

**Résumé:** La grotte de Nerja, découverte en 1959, abrite l'un des plus riches gisements du sud de la péninsule ibérique pour les manifestations artistiques préhistoriques. Ces peintures et gravures pariétales, attribuées au Paléolithique supérieur (niveaux gravettiens, solutréens et magdaléniens) et à la Préhistoire récente (Sanchidrián, 1994), comportent des représentations animales ainsi que de nombreux signes. Elle conserve aussi de multiples autres traces de fréquentation humaine, parmi lesquelles des cavités naturelles présentées comme des restes de « points fixes d'illumination » (Medina *et al.*, 2012). Le double intérêt présenté par ce contexte archéologique et son décor pariétal a suscité le développement d'un projet interdisciplinaire dont l'objectif est de restituer des phases de fréquentations humaines de la grotte dans le temps, et notamment d'encadrer l'âge de réalisation des représentations pariétales, en se fondant conjointement sur la méthode de datation par le carbone 14 et sur celle des déséquilibres dans la famille de l'uranium (U/Th). Ce projet est conduit en collaboration entre le laboratoire des Sciences du Climat et de l'Environnement (LSCE, Gif Sur Yvette, France), l'université de Cordoba et la fondation « Cueva de Nerja » et le Centre de Recherche et d'Etudes pour l'Art Préhistorique (TRACES, Toulouse, France). Deux campagnes d'échantillonnage se sont déroulées en Août 2012 et 2013. Les prélèvements ont porté à la fois sur des restes de tracés noirs (mouchages...) réalisés avec du charbon de bois (datations C-14) et sur des formations carbonatées déposées sur la paroi rocheuse en surface ou en dessous de ces tracés (datations U/Th) pour chercher à contraindre la période de réalisation des décors pariétaux, par à ces datations croisées. Dans cette première étude, nous présentons les teneurs en uranium mesurées sur des prélèvements de trois secteurs de la grotte et les comparons à celles mesurées sur des échantillons très récents.

**Mots-clés:** Datations croisées, art pariétal

**Abstract:** Nerja cave (Southern Spain), discovered in 1959 is one of the most important archaeological record of the southern Iberian Peninsula for prehistoric parietal representations. The paintings and engravings attributed to the Upper Palaeolithic and recent Prehistory (Sanchidrian, 1994) include representations of animal and a large number of signs. The Nerja cave also includes other human manifestations, such as natural cavities interpreted as remains of "fixed points of illumination" (Medina *et al.*, 2012). The interest of the archaeological context prompted the development of an interdisciplinary project whose aim is to date the human occupations and parietal representations, using carbon-14 and uranium/thorium methods. This project is conducted in collaboration between the « Laboratoire des Sciences du Climat et de l'Environnement » (LSCE, Gif Sur Yvette, France), the Cordoba University, the « Cueva de Nerja foundation » and the « Centre de Recherche et d'Etudes pour l'Art Préhistorique (TRACES, Toulouse, France) ».

Two sampling campaigns were conducted during the 2012 and 2013 summers. Small samples were collected on charcoal black spots for C-14 dating, and on carbonate formations deposited above or below the parietal representations for U/Th and C-14 methods. The project aims to constrain the periods of decorations parietal using cross-dating method.

In this first study, we present the uranium contents measured on samples from three areas of the cave and we compare them with those measured on very recent samples.

**Keyword:** cross-dating, parietal art

# CHRONOLOGIES CROISÉES (C-14 ET U/Th) POUR L'ÉTUDE DE L'ART PRÉHISTORIQUE DANS LA GROTTÉ DE NERJA: MÉTHODOLOGIE

*Cronologías cruzadas (C-14 et U/Th) para el estudio del arte prehistórico de la Cueva de Nerja: metodología*

**Anita QUILES**

Laboratoire des sciences du climat et de l'environnement (LSCE, UMR CEA/CNRS/UVSQ)

**Carole FRITZ**

UMR 5608 « TRACES », CREAP, Université Toulouse II-Le Mirail

**M<sup>a</sup> Ángeles MEDINA-ALCAIDE**

Departamento de Geografía, Prehistoria y Arqueología, Universidad del País Vasco (UPV/EHU)

**Edwige PONS-BRANCHU**

Laboratoire des sciences du climat et de l'environnement (LSCE, UMR CEA/CNRS/UVSQ)

**José Luis SANCHIDRIAN TORTI**

Departamento de Geografía y Ciencias del Territorio, Universidad de Córdoba (UCO)

**Gilles TOSELLO**

UMR 5608 « TRACES », CREAP, Université Toulouse II-Le Mirail

**Hélène VALLADAS**

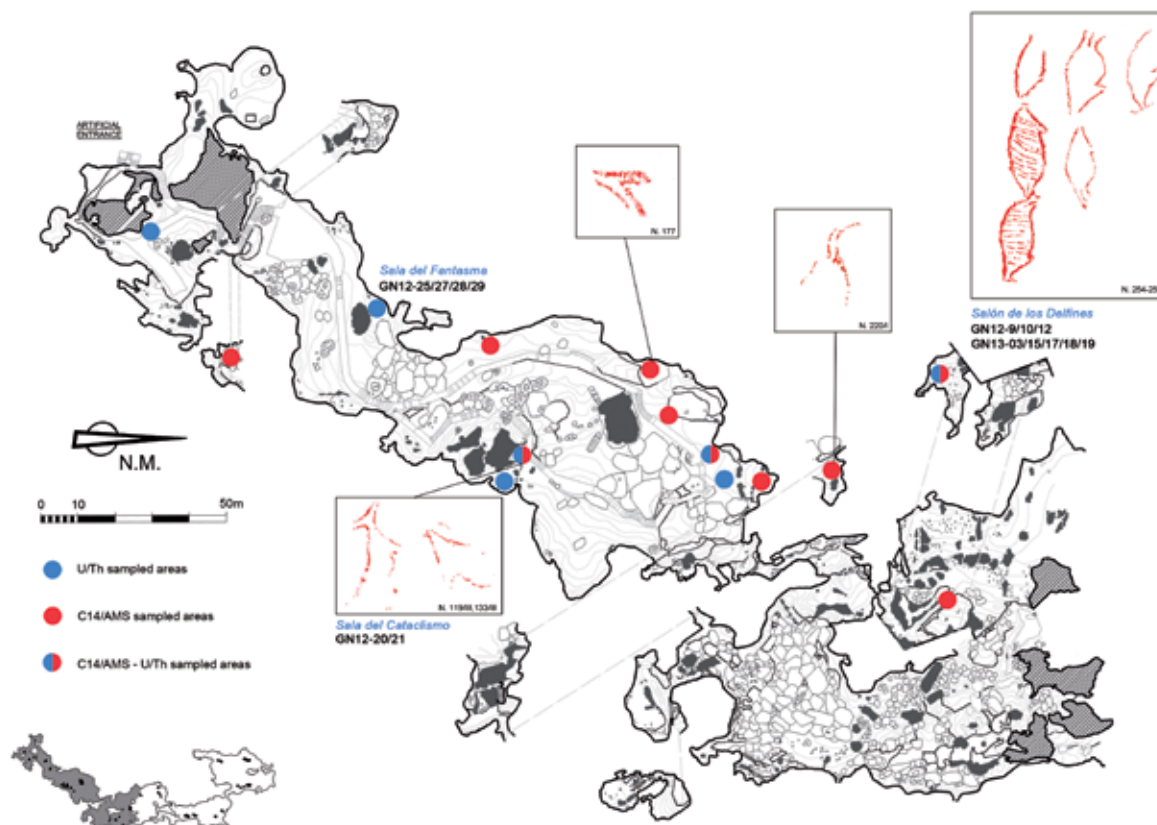
Laboratoire des sciences du climat et de l'environnement (LSCE, UMR CEA/CNRS/UVSQ)

RECEPCIÓN: 17 de mayo 2014

ACEPTACIÓN: 30 de septiembre 2014

## 1. LA GROTTÉ DE NERJA

La grotte de Nerja est située dans la partie méridionale de la Sierra de Almijara, sur la localité de Maro dans la province de Malaga. Découverte en 1959, elle s'étend sur près de 7 km pour 67 m de dénivelé. Elle abrite l'un des gisements les plus riches du sud de la péninsule ibérique pour les manifestations artistiques préhistoriques avec plus de 580 motifs répertoriés. Ces peintures et gravures pariétales, attribuées au Paléolithique supérieur (niveaux gravettiens, solutréens et magdaléniens) et à la Préhistoire récente (Sanchidrián, 1994), comportent des représentations animales (chevaux, cerfs, bouquetins, représentations pisciformes...) ainsi que de nombreux signes (points, lignes ...) répartis entre les salles basses accessibles aux visites touristiques et les salles hautes dont l'accès, plus difficile se fait à partir de l'escalade d'une paroi de 25 m de haut. La grotte de Nerja abrite aussi de nombreuses autres traces



**Figure 1.** Localisation des prélèvements dans la grotte de Nerja.

d'occupation humaine, comme par exemple des cavités naturelles dans lesquelles ont été trouvés des restes de charbon, présentés comme des restes de « points fixes d'illumination » (Medina *et al.*, 2012). Un projet sur l'étude du contexte archéologique des traces d'occupations humaines dans la grotte de Nerja est en cours, sous la direction du professeur Sanchidrián.

Ainsi, le double intérêt d'un tel contexte archéologique et de ce décor pariétal a suscité le développement d'un projet interdisciplinaire dont le principal objectif est de restituer dans le temps les phases d'occupations humaines de la grotte, en cherchant notamment à encadrer la/les périodes de réalisation des représentations pariétales, en se fondant conjointement sur la méthode de datation par le carbone 14 et sur celle des déséquilibres dans la famille de l'uranium (U/Th). Ce projet est conduit dans le cadre d'une collaboration entre le laboratoire des Sciences du Climat et de l'Environnement (Gif Sur Yvette, France), l'université de Cordoba, la fondation « Cueva de Nerja » et le Centre de Recherche et d'Études pour l'Art Préhistorique (Toulouse, France) ; il est financé par le programme Programme National de Recherche sur la Connaissance et la conservation du patrimoine culturel (PNRCC), du Ministère de la Culture et de la Communication (France). Les deux premières campagnes d'échantillonnages se sont déroulées en Août 2012 et 2013, et ont permis la réalisation de prélèvements à la fois sur des restes de tracés noirs (mouchages...) réalisés avec du charbon de bois (datations C-14) et sur des formations carbonatées déposées sur la paroi rocheuse en surface de ces tracés ou en dessous (datations par la méthode uranium thorium - U/Th).

## 2. INTÉRÊT DES DATATIONS CROISÉES

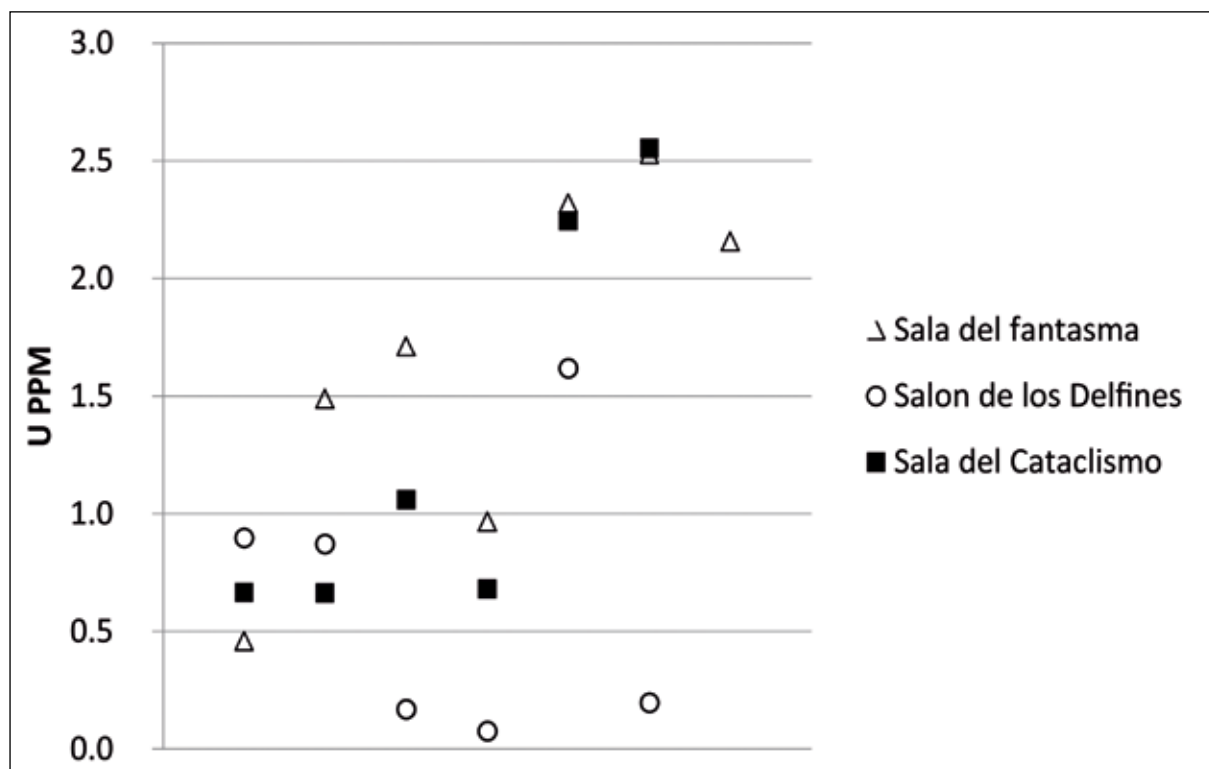
Jusqu'à ces dernières années, la chronologie des œuvres pariétales préhistoriques ou des occupations humaines reposait principalement sur la datation par la méthode du carbone 14. En effet, en permettant l'analyse d'échantillons contenant moins d'un milligramme de carbone, l'avènement de la spectrométrie de masse par accélérateur (SMA) a offert l'opportunité de dater directement les représentations pariétales réalisées avec du charbon de bois (Arnold *et al.*, 1987; Valladas *et al.*, 2001). Malheureusement, cette technique ne peut être appliquée aux champs ornés dépourvus de carbone, limitant l'applicabilité de la méthode à un nombre restreint de représentations pariétales.

A défaut de pouvoir dater directement les peintures, depuis une dizaine d'années, des chercheurs se sont intéressés aux dépôts carbonatés qui recouvrent certaines parois ornées et ont proposé de les dater par la méthode des déséquilibres dans la famille de l'uranium (U/Th). Cette méthode de datation, développée il y a une cinquantaine d'années et couramment appliquée à la datation de carbonates marins (coraux...), est aussi utilisée pour la datation de carbonates secondaires déposés en cavités karstiques, tels les spéléothèmes (Thuber *et al.*, 1965; Edwards *et al.*, 1987). En particulier, la méthode U/Th utilisée conjointement avec celle du  $^{14}\text{C}$  pour la datation de coraux ou spéléothèmes, a permis de préciser la courbe de calibration de cette dernière (Bard *et al.*, 1990; Reimer *et al.*, 2013).

Plusieurs études récentes (e.g. Bischoff *et al.*, 2003; Plagnes *et al.*, 2003; Pike *et al.*, 2005; Pike *et al.*, 2012; Fontugne *et al.*, 2013) ont présenté les résultats d'analyses par la méthode U/Th de voiles de calcite recouvrant des représentations pariétales ou des couches de calcites les supportant. En fonction de la position des échantillons prélevés, sur ou sous les dessins ou peintures, ces datations permettent de déterminer un *terminus ante quem* ou *terminus post quem*, et ainsi non pas de dater directement les représentations mais d'encadrer leur période de réalisation par des âges limites.

Cependant, cette méthode présente des difficultés d'applications dans le cas de la datation de voiles de calcite souvent fins et soumis au ruissellement d'eau dans les grottes. Certains auteurs (Plagnes *et al.*, 2003) ont montré par l'application conjointe de datations U/Th et  $^{14}\text{C}$  sur même échantillon que des échanges de radioéléments peuvent avoir lieu entre l'échantillon et son environnement au cours du temps («système ouvert»), par lessivage de l'uranium. D'autres auteurs (Fontugne *et al.*, 2013) démontrent que l'apport, même en quantité limitée, de calcaire encaissant lors du prélèvement peut fausser les âges U/Th. Contrairement à l'étude de spéléothèmes massifs, pour lesquels le choix (niveaux plus ou moins laminés de calcite plus ou moins dense) et la multiplication des niveaux étudiés permet d'apprécier la cohérence stratigraphique des données, il n'est souvent pas possible de multiplier les datations sur un même échantillon de voiles calcitiques recouvrant les dessins, gravures ou peintures, car ils sont la plupart du temps très fins et les prélèvements doivent être le plus petits et discrets possible pour ne pas dénaturer le panneau.

Dans ce contexte, il apparaît fondamental que des prélèvements uniques puissent être étudiés par deux méthodes de datation indépendantes, la confrontation des résultats obtenus sur les mêmes échantillons permettant d'apprécier leur cohérence respective (Pons-Branchu *et al.*, in press). Cependant, la méthode U/Th comme celles du  $^{14}\text{C}$  appliquée à la datation de calcite nécessitent toutes les deux d'appliquer des corrections qui sont dues pour la première à l'apport possible de matériel détritique (marqué par la présence de  $^{232}\text{Th}$ ) et, pour la seconde, à l'apport de carbone mort, provenant de la roche calcaire encaissante ou de carbone ayant séjourné longuement dans le sol.



**Figure 2.** Concentration en uranium mesurées dans les échantillons de calcite des secteurs «Fantasma», «Delfines» et «Cataclismo». Les barres d'erreur sur les données sont incluses dans les symboles.

Dans cette première phase de l'étude, nous nous sommes donc attachés à contraindre ces paramètres par l'application de ces méthodes à des échantillons prélevés dans différents secteurs de la cavité.

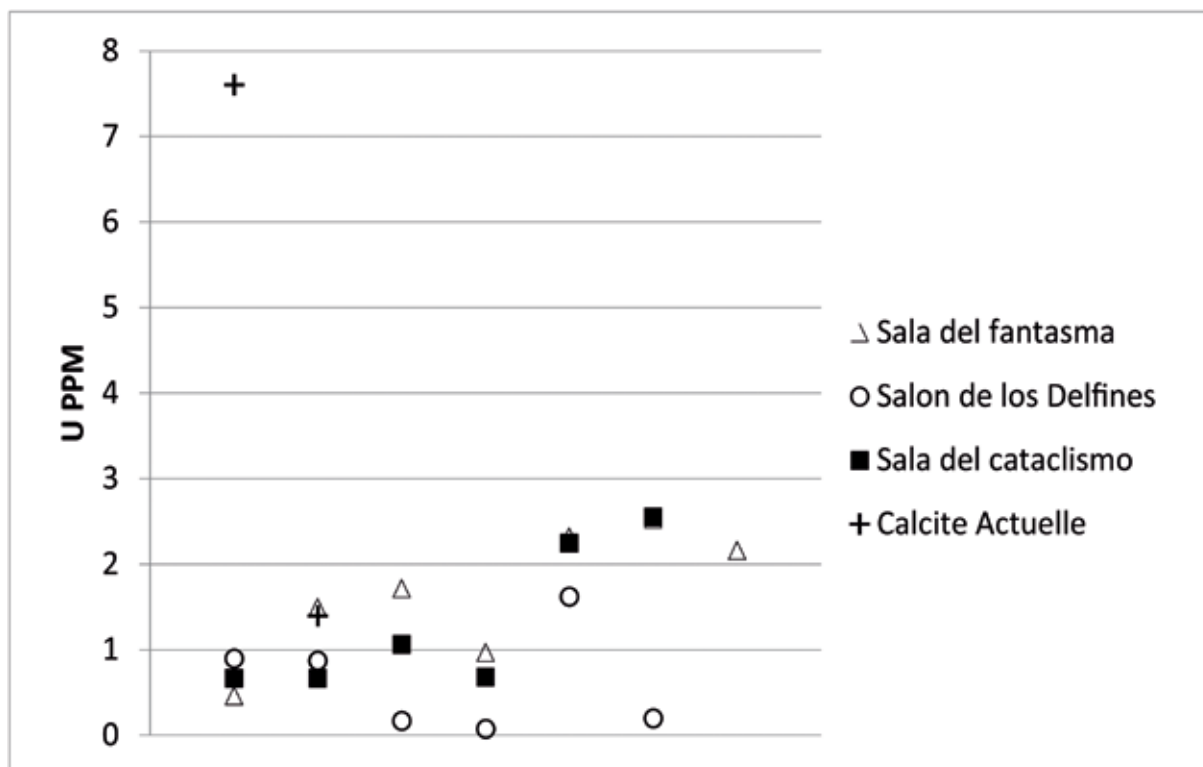
### 3. PRÉLÈVEMENTS

Au cours des deux premières campagnes de terrain, l'équipe de recherche a mené des travaux de reconnaissance et effectué des prélèvements sur des charbons au sol, des mouchages de torches mais aussi de voiles de calcite. La figure 1 présente les différents points de prélèvements. L'échantillonnage a été effectué sur de petits échantillons et dans le respect des œuvres étudiées. Il a nécessité l'observation minutieuse des roc afin de trouver les couches de calcite représentant le support, mais où le prélèvement est peu ou pas visible.

### 4. MÉTHODES ANALYTIQUES

#### 4.1. Préparation des échantillons et analyse, méthode U/Th:

Après ajout d'un traceur triple  $^{229}\text{Th}$ ,  $^{233}\text{U}$  et  $^{236}\text{U}$ , les échantillons de 15 à 150 mg ont été dissouts dans un bécher en téflon. Les fractions uranium et thorium ont été séparées et purifiées sur résine échangeuses d'ions, suivant un protocole modifié de Douville *et al.*, 2010 et Pons-Branchu *et al.*, 2004. Les fractions purifiées d'uranium ont ensuite été analysées par spectrométrie de masse MC-ICPMS (Neptune plus, thermo), en procédure « bracketing », c'est-à-dire en encadrant



chaque analyse d'échantillon par la mesure d'une solution connue. La procédure complète et détaillée est décrite dans Pons-Branchu *et al.*, (en révision).

## 5. RÉSULTATS PRÉLIMINAIRES: ANALYSES U/Th

Les résultats montrent une très grande variabilité des concentrations en uranium entre les différents échantillons pariétaux à l'échelle d'une salle et, même, d'un secteur (Figures 2 et 3). Ainsi, les teneurs en U varient respectivement d'un facteur 4 et 5 dans la « Sala del Cataclismo » (de ca. 0,6 à 2,5 ppm) et dans la « Sala del Fantasma » (de ca. 0,5 à 2,5 ppm). Une variabilité importante est aussi observée pour les six échantillons prélevés dans le « Salon de los Delfines » ou la salle adjacente (Figure 2), avec des concentrations plus basses que dans les deux autres salles, comprises entre 0,1 à 1,6 ppm pour les voiles de calcite prélevées dans différents secteurs. Pour comparaison, des analyses en U ont aussi été effectuées sur deux échantillons actuels (fistuleuses), qui ont révélé que ces derniers étaient, en général, beaucoup plus riches en uranium (de ca. 1,4 à 7 ppm) que les voiles de calcite pariétaux étudiés (Figure 3). Il importe donc de comprendre pourquoi il existe une si forte disparité des teneurs en uranium entre des cristaux de calcite récents et plus anciens. Au cours des prochains mois, nous nous attacherons à retracer l'évolution de l'uranium dans les différentes salles de la grotte en mesurant ses teneurs dans l'eau percolant et à partir de laquelle les cristaux de calcite se développent. De plus, et dans le respect des impératifs de conservation, une étude détaillée d'échantillons carbonatés anciens provenant de panneaux ornés ou d'échantillons encore actifs sera menée. Nous chercherons

**Figure 3.** Comparaison des teneurs en uranium mesurées dans la calcite prélevée sur les parois et dans la calcite actuelle (fistuleuses). Les barres d'erreur sur les données sont incluses dans les symboles.

aussi à comprendre la variabilité des teneurs en uranium de ces échantillons de calcite en caractérisant, par différentes techniques analytiques, leur évolution cristallographique au cours du temps. Ainsi, nous établirons des critères permettant de distinguer les échantillons pertinents pour la datation, c'est-à-dire ceux dont les cristaux de calcite se sont comportés en système clos, de ceux qui ne le sont pas.

## 6. CONCLUSION

Notre approche chronologique des occupations humaines dans la grotte de Nerja repose à la fois sur la datation radiocarbone des charbons de bois (mouchages de torche, foyers, illuminations), mais aussi sur l'analyse chronométrique conjointe  $^{14}\text{C}/\text{U}$ -Th des voiles de calcite. Dans cette étude, nous nous allons nous attacher à identifier des critères permettant d'apprécier la faisabilité et la pertinence de l'utilisation des datations U/Th sur voiles de calcite, en déterminant l'origine de la variabilité des concentrations en uranium mise en évidence dans les différents secteurs de la grotte. De fait, nos analyses sur des échantillons anciens ou récents de la « Sala del Cataclismo », de la « Sala del Fantasma » et du « Salon de los Delfines » ont révélé des variations de concentrations importantes, notamment dans ce dernier secteur. De plus il apparaît que les teneurs en uranium dans les échantillons de calcite récents sont plus importantes que le plus anciens. Ces variations pourraient être dues à des différences dans le régime hydrologique (en lien avec les variations paléoclimatiques) entre le présent et la période de dépôt des calcites anciennes, ou à des phénomènes de lessivage. Ces premiers résultats démontrent la complexité des analyses U/Th sur calcite pariétale et la nécessité d'une approche méthodologique (identification de l'origine des eaux, des variabilités en uranium, ...) avant de procéder aux datations.

Dans la suite de notre travail, nous étudierons la variabilité des teneurs en uranium dans les eaux de percolation mais aussi sur certains panneaux ornés, dans le respect des impératifs de conservation; cette étude sera couplée à une étude minéralogique détaillée. Les datations U-Th seront confrontées aux analyses  $^{14}\text{C}$ , et seule la cohérence des résultats issus des deux méthodes donnera un âge interprétable au plan archéologique, comme terminus ante/post quem à la période de réalisation des tracés pariétaux.

## REMERCIEMENTS

Ce projet a été financé par le Programme National de Recherche sur la Connaissance et la Conservation du Patrimoine Culturel du ministère français de la Culture et de la Communication et la Fundación de Servicios Cueva de Nerja.

## BIBLIOGRAFIE

- DOUVILLE E., SALLÉ E., FRANK N., EISELE M., PONS-BRANCHU E., AYRAULT S., 2010, Rapid and accurate U-Th dating of ancient carbonates using inductively coupled plasma-quadrupole mass spectrometry, *Chemical Geology*, n° 272: 1-11.
- MEDINA M.Á., CRISTO A., ROMERO A., SANCHIDRIÁN J.L., 2012. Otro punto de luz. Iluminación estática en los "santuarios" paleolíticos: el ejemplo de la Cueva de Nerja (Málaga, España). In: Clottes J., dir., *L'art pléistocène dans le monde/Pleistocene art of the world/Arte pleistoceno en el mundo, Actes du Congrès IFRAO, Tarascon-sur-Ariège, septembre 2010, Symposium «Art pléistocène en Europe». N° spécial de Préhistoire, Art et Sociétés, Bulletin de la Société Préhistorique Ariège-Pyrénées, LXV-LXVI, 2010-2011, CD: 105-121.*
- PONS-BRANCHU E., HILLAIRE-MARCEL C., GHALEB B., DESCHAMPS P., SINCLAIR D., 2005, Early diagenesis impact on precise U-series dating of Deep-Sea corals. Example of a 100-200 years old *Lophelia Pertusa* sample from NE Atlantic, *Geochimica et Cosmochimica Acta*, n° 69 (20): 4865-4879.

PONS-BRANCHU E., BOURRILLON R., CONKEY M., FONTUGNE M., FRITZ C., GÁRATE D., QUILES A., RIVERO O., SAUVET G., TOSELLO G., VALLADAS H., WHITE R., 2014, U-series dating of carbonate formations overlying Paleolithic art: interest and limitations, *Bulletin de la Société préhistorique française*, t. 111, n° 2: 211-224.

PONS-BRANCHU E., DOUVILLE E., ROY-BARMAN M., DUMONT E., BRANCHU P., THIL F., FRANK N., BORDIER L., BORST W. (en révision), Cross-dating (U/Th and lamina counting) of modern carbonate deposits in underground Paris, France. A

new archive for urban history reconstructions: case study of anthropic Rare Earth and Yttrium release, revision for *Quaternary geochronology*.

SANCHIDRIAN J.L., 1994, *Arte Rupestre de la Cueva de Nerja*. Málaga

VALLADAS H., TISNERAT-LABORDE N., CACHIER H., ARNOLD M., BERNALDO DE QUIROS F., CABRERA-VALDES V., CLOTTES J., COURTIN J., FORTEA-PEREZ J., GONZALES-SAINZ C., MOURE-ROMANILLO A., 2001, Radiocarbon AMS dates for Paleolithic cave paintings, *Radiocarbon*, n° 977: 986.