

Re.S.Artes

Le Regard de la Science sur les Arts et le patrimoine culturel

DATATION PAR THERMOLUMINESCENCE (TL) OU PAR LUMINESCENCE STIMULÉE OPTIQUEMENT (OSL) EN ARCHÉOLOGIE : POUR UNE MISE EN OEUVRE OPTIMISÉE DE CES MÉTHODES

Ces deux approches de chronologie physique utilisent des principes de radioactivité similaires : il s'agit dans les deux cas d'analyser les effets de l'irradiation naturelle sur des cristaux.

En effet, l'énergie déposée dans les minéraux, ou dose d'irradiation, exprimée en grays (Gy), est proportionnelle à l'intensité de la radioactivité du lieu de conservation ou d'enfouissement de l'objet et au temps pendant lequel les cristaux sont soumis à cette irradiation.

En thermoluminescence, l'objectif est de déterminer l'ancienneté de la dernière cuisson d'une terre cuite (céramique, brique, structure de four), un sédiment rubéfié ou un galet (quartzite, silice).

Par l'étude en OSL de sédiments limoneux, il est possible de dater la mise en place d'un fossé, d'un chenal en déterminant le moment de la dernière exposition des cristaux à la lumière.

Ces deux méthodes de datation nécessitent des expériences de thermoluminescence ou d'OSL mais également l'analyse fine de la radioactivité du milieu d'enfouissement des objets à dater, si possible sur le terrain, et dans tous les cas sur prélèvements au laboratoire.

Détermination de la dose d'irradiation archéologique par thermoluminescence sur terre cuite (céramiques, briques, structures de fours), sédiment rubéfié, galet chauffé (quartzite, silice)

Pour mesurer la dose d'irradiation accumulée dans les cristaux depuis leur dernier chauffage (Q_{Nat}), il faut procéder à plusieurs séries d'expériences de thermoluminescence destinées à définir le plus précisément possible le comportement des cristaux en fonction de l'irradiation et de la température à laquelle ils sont portés [1-3].

La procédure mise en œuvre consiste à comparer l'intensité du signal de thermoluminescence naturel avec ceux obtenus après irradiation des cristaux avec des doses connues (ajouts de dose sur la dose naturelle).

Après intégration des signaux dans le domaine dit « du plateau », nous pouvons évaluer la dose d'irradiation accumulée dans les cristaux depuis leur dernier chauffage en extrapolant une courbe passant au mieux par l'ensemble de points (appelé « 1^{ère} lecture » ou « 1L »). Cette courbe est déterminée expérimentalement à partir de l'étude du comportement du matériau en fonction de la dose d'irradiation, à l'issue de chauffages en atmosphère oxydante à des températures variables (appelé « 2^{ème} lecture » ou « 2L ») [4].

Cette démarche requiert la mise en place de procédures analytiques lourdes, qui doivent permettre de connaître au mieux les propriétés TL des cristaux à dater afin de garantir la fiabilité des résultats. C'est pourquoi il est nécessaire de mener un grand nombre d'expériences et d'acquérir des séries importantes de mesures physiques (de l'ordre de 200 courbes de TL par prélèvement), sur des échantillons de quelques dizaines de cm^3 soumis à un traitement mécanique et chimique destructif [5-6].

Pour être validée, la datation doit avoir été effectuée sur un fragment suffisamment chauffé par le passé pour éliminer la thermoluminescence d'origine géologique (typiquement à plus de 500°C, [7-9]) mais également porté à une température inférieure au seuil de vitrification qui engendre des désordres dans les cristaux pouvant limiter la reproductibilité des expériences de thermoluminescence.



Signalons que la mise en œuvre conjointe de la thermoluminescence et de la diffraction de rayons X peut apporter des informations pertinentes sur les températures atteintes par les artefacts au moment de leur cuisson ou au cours de leur utilisation. Cette approche permet, par exemple, de retrouver la fonction d'une structure archéologique (four de potier ou four domestique) ou de participer à la reconstitution des techniques de fabrication anciennes. Elle peut venir compléter une intervention à caractère chronologique.

Détermination de la dose d'irradiation archéologique par OSL sur sédiment insolé

Pour mesurer la dose d'irradiation accumulée dans les cristaux depuis leur dernière exposition à la lumière (Q_{Nat}), il faut procéder à des expériences d'OSL qui permettent de comparer l'intensité du signal naturel avec ceux obtenus après irradiation des mêmes cristaux avec des doses connues (Protocole SAR [10-15]). Cela peut se faire sur une seule prise d'essai étant donné que les conditions d'obtention d'une mesure ne perturbent pas la suivante.

La procédure mise en œuvre dans ce cas est moins lourde et moins consommatrice de matière qu'en TL.

La répétition du protocole analytique sur plusieurs prises d'essai permet de s'assurer que le sédiment a été suffisamment exposé à la lumière solaire dans le passé pour que la dose mesurée soit bien représentative du fait à caractériser et qu'elle n'est pas entachée d'une contribution d'origine géologique.

Détermination de la dose d'irradiation annuelle : sur le terrain et au laboratoire

Pour déterminer la dose d'irradiation reçue annuellement par les cristaux à dater (I), que ce soit dans le cadre de la mise en œuvre de la TL ou de l'OSL, il faut procéder, si possible, à des mesures de radioactivité *in situ*, et, dans tous les cas, à l'analyse au laboratoire des artefacts à dater et des différents matériaux composant leur environnement proche [16-19].

Il s'agit en effet d'évaluer la quantité d'énergie déposée chaque année par les particules α et β et les photons γ . Ces sources d'irradiation émanent de l'objet lui-même et de son environnement.

Aucune datation par thermoluminescence ou par OSL ne peut s'affranchir de cette partie de l'étude. L'ignorance de cette donnée expérimentale invalide purement et simplement le résultat.

Aussi, l'obtention d'une date par TL ou OSL nécessite une étroite collaboration entre le responsable de l'opération archéologique et les "dateurs", afin de déterminer au mieux les conditions d'enfouissement et d'irradiation des artefacts.

Dans la mesure du possible, l'équipe de datation doit pouvoir intervenir sur le site lors de la campagne de fouille, afin d'analyser le contexte géochimique d'enfouissement des artefacts à dater, de procéder par elle-même à la collecte du matériel archéologique et sédimentaire indispensable à la datation et d'effectuer les mesures de radioactivité *in situ*. Cette opération est menée en collaboration avec les équipes de terrain, afin de réaliser les choix les plus pertinents. Ceci suppose que la campagne de prélèvement soit effectuée de préférence en fin de chantier, lorsque la quasi-totalité du site a été explorée.

Mesures sur site

Des mesures de radioactivité naturelle sont effectuées sur le site au lieu de prélèvement des artefacts à dater, ainsi qu'en divers endroits jugés représentatifs de leur milieu d'enfouissement.

Pour cela, un spectro-radiamètre à scintillation peut être utilisé.

Mesures au laboratoire

Le recours à la spectrométrie gamma à bas bruit de fond et / ou à l'ICP-MS permet de déterminer les concentrations en éléments radioactifs (uranium, thorium, potassium) contenues dans l'artefact à dater et des prélèvements représentatifs de son environnement proche.

Puis, une table de correspondance teneur / dose conduit à évaluer les contributions alpha, beta et gamma à l'irradiation annuelle [20].

En complément, il est nécessaire de tenir compte du taux d'humidité moyen des matériaux afin d'obtenir les mesures de dose d'irradiation annuelles les plus justes.



La précision attendue en datation par TL et OSL

A l'heure actuelle, compte tenu des développements méthodologiques récents et de l'affinement des procédures expérimentales de datation [2-3], il est possible d'obtenir **une précision comprise entre 5 et 10% sur chaque date TL**. Cela suppose de multiplier les expériences de thermoluminescence afin de connaître au mieux les propriétés spécifiques de chaque matériau à dater, de déterminer et de prendre en compte l'état de chauffe de l'objet considéré [7-9].

En OSL, la procédure expérimentale permet de réduire sensiblement cette incertitude, la portant à une valeur relative généralement comprise entre 3 et 5%.

Une telle exigence de précision repose également sur l'analyse pointue des conditions d'enfouissement de l'artefact à dater et la prise en compte de tous les facteurs d'évolution de la radioactivité du milieu dans l'espace et dans le temps [16-19].

Par ailleurs, la datation de plusieurs échantillons représentatifs d'un même événement permet de réduire significativement les incertitudes et d'accroître, par un traitement statistique des données, la précision de son calage chronologique.

Analyse critique des résultats et mise en perspective

L'obtention d'un quorum de dates pertinentes sur un site nécessite la mise en place d'une méthodologie rigoureuse impliquant différents acteurs : les archéologues et les chronologistes.






Ainsi, préalablement aux analyses et si la problématique chronologique le requiert, une réflexion commune sur l'adéquation des prélèvements avec les questions posées peut être importante.

Puis, une fois les datations obtenues, de nouvelles discussions s'engagent entre les chronologistes et les archéologues. Cette étape, indispensable avant toute conclusion, consiste, en particulier, à comparer les résultats et à les discuter à la lumière des hypothèses de terrain et/ou des interprétations préexistantes.

Cependant, cette réflexion commune ne peut être concluante que si, en amont, les données ont été analysées et exploitées correctement, en accord avec l'état de l'art de la méthode.

Aussi, dans la mesure du possible, dans une exigence de qualité et afin d'apporter tous les éléments contradictoires à une analyse critique des données obtenues, les rapports d'étude par TL ou OSL délivrés doivent comporter une documentation complète sur le contexte stratigraphique des prélèvements ainsi qu'une discussion sur la fiabilité des mesures et le degré de concordance des résultats obtenus.

Un rapport exploitable à des fins de publication présente les informations suivantes :

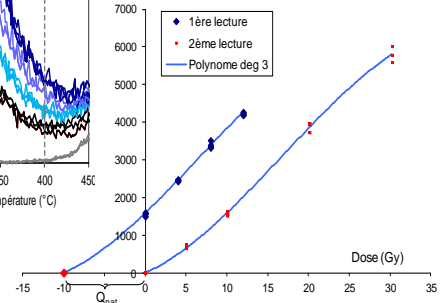
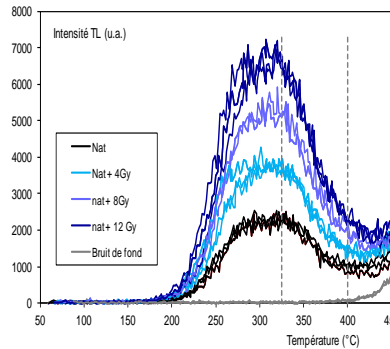
-  le référencement archéologique complet de l'échantillon à dater et son positionnement dans la stratigraphie, en particulier dans le cas où il appartient à une série ;
-  la procédure de mesure de la dose d'irradiation naturelle mise en œuvre et la validation des tests de databilité préliminaires (chauffage ou ensoleillement suffisant, en particulier)
-  les choix effectués en particulier pour les valeurs d'humidité retenues et les contributions radioactives des différents matériaux composant l'environnement de l'artefact à dater
-  les différentes étapes d'obtention de la dose d'irradiation annuelle
-  la mesure d'âge obtenue et l'analyse du résultat au regard des choix effectués au cours du calcul.

Ainsi, dans le cadre de séries, les dates sont comparées entre elles, replacées dans leur contexte stratigraphique et archéologique et discutées à la lumière des études de terrain.

Une telle démarche repose sur une collaboration étroite entre les différents acteurs du programme archéologique de manière à obtenir un rapport chronologique synthétique, complet et pertinent, utilisable à des fins de publication.

Détermination de la dose d'irradiation archéologique par thermoluminescence

La dose d'irradiation archéologique (Q_{nat}) est obtenue à partir d'expériences de thermoluminescence. La technique employée est celle des ajouts de doses qui consiste à comparer l'intensité du signal naturel avec celles générées par des doses connues.

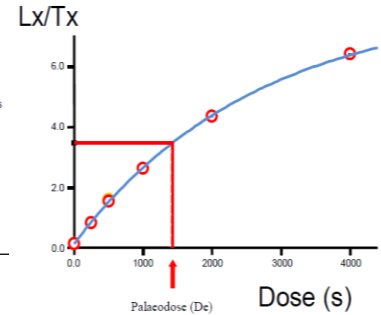
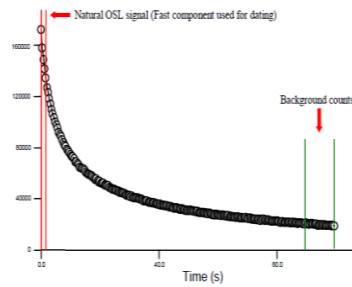


Cette méthode permet également d'évaluer les températures atteintes dans le passé en association avec d'autres techniques (diffraction de rayons X en particulier).

Détermination de la dose d'irradiation archéologique par OSL

La dose d'irradiation archéologique (Q_{nat}) fait l'objet d'une évaluation à partir d'expériences d'OSL. La technique employée repose sur une régénération du signal naturel avec des doses connues sur une seule prise d'essai (protocole SAR).

OSL (cts per 0.40 s)



Détermination de la dose d'irradiation annuelle

La dose d'irradiation reçue annuellement dépend de la composition radiochimique du matériau à dater et de son environnement.



En conséquence, aucune datation par TL ou OSL ne peut s'affranchir de l'analyse de la radioactivité du milieu d'enfouissement immédiat des objets à dater, si possible sur le terrain....



... et dans tous les cas au laboratoire
(spectrométrie gamma, ICP-MS).



Pour garantir la réalisation d'un travail scientifiquement rigoureux et archéologiquement pertinent, **nous intervenons, si possible, sur le site** afin de procéder à la collecte du matériel archéologique et sédimentaire indispensable à la datation et d'effectuer des mesures de radioactivité.

Une synthèse critique complète des résultats est proposée afin d'en obtenir une exploitation optimisée vis-à-vis de la problématique archéologique posée.



Bibliographie

- [1] M.J. Aitken, 1985, *Thermoluminescence dating*, Academic press, England, 359 p.
- [2] P. Guibert et C. Roque, 2000, "La datation par Thermoluminescence", *Dossier d'Archéologie*, 253, 16-23.
- [3] P. Guibert, C. Roque, E. Vartanian et F. Bechtel, 2001, "Datation par thermoluminescence : un aperçu sur les matériaux et quelques progrès récents", *Datation, Actes des XXI^e Rencontres Internationales d'Archéologie et d'Histoire d'Antibes, 19-21 Octobre 2000*, éd. APDCA, 31-47.
- [4] P. Guibert, E. Vartanian, F. Bechtel and M. Schvoerer, 1996, "Non linear approach of TL response to dose: polynomial approximation", *Ancient TL*, 14/2, 7-14.
- [5] C. Roque, P. Guibert, E. Vartanian, E. Vieilleigne, F. Bechtel, 2004, "Changes in luminescence properties induced by thermal treatments; a case study at Sipán and Trujillo Moche sites (Peru)", *Radiation Measurements*, 38, 119-126.
- [6] C. Roque, P. Guibert, M. Duttine, E. Vartanian, R. Chapoulie and F. Bechtel, 2004, "Dependence of luminescence characteristics of irradiated quartz with the thermal treatment and consequences for TL-dating", *Geochronometria, Journal on Methods and Applications of Absolute Chronology*, 23, 1-8.
- [7] C. Roque, P. Guibert, E. Vartanian, F. Bechtel and M. Schvoerer, 2001, "Thermoluminescence-dating of calcite: study of heated limestone fragments from Upper Paleolithic layers at Combe-Saunière, Dordogne, France", *Quaternary Science Reviews*, 20, 935-938.
- [8] C. Roque, P. Guibert, E. Vartanian, F. Bechtel, M. Schvoerer, C. Oberlin, J. Evin, N. Mercier, H. Valladas, J.-P. Texier, J.-Ph. Rigaud, F. Delpech, J.-J. Cleyet Merle et A. Turq, 2001, "Une expérience de croisement de datations TL/C14 pour la séquence solutréenne de Laugerie-Haute, Dordogne", *Datation, Actes des XXI^e Rencontres Internationales d'Archéologie et d'Histoire d'Antibes, 19-21 Octobre 2000*, éd. APDCA, 217-232.
- [9] C. Roque, P. Guibert, E. Vartanian, F. Bechtel, R. Treuil, P. Darcque, H. Koukoulis-Chryssanthaki et D. Malamidou, 2002, "The Chronology of the Neolithic sequence at Dikili Tash, Macedonia, Greece: TL-dating of domestic ovens", *Archaeometry*, 44/4, 625-645.
- [10] D. J. Huntley, D. I. Godfrey-Smith, and M. L. W. Thewalt, 1985, Optical dating of sediments, *Nature*, n°313, p. 105-107.
- [11] G. A. T. Duller, 1994, Luminescence dating of sediments using single aliquots: new procedures, *Quaternary Geochronology (Quaternary Science Reviews)*, v. 13, p.149-156.
- [12] E. VARTANIAN, 1999, Datation des archéomatériaux par luminescence stimulée thermiquement et optiquement : TL et OSL de silicates ou de carbonates, *Thèse de doctorat en Physique des Archéomatériaux*, Université Bordeaux 3.
- [13] A. S. Murray and A. G. Wintle, 2000, Luminescence dating of quartz using an improved single-aliquot regenerative-dose protocol. *Radiation Measurement*, n°32, p. 57-73.
- [14] M. Fattahi , R. Walker, J. Hollingsworth, A. Bahroudi, H. Nazari, M. Talebian, S. Armitage, S. Stokes, 2006, Holocene slip-rate on the Sabzevar thrust fault, NE Iran, determined using optically stimulated luminescence (OSL), *Earth and Planetary Science Letters*, v. 245, p. 673–684
- [15] K. E. Fitzsimmons, E. J. Rhodes, T. T. Barrows, 2010, OSL dating of southeast Australian quartz: A preliminary assessment of luminescence characteristics and behaviour, *Quaternary Geochronology*, v. 5, p. 91–95
- [16] E. Vartanian, P. Guibert, C. Ney, F. Bechtel, M. Schvoerer, J. Guilaine et G. Cremonesi, 1999, "Chronologie de la néolithisation en Italie du sud-est. Nouvelles datations grâce à la thermoluminescence (TL) sur le site de Matera-Trasano", *L'Anthropologie*, 103/2, 289-305.
- [17] E. Vartanian, P. Guibert, F. Bechtel, M. Schvoerer, et C. Albore-Livadie, 2001, "Contribution de la thermoluminescence à la chronologie de la culture du Gaudio : datation de céramiques du site de la Trinita, Piano di Sorrento, Italie", *L'Anthropologie*, 421-434.
- [18] C. Roque, E. Vartanian, P. Guibert, M. Schvoerer, D. Lévine, W. Alva, H. Jungner, 2002, "Recherche chronologique sur la culture Mochica du Pérou : datation de la tombe du Prêtre de Sipán par thermoluminescence et radiocarbone", *Journal de la Société des Américanistes*, 88, 227-243.
- [19] J. Faïn, D. Miallier, M. Montret, T. Pilleyre, S. Sanzelle, S. Soumana, F. Bechtel, P. Guibert, M. Schvoerer, E. Vartanian, N. Mercier, H. Valladas, J.-J. Bahain, C. Falguères, J. Tripiet et J.-L. Joron, 1997, "Intercomparaisons dosimétriques dans le cadre de la datation par TL et par RPE, Partie 2 : Milieux naturels témoins de la région de Clermont-Ferrand (Puy de Dôme)", *Revue d'Archéométrie*, 21, 29-34.
- [20] G. Adamiec and M.J. Aitken, 1998, Dose-rate conversion factors: update, *Ancient TL*, vol. 16, n°2, p. 37-50.

