Chapitre 1.4
Datation par luminescence et archéologie du bâti
L'enjeu des incertitudes de mesure

Pierre GUIBERT(1), Philippe LANOS(2)

(1) Archéosciences-Bordeaux, Université Bordeaux-Montaigne, (2) Archéosciences-Bordeaux, Université Bordeaux-Montaigne & Géosciences-Rennes, Université de Rennes 1

La datation de la construction des édifices est fondamentale pour les spécialistes de l'archéologie du bâti et de l'histoire de la construction. Les méthodes de datation sont mises en œuvre conjointement avec l'étude archéologique des bâtiments et l'étude du cadre historique (Braemer *et al.*, 2012 ; Guibert *et al.*, 2012). En particulier, la méthode de datation par luminescence permet de dater deux types de matériaux mobilisés dans la construction : les terres cuites (briques, tuiles, appelées Terres Cuites Architecturales – TCA) et les mortiers. Cependant, l'utilisation de méthodes de datation pour caractériser la chronologie de la construction est souvent confrontée à des difficultés méthodologiques qu'il faut résoudre : détermination de l'événement daté, détection de remploi, évaluation de la fiabilité et des incertitudes* de mesure. Nous illustrons cette approche dans le cas de la datation par luminescence.

1 Les principes de la datation par luminescence

La datation par luminescence repose sur la propriété de certains minéraux (quartz, feldspath, silex…) de stocker l'énergie provenant de la radioactivité naturelle, principalement les éléments radioactifs naturels présents dans les matériaux (uranium, thorium et potassium : ^{238}U et ^{235}U et descendants, ^{232}Th et descendants et ^{40}K) et le rayonnement cosmique, et de la restituer sous forme de lumière lorsqu'on les chauffe (thermoluminescence ou TL) ou lorsqu'on les éclaire (luminescence optiquement stimulée ou OSL).

a) Les radioéléments, à l'état de traces dans le sol et dans la plupart des matériaux, se désintègrent naturellement en émettant avec une grande énergie cinétique des particules alpha (noyaux d'hélium) ou bêta (électrons) et des rayonnements gamma (ondes électromagnétiques de très courte longueur d'onde). A ces rayonnements ionisants issus de la radioactivité des matériaux, il faut ajouter le rayonnement cosmique dont l'intensité dépend de la latitude, de l'altitude du site, de la profondeur d'enfouissement et des effets d'écran des maçonneries lorsqu'il s'agit d'une structure architecturale qui est étudiée.

b) Ces rayonnements ou ces particules en cédant leur énergie dans les minéraux excitent et déplacent des électrons. Une partie de ceux-ci vient alors se piéger dans des sites cristallins spécifiques jusqu'à ce qu'un apport d'énergie (chaleur ou éclairement) vienne les libérer.

Le principe de la datation suppose un instant zéro, un moment initial d'intérêt archéologique, où tous les pièges qui ont été remplis par une irradiation antérieure ont été vidés à cet instant. Il s'agit par exemple de la chauffe ancienne d'un objet minéral (ce qui correspond par exemple à la manufacture d'une céramique, à la dernière utilisation d'un foyer, à un incendie…) ou bien de l'exposition à la lumière de grains minéraux (dépôts de sable éolien, de sédiments …). Une fois remis à zéro puis refroidi ou mis à l'abri de la lumière, le processus de capture d'électrons sous l'effet de la radioactivité reprendra son cours jusqu'à l'échantillonnage de l'objet et son étude en laboratoire.

L'intensité de la radioactivité à laquelle est soumis l'objet va dépendre de la composition de l'objet à dater et de son environnement. Pour un taux d'irradiation donnée, le nombre d'électrons piégés sera proportionnel au temps écoulé depuis l'instant zéro à dater. Au laboratoire on provoquera la luminescence de minéraux extraits de l'objet à dater soit par chauffage progressif à haute température, jusqu'à 500° C environ (thermoluminescence), soit par éclairement par un laser ou une diode laser (luminescence optiquement stimulée). L'intensité de luminescence est mesurée et celle-ci est sensiblement proportionnelle à l'énergie absorbée par le minéral depuis la remise à zéro archéologique. Cette énergie absorbée, c'est la dose archéologique (Da) qui est déterminée au laboratoire par comparaison de l'intensité de la luminescence dite naturelle (ou archéologique) à celle induite par une irradiation calibrée (de dose connue) délivrée par une source radioactive artificielle intégrée dans l'appareil de mesure.

L'âge de l'échantillon, c'est-à-dire le temps écoulé entre la mesure et l'instant zéro, est donné par le rapport entre la dose archéologique D_a et la dose annuelle moyenne (aussi appelée débit de dose). Cette dernière est mesurée en laboratoire par des analyses radiochimiques et sur le terrain à l'aide de dosimètres ou d'un gammamètre.

Pour résumer, la datation par luminescence est une méthode dite « paléo-dosimétrique ». On mesure ainsi par luminescence la quantité d'énergie accumulée par ces minéraux depuis l'instant zéro à dater, la dose archéologique. Ce que l'on détermine c'est la durée d'exposition à l'irradiation naturelle depuis cet instant zéro, connaissant par ailleurs le débit de dose absorbée annuellement en moyenne par le minéral « dosimètre ».

La datation par luminescence revient donc à déterminer deux grandeurs :

- la dose archéologique D_a, ou quantité d'énergie (ramenée à l'unité de masse de matière, unité SI : le Gray, 1Gy = 1 J.kg^{-1}) accumulée depuis l'instant zéro à dater,
- le débit de dose d'irradiation annuelle ou dose annuelle d'énergie absorbée par le matériau qui a servi à la mesure de luminescence, notée $\dot{d}$ (*cf.* 12).

L'équation d'âge par luminescence est la suivante :

$$A = \frac{D_a}{\dot{d}} \tag{1}$$

On obtient la date t calendaire par un processus de « calibration » très simple qui se résume à la transformation linéaire suivante :

$$t = t_0 - A \tag{2}$$

où t_0 correspond à l'année de détermination de l'âge au laboratoire.

Il s'agit maintenant de déterminer l'incertitude sur l'âge obtenu A. Cette incertitude résulte de la combinaison de plusieurs incertitudes qui interviennent à différents niveaux de la chaîne opératoire du processus de datation.

2 Les incertitudes de mesure statistiques et systématiques

2.1 Incertitudes et chaîne opératoire de l'analyse : aspects généraux

D'une manière générale, une mesure physique implique un processus, plutôt complexe dans le cas de la datation, qui, au final, fournit un résultat numérique assorti d'un intervalle d'incertitude. La mesure d'âge est ainsi le résultat d'un certain nombre d'opérations :

- Choix de l'échantillon et échantillonnage,
- Traitement de l'échantillon au laboratoire,
- Mesure physique de la partie de l'échantillon concernée,
- Comparaison de la mesure au référentiel de la méthode.

Dans le cadre de la datation par luminescence, plus d'une dizaine de paramètres sont mesurés, ou évalués pour fournir un âge par échantillon (Dose archéologique, composantes de la dose annuelle, mesures des concentrations en radioéléments naturels, évaluation de l'état d'équilibre des séries de l'uranium, évaluation de l'humidité archéologique des matériaux, …). Certaines mesures (au sens du « résultat de mesure ») comme celles des activités en radioéléments par exemple, sont en fait des données intermédiaires utilisées pour déterminer le débit annuel moyen d'irradiation.

On met en œuvre un processus secondaire (pour simplifier, nous dirons selon le langage commun que ce processus s'apparente à un « calcul ») qui est caractérisé par l'utilisation d'un modèle, dont la complexité, l'efficacité, la pertinence et le degré d'élaboration dépendent de l'état des connaissances sur le matériau et sur les processus physiques sous-jacents. Cela repose notamment sur une combinaison de mesures propres à l'échantillon, ou de la série d'échantillons étudiés du même site, de mesures internes au laboratoire, et de compilations de données physiques résultant elles aussi de mesures qui ont été réalisées par ailleurs par la communauté scientifique dans son ensemble. Cela repose enfin, mais cela n'est que très rarement exprimé, sur la représentation (nous pourrions dire « la compréhension ») que l'on a des processus physiques mis en œuvre.

2.2 Exemple de la détermination du ^{40}K pour la datation par luminescence

Afin d'illustrer le principe d'une mesure et la recherche de l'origine des incertitudes, revenons tout d'abord aux premières phases de prise en charge de l'échantillon au laboratoire. L'échantillon est tout d'abord séché en étuve et l'humidité naturelle (c'est-à-dire telle qu'au prélèvement) de l'objet est mesurée par pesée. Un fragment de l'échantillon est ensuite préparé et divisé en deux parties. De l'une d'entre elles sont extraits les minéraux qui seront utilisés pour la mesure de dose archéologique D_a. L'autre partie est homogénéisée par broyage et est utilisée pour la mesure de la radioactivité par spectrométrie gamma à bas bruit de fond (*cf.* par exemple Guibert *et al.*, 1991, 2009 ; Lahaye *et al.*, 2012) qui servira à déterminer la dose annuelle $\dot{d}$.

Examinons un processus élémentaire, par exemple la mesure de la teneur en potassium d'un échantillon. Après conditionnement physique (mise en conteneur étanche au radon), le spectre gamma émis par l'échantillon est enregistré et traité. On en déduit l'intensité de l'émission gamma à 1460.83 keV du potassium ^{40}K. Après soustraction du bruit de fond (rayonnement à vide du système de mesure), et correction de divers effets (auto-absorption du rayonnement gamma dans le conteneur, correction d'une interférence spectrale de l'actinium ^{228}Ac à 1459.14 keV de la série radioactive du thorium ^{232}Th) dans la région d'émission de ^{40}K, l'intensité de la raie est comparée à celle d'un étalon (le spectre de l'étalon aura été traité de la même manière que celui de l'échantillon). L'équation de base pour la détermination de l'activité est donnée par :

$$I_i = A_{RE} f_i \varepsilon_i \tag{3}$$

où I_i représente l'intensité de la raie étudiée, A_{RE} l'activité du radioélément à l'origine du rayonnement gamma dans l'échantillon ou dans l'étalon (selon l'objet analysé), f_i la probabilité d'émission de la raie i, ε_i l'efficacité du détecteur pour la raie i dans la géométrie de comptage utilisée, déterminée à partir d'un étalon.

On distingue dans cette opération, plusieurs processus distincts dont :

- La mesure gamma de l'échantillon,
- La mesure gamma de l'étalon,

- La mesure du rayonnement à vide du système de mesure,
- La connaissance de la composition (ou de la radioactivité) de l'étalon international utilisé.

A l'issue de l'opération, nous obtenons le « résultat », c'est-à-dire la valeur de la teneur en potassium, avec son incertitude, par exemple pour l'un des échantillons de St Martin d'Angers (Blain *et al.*, 2011) :

$$\text{BDX 9456, K(\%)} = 2.87 \pm 0.04.$$

L'incertitude représente le risque d'erreur potentielle sur la teneur, traduit quantitativement, et habituellement nous l'exprimons sous la forme d'un écart-type. Il comprend plusieurs termes liés, justement, au processus de mesure sous-jacent, parmi lesquels nous distinguons respectivement l'incertitude de comptage de l'échantillon, de l'étalon, du rayonnement à vide, et celle sur la teneur en potassium de l'étalon (moins de 1% en valeur relative).

Les incertitudes de comptage sont déduites des spectres gamma et elles dérivent d'une statistique de Poisson classique associée au contenu des canaux du spectre (Classiquement, si N est le nombre de photons comptés dans un intervalle d'énergie du spectre gamma, l'incertitude sur N est caractérisée par son écart-type σ qui vaut $\sqrt{N}$). A ce niveau, on voit que la portée des incertitudes varie selon leur origine. L'incertitude de comptage de l'échantillon n'est propre qu'à la mesure de l'échantillon, alors que l'incertitude de comptage de l'étalon ou du bruit de fond s'étend à toutes les mesures effectuées utilisant les données correspondantes. Dans la pratique, comme un comptage de bruit de fond dure deux semaines, et celui de l'étalon, une semaine, les campagnes de calibration sur un détecteur donné sont effectuées une fois par an, sauf en cas d'anomalie de fonctionnement du système de mesure ou de modification de l'appareillage. Nous noterons que l'incertitude sur la radioactivité de l'étalon a une portée plus importante, car une erreur d'analyse du potassium (par la communauté scientifique) entraînerait une erreur qui se généraliserait à toutes les mesures effectuées avec cet étalon, pour le potassium.

Nous classons les incertitudes en deux catégories : incertitudes statistiques, propres à l'échantillon, et incertitudes systématiques liées au système de mesure. Selon cette classification binaire, seules les incertitudes de comptage de l'échantillon rentrent dans la catégorie « incertitudes statistiques », les autres sont considérées comme systématiques. L'incertitude globale, ou plus précisément l'écart-type global de la datation est donc la combinaison quadratique des écarts-types statistiques et systématiques selon la formule suivante :

$$\sigma_{\text{total}} = \sqrt{\sigma^2_{\text{stat}} + \sigma^2_{\text{syst}}} \tag{4}$$

On suppose ici que les erreurs statistiques et systématiques sont des variables* aléatoires indépendantes gaussiennes, ce qui justifie leur addition quadratique (*cf.* 12,

formule 12). Pour être complet, nous devons ajouter que d'autres sources d'incertitude existent, ce sont notamment celles liées au conditionnement de l'échantillon et à la variabilité de la géométrie du comptage. Nous ne cherchons pas dans ces lignes à être exhaustifs mais, parmi les incertitudes qui ont une importance secondaire, nous pouvons citer les approximations réalisées dans le dépouillement et l'exploitation des spectres (traitement des interférences spectrales, corrections d'auto-absorption …), les variations potentielles de l'abondance isotopique de ^{40}K entre échantillons et étalons…

Bien que les mêmes conteneurs soient utilisés pour l'étalon et l'échantillon et que le processus industriel de production des conteneurs entraîne peu de variation de géométrie du conteneur lui-même, c'est ici la question de la qualité du remplissage des conteneurs au cours du conditionnement en laboratoire qui peut être en cause (défauts d'homogénéisation de la poudre constituée de grains de dureté, de nature et de granulométrie variables, défauts de remplissage ou de tassement de la poudre entraînant une répartition hétérogène de la radioactivité de la poudre dans le conteneur par fractionnement). C'est une incertitude difficilement évaluable, de nature statistique (propre à un échantillon) dont l'origine se situe au niveau de la préparation et du conditionnement du matériau qui constituent des opérations manuelles, ou de nature systématique si un biais de préparation est reproduit pour le conditionnement des échantillons, par rapport à l'étalon. Des expériences d'inter-comparaison sur la mesure de sédiments et de roches-témoins ont montré par le passé l'importance du risque d'erreur lié à la préparation des matériaux hétérogènes (Bechtel *et al.*, 1997 ; Faïn *et al.*, 1997) et nous ne pouvons qu'espérer que la mémoire bibliographique se transmette durablement dans les laboratoires au-delà des auteurs de ces expériences d'inter-comparaison.

2.3 Incertitudes et datation par luminescence

Traditionnellement, on suppose que l'âge obtenu est représenté par une distribution* de probabilité de type gaussien*. La moyenne* et l'écart-type* fournissent donc l'information nécessaire à la datation. L'écart-type de la datation étant la combinaison quadratique de deux termes (formule 4), une incertitude statistique et une incertitude systématique, il est généralement précisé la valeur globale de l'écart-type et sa composante statistique. Par exemple à partir du tableau 1, la datation par TL d'un échantillon de brique médiévale provenant de la collégiale St Martin d'Angers BDX 9456 fournit la valeur suivante : 1079 années par rapport à 2007, année des mesures, avec une incertitude globale de 65 ans résultant de la somme quadratique de l'incertitude statistique qui est une composante propre à l'échantillon, évaluée ici à 47 ans, et de l'incertitude systématique, 45 ans. Nous noterons ainsi conventionnellement l'âge-TL : 1079 ± 65 (47), soit une date de 928 ± 65 (47) ap. JC.

Les incertitudes statistiques représentent le degré de variabilité de la mesure d'âge pour un échantillon, lié à l'imprécision des mesures. Pour les évaluer, on liste l'ensemble des variables dont l'incertitude présente une portée limitée à l'échantillon daté. Les variables x_i en question sont la dose archéologique, l'efficacité alpha, les teneurs ou les activités des radioéléments contenus dans l'échantillon, le cas échéant, les teneurs en radioéléments des grains ayant été utilisés aux mesures de dose archéologique, les

mesures de la composante environnementale in situ par gammamétrie ou par dosimétrie ou par toute autre approche par reconstruction.

L'écart-type statistique global est une combinaison quadratique des incertitudes statistiques des variables x_i supposées indépendantes dans la détermination de l'âge A. On l'évalue selon la formule de propagation des incertitudes (CEA, 1978) qui donne la variance d'une fonction de plusieurs variables aléatoires indépendantes en limitant l'approche au premier ordre :

$$\sigma_{stat}^2 = \sum_i \left(\frac{\delta A}{\delta x_i} \sigma_{i,stat} \right)^2 \tag{5}$$

Les variables x_i ont un écart-type statistique noté $\sigma_{i,stat}$.

Le terme $\frac{\delta A}{\delta x_i}$ représente la dérivée partielle de l'âge par rapport à la variable indépendante x_i.

On détermine ces dérivées à partir de l'expression mathématique de l'équation d'âge complète (Schvoerer et al., 1994). Par exemple si l'on s'intéresse à la variable D_a (dose archéologique), la dérivée partielle de l'âge par rapport à D_a vaut $1/\dot{d}$ et l'effet de l'incertitude de D_a sur l'âge vaut donc $\sigma_{D_a}/\dot{d}$, ce qui est calculable puisque les valeurs de l'écart-type de la dose archéologique et la dose annuelle sont toutes les deux déterminées.

Assez généralement, la mesure de la dose archéologique fournit la plus grande contribution à l'écart-type statistique. En revanche, les mesures des teneurs en radioéléments, sont assez précises (de l'ordre de 1% en valeur relative pour K, U et Th), sauf si on s'intéresse à des isotopes particuliers comme le plomb ^{210}Pb (série radioactive de ^{238}U, descendant du radon ^{222}Rn), émetteur gamma avec une intensité faible, mais dont l'importance est élevée car c'est un indicateur de la teneur en radon dans l'échantillon en situation archéologique. L'incertitude de comptage peut générer des incertitudes relatives plus élevées, de l'ordre de 5% en moyenne. Dans quelques cas, l'incertitude statistique sur la mesure de dose annuelle environnementale peut fournir une contribution non négligeable à l'incertitude statistique globale. Au bilan, l'incertitude statistique relative en datation par luminescence varie de 2% au mieux (2% de l'âge obtenu) à 10% dans les cas défavorables, avec une moyenne des incertitudes statistiques autour de 4%.

Les incertitudes systématiques concernent des incertitudes communes à une série d'échantillons et qui agissent dans le même sens. Elles représentent quantitativement le risque d'erreur lié au système de mesure considéré dans sa globalité. Dans le cas de la datation par luminescence, les plus significatives (elles se calculent selon le même formalisme que celui de l'équation 4) recouvrent l'incertitude sur la mesure de dose archéologique ainsi que celle sur l'estimation de l'état d'humidité des échantillons.

Pour la dose archéologique, il s'agit des incertitudes de calibration des sources radioactives artificielles béta installées dans les machines. Calibrer une source requiert d'irradier un matériau (grains de quartz, feldspaths, calcite …) dans un centre d'irradiations-

étalons par une dose connue (en général l'incertitude sur la dose délivrée est de l'ordre de 1 à 2%). Le matériau irradié à l'extérieur est ensuite étudié sur les divers équipements à calibrer afin de déterminer les débits de dose fournis par les sources artificielles du laboratoire. A ce niveau, la dispersion* des mesures fournit une incertitude de type statistique, cependant cette incertitude devient systématique dès lors qu'on utilise ultérieurement les résultats de la calibration pour dater des séries d'échantillons. Classiquement, l'incertitude de calibration des sources est comprise entre 2 et 4%. Il semble évident que cette incertitude s'applique intégralement à l'ensemble des échantillons qui a été étudié avec cette source et cette calibration.

L'humidité des matériaux archéologiques agit directement sur la dose annuelle. L'eau joue principalement un rôle d'atténuation de la radioactivité, la dose annuelle étant proportionnelle aux concentrations pondérales de radioéléments. En rajoutant de l'eau dans les pores de l'échantillon, on l'alourdit sans modification de volume, ni de la concentration volumique de radioéléments, mais on diminue la dose annuelle. L'énergie des particules et rayonnement se partage ainsi entre l'eau et le matériau. Pour dater il est donc nécessaire d'estimer la teneur moyenne en eau de l'échantillon depuis l'instant zéro. Ce qui est connu, c'est l'humidité du matériau au moment du prélèvement après séchage au laboratoire. Par ailleurs, lorsque nous disposons de fragments solides, il est possible de déterminer la capacité du matériau à intégrer de l'eau sous forme liquide dans ses pores, il s'agit de la teneur en eau à saturation, qui constitue la limite supérieure possible de la teneur en eau (état d'humidité 100%). Cette mesure se fait en laboratoire. La question est alors de savoir si la mesure de l'état d'humidité au prélèvement est significative de l'état archéologique. Tout dépend de la situation de l'échantillon. Les cas les plus favorables sont les milieux constamment secs ou constamment humides et saturés. A l'inverse, pour des situations intermédiaires pour lesquelles l'humidité est susceptible de varier, l'incertitude sur l'estimation de l'humidité archéologique moyenne peut être importante, notamment avec des matériaux très poreux, ce qui peut limiter la pertinence des datations. Il s'agit d'une incertitude de type systématique dans le sens où ce sont tous les échantillons issus du même contexte dans un site donné qui seront affectés par une éventuelle erreur d'estimation de l'état d'humidité archéologique. L'évaluation de l'incertitude sur l'humidité est réalisée en évaluant les limites inférieures et supérieures de l'humidité, dont la probabilité est supposée suivre une distribution uniforme entre ces deux limites. On retient pour le calcul d'erreur comme incertitude l'écart-type de ce type de distribution : Si Δ représente la différence entre les valeurs limites, l'écart-type de la distribution uniforme est égal à $\Delta/\sqrt{12}$.

Au titre des incertitudes systématiques, on doit ajouter bien évidemment d'autres sources, notamment l'incertitude sur la teneur ou l'activité des étalons utilisés dans les analyses radiochimiques, ou celle sur les périodes radioactives de ^{238}U, ^{232}Th et de ^{40}K, et des rapports isotopiques et rapports d'embranchement nucléaires qui joue sur les coefficients de conversion teneur/dose annuelle (Nambi et Aitken, 1986 ; Adamiec et Aitken, 1998 ; Guérin *et al.* 2011).

3 L'exemple de la tour-clocher de la collégiale Saint-Martin à Angers (France)

La collégiale Saint-Martin à Angers (Maine-et-Loire, France), telle que nous l'observons aujourd'hui, est la résultante de nombreuses transformations intervenues au cours du temps. Nous nous intéressons ici à la datation de la base de la tour clocher qui a fait l'objet d'une étude chronologique multi-méthode. Nous reportons dans le tableau 1 les résultats des datations obtenues. Du point de vue des matériaux datables, nous avons disposé de charbons de bois extraits des mortiers et de terres cuites architecturales (briques). Les charbons ont été datés par radiocarbone et les briques ont bénéficié de datations par thermoluminescence et par archéomagnétisme. La nature des objets datés, charbons de bois et briques, ne permet pas une datation directe de la construction. Il s'agit d'objets proximaux, dont la datation pour les charbons fournit la date d'arrêt de croissance des éléments végétaux et pour les briques la date de cuisson au moment de leur fabrication. En toute rigueur, dans ces deux cas, les datations sont des *termini post quem* vis-à-vis de l'édification de la structure architecturale. Ces travaux ont été réalisés et publiés quelques années avant la mise au point de la datation des mortiers par luminescence optiquement stimulée en mode « *single grain* » (Urbanová, 2015 ; Urbanová et Guibert, 2017). Aussi au cours de ce travail de chronologie, nous avions considéré la possibilité de remploi des briques, pratique assez fréquente, mais non systématique au haut Moyen Âge (Guibert *et al.*, 2012). Seule la convergence des mesures d'âge fournies par plusieurs méthodes de datation nous avait semblé pertinente pour estimer si la production des briques était contemporaine de la construction des structures étudiées (Blain *et al.*, 2011, Guibert *et al.*, 2019).

3.1 Analyse de la dispersion des dates thermoluminescence et moyenne des dates

La datation TL, par la méthode dite des « petites inclusions polyminérales », a été réalisée sur cinq briques différentes issues de la même structure architecturale, étudiées au laboratoire de Bordeaux en 2007. Les résultats sont donnés au tableau 1. Nous noterons qu'aujourd'hui, en 2021, la méthode de luminescence la plus précise pour la datation des Terres Cuites Architecturales (TCA) est l'OSL appliquée aux grains fins de quartz, technique pour laquelle les incertitudes statistiques sont très réduites, de l'ordre de 2%, voire inférieures.

Tab. 1 : Saint-Martin d'Angers, datation par TL de briques (Blain *et al.* , 2011). Date et écarts-types sont exprimés en années. L'année de la mesure est 2007.

Echantillon	Date TL (AD)	Ecart-type total (formule 4)	Ecart-type statistique (formule 5)	Ecart-type systématique	Distance euclidienne (Xi)	Pondération des dates
BDX 9456	928	65	47	45	1.74	0.309
BDX 9457	900	79	64	46	0.84	0.167
BDX 9459	825	79	59	53	-0.36	0.196
BDX 9461	844	82	63	52	-0.04	0.172
BDX 9472	735	83	66	51	-1.69	0.157
Moyenne pondérée	858	55	26	48	-	-

Peut-on admettre que ces cinq briques sont toutes contemporaines ? Pour répondre à cette question, il faut comparer les dates obtenues en tenant compte des incertitudes statistiques sur ces dates. On constate que les écarts-types statistiques varient selon les échantillons, aussi la comparaison des dates TL entre elles passe par l'examen des distances euclidiennes entre les mesures individuelles et la moyenne pondérée $\bar{t}$ des dates :

$$\bar{t} = \frac{1}{W} \sum_i w_i t_i \tag{6}$$

où les coefficients de pondération* w_i sont proportionnels à l'inverse des variances statistiques $\sigma^2_{i,stat}$ des datations individuelles t_i :

$$w_i = \frac{1}{\sigma^2_{i,stat}} \quad \text{et} \quad W = \sum_{i=1}^{n} w_i \tag{7}$$

L'erreur d'estimation $s_{\bar{t}}$ sur la moyenne $\bar{t}$ est égal à

$$s_{\bar{t}} = 1/\sqrt{\sum_i \left(\frac{1}{\sigma^2_{i,stat}} \right)} \tag{8}$$

Les formules (6) et (8) proviennent d'un modèle de combinaison où l'on suppose que toutes les dates t_i suivent une loi gaussienne ayant pour moyenne commune une date t qui est estimée par la moyenne $\bar{t}$ (*cf.* 12).

On note que le carré de l'erreur en formule 8 a la forme d'une moyenne harmonique des variances σ_i^2, dont la propriété est de donner plus de poids aux dates précises. On note au passage que cette erreur $s_{\bar{t}}$ décroît avec le nombre d'échantillons pris en compte, approximativement en raison inverse de la racine carrée de ce nombre (c'est rigoureux dans le cas où les écarts-types individuels σ_i sont identiques). Ainsi, en termes économiques, gagner un facteur deux de précision nécessite quatre fois plus d'investissement !

Les distances euclidiennes X_i sont calculées selon la formule :

$$X_i = \frac{t_i - \bar{t}}{\sigma_i} \tag{9}$$

Les n distances euclidiennes X_i sont donc des variables aléatoires centrées réduites, de moyenne nulle et d'écart-type 1. Dans la mesure où nous admettons communément que l'âge-luminescence suit une loi normale, alors, la somme des carrés des distances euclidiennes $D^2 = \sum_i X_i^2$ suit une loi du Chi-2 (*cf.* 8) avec un nombre de degré de liberté égal à $n - 1$ (moins 1 parce que les n distances euclidiennes sont liées entre elles par la relation (6) qui permet de calculer la moyenne pondérée).

Les calculs sont donnés dans le tableau 1. La somme des carrés des 5 distances euclidiennes vaut ici 6.72, valeur qui est à comparer à l'intervalle donné par le Chi-2 pour 4 degrés de liberté, soit [0.48, 11.1] à 95% ou encore [1.06, 7.78] à 80% (CEA, 1978). La dispersion des dates est donc explicable par la seule dispersion des mesures. Du point de vue archéologique, nous pouvons considérer que ces briques constituent un ensemble homogène et contemporain dans le sens où les incertitudes statistiques de mesure ne permettent pas de les discriminer chronologiquement. Pourtant, en première analyse, l'échantillon BDX 9462 pourrait donner l'impression qu'il s'agissait d'une brique réutilisée. Effectuer la moyenne des âges (ou des dates en passant par la formule 2) a donc un sens à présent.

En appliquant les formules (6) et (8), la date moyenne de manufacture des briques s'établit à 858 AD avec une erreur d'estimation plus faible que celle des datations individuelles, soit $s_{\bar{t}} = 26ans$. En revanche, l'incertitude systématique ne se réduit pas par la multiplicité des échantillons et dans ce cas précis elle devient même la source principale d'incertitude sur l'âge moyen (une cinquantaine d'années). Pour la déterminer, nous utilisons la relation approchée suivante :

$$s_{syst} = \sum_i w_i \sigma_{i,syst} \tag{10}$$

où $\sigma_{i,syst}$ représente l'écart-type systématique sur la date i, et où w_i représente la pondération de la date i utilisée dans le calcul de la moyenne $\bar{t}$.

La relation rigoureuse consiste à déterminer l'écart-type systématique partiel de l'âge (exprimé en années) relatif à chaque variable x_j indépendante mise en jeu (Dose équivalente, facteur d'efficacité alpha, incertitude sur les facteurs d'atténuation des doses annuelles alpha et béta, incertitude systématique des mesures de U(^{238}U), de mesure de U(^{226}Ra), de mesure de U(^{210}Pb), de mesure de K, incertitude sur l'humidité de l'échantillon et de son environnement, mesures dosimétriques, …) selon la relation suivante, qui dérive de l'expression générale de l'écart-type d'une fonction de plusieurs variables :

$$s_{syst,x_j} = \sum_i w_i \frac{\delta A_i}{\delta x_j} \sigma_{i,syst,x_j}$$

L'indice i renvoie à l'échantillon et l'indice j à la variable affectée d'une incertitude systématique, A_i est la mesure d'âge de l'échantillon i, et w_i son poids dans la moyenne pondérée. Il s'agit ainsi de la moyenne pondérée des incertitudes systématiques partielles. L'incertitude systématique sur la moyenne est obtenue par la somme quadratique de ces incertitudes systématiques partielles sur l'ensemble des variables indépendantes x_j :

$$\sigma^2_{syst} = \sum_j \left(s_{syst,x_j}\right)^2$$

Ceci suppose de détailler toutes les composantes de l'incertitude systématique pour chaque échantillon, ce qui, jusqu'à présent, n'est pas réalisé dans la communauté, d'où la formule approchée (10) que nous utilisons en général.

D'après les données du tableau 1, on obtient $s_{\text{syst}} = 49$ *ans*. Par conséquent, l'erreur d'estimation globale sur la date pondérée est donnée par $s = \sqrt{s_{\bar{t}}^2 + s_{syst}^2} = 55$ ans (arrondi à l'année près). L'intervalle de confiance sur la date est alors donné par $858 \pm 1,96 \times 55$ AD à 95% (le terme 1,96 provient des propriétés de la loi de Gauss).

3.2 Comparaison des résultats de luminescence avec les autres méthodes de datation

Comparer les résultats de datation issus de méthodes différentes implique un niveau hiérarchique supérieur d'analyse. Les incertitudes systématiques doivent à présent être intégrées à l'approche (selon la formule 4), ainsi que le sens archéologique attribuable aux datations. Nous nous intéresserons ici à la seule structure architecturale du bâtiment, arcs et bases des piliers, où trois méthodes de datation ont été mises en œuvre : TL, AM et radiocarbone. Les résultats de datation sont rassemblés dans le tableau 2.

Tab. 2 : Collégiale Saint Martin d'Angers, bilan des datations réalisées à la base de la tour-clocher (Blain *et al.*, 2011 ; Guibert *et al.*, 2019). L'âge C14 non calibré dans la seconde colonne est exprimé en années BP et est donné avec son écart-type (incertitude statistique de comptage). Les intervalles de confiance pour la TL ont été déterminés avec l'erreur globale incluant l'incertitude systématique.

Localisation	Référence	Date calendaire (ap. J.-C.) à 95%
Transept		
Radiocarbone	Ly-3922 : 1110 ± 25 BP	[888-988]
Arcs et base des piliers		
Radiocarbone	Ly-7857 : 1202 ± 34 BP	[695-745] , [764-895] , [928-941)
Thermoluminescence	BDX 9456	[798-1058]
	BDX 9457	[742-1058]
	BDX 9459	[667-983]
	BDX 9461	[680-1008]
	BDX 9472	[569-901]
	Date TL moyenne	[748-968]
Archéomagnétisme	Ren 490071 Inclinaison (Paris) : 70° ± 2°	[640-890] , [1625-1800]
Maçonnerie supérieure aux arcs		
Radiocarbone	Ly-10781 : 1135 ± 30 BP Ly-15133 : 1170 ± 30 BP	[778-844] , [858-985] [772-902] , [919-963]
Etage supérieur (reconstruction)		
Radiocarbone	Ly-7856 : 950 ± 40 BP	[1016-1168]

Il est possible de comparer directement les résultats de la datation archéomagnétique d'un ensemble de briques issues de la même structure avec ceux obtenus par la thermoluminescence : en effet, les deux méthodes datent la dernière chauffe des briques à leur fabrication, si aucun réchauffage ultérieur ni aucun réemploi n'ont eu lieu. La distribution de probabilité de date dans le premier intervalle [640-890] AD donné par l'archéomagnétisme est en fait bimodal, présentant deux maxima de densité de probabilité à 700 AD et 870 AD. Les données de luminescence sont parfaitement cohérentes avec la seconde solution archéomagnétique.

La comparaison avec le radiocarbone ne peut évidemment s'opérer qu'avec les résultats des datations calibrées qui tiennent compte à la fois des incertitudes statistiques de comptage béta ou du comptage des atomes de ^{14}C par spectrométrie de masse et des incertitudes sur la courbe de calibration. La signification archéologique du radiocarbone doit être distinguée de celle de l'AM et de la TL. En effet, les dates ^{14}C sont celles de charbons de mortiers et correspondent à l'arrêt de croissance de l'élément végétal qui a fourni le charbon, lui-même introduit dans le mortier. Il s'agit donc *a priori* d'un événement antérieur à la construction (possible effet « vieux bois »). On voit cependant ici (tableau 2) que les datations effectuées à la base des piliers et sur les arcs se recouvrent et on peut supposer que l'effet « vieux bois » est très faible, inobservable statistiquement parlant en raison des incertitudes de mesure.

3.3 Synthèse chronologique

Toutes les datations réalisées dans l'US base de la tour-clocher de la collégiale Saint-Martin montrent une bonne convergence, centrée sur le IX^{e} siècle, soit dans l'intervalle [790-920] ap. J.-C. à 95% de probabilité. La modélisation des données chronologiques a été réalisée avec le logiciel ChronoModel (Lanos, 2019). Les datations des charbons par radiocarbone et des TCA par archéomagnétisme et thermoluminescence sont en accord et nous constatons que les résultats sont très éloignés du XI^{e} siècle, période admise jusqu'à présent suite aux travaux de F. Lesueur (1961), ce qui a été un acquis important et relativement inattendu de cette étude. Il est en effet fort peu probable que les 167 échantillons testés par archéomagnétisme (ensemble qui apparaît magnétiquement homogène par rapport à l'inclinaison du champ magnétique ancien), que les 5 briques datées par TL de cette unité soient tous remployés et que dans le même temps le radiocarbone ait montré un effet « vieux bois » compatible avec les datations de la manufacture des briques. La datation de cette unité est par ailleurs inscrite dans une séquence constructive. Les résultats de toutes ces analyses ne montrent aucun hiatus ou inversion chronologique qui aurait pu mettre en doute la datation des briques et des charbons de mortiers associés. Enfin, plus récemment, l'étude de l'intensité du champ magnétique thermorémanent, un nouveau paramètre introduit ces dernières années pour la datation par archéomagnétisme, a conforté la datation au IX^{e} siècle de la production des terres cuites et donc des maçonneries correspondantes. Cette étude montre l'importance du traitement statistique des erreurs intervenant dans un processus de datation, l'objectif étant d'assurer une bonne fiabilité et précision des résultats tout en prenant correctement en compte les incertitudes qui interviennent à tous les niveaux du processus de datation comme cela est montré ici en détail dans le cas de la luminescence.