Chapitre 4

Méthodes de datation

Introduction

La nécessité d'élaborer des méthodes de datation afin de mesurer le temps plonge ses racines dans des époques reculées. Dès l'Antiquité, certaines curiosités de la nature ont suscité de multiples interrogations. Ainsi, pendant longtemps, dents de requin alors appelées glossopètres (langues de pierre), ambre, ammonites et oursins fossilisés étaient considérés comme des objets mythiques [120]. Même si dès le VI^{e} siècle avant notre ère des savants grecs ont reconnu dans les fossiles des vestiges d'êtres vivants s'étant développés dans des contextes chronologiques ou environnementaux différents de ceux qui les observaient, les légendes attachées à ces objets ont longtemps perduré et on ne s'interrogeait pas alors sur leur âge.

C'est seulement dans le courant du XVII^{e} siècle, à l'époque où l'exploration du sous-sol a permis de poser les bases de la stratigraphie, que la nature biologique des fossiles a été reconnue. Les travaux de Sténon (anatomiste et géologue danois, 1638-1686) sur la stratification des différentes couches du sous-sol et l'antériorité des plus profondes ; ceux de Hooke (physicien et naturaliste anglais, 1635-1703) qui a établi une relation entre la position des fossiles dans les couches et leur chronologie relative ; et enfin, les recherches de Leibniz (philosophe et savant allemand, 1646-1716), qui considérait que les fossiles n'étaient pas des curiosités de la nature mais des êtres vivants disparus, ont abouti à la reconnaissance de la nature des fossiles et nourri les débats sur les périodes auxquelles ces organismes avaient vécu.

Progressivement, c'est la question de l'âge de la Terre, puis de l'Homme, qui a été posée, transgressant peu à peu le carcan dans lequel l'idéologie chrétienne dominant la société de l'époque avait enfermé l'échelle temporelle. Après les premières réflexions au XVII^{e} siècle, « le déblocage de l'échelle des temps et sa déculpabilisation furent une lente acquisition du XIX^{e} siècle » ([34], p. 8). Ce siècle est en outre celui qui va voir s'épanouir la théorie évolutionniste darwinienne qui place l'être humain au sein du règne animal, alors qu'au même moment, des savants commencent à plaider pour la très grande antiquité d'outils lithiques associés à des ossements d'espèces animales disparues [121].

S'ouvre alors la quête du positionnement dans le temps des différents vestiges et événements culturels, biologiques et climatiques à partir de la seule – mais ô combien heuristique – méthode stratigraphique. Le système des trois âges (pierre, bronze, fer) est par exemple élaboré puis perfectionné en distinguant au sein de l'âge de la pierre les périodes paléolithique et néolithique ([121], p. 31). En ce qui concerne les aspects environnementaux et climatiques, des cadres chronologiques relatifs sont établis à partir de la succession des assemblages de faunes, de données botaniques (courbes polliniques) ou de critères géologiques (degré de gélifraction, sols polygonaux, horizons de pédogenèse, etc.).

S'il devient ainsi possible d'accéder à des chronologies relatives, la mesure du temps demeure toujours inaccessible.

Alors que les avancées conceptuelles et intellectuelles sur l'histoire de la Terre et de l'Homme avaient été réalisées dans le champ des sciences naturelles, c'est dans celui de la physique nucléaire, à la charnière des XIX^{e} et XX^{e} siècles, que va se poursuivre l'élaboration de l'échelle temporelle. Obtenir des dates sous forme chiffrée (chronométrie), et non plus seulement de façon relative (« avant » ou « après », selon les principes stratigraphiques), nécessitait en effet de disposer d'une sorte de compteur enregistrant des phénomènes évoluant au cours du temps. La découverte de la radioactivité en 1896 par Henri Becquerel (prix Nobel de physique en 1903, avec Marie et Pierre Curie), puis les recherches de William Libby – prix Nobel de chimie en 1960 [122-125] – sur le carbone 14, allaient ouvrir la voie à la « mesure » du temps. Par la suite, plusieurs phénomènes évoluant au cours du temps ont été exploités comme horloges chronologiques. Leurs grands principes sont énoncés dans la première partie de ce chapitre, avant la description des principales méthodes de datation adaptées à l'échelle des temps anthropologiques.

1 Les grands principes sur lesquels reposent les méthodes de datation

La longue genèse théorique puis expérimentale de la conception du temps, de la durée des temps géologiques et de l'histoire des espèces vivantes, a conduit au développement de méthodes de datation permettant d'appréhender des plages temporelles différentes à partir des propriétés de certains matériaux. Pour qu'une date chiffrée soit obtenue, plusieurs conditions doivent être réunies, comme cela a très clairement été formalisé par Langouët et Giot dans leur ouvrage paru en 1992 sur la mesure du temps en archéologie [34]. Il faut en particulier que le matériau à dater comporte en lui-même ce que l'on peut appeler un compteur, *i.e.* qu'il soit le siège de phénomènes ayant évolués au cours du temps suivant une loi physique déterminée, à partir d'une condition initiale connue. Ainsi, pour procéder à une datation chiffrée, il est nécessaire de :

- disposer d'une variable, *i.e.* d'un paramètre qui évolue au cours du temps, qui a été enregistré dans le matériau à dater et que l'on est capable de mesurer expérimentalement ;

- connaître la valeur initiale de cette variable ;

- connaître la loi d'évolution de la variable considérée, qu'elle soit monotone* croissante ou décroissante, ou non monotone ;

- connaître la dépendance de la valeur initiale et de l'évolution de la variable par rapport à l'environnement.

La figure 4.1 illustre les différents types d'évolution temporelle des variables en fonction des méthodes de datation les plus couramment utilisées en archéologie et en contexte muséal.

Une méthode qui répondrait aux quatre conditions ci-dessus pourrait à juste titre être considérée comme une méthode de datation absolue. Or, cela n'est jamais le cas. Par exemple, la vitesse d'évolution d'une variable est parfois dépendante des conditions environnementales. C'est le cas des méthodes fondées sur des cinétiques* de phénomènes chimiques tels que la racémisation des acides aminés ou l'hydratation de l'obsidienne. Dans d'autres cas, la condition initiale de la variable est difficile à déterminer (cas du carbone 14). Il est donc nécessaire, selon les cas, de calibrer les méthodes, d'établir des courbes de référence reliant des variables entre elles ou de procéder à des opérations de dosage afin d'optimiser la fiabilité des dates et des écarts-types. C'est pour l'ensemble de ces raisons que nous évitons de parler de datation « absolue » et qu'il nous paraît plus judicieux de revenir à la notion de mesure du temps, de datation chiffrée ou quantifiée.

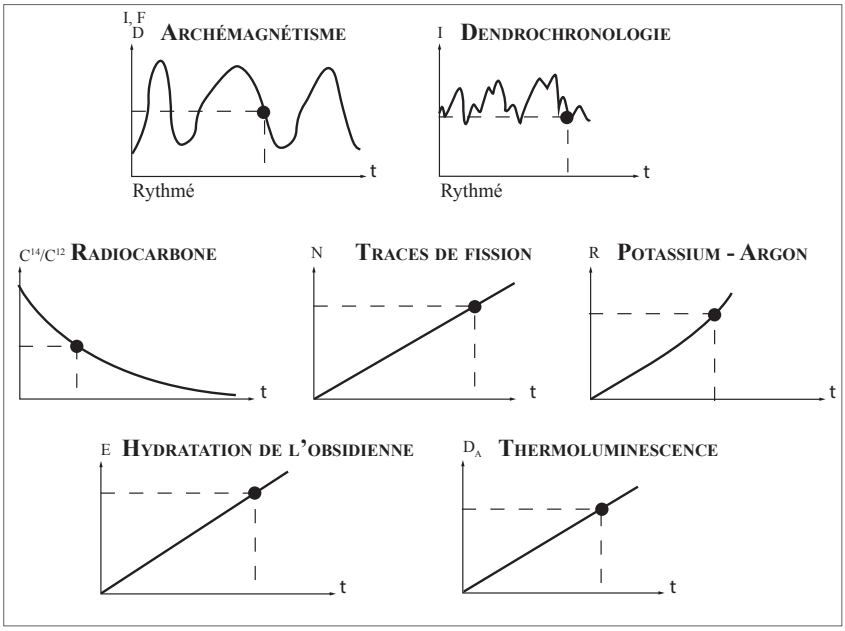


Figure 4.1 – Courbes d'évolution de quelques variables utilisées pour dater les archéomatériaux. D'après [34], p. 67.

		Méthode	Plage chronologique accessible	Phénomène daté	Matériau datable	Variable considérée	Condition initiale variable	Type d'évolution de la variable
Variable indépendante de l'environnement	*Radioactivité*	K/Ar	100 000 à 500 000 à 10 Ma	Dernière fusion / chauffe	Roches métamorphiques et volcaniques contenant du K	Formation 40Ar	Nulle	Monotone croissante
		U/Th	0 - 350 000 av. J.-C.	Précipitation	Carbonates	Déséquilibre U/Th	Nulle	Monotone croissante
		Traces de fission	Actuel à quelques Ma	Dernière fusion / chauffe	Obsidienne	Quantité des traces de fission	Nulle	Monotone croissante
		Carbone 14	Jusqu'à env. 50 000 BP	Mort organisme	Matériau contenant du C	^{14}C	Mal maîtrisée	Monotone décroissante
Variable dépendant de l'environnement	*Phénomène naturel rythmé*	Archéomagnétisme	Quelques milliers d'années	Dernière fusion / chauffe	Argiles cuites, coulées volcaniques	Champ magnétique terrestre	Non pertinent	Non monotone
		Paléomagnétisme	Plusieurs millions d'années	Dernière fusion / chauffe	Argiles cuites, coulées volcaniques	Champ magnétique terrestre	Non pertinent	Non monotone
		Dendrochronologie	11 000 av. J.-C.	Mort organisme	Bois	Épaisseur cernes de croissance	Non pertinent	Non monotone
	Stockage d'énergie dans les solides	TL	du présent à 200 000 - 500 000 av. J.-C.	Dernière chauffe	Quartz, silex, etc.	Luminescence	Nulle	Monotone croissante
		OSL	50 000 - 500 000 av. J.-C.	Enfouissement	Loess, autres sédiments avec quartz	Luminescence	Nulle	Monotone croissante
		RPE	1 Ma 5 Ma	Formation du matériau	Calcite Os et dents	Résonance paramagnétique électronique	Nulle	Monotone croissante
	Cinétiques	Racémisation des acides aminés	100 à 400 000 av. J.-C.	Mort organisme	Protéines collagène de l'os	Rapport acides aminés	Nulle	Monotone décroissante
		Hydratation de l'obsidienne	Récent à quelques Ma	Mise à nu de la surface	Obsidienne	Epaisseur couche hydratation	Nulle	Monotone croissante

Figure 4.2 – Caractéristiques des principales méthodes de datations utilisées en archéologie et plus largement dans le domaine du patrimoine culturel.

Les méthodes physico-chimiques de datation reposent sur des principes qui peuvent être classés en quatre catégories principales selon les phénomènes mis en jeu (figure 4.2) :

- la radioactivité (radiocarbone, potassium/argon, déséquilibre de chaîne de l'uranium, traces de fission, etc.) ;
- le stockage d'énergie dans les solides (TL, OSL, EPR...) ;
- la cinétique de phénomènes physico-chimiques (hydratation de l'obsidienne, racémisation des acides aminés) ;
- l'existence de phénomènes naturels rythmés (dendrochronologie, archéomagnétisme).

Le choix d'une méthode physico-chimique de datation repose sur deux paramètres principaux :

- la nature des matériaux à partir desquels la datation pourra être réalisée, chaque méthode ne pouvant être mise en œuvre que sur une gamme restreinte de matériaux (figure 4.2) : le radiocarbone s'applique à des matériaux contenant du carbone tels que les os et les charbons de bois ; la thermoluminescence et l'archéomagnétisme concernent les céramiques et plus largement certains géomatériaux naturels ou de synthèse ayant été soumis à un traitement thermique ; la dendrochronologie permet de dater

les bois ; les déséquilibres de chaîne de l'uranium s'appliquent aux calcaires, par exemple aux stalactites ; l'hydratation de l'obsidienne et les traces de fission sont utilisées sur les obsidiennes, etc. ;

- la plage chronologique à appréhender (figure 4.2) : chaque méthode a un domaine d'application spécifique plus ou moins vaste (les 10 derniers millénaires pour la dendrochronologie ; environ 50 000 BP pour le ^{14}C ; quelques centaines de milliers d'années pour la thermoluminescence ; de 400 000 à plusieurs millions d'années pour la méthode par K/Ar).

La précision attendue de la date est un autre critère à prendre en considération, chaque date étant accompagnée d'une marge d'erreur. Entrent également en jeu l'état de conservation des matériaux ainsi que la quantité de matière disponible, la datation par le carbone 14 fondée sur le comptage β^- nécessitant par exemple 10 à 100 fois plus de matière que celle reposant sur la spectrométrie de masse par accélérateur (AMS - *Accelerator Mass Spectrometry*).

Il est à noter qu'il est des cas où aucun matériau doté d'un « compteur chronologique » n'est conservé sur un site. La datation repose alors sur des méthodes relatives. C'est par exemple en relation avec les assemblages fauniques retrouvés et avec les données sédimentologiques qu'un âge de l'ordre de 6-7 millions d'années a tout d'abord été proposé pour le crâne d'un nouvel hominidé, Toumaï, découvert au début des années 2000 au Tchad [126], avant que la datation utilisant un isotope radioactif du béryllium soit utilisée [127].

Les méthodes physico-chimiques de datation ne sont cependant que l'une des approches, qui intervient, plutôt en bout de chaîne, pour la construction des temps anciens. Un ensemble de méthodes dites relatives, reposant sur la stratigraphie des archives culturelles (typologie des assemblages archéologiques, monnaies), biologiques (associations fauniques, séquences palynologiques) et sédimentaires sont les premières étapes pour appréhender la chronologie d'un site. Ainsi, la datation d'un site ou d'un objet repose sur la combinaison de différents paramètres relevant tant de l'observation, de la succession des niveaux stratigraphiques, de l'étude du matériel archéologique et environnemental que de méthodes physico-chimiques.

2 La datation par le carbone 14

Cette méthode fait partie des méthodes de datation radiométrique directe par un isotope cosmogénique, le carbone 14 (^{14}C). Le ^{14}C ayant une période de 5730 +/- 40 ans, la plage temporelle accessible est de l'ordre de 50 000 ans BP.

2.1 Le cycle biogéochimique du carbone 14

La compréhension de la datation par le radiocarbone passe par une bonne connaissance de son cycle biogéochimique, depuis sa formation dans la haute atmosphère jusqu'à son intégration dans les tissus des êtres vivants puis sa décroissance à partir de la mort de l'individu (figure 4.3).

Le carbone possède un noyau constitué de 6 protons (Z=6) et il se présente sous la forme de plusieurs isotopes. Seuls les isotopes $^{12}{}_6C$ et $^{13}{}_6C$ sont stables ; leur abon-

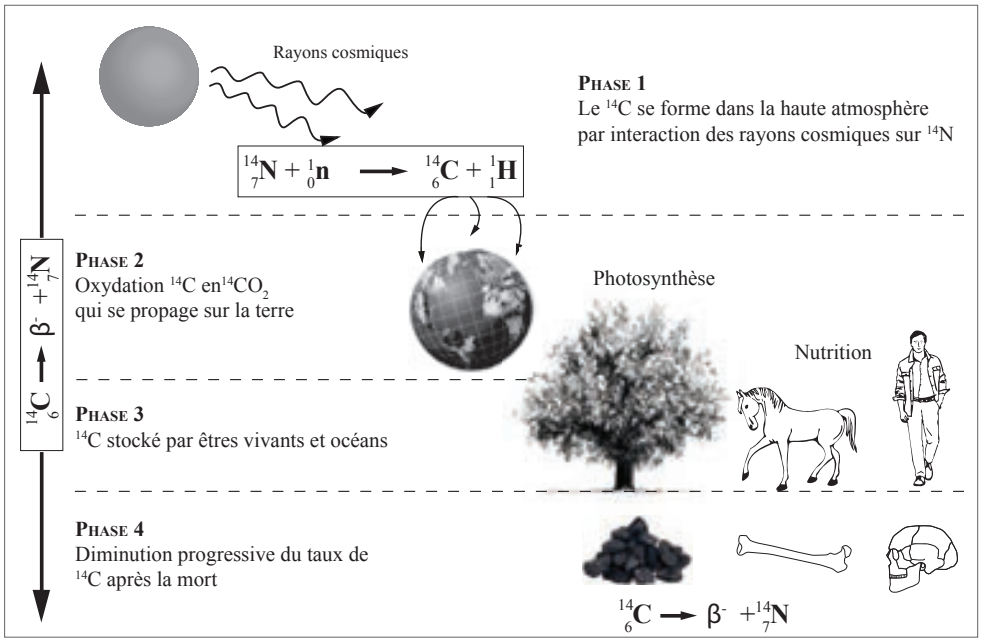


Figure 4.3 – Cycle biogéochimique du carbone 14 dans la nature.

dance isotopique est respectivement 98,89 % et 1,108 %. Parmi les isotopes radioactifs, le $^{14}{}_{6}$C se désintègre par émission d'électrons avec une période de 5730 ans, suivant l'équation :

$$^{14}_{6}\mathrm{C} \rightarrow {}^{0}_{-1}\beta + {}^{14}{}_{7}\mathrm{N}$$

La datation par ^{14}C est possible car cet isotope est formé de façon continue dans la haute atmosphère. L'interaction des atomes d'azote 14 (^{14}N) avec les neutrons (n), eux-mêmes issus de réactions de spallation* induites par des protons (p) hautement énergétiques des rayons cosmiques, produit des atomes de ^{14}C suivant l'équation de formation :

$$^{14}_{7}\mathrm{N} + {}^{1}_{0}\mathrm{n} \rightarrow {}^{14}_{6}\mathrm{C} + {}^{1}_{1}\mathrm{p}$$

Le ^{14}C étant un élément radioactif, sa désintégration commence dès qu'il s'est formé. Cependant, son renouvellement permanent dans la haute atmosphère permet de maintenir son taux à peu près constant au cours du temps dans la biogéosphère, avec une activité moyenne de 13,6 dpmg (désintégrations par minute et par gramme).

Une fois formé, le ^{14}C est rapidement oxydé en $^{14}CO_2$ par l'oxygène de l'air. Le dioxyde de carbone séjourne en moyenne six à huit ans dans l'atmosphère, conduisant à une distribution homogène du ^{14}C [128]. Le processus de photosynthèse permet ensuite

aux végétaux d'ingérer le ^{14}C à partir du CO_2 atmosphérique (en même temps que les isotopes stables du carbone qui composent également le CO_2 de l'atmosphère) et de le transformer en matière organique. Les végétaux entrent dans la chaîne alimentaire des herbivores puis des carnivores primaires et secondaires ainsi que des omnivores que nous sommes. Tous les êtres de la chaîne alimentaire sont ainsi « marqués » au ^{14}C.

Le ^{14}C est présent dans l'atmosphère, l'humus, la biosphère et les océans qui peuvent être considérés comme autant de réservoirs au sein desquels cet isotope séjourne sur de courtes périodes comparées à sa période de désintégration ([129], p. 61). Dans tout organisme vivant se développant au sein de ces réservoirs, le ^{14}C est renouvelé en permanence par le processus de photosynthèse pour les plantes ou par le biais de l'alimentation chez les animaux.

À la mort de l'organisme, les échanges avec le monde extérieur cessent. Le ^{14}C continue à se désintégrer, mais, non renouvelé, il décroît au cours du temps et le processus d'horloge radioactive est alors déclenché.

En mesurant la quantité de ^{14}C qui reste dans un organisme, connaissant la loi de décroissance de cet isotope radioactif ainsi que sa période, et postulant que la quantité de ^{14}C dans la haute atmosphère est constante au cours du temps, il est possible de remonter à la date de mort d'un organisme grâce à l'équation de désintégration universelle des isotopes radioactifs présentée dans l'encart sur la radioactivité (encart 4.1).

2.2 Mesure de la concentration en carbone 14 dans un échantillon et marges d'erreur sur les dates

De même que pour tout échantillon destiné à une analyse (*cf.* chapitre 5), le protocole de datation par le ^{14}C passe par une phase de prélèvement sur le terrain suivie d'une série d'opérations physico-chimiques de préparation de l'échantillon. En amont, il est également primordial de bien choisir les vestiges à dater : biorestes de courte durée de vie [1], n'ayant pas migré dans la matrice sédimentaire, d'origine terrestre ou marine (*cf. infra*, effet réservoir des océans), etc.

Les phases de préparation des échantillons sont relativement longues et durent généralement quelques jours. Elles ont pour but de s'abstraire de toute contamination potentielle, d'extraire et de concentrer le carbone contenu dans les échantillons. Elles comprennent un traitement mécanique (grattage ou meulage de la surface des ossements pas exemple) suivi de traitements chimiques (attaques acides pour les carbonates ; basiques pour les acides fulviques et humiques). Récemment, de nouveaux protocoles ont vu le jour permettant d'extraire et de séparer certains constituants moléculaires tels que des acides gras ou des acides aminés, pour les dater individuellement [130-132].

L'objectif n'est pas ici de détailler ces phases de préparation qui sont par ailleurs bien décrites dans les ouvrages et les articles spécialisés, mais de fournir quelques éléments

1. On peut utiliser des graines par exemple ; dans le cas de charbon de bois, il est important de procéder à une étude anthracologique au préalable pour éviter les cernes anciens.

sur les méthodes de mesure du ^{14}C résiduel dans l'échantillon, une fois que ce dernier a été préparé pour l'analyse.

Deux méthodes peuvent être mises en œuvre pour mesurer la quantité de ^{14}C dans un échantillon : détermination de l'activité spécifique de l'échantillon en ^{14}C ou mesure directe du nombre d'atomes de ^{14}C résiduels.

La première méthode qui a été développée, le comptage de la radioactivité, aussi appelé comptage β^-, permet, à partir du comptage des désintégrations par minute et par gramme de remonter à la quantité de ^{14}C présente dans l'échantillon. Cette méthode nécessite des temps de comptage de quelques jours de manière à accéder à un nombre de désintégrations statistiquement représentatif. Les quantités d'échantillon nécessaires ne sont pas négligeables.

Dans les années 1980, grâce au développement conjoint des accélérateurs de particules et de la spectrométrie de masse, il est devenu possible de mesurer directement la quantité d'atomes de ^{14}C présents dans un échantillon par AMS. Cette méthode présente le double avantage d'une mesure rapide (de l'ordre d'une heure, sans compter la préparation de l'échantillon) et de ne nécessiter que de très faibles quantités de matière.

Par convention, les datations par le ^{14}C sont toujours présentées en âges BP (*Before Present*), c'est-à-dire avant 1950. Elles peuvent ensuite être calibrées par différentes méthodes comme nous le verrons plus loin et sont alors notées cal BP, cal BC ou cal AD. Elles sont accompagnées d'un écart-type (qui mesure la dispersion des données), aussi appelé intervalle de confiance, lié à la nature du phénomène radioactif lui-même qui est de type probabiliste.

2.3 La calibration des dates carbone 14

En utilisant un compteur Geiger modifié et une période de 5568 ans, Arnold et Libby [124] ont déterminé l'activité β^- du ^{14}C pour des échantillons très variés, dont certains avaient été prélevés sur des vestiges archéologiques d'âge connu. Dès la fin des années 1950, des valeurs discordantes ont été trouvées lors de la datation d'anneaux d'arbres et de bois provenant de pyramides égyptiennes en utilisant la valeur de 13,6 dpmg [133, 134]. C'est une différence systématique entre les dates obtenues par le ^{14}C et celles établies dans d'autres domaines (dendrochronologie et égyptologie) qui a permis de s'apercevoir que la méthode de datation fondée sur la radioactivité du ^{14}C avait tendance à « rajeunir » les échantillons.

Parallèlement à ce constat, les recherches menées en géochimie sur le cycle du carbone dans la biogéosphère ont montré que le taux de formation de ^{14}C dans la haute atmosphère avait varié au cours du temps. On sait maintenant que la fluctuation de la quantité de ^{14}C dans l'atmosphère est liée à deux phénomènes : la variation de l'activité solaire et les modifications du champ magnétique terrestre.

Les variations de l'activité solaire, avec une périodicité de 22 ans ([135], p. 120), ont une influence directe sur la quantité de rayons cosmiques, responsables de la formation du ^{14}C, arrivant dans la haute atmosphère : lorsque l'activité solaire est intense, les vents solaires dévient les rayons cosmiques et le taux de ^{14}C produit dans la

haute atmosphère s'en trouve réduit. En outre, les modifications du champ magnétique terrestre (CMT), et en particulier celles de son intensité, ont une influence sur la pénétration des rayons cosmiques dans la haute atmosphère. Le CMT jouant le rôle d'écran pour ces rayons, plus il est intense, moins ces derniers pénètrent dans la haute atmosphère, influant ainsi sur la quantité de ^{14}C formé. La combinaison de ces variations provoque une modification du taux de ^{14}C dans la haute atmosphère. La teneur en ^{14}C est néanmoins demeurée relativement stable ces deux derniers millénaires, tout au moins jusqu'aux explosions et essais nucléaires et à l'utilisation massive de combustibles fossiles (effet de Suess), spécialement dans les régions liées à une forte activité anthropique. Pour les périodes antérieures, le nombre de désintégrations par minute par gramme de carbone est proche de 13,6 mais varie autour de cette moyenne, produisant un rajeunissement des dates obtenues.

Le problème majeur de la datation par le ^{14}C, par rapport aux autres méthodes fondées sur le phénomène de radioactivité, est lié à l'impossibilité de mesurer le rapport de l'élément-fils par rapport à l'élément-parent car l'azote formé par désintégration du ^{14}C ne se distingue pas de l'azote présent par ailleurs dans l'échantillon. Le seul moyen de réaliser une datation par le ^{14}C est donc de mesurer la décroissance de ce radionucléide en postulant que le taux initial est constant, tout au moins en première approximation.

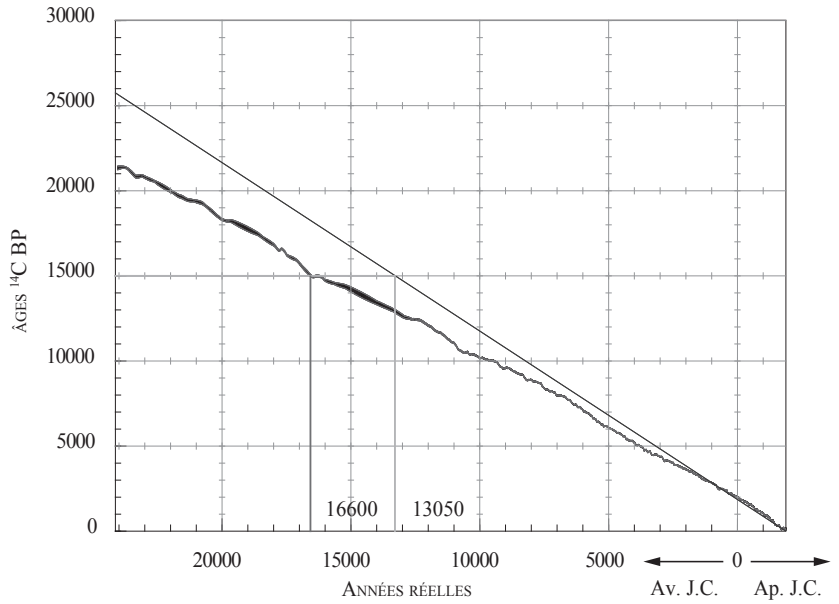


Figure 4.4 – Courbe de calibration du ^{14}C par la dendrochronologie, IntCal13 [138, 139].

Ce taux ayant en réalité varié au cours du temps, il a été nécessaire de calibrer les dates ^{14}C, c'est-à-dire d'élaborer une courbe de correspondance entre les dates ^{14}C et les dates dites en années réelles, obtenues par une autre méthode. Cette courbe de correspondance (courbe de calibration) a été réalisée en datant par deux méthodes

différentes (par le radiocarbone et par la dendrochronologie) un même échantillon prélevé sur des cernes d'arbre. Chacun a eu le loisir de remarquer, au gré de promenades campagnardes, que la tranche des bois était caractérisée par une alternance de cercles, les cernes, d'épaisseurs variables. Dans les régions tempérées, les arbres produisent un cerne de bois annuellement. Cette spécificité a permis de mettre en place une méthode de datation précise à l'année près, la dendrochronologie (*cf. infra*). Ainsi, en disposant d'un éventail d'arbres d'âges bien datés par dendrochronologie, il a été possible de les dater par le ^{14}C et d'établir une courbe de correspondance universelle entre les dates ^{14}C et les dates dendrochronologiques dites dates en années réelles ou calendaires (figure 4.4). Cette courbe, qui a commencé à être établie dans les années 1970 par Suess [136], est sans cesse améliorée, en particulier dans le cadre du programme IntCal qui a démarré en 1993. En se fondant sur un ensemble d'archives variées (coraux, varves, carottes sédimentaires), les chercheurs impliqués dans ce programme font progresser la courbe de calibration, les dernières en date ayant été publiées en 2009 et 2013 [137-139].

2.4 La notation des dates carbone 14 et les plages favorables de calibration par la dendrochronologie

Les années calendaires (*i.e.* années réelles) basées sur des données dendrochronologiques correspondent aux années ^{14}C jusqu'en 500 av. J.-C. Avant cette date, les âges ^{14}C sont systématiquement plus récents que les dates calendaires (par exemple [140]). Par exemple, vers 5 000 av. J.-C., l'erreur est proche de 900 ans.

Les années ^{14}C ne correspondant pas aux années calendaires, en raison de la fluctuation de la quantité de ^{14}C formée dans la haute atmosphère, il était nécessaire d'exprimer les dates, avant calibration, à partir de la même valeur de taux initial de ^{14}C.

En fonction de l'allure de la courbe de calibration, directement liée aux fluctuations de ^{14}C dans l'atmosphère, le processus de calibration fournit des dates plus ou moins précises. Ainsi, certaines portions de courbe sont assimilables à une droite affine. Dans ce cas, la calibration donne lieu à des dates relativement précises. En revanche, la courbe présente par endroits des plateaux : c'est par exemple le cas de périodes cruciales comme la transition Paléolithique moyen / Paléolithique supérieur concomitante avec les grands changements biologiques (Neandertal versus Homme anatomiquement moderne) ou encore pour l'âge du fer. Les plages de dates obtenues après calibration peuvent alors être relativement étendues (figure 4.5).

Dans certains cas, pour une datation BP, plusieurs intervalles chronologiques, affectés de probabilités différentes, sont obtenus après calibration. C'est ce qui est arrivé pour la datation de l'homme des glaces Ötzi [142-143].

Il importe donc, avant de lancer un programme de datation par la méthode du radiocarbone de bien réfléchir à la précision attendue par rapport à la problématique définie et de s'enquérir de la précision que l'on peut obtenir après calibration en fonction de la période considérée. Les dates ^{14}C calibrées sont ainsi intéressantes pour le Néolithique entre 5100 et 4300 av. J.-C., entre 2000 et 800 av. J.-C. pour l'âge du bronze et autour de 400 av. J.-C. pour l'âge du fer. En revanche, pour cette dernière

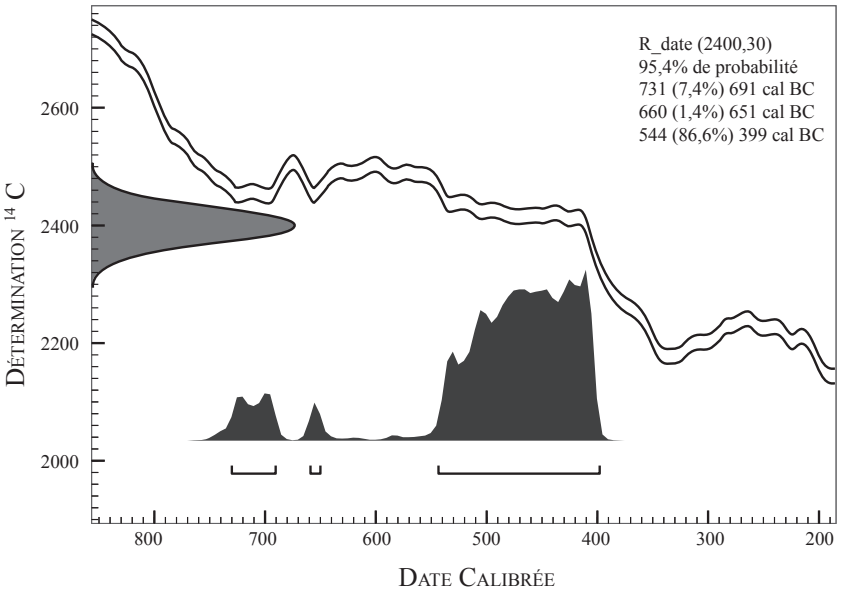


Figure 4.5 – Exemple de plateau sur la courbe de calibration du ^{14}C, OxCal 2.4 [139] et IntCal13 [141].

période, aucune date précise entre 800 et 400 av. J.-C. ni entre 400 et 150 av. J.-C. ne peut être obtenue en raison de plateaux sur la courbe de calibration [33].

2.5 L'effet réservoir des océans : une cause de correction des dates carbone 14

La calibration des dates ^{14}C peut être considérée comme une correction liée aux fluctuations de la quantité de ^{14}C dans l'atmosphère. D'autres phénomènes liés au cycle biogéochimique du carbone sont également à prendre en considération pour l'obtention de dates fiables. En particulier, les dates obtenues sur des organismes liés à l'écosystème marin nécessitent une correction spécifique.

Après oxydation en $^{14}CO_2$, une partie du ^{14}C est incorporée par les organismes vivants *via* le phénomène de photosynthèse puis tout au long de la chaîne alimentaire, tandis que l'autre partie sera intégrée aux eaux marines par dissolution dans les eaux superficielles.

Lorsque les échanges sont assez rapides, le renouvellement du ^{14}C permet de maintenir sa quantité relativement constante. En revanche, dès que les échanges sont lents, le renouvellement ne suffit pas toujours à compenser la désintégration naturelle du ^{14}C en azote et le taux de ^{14}C y devient alors plus faible que dans l'atmosphère. Dans la biosphère, le renouvellement est relativement rapide et le problème du temps de séjour dans ce réservoir ne se pose donc pas. En revanche, dans les océans, le renouvellement est plus lent et ne suffit pas à compenser la décroissance radioactive. En particulier, les

échanges entre les eaux profondes océaniques et l'atmosphère qui contient du $^{14}CO_2$ avec du ^{14}C récemment formé, sont difficiles. Les eaux profondes sont donc nécessairement appauvries en ^{14}C par rapport aux couches superficielles. Le ^{14}C des couches superficielles venant à la fois des niveaux océaniques profonds et de l'atmosphère, elles sont appauvries en ^{14}C par rapport à l'atmosphère. L'accumulation du ^{14}C dans les océans est dénommée « effet réservoir » et a pour conséquence de vieillir les dates ^{14}C obtenues sur des organismes intégrant du $^{14}CO_2$ d'origine marine. À l'heure actuelle, on sait qu'un échantillon provenant des couches superficielles océaniques est vieilli en moyenne de 400 ans tandis qu'un échantillon issu des couches profondes est vieilli de 700 ans (voire jusqu'à 2 000 ans dans les fosses profondes du Pacifique). Cependant, ces données ne correspondent qu'à des moyennes et varient en fonction de la partie du globe considérée.

Cet effet réservoir des océans a une conséquence directe sur les dates obtenues sur des organismes marins (coquillages, poissons, mammifères marins). Dans ce cas, une correction des dates peut être effectuée en fonction des données disponibles sur l'amplitude de l'effet réservoir dans la région considérée. Les populations s'étant nourries partiellement ou totalement de ressources marines vont également voir leur taux de ^{14}C dans les ossements affecté. Dans ce cas, la connaissance du régime alimentaire des populations étudiées, qui peut être appréhendée à partir de la mesure des isotopes stables du carbone et de l'azote dans les ossements, et / ou grâce à certains éléments-traces et à leurs isotopes, sera une donnée importante pour interpréter correctement les dates obtenues. Inversement, l'effet réservoir a récemment permis d'utiliser le ^{14}C comme un traceur alimentaire afin de distinguer régimes alimentaires marins et terrestres au sein de populations côtières dans la péninsule arabique [144].

2.6 Le fractionnement* isotopique : un autre phénomène à prendre en considération pour corriger les dates carbone 14

Obtenir des dates ^{14}C comparables quel que soit l'échantillon considéré suppose que tout organisme possède le même taux de ^{14}C dans ses tissus au moment de sa mort. Si l'on excepte les organismes marins, on pourrait supposer que, pour une période donnée, le taux de ^{14}C ne varie pas d'un organisme vivant à l'autre étant donné que la source de carbone primaire est issue du CO_2 atmosphérique. C'est compter sans le phénomène de fractionnement isotopique qui préside à un ensemble de réactions responsables de la transformation des composés carbonés dans les organismes vivants, qu'elles soient physiques, chimiques ou biologiques. Ainsi, lors des cycles biochimiques (photosynthèse, nutrition) qui affectent les composés carbonés, chacun des isotopes du carbone ne réagit pas de la même façon, certains isotopes étant plus réactifs que d'autres. Le produit final de la réaction n'a donc plus la même composition isotopique que le produit initial. C'est ce phénomène qui est appelé fractionnement isotopique. Ce fractionnement n'est pas le même dans tous les organismes : il est directement dépendant de la chaîne de réactions biochimiques qui a lieu, mais aussi de la source de carbone utilisée et donc du régime alimentaire. Aussi, l'évaluation de ce fractionnement isotopique est importante afin de déduire le taux de ^{14}C dans l'organisme à sa mort. On ne peut pas l'évaluer en mesurant le rapport $^{14}C/^{12}C$ au moment de la datation puisque le rapport initial a été modifié par la diminution de la quantité de

^{14}C depuis la mort de l'organisme. Mais comme il existe une relation connue entre le fractionnement isotopique sur le ^{14}C et sur le ^{13}C par rapport au ^{12}C, on peut extrapoler en mesurant le rapport $^{13}C/^{12}C$ dans l'échantillon.

Ainsi, lors de toute datation par le ^{14}C, une mesure du rapport $^{13}C/^{12}C$ peut être effectuée afin d'introduire une correction liée au phénomène de fractionnement isotopique.

À la lecture de cet exposé, nécessairement partiel et synthétique, sur la datation par le ^{14}C, nous espérons avoir montré à quel point cette méthode, bien que si souvent citée, est mal connue dans sa globalité. Il serait ridicule de la rejeter pour autant, tendance qui est parfois de mise face à la difficulté de comprendre ou d'interpréter certaines dates ou à la déception de la faible précision des résultats après calibration.

Simplement, comme toute méthode scientifique, il importe d'en bien connaître les points forts et les limites.

Seul un dialogue constant entre connaisseurs des échantillons et du contexte dont ils sont issus et spécialistes des méthodes de datation permet de décider de lancer ou non un programme de datation et d'interpréter les dates avec toutes les précautions nécessaires.

3 La dendrochronologie

Un arbre forme chaque année un cerne de croissance dont l'épaisseur varie au cours du temps en fonction des conditions environnementales (figure 4.6). C'est sur la mesure de l'épaisseur de ces cernes que repose la datation par dendrochronologie.

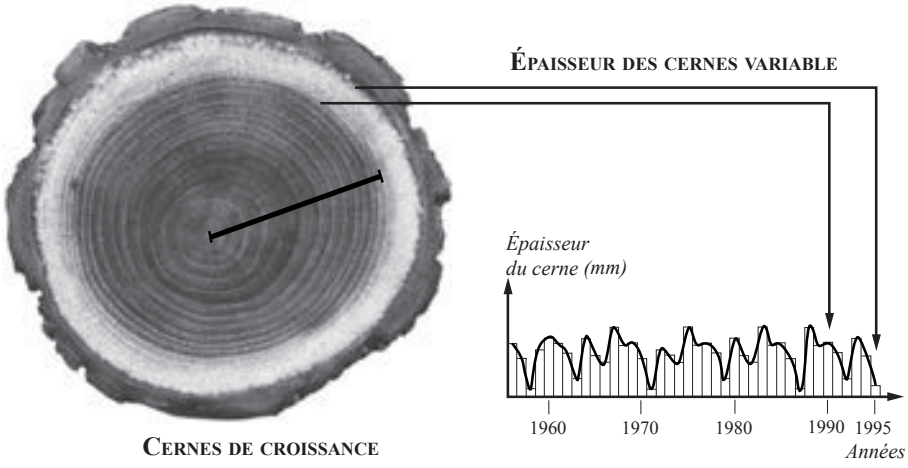


FIGURE 4.6 – Schéma utilisé pour la datation par dendrochronologie sur lequel en abscisse est reportée l'année et en ordonnée l'épaisseur du cerne correspondant.

L'élaboration de cette méthode est la parfaite illustration de recherches qui, menées dans un champ disciplinaire donné, en l'occurrence l'astronomie, ont trouvé leur plein

épanouissement dans un autre domaine, l'archéologie. C'est en effet un astronome américain, Andrew Ellicott Douglass (1867-1962) qui, en recherchant une relation entre la croissance des arbres et les variations de l'activité solaire, s'aperçut que l'épaisseur des cernes de croissance, observée sur des poutres anciennes et sur des séquoias d'âges différents, était liée aux variations climatiques. Il remarqua que certaines années se traduisaient par des épaisseurs particulières de cernes, les années sèches étant par exemple marquées par des cernes très peu épais. En établissant des graphes de l'épaisseur des cernes en fonction du temps (figure 4.6), il créa ainsi la méthode de la dendrochronologie et put dater des sites amérindiens.

3.1 Les phénomènes naturels à l'origine de la datation par dendrochronologie

Au cours de leur croissance, les arbres produisent du bois sous forme de cernes concentriques. En région tempérée, la croissance a lieu au printemps et pendant l'été. Au cours du printemps, se forme un bois clair présentant généralement des vaisseaux de diamètre important dans lesquels circule la sève tandis que l'activité se ralentissant pendant l'été donne naissance à un bois plus sombre au sein duquel les vaisseaux sont de plus petit diamètre. Chaque cerne se forme sur la partie extérieure de l'arbre, sous l'écorce, au niveau du cambium*, qui est l'assise génératrice du liber*. Pendant l'hiver, la croissance s'arrête, provoquant une rupture visible entre l'ancien et le nouveau cerne. Ainsi, chaque année, un cerne dont la partie interne est claire et la partie externe est sombre, se forme.

L'épaisseur des cernes dépend des conditions environnementales au sein desquelles l'arbre se développe mais aussi des caractéristiques propres de l'arbre. Ainsi pour une même espèce, une même région et une même période, aux accidents individuels prêts (maladies qui affectent certains arbres par exemple), la courbe présentant l'épaisseur des cernes en fonction des années est la même pour l'ensemble des arbres appartenant à la même espèce. Pour certaines années de conditions climatologiques plus difficiles ou à cause de problèmes liés aux attaques d'insectes il se peut que certains arbres, tels les conifères, aient un cerne manquant ou un double cerne. Seule une bonne connaissance des espèces permet de se rendre compte de ces situations [145, 146].

3.2 Principe de la méthode

L'obtention d'une date par dendrochronologie passe par les étapes suivantes [147, 148] :

- élaboration d'une courbe moyenne de référence présentant l'épaisseur des cernes en fonction de leur année de formation pour une espèce et une région données, sur la période la plus longue possible ;

- réalisation du graphique pour un bois, ou plusieurs bois à dater, de l'épaisseur des cernes en fonction de leur année de formation ;

- calage par une batterie de tests statistiques de la séquence obtenue pour le bois à dater avec la séquence de référence.

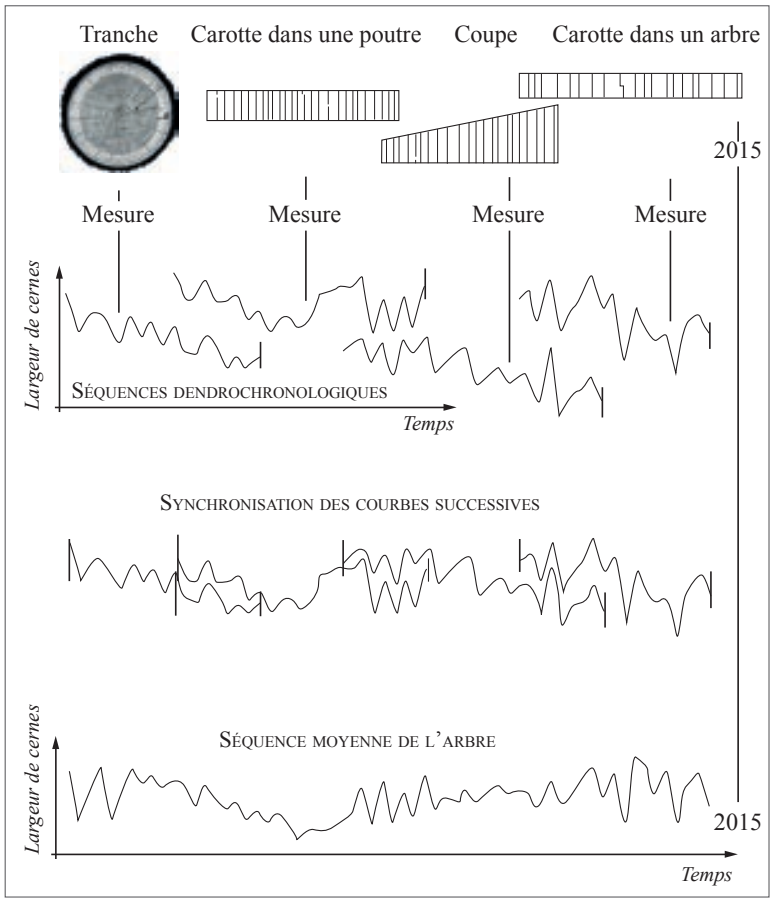


Figure 4.7 – Courbes dendrochronologiques d'arbres se recoupant chronologiquement et permettant d'établir une séquence moyenne de référence.

Pour établir la séquence de référence, il faut disposer de bois d'âges différents. En partant de l'arbre le plus récent (arbre 1), on établit sa séquence dendrochronologique. Puis on continue la séquence à l'aide d'un autre arbre (arbre 2) dont la fin de la vie a eu lieu en même temps que le début de la vie du suivant (arbre 1), et ainsi de suite (figure 4.7).

Afin d'éviter les variations liées à l'histoire individuelle de chaque arbre, c'est un graphique moyen qui est établi à partir de plusieurs échantillons de bois du même âge pour chaque partie de courbe. Sur la séquence de référence obtenue, apparaissent en général des années dites remarquables, par un cerne particulièrement épais ou étroit. Ces cernes sont importants par la suite pour caler la séquence à dater sur la séquence de référence.

Les référentiels sont spécifiques (au sens botanique du terme) et régionaux. En ce qui concerne le territoire français, ils ne couvrent ni toutes les périodes ni toutes les régions

dans la mesure où ils sont inféodés à la conservation du bois qui n'a lieu bien souvent que dans des conditions bien particulières [148]. Les sites lacustres ont notamment fourni de larges séquences dendrochronologiques. Chêne et mélèze, ce dernier pour les zones montagneuses, sont les deux espèces pour lesquelles les référentiels sont les plus complets. Lorsque l'on souhaite dater une autre espèce, la procédure par hétéro-corrélation, qui consiste à corréler la courbe obtenue sur une espèce dont on ne possède pas de référentiel, avec celle du référentiel d'une autre espèce, permet de pallier l'absence de courbe de référence [148].

La corrélation entre la séquence à dater et la séquence de référence est réalisée à l'aide d'outils statistiques adaptés en prenant en particulier en considération des épaisseurs de cernes remarquables. Si bien souvent les bois à dater proviennent de contextes pour lesquels le matériel archéologique fournit déjà des éléments chronologiques, même imprécis, il arrive aussi qu'aucune indication chronologique ne soit disponible. Ce peut être le cas de pirogues retrouvées en contexte lacustre ou fluviatile, d'éléments architecturaux ou de tout autre élément en bois découvert hors contexte. Dans ce cas, une datation par ^{14}C, permettant de positionner le bois au sein d'une fourchette chronologique, est réalisée. Cela permet de limiter la plage chronologique de la courbe de référence à utiliser pour caler la séquence à dater et ainsi de minimiser le temps de traitement des données et d'augmenter la probabilité de corrélation entre la séquence à dater et la séquence de référence. Par ailleurs, pour les périodes plus récentes, les cadres de peintures, les sculptures et le mobilier ont aussi apporté leur contribution à cette technique, sachant que certains artistes signent leurs œuvres et y apposent une date.

Il est à noter qu'en aucun cas la date ne s'obtient en comptant les cernes d'un arbre. En effet, les cernes ne poussent pas dans la longueur de l'arbre mais s'amenuisent au fur et à mesure que l'arbre pousse. Ainsi, à une certaine hauteur de l'arbre, les premiers cernes formés ne sont plus visibles ([148], figure 4.8). La datation repose donc sur l'analogie entre la séquence de référence d'un bois à dater et la séquence de référence.

Lorsque les datations sont réalisées dans les meilleures conditions possibles (échantillons de bonne qualité, référentiel adapté), la datation est précise à l'année près. La date obtenue correspond à celle de l'abattage de l'arbre. Il est même possible, dans certains cas, de préciser la saison d'abattage en raison de l'évolution des caractéristiques du cerne au cours de l'année (couleur, diamètre et densité de vaisseaux).

3.3 Les contraintes à respecter pour obtenir une datation fiable

Outre le fait qu'il est nécessaire de disposer d'une séquence de référence appropriée, la datation par dendrochronologie n'est possible que si les échantillons présentent certaines caractéristiques. L'espèce, nous l'avons déjà évoqué, est importante, toutes les espèces n'ayant pas la même capacité dendrochronologique. Certaines ont des cernes bien délimités, faciles à repérer et à mesurer. C'est le cas du chêne par exemple. Pour le hêtre en revanche, la lecture est plus difficile car les cernes de ce bois ne présentent pas de zone initiale à gros pores. Le tilleul, qui est un bois lisse, homogène et régulier, ne présente pas non plus de cernes bien marqués. Avant toute datation, il

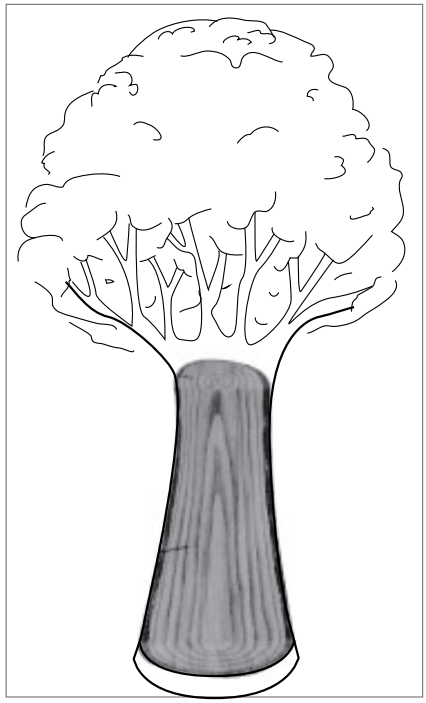


Figure 4.8 – Schéma de croissance des cernes d'un arbre au niveau du tronc. D'après [148].

est donc nécessaire de déterminer l'espèce dont provient le bois à dater. En outre, la formation des cernes étant liée aux phénomènes saisonniers, les bois poussant en zone tropicale, dans laquelle les saisons ne sont pas marquées, ne présentent pas de cernes et ne peuvent donc pas être datés par cette méthode.

Afin de pouvoir corréler la séquence à dater avec celle de référence, il importe également de disposer de bois sur lesquels on peut compter un nombre suffisant de cernes. Dans le cas de bois isolés, un nombre minimum de 50, voire 80 cernes est généralement nécessaire [148].

La séquence à dater doit être complète, c'est-à-dire qu'il doit être possible de repérer le dernier cerne formé, sinon une datation à l'année près n'est pas possible. Lorsque l'écorce ou le cambium est conservé, aucun cerne ne manque. Si cela n'est pas le cas, le repérage de l'aubier, qui constitue une partie du liber, permet de proposer une datation à quelques années près. L'aubier est la partie du bois située en périphérie de l'arbre, sous l'écorce, parcourue par la sève brute du vivant de l'arbre. Il est en général plus clair que le bois de cœur, constituant le bois central, dur, sombre et composé de bois mort. Il est bien visible pour certaines espèces (chêne, châtaignier, orme) mais invisible sur d'autres tels que les résineux par exemple.

D'autre part, toute déformation des cernes, à la base du tronc à la naissance des racines, au niveau d'un nœud, ou encore d'un départ de branche (zones de double centre), rend la lecture des cernes délicate, voire impossible.

Enfin, lorsque la pression anthropique sur le milieu a été importante, elle a pu considérablement modifier la croissance des cernes, rompant la relation épaisseur de cernes / conditions environnementales naturelles. Dans certains milieux très anthropisés, l'étude des cernes fournira donc des informations sur les relations homme / environnement mais sera inopérante pour établir une datation. De façon plus ponctuelle, un incident ayant affecté un arbre ou un groupe d'arbres (parasitisme, maladies, etc.) devra être repéré afin d'exclure ces individus lors du processus de datation par dendrochronologie.

Synthétiquement, la séquence d'opérations à réaliser pour établir une datation par dendrochronologie peut être résumée ainsi :

- choix de l'échantillon (espèce, écorce, position sur l'arbre) ;
- détermination de l'espèce ;
- évaluation rapide du nombre de cernes ;
- recherche du dernier cerne formé (par repérage de l'écorce ou du cambium) ou évaluation du nombre de cernes manquants (grâce à l'aubier) ;
- mesure des cernes et réalisation du graphique représentant l'épaisseur des cernes en fonction du temps ;
- réalisation du graphique moyen sur un grand nombre d'échantillons ;
- calage du graphique moyen sur la séquence de référence ;
- énoncé des résultats en précisant le type de tests statistiques utilisés pour le calage sur la séquence de référence et la séquence de référence utilisée.

Il importe ici de préciser que l'âge obtenu est celui de l'abattage d'un arbre et en aucun cas du moment précis de son utilisation. Aussi, une fois l'âge obtenu sur un échantillon, il doit être confronté à celui de séries afin d'interpréter les données au mieux et de tenir compte des utilisations et ré-utilisations possibles des bois considérés.

À la croisée de la chronologie, de l'environnement, du climat, de l'archéologie, de l'histoire de l'art et de l'histoire des techniques, l'étude des cernes des arbres n'ouvre pas la voie à la seule datation d'un site, d'une poutre ou d'un objet mais permet d'accéder à une multitude de renseignements tant sur l'évolution des climats du passé, que sur celle des relations hommes / environnement ou encore sur certaines activités artisanales ou artistiques [149].

4 Thermoluminescence (TL) et méthodes de la même famille (OSL et RPE)

Le phénomène de thermoluminescence de certains minéraux a été mentionné pour la première fois en 1663 par Robert Boyle, physicien et chimiste irlandais (1627-1691), qui présenta les résultats de ses observations devant la *Royal Society of London*. Il précisa alors qu'il avait observé une émission de lumière après avoir chauffé un diamant

dans le noir [150]. Ce n'est que plus tardivement que l'origine de ce phénomène fut élucidée et que l'on eut l'idée de l'utiliser pour des datations. Le laboratoire d'archéométrie d'Oxford (*Research Laboratory for Archaeology and the History of Art*) a joué un rôle fondamental dans l'essor de cette méthode qui s'est développée à partir des années 1960 sous la direction de Martin Aitken [151]. Le lecteur désireux d'en savoir plus sur l'ensemble des méthodes de luminescence et leurs développements les plus récents pourra se reporter à l'ouvrage récemment publié par Liritzis et collaborateurs en 2013 [152].

4.1 Principes de la thermoluminescence

La datation par thermoluminescence (TL) met en jeu les propriétés des matériaux relevant de la *physique des solides* et de la *radioactivité naturelle* [153]. Le phénomène de thermoluminescence lui-même peut être défini comme la capacité d'un minéral à émettre une énergie sous forme de lumière lorsqu'il est chauffé.

Sous l'effet des rayonnements émis par des éléments naturellement radioactifs présents dans l'environnement et au sein même des matériaux à dater, des électrons peuvent être piégés au niveau de défauts cristallins, aussi dénommés sites « pièges », pendant des temps longs. Lors d'une chauffe importante (cuisson d'une céramique par exemple), les électrons sont libérés et les pièges se vident. On dit couramment que le « compteur est remis à zéro ». Les électrons s'accumulent alors de nouveau dans les pièges des minéraux. Après la découverte de l'objet, « il suffit » de chauffer le matériau en laboratoire pour libérer les électrons de leurs pièges, ce qui provoque l'émission, sous forme de photons (phénomène de luminescence), de l'énergie emmagasinée. L'intensité de la luminescence, qui est le paramètre mesuré en laboratoire, est proportionnelle au nombre d'électrons piégés, lui-même proportionnel au temps écoulé depuis la « remise à zéro » du compteur chronologique. En connaissant la relation de proportionnalité entre lumière émise et temps écoulé, il est alors possible de dater le matériau. L'événement daté est la dernière chauffe suffisamment importante du matériau qui a vidé la totalité des sites pièges.

Contrairement à toutes les méthodes de datation fondées sur le phénomène de désintégration radioactive, qui reposent sur la décroissance d'un élément dans le matériau à dater (diminution progressive de la quantité d'élément radioactif qui se désintègre), la thermoluminescence est fondée sur un mécanisme d'accumulation. En outre, alors que dans le cas des désintégrations nucléaires, le phénomène est totalement indépendant du type de matériau à dater et des conditions environnementales, pour ce qui concerne la TL, la méthode dépend à la fois du type de matériau (impuretés présentes, histoire thermique) et de l'environnement dans lequel il a séjourné.

4.2 La cause du piégeage des électrons

Les sources naturelles de radioactivité mises en jeu dans la datation par thermoluminescence sont les éléments radioactifs présents dans l'environnement et ceux contenus dans le matériau à dater lui-même. Ce sont les isotopes de l'uranium (principalement ^{238}U), du thorium (^{232}Th) et du potassium (^{40}K) qui participent le plus largement à

cette radioactivité naturelle. L'uranium 235 (^{235}U) et le rubidium 87 (^{87}Rb) contribuent également, mais plus faiblement.

Les différentes radiations émises sont plus ou moins pénétrantes : les particules α et β sont de court parcours (en moyenne 0,01 à 0,05 mm pour les radiations α et 2 mm pour les radiations β). Le rayonnement γ, de nature électromagnétique, est en revanche beaucoup plus pénétrant et a une portée de 20 à 30 cm [129]. Ainsi, les principales sources d'énergie à l'origine de la thermoluminescence dans les minéraux sont les suivantes :

- rayonnements α et β par désintégration radioactive du matériau à dater ;
- rayonnement γ provenant de la désexcitation des noyaux radioactifs de l'environnement du matériau à dater ;
- rayons cosmiques.

L'irradiation naturelle est fortement dépendante de l'environnement. Les régions granitiques de Bretagne présentent par exemple une radioactivité naturelle plus élevée que le bassin parisien sédimentaire. Le climat et le taux d'humidité ont aussi leur influence dans la mesure où ils vont influer sur les parcours moyens des radiations. La présence d'eau dans le sol et dans la céramique, surtout si elle est très poreuse, modifie la quantité de radiation absorbée (dose annuelle) par les matériaux [154, 155].

Au bout d'un certain temps, de l'ordre de quelques centaines de milliers d'années, les niveaux d'énergie correspondant aux pièges sont remplis et le processus d'accumulation en fonction du temps passé s'arrête (phénomène de saturation des pièges). Il n'existe alors plus de relation entre la population du piège et le temps écoulé ; il n'est donc pas possible de dater les matériaux trop anciens dans lesquels les pièges sont saturés. Le temps nécessaire à la saturation des pièges dépend à la fois de la nature du matériau à dater (nombre et nature des pièges) et de la radioactivité naturelle de l'environnement.

4.3 Fonctionnement de la méthode

Pour qu'un matériau puisse être daté par thermoluminescence, il faut qu'il présente les propriétés suivantes :

- contenir des minéraux dotés de la propriété de thermoluminescence comme les feldspaths, la calcite ou le quartz ;
- avoir été chauffé à un moment de son histoire soit en relation avec un phénomène naturel (incendie de forêt, éruption volcanique) soit suite à une action anthropique (fabrication d'une céramique, pierres dans un four ou un foyer, etc.) ;
- avoir atteint une température suffisante pour vider totalement les sites pièges ;
- comprendre des pièges non saturés en électrons, ce qui correspond à une chauffe qui ne doit pas remonter à plus 200 000 à 500 000 ans, voire au-delà dans de très rares cas particuliers, suivant les matériaux considérés et leur environnement.

L'âge est déterminé par l'équation suivante :

$$\text{Âge} = \text{dose archéologique} \,/\, \text{dose annuelle}$$

La dose annuelle de radiation reçue par le matériau est mesurée par analyse du sol et du matériau. Elle s'exprime en Gray.

La dose archéologique correspond à l'irradiation à laquelle a été soumis le matériau depuis la « remise à zéro du compteur ». Pour l'obtenir, après avoir préparé le matériau à dater suivant des méthodes bien spécifiques que nous ne détaillerons pas ici, il est nécessaire de chauffer le matériau progressivement, à vitesse uniforme. Les pièges sont peu à peu vidés en libérant de la thermoluminescence qui est enregistrée. En traçant la courbe de l'intensité de lumière émise (luminescence) en fonction de la température de chauffe, on obtient ce que l'on appelle la thermoluminescence naturelle (TLN) qui est proportionnelle à l'irradiation subie par le matériau, elle-même proportionnelle au temps écoulé depuis la dernière chauffe (figure 4.9).

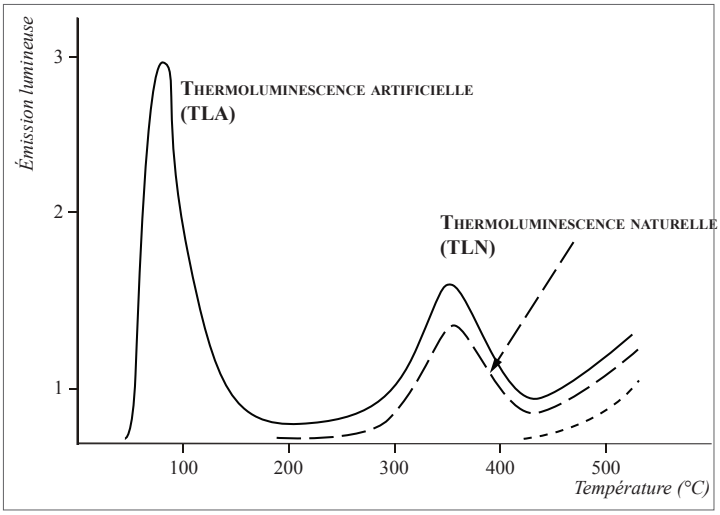


Figure 4.9 – Courbes de thermoluminescence naturelle (TLN) et de thermoluminescence artificielle (TLA) obtenues en laboratoire.

Cependant, la relation de proportionnalité entre l'irradiation reçue et la quantité d'électrons piégés et donc la luminescence n'est pas linéaire : elle est différente pour chaque site car elle dépend des caractéristiques du matériau à dater, de son histoire thermique et des caractéristiques géochimiques du sol.

Afin d'établir cette relation de proportionnalité, il est habituel d'avoir recours à une procédure d'ajout de doses. Pour cela, deux prélèvements identiques sont nécessaires, l'un est utilisé pour la mesure directe de la thermoluminescence naturelle et l'autre pour la mesure de la thermoluminescence artificielle, liée à la dose d'irradiation induite. Dans une première phase, un des prélèvements est chauffé pour obtenir la

courbe de thermoluminescence naturelle en fonction de la température. Le deuxième prélèvement est soumis à des doses d'irradiation artificielle, qui viennent s'ajouter à la dose naturelle.

Cela provoque à nouveau le piégeage des électrons. Après avoir chauffé de nouveau le matériau, les électrons sont libérés des pièges, ce qui provoque l'émission d'une luminescence (obtention de la courbe de thermoluminescence artificielle – TLA). Connaissant la dose d'irradiation correspondant à la luminescence mesurée, on peut alors établir le rapport de proportionnalité entre dose d'irradiation et luminescence et déduire la dose archéologique de la courbe de TLN.

On peut remarquer que sur la courbe de TLN, un seul pic apparaît entre 300 et 400°C alors que la courbe de TLA est caractérisée par la présence de deux pics correspondant à des températures de chauffage autour de 100°C et entre 300 et 400°C. Ces deux pics sont liés au vidage de pièges à électrons d'énergies différentes. La TLA étant obtenue immédiatement après l'irradiation artificielle, l'ensemble des pièges, quel que soit leur niveau de stabilité (et donc leur temps de vie), se trouvent encore remplis d'électrons lors de la mesure. En revanche, en ce qui concerne la TLN, elle ne permet de déceler que le vidage des pièges relativement stables, correspondant à un temps de piégeage long, les autres pièges s'étant naturellement vidés peu à peu au cours du temps. C'est donc la stabilité des pièges et le temps qui s'est écoulé entre le piégeage et la chauffe en laboratoire qui sont à l'origine d'un seul pic de luminescence dans le cas de la TLN et de deux pics dans le cas de la TLA.

Reste à évaluer la dose annuelle reçue par l'échantillon au cours de son séjour dans son contexte de conservation. Cette dose peut être divisée en deux termes : la dose interne liée au matériau à dater lui-même et provenant essentiellement des radiations α et β des radio-éléments constituant le matériau, et la dose externe (rayonnements γ et rayons cosmiques) issue de la radioactivité environnementale. La dose externe, qui peut avoir varié au cours de l'année, est obtenue par une mesure de radioactivité qui peut se faire directement *in situ* par spectrométrie γ, ou à l'aide de dosimètres qui sont déposés sur les sites pendant une année afin de fournir une dose annuelle moyenne. La dose interne est mesurée au laboratoire par spectrométrie α et β.

Il est alors possible de déterminer l'âge grâce à l'équation énoncée plus haut. Le chronogramme de la figure 4.10 résume l'histoire d'un matériau depuis sa formation géologique jusqu'à son abandon par l'Homme puis son traitement en laboratoire pour être daté.

La modélisation du phénomène de thermoluminescence, qui dépend de nombreux paramètres variables, parfois au sein d'un même site, est difficile et peut s'avérer insuffisante, en raison de la difficulté d'évaluer l'ensemble des sources d'erreur (aléatoires ou systématiques), pour obtenir une date accompagnée d'une bonne précision. De ce fait, si le site et les matériaux découverts le permettent, il peut s'avérer utile de développer des programmes de datation fondés sur l'utilisation de plusieurs méthodes reposant sur des processus indépendants. Enfin, certains matériaux, très pauvres en cristaux dotés de la propriété de thermoluminescence, peuvent s'avérer impossibles à dater par cette technique.

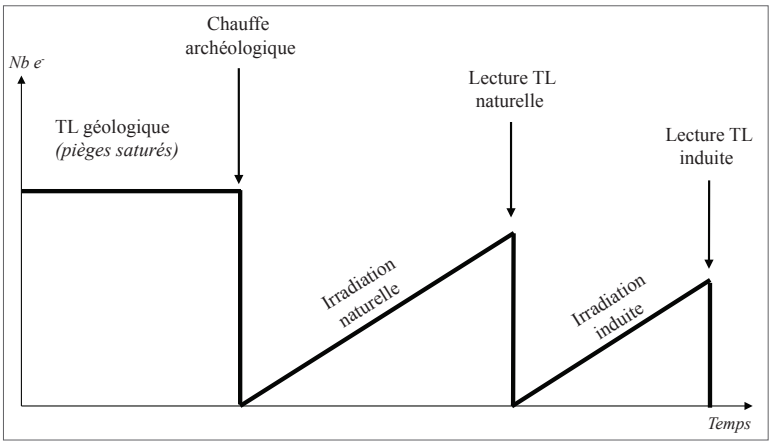


FIGURE 4.10 – Chronogramme des différentes étapes des procédures de datation TL d'un matériau.

4.4 Caractéristiques et intérêt des dates

La plage chronologique accessible dépend de l'intensité de la radioactivité naturelle de l'environnement au sein duquel les matériaux ont été conservés mais aussi de la nature et de la quantité de défauts cristallins présents dans le matériau à dater. En fonction de cela on peut dater des sites de 200 000 à 400 000 ou 500 000 ans, voire au-delà dans certains cas favorables. Il est cependant exceptionnel de pouvoir dater par cette méthode des sites aussi anciens : en général, le phénomène de saturation des pièges est atteint avant cette date. Pour les silex brûlés, l'intervalle courant que l'on peut dater va de 10 à 300 000 ans.

La précision sur les dates est de l'ordre de ± 3 à ± 8 % mais des développements techniques récents permettent des mesures de luminescence avec une précision de l'ordre de ± 1 à ± 2 % dans des cas favorables (voir par exemple sur le site web du *Research Laboratory for Archaeology and the History of Art d'Oxford* : `http://www.rlaha.ox.ac.uk/L/index\_L.php?group=L`).

Si cette méthode présente un intérêt sur une large plage chronologique, une de ses applications importantes a été de pouvoir dater des matériaux issus de sites antérieurs à 45 000 ans et postérieurs à 400 000 ans. Ces deux limites représentent en effet les dates au-delà ou en-deçà desquelles les méthodes respectivement du carbone 14 et du potassium / argon ne peuvent pas fournir d'informations. Au moment de son essor, la TL est donc venue combler ce que l'on a longtemps appelé la « fourchette interdite » entre – 45 000 et – 400 000 ans, période primordiale du point de vue anthropologique pendant laquelle l'homme de Néandertal, puis l'homme anatomiquement moderne se sont développés ; elle a ainsi par exemple contribué à mettre en évidence la présence d'*Homo sapiens* archaïque antérieurement au large développement de l'homme de Neandertal au Proche-Orient (Qafzeh, Skhul).

4.5 OSL et RPE

Les phénomènes liés à la population de pièges dans les réseaux cristallins, utilisés pour la datation par TL, sont à la base d'autres techniques de datation parmi lesquelles l'OSL [156] et la RPE.

La technique OSL (*Optically Stimulated Luminescence* ou luminescence stimulée optiquement) doit son nom au fait que les pièges sont vidés grâce à l'action d'une lumière. Utilisée pour la première fois dans les années 1980 pour la datation de sédiments, cette technique repose sur le fait que le phénomène de vidage des pièges se produit très rapidement. Elle permet de dater les loess [2] et ainsi par exemple de déterminer la chronologie d'occupations paléolithiques dont les vestiges sont interstratifiés avec des dépôts éoliens. L'événement daté est le masquage des grains cristallins au rayonnement solaire par un dépôt sédimentaire qui recouvre la couche à dater. En effet, tant que les grains cristallins d'une couche sédimentaire sont soumis au rayonnement solaire, cela va induire le vidage de certains pièges. Dès que la couche est soustraite à ce rayonnement, autrement dit, lorsqu'elle est recouverte par le dépôt postérieur, les pièges se remplissent sans être vidés régulièrement et les électrons s'accumulent. En laboratoire, l'échantillon est soumis à un rayonnement, en général dans l'infrarouge, afin de vider les pièges et la luminescence est alors mesurée.

La technique RPE (Résonance Paramagnétique Électronique ou ESR en anglais pour *Electron Spin Resonance*) utilise la réponse des électrons piégés sous l'effet de la radiation nucléaire à un champ électromagnétique de haute fréquence appliqué au matériau, sans que les pièges soient vidés. Cette réponse des électrons, appelée résonance, se traduit par une variation du champ électromagnétique qui est une fonction du nombre d'électrons. L'intensité de la résonance est donc associée à la population des pièges et ainsi à l'âge du matériau.

Les premières applications de cette technique datent des années 1970 et concernent la datation de la calcite des stalactites de la caverne Akiyoshi au Japon et l'identification de silex ayant subi une hausse de température.

5 Quelques autres méthodes de datation des temps archéologiques

Au-delà des méthodes les plus exploitées pour les périodes pendant lesquelles a évolué le genre *Homo* sous ses formes *sapiens* et *neandertalensis*, que nous venons de détailler (méthodes de la famille de la thermoluminescence, le ^{14}C et la dendrochronologie), d'autres méthodes sont utilisées. Il nous paraissait important de les aborder brièvement tout au moins pour ce qui concerne les principes physico-chimiques sur lesquels elles reposent, les matériaux et les plages temporelles concernés.

2. Le loess est un dépôt sédimentaire carbonaté détritique meuble d'origine éolienne.

5.1 Les méthodes reposant sur le phénomène de radioactivité

Pour l'échelle des temps archéologiques, outre la datation par le radiocarbone, les méthodes reposant sur le phénomène de radioactivité les plus couramment utilisées peuvent se classer en deux grandes catégories (*cf.* encart 4.1) :

- les méthodes radiogéniques directes qui reposent sur la mesure des isotopes-descendants et / ou parents dans une filiation isotopes parents / descendants (figure 4.15) : c'est le cas de la décroissance naturelle du potassium en argon (^{40}K $\rightarrow$ ^{40}Ar) et de la chaîne de décroissance de l'uranium (^{235}U $\rightarrow$ ^{207}Pb et ^{238}U $\rightarrow$ ^{207}Pb) ;
- les méthodes radiogéniques indirectes, qui reposent sur l'effet cumulatif : cas des traces laissées par les produits de fission de l'uranium dans un réseau cristallin (^{238}U $\rightarrow$ ^{244}Pu).

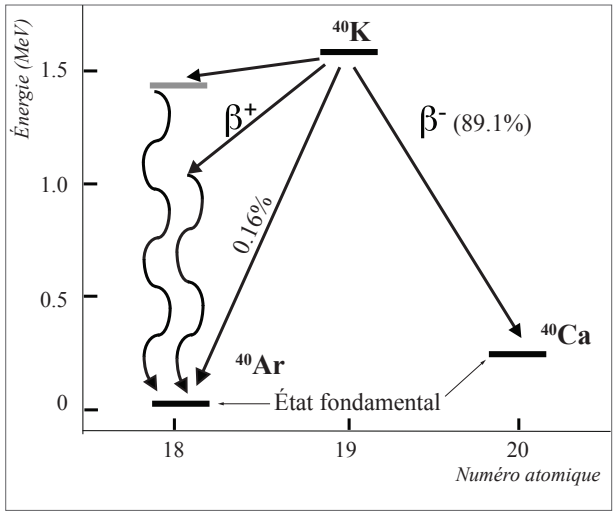


FIGURE 4.11 – Schéma de désintégration du potassium 40 où sont représentées les deux voies possibles de désintégration, l'une plus probable par β^- vers le ^{40}Ca, l'autre par capture électronique vers l'^{40}Ar.

Il n'était bien sûr pas possible d'aborder ici l'ensemble des méthodes radiogéniques utilisées en archéologie : nous avons choisi de focaliser notre propos sur trois méthodes principales qui ont déjà donné lieu à un grand nombre d'applications. Signalons toutefois que de nouvelles méthodes, fondées sur la décroissance radioactive d'isotopes cosmogéniques autres que le ^{14}C, se développent actuellement, notamment à partir du béryllium 10 (^{10}Be) et de l'aluminium 26 (^{26}Al).

5.1.1 La méthode du potassium – argon (^{40}K/^{40}Ar)

Le potassium possède trois isotopes naturels : ^{39}K (93,3 %), ^{40}K (0,01167 %) et ^{41}K (6,7 %). Le ^{40}K est un élément radioactif dont la désintégration donne naissance à deux éléments stables : le ^{40}Ca par désintégration β^- (émission d'électrons) pour

89,1 % des désintégrations et le ^{40}Ar suite à l'émission d'un positron β^+ dans 10,9 % des cas (figure 4.11).

La datation par ^{40}K/^{40}Ar est fondée sur l'accumulation de l'^{40}Ar dans un matériau entre deux événements : dès qu'un minéral contenant du potassium 40 est formé, ce dernier se désintègre en se transformant en ^{40}Ar qui va s'accumuler dans le matériau, sous forme gazeuse. Si le minéral est porté à haute température, l'argon 40 accumulé sous forme de gaz est libéré. Lorsque la roche refroidit, l'argon 40 recommence à s'accumuler. Il s'agit donc d'une méthode qui permet de dater la dernière chauffe à haute température de roches volcaniques ou métamorphiques, par la mesure de la concentration en ^{40}K et ^{40}Ar dans un minéral. L'erreur associée à une datation par ^{40}K/^{40}Ar dépend de la sensibilité des mesures et de la teneur en potassium dans les minéraux sélectionnés (par exemple une orthoclase, feldspath de potassium, a une teneur de potassium d'environ 10 %).

La méthode basée sur la désintégration du ^{40}K trouve son principal champ d'application pour la construction de chronologies des périodes anciennes de la Préhistoire de l'ordre du million d'années. Le plus souvent, cela permet la datation de niveaux géologiques contenant des éléments volcaniques (cendres, coulées de lave, tufs[3], etc.) encadrant les couches qui renferment des industries lithiques, des vestiges fauniques et / ou des restes d'hominidés. Par exemple, les restes osseux de Lucy (*Australopithecus afarensis*), découverts en novembre 1974 en Éthiopie, dans la région des Afars, dans le gisement fossilifère d'Hadar, en bordure du fleuve Awash, ont été datés grâce à des tufs volcaniques et à des coulées de lave formées de basalte. Les mesures de radioactivité du potassium et de l'argon ont fourni un âge compris entre 3,3 et 2,6 millions d'années, voir par exemple [157-159]. Ces âges ont été confirmés par la mesure des changements magnétiques (paléomagnétisme).

5.1.2 Les déséquilibres de chaîne de l'uranium

L'uranium naturel est constitué de plusieurs isotopes. Deux d'entre eux sont utilisés pour la datation. Il s'agit des isotopes 235 et 238 respectivement caractérisés par des abondances relatives de 0,72 % et 99,28 %. La période de l'^{235}U est de 700 millions d'années, celle de l'^{238}U, de 4 470 millions d'années.

La figure 4.12 montre la chaîne de désintégration radioactive naturelle de l'^{238}U. Par émission α, puis β, l'^{238}U se transforme progressivement en ^{234}U, qui possède une période de 245 000 ans et qui a pour radio-isotope fils le ^{230}Th (thorium 230).

Ainsi, une roche qui lors de sa formation ne possède que de l'uranium, va voir cet élément se transformer graduellement au cours du temps en thorium. Le ^{230}Th va aussi décroître, avec une période de 75 400 ans. Partant du postulat que la roche ne possède pas de thorium lors de sa formation, le thorium va servir d'horloge. Le rapport entre l'uranium et le thorium dans un échantillon rocheux permet ainsi de dater une stratigraphie. Cette technique est très utilisée pour les cristaux de calcite.

3. Les tufs peuvent être d'origine calcaire, formés par accumulations de calcaire sur la végétation, ou volcanique formés par accumulation de projections.

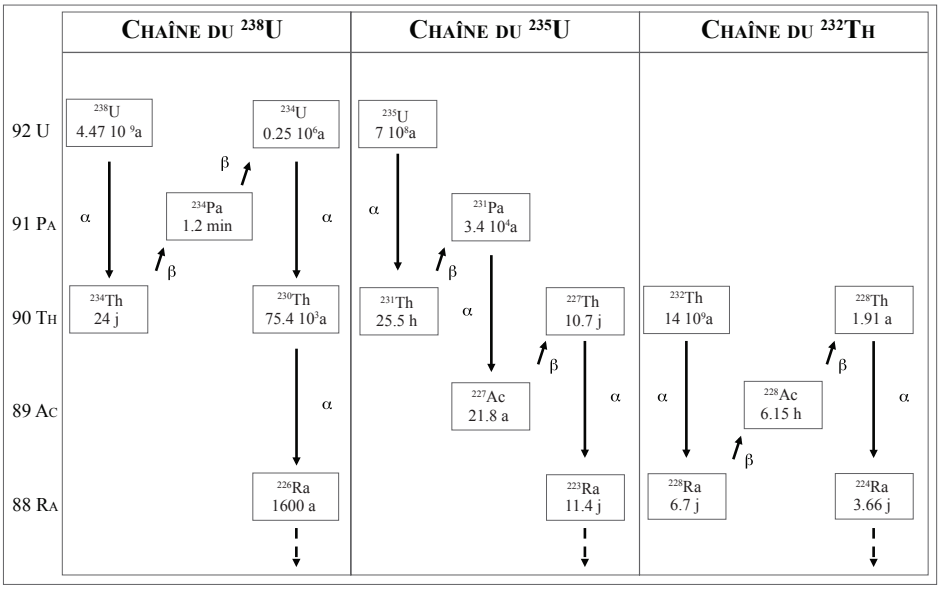


FIGURE 4.12 – Schéma des chaînes de désintégration de l'uranium 238, de l'uranium 235 et du thorium 232.

Remarquons que le seul radio-isotope de longue période dans la chaîne naturelle de décroissance du ^{235}U est le ^{231}Pa (protactinium 231), avec 34 300 ans. Le protactinium n'étant pas présent dans une roche lors de sa formation, il peut être utilisé pour sa datation. Étant donnée la faible abondance isotopique de l'^{235}U, cette chaîne de décroissance radioactive n'est utilisable que lorsque la concentration d'uranium est élevée. L'erreur associée à la datation par U/Th dépend de la sensibilité de la mesure par spectrométrie α, par spectrométrie γ ou par thermo-ionisation en spectrométrie de masse isotopique, TIMS (*Thermal Ionisation Mass Spectrometry*). Pour obtenir des dates sur les périodes les plus récentes accessibles par cette méthode, il est nécessaire de considérer des échantillons possédant des concentrations plus élevées et d'effectuer des mesures plus sensibles par TIMS. En revanche, les périodes anciennes peuvent être facilement datées par cette technique.

Du point de vue archéologique, la datation par la chaîne de décroissance de l'uranium est utilisée pour les coraux et coquillages, les stalagmites et stalactites, les os et dents, etc. Ce type de datation est souvent associé à la technique de Résonance de Spin Électronique, RPE (ESR, *Electron Spin Resonance*).

5.1.3 Les traces de fission

La technique de datation par traces de fission $^{238}\text{U} \rightarrow {}^{244}\text{Pu}$, développée au début des années 1960 aux États-Unis, est fondée sur un phénomène de désintégration nucléaire nommé fission. Les noyaux de ^{235}U et de ^{238}U, noyaux lourds instables, se désintègrent en général par émission α. Néanmoins, il existe une certaine probabilité pour que

ces noyaux se désintègrent en se scindant en deux et en émettant des neutrons. Les neutrons libérés par le processus de fission nucléaire, lorsqu'ils sont ralentis, peuvent induire d'autres désintégrations par fission et ainsi déclencher ce que l'on appelle une réaction en chaîne. Lors de la scission du noyau, les produits de fission sont libérés avec une forte énergie cinétique, ce qui induit dans le réseau cristallin du minéral où ils se trouvent une trace tout au long de leur trajectoire (figure 4.13). Les traces de fission sont créées à un taux constant, selon la constante de décroissance du noyau (période 10^{16} ans pour le ^{238}U), la densité des traces ayant un rapport linéaire avec le temps écoulé.

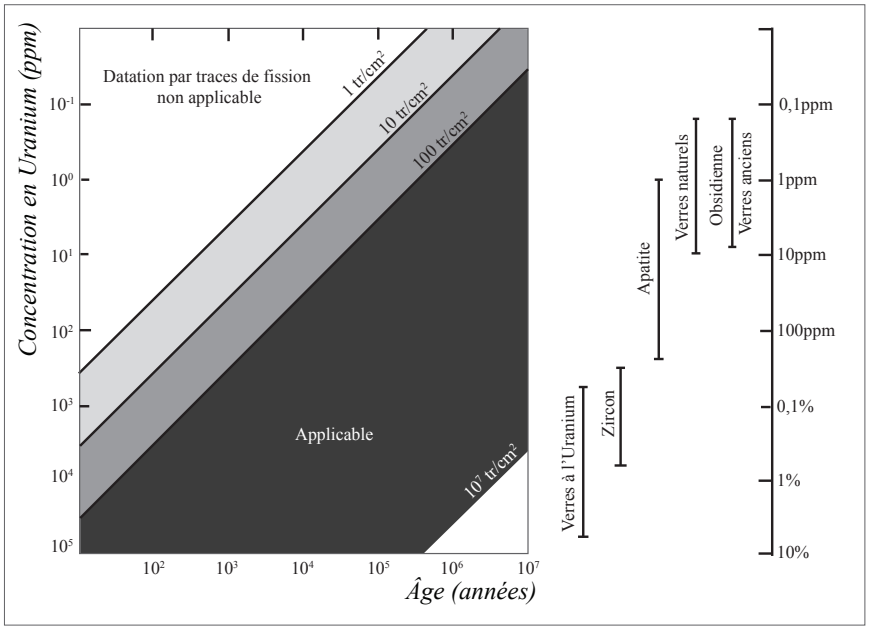


Figure 4.13 – Tous les matériaux ne présentent pas les mêmes possibilités (densité des traces fossiles) de datation par traces de fission. Le diagramme illustre le rapport entre l'âge de l'échantillon, la teneur en uranium et la densité des traces fossiles. D'après [160].

La longueur des traces de fission dépend de la température à laquelle l'échantillon a été amené pendant sa formation. Ces traces peuvent atteindre 0,01 mm et disparaître lors de la chauffe de l'échantillon. Ainsi, une datation par traces de fission donne l'âge auquel un minéral ou un verre a été chauffé (plus de 500°C). Lors de la chauffe, les traces de fission précédentes sont en effet effacées et l'horloge ainsi remise à zéro.

Les traces de fission provoquées par la fission naturelle de l'^{238}U peuvent être comptabilisées sous un microscope, après une attaque chimique de la surface de l'échantillon, de façon à en déterminer l'âge [161-163]. Pour déterminer la quantité d'uranium dans ce même échantillon, la fission nucléaire est induite par bombardement avec des neutrons de réacteur nucléaire. La décroissance de l'isotope ^{235}U provoque de nouvelles traces de fission dans l'échantillon (une des réactions typiques induites par bombardement avec des neutrons est $^{235}\mathrm{U} + \mathrm{n} \rightarrow {}^{93}\mathrm{Rb} + {}^{141}\mathrm{Ce} + 2\mathrm{n}$). Le rapport « traces de

fission induite par cm^2/traces de fission naturelle par cm^2 » correspond au rapport $^{235}U/^{238}U$ nécessaire pour la datation de l'échantillon.

Les datations par traces de fission sont couramment réalisées pour des zircons (silicates de zirconium naturel extraits par exemple de céramiques), des apatites et des obsidiennes. Les dates accessibles correspondent à des périodes anciennes, mais pour des matériaux possédant de fortes quantités d'uranium (le zircon a environ 10 à 100 fois plus d'uranium qu'une obsidienne, les verres et émaux jaunes à l'uranium possèdent environ 10 % de cet élément), elles peuvent descendre à quelques centaines d'années [164].

5.2 L'utilisation de phénomènes naturels rythmés : l'archéomagnétisme

L'archéomagnétisme est la technique de datation la plus ancienne dans le domaine du patrimoine culturel. En effet, les principes physiques de cette technique remontent au XIX^{e} siècle même si son développement n'est réalisé que dans les années 1930 par Thellier [165]. Malgré une application pionnière à la fin du XIX^{e} siècle pour dater des céramiques, c'est grâce aux travaux réalisés dans les années 1950-60 par plusieurs chercheurs, parmi lesquels se détache Martin Aitken, que la discipline se développe en archéologie [166].

L'archéomagnétisme repose sur le fait qu'un grand nombre de matériaux archéologiques contiennent des minéraux ferromagnétiques – tels que l'hématite, la magnétite et la maghémite – et sont ainsi dotés d'une aimantation due à l'alignement, sous l'influence du champ magnétique terrestre (CMT), des spins des électrons qui constituent ces minéraux.

Lorsqu'un matériau est porté au-delà de sa température critique, ou de Curie (par exemple 770°C pour le fer), son aimantation naturelle est « effacée » et une nouvelle aimantation est enregistrée par le matériau (nouvel alignement de spins) sous l'effet du champ magnétique terrestre. Cette nouvelle aimantation est caractéristique du champ magnétique terrestre régnant au moment du refroidissement du matériau. L'aimantation, avec une direction identique et une intensité proportionnelle à celles du champ magnétique terrestre, est conservée par le matériau jusqu'à une nouvelle chauffe à haute température. Il est possible grâce à ce phénomène, en comparant les caractéristiques magnétiques du matériau archéologique à celles du CMT ayant évolué au cours du temps, de dater les matériaux cuits ou brûlés, notamment la dernière cuisson d'une terre cuite, à condition que ceux-ci n'aient pas été déplacés depuis leur dernière chauffe. La datation est plus difficile à mettre en œuvre si les objets ont été déplacés.

La datation par archéomagnétisme n'est possible que si l'aimantation présentée par les matériaux archéologiques lors de leur découverte est représentative du champ magnétique terrestre du lieu de découverte à la période de leur enfouissement.

Le champ magnétique terrestre peut être décrit comme celui d'un dipôle magnétique (c'est-à-dire comme un aimant avec deux pôles : le nord et le sud) et défini en chaque point par sa déclinaison, son inclinaison et son intensité. Il est caractérisé par des variations spatio-temporelles (par exemple, l'intensité du champ géomagnétique varie

avec la latitude). Les variations annuelles du champ géomagnétique – la variation séculaire – sont dues à des facteurs d'origine interne (mouvements dans le noyau externe de la terre) et externe (activité solaire). Elles sont représentées par des courbes de référence réalisées à partir de la mesure du champ magnétique terrestre en différents points du globe car cette variation est aussi une fonction de l'espace. Les courbes de calibration doivent être réalisées pour chaque région que l'on souhaite étudier.

Si les variations du champ géomagnétique en fonction du temps et de l'espace peuvent être calibrées à partir d'autres techniques et de vestiges bien connus, il est alors possible de dater un objet cuit. Par exemple, les fours, les foyers, les couches d'incendies qui sont datés par d'autres techniques peuvent être utilisés à cette fin. Il faudra néanmoins effectuer des hypothèses sur la position des matériaux lors de leur cuisson, de façon à déterminer l'inclinaison du champ géomagnétique à l'époque par mesure de l'aimantation rémanente acquise lors du refroidissement après cuisson. Grâce à la courbe de variation séculaire de référence de l'inclinaison il est possible de déduire une date de fabrication de l'objet.

5.3 Les méthodes exploitant les cinétiques de phénomènes chimiques : racémisation des acides aminés et hydratation de l'obsidienne

La datation par racémisation des acides aminés repose sur un double phénomène :

- la capacité des êtres vivants à produire des acides aminés avec une configuration spécifique ;
- la conversion de ces acides aminés, dits L ou lévogyres, en acides aminés D ou dextrogyres, après la mort de l'organisme.

Les molécules d'acides aminés, qui constituent les briques de base des protéines, existent sous deux formes symétriques, images l'une de l'autre dans un miroir, appelées énantiomères : certains sont dits lévogyres, d'autres dextrogyres. Les êtres vivants contiennent uniquement la forme lévogyre. À la mort d'un organisme, les acides aminés lévogyres vont progressivement se transformer en acides aminés dextrogyres. C'est ce phénomène qui est appelé racémisation des acides aminés. Au bout d'un certain temps, un équilibre s'établit entre les deux formes. En mesurant le taux de ces deux types d'acides aminés il est donc possible, à condition de disposer d'échantillons dans lesquels l'équilibre n'a pas encore été atteint, d'obtenir une date.

Cela étant, la cinétique de racémisation est différente pour chaque type d'acide aminé et dépend des conditions environnementales dans lesquelles les matériaux sont conservés. En outre, le système à dater doit pouvoir être considéré comme fermé vis-à-vis des acides aminés, c'est-à-dire qu'il ne doit pas y avoir eu de phénomène de perte ou d'enrichissement en acides aminés. Cette méthode est donc à utiliser avec prudence après prise en considération et étude des cinétiques de réaction selon les contextes considérés. Elle permet de dater des matériaux qui contiennent des protéines, en particulier le collagène de l'os sur des plages chronologiques très variables, en fonction des échantillons étudiés et des acides aminés considérés. Les plages chronologiques concernées peuvent correspondre aux quelques derniers millénaires ou à plusieurs millions d'années.

La datation par hydratation de l'obsidienne, développée dans les années 1950 par I. Friedman et R. L. Smith, repose sur la mesure de l'épaisseur de la couche qui se forme à la surface de ce matériau par contact et diffusion de l'eau de l'atmosphère après une cassure, *i.e.* après qu'une nouvelle surface du matériau ait été mise à nu, suite à sa taille par un être humain par exemple. L'épaisseur de cette couche dépend du temps écoulé depuis la mise à nu de la surface et de la vitesse d'hydratation, elle-même liée au milieu d'enfouissement ; sa mesure, par simple microscopie optique pratiquée sur un prélèvement, permet de dater l'objet, la calibration de la technique étant réalisée au moyen d'échantillons d'âge connu issus de contextes similaires.

Néanmoins, d'autres facteurs doivent être pris en considération dans la formation de la couche de surface, tels que la composition de l'obsidienne, la température d'enfouissement et sa variation au cours du temps, l'effet de la dégradation de la surface sur l'évolution de l'hydratation, etc. Par exemple, une erreur de 1°C dans la température d'hydratation effective apporte une erreur d'environ 10 % dans le calcul de l'âge.

La difficulté de la technique concerne la modélisation du phénomène de concentration de l'eau dans l'obsidienne en fonction de la profondeur et la méconnaissance de la température pendant l'enfouissement. Ces études sont réalisées par l'hydratation provoquée en laboratoire sur des morceaux d'obsidienne suivie par la mesure du profil en profondeur de l'hydrogène en utilisant des techniques telles que le SIMS.

Encart 4.1 - Radioactivité et datation

Il existe deux catégories d'isotopes : ceux qui sont stables restent indéfiniment dans leur configuration initiale ; ceux qui sont radioactifs sont instables et se désintègrent plus ou moins rapidement au cours du temps, et ce, dès leur formation.

Découverte en 1896 par le physicien Henri Becquerel (1852-1908), la radioactivité naturelle est une propriété que possèdent certains noyaux atomiques de se désintégrer spontanément pour se transformer en un autre noyau. Ce phénomène de désintégration s'accompagne de l'émission de rayonnements.

Les éléments naturellement radioactifs présents sur notre planète se sont formés suivant différents processus (figure 4.14) ; ils peuvent résulter d'un phénomène de nucléosynthèse (nucléosynthèse primordiale au moment de la formation de l'univers, nucléosynthèse stellaire, etc.) ; d'autres procèdent de réactions ayant leur siège dans la haute atmosphère (isotopes cosmogéniques, cas du ^{14}C par exemple) ; enfin, les isotopes radiogéniques sont issus de la désintégration radioactive d'un autre isotope.

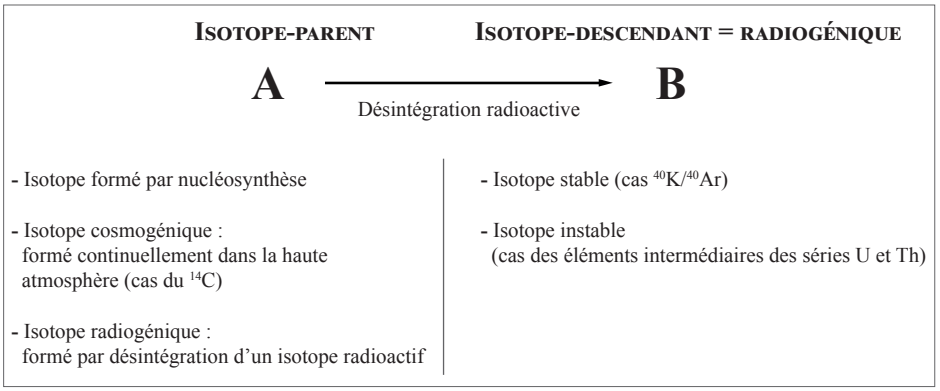


FIGURE 4.14 – Les différentes catégories de couples isotope-parent / isotope-descendant en fonction du mode de formation de l'isotope-parent et de la nature stable ou radioactive de l'isotope radiogénique formé par désintégration radioactive de l'élément-parent.

Le phénomène de désintégration s'accompagne de l'émission de rayonnements α, β et / ou γ qui, ayant des énergies différentes, sont plus ou moins pénétrants. Le rayonnement α correspond à un noyau d'hélium (deux protons et deux neutrons, $^4{}_2He$) ; le rayonnement β existe sous deux formes, β^- (électron, e^-) et β^+ (anti-électron ou positron, e^+) ; le rayonnement γ est de nature électromagnétique.

Un élément radioactif est caractérisé par sa période, aussi appelée demi-vie, définie comme le temps au bout duquel la moitié des nucléides s'est naturellement désintégrée. Sa décroissance obéit à une loi exponentielle, indépendante des conditions environnementales (figure 4.15). La courbe de décroissance radioactive tend vers zéro lorsque le temps tend vers l'infini. Au bout d'un certain temps, la quasi-totalité des noyaux radioactifs de l'isotope considéré s'est donc désintégrée. Lorsque 10 demi-vies

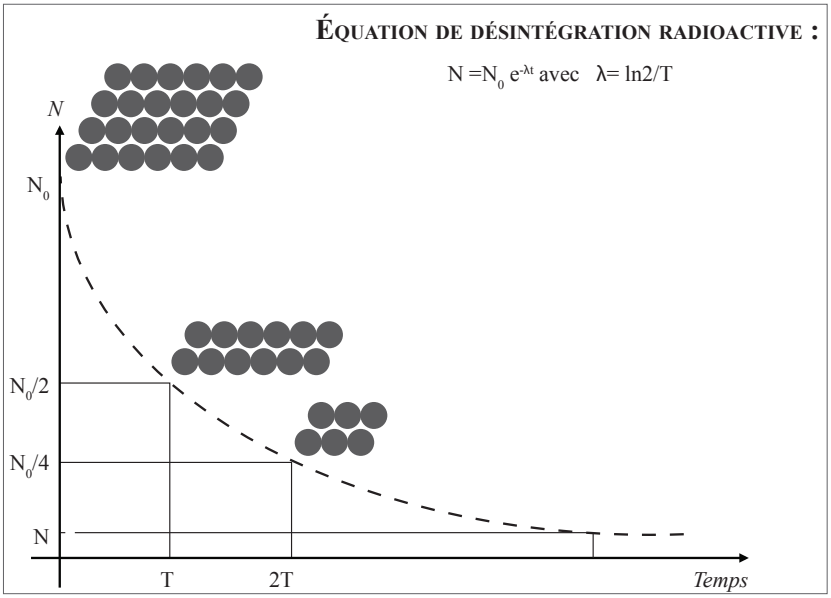


FIGURE 4.15 – Courbe de décroissance exponentielle d'un isotope radioactif au cours du temps. Dans le cas du carbone 14 : N = nombre d'atomes de ^{14}C dans l'échantillon ; N_0 = nombre d'atomes de ^{14}C dans l'échantillon au moment de la mort de l'individu dont il est issu ; T = période du ^{14}C (5730 +/- 40 ans) ; et t = âge de l'échantillon. Cette courbe est intrinsèque à chaque isotope radioactif et donc indépendante de l'environnement.

se sont écoulées, il ne reste qu'environ un millième des noyaux radioactifs initiaux dans l'échantillon.

Certains matériaux peuvent être datés à partir de ce phénomène de radioactivité naturelle. Connaissant la période d'un isotope, on peut déduire l'ordre de grandeur de la plage temporelle accessible par la datation en multipliant par 10 sa période.

En fonction des couples isotopiques considérés (isotope-parent / isotope-descendant), du mode de formation de l'isotope-parent et de la nature stable ou radioactive de l'isotope-descendant, trois familles de méthodes radiogéniques directes peuvent être distinguées :

- l'isotope-descendant radiogénique est stable et n'est pas initialement présent dans le matériau à dater (cas de la méthode $^{40}K/^{40}Ar$) ;
- l'isotope-descendant radiogénique est instable (cas de la datation par les séries radioactives) ;
- l'isotope-parent est cosmogénique (cas du radiocarbone par exemple).

Dans le premier cas, la datation consiste à mesurer le rapport entre le nombre d'isotopes-parents et celui d'isotopes-descendants. Le deuxième cas est plus complexe car au fur et à mesure que l'isotope-descendant se forme, il se désintègre naturellement. Cependant, lorsque la période de l'isotope-descendant est assez longue, un équilibre

parent / descendant s'établit en système fermé. Puis, dès qu'un processus de sédimentation / solubilité déclenche un déséquilibre radioactif (déficit de production d'un des radioisotopes causé par une différence de comportement dans une roche) au sein d'une famille radioactive, par exemple la rupture de la proportion U (soluble) / Th (insoluble), la différence de comportement chimique des deux isotopes peut être utilisée comme horloge : la différence de proportion entre les radioisotopes augmente avec le temps. C'est sur le rétablissement de l'équilibre que reposent les méthodes fondées sur les déséquilibres de chaîne radioactive.

Enfin, lorsque l'isotope-parent est cosmogénique, on suppose en première approximation que la quantité d'isotope-parent formée dans la haute atmosphère est constante au cours du temps, même si cette hypothèse, notamment dans le cas de la datation par le ^{14}C, s'est révélée inexacte et a obligé à construire une courbe de calibration des dates. La datation peut être réalisée, suivant les cas, en mesurant le taux de l'isotope-descendant formé au cours du temps, en évaluant la quantité restant d'isotope-parent, ou encore en déterminant le rapport entre les deux isotopes.

Les plages temporelles accessibles par les méthodes de datation fondées sur le phénomène de radioactivité dépendent directement de la demi-vie de l'isotope-parent considéré, celle-ci étant très variable en fonction des éléments considérés, depuis la seconde jusqu'à des millions d'années. Par exemple, la période de l'iode 123 (^{123}I) est de 13 h, celle du cobalt 60 (^{60}Co) de 5,27 ans, celle du ^{14}C de 5 730 ans, celle du plutonium 239 (^{239}Pu) de 24 065 ans et celle de l'uranium 235 (^{235}U) de 704 000 000 ans.

Outre les méthodes radiogéniques directes, datations par traces de fission ou par thermoluminescence exploitent également le phénomène de radioactivité.