroluminescentes bleues dont la lumière émise a une longueur d'onde de 470 nm. L'appareil est également muni d'une diode laser infrarouge permettant une excitation à 830 nm.
- d'un PM de type Thorn-EMI 9235QA. Un filtre de type Hoya U-340, laissant passer la lumière avec une transmission supérieure à 50% entre 330 et 350 nm environ, est placé devant la fenêtre du PM.
- d'une source bêta de ^{90}Sr - ^{90}Y d'une activité de 40 mCi, délivrant une dose de 9.5 Gy/min. Elle a été calibrée par rapport au faisceau de ^{137}Cs du Laboratoire de Métrologie des Rayonnements Ionisants (LMRI)
- d'un carrousel pouvant accueillir jusqu'à 48 disques. Ces disques sont en acier inoxydable et mesurent 9.7 mm de diamètre.

Cet appareil est particulièrement flexible et permet de programmer n'importe quelle séquence d'irradiation, chauffe et mesure de TL ou d'OSL.

Sources radioactives

En dehors de la petite source déjà mentionnée, deux sources bêta (^{90}Sr - ^{90}Y) de 50 mCi, une source gamma (^{137}Cs) de 8 Ci et une source alpha (^{238}Pu) sont utilisées. Les sources bêta et alpha servent notamment à l'irradiation des échantillons pour la détermination du facteur de sensibilité alpha (S-alpha). L'irradiateur gamma (Valladas, 1979) permet l'irradiation de gélules contenant la poudre de l'échantillon (jusqu'à 400 mg pour la fraction 100-160 μm).

La calibration des sources bêta et gamma est régulièrement réalisée en comparant les signaux de TL et/ou d'OSL de silex ou de quartz irradiés avec ces sources, à ceux obtenus pour les mêmes matériaux irradiés au LMRI, avec la collaboration de JM Dolo.

Annexe IV : Technique des traces de fission

Pour mieux contraindre les paramètres qui permettent d'évaluer le débit de dose interne, nous avons réalisé, en collaboration avec Madeleine Sélo (du Laboratoire d'Etude de la Matière Extraterrestre, CNRS-MNHN) une analyse ponctuelle et une cartographie de l'uranium par la méthode des traces de fission. Nous évoquons ici les fondements de cette technique analytique et détaillons le mode opératoire que nous avons utilisé pour nos échantillons.

Principe

Une particule chargée, lorsqu'elle traverse un solide non conducteur d'électricité, laisse le long de sa trajectoire linéaire, une zone de dégâts de quelques angströms de diamètre. Une attaque chimique appropriée permet de rendre la trace visible au microscope optique (Young, 1958). D'autre part, l'isotope ^{235}U de l'uranium a pour les neutrons thermiques une section efficace particulièrement grande : sous l'effet d'un bombardement par un flux de neutrons thermiques, l' ^{235}U fissionne en émettant deux fragments chargés.

Ainsi, si on accole un plastique à la roche irradiée par les neutrons, les particules chargées produites créent dans celui-ci des traces latentes qui peuvent être révélées par une attaque chimique spécifique sous forme de traces de fission.

L'intérêt de ce mode d'analyse tient pour l'essentiel à son extrême sensibilité, puisque chaque réaction nucléaire peut être matérialisée. Elle permet donc de doser l'uranium, même en très faible quantité (le dosage de l'uranium n'est en fait limité que par la dose de neutrons disponibles dans un réacteur). L'originalité de la méthode se manifeste également par la possibilité de situer avec grande précision l'uranium dans la matrice de l'échantillon étudié. En effet, chaque trace de fission se forme au voisinage direct de la réaction nucléaire (dans les limites de quelques microns ou même quelques angströms) et de ce fait, la répartition spatiale des traces devient un reflet de la distribution de l'uranium dans les différents constituants de la roche.

Technique analytique

Dans le cas de roches constituées de différentes phases, les traces de fission induites sont enregistrées et révélées dans un détecteur auxiliaire, juxtaposé à la surface polie de l'échantillon pendant l'irradiation par des neutrons thermiques (Price et Walker, 1963). Le détecteur auxiliaire retenu pour nos expériences est le kapton, polyamide particulièrement intéressant pour sa faible

teneur en uranium (10-12 ppb), sa bonne résistance à des flux de neutrons thermiques très élevés et la stabilité thermique des traces latentes (Sélo, 1983). Ce mode d'analyse a été modifié par Kleeman et Lovering (1967) par l'introduction d'un échantillon de référence de teneur en uranium connue. L'échantillon et le standard sont polis et recouverts par une feuille de kapton. Les traces de fission induites sont révélées et comptées dans les deux détecteurs. La détermination de l'uranium repose sur la comparaison entre la densité de traces induites dans l'échantillon et le standard :

$$Cu = Cu_s \frac{pi}{pi_s}$$

où :

- Cu et Cu_s sont respectivement les teneurs en uranium de l'échantillon et du standard exprimées en ppm

- pi et pi_s sont respectivement les densités de traces de fission induites dans l'échantillon et dans le standard, exprimées en nombre de traces par unité de surface (t/mm²).

Le rapport pi/pi_s peut être déterminé avec une précision analytique de 1 à 2% selon le nombre de traces comptées, sous réserve que le flux thermique ne présente pas de fortes perturbations, que l'uranium soit distribué dans le standard de façon homogène et soit connu avec précision.

En pratique, les roches étudiées ont été découpées en plaquettes de 1cm/2cm, enrobées dans de l'époxy et abrasées de façon à obtenir une surface très plane permettant une bonne adhésion du kapton. Les standards associés étaient des verres de la série SRM (50 ppm et 1 ppm) du National Bureau of Standards (Washington). Les préparations ont été irradiées au réacteur nucléaire Orphée, canal P1 au CEA-Saclay. Nous avons utilisé successivement deux flux d'irradiation, de 1.35x10¹⁵ n/cm² et de 2.67x10¹⁶ n/cm², calibrés par un standard de flux (Moldavite) joint aux irradiations (Storzer *et al.*, 1995). Entre les deux irradiations, seuls les kaptons et les standards ont été changés. L'irradiation de forte intensité a permis de déterminer les faibles teneurs de la matrice et les flux de faible intensité les contributions des zones de fortes concentrations (points chauds). Les traces ont été révélées dans le kapton grâce à une solution aqueuse de 14% de Na ClO + 12% NaCl portée à 100°C pendant 8 minutes, puis ont été comptées au microscope optique avec un objectif x100.

Annexe V : Procédure de détermination des facteurs d'atténuation à partir de l'observation d'une lame mince

Nous nous plaçons dans le cas où les radioéléments sont répartis uniformément à l'extérieur des grains de quartz et cherchons à déterminer les coefficients d'atténuation adéquats. Nous faisons l'hypothèse que le broyage ne crée pas de séparation différentielle des grains selon leur taille. Nous pondérons ainsi le coefficient d'atténuation a_i correspondant à une classe granulométrique i donnée, par un facteur appelé f_i , correspondant à la fraction du volume total occupé par les grains de classe i . Nous montrons dans cette annexe comment ce facteur est déterminé à partir de l'analyse d'image des lames minces.

Nous déterminons la fréquence surfacique de chaque classe granulométrique puisque Delesse (1847, cité par Clark, 1982) a montré que pour toute section aléatoire d'une roche, la classe granulométrique est pour une phase donnée, égale à la fréquence volumique.

Nous nous plaçons ici dans le cas d'une silcrète à matrice fine dont une section a été photographiée et numérisée. Ce cas est le plus simple du point de vue de l'analyse d'image car il permet d'avoir immédiatement un bon contraste entre la matrice et les grains de quartz, bien individualisés. Nous utilisons le logiciel Scion Image qui est en accès libre.

Détermination des aires de grain par le logiciel

1- Dans le logiciel, l'image est affichée en niveaux de gris. Il existe trois types d'images en niveaux de gris, selon la couleur dominante qui a été utilisée pour les former : vert, rouge ou bleu. Nous travaillons de préférence avec l'image "bleue", parce qu'elle offre un meilleur contraste.

2 -L'image est retravaillée pour améliorer le contraste, entre les grains qui apparaissent plutôt blancs et le fond, plutôt noir.

3 - L'échelle de l'image doit systématiquement être indiquée (nombre de pixels pour un nombre de micromètres donné); nous nous aidons pour cela d'une microéchelle ou d'une petite règle graduée, photographiée dans les mêmes conditions de grossissement et de résolution que l'image à traiter.

4 - Grâce à la fonction "density scale", l'image passe en un mode où tous les pixels, de valeurs comprises dans un intervalle que l'on peut choisir, sont représentés en rouge. Les grains blancs

sont ainsi colorés, ce qui permet au logiciel de les distinguer les uns des autres, chaque ensemble de pixels constituant un objet.

5 - L'analyse proprement dite peut être effectuée : le logiciel offre différentes options de mesures, dont l'aire de chaque objet, un axe majeur et un axe mineur. On peut lui demander de ne pas prendre en compte les grains en bordure d'image, dont la section complète est inconnue. Le logiciel construit alors une liste contenant les paramètres demandés.

Traitement des données

1- Une fois les données recueillies, nous déduisons les diamètres correspondants en faisant l'hypothèse que les grains sont sphériques: $d = \sqrt{4.A/\pi}$, où d est le diamètre et A l'aire.

2 - L'histogramme correspondant à la liste des diamètres est alors construit ; les classes choisies étaient 25, 50, 100, 150, 200 etc... par pas de 50, jusqu'à 700 μm . Pour chaque classe ainsi définie, nous déterminons la surface occupée : par exemple, s'il y a N grains dans la classe correspondant à un diamètre moyen d , la surface totale occupée par cette classe est $N \times \pi.d^2/4$. Nous aurions en fait pu directement sommer les aires comprises entre deux valeurs données définissant les différentes classes, mais ce traitement est plus compliqué lorsque le nombre de grains est important.

Pour les silcrètes à matrice fine, nous avons dû prendre en compte la surface occupée par la matrice cryptocristalline, dont la granulométrie n'est pas observable sur l'image. Elle est égale à la surface totale de l'image moins la surface occupée par les grains discernables.

Pour déduire le facteur f_i , nous faisons le rapport entre la surface occupée par chaque classe granulométrique et la surface totale analysée.

Annexe VI : Ensemble des courbes et plateaux de TL et d'OSL

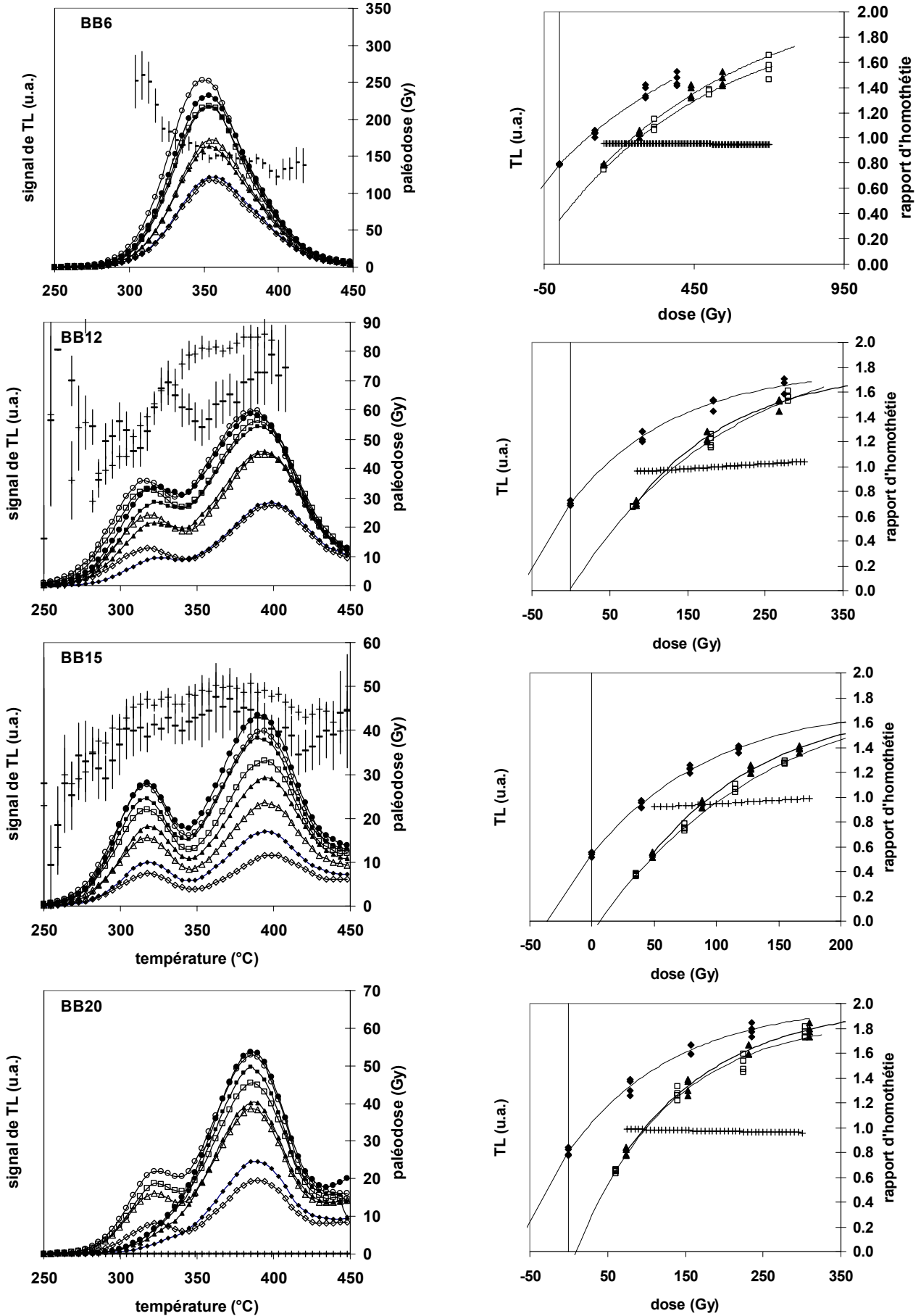
Dans cette annexe, nous présentons pour les trois gisements l'ensemble des courbes de TL, les courbes de croissance additive et régénérée, les plateaux de paléodose et les rapports d'homothétie obtenus. Nous présentons aussi les paléodoses, taux de recyclage et de récupération obtenus avec le protocole SAR en OSL.

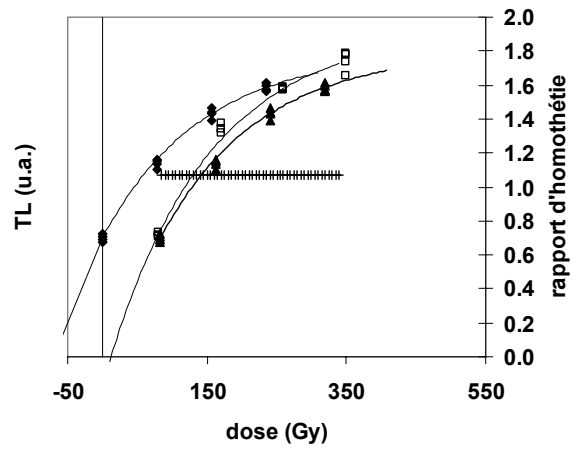
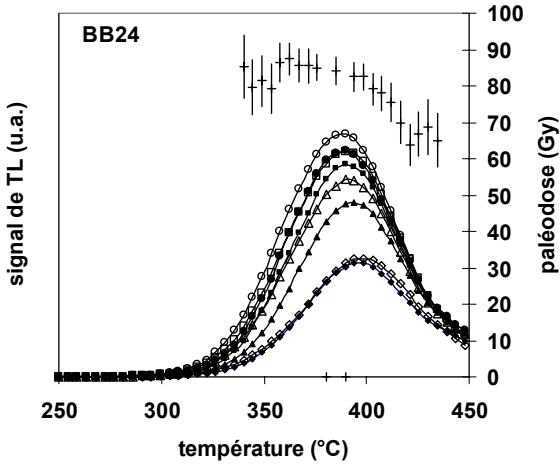
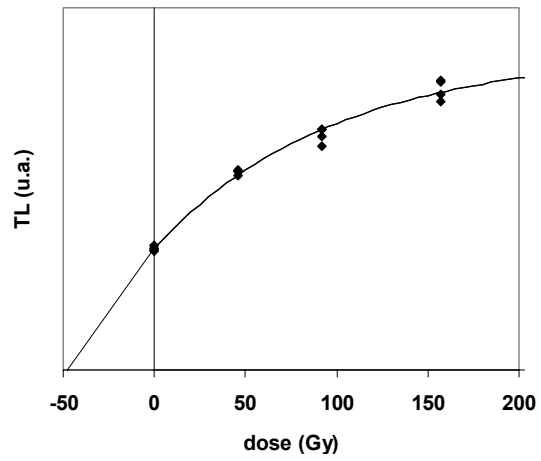
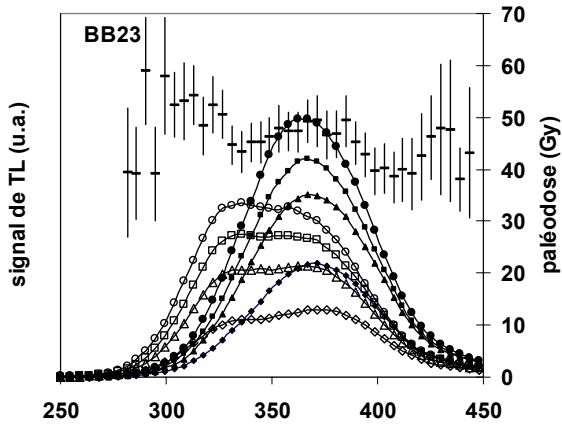
Légende pour les données de TL : Sur les graphiques à gauche de chaque page, les courbes de TL additives sont représentées par des symboles noirs et les courbes régénérées par des symboles blancs. Les paléodoses obtenues en fonction de la température sont indiquées avec le trait fin lorsque elles sont calculées avec la méthode additive et le trait épais lorsqu'elles sont calculées avec la méthode de normalisation.

Sur les graphiques à droite de chaque page, les courbes de croissance correspondantes sont représentées. Les courbes additives sont symbolisées par les losanges noirs et les courbes obtenues après glissement le long de l'axe des abscisses (méthode de normalisation) par les triangles noirs. Les courbes de croissance régénérées sont représentées par les carrés blancs. Le rapport d'homothétie est symbolisé par des croix.

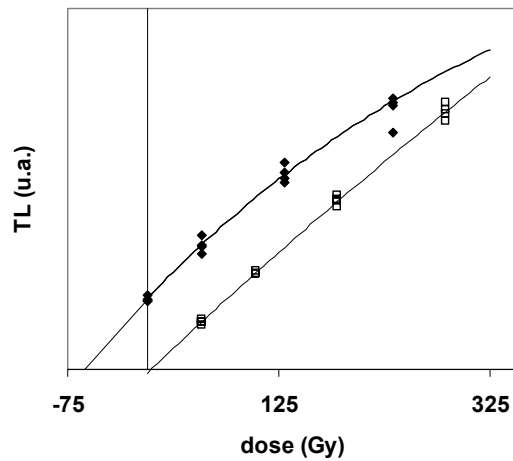
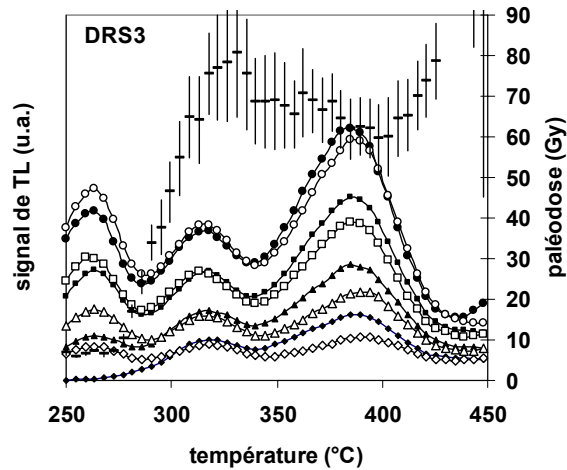
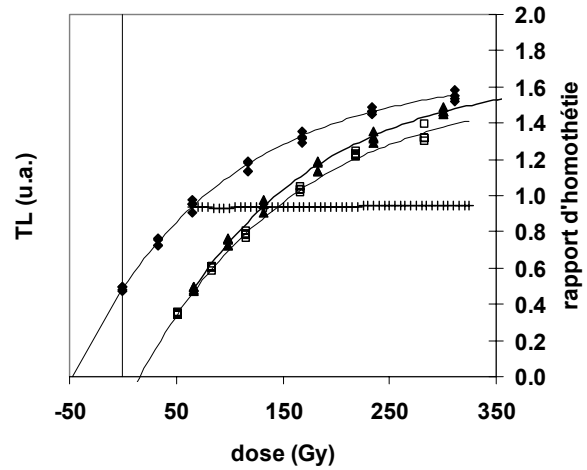
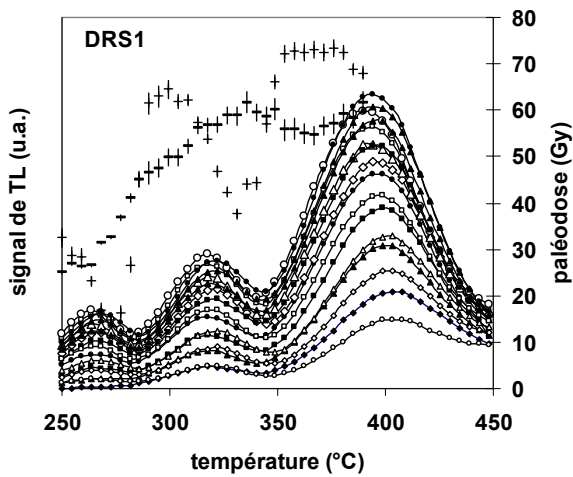
Légende pour les données d'OSL : Sur les graphiques à gauche de chaque page, nous avons porté la paléodose en fonction de la température. Sur la colonne de droite sont représentés les taux de recyclage (losanges noirs, axe de gauche) et les taux de récupération (carrés blancs, axe de droite). Les barres d'erreur dans les trois cas correspondent à l'écart type des mesures. Les taux de recyclage et de récupération correspondent à l'ensemble des mesures effectuées (généralement sur 3 aliquotes), alors que pour la paléodoses, nous n'avons considéré que les mesures pour lesquelles les valeurs des taux étaient acceptables.

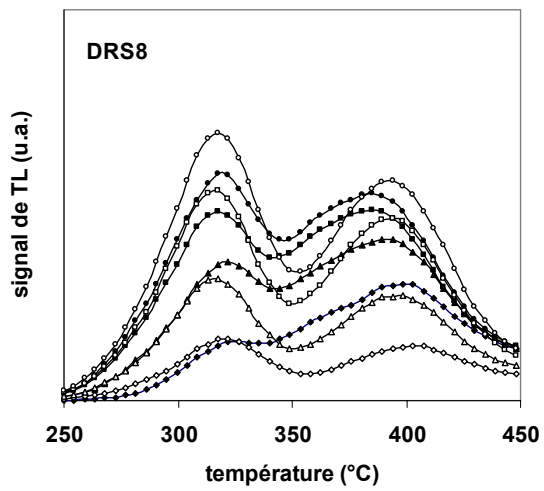
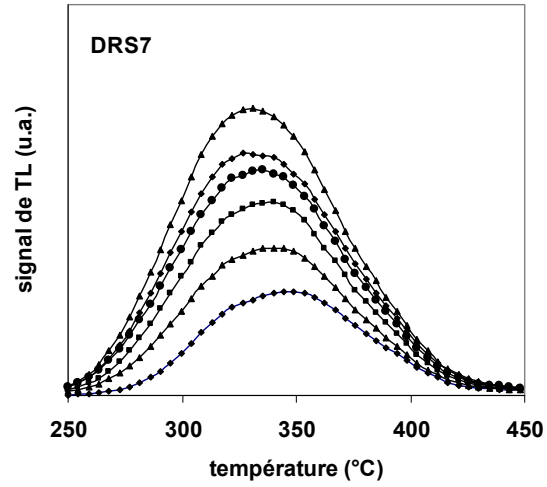
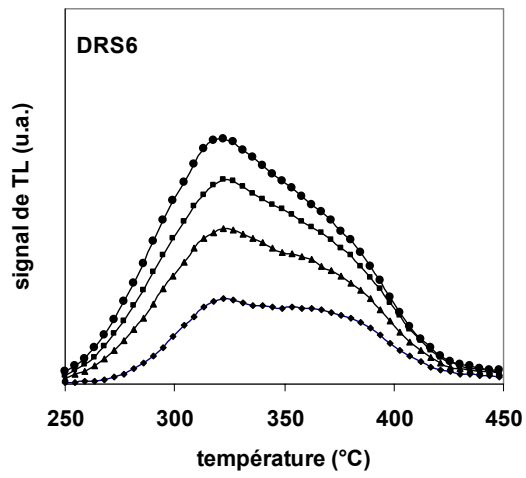
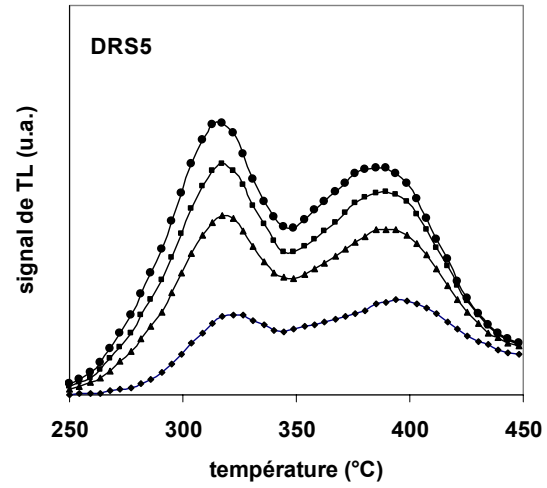
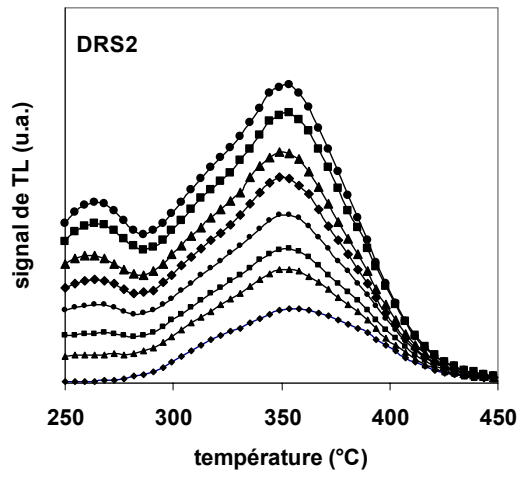
TL-Blombos Cave



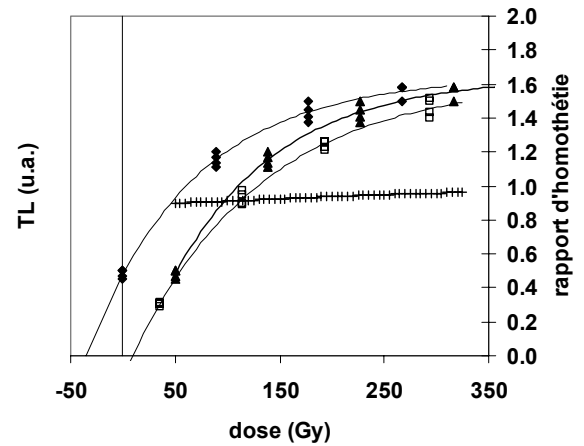
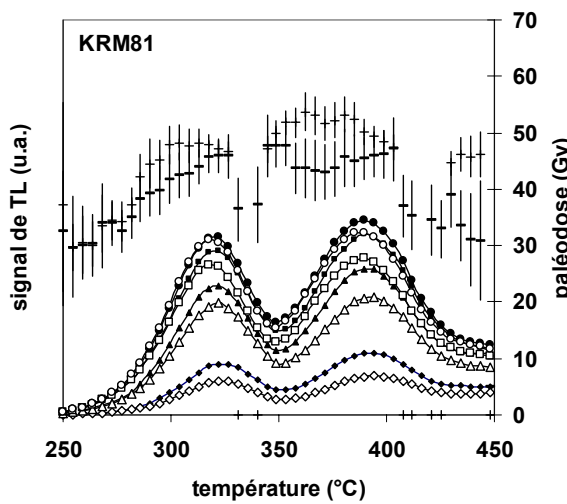
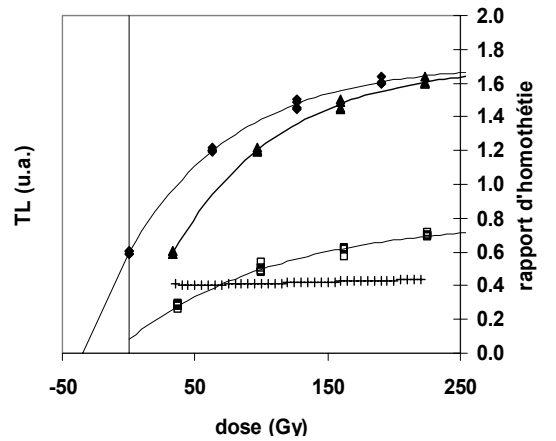
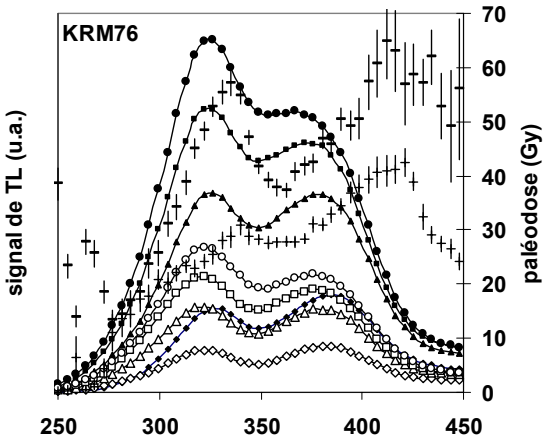
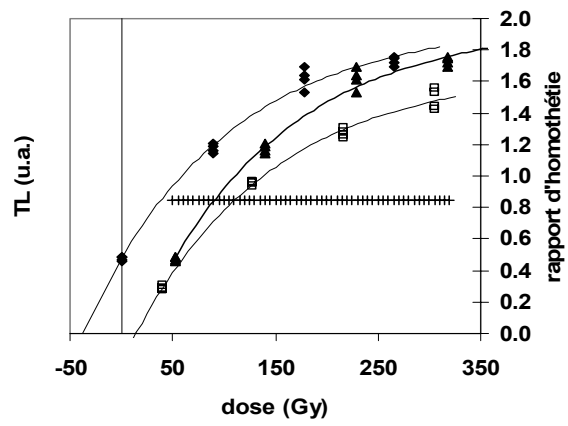
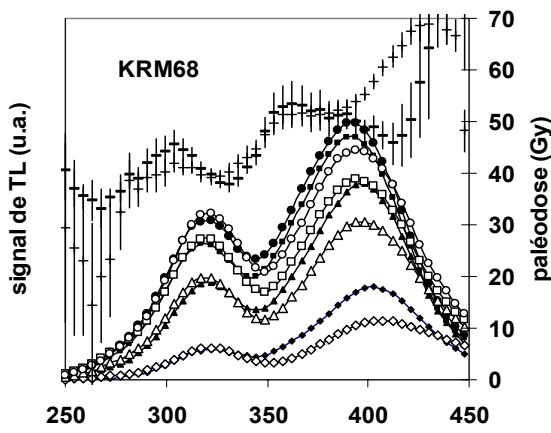
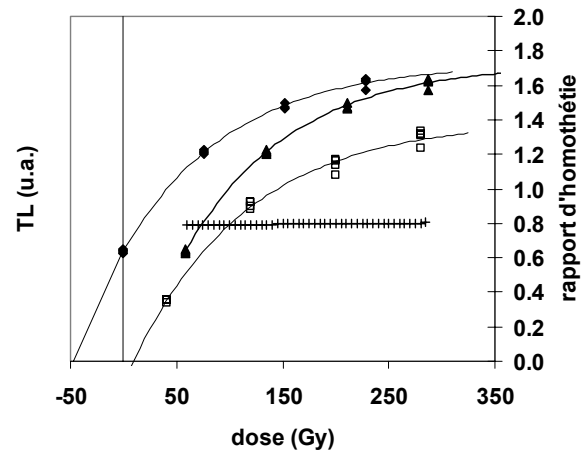
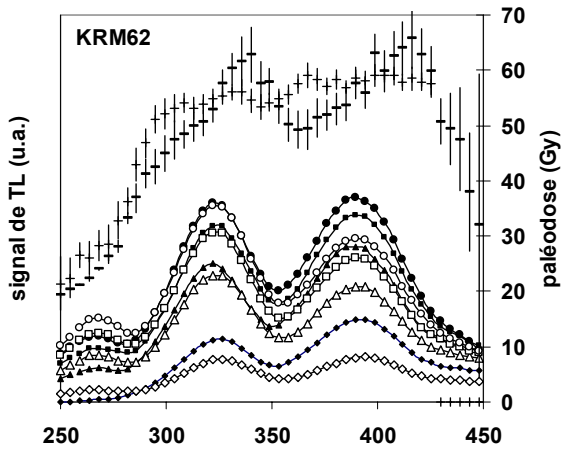


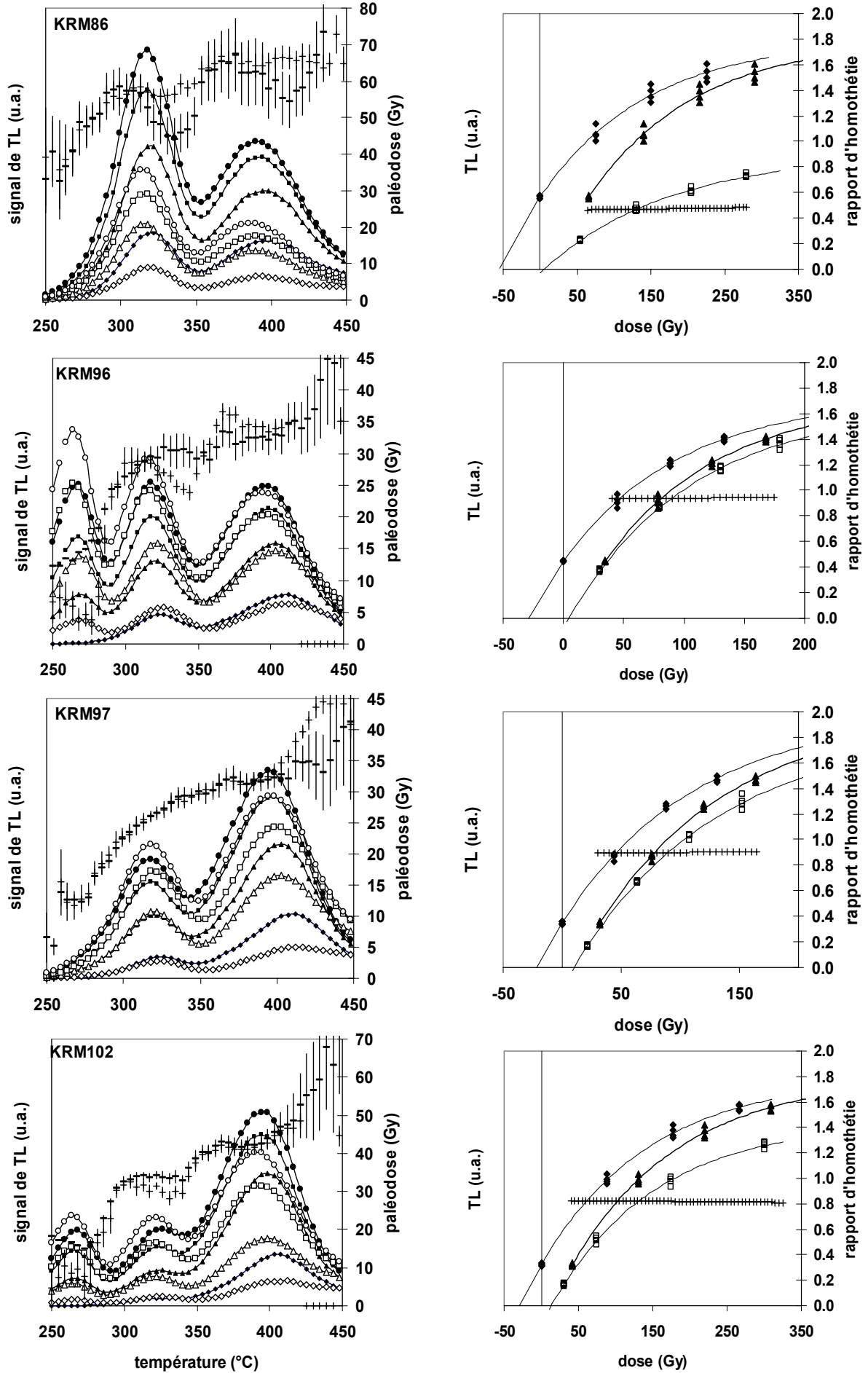
TL-Diepkloof Rock Shelter

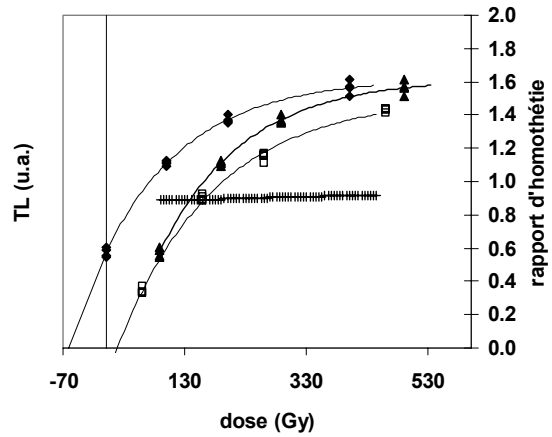
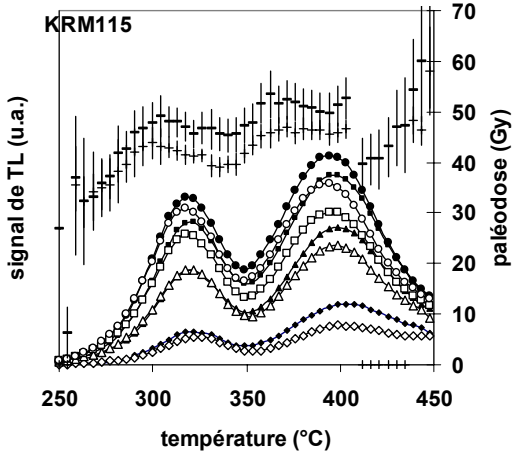
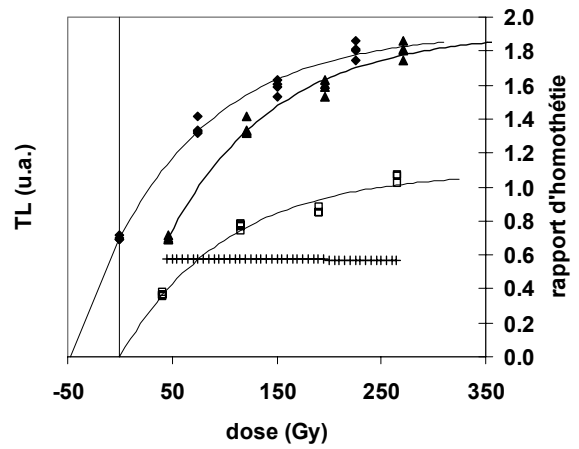
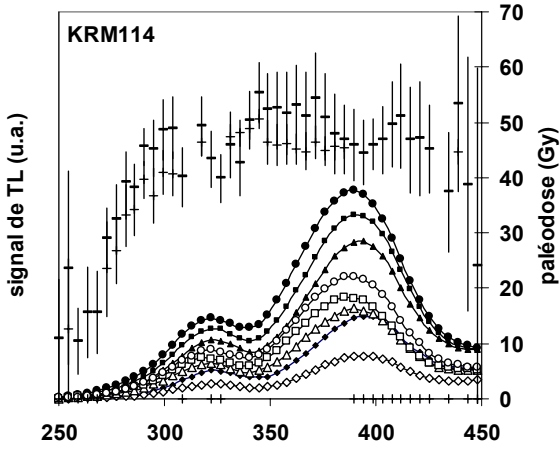
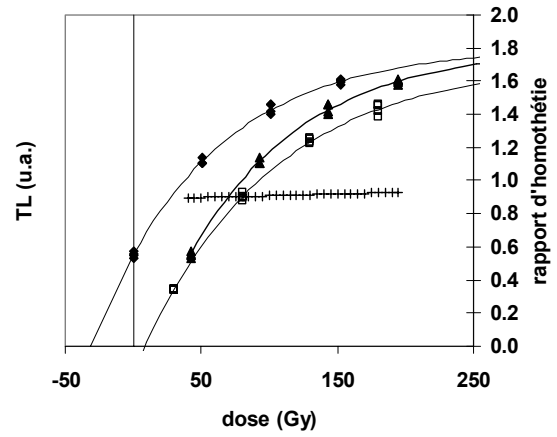
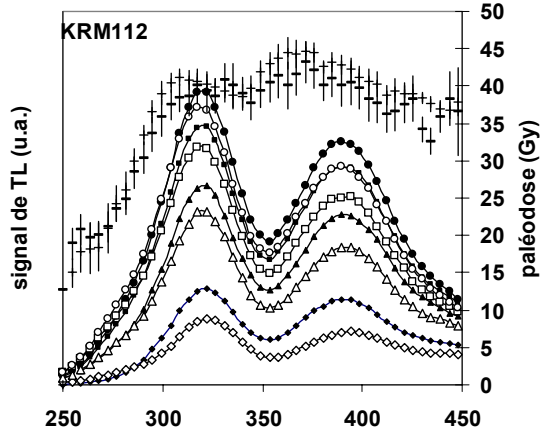
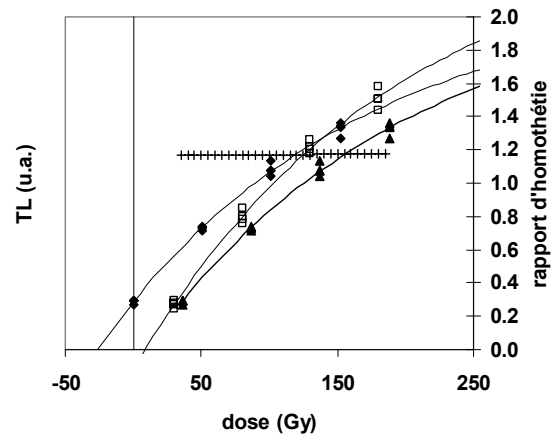
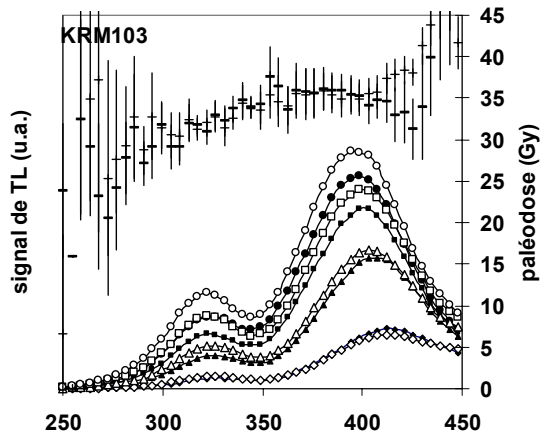


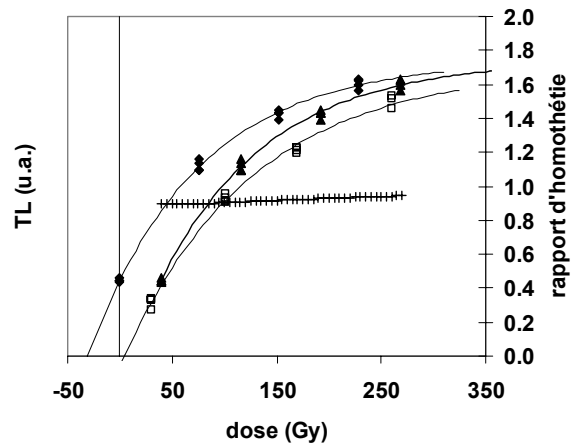
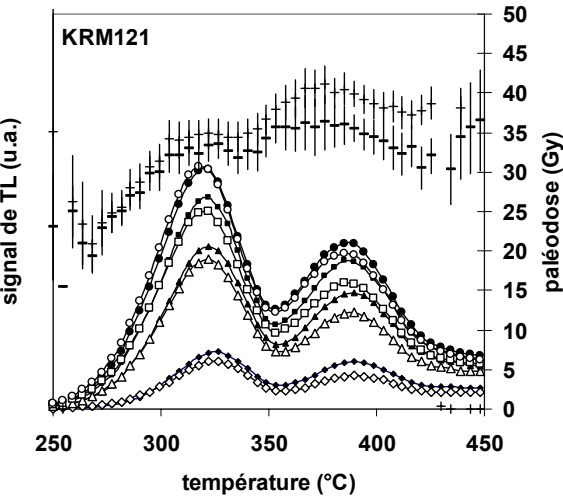
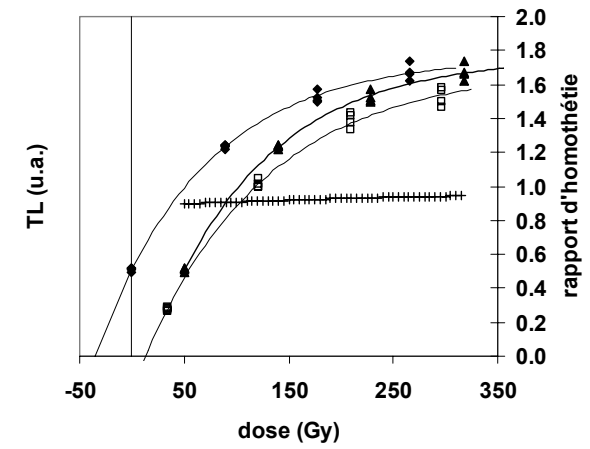
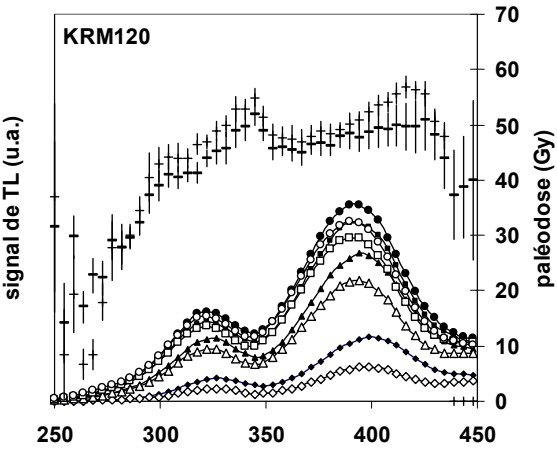
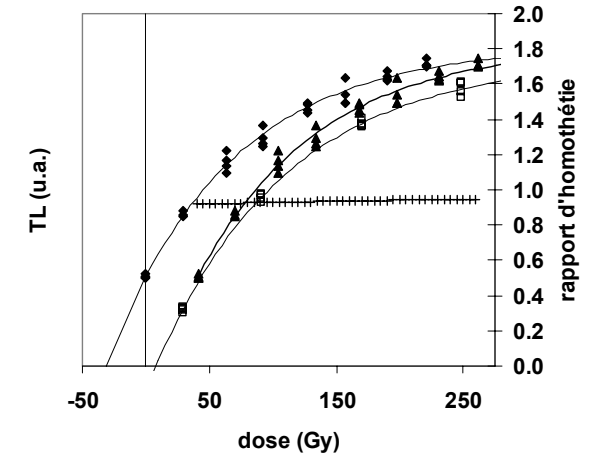
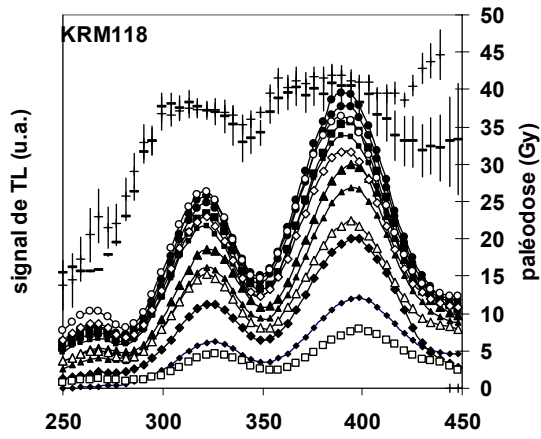
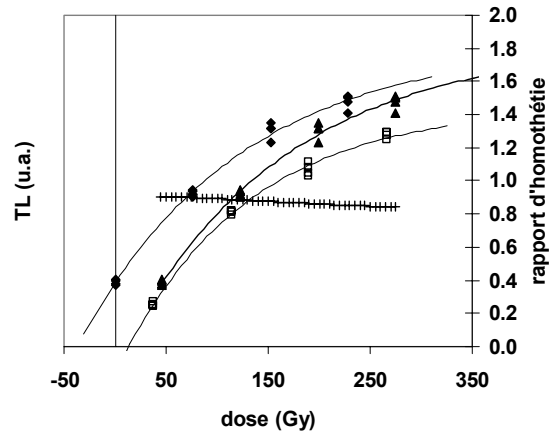
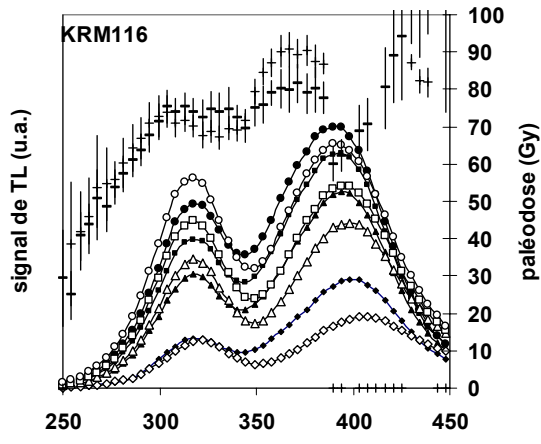


TL-Klasies River

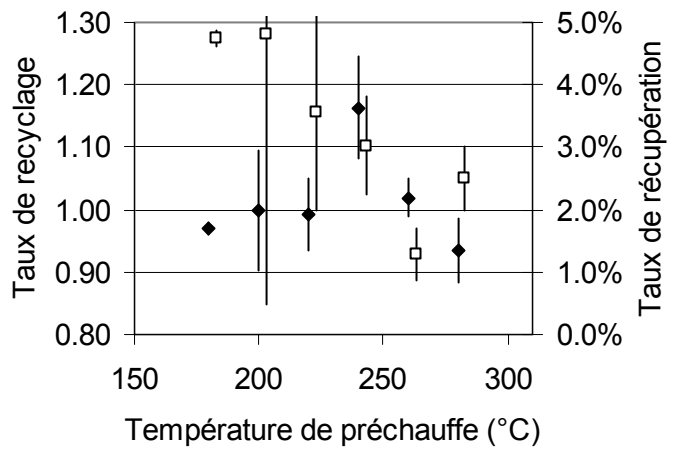
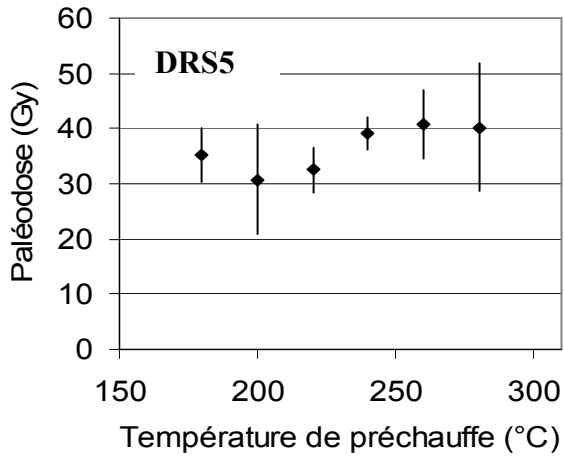
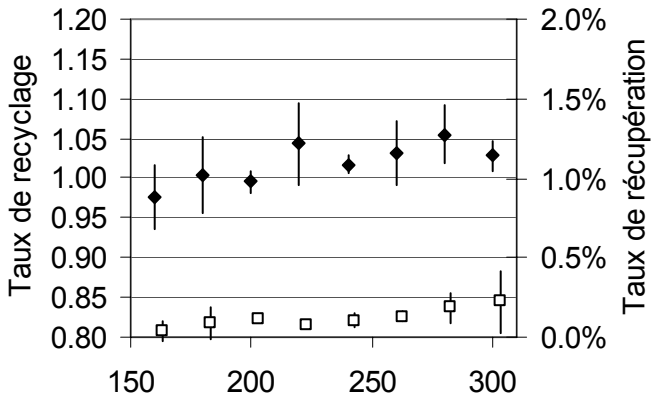
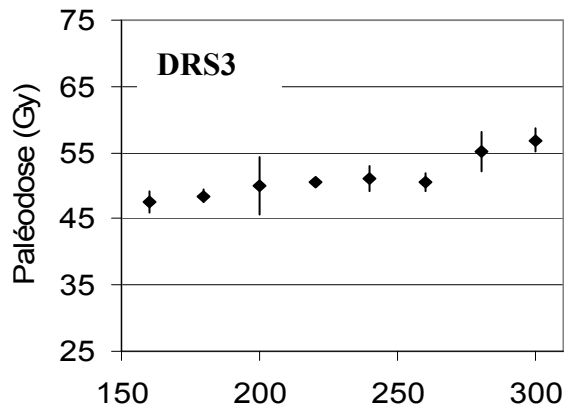
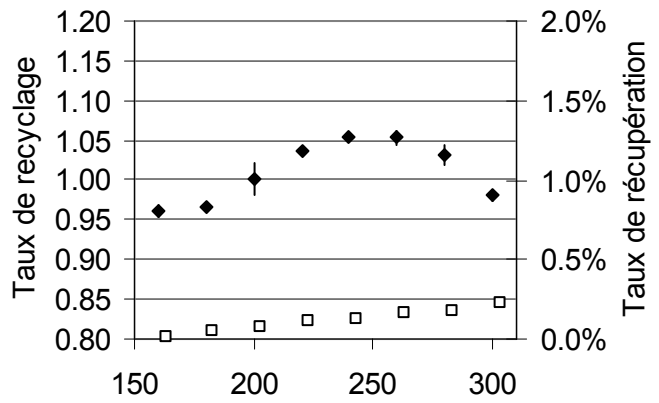
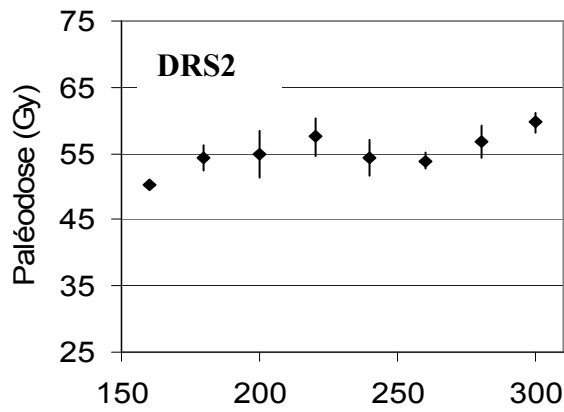
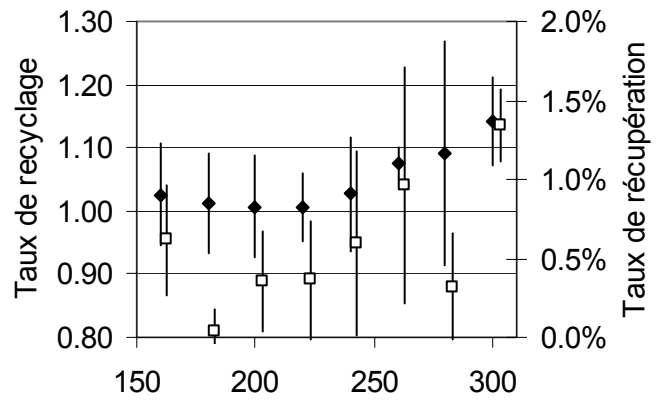
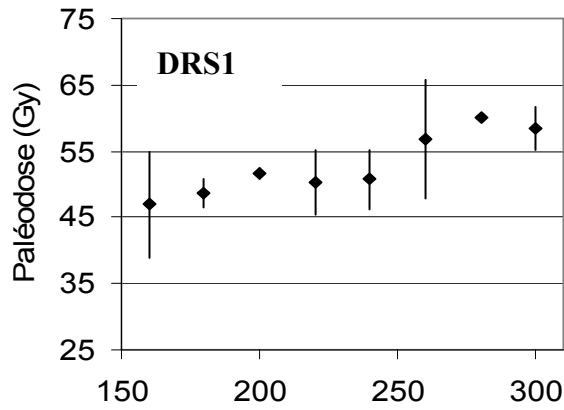


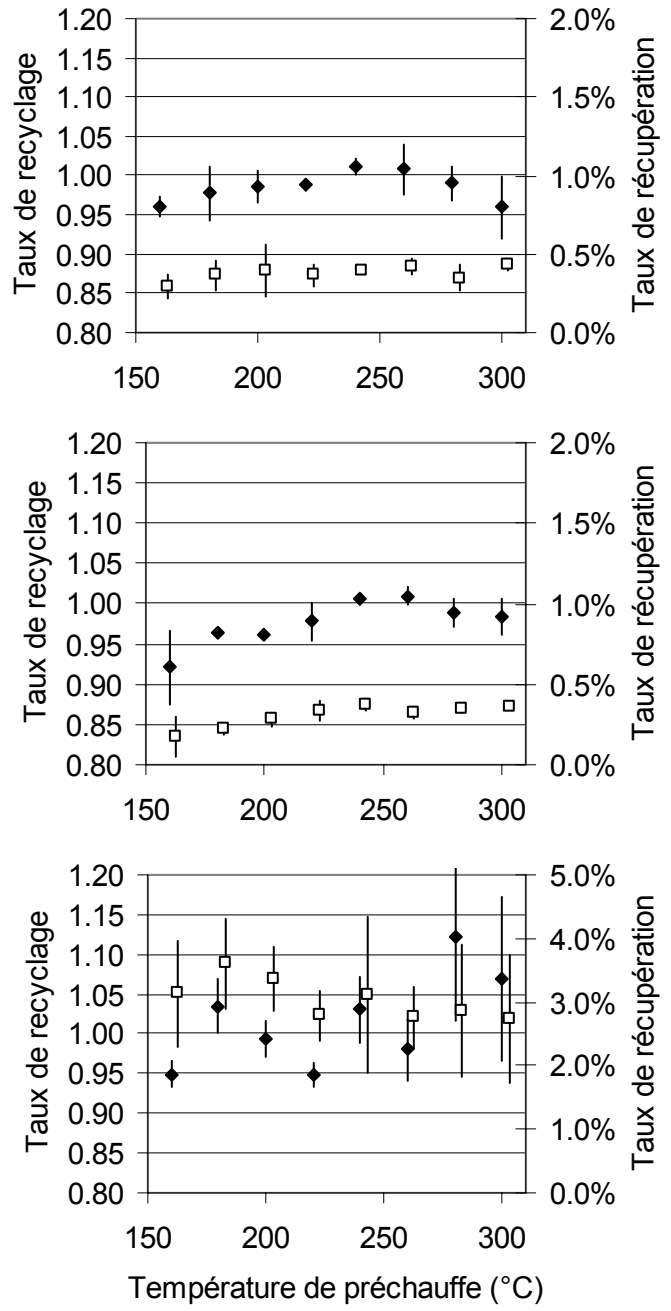
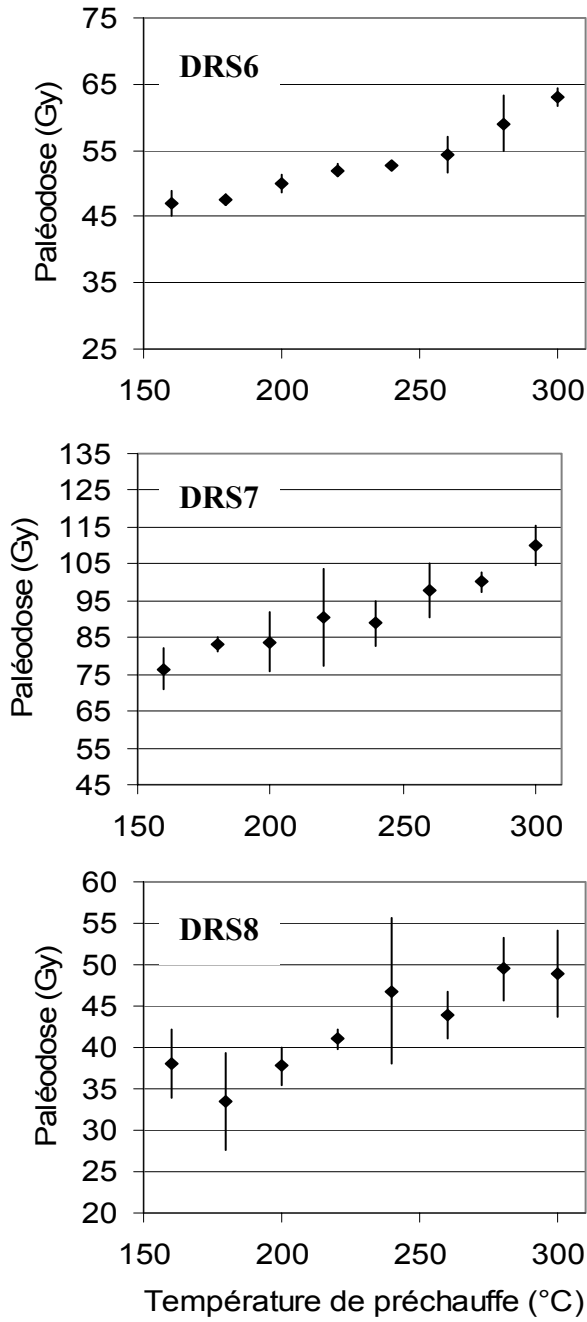




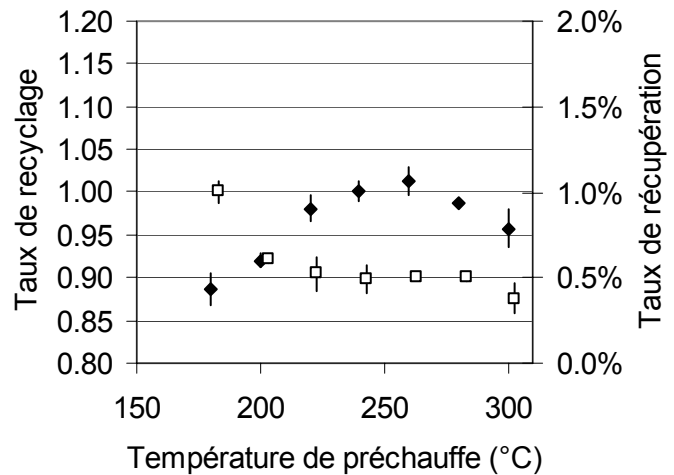
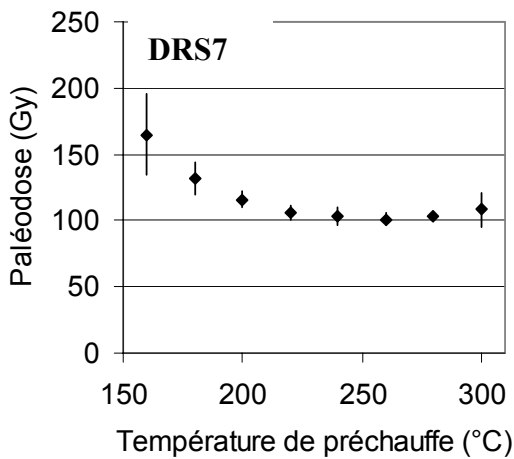
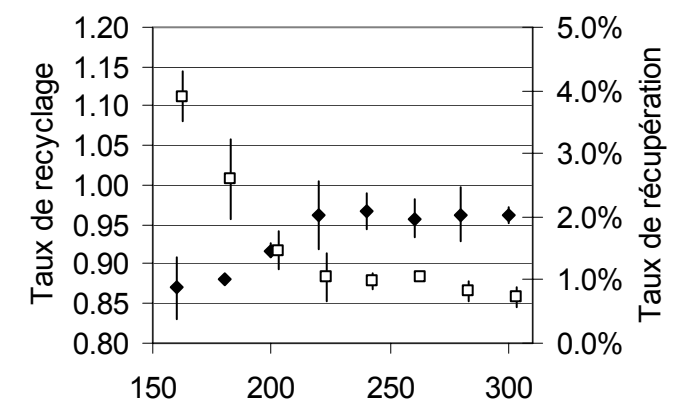
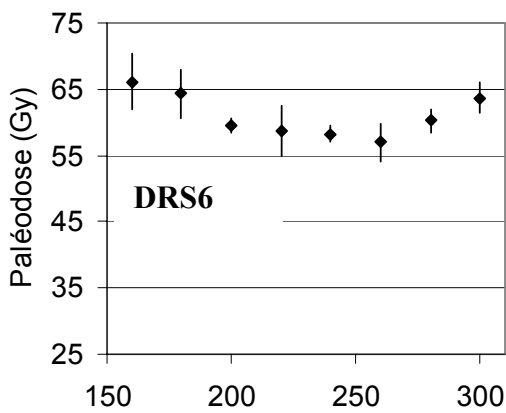
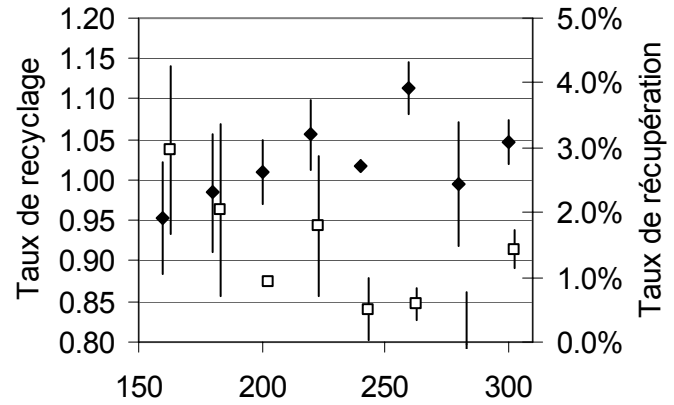
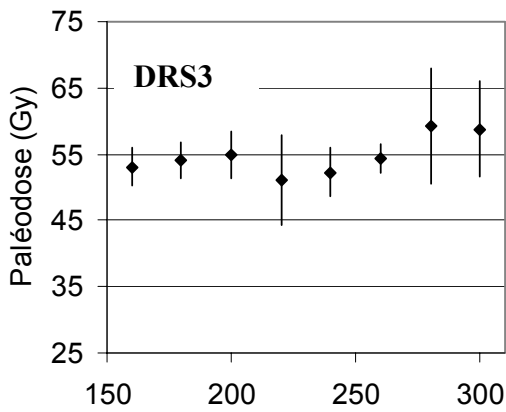
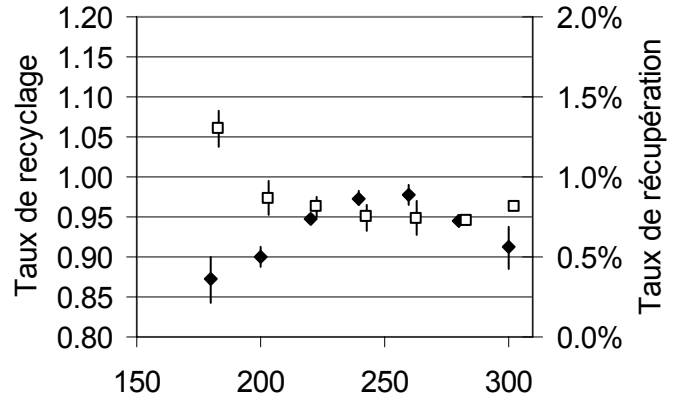
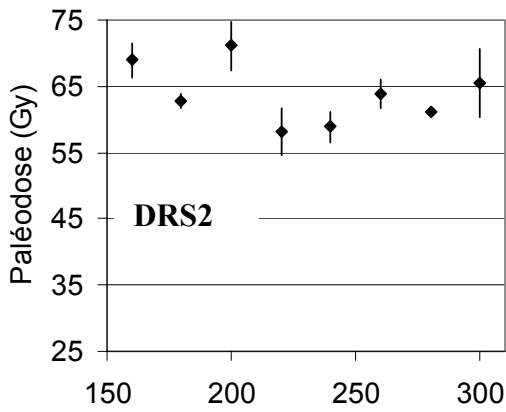


OSL CW - Diepkloof Rock Shelter

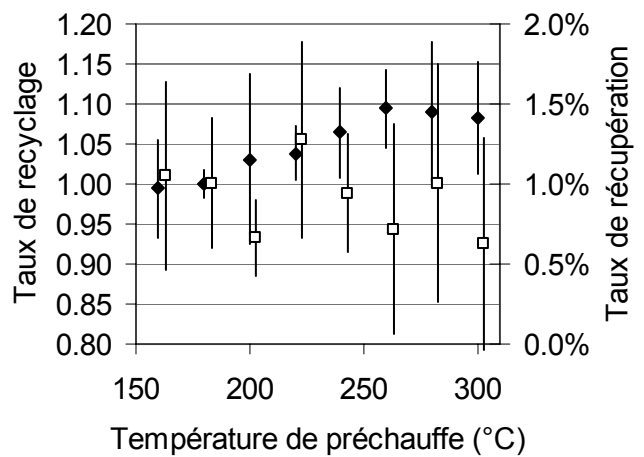
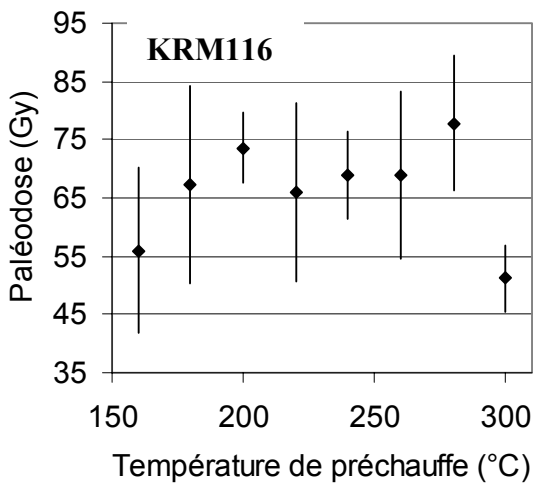
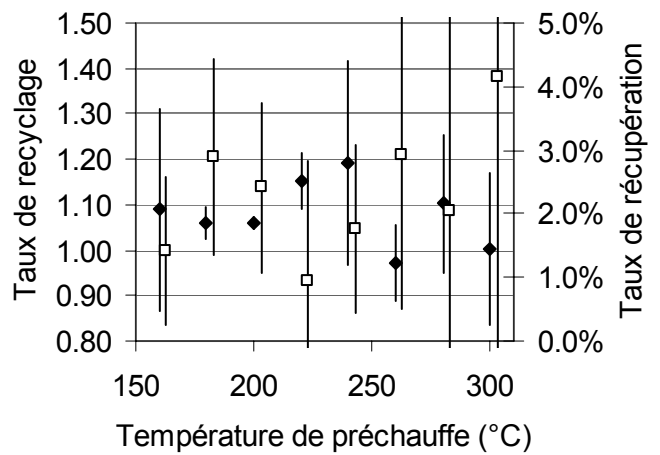
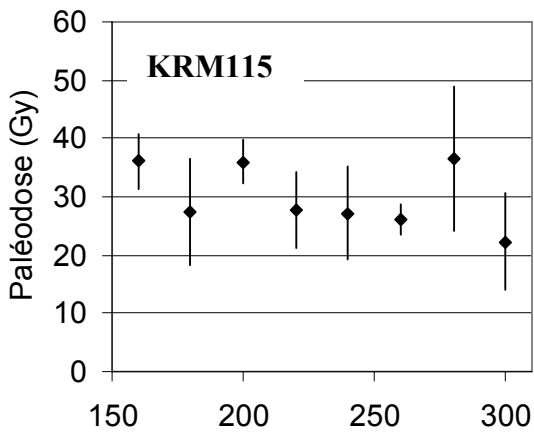
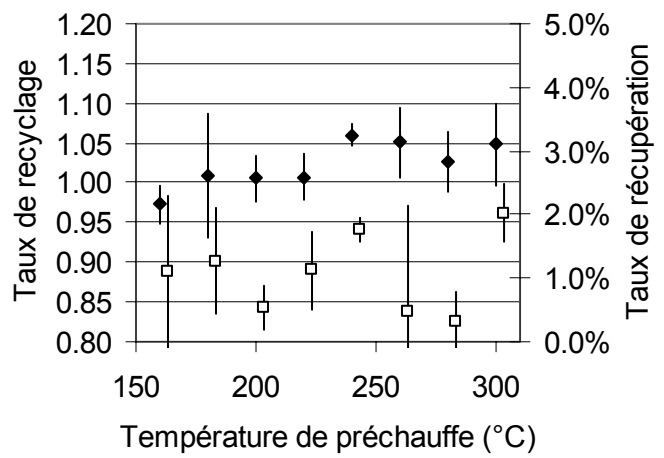
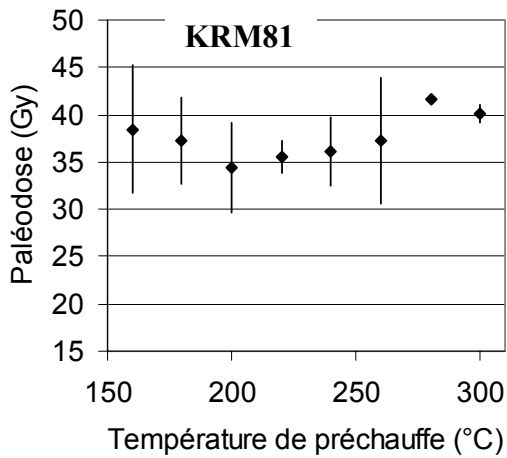
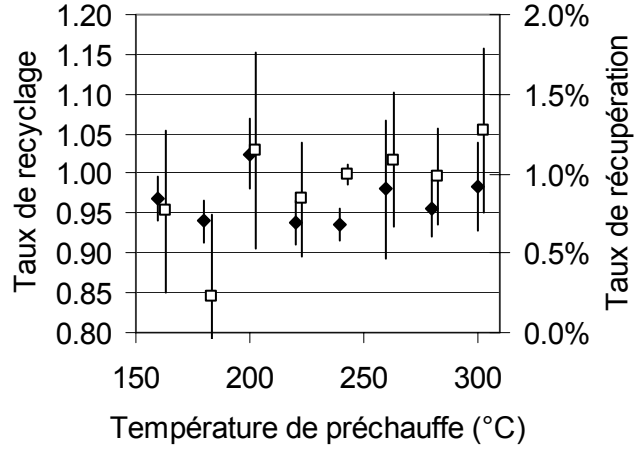
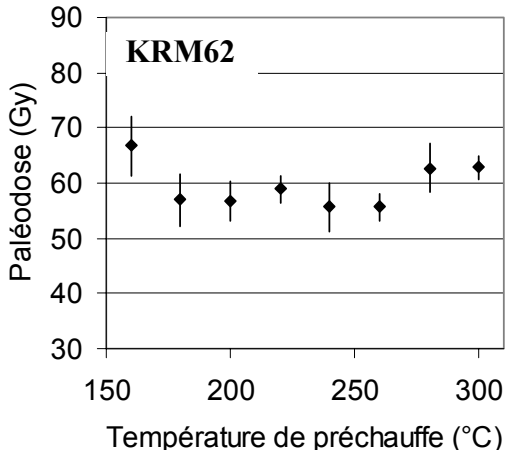


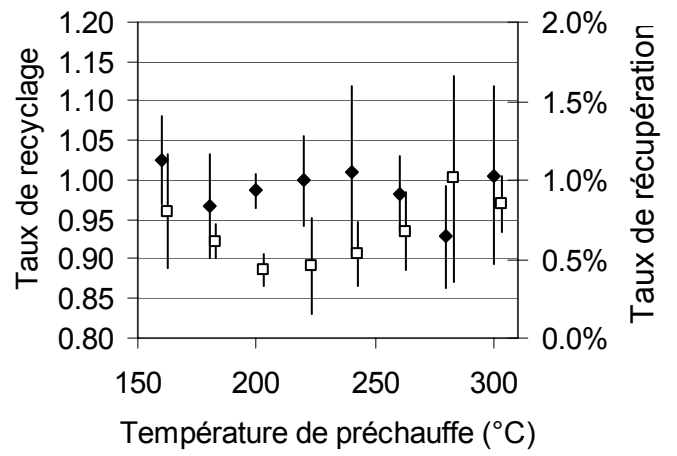
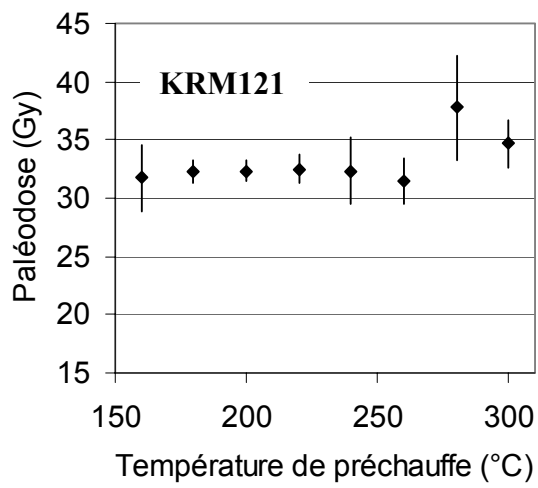
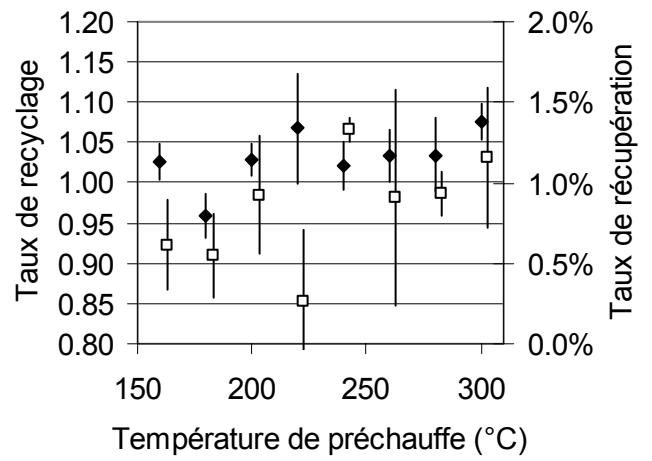
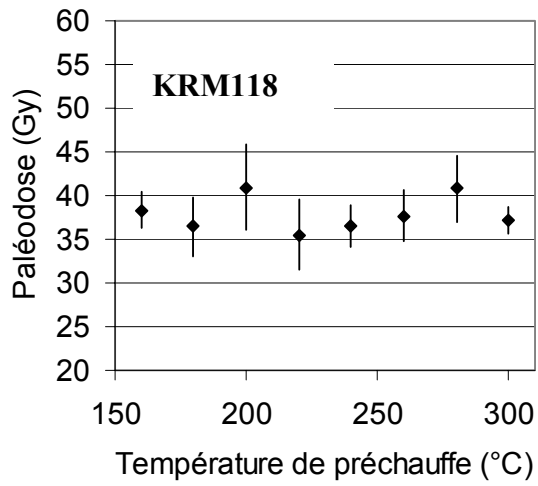


OSL LM - Diepkloof Rock Shelter



OSL CW - Klasies River





Annexe VII : Publications

Dans cette annexe, nous reportons les articles publiés au cours des trois années de thèse.

Deux sont d'ordre méthodologique et se basent sur une étude que nous avons menée sur des quartzites provenant de gisements du Paléolithique Supérieur, situés dans la Vallée du Côa au Portugal, et qui ont fait l'objet d'une étude chronologique au laboratoire de Gif-sur-Yvette (ex: Valladas *et al.*, 2001).

L'un de ces articles est consacré à la mesure du facteur S-alpha par la technique de l'OSL. On montre ainsi qu'il est possible de le déterminer sur un disque unique, ayant éventuellement servi à mesurer la paléodose.

L'autre article est consacré à l'application du protocole SAR à ces quartzites et met en évidence le problème du blanchiment accidentel de ce type de matériau.

Le dernier article rassemble les résultats de la collaboration mise en œuvre pour l'étude du site de Blombos Cave. Y ont participé les préhistoriens du Musée Isiko de Cape Town, du Département d'Archéologie de l'Université du Cap et de l'Institut de Préhistoire et de Géologie du Quaternaire de l'Université Bordeaux I, l'équipe du laboratoire de luminescence de l'Université d'Aberyswyth, et l'équipe de Gif. Il concerne les deux fragments d'ocre gravés découverts dans les niveaux associés au techno-faciès Still Bay et démontre leur grande ancienneté, repoussant ainsi à plus de 70 ka l'usage du symbolisme.

Alpha sensitivity determination in quartzite using an OSL single aliquot procedure

Tribolo C., Mercier N., Valladas H.

Laboratoire des Sciences du Climat et de l'Environnement, UMR CEA-CNRS, 91198 Gif-sur-Yvette, France

(Received 19 October 2001 ; in final form 10 December 2001)

Introduction

In the process of dating burnt stone artefacts, the determination of the alpha sensitivity is of paramount importance especially when the radioisotopic contents of the pieces under study are high (typically > 1 ppm), since in such cases the contribution of the alpha dose rate to the total dose rate is not negligible. This parameter is also known to vary from sample to sample, as in the case of burnt flints dated by TL (see for instance Mercier et al., 1995), and its value is needed for each sample.

Up to now, the OSL technique has been rarely used for measuring this parameter and in cases where it has been done, it concerned mainly quartz grains extracted from sediments (Rees-Jones, 1995). Here we report alpha sensitivity measurements, using TL and OSL, made on burnt quartzite pebbles, which we wish to date by OSL. It will also be shown that an OSL single aliquot method can be used in order to determine this parameter for each disc, after its equivalent dose (ED) has been measured.

Alpha sensitivity : S- α

The alpha sensitivity under consideration (S- α) (Valladas and Valladas, 1982) is defined as the ratio of the relative alpha and beta sensitivities :

$$S-\alpha = \frac{L\alpha \cdot D\beta}{\phi\alpha \cdot L\beta}$$

where $L\alpha$ and $L\beta$ are the luminescence intensities induced by the artificial alpha integrated flux $\phi\alpha$ (number of α/cm^2) and the artificial beta dose $D\beta$ (Gy), respectively. The equivalent beta dose rate $D\alpha_{\text{equ},\beta}$ to be considered in the age equation is the product of the S- α value and the alpha flux rate, which depends on the specific U and Th alpha fluxes (19400 and 5377 respectively; Valladas, 1988) and on the radioisotopic contents of the sample¹.

¹ Thus, S- α can also be expressed to a first approximation as:

$$S-\alpha = k \cdot \frac{[U] \cdot d_{sU} + [Th] \cdot d_{sTh}}{[U] \cdot \phi_{sU} + [Th] \cdot \phi_{sTh}}$$

where k is the usual k-value (Zimmerman, 1971) and d_{sU} and d_{sTh} are the specific alpha doses for U and Th, respectively.

$D\alpha_{\text{equ},\beta} = S-\alpha \cdot \{ \eta_U \cdot [U] \cdot \phi_{sU} + \eta_{Th} \cdot [Th] \cdot \phi_{sTh} \}$
where units are :

$$S-\alpha : \text{Gy} / \alpha/cm^2$$

$$\phi_{sU}, \phi_{sTh} : \text{number of } \alpha/cm^2 / \text{p.p.m.} / \text{y}$$

$$[U], [Th] : \text{p.p.m.}$$

and where η_U and η_{Th} are two correcting factors that are close to unity, the exact values depending on the alpha particle energies inside the sample under irradiation.

This definition assumes that the luminescence signals vary linearly with the beta dose and the alpha integrated flux. For all the samples we studied, this last assumption was true for OSL signals induced by alpha integrated fluxes up to $40 \cdot 10^8 \alpha/cm^2$ (see sample CAR 7 in Fig.1a as an example), a value which is generally higher than the natural alpha integrated flux received by the sample since it was last heated. However, the OSL beta growth curve can exhibit a strong saturation behaviour as in the case of sample CAR 7, which contrasts with the beta induced TL signals which increase linearly up to 250 Gy (Fig. 1 b). Consequently, a correction of the OSL S- α value is necessary for samples exhibiting this behaviour in order to evaluate the mean S- α value they experienced during the burial time.

Samples and equipment

The samples used were archaeological burnt lithics (quartzite pebbles) from 3 Upper Palaeolithic sites in the Côa valley (Portugal): 4 from Cardina (CAR4, CAR5, CAR7, CAR8), 3 from Olga Grande Sul (OGS1, OGS2, OGS5) and 1 from Quinta da Barqua (QBS2). Their TL S- α values had been measured during a prior dating study (Valladas et al., 2001; we note here that the units for S- α in Table 1 of that paper should have been shown as $\mu\text{Gy} / 10,000 \alpha / \text{cm}^2$), in which fine grains previously heated at 350°C for 90 minutes were deposited on stainless steel discs, then irradiated either with a ⁹⁰Sr/⁹⁰Y beta source delivering 0.134 Gy/sec or with a ²³⁸Pu source having a flux of $2.279 \times 10^6 \alpha/cm^2/sec$. The TL signals were measured with a home-made automatic reader (Valladas et al., 1994) equipped with a blue-UV filter

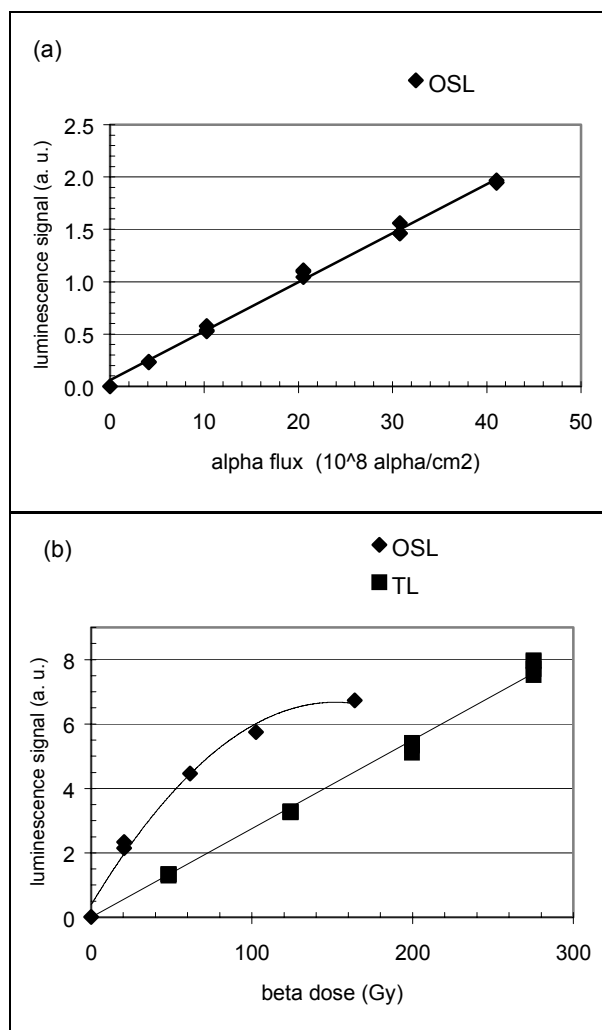


Figure 1.

(a) Sample CAR7: the linearity of the growth curve as a function of the integrated alpha flux is typical of what is observed when the luminescence signal is measured using the OSL and TL techniques.

(b) TL and OSL beta regenerated growth curves for the same sample. The TL and OSL growth curves behave differently, the TL one showing greater linearity.

(MTO 380 nm) and normalised by irradiating all discs with a fixed beta dose.

The OSL measurements reported here were performed on a Risø TL/OSL-DA-15 apparatus. The stimulation was done with a broad-band blue and green light (420-550 nm) filtered from a halogen lamp (Bøtter-Jensen and Duller, 1992). Luminescence was measured by a Thorn-EMI 9235QA photomultiplier tube using 3 Hoya U-340 filters. Beta irradiation came from a $^{90}\text{Sr}/^{90}\text{Y}$ source delivering 0.165 Gy/sec (attached to the Risø reader)

and alpha irradiation from the ^{238}Pu source mentioned above.

Sample preparation and measurement procedure

Two sets of fine grains were prepared to evaluate the influence of pre-treatment on the OSL $S-\alpha$ values: one containing recently heated grains (set H) and another bleached grains (set B).

The preparation of set H was very similar to the one used in TL: the pebbles were crushed and sieved in order to obtain a $< 100 \mu\text{m}$ granulometric powder which was heated at 350°C for 90 minutes in a furnace, then washed with hydrochloric acid, pure water, ethanol and acetone. Fine grains were deposited in acetone on stainless steel discs according to Zimmerman's protocol (1971). Five discs were prepared for each sample.

The same procedure was applied to set B, except that unheated fine grains were bleached for 100 sec at 125°C in the Risø reader.

Both sets were exposed to the alpha source at the integrated fluxes reported in column 1 of table 1. For comparison, integrated fluxes experienced by the samples during their period of burial (estimated from the TL ages and radioisotopic contents) are given in column 2.

| sample | (1) | (2) |
|--------|-------|-------|
| CAR4 | 41.02 | 26.20 |
| CAR5 | 41.02 | 5.11 |
| CAR7 | 41.02 | 28.21 |
| OGS1 | 41.02 | 4.48 |
| OGS2 | 41.02 | 3.98 |
| OGS5 | 54.70 | 15.84 |
| QBS2 | 30.08 | 5.99 |

Table 1.

(1) : integrated alpha flux (10^8 alpha/cm²) used for $S-\alpha$ determination

(2) : integrated alpha flux (10^8 alpha/cm²) experienced by the sample during burial calculated from age estimation and U, Th contents

We used a standard SAR protocol (Murray and Wintle, 2000) to determine the $S-\alpha$ value. For each aliquot, 7 cycles were measured, each one consisting of : β dose (= 0 for cycles $n^{\circ}1$ and $n^{\circ}2$), preheat at 220°C for 10 sec, OSL measurement for 100 sec at 125°C , test dose, cut-heat at 160°C and OSL for 100 sec at 125°C . The percentage of thermal transfer was estimated during cycle $n^{\circ}2$. Increasing regenerative doses allowed us to build the beta growth curve; the dose of cycle $n^{\circ}7$ was identical to the one of cycle $n^{\circ}3$ to check the efficiency of the sensitivity correction. Using set B of sample CAR7 as an

example (Fig. 2), the beta doses for the successive cycles were 0, 0, 22, 65, 108, 173 and 22 Gy and the test dose was 7 Gy.

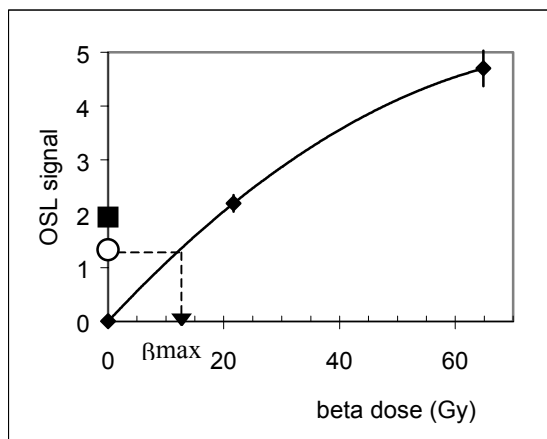


Figure 2.

SAR protocol applied to sample CAR7 (set B). The plot shows the region up to 65 Gy. The square represents the alpha induced OSL signal and the diamonds the beta regenerated signals.

The open circle represents the signal that would have been observed if the integrated alpha flux had been equal to the estimated archaeological alpha flux ($\phi_{arch.}$). As defined, β_{max} is the equivalent beta dose corresponding to this flux, giving a maximum value of $S-\alpha$:

$S-\alpha_{max} = \beta_{max} / \phi_{arch.}$. The mean value $S-\alpha_{corr.}$ corrected for non-linearity is then obtained by integrating or, simply, by averaging:

$$S-\alpha_{corr.} = (1/100) \sum_{n=1}^{n=100} \{ \beta_n / (n \cdot \Phi_{arch.} / 100) \}$$

where β_n is the dose corresponding to an integrated flux of: $n \cdot \phi_{arch.} / 100$

To correct for the non linearity of the regenerative curve, we first calculated by proportion the OSL signal which we would have observed if the integrated alpha flux had been equal to the estimated archaeological alpha flux ($\phi_{arch.}$) and deduced the corresponding beta dose (β_{max}) by using the regenerative beta growth curve. In the last step of the calculation, the $S-\alpha$ value was computed by averaging the values calculated between 0 and β_{max} . The obtained $S-\alpha$ value is then slightly dependent on the estimated age and an iterative procedure should sometimes be employed.

For the present sample under consideration (set B of CAR7, Fig. 2), $\phi_{arch.} = 28.2 \times 10^8 \alpha/cm^2$ and $\beta_{max} = 12.6$ Gy. The corrected value $S-\alpha_{corr.}$ is then = $4.47 \mu Gy / 10^3 \alpha/cm^2$.

Results of comparisons

The mean OSL $S-\alpha$ values obtained after bleaching (set B) or after heating (set H), and the TL $S-\alpha$ values, are plotted in figure 3. For all the samples under study, in view of the associated errors, the two OSL $S-\alpha$ values are indistinguishable. However, the TL values tend to be higher than the OSL ones (20% higher for CAR4, CAR7, CAR8 and OGS2, 40% higher for OGS5 and 190% higher for QBS2). The reason for this difference is not clear. It may be due to the fact that traps and luminescent centres involved during the two kinds of measurements are not strictly identical.

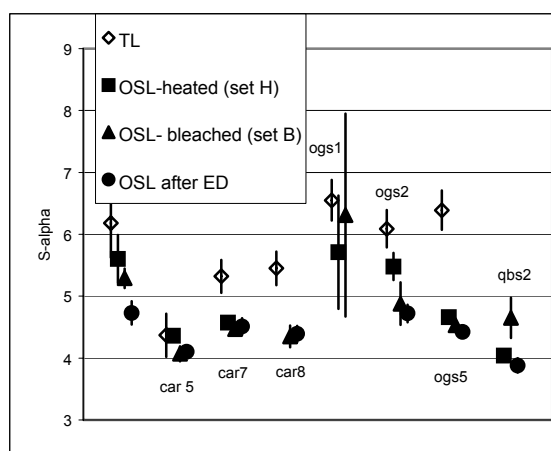


Figure 3.

TL or OSL $S-\alpha$ values (in $\mu Gy / 1000 \alpha/cm^2$) obtained after different sample pre-treatments. In view of the uncertainties, the OSL values measured for each sample are all very similar. On the other hand, the TL values tend to be higher: they are almost 20% higher for CAR4, CAR7, CAR8 and OGS2, 40% higher for OGS5 and 190% higher for QBS2. The TL $S-\alpha$ value for QBS2 ($12.1 \pm 1.2 \mu Gy / 1000 \alpha/cm^2$) is not plotted for clarity.

We have already seen that the $S-\alpha$ measurements make possible the determination of the alpha sensitivity from a single aliquot, which is an appreciable advantage over protocols using k or a -values requiring several aliquots. Moreover, the good agreement between the two sets of OSL $S-\alpha$ values indicates that the alpha sensitivity is independent of the past history of the sample. Consequently, it should be possible to use the same disc to determine first the ED and then the $S-\alpha$ value.

To test this hypothesis, another set of 5 fine grain discs were prepared for all the archaeological samples and their EDs were measured using the SAR protocol. Subsequently, each disc was alpha irradiated and its OSL $S-\alpha$ measured with the same SAR protocol. For each sample, the mean OSL $S-\alpha$

value is reported in fig. 3. As expected, it does not appear to be significantly different from the values of sets H and B: all measurements can thus be performed on a single aliquot.

If we consider sample CAR7 once again, the OSL $S\text{-}\alpha$ values measured for 5 discs after ED determination were 4.68, 4.53, 4.55, 4.42 and 4.39, giving a mean of $4.51 \mu\text{Gy}/10^3\alpha/\text{cm}^2$. Considering the U and Th concentrations of this sample (1.475 p.p.m. and 12.086 p.p.m., respectively) and the η_U and η_{Th} coefficients specific to the alpha source used, the beta-equivalent alpha dose rate ($D\alpha_{\text{equ.}\beta}$ is then :

$$4.51 \times 10^{-3} \times \{ 0.87 \times 1.475 \times 19400 + 0.91 \times 12.086 \times 5377 \} = 379 \mu\text{Gy}/y .$$

Conclusion

For the quartzite pebbles under study, the OSL $S\text{-}\alpha$ sensitivity seems to be independent of the pre-treatment of the sample. To our knowledge, this is the first time that an experimental procedure allows for the ED and alpha sensitivity determinations to be made on a single aliquot. This might be particularly interesting for the dating of both sediments and small samples like pottery sherds.

Acknowledgements

We would like to thank Richard 'Bert' Roberts for his detailed review of the article and his fruitful comments.

References

Bøtter-Jensen L. and Duller G. A. T. (1992): *A new system for measuring optically stimulated luminescence from quartz samples*. Nuclear Tracks and Radiation Measurements, Vol.20, n°4,

pp 549-553.

Mercier N., Valladas H., Valladas G., Reys J-L., Jelinek A., Meignen L., and Joron J-L (1995): *TL dates of burnt flints from Jelinek's excavations at Tabun and their implications*. Journal of Archaeological Science, Vol.22, pp 495-509.

Murray A. S. and Wintle A. G. (2000):

Luminescence dating of quartz using an improved single-aliquot regenerative-dose protocol.

Radiation Measurements, Vol.32, pp 57-73.

Rees-Jones J. (1995): *Optical dating of young sediments using fine-grain quartz*. Ancient TL, Vol.13, n°2.

Valladas G. (1988): *Stopping power and range for alpha particles in SiO₂*. Ancient TL, Vol.6, n°1, pp 7-8.

Valladas G., Mercier N., and Létuvé R. (1994): *A simple semi-automatic TL apparatus of new design*. Ancient TL, Vol.12, pp 39-40.

Valladas H., Mercier N., Froget L., Joron J-L., Reys J-L., and Aubry T. (2001): *TL dating of Upper Palaeolithic sites in the Coa Valley (Portugal)*. Quaternary Science Reviews, Vol.20, pp 939-943.

Valladas H. and Valladas G. (1982): *Effet de l'irradiation alpha sur des grains de quartz*. PACT, Vol.6, pp 171-178.

Zimmerman D. W. (1971): *Thermoluminescent dating using fine grains from pottery*. Archaeometry Vol. 13, 29-52.

Reviewer

Richard Bert Roberts



PERGAMON

Quaternary Science Reviews 22 (2003) 1251–1256



Attempt at using the single-aliquot regenerative-dose procedure for the determination of equivalent doses of Upper Palaeolithic burnt stones

Chantal Tribolo*, Norbert Mercier, H el ene Valladas

Laboratoire des Sciences du Climat et de l'Environnement, UMR CEA-CNRS, 91198 Gif-Sur-Yvette, France

Abstract

The equivalent dose of Upper Palaeolithic quartzite pebbles burnt in prehistoric hearths was determined using the optically stimulated luminescence (OSL) signal and the single-aliquot regenerative-dose (SAR) procedure. Since previously published thermoluminescence (TL) dates for these samples were in agreement with the archaeological record and other chronological data, the TL equivalent doses were used as a reference. The observed discrepancies between some TL and OSL SAR equivalent doses are probably due to accidental bleaching before the stones reached the laboratory, instead of reflecting a deficiency of the SAR procedure. This hypothesis is confirmed by experiments which indicate that bleaching could reach considerable depths in quartzite specimens and significantly deplete the OSL signal.

  2003 Elsevier Science Ltd. All rights reserved.

1. Introduction

The dating of burnt stones associated with past human presence is important in order to establish a geochronological framework for the Palaeolithic industries. Until now, this was done mainly by thermoluminescence (TL) (Valladas, 1992; Mercier et al., 1995), while optically stimulated luminescence (OSL) techniques were applied to materials heated only a few thousands years ago. One of the first attempts (Mejdahl and B otter-Jensen, 1994) to date such materials by OSL was based on a protocol combining single-aliquot regenerative and added dose (SARA) in which only four aliquots were necessary to get an equivalent dose. A few years later, Murray and Mejdahl (1999) developed a regenerative-dose single-aliquot procedure: the luminescence sensitivity changes during the whole process, which are one of the main difficulties of this approach, were monitored using the response of the 110 C TL peak or the OSL response to a test dose. Compared to the multiple aliquots (MAs) protocol usually used in TL dating, the single-aliquot OSL technique presents two major advantages: (1) higher precision can be achieved by getting several independent estimates of the equivalent doses (D_e 's) and (2) very small samples (or aliquots) can be dated.

The present paper reports our attempts to use the OSL SAR procedure (Murray and Wintle, 2000) to determine the equivalent doses of quartzite pebbles of the Upper Palaeolithic period. These specimens come from three sites of the Coa Valley (Portugal) which yielded heated quartzite pebbles dated by TL: for the Gravettian layers of Cardina (CAR) and Olga Grande Sul (OGS), the mean TL ages were, respectively, 27.9 ± 1.4 and 28.7 ± 1.8 ka, in agreement with the archeological context. These results were also in agreement with the calibrated radiocarbon dates of ca 27 ka BP (Kitagawa and Van der Plicht, 1998; Voelker et al., 1998) obtained for the Gravettian layers in the nearby site of Bucara Escura (Aubry, 2001). For the Magdalenian layer of Quinta da Barca (QBS), the mean TL age obtained (12.1 ± 0.6 ka) agrees with the calibrated radiocarbon dates for similar industries at the Portuguese Estremadura site. These results give us confidence in the TL D_e 's obtained (Valladas et al., 2001) which were used as reference in this study.

2. Sample preparation and measurement conditions

This work was done on quartzite fragments of samples CAR4, CAR5, CAR7, CAR8, OGS5, QBS2 remaining after an earlier TL study. They were 2–3 cm thick, opaque and mostly reddish. The outer layer (at

*Corresponding author.

least 3 mm thick) of each one was carefully sawed off under subdued red light. The samples were crushed in a Habiche mortar and sieved, and the 100–160 μm grain fraction selected. After being washed in hydrochloric acid (1 mol l^{-1}), distilled water, ethanol and acetone, successively, the grains were fixed with silicone oil on 9.7 mm diameter stainless-steel discs.

All measurements were performed with a Risø TL/OSL-DA-15 reader (Bøtter-Jensen and Duller, 1992). The optical stimulation (for bleaching and OSL measurements) was provided by a halogen lamp whose light was selected with broad wavelength band (420–550 nm) filters. The emitted signal was detected through Hoya U-340 filters with a Thorn-EMI 9235QA photomultiplier tube. The samples were irradiated with a ^{90}Sr beta source delivering 0.157 Gy s^{-1} fitted to the reader.

3. D_e determination using the SAR procedure

For each of the six samples studied, 24 aliquots were analysed. Each aliquot was subjected 7 times to the following cycle: irradiation, preheat 10 s to a fixed temperature, OSL measurement for 100 s at 125°C , and for sensitivity change correction, irradiation with a test dose (10% of the expected D_e), cut-heat at 160°C and OSL 100 s at 125°C . The first cycle corresponded to the natural OSL measurement, involving a 0 Gy artificial irradiation. The second cycle also had a 0 Gy irradiation in order to evaluate thermal transfer effects. Doses delivered during cycles 3–6 increased and were chosen to bracket the expected D_e . The dose of cycle 7 was identical to that of cycle 3, in order to calculate a “recycling ratio” and check the efficiency of the sensitivity change corrections. Preheat temperatures were between 160°C and 300°C by step of 20°C . The D_e values were calculated using the first 0.8 s of the OSL signals. For each couple of regenerative-dose and test-dose signals, a mean background calculated over the last 10 s of the regenerative signal was subtracted. The preheat plateaus are plotted in Fig. 1 (diamonds).

Three of six samples (CAR4, CAR8 and CAR5) exhibit flat D_e plateaus in the 160 – 300°C temperature range. Their individual D_e 's are in most cases within $\pm 5\%$ of the mean, allowing a precise determination of the D_e . However, one can notice that the recycling ratio (plotted on the same figure—open squares) seems to depend on the preheat temperature. For instance for CAR4, it tends to increase monotonously with preheat temperature with an amplitude of $\sim 10\%$, whereas for sample CAR5 its variations present a maximum around 240 – 260°C . Samples QBS2 and CAR7 exhibit the same behaviour with well-defined maxima at about 200 – 220°C and 200 – 240°C , respectively. Moreover, one can notice that variations of the recycling ratio seem to be anticorrelated with individual D_e values which show in

some samples a minimum in the 160 – 300°C interval. So, it is possible that the apparent variations of D_e values as a function of preheat temperature are the result of an insufficient sensitivity change correction. Further studies will be necessary to explore in more detail this effect. Thermal transfer (ratio of the corrected signal for dose 0 to the corrected natural signal) was also systematically computed for each disc and found not to exceed 0.5% even if its value tended to increase with preheat temperature.

For each sample, the mean D_e was calculated by averaging individual D_e 's for which recycling ratios were between 0.90 and 1.10, since this interval is generally considered to be an acceptable limit (Armitage et al., 2000; Roberts and Wintle, 2001). However, the large variations of individual D_e 's in QBS2 made us exclude this sample from further comparisons. The mean SAR D_e 's (Table 1) can then be compared with TL D_e 's obtained by using an MA procedure (see Valladas et al., 2001, for details); this comparison is shown in Fig. 2. For samples CAR7, CAR4, CAR5, the agreement is satisfactory at two sigma level, indicating that problems related to the dependence of D_e 's on preheat temperature and recycling ratios have a little impact. However, for samples CAR8 and OGS5, the SAR D_e 's are lower than the TL ones, by as much as 40%. This discrepancy was rather unexpected because CAR8 exhibits a flat D_e plateau and we saw no reason to discard this sample. Concerning OGS5, even if the D_e 's tend to increase at preheat temperatures above 260°C , these variations do not exceed 10% of the mean value calculated over the 160 – 260°C interval, and if one had taken into account all the individual values, the mean D_e would not have changed by more than 5%. So, the poor D_e plateau cannot explain the observed discrepancy between TL and OSL. Consequently, one suspects that an undetected problem affected these two samples.

4. Testing the SAR results

To test the reliability of the SAR results, two different approaches were used. The first one was to test directly the SAR procedure by recovering a laboratory administered dose. As sufficient material from the previous samples was not available, six other archaeologically burnt quartzites from the same sites were selected: they were annealed for 90 min at 350°C and given a 38.1 Gy gamma-ray dose. Since the stones had already been heated in the past to around 500°C , we assumed that the laboratory annealing left the OSL properties unchanged. The SAR protocol was applied with a 220°C preheat temperature. Six discs were measured for each sample. The D_e 's range from 36.9 ± 1.4 to 40.5 ± 0.8 Gy, with an average value of 38.1 ± 1.3 Gy, in good agreement with the expected value.

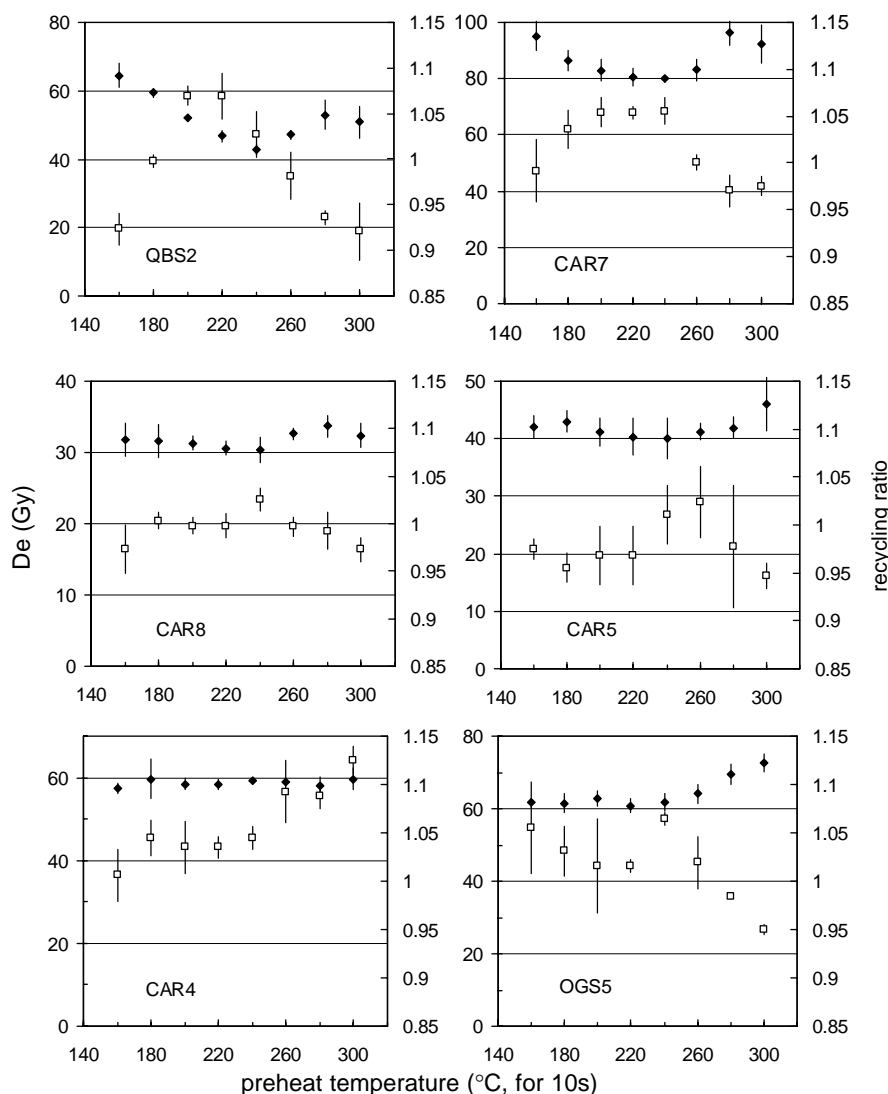


Fig. 1. Preheat plateaus for each sample. Three aliquots were used for each D_e determination (diamonds) and recycling ratio (open squares). See text for comments.

Table 1

Average D_e values for the five selected samples measured with TL and OSL (SAR or MA protocols)

| Sample | D_e (Gy) | | Preheat temp. | OSL SAR | | OSL MA | |
|--------|------------|-------|---------------|---------|-------|--------|---|
| | TL | \pm | | \pm | \pm | | |
| CAR4 | 70 | 4 | 160–300 | 59 | 2 | 55 | 1 |
| CAR5 | 46 | 2 | 160–280 | 41 | 2 | 40 | 2 |
| CAR7 | 82 | 2 | 200–260 | 82 | 3 | 84 | 6 |
| CAR8 | 50 | 2 | 160–300 | 32 | 2 | 33 | 2 |
| OGS5 | 88 | 4 | 160–260 | 62 | 2 | 61 | 2 |

Note: Errors are given at one sigma level.

In the second test, an MA OSL technique using a combining additive and regenerative growth curves protocol was applied to the five specimens for which the archaeological SAR D_e 's had been determined. Twenty aliquots were measured for each sample. To get

the additive growth curve, each aliquot was submitted to the following sequence: irradiation, preheat 10 s at 220°C, OSL 100 s at 125°C and, for normalisation between discs, reirradiation with a small dose, cut-heat at 160°C and OSL 100 s at 125°C. Subsequently, to

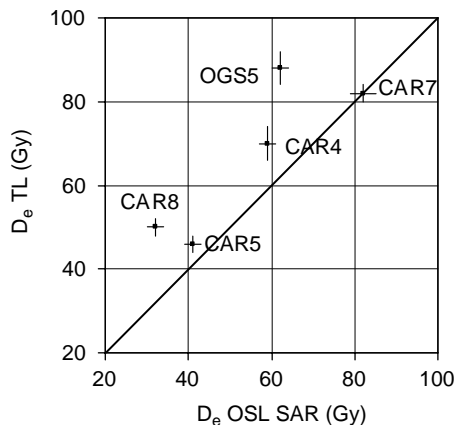


Fig. 2. Comparison of D_e 's obtained with the OSL-SAR and TL techniques. The agreement is satisfactory except for two samples: CAR8 and OGS5.

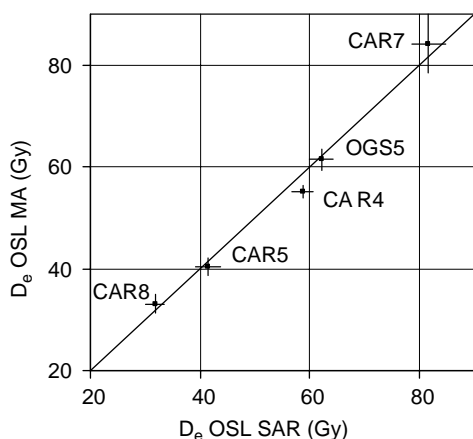


Fig. 3. Comparison of OSL D_e 's obtained with SAR and an MA technique. The agreement is good within $\pm 6\%$.

define a regenerative growth curve, the same aliquots were subjected to a similar sequence of measurements, except that regenerative doses were equal to the additive one plus the expected equivalent (after the SAR study). The D_e 's were calculated by the LISA procedure (Sanzelle et al., 1996). The MA D_e 's (Table 1) are compared to the SAR D_e 's in Fig. 3. The agreement between both sets is good, the SA and MA values differing by less than $\pm 6\%$.

These two tests suggest that the great discrepancy between the OSL and TL D_e 's of samples CAR8 and OGS5 is probably attributable to the nature of the two techniques (TL or OSL) rather than to the procedure used in OSL (SAR or MA). One way to explain this discrepancy is to assume that some trapped electrons were liberated before the luminescence measurements. However, as the TL results are in line with the archaeological context and with other radiometric data, one can conclude that such a depletion had a greater impact on the OSL than on the TL signals.

5. Tests to detect accidental loss of OSL signal

We thought at first that trapped electrons were lost during sample preparation or OSL measurements when we were working with grains. This explanation was rejected because all manipulations were done under subdued red light and during measurements in the Risø reader, only one of two positions was used to limit cross-illumination effects (Bray et al., 2002). We next suspected that this depletion may have been provoked by crushing. To test this possibility, a small piece (several millimeters long) and a 100–160 μm fraction of samples CAR7 and OGS5 were annealed in a furnace for 90 min at 350°C and given the same gamma dose. These samples were chosen since in contrast to OGS5, CAR7 gave similar TL and OSL D_e 's (Fig. 2). The millimetric fraction was crushed (to 100–160 μm) and the equivalent beta dose was determined for three discs of both sets, using the SAR procedure with a 220°C preheat. The ratio between sets subjected to “crushing after annealing and irradiation” vs. “crushing before annealing and irradiation” were 0.96 ± 0.08 for CAR7 and 1.05 ± 0.05 for OGS5. These results indicate that OGS5 is no more sensitive to crushing than CAR7 and confirm the observation of Toyoda et al. (2000), who detected no loss of signal in quartz attributable to crushing.

So, one had to consider the possibility that the samples were partially bleached before reaching the laboratory since no precautions were taken to protect the stones from light after they were discovered. They may have remained exposed to sunlight for a long time while excavation was in progress, or have been exposed to artificial or natural light during examination. The total quantity of light received, even of low intensity, could have been important enough to induce some bleaching, in which case the thickness of the external layer removed before the OSL study (at least 3 mm) may have been insufficient. Such a bleaching would depend on the opacity of the specimens; we therefore tried to characterise this parameter by measuring the optical transmission through slices (between 200 and 800 nm) using a spectrophotometer but the results were not conclusive.

To test the bleaching hypothesis, another experiment was then performed on three other quartzite specimens to evaluate the relationship between stone thickness and bleaching. Each sample was sawn under subdued red light and its core was given a parallelepiped shape; the thickness of the removed layer ranged from 5 to 20 mm. This core was wrapped in black adhesive paper, except for one edge exposed to daylight for 1 month. Sampling was then done using a small circular saw at distances of 0, 3, 6, 10, 15, 20, 25 and 30 mm from the exposed surface and the quartz powder obtained for each sampling point was deposited on six discs separated

into two sets of three, one for OSL and the other one for TL measurements. Discs were normalised by means of a small regenerative dose. Shown in Fig. 4 are the TL and OSL data after normalisation to the luminescence signals recorded for the 30 mm deep sample, the least exposed to bleaching.

The first observation is that normalised TL signals—open circles—are almost 100% independent of core

depth, except for the surface sample (depth 0), whose relative intensity is around 20%. This indicates that trapped charges associated with the TL signals were not lost, except on the sample surface. In contrast, one can observe that the OSL signals—full diamonds—of samples KRM11 and KRM5 have been partially bleached up to a depth of 10 and 20 mm, respectively, and that the bleaching decreased with depth. For these two samples, the surface point gave no OSL signal. It is also worth noting that the OSL and TL data of sample DRS4 have very similar shapes whatever the depth, even for the surface point where the OSL signal is close to 20%. These observations seem to indicate that OSL and TL signals of DRS4 share the same trapped population, contrary to samples KRM11 and KRM5.

This bleaching experiment indicates that each sample exhibits a specific behaviour when exposed to light and therefore, precautions have to be taken to protect the burnt quartzites from light as soon as they have been discovered in the course of field excavations, especially if OSL dating is to be done. These data also suggest that a simple test in which a profile of normalised TL and OSL signals is produced can be used to detect accidental bleaching.

6. Conclusion

In attempting to apply the SAR protocol to burnt quartzites older than 10 ka, we observed that bleaching could reach considerable depths and significantly deplete the OSL signal. However, we noticed that this bleaching process is sample dependent. In contrast, the TL signal of the studied specimens was only affected near the surface. The comparison of these signals as a function of depth provides a possible means of identifying accidental bleaching.

Our experiments have also shown that the SAR protocol allows the recovery of artificial doses given to quartzite samples. However, internal tests (recycling ratios, independence of D_e 's as a function of temperature) were found less satisfactory than expected.

References

- Armitage, S.J., Duller, G.A.T., Wintle, A.G., 2000. Quartz from southern Africa: sensitivity changes as the result of thermal pretreatment. *Radiation Measurements* 32, 571–577.
- Aubry, T., 2001. L'occupation de la basse vallée du Côa pendant le Paléolithique supérieur. In: Zilhao, J., Aubry, T., Faustino Carvalho, A. (Eds.), *Les premiers hommes modernes de la Péninsule Ibérique*. Lisbon, pp. 253–273.
- Bøtter-Jensen, L., Duller, G.A.T., 1992. A new system for measuring optically stimulated luminescence from quartz samples. *Nuclear Tracks and Radiation Measurements* 20, 549–553.

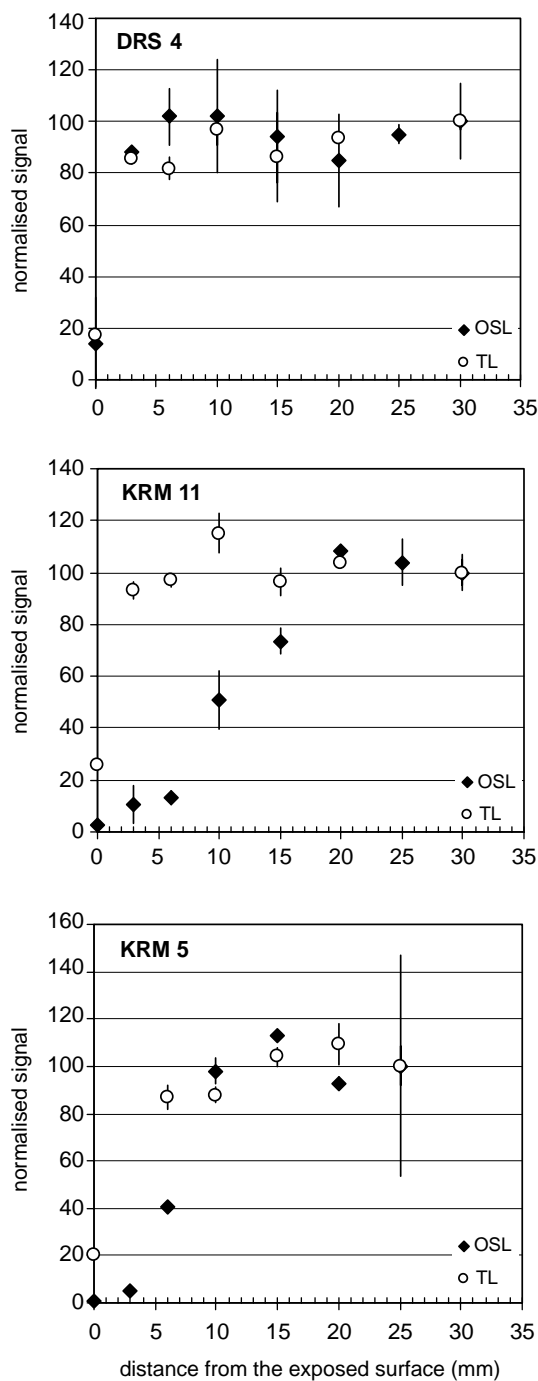


Fig. 4. Normalised luminescence signals (OSL: diamonds, TL: open circles) of three quartzites in function of the distance from the surface exposed to daylight. See text for details.

- Bray, H., Bailey, R.M., Stokes, S., 2002. Quantification of cross-irradiation and cross-illumination using a Riso TL/OSL DA-15 reader. *Radiation Measurements* 35, 275–280.
- Kitagawa, H., Van der Plicht, J., 1998. A 40,000 year varve chronology from the Lake Suigetsu, Japan: extension of the ^{14}C calibration curve. *Radiocarbon* 40 (1), 505–517.
- Mejdahl, V., Bøtter-Jensen, L., 1994. Luminescence dating of archaeological materials using a new technique based on single aliquot measurements. *Quaternary Science Reviews* 13, 551–554.
- Mercier, N., Valladas, H., Valladas, G., 1995. Flint thermoluminescence dates from the CFR Laboratory: contribution to the study of the chronology of the Middle Palaeolithic. *Quaternary Science Reviews* 14, 351–364.
- Murray, A.S., Mejdahl, V., 1999. Comparison of regenerative-dose single-aliquot and multiple aliquot (SARA) protocols using heated quartz from archaeological sites. *Quaternary Science Reviews* 18, 223–229.
- Murray, A.S., Wintle, A.G., 2000. Luminescence dating of quartz using an improved single-aliquot regenerative-dose protocol. *Radiation Measurements* 32, 57–73.
- Roberts, H.M., Wintle, A.G., 2001. Equivalent dose determinations for polymineralic fine-grains using the SAR protocol: application to a Holocene sequence of the Chinese Loess Plateau. *Quaternary Science Reviews* 20, 859–863.
- Sanzelle, S., Miallier, D., Pilleyre, T., Fain, J., Montret, M., 1996. A new slide technique for regressing TL/ESR dose response curves—intercomparisons with other regression techniques. *Radiation Measurements* 26, 631–638.
- Toyoda, S., Rink, W.J., Schwarcz, H.P., Rees-Jones, J., 2000. Crushing effects on TL and OSL on quartz: relevance to fault dating. *Radiation Measurements* 32, 667–672.
- Valladas, H., 1992. Thermoluminescence dating of flint. *Quaternary Science Reviews* 11, 1–5.
- Valladas, H., Mercier, N., Froget, L., Joron, J.-L., Reyss, J.-L., Aubry, T., 2001. TL dating of Upper Palaeolithic sites in the Coa Valley (Portugal). *Quaternary Science Reviews* 20, 939–943.
- Voelker, A.H.L., Starnheim, M., Grootes, P.M., Erlenkeuser, H., Laj, C., Mazaud, A., Nadeau, M.J., Schleicher, M., 1998. Correlation of marine ^{14}C ages from the Nordic Seas with the GISP2 record: implications for ^{14}C calibration beyond 25 ka BP. *Radiocarbon* 40 (1), 517–535.

Emergence of Modern Human Behavior: Middle Stone Age Engravings from South Africa

Christopher S. Henshilwood,^{1,2,3*} Francesco d'Errico,⁴
Royden Yates,¹ Zenobia Jacobs,⁵ Chantal Tribolo,⁶
Geoff A. T. Duller,⁵ Norbert Mercier,⁶ Judith C. Sealy,⁷
Helene Valladas,⁶ Ian Watts,^{1,7} Ann G. Wintle⁵

In the Eurasian Upper Paleolithic after about 35,000 years ago, abstract or depictional images provide evidence for cognitive abilities considered integral to modern human behavior. Here we report on two abstract representations engraved on pieces of red ochre recovered from the Middle Stone Age layers at Blombos Cave in South Africa. A mean date of 77,000 years was obtained for the layers containing the engraved ochres by thermoluminescence dating of burnt lithics, and the stratigraphic integrity was confirmed by an optically stimulated luminescence age of 70,000 years on an overlying dune. These engravings support the emergence of modern human behavior in Africa at least 35,000 years before the start of the Upper Paleolithic.

Archaeological evidence associated with modern cognitive abilities provides important insights into when and where modern human behavior emerged (1). Two models for the origins of modern human behavior are current: (i) a late and rapid appearance at ~40 to 50 thousand years ago (ka) associated with the European Upper Paleolithic and the Later Stone Age (LSA) of sub-Saharan Africa (2, 3) or (ii) an earlier and more gradual evolution rooted in the African Middle Stone Age (MSA; ~250 to 40 ka) (4, 5). Evidence for modern behavior before 40 ka is relatively rare and often ambiguous (2, 6). However, in sub-Saharan Africa, archaeological evidence for changes in technology, economy, and social organization and the emergence of symbolism in the MSA may support the second model (4, 5, 7–9). Examples of these changes include standardized formal lithic tools (5, 8, 10), shaped bone implements (5, 7, 9, 11), innovative subsistence strategies such as fishing and shellfishing (10–12), and the systematic use of red ochre (10, 13).

¹Iziko Museums of Cape Town, South African Museum, Post Office Box 61, Cape Town, 8000, South Africa. ²Department of Anthropology, State University of New York at Stony Brook, NY, 11794, USA. ³Centre for Development Studies, University of Bergen, Strømgaten, 54, 5007 Bergen, Norway. ⁴Institut de Préhistoire et de Géologie du Quaternaire, UMR 5808 du CNRS, Avenue des Facultés, 33405, Talence, France. ⁵Luminescence Dating Laboratory, Institute of Geography and Earth Sciences, University of Wales, Aberystwyth, SY23 3DB, UK. ⁶Laboratoire des Sciences du Climat et de l'Environnement, UMR CEA-CNRS, Avenue de la Terrasse, 91198 Gif-sur-Yvette cedex, France. ⁷Department of Archaeology, University of Cape Town, Private Bag, Rondebosch, 7701, Cape Town, South Africa.

*To whom correspondence should be addressed. E-mail: chenshilwood@iziko.org.za

Utilized ochre is found in almost all Stone Age occupations in southern Africa that are younger than 100 ka (13). The ochre may have served only utilitarian functions (e.g., skin protection or hide tanning) (3) or may have been used symbolically as pigment (4, 10, 13). Evidence for the latter is a persistent use of ochre with saturated red hues to produce finely honed crayon or pencil forms (10, 13). However, no ochre pieces or other artifacts older than ~40 ka provide evidence for abstract or depictional images, which would indicate modern human behavior (2, 14, 15).

We have recovered two pieces of engraved ochre from the MSA layers at Blombos Cave, South Africa. Situated on the southern Cape shore of the Indian Ocean, the cave is 35 m above sea level. A 5- to 60-cm layer of aeolian sand containing no archaeological artifacts (BBC Hiatus; Fig. 1) separates the LSA from the MSA occupation layers. The MSA is divided into three substages (9, 10) (Fig. 1): (i) an upper series of occupational deposits, BBC M1, typified by abundant bifacially flaked, lanceolate-shaped stone points (Still Bay points) (10); (ii) a middle series, BBC M2, containing fewer Still Bay points but relatively abundant in deliberately shaped bone awls and points that were probably hafted (9, 11); and (iii) a lower BBC M3 series with few retouched pieces but with blades and flakes typical of the Mossel Bay/MSA 2b subphase (10). Associated, well-preserved faunal remains from all layers indicate that subsistence strategies were wide ranging and include terrestrial and marine mammals, shellfish, fish, and reptiles (10, 11).

More than 8000 pieces of ochre, many bearing signs of utilization, have been recovered from the MSA layers at Blombos Cave (10). Seven of nine pieces are potentially engraved

and under study. We report here on the two unequivocally engraved pieces recovered in situ from layer CC, square E6a and layer CD, square H6a (Fig. 1) (10) during excavations in 1999 and 2000, respectively. The engraved ochre piece from layer CC (SAM-AA 8937) was located adjacent to a small hearth, and that from layer CD (SAM-AA 8938) was surrounded by a number of small, basin-shaped hearths. Both specimens were located in a matrix of undisturbed and consolidated mixed ash and sand. There is no indication of perturbation in either the overlying 15 to 20 cm of MSA deposits or in the blanketing aeolian dune sand and no sign of intrusion of younger LSA materials (9, 10). All lithic artifacts in the ochre-bearing and overlying MSA layers are typologically MSA (9, 10).

On the 8937 piece (Fig. 2, A and B), both the flat surfaces and one edge are modified by scraping and grinding. The edge has two ground facets, and the larger of these bears a cross-hatched engraved design. The cross hatching consists of two sets of six and eight lines partly intercepted by a longer line. The engraving on 8938 (Fig. 2, C and D) consists of a row of cross hatching, bounded top and bottom by parallel lines and divided through the middle by a third parallel line that divides

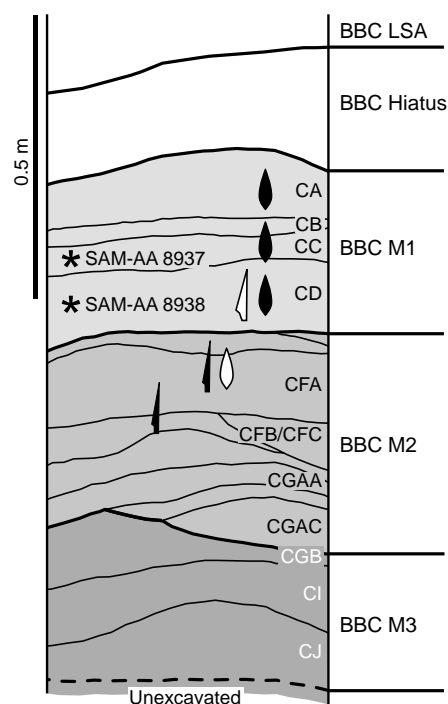


Fig. 1. Stratigraphy of Blombos Cave (34°25'S, 21°13'E). Sequence of MSA layers in square H6 showing relative location of engraved ochre pieces SAM-AA 8937 and SAM-AA 8938, bifacial Still Bay points (lanceolate shape), and bone tools. Closed and open symbols for bifacial points and bone tools indicate common and rare occurrences, respectively. The MSA layers consist principally of sands interlayered with consolidated beds, lenses, and stringers of marine shells, organic matter, and wood ash.

REPORTS

the lozenge shapes into triangles. Some of the lines are well-defined single incisions; others have parallel tracks along part or all of their lengths. Much of the parallel tracking may have resulted from a change in position of the engraving tool causing simultaneous scoring from more than one projection. The midline comprises three marking events. Examination of the intersections of the cross-hatched lines indicates that they were not executed as consecutive cross hatchings but that lines were made in first one direction and then another; the horizontal lines overlie the cross hatching. The preparation by grinding of the engraved surface, situation of the engraving on this prepared face, engraving technique, and final design are similar for both pieces, indicating a deliberate sequence of choices. Although the engraving on the 8937 ochre has fewer markings than the 8938 piece, it indicates that 8938 is not unique; the engraving on 8938 can be considered a complex geometric motif as the cross-hatched lines are

bisected and framed by horizontals.

Assessing the significance of these engravings demands an accurate determination of their age (16). The engraved ochres were found within layers containing bifacially flaked stone points; in the South African MSA, these stone point types occur only within or below Howiesons Poort horizons (10) dated to ~65 to 70 ka (17). This association suggests that the engravings are older than 65 ka. To independently confirm and refine this time frame, we applied two luminescence-based dating methods to the Blombos Cave layers. Thermoluminescence (TL) dates were obtained for five burnt lithic samples from the MSA phase BBC M1 (Fig. 1) (18, 19). The mean age for the lithic samples is 77 ± 6 ka (20). To confirm the stratigraphic integrity, we applied optically stimulated luminescence (OSL) dating to the aeolian dune (BBC Hiatus) separating the LSA and MSA layers (Fig. 1). Multiple grain measurements with a single aliquot regenerative (SAR) procedure (21) yielded a depositional age of 69 ± 5

ka (22). Single-grain SAR measurements (23) yielded consistent ages (24), indicating that the aggregate samples were not contaminated by grains of different ages (25). Because only 1.8% of the 1892 grains analyzed yielded reproducible growth curves, a more representative approach was also used (26), combining OSL signals from grains to generate synthetic aliquots. These provide a depositional age of 70 ± 5 ka (20) and confirm the antiquity of the engraved ochres.

Abstract images similar to the Blombos Cave engravings occur at Upper Paleolithic sites in Eurasia (15). The Blombos Cave motifs suggest arbitrary conventions unrelated to reality-based cognition, as is the case in the Upper Paleolithic (15), and they may have been constructed with symbolic intent, the meaning of which is now unknown. These finds demonstrate that ochre use in the MSA was not exclusively utilitarian and, arguably, the transmission and sharing of the meaning of the engravings relied on fully syntactical language (5, 27).

Genetic and fossil evidence suggests that humans were anatomically near modern in Africa before 100 ka (5, 28, 29). Key questions are whether anatomical and behavioral modernity developed in tandem (5) and what criteria archaeologists should use to identify modern behavior (2, 4, 5). For the latter, there is agreement on one criterion—archaeological evidence of abstract or depictive images indicates modern human behavior (2, 14, 15). The Blombos Cave engravings are intentional images. In the light of this evidence, it seems that, at least in southern Africa, *Homo sapiens* was behaviorally modern about 77,000 years ago.

References and Notes

1. The term "modern human behavior" as used here has no chronological implication and means the thoughts and actions underwritten by minds equivalent to those of *Homo sapiens* today. Key among these is the use of symbols.
2. P. A. Mellars, K. Gibson, Eds., *Modelling the Early Human Mind* (McDonald Institute Monographs, Cambridge, 1996).
3. R. G. Klein, *The Human Career* (Chicago Univ. Press, Chicago, IL, 1999).
4. H. J. Deacon, J. Deacon, *Human Beginnings in South Africa: Uncovering the Secrets of the Stone Age* (David Philip, Cape Town, South Africa, 1999).
5. S. McBrearty, A. Brooks, *J. Hum. Evol.* **38**, 453 (2000).
6. F. d'Errico, P. Villa, *J. Hum. Evol.* **33**, 1 (1997).
7. J. Yellen, A. Brooks, E. Cornelissen, M. Mehlerman, K. Stewart, *Science* **268**, 553 (1995).
8. S. Wurz, thesis, Stellenbosch University, Stellenbosch, South Africa (2000).
9. C. S. Henshilwood, F. d'Errico, C. W. Marean, R. Milo, R. Yates, *J. Hum. Evol.* **41**, 631 (2001).
10. C. S. Henshilwood et al., *J. Archaeol. Sci.* **28**, 421 (2001).
11. C. S. Henshilwood, J. C. Sealy, *Curr. Anthropol.* **38**, 890 (1997).
12. R. C. Walter et al., *Nature* **405**, 65 (2000).
13. I. Watts, in *The Evolution of Culture*, R. Dunbar, C. Knight, C. Power, Eds. (Edinburgh Univ. Press, Edinburgh, 1999), pp. 113–146.
14. G. A. Clark, C. M. Willermet, *Conceptual Issues in Modern Human Origins Research* (de Gruyter, New York, 1997).

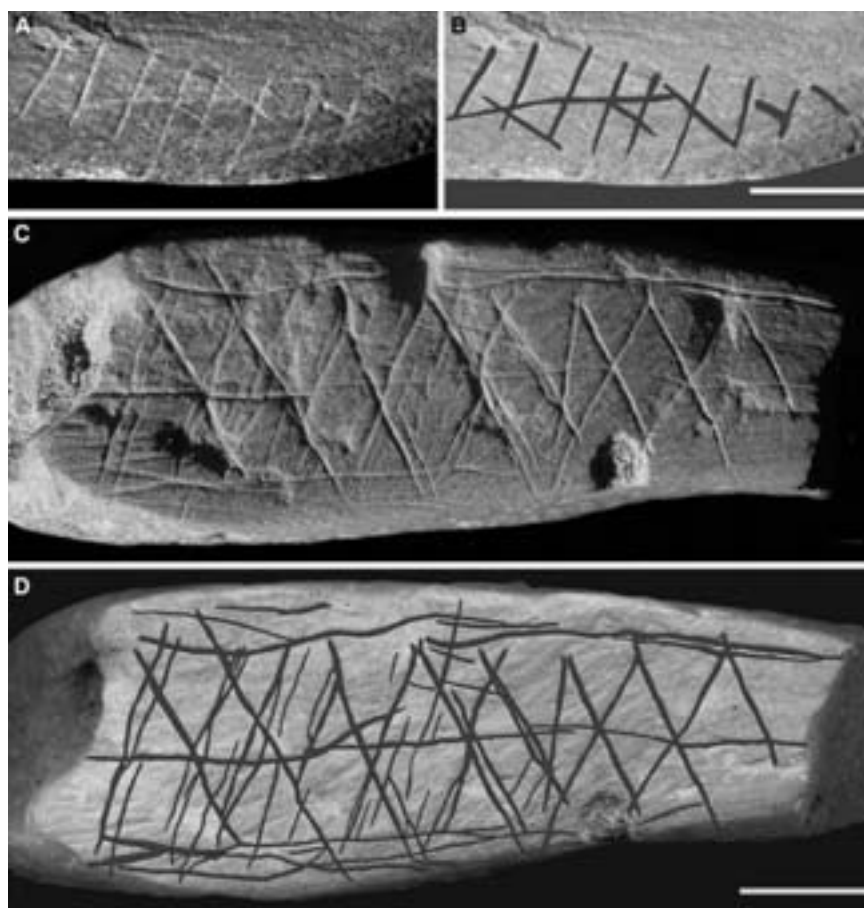


Fig. 2. Engraved ochres from Blombos Cave. (A) SAM-AA 8937 is a flat piece of shale-like ochre that grades into silt on the reverse side: weight = 39.2 g; maximum length = 53.6 mm; breadth = 42.6 mm; depth = 11.7 mm; streak color notation 3060 Y65R (33). (B) Tracing of lines verified as engraved by study under magnification (scale bar, 5 mm). (C) SAM-AA 8938 is a rectangular slab of ochreous shale: weight = 116.6 g; maximum length = 75.8 mm; breadth = 34.8 mm; depth = 24.7 mm; streak color notation 4050 Y60R (30). Oblique lighting of specimen accentuates both engraved lines and irregularities of the surface, some created by grinding before the engraving and others by the process of engraving. (D) Tracing of lines verified as engraved by study under magnification, superimposed on flat-bed scan of engraved surface (scale bar, 10 mm).

REPORTS

15. P. Bahn, J. Vertut, *Journey Through the Ice Age* (Weidenfeld & Nicolson, London, 1997).
16. A sediment sample from Blombos was included in an earlier study of coastal sediments, in which it was found to date to oxygen isotope stage 5 (30). However, the dates obtained for unetched quartz and feldspar grains with TL and infrared stimulated luminescence, respectively, were inconsistent.
17. J. C. Vogel, in *Humanity - from African Naissance to coming Millennia*, P. V. Tobias, M. A. Raath, J. Moggi-Cecchi, G. A. Doyle, Eds. (Univ. of Florence Press, Florence, Italy, 2000), pp. 261–268.
18. The five lithic specimens (a few cm in size and weighing between 6 and 35 g) came from the upper phase of occupational deposits BBC M1: Samples BBC24 and BBC23 are from CA/CB and BBC15, BBC20, and BBC22 are from CC. Examination of thin sections revealed the presence of quartz grains embedded in a siliceous matrix. The time since they were burnt was computed from TL analysis of 100- to 160- μm grains obtained by crushing after the samples' outer surfaces had been removed with a diamond saw (37). The equivalent dose (D_e) was determined with a combined additive and regenerative dose protocol (19). U, Th, and K concentrations of the lithic samples were measured by neutron activation analysis (32). The total dose rates (20) were calculated assuming that the quartz grains were free of radioactive impurities and that all radioisotopes were confined to and uniformly distributed within the surrounding siliceous matrix. In computing the alpha and beta dose rates received by the grains, attenuation factors appropriate for the mean grain size in each specimen were taken into account. To determine the gamma dose rates, we buried 24 dosimeters in the cave deposits for 1 year at points no farther than 1 m from each previously excavated lithic. The ages combine to provide a mean age of 77 ± 6 ka, which is consistent with the OSL age for the overlying dune layer.
19. N. Mercier, H. Valladas, G. Valladas, *Ancient TL* **10**, 28 (1992).
20. Supplementary data including a table containing dose rate, D_e , and age information for TL and OSL analyses and a supplementary figure showing a radial plot of OSL D_e values for the "synthetic" aliquot data are available on Science Online at www.sciencemag.org/cgi/content/full/1067575/DC1.
21. A. S. Murray, A. G. Wintle, *Radiat. Meas.* **32**, 57 (2000).
22. The depositional age of the dune layer was determined by OSL dating. OSL analyses on Aber/52-ZB-15 were undertaken on quartz grains to measure the radiation dose that they had received since their last exposure to daylight. Their equivalent dose (D_e) was determined with the SAR procedure. The total radiation dose rate to the grains (20) was measured with a combination of thick-source alpha counting, beta counting, and atomic absorption spectroscopy for potassium determination, and a water content of $10 \pm 5\%$ (weight water / weight dry sediment) was used, based on current moisture contents in the cave. The calculated gamma dose rate was consistent with that measured in the field, and the cosmic ray dose rate of $45 \mu\text{Gy}/\text{year}$ was based on the thickness of the overlying rock. Quartz grains were extracted after treatment with 10% hydrochloric acid to remove carbonates and 30 vol of H_2O_2 to remove organics. The sample was sieved to obtain grains from 212 to 250 μm in diameter. Feldspars and heavy minerals were removed by density separation at 2.62 and 2.70 g/cm^3 . The alpha-irradiated outer layer of the grains was removed by etching in 48% hydrofluoric acid for 45 min. The initial set of luminescence measurements (stimulation at 470 nm with blue diodes) used 48 aliquots, each containing about 500 grains. A range of thermal pretreatments (preheats) from 160° to 300°C for 10 s was used. From 200° to 280°C, the D_e values from 30 replicate aliquots were reproducible and showed no systematic trend with temperature. A weighted mean was calculated, with the individual D_e values weighted according to their uncertainty. The uncertainty in the mean was divided by \sqrt{N} , where N is the number of independent estimates of D_e —in this case 30. D_e values were calculated with the package Analyst, which combines uncertainties due to the counting statistics of each OSL measurement and the error associated with the mathematical fitting of the growth curve to the luminescence data. The 30 aliquots gave a value of 47.9 ± 1.7 Gy, resulting in an age of 69 ± 5 ka.
23. L. Bøtter-jensen, E. Bulur, G. A. T. Duller, A. S. Murray, *Radiat. Meas.* **32**, 523 (2000).
24. The single-grain SAR measurements were made in an automated reader based around a 10-mW, 532-nm Nd: YVO₄ laser, whose beam can be directed at individual grains (23). A single preheat at 220°C for 10 s was used, with the main OSL measurement (L) being followed by measurement of the OSL response (T) to a test dose as observed after a 160°C cut heat (27). Grains whose natural signal ratio (L_N/T_N) does not intersect the regeneration growth curve were not used in subsequent analyses. In addition, grains thought to contain some feldspar were also rejected. The presence of feldspar was identified by making additional measurements of a given regeneration dose on each grain. The first measurement is undertaken within the SAR procedure and yields the ratio L_1/T_1 used in the growth curve. For each grain, two additional measurements of L/T were made at the end of the SAR procedure. The first duplicates the previous measurement, as a test of the sensitivity correction. The second uses the same regeneration dose, but, before preheating, the grains are exposed to infrared (830 nm) radiation from a 500-mW laser diode for 100 s. If the grains contain feldspar, then the infrared exposure will have reduced the magnitude of L , and hence the ratio of these last two measurements of L/T will be substantially less than unity; for a quartz grain, the ratio will be consistent with unity. Of the 1892 grains that were measured, 22 were rejected on the basis of these criteria. The OSL signal from many of the remaining 1870 grains was close to instrumental background, and only 34 yielded reproducible growth curves.
25. R. G. Roberts *et al.*, *Nature* **393**, 358 (1998).
26. Single-grain OSL measurements were made with 19 aluminum discs, with up to 100 grains on each disc. For each disc, the OSL signals from the unrejected grains were combined to generate "synthetic" aliquots consisting of between 93 and 100 grains. The D_e values for 18 "synthetic" aliquots were combined to give a weighted mean of 48.5 ± 1.2 Gy, giving a depositional age of 70 ± 5 ka (20).
27. L. Aiello, N. G. Jablonski, Eds., *The Origin and Diversification of Language* (Memoirs of the California Academy of Sciences, San Francisco, 1998).
28. C. B. Stringer, in *Contemporary Issues in Human Evolution*, W. Meikle, N. Jablonski, Eds. (California Academy of Sciences, San Francisco, 1996), pp. 115–134.
29. M. Ingman, K. Kaessmann, S. Pääbo, U. Gyllensten, *Nature* **408**, 708 (2000).
30. J. C. Vogel, A. G. Wintle, S. M. Woodborne, *J. Archaeol. Sci.* **26**, 729 (1999).
31. H. Valladas, *Quat. Sci. Rev.* **11**, 1 (1992).
32. J.-L. Joron, thesis, Université Paris-Sud (1974).
33. "Natural Color System Index" (Scandinavian Colour Institute, Stockholm, 1999).
34. This work was supported by grants to C.H. from the Anglo American Chairman's Fund, Centre National de la Recherche Scientifique OHLL, the Leakey Foundation, the National Geographic Society, NSF, the South African National Research Foundation, and the Wenner-Gren Foundation; to F.D. from CNRS Origine de l'Homme, du Langage et des Langues (OHLL) and the Service Culturel of the French Embassy in South Africa; to Z.J. from the Sir Henry Strakosch Memorial Trust and an Overseas Research Student award; to C.T. from CNRS OHLL; to G.D. from the Natural Environment Research Council; to J.S. from the South African National Research Foundation and the University of Cape Town; and to I.W. from the British Academy. We thank G. Avery at Iziko Museums of Cape Town, the South African Museum, and K. van Niekerk.

30 October 2001; accepted 28 December 2001
 Published online 10 January 2002;
10.1126/science.1067575
 Include this information when citing this paper.