



Sous la direction de
YVES COPPENS
et **AMÉLIE VIALET**

UN BOUQUET D'ANCÊTRES

**PREMIERS HUMAINS:
QUI ÉTAIT QUI,
QUI A FAIT QUOI,
OÙ ET QUAND ?**

**ACADÉMIE PONTIFICALE
DES SCIENCES
&
CNRS EDITIONS**

in COPPENS, Y.; VIALET, A. (eds.) — «Un bouquet d'ancêtres. Premiers humains: Qui était qui, qui a fait quoi, où et quand?», Académie Pontificale des Sciences/CNRS Editions, Paris, 2021, p. 383-398.

New ages for old paintings

U-Th dating reveals Neanderthal origin of cave paintings

Dirk L. HOFFMANN, Marcos GARCÍA-DIEZ,
Michel LORBLANCHET, Paul B. PETTITT,
Alistair W. G. PIKE, Chris STANDISH
and João ZILHÃO

Cave paintings are a fascinating legacy of prehistoric human groups, providing evidence of artistic and creative traditions of past human societies. Thus, cave paintings have been subject of many studies about motifs and their style, arrangements, superposition or pigment use. There were also attempts to establish a chronology of cave art, but this was hindered by a lack of suitable dating methods and absence of a stratigraphic relationship to excavated archaeology in the same cave. The advent of AMS ^{14}C dating made it possible to obtain maximum ages for some motifs which were painted with organic pigments. This provided age control for a small fraction of cave paintings and was a huge step forward in cave art research. ^{14}C dates on cave paintings and dated portable art, recovered from excavations, were combined with stylistic arguments to establish a “chronology” of cave art. The style has severe limitations to be used to define the age of a painting, because the degree of synchronous morpho-stylistic variability is unknown. However, stylistic arguments – in some cases combined with assumed correlation with excavated levels – have still been used to ‘date’ many paintings, in most cases with inherent circular reasoning (von Petzinger and Nowell, 2011). Thus, reliable knowledge about timing and evolution of rock art is still extremely limited and we contribute to the chronology of cave paintings by dating of associated speleothem formations.

CAVE PAINTINGS AND SPELEOTHEMS

Speleothems are secondary CaCO_3 cave deposits like flowstones, stalagmites or stalactites and can be found in many caves. These speleothems typically precipitate from drip waters enriched in CO_2 and dissolved CaCO_3 .

Cave walls are sometimes covered with layers of flowstone, some caves are excessively 'decorated' with stalagmites and stalactites and other caves have almost no speleothem formation. In some cases, speleothems can be found in stratigraphic relationship with cave paintings, for example a flowstone-covered wall can be the 'canvas' on which cave art was painted or speleothems sometimes precipitated on top of pigments after the painting was done. These speleothem formations can be used to constrain the age of the art because they can be dated by the U-Th method. U-Th dating of speleothems is a well established and reliable method in geosciences, for example to constrain speleogenesis or speleothem based palaeoclimate records, but it can also be applied to other CaCO_3 formations such as marine carbonates like corals (Scholz and Hoffmann, 2008). For these materials U-Th dating is widely applied because it provides by far the most reliable and precise ages for samples up to 600 ka old. In short, U-Th dating can be applied to CaCO_3 that formed accompanied by a constrained disequilibrium between U (^{238}U and ^{234}U) and the decay product ^{230}Th . The key for U-Th dating is a different solubility of U and Th in natural waters which leads to elemental fractionation in the percolating water, which contains dissolved U but no Th. Hence, only U is incorporated in carbonate when it forms from drip waters in a cave. After speleothem precipitation, ^{230}Th starts to build up in the carbonate until radioactive equilibrium is reached and thus today's, $^{230}\text{Th}/^{238}\text{U}$ and $^{234}\text{U}/^{238}\text{U}$ activity ratios enable us to calculate the time since precipitation. It is important to mention that U-Th dating is only reliable for materials where indeed no initial Th was present at the time of formation and the material stayed a closed system, i.e. neither U nor Th was added or removed at any time in the past. These are essential preconditions and need to be demonstrated. Therefore, a set of criteria has been put in place to check reliability of U-Th dates for carbonate crusts associated with cave paintings (Hoffmann *et al.*, 2016).

Dating of CaCO_3 formations that over- or underlie cave paintings does not provide direct ages for the art. Instead, this provides minimum and/or maximum ages for the paintings. The time that elapsed, for example, between the painting act and precipitation of a speleothem like a carbonate crust on top of it cannot be constrained and is an unknown. However, U-Th dating of carbonate crusts overlying cave art still provides important age constraints while keeping the integrity of the underlying painting intact. Maximum age constraints are potentially more destructive and there are few circumstances where a sample can be taken from underlying carbonate formations without harm for the painting (Hoffmann *et al.*, 2018a). In most cases, a sample from underneath the painting with confirmed direct stratigraphic relationship requires removal of pigments, e.g. by drilling a core through it, and thus destroying parts of the painting. For preservation purposes, we discourage from such sampling strategies and accept that in most cases 'only' minimum ages can be obtained. Recent results demonstrate the feasibility and potential of our approach while keeping integrity and preservation of the archaeological heritage, in several cases including UNESCO World Heritage sites.

MINIMUM AGE CONSTRAINTS FOR IBERIAN CAVE PAINTINGS

Examples for typical speleothems that can be found associated with cave paintings as well as our sampling strategy, measurement protocols and criteria for reliability have been provided in several publications (Hoffmann *et al.*, 2016, 2017, 2018a). For example, we published a range of minimum ages for many motifs in La Pasiega in Cantabria (Spain). **Figure 1** shows a cave wall in La Pasiega Gallery C with various motifs and also many white crusts that formed on the wall including sections on top of paintings. Most of the formations are so-called cauliflower (or coralloid) type speleothems. A detailed study on U-Th dating of such cauliflower formations in La Pasiega C (Hoffmann *et al.*, 2016) showed that the method can be reliably applied and yields robust results. The study also revealed that cauliflower formations typically grow very slowly – most likely episodically – with only a few mm in several thousand years. Such cauliflower formations were identified on top of the red lines of a scalariform type linear motif in La Pasiega C (**Figure 1 and 2**) and then sampled and analysed for U-Th dating. It was no surprise that different cauliflower formations on different parts of the painting turned out to have different ages (Hoffmann *et al.*, 2018b). This is also fully consistent with the minimum age constraint that each formation provides. Samples PAS 3 and 38 were taken from crusts on top of red dots ('cloud of points' motif) that were painted above the red lines of the scalariform motif. The dots are arranged in an angular group broadly following the shape of the top left corner of the scalariform. PAS 3 (O-99, Pike *et al.*, 2012) was sampled during our first sampling campaign, when in most cases only one sub-sample was taken. Sample PAS 38 was taken as range finder and therefore also consists of only one sub-sample with enough calcite left in situ for further additional samples if required. For samples PAS 3 and 38 we find ages of 12.6 ± 0.1 ka and 2.2 ± 0.1 ka (**Figure 3**). Following an improved protocol (Hoffmann *et al.*, 2016) during the second sampling campaign, several sub samples were taken where possible. For PAS 33 and 34 we obtained results on three sub-samples which are in strict stratigraphic order (**Figure 3**) and provide reliable minimum age constraints for the underlying painting. PAS 33 formed between 3.1 and 1.5 ka and provides a minimum age of 3 ka (Hoffmann *et al.*, 2016). PAS 34 consists of clean, white calcite on the outside, but the layer closest to the painting has a slightly yellowish colour, indicating a higher degree of detritus, which is confirmed by higher ^{232}Th concentration values. All three results are in strict stratigraphic order and reliable, albeit the detrital correction significantly increases the uncertainty for PAS 34 c. The outer, clean calcite layer formed between 55.7 and 50.5 ka, the layer closest to the pigment has an age 79.7 ± 14.9 ka (**Figure 3**) (Hoffmann *et al.*, 2018a). Taking the dating uncertainty of sample PAS 34 c into account we can derive a minimum age of 64.8 ka for the red line (Hoffmann *et al.*, 2018). This minimum age places the painting in a time when the European realm was solely occupied by Neanderthals and therefore strongly suggests Neanderthal authorship for cave art. And there is not just this one result showing that Neanderthals engaged in cave painting. It is confirmed by additional, independent dating results on cave paintings in two

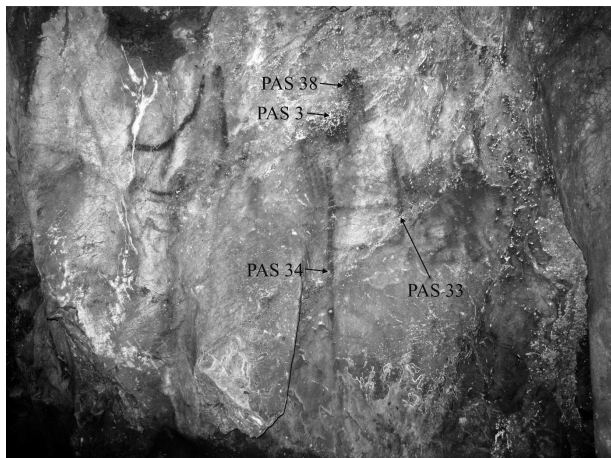


Figure 1:
La Pasiega, panel
with scalariform
painting and
positions of
U-Th samples.
| La Pasiega, panneau
avec peinture
scalariforme
et positions des
échantillons U-Th.



Figure 2: From
Hoffmann *et al.*
(2018a), La Pasiega,
scalariform symbol
and details of dated
carbonate crust.
| La Pasiega, symbole
scalariforme et
détails de la croûte
carbonatée datée.

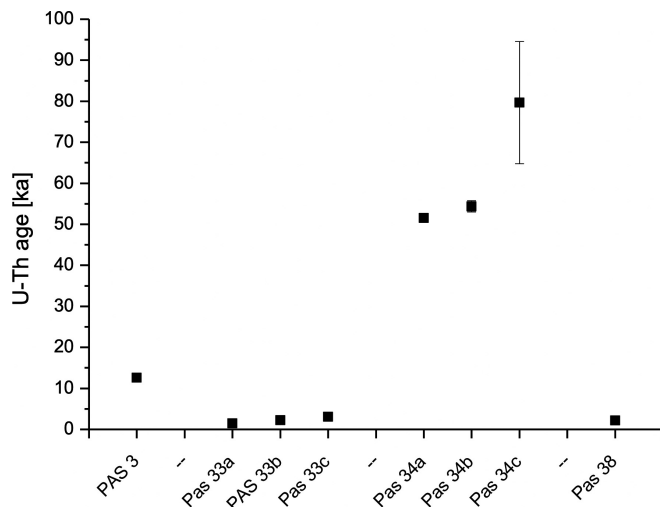


Figure 3: Dating results La Pasiega (Pike *et al.*, 2012; Hoffmann *et al.*, 2016; Hoffmann *et al.*, 2018a). | Datations obtenues pour La Pasiega.

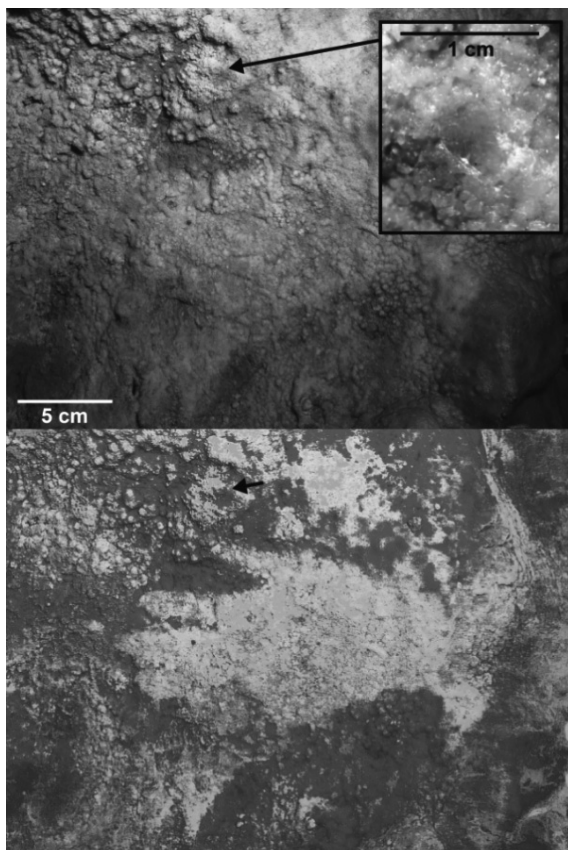


Figure 4: From Hoffmann *et al.* (2018a), Maltravieso, hand stencil. Top: cave wall in Maltravieso with calcite layer covering a hand stencil. Bottom: same foto as on top with enhanced visibility of pigments of the hand stencil. | Maltravieso, main négative au pochoir. En haut: une paroi de la grotte Maltravieso avec une couche de calcite recouvrant une main négative réalisée au pochoir. En bas: même photo qu'en haut avec une meilleure visibilité des pigments du pochoir de la main.

different caves (Hoffmann *et al.*, 2018). In Maltravieso (Cáceres, Spain) a calcite crust is completely covering hand stencils on the cave wall (**Figure 4**) and the layer closest to the pigment was dated to 70.1 ± 3.4 ka, yielding a minimum age of 66.7 ka for the associated hand stencil. Again, we find stratigraphically consistent results of two sub-samples taken from the calcite crust, which confirms the reliability of the minimum age constraint. And finally, a red spot painted in a niche of a stalagmitic column (**Figure 5**) in Ardales cave was also reliably shown to be older than 65.5 ka (Hoffmann *et al.*, 2018a). U-Th dating of calcite crusts in Ardales also revealed additional episodes of painting between 48.7 ka and 45.3 ka, 45.5 ka and 38.6 ka and 63.7 ka and 32.1 ka (Hoffmann *et al.*, 2018a). Previously published results from El Castillo cave near La Pasiega yielded a minimum age of 40.6 ka for a painting on the 'panel of hands' (Pike *et al.*, 2012) which already indicated the possibility that cave paintings in northern Iberia pre-date the arrival of anatomically modern humans. The three recently published results from La Pasiega, Maltravieso and Ardales now undoubtedly demonstrate that cave paintings were done in different parts of the Iberian Peninsula before 64 ka and hence can only be the result of Neanderthal symbolic traditions. The paintings are located in sections of the caves that are hard to access, particularly without modern equipment. So the results also show that Neanderthals actively and on purpose entered deep parts of caves, bringing with them everything needed to paint on the walls. The motifs so far identified to be painted by Neanderthals are red lines, hand stencils and red spots or disks, but it is likely that there are more motifs painted by Neanderthals since just a very small fraction of the thousands of known cave paintings has robust age constraints.

Figure 5: Ardales, red spots painted in niche of speleothem formation (from Hoffmann *et al.* [2018a]). | Ardales, points rouges peints dans une niche où se sont formés des spéléothèmes.

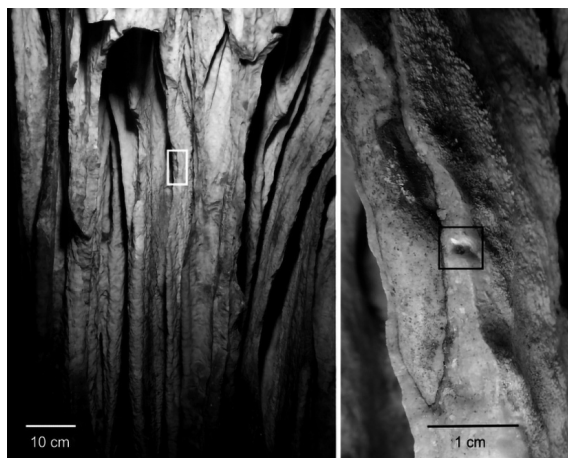


Table 1 : U-series results for Grottes des Merveilles. I Datations obtenues par les series de l'Uranium pour la Grotte des Merveilles.

Spl ID	Sample mass [mg]	^{238}U [ng/g]	^{232}Th [ng/g]	$^{230}\text{Th}/^{232}\text{Th}$	$^{232}\text{Th}/^{238}\text{U}$	$^{230}\text{Th}/^{238}\text{U}$	$^{234}\text{U}/^{238}\text{U}$	$^{230}\text{Th}/^{238}\text{U}$ corrected	$^{234}\text{U}/^{238}\text{U}$ corrected	Age corrected [ka]	$^{234}\text{U}/^{238}\text{U}$ corrected Initial
Mer 1a	5.0 ± 0.1	114.5 ± 4.7	70.6 ± 2.9	1.37 ± 0.04	0.2015 ± 0.0005	0.2771 ± 0.0070	1.0708 ± 0.0063	0.1382 ± 0.0833	1.0844 ± 0.0117	14.9 ± 9.6	1.0880 ± 0.0124
Mer 1b	4.7 ± 0.1	104.3 ± 4.6	36.7 ± 1.6	2.13 ± 0.11	0.1155 ± 0.0008	0.2449 ± 0.0124	1.0834 ± 0.0073	0.1681 ± 0.0446	1.0918 ± 0.0095	18.2 ± 5.2	1.0967 ± 0.0101
Mer 2	3.7 ± 0.1	110.2 ± 5.8	48.1 ± 2.5	2.26 ± 0.07	0.1426 ± 0.0003	0.3230 ± 0.0106	1.0847 ± 0.0071	0.2358 ± 0.0507	1.0956 ± 0.0105	26.4 ± 6.4	1.1030 ± 0.0113
Mer 3	3.7 ± 0.1	509.4 ± 27.3	92.7 ± 5.0	9.86 ± 0.09	0.0595 ± 0.0001	0.5874 ± 0.0058	1.1074 ± 0.0036	0.5668 ± 0.0124	1.1128 ± 0.0048	76.6 ± 2.5	1.1400 ± 0.0058
Mer 4	6.8 ± 0.1	498.6 ± 15.0	157.0 ± 4.3	4.59 ± 0.04	0.1030 ± 0.0002	0.4728 ± 0.0039	1.1033 ± 0.0031	0.4255 ± 0.0262	1.1125 ± 0.0064	52.2 ± 4.1	1.1304 ± 0.0074

All ratios are activity ratios. Analytical errors are at 95% confidence level. Activity ratios are calculated from isotope concentration ratios using decay constants according to Jaffey *et al.* (1971) (λ_{238}), Cheng *et al.* (2000) (λ_{234} and λ_{230}) and Holden (1990) (λ_{232}). Age calculation is based on
$$\left(\frac{^{230}\text{Th}}{^{238}\text{U}}\right) (T) = (1 - e^{-\lambda_{230}T}) + \left(\frac{^{234}\text{U}}{^{238}\text{U}}\right) (T) - 1 \frac{\lambda_{230}}{\lambda_{230} - \lambda_{234}} (1 - e^{-(\lambda_{230} - \lambda_{234})T})$$
 where T is the age of the sample and using above decay constants. The degree of detrital ^{230}Th contamination is indicated by the measured $^{230}\text{Th}/^{232}\text{Th}$ activity ratio and corrections were calculated using a detrital $^{238}\text{U}/^{232}\text{Th}$ activity ratio of 0.8 ± 0.4 and assuming secular equilibrium within the detrital phase.

MORE EVIDENCE FOR NEANDERTHAL SYMBOLIC BEHAVIOUR

Another recent publication also demonstrated that Neanderthals visited deep parts of caves on purpose. A circle-like structure, built with broken stalagmitic formations, was found deep inside Bruniquel cave (France) (Jaubert *et al.*, 2016). This human-made construction was built 176.5 ± 2.1 ka ago by Neanderthals and is found over 300 m from the cave entrance. The purpose of the construction is not known but assumed to be related with symbolic or ritual behaviour (Jaubert *et al.*, 2016). Evidence for Neanderthal symbolic behaviour was also found in Cueva de los Aviones (Murcia, Spain). Here, marine shells with an age between 115 and 120 ka were used as ornaments and containers for pigments (Hoffmann *et al.*, 2018c). This all points to symbolic traditions of Neanderthals, going back at least 180 ka. Neanderthals occupied most of the European realm, and it is most likely that more cave paintings still exist that were made by Neanderthals, also supported by portable graphic evidence (García-Díez and Ochoa, 2019). Finding evidence for more Neanderthal paintings, however, involves to identify caves with potential Neanderthal paintings that are covered with calcite crusts, to get a permission to remove samples from the crusts, being able to analyse very small samples for U-Th dating and finally find calcite that actually started to form soon after the paintings were made. The obvious target to continue such work would be France, where an amazing wealth of decorated caves exists and which was also occupied by Neanderthals, so one would expect to find cave paintings of similar age as found in Spain. Grottes des Merveilles, for example, is located in Rocamadour (Lot, France) and cave paintings in Les Merveilles include red dots and hand stencils. Some of the paintings are indeed covered with calcitic crusts (**Figure 6**). Therefore, during an initial campaign in 2013 samples were taken from calcite crusts stratigraphically related to the red dots (**Figure 7**). The crusts turned out to be very thin and for three positions it was decided to take only one 'range finder' sample. Only for Mer 1 it was possible to take two sub samples. The sampled calcite was of good quality for Mer 1, 3 and 4, the colour indicated a certain degree of detrital inclusions. Reliability criteria outlined in Hoffmann *et al.* (2016) are not met for Mer 3 and Mer 4 due to missing successive sub-samples to check for consistency. Additionally, ^{232}Th is not negligible, all samples show a high degree of detrital contamination (expressed in $^{230}\text{Th}/^{232}\text{Th}_{\text{act}} < 10$). Therefore, a detrital correction and the chosen correction factor are critical. We employ the so-called bulk-earth value, but the initial detrital $^{230}\text{Th}/^{232}\text{Th}$ can potentially be different which requires further constraints. For Mer 1 we obtain stratigraphically consistent results after detrital correction, indicating that the chosen correction factor is accurate. Here we obtain a minimum age of 13 ka for the underlying painting. Mer 3 indicates an age older than 74 ka, Mer 4 older than 48 ka, but for the time being the results are considered to be preliminary. The reliability can only be tested by additional samples from the calcite with stratigraphically related sub samples. Since the U-concentration of the calcite formation is now known, it would be possible to optimise sample sizes for multiple sub samples. Thus, it would be possible to take at least two sub samples from the same location which will help to evaluate



Figure 6: Grottes des Merveilles, cave wall with red spots painted on it.
| Grottes des Merveilles, paroi de la grotte avec des taches rouges peintes dessus.

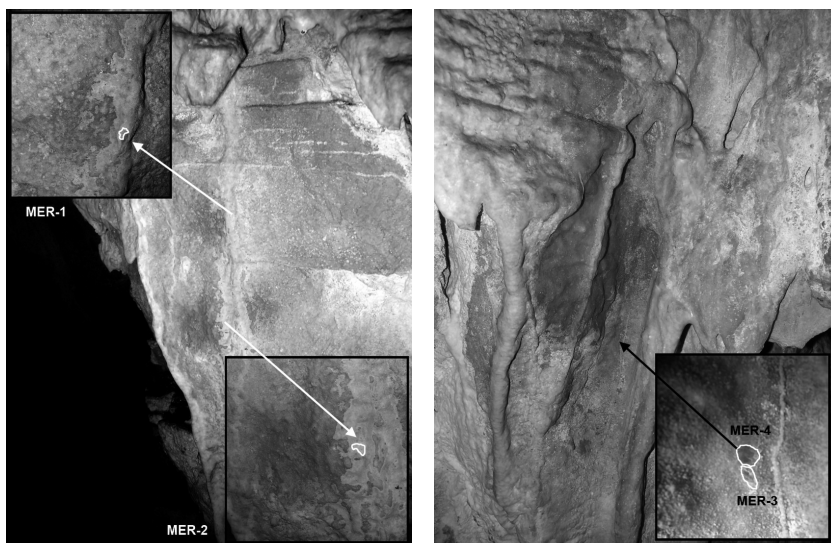


Figure 7: Positions of U-Th samples Grottes des Merveilles.
| Positions des échantillons U-Th dans la Grotte des Merveilles.

potential secondary effects on the calcite. However, despite our efforts, permission for additional sampling has not been granted and the minimum age for the red dots in Les Merveilles will remain an open issue as long as no further samples can be analysed. Thus, so far Les Merveilles provides an example where initial results do not pass criteria outlined in Hoffmann *et al.* (2016), albeit provisionally indicating yet another site with cave paintings potentially older than 70 ka.

References

- Cheng H., Edwards R. L., Hoff J., Gallup C. D., Richards D. A., Asmerom Y., 2000. The half-lives of uranium-234 and thorium-230. *Chemical Geology* 169, 17-33.
- García-Diez M., Ochoa B. 2020. Art origins: the emergence of graphic symbolism, in Smith, C (ed.) *Encyclopedia of Global Archaeology*, 1-19. Springer. Switzerland.
- Hoffmann D.L., Pike A.W.G., García-Diez M., Pettitt P.B., Zilhão J., 2016. Methods for U-series dating of CaCO₃ crusts associated with Palaeolithic cave art and application to Iberian sites. 36, 104-119.
- Hoffmann D.L., Utrilla P., Bea M., Pike A.W., García-Diez M., Zilhão J., Domingo R., 2017. U-series dating of Palaeolithic rock art at Fuente del Trucho (Aragón, Spain). *Quat. Int.* 432, 50-58 *Quaternary Geochronology*.
- Hoffmann D.L., Standish C.D., García-Diez M., Pettitt P.B., Milton J.A., Zilhão J., Alcolea-González J.J., Cantalejo-Duarte P., Collado H., De Balbín R., Lorblanchet M., Ramos-Muñoz J., Weniger, Pike A.W.G., 2018a. U-Th dating of carbonate crusts reveals Neandertal origin of Iberian cave art. *Science* 359, 912-915.
- Hoffmann D.L., Standish C.D., Pike A.W.G., García-Diez M., Pettitt P.B., Angelucci D. E., Villaverde V., Zapata J., Milton J.A., Alcolea-González J., Cantalejo-Duarte P., Collado H., De Balbín R., Lorblanchet M., Ramos-Muñoz J., Weniger G.-C., Zilhão J., 2018b. Dates for Neanderthal art and symbolic behaviour are reliable. *Nature Ecology & Evolution* 2, 1044-1045.
- Hoffmann D. L., Angelucci D. E., Villaverde V., Zapata J. & Zilhão J., 2018c. Symbolic use of marine shells and mineral pigments by Iberian Neandertals 115,000 years ago. *Sci. Adv.* 4.
- Holden N. E., 1990. Total Half-Lives for Selected Nuclides. *Pure Appl. Chem.* 62, 941-958.
- Jaffey A. H., Flynn K. F., Glendenin L. E., Bentley W. C., Essling A. M., 1971. Precision Measurement of Half-Lives and Specific Activities of U-235 and U-238. *Phys. Rev. C* 4, 1889-1906.
- Jaubert J., Verheyden S., Genty D., Soulier M., Cheng H., Blamart D., Burlet C., Camus H., Delaby S., Deldicque D., Edwards R. L., Ferrier C., Lacrampe-Cuyaubère F., Lévêque F., Maksud F., Mora P., Muth X., Régnier É., Rouzaud J.-N., Santos F., 2016. Early Neanderthal constructions deep in Bruniquel Cave in southwestern France. *Nature* 534, 111-114.
- Pike A. W. G., Hoffmann D. L., García-Diez M., Pettitt P.B., Alcolea J., De Balbín R., González-Sainz C., De Las Heras C., Lasheras J. A., Montes R., and Zilhão J., 2012. U-series dating of paleolithic art in 11 caves in Spain. *Science*, 336, 1409-1413.
- Scholz D., Hoffmann D.L., 2008. ²³⁰Th/U-dating of fossil corals and speleothems. *Quaternary Science Journal* 57, 52-77.
- von Petzinger G., Nowell A., 2011. A question of style: reconsidering the stylistic approach to dating Palaeolithic parietal art in France. *Antiquity*, 85, 1165-1183.

Nouvelles datations pour vieilles peintures

La datation U-Th révèle l'origine néandertalienne des peintures rupestres

Dirk L. HOFFMANN, Marcos GARCÍA-DIEZ,
Michel LORBLANCHET, Paul B. PETTITT,
Alistair W. G. PIKE, Chris STANDISH
et João ZILHÃO

Les peintures rupestres, héritage fascinant des groupes humains préhistoriques, fournissent des preuves des traditions artistiques et créatives des sociétés humaines passées. Leurs motifs et leur style, leur disposition, leur superposition ou l'utilisation des pigments ont fait l'objet de nombreuses études. Une chronologie de l'art pariétal a également été tentée, mais elle a été entravée par le manque de méthodes de datation appropriées et par l'absence de relation stratigraphique des peintures avec les objets archéologiques trouvés dans la même grotte. La méthode de datation par spectrométrie de masse par accélérateur AMS C, qui compte le nombre d'atomes de carbone 14 présents dans l'échantillon, a permis d'obtenir des âges maximums pour certains motifs peints avec des pigments organiques. L'âge d'une petite fraction des peintures pariétales a ainsi pu être contrôlé, ce qui a constitué une avancée considérable dans le domaine de l'étude des grottes ornées. Les datations au carbone 14 des peintures et de l'art mobilier récupéré lors de fouilles ont été combinées à des arguments stylistiques pour établir une « chronologie » de l'art pariétal. Mais l'usage du style pour définir l'âge d'une peinture comporte de sérieuses limites, car le degré de variabilité morpho-stylistique de peintures d'une même période est inconnu. Cependant, les arguments stylistiques – combinés dans certains cas à une corrélation supposée avec les niveaux de fouilles – ont encore été utilisés pour « dater » de nombreuses peintures, dans la plupart des cas selon un raisonnement circulaire (von Petzinger et Nowell, 2011). Les connaissances fiables sur la chronologie et l'évolution de l'art pariétal sont donc encore extrêmement limitées et nous contribuons à établir cette chronologie en datant les spéléothèmes associés à certaines de ces peintures.

PEINTURES RUPESTRES ET SPÉLÉOTHÈMES

Les spéléothèmes, sont des dépôts secondaires de carbonate de calcium (CaCO_3) que l'on trouve dans les grottes, comme les planchers stalagmitiques, les stalagmites ou les stalactites. Ces spéléothèmes précipitent généralement à partir d'eaux de ruissellement enrichies en CO_2 et en CaCO_3 dissous. Les grottes présentent parfois des parois recouvertes de voiles de calcite, certaines sont excessivement « décorées » de stalagmites et de stalactites quand d'autres ne présentent pratiquement aucune formation de ce type. Dans certains cas, les spéléothèmes peuvent être en relation stratigraphique avec les peintures pariétales : ici une paroi recouverte d'un voile calcitique peut être la « toile » sur laquelle la peinture a été effectuée, ailleurs les spéléothèmes ont précipité sur les pigments de celle-ci, après sa réalisation. Ces formations peuvent être utilisées pour estimer l'âge des peintures car elles peuvent être datées par la méthode Uranium-Thorium (U-Th), fiable et bien établie en géosciences, par exemple pour contraindre soit la spéléogenèse soit l'information paléoclimatique enregistrée dans les spéléothèmes, mais elle peut également être appliquée à d'autres formations de CaCO_3 , par exemple les carbonates marins comme les coraux (Scholz et Hoffmann, 2008). Pour ces matériaux, la datation U-Th est largement utilisée car elle fournit de loin les âges les plus fiables et les plus précis pour des échantillons vieux de 600 ka au maximum. Elle peut être appliquée au CaCO_3 dont la formation s'est accompagnée d'un déséquilibre contraint entre l'Uranium (^{238}U et ^{234}U) et le produit de désintégration, le Thorium 230. La clé de la datation U-Th est une solubilité différente de l'Uranium et du Thorium dans les eaux naturelles, ce qui entraîne un fractionnement des éléments dans l'eau de percolation, qui contient de l'Uranium dissous mais pas de Thorium. Par conséquent, seul l'Uranium est incorporé dans le carbonate lorsqu'il se forme à partir des eaux de percolation dans une grotte. Après la précipitation des spéléothèmes, le Thorium 230 commence à s'accumuler dans le carbonate jusqu'à ce que l'équilibre radioactif soit atteint. Les taux d'activité $^{230}\text{Th}/^{238}\text{U}$ et $^{234}\text{U}/^{238}\text{U}$ actuels permettent donc de calculer le temps écoulé depuis la précipitation. Il faut mentionner que la datation U-Th n'est fiable que pour les matériaux qui ne comportaient aucun Thorium au moment de leur formation et qui sont restés en système fermé, c'est-à-dire que ni Uranium ni Thorium n'ont été ajoutés ou retranchés à un moment quelconque dans le passé. Ces conditions préalables essentielles doivent être démontrées. Un ensemble de critères a été par conséquent mis en place pour vérifier la fiabilité des datations U-Th sur les encroûtements carbonatés associés aux peintures rupestres (Hoffmann *et al.*, 2016).

La datation des formations de CaCO_3 , qui recouvrent les peintures pariétales ou en sont le support, ne permet pas de donner directement un âge aux peintures, mais seulement des âges minimum et/ou maximum. Par exemple, le temps qui s'est écoulé entre le moment où la peinture a été effectuée et la précipitation d'un spéléothème en une croûte carbonatée par-dessus ne peut être précisé et reste inconnu. Cependant, la datation U-Th des encroûtements carbonatés recouvrant les peintures fournit toujours des indications chronolo-

riques essentielles bien que limitées tout en conservant l'intégrité de celles-ci. Obtenir une datation maximum (à partir du voile calcitique ayant servi de support à la peinture) est potentiellement plus invasif. Il y a en effet peu de cas où un échantillon peut être prélevé dans les formations carbonatées sous la peinture sans dommages pour celle-ci (Hoffmann *et al.*, 2018a). Généralement, le prélèvement d'un échantillon des couches inférieures avec une relation stratigraphique directe confirmée nécessite de retirer les pigments, par exemple par micro-carottage, et donc de détruire une partie de la peinture. Pour des questions de préservation, nous décourageons de tels protocoles et acceptons que, dans la plupart des cas, seuls des âges minimums puissent être obtenus (à partir de la calcite recouvrant la peinture). Plusieurs résultats récents, y compris sur des sites du patrimoine mondial de l'Unesco, démontrent la faisabilité et le potentiel de notre approche tout en conservant l'intégrité du patrimoine archéologique.

DES ÂGES MINIMUMS POUR LES PEINTURES PARIÉTALES IBÉRIQUES

Des exemples de spéléothèmes typiques, que l'on peut trouver associés à des peintures pariétales, ainsi que notre stratégie d'échantillonnage, nos protocoles de mesure et nos critères de fiabilité ont été présentés dans plusieurs publications (Hoffmann *et al.*, 2016, 2017, 2018a). Nous avons ainsi publié une série d'âges minimums pour de nombreux motifs de la grotte de La Pasiega en Cantabrie (Espagne). La figure 1 montre une paroi de la galerie C avec divers motifs et de nombreuses croûtes blanches, y compris sur la partie supérieure des peintures. La plupart des formations sont des spéléothèmes de type « chou-fleur » (ou coralloïde). Une étude détaillée sur la datation U-Th de ces formations (Hoffmann *et al.*, 2016) a montré que la méthode peut être appliquée de façon fiable et qu'elle donne des résultats robustes. Elle a également révélé que ces formations en chou-fleur se développent généralement très lentement – très probablement de manière épisodique –, de quelques millimètres en plusieurs milliers d'années. Des formations de ce type ont été identifiées au sommet des lignes rouges d'un motif linéaire de type scalariforme C (**Figure 1 et 2**), puis échantillonnées et soumises à la datation U-Th. Sans surprise, différentes formations sur plusieurs secteurs de la peinture se sont avérées d'âges différents (Hoffmann *et al.*, 2018b), ce qui est tout à fait cohérent avec la contrainte d'âge minimum que chaque formation fournit. Les échantillons PAS 3 et 38 ont été prélevés sur des croûtes situées au-dessus de points rouges (motif « nuage de points ») peints par-dessus des lignes du motif scalariforme. Les points sont disposés selon un groupe angulaire qui suit largement la forme du coin supérieur gauche du motif scalariforme. L'échantillon PAS 3 (O-99, Pike *et al.*, 2012) a été prélevé lors de notre première campagne d'échantillonnage, alors que dans la plupart des cas, un seul sous-échantillon a été prélevé. L'échantillon PAS 38 a été prélevé comme référence et consiste donc également en un seul sous-échantillon, suffisamment de calcite ayant été laissée *in situ* pour que l'on

puisse prendre d'autres échantillons si nécessaire. Nous avons daté les échantillons PAS 3 et 38 à $12,6 \pm 0,1$ ka et $2,2 \pm 0,1$ ka (**Figure 3**). Suivant un protocole amélioré (Hoffmann *et al.*, 2016) lors de la deuxième campagne d'échantillonnage, plusieurs sous-échantillons ont été prélevés lorsque cela était possible. Pour les PAS 33 et 34, nous avons obtenu des résultats sur trois sous-échantillons pris dans un ordre stratigraphique strict (**Figure 3**) et qui fournissent des contraintes d'âge minimum fiables pour la peinture sous-jacente. Le PAS 33 s'est formé entre 3,1 et 1,5 ka et fournit un âge minimum de 3 ka (Hoffmann *et al.*, 2016). Le PAS 34 est constitué de calcite propre et blanche à l'extérieur, mais la couche la plus proche de la peinture a une couleur légèrement jaunâtre, indiquant un degré plus élevé de détritisme, ce qui est confirmé par des valeurs de concentration en Thorium 232 plus élevées. Les trois résultats sont dans un ordre stratigraphique strict et fiable, bien que la correction appliquée augmente considérablement l'incertitude pour PAS 34 c. La couche de calcite extérieure et propre s'est formée entre 55,7 et 50,5 ka, la couche la plus proche du pigment a un âge de $79,7 \pm 14,9$ ka (**Figure 3**) (Hoffmann *et al.*, 2018a). En tenant compte de l'incertitude de datation de l'échantillon PAS 34 c, nous pouvons déduire un âge minimum de 64,8 ka pour la ligne rouge (Hoffmann *et al.*, 2018), ce qui place la peinture à une époque où l'espace européen n'était occupé que par des Néandertaliens et suggère donc fortement qu'ils sont les auteurs de cette peinture. Ce n'est pas le seul résultat montrant que les Néandertaliens se sont adonnés à l'art pariétal. C'est confirmé par des datations supplémentaires et indépendantes sur des peintures dans autres grottes (Hoffmann *et al.*, 2018). Dans la grotte de Maltravieso (Cáceres, Espagne), un encroûtement calcitique recouvre entièrement une main négative faite au pochoir sur la paroi (**Figure 4**) et la couche la plus proche du pigment a été datée à $70,1 \pm 3,4$ ka, ce qui donne un âge minimum de 66,7 ka pour la peinture associée. Là encore, les résultats de l'étude de deux sous-échantillons prélevés dans la croûte carbonatée sont stratigraphiquement cohérents, ce qui confirme la fiabilité de l'âge minimum obtenu. Enfin, une tache rouge peinte dans une niche d'une colonne stalagmitique (**Figure 5**) dans la grotte d'Ardales a également été datée de plus de 65,5 ka de façon fiable (Hoffmann *et al.*, 2018a). La datation U-Th des croûtes carbonatées dans la grotte d'Ardales a également révélé des épisodes successifs de peinture entre 48,7 ka et 45,3 ka, 45,5 ka et 38,6 ka et 63,7 ka et 32,1 ka (Hoffmann *et al.*, 2018a). Les résultats précédemment publiés de la grotte d'El Castillo, près de La Pasiega ont donné un âge minimum de 40,6 ka pour une peinture du « panneau des mains » (Pike *et al.*, 2012), ce qui indiquait déjà que les peintures pariétales du nord de l'Ibérie étaient peut-être antérieures à l'arrivée des *Homo sapiens*. Les trois résultats récemment publiés de La Pasiega, Maltravieso et Ardales démontrent de façon incontestable que des peintures pariétales ont été réalisées dans différentes parties de la péninsule ibérique avant 64 ka et qu'elles ne peuvent être que le résultat de traditions symboliques néandertaliennes. Les peintures sont situées dans des sections des grottes difficiles d'accès, notamment sans équipement moderne. Les Néandertaliens ont donc pénétré volontairement dans les parties profondes des grottes, apportant avec eux le

nécessaire pour en peindre les parois. Les motifs identifiés jusqu'à présent comme peints par les Néandertaliens sont des lignes rouges, des mains négatives au pochoir et des taches ou disques rouges, mais il est probable que d'autres le soient également puisque seule une très petite fraction des milliers de peintures pariétales connues a été datée de façon fiable.

DE NOUVELLES PREUVES DU COMPORTEMENT SYMBOLIQUE DES NÉANDERTALIENS

Une autre publication récente a également démontré que les Néandertaliens visitaient à dessein les parties profondes des grottes. Une structure en forme de cercle, construite avec des formations stalagmitiques brisées, a été découverte en profondeur dans la grotte de Bruniquel (France) (Jaubert *et al.*, 2016). Cette construction d'origine humaine a été édifiée il y a $176,5 \pm 2,1$ ka par des Néandertaliens et se trouve à plus de 300 mètres de l'entrée. Le but de la construction n'est pas connu mais l'on suppose qu'elle est liée à un comportement symbolique ou rituel (Jaubert *et al.*, 2016). Des preuves d'un comportement symbolique néandertalien ont également été trouvées à Cueva de los Aviones (Murcie, Espagne). Ici, des coquillages marins dont l'âge se situe entre 115 et 120 ka étaient utilisés comme ornements et récipients pour les pigments (Hoffmann *et al.*, 2018c). Tout cela indique des traditions symboliques des Néandertaliens, remontant à au moins 180 ka. Ils occupaient alors la majeure partie du territoire européen, et il est très probable qu'ils aient réalisés davantage encore de peintures rupestres, également étayées par des preuves graphiques sur des fragments d'os ou d'autres types d'objets (García-Diez et Ochoa, 2019). Trouver des preuves pour davantage de peintures néandertaliennes, cependant, implique d'identifier les grottes comportant des peintures néandertaliennes potentielles et couvertes de croûtes carbonatées, d'obtenir une autorisation pour en retirer des échantillons, d'être en mesure d'analyser de très petits échantillons pour datation U-Th et enfin de trouver de la calcite qui a effectivement commencé à se former peu de temps après que les peintures aient été faites. Le lieu évident pour poursuivre ces travaux serait la France, étonnamment riche en grottes ornées et qui a également été occupée par les Néandertaliens. On s'attendrait donc à y trouver des peintures pariétales du même âge qu'en Espagne. La Grotte des Merveilles, par exemple, à Rocamadour (Lot, France), comporte des peintures rupestres avec des points rouges et des mains négatives au pochoir. Certaines sont bien recouvertes de croûtes carbonatées (**Figure 6**). Lors d'une première campagne en 2013, des échantillons ont été prélevés sur ceux stratigraphiquement liés aux points rouges (**Figure 7**). La calcite s'est avérée très fine et, aux trois endroits, il a été décidé de ne prélever qu'un seul échantillon de référence. Ce n'est que pour Mer 1 que l'on a pu prélever deux sous-échantillons. La calcite échantillonnée était de bonne qualité pour Mer 1, 3 et 4, la couleur indiquant un certain degré d'inclusions détritiques. Les critères de fiabilité décrits dans Hoffmann *et al.* (2016) ne sont pas respectés pour Mer 3 et Mer 4 en raison de l'absence de

sous-échantillons successifs pour vérifier la cohérence. De plus, le Thorium n'est pas négligeable, tous les échantillons montrent un haut degré de contamination détritique (exprimé en $^{230}\text{Th}/^{232}\text{Th}_{\text{act}} < 10$). Par conséquent, la correction détritique et le facteur de correction choisis sont critiques. Nous utilisons la valeur dite « *bulk-earth* », mais le $^{230}\text{Th}/^{232}\text{Th}$ détritique initial peut potentiellement être différent, ce qui nécessite des contraintes supplémentaires. Pour Mer 1, les résultats que nous avons obtenus sont stratigraphiquement cohérents après correction, ce qui indique que le facteur de correction choisi est le bon. L'âge minimum obtenu est ici de 13 ka pour la peinture sous-jacente. Mer 3 et Mer4 indiquent respectivement des âges supérieurs à 74 ka et 48 ka, mais ces résultats sont encore considérés comme préliminaires. Leur fiabilité ne peut être testée que par des échantillons supplémentaires de la calcite, avec des sous-échantillons stratigraphiquement liés. Puisque la concentration en Uranium de la formation de calcite est désormais connue, il serait possible d'optimiser la taille des échantillons pour de multiples sous-échantillons. On pourrait ainsi prélever au moins deux sous-échantillons au même endroit, ce qui permettrait d'évaluer les possibles effets secondaires sur la calcite. Cependant, malgré nos efforts, l'autorisation ne nous en a pas été accordée et l'âge minimum des points rouges aux Merveilles restera une question ouverte tant qu'aucun autre échantillon n'aura pu être analysé. Ainsi, jusqu'à présent, la grotte des Merveilles est un exemple de cas où les résultats initiaux ne répondent pas aux critères décrits par Hoffmann *et al.* (2016), bien qu'ils indiquent provisoirement de nouvelles peintures pariétales potentiellement plus anciennes que 70 ka.