

LES MÉTHODES SCIENTIFIQUES DE DATATION

Lorsqu'on parle de méthodes scientifiques de datation, on fait référence à tout un groupe de méthodes de laboratoire qui permettent par utilisation de lois temporelles internes à la matière de déterminer la situation chronologique d'un fait ayant marqué l'évolution d'un objet archéologique. Il y a donc au départ présence de trois éléments indispensables :

- * un fait marquant dans la matière l'instant initial du décompte ultérieur. Il peut s'agir d'une remise à zéro (vidage d'un piège en thermoluminescence), de l'isolement d'un radio-élément de sa source externe d'approvisionnement (mort d'un être vivant dans le cas du radiocarbone), mémorisation à un instant donné d'une grandeur physique variable (l'aimantation rémanente en archéomagnétisme), parmi d'autres.

- * une loi évolutive d'un phénomène interne à la matière ou externe et l'influençant. Mais là, une distinction doit être faite.

- a) La loi interne et ses constantes de temps sont connues et ont été dûment déterminées en laboratoire. Les études conduiront à un âge (exprimé en date B.P. – *before present*) et non à une date calendaire. On aura réalisé une datation directe.

- b) Le phénomène physique externe qui influence l'état de la matière, suit une loi d'évolution irrégulière et inconnue. Il sera donc nécessaire d'effectuer au préalable en laboratoire le tracer d'une courbe standard de l'évolution dans le temps de la propriété utilisée. On réalisera donc une sorte d'étalonnage et la méthode sera indirecte.

- * la possibilité de prélever sans perturbation des échantillons de l'objet archéologique à dater afin de mesurer en laboratoire la grandeur physique évolutive. Il ne faut pas que ce prélèvement introduise un biais susceptible de perturber la grandeur physique à mesurer et donc l'exactitude de la mesure.

Selon la grandeur des constantes de temps régissant le phénomène ou l'étendue dans le temps de la courbe standard d'étalonnage, la portée chronologique de chaque méthode sera à noter. Il en sera de même, pour la précision que l'on est en droit d'attendre de chaque méthode et pour la manière de l'exprimer.

1. Méthodes utilisant la fission des radioéléments – Dosage du radiocarbone ^{14}C

La plupart des éléments possèdent des isotopes naturels dont certains sont radioactifs. La désintégration naturelle de ces radioéléments suit une loi standard du type : $N = N_0 \cdot e^{-\lambda t}$, où N est la concentration à l'instant t , N_0 la concentration initiale et $1/\lambda$ est la durée de vie moyenne. Si cette désintégration des isotopes-pères conduit à D atomes fils (tel que $N_0 = N + D$), on pourra écrire : $[t = (1/\lambda) \cdot \log(1 + D/N)]$. Ce sont ces quelques connaissances de base qui sont à la source des méthodes de datation par les radioéléments. La méthode par le dosage du radiocarbone est la plus connue mais existent également la méthode par le potassium-argon, la datation par les déséquilibres des chaînes des uranides ou du ^{210}Pb , etc...

Dans la très haute atmosphère, l'interaction entre des atomes d'azote ^{14}N atmosphérique et des neutrons produits par les protons du rayonnement cosmique primaire est à l'origine du radiocarbone ^{14}C , isotope radioactif du carbone ^{12}C , ($^{14}\text{N} + n \rightarrow ^{14}\text{C} + ^1\text{H}$). Ce radiocarbone rapidement oxydé se mélange au gaz carbonique atmosphérique et est fixé *via* les océans et la biosphère par les êtres vivants. Ceux-ci recyclent durant toute leur existence le carbone assimilé (absorption puis élimination) et maintiennent en eux un rapport constant $^{14}\text{C}/^{12}\text{C}$ identique pour tous à l'équilibre. Mais à la mort des êtres vivants (coupe d'un arbre,

décès d'un animal ou d'un homme), le stock acquis de ^{14}C n'est plus renouvelé et la désintégration se traduit par une baisse régulière du rapport $^{14}\text{C}/^{12}\text{C}$ suivant une loi dépendant du temps. On dispose donc de la possibilité de déterminer l'ancienneté de cette mort.

La composition isotopique du carbone naturel actuel est de : **98,89% de ^{12}C** , ou carbone normal, **1,11% de ^{13}C** ou carbone-13, **$1,10 \cdot 10^{-10}\%$ de ^{14}C** ou radiocarbone. Puisque ce dernier est radioactif ($^{14}\text{C} \rightarrow ^{14}\text{N} + \beta$), la quantité de radiocarbone sur terre ne croît pas indéfiniment mais un équilibre ayant été atteint, elle reste à un niveau constant (celui nouvellement produit étant compensé par celui qui se désintègre). La période T de demi-désintégration a été estimée en 1962 égale à : **5730 ± 40 ans** soit légèrement plus que la valeur ($T = 5568 \pm 30$ ans) initialement déterminée par W.Libby. Cela signifie qu'au bout de 5730 années en moyenne, la moitié des atomes de radiocarbone a disparu et qu'au bout de 3 périodes T (soit 17190 ans) il n'en reste que $[(1/2)^3 = 1/8]$. De cette façon, au bout de 10 périodes, il ne reste qu'1/1000 du radiocarbone initial et vues les concentrations de départ, on estime généralement avoir atteint la limite de détection de celui-ci (1 à 2 désintégrations par jour et par gramme de carbone). Cette valeur d'**environ 50.000 ans** est considérée comme la portée maximale de la méthode de datation par le radiocarbone.

La mise en oeuvre pratique de la méthode comporte plusieurs variantes mais on retrouve toujours :

- a) un prétraitement (nettoyage mécanique et chimique de l'échantillon). Il s'agit d'éliminer par tri sous binoculaire les traces d'éléments carbonés plus récents (radicelles par exemple) dont la présence pourrait rajeunir la date apparente ensuite déterminée.
- b) un traitement chimique de transformation qui par une succession de réactions soigneusement contrôlées amène par synthèse le carbone total contenu dans l'échantillon soit sous forme gazeuse (gaz carbonique, méthane, acétylène ou autre), soit sous forme liquide (principalement benzène) selon la nature technologique du compteur d'impulsions β utilisé ensuite dans la chaîne opératoire.
- c) le comptage des impulsions β émises par l'échantillon ainsi transformé pendant une durée déterminée. Le compteur (pour gaz ou pour phase liquide) est entouré d'un blindage (Bi ou Hg) et de tout un réseau de compteurs en « anticoïncidence » afin de minimiser l'effet d'éventuels rayons cosmiques pénétrants arrivés jusque là. Typiquement les compteurs à gaz utilisent environ 2 litres de gaz sous une pression de 2 à 5 atmosphères selon les installations et les compteurs en phase liquide des volumes d'environ 20 cm³. Quoi qu'il en soit, il faut pouvoir disposer de quelques grammes de carbone pur ce qui n'est pas toujours une évidence lors de datation de restes osseux ayant perdu avec le temps une forte proportion de leur collagène.

La comparaison de l'activité I mesurée de l'échantillon archéologique avec celle I_0 d'un échantillon moderne (avant 1950 pour éviter les effets de l'ère nucléaire) permet de déterminer l'âge du premier :

$$t = (T/0,693) \log (I_0/I)$$

La présence d'un bruit de fond des compteurs et le fait qu'une désintégration reste un phénomène aléatoire entraîne une erreur standard estimée à environ ± 100 ans pour les installations courantes mais pouvant être ramenée à ± 25 ans pour quelques laboratoires à très hautes performances. L'introduction du comptage direct des isotopes par accélérateur couplé avec un spectromètre de masse (tandétron) a permis de réduire la quantité nécessaire de carbone présente dans l'échantillon mais l'ordre des précisions reste le même.

En fait, des datations croisées ont rapidement fait apparaître des écarts entre les dates fournies par des méthodes différentes. Les fluctuations de l'activité solaire (cycle certain de 11 ans et cycle possible sur 200 ans) entraînent que le rapport $^{14}\text{C}/^{12}\text{C}$ n'est pas une constante au sens strict. On a donc entrepris dès les années 70 de calibrer les dates radiocarbone (BP) en

années calendaires (BC et AD) par détermination de l'évolution de l'activité sur les cernes de bois anciens datés par dendrochronologie (*pinus aristata* des Rocheuses). Sont donc apparues des courbes ou des tables de calibration (table du Masca ou table de Tucson) qui permettent à chacun d'effectuer cette correction (portée ~ 5000 ans). Enfin, l'énoncé de la date (par exemple : 2250 ± 80 BP) avec sa valeur centrale suivie de la fourchette d'incertitude prête à confusion si on ne précise pas s'il s'agit d'une fourchette à un écart-type (68% de chance pour la date réelle d'être dans l'intervalle énoncé) ou à deux écart-type (95% de chance). C'est normalement la seconde option qui est retenue par les laboratoires spécialisés.

2. La thermoluminescence

Chacun sait combien la céramique d'argile cuite, surtout si sa forme ou les décors qu'elle porte sont caractéristiques, est une aide précieuse pour l'archéologue lors des fouilles. Mais c'est oublier que certains des cristaux (surtout le quartz) inclus dans sa pâte portent de plus en eux des informations quant à sa date de cuisson. Deux phénomènes entrent en jeu :

- * d'une part, un stockage d'énergie dans le cristal au cours du temps (on parle de piègeage sous forme d'états excités) et sa possible restitution sous forme lumineuse par simple chauffage,
- * d'autre part l'action des rayonnements internes, résultant des mutations naturelles des radioéléments omniprésents dans l'environnement des tessons enfouis (^{238}U , ^{232}Th , ^{40}K principalement), qui fournissent cette énergie stockée. L'action du rayonnement cosmique vient s'y ajouter.

Le chauffage initial de la céramique lors de sa cuisson (entre 700°C et 1000°C) provoque un vidage des pièges (remise à zéro de l'énergie stockée), puis durant l'enfouissement archéologique, le stockage d'une nouvelle quantité d'énergie, proportionnelle à la durée d'irradiation, se produit, quantité qu'un vidage contrôlé en laboratoire permet de mesurer sous forme d'énergie lumineuse émise. La comparaison de cette quantité (**dose archéologique** D_A) avec la **dose annuelle** D_a calculée à partir de la connaissance des concentrations de radioéléments autour de l'échantillon permet de remonter à l'âge de la dernière chauffe (la fabrication de la céramique dans la plupart des cas, mais parfois perturbée lors d'un éventuel usage culinaire ou d'un incendie). C'est la datation par thermoluminescence.

Le rayonnement actif est constitué de rayons α (He), β (électrons) et γ (électromagnétiques).

Les rayons α ont un parcours limité (qqs microns) et leur contribution provient essentiellement de la pâte elle-même et peu de l'environnement. Leur efficacité ($k=0,14$) dans le remplissage des pièges est limitée. La dose D_α qui correspond peut être retrouvée à l'aide de dosages par activation neutronique de U et Th.

Le rayonnement β (énergie entre 0,2 et 2 MeV) a un pouvoir de pénétration qui n'excède pas 2mm. La sélection de gros grains dont on élimine la couche externe permet de ne tenir compte que de l'action interne du grain seul. La dose D_β peut être mesurée par dosimétrie β ou par analyse des radioéléments présents.

Le rayonnement γ provenant des radioéléments qui existent dans une sphère de 20 à 30 cm autour de l'échantillon, on préfère pour la détermination de la dose D_γ la pose *in-situ* durant 1 an d'un dosimètre gamma à l'emplacement occupé initialement par l'échantillon.

Des tables permettent de déterminer la dose annuelle D_a à partir de ses différentes composantes (en tenant compte des facteurs d'efficacité de chacun des rayonnements). Pour la détermination de la dose archéologique D_A , il faut chauffer de façon contrôlée l'échantillon et mesurer la quantité d'énergie lumineuse émise à l'aide d'un photomultiplicateur puis recommencer le même cycle de mesures après irradiation par une dose de rayonnement connue (source étalonnée). Mais de nombreuses variantes de la méthode existent selon qu'il y

a sélection ou non des grains selon leur taille, dosimétrie directe ou analyse des concentrations en radioisotopes, prise en compte ou non du degré d'humidité des échantillons, etc...Elles permettent également d'éliminer certains effets parasites (supralinéarité, effet des émissions thermiques de l'appareillage, etc...).

Les précisions annoncées sont finalement de l'ordre de 4 à 5% (± 100 ans au début de notre ère) et la portée maximale de la méthode se situe au-delà de 100.000 ans.

3. L'aimantation rémanente ou datation archéomagnétique

Cette méthode s'adresse également aux matériaux d'argile cuite (four, matériaux de construction, poteries). Elle repose sur la conjugaison de deux phénomènes :

- * la présence autour du globe terrestre d'un champ géomagnétique (CMT) dont l'intensité et la direction varient dans le temps. De plus, ces paramètres dépendent à un instant donné de la situation géographique du lieu (correction de latitude et de longitude).
- * l'existence dans l'argile de quelques % d'oxydes de fer qui lors de la cuisson se transforment chimiquement (apparition de la couleur rouge brique) puis au cours du refroidissement acquièrent une aimantation rémanente corrélée en grandeur et en direction à celles du champ géomagnétique ambiant.

Les variations d'orientation du champ magnétique terrestre n'ayant pas été relevées au cours des temps (premières mesures au début du XVII^{ème} siècle), il a fallu en premier lieu reconstruire la courbe des variations séculaires du CMT. C'est par référence à des matériaux archéologiquement bien datés et dont on a déterminé l'orientation de l'aimantation rémanente que cette courbe a pu être établie dans plusieurs pays du monde. La méthode est indirecte et sa portée limitée à l'étendue de ces courbes d'étalonnage (essentiellement les temps historiques : au plus depuis **quelques siècles avant J.C.**).

La grandeur étudiée (aimantation rémanente) étant orientée, il convient d'apporter le plus grand soin au repérage spatial de l'échantillon lors de son prélèvement. Deux cas de figure peuvent se présenter :

a) le matériel archéologique n'a pas bougé depuis sa dernière chauffe (il est retrouvé *in situ*) permettant un prélèvement dans un repère géographique (verticale, nord, est) qui assure la conservation des orientations de l'aimantation à mesurer. C'est le cas pour les fours et foyers. On dégagera donc une portion d'argile cuite à prélever qu'on noiera dans du plâtre (soit dans un cadre métallique amagnétique, soit avec un simple chapeau de plâtre qu'on complètera en laboratoire). Une des faces du bloc de plâtre sera (avant séchage) rendue horizontale avec l'aide d'un niveau à bulle et sur cette face, on portera soit le nord magnétique actuel (déclinomètre), soit l'orientation exacte du soleil à l'heure soigneusement notée du prélèvement (équerre fendue).

b) le matériel archéologique a été déplacé depuis son lieu de production (atelier de tuilier par exemple) jusqu'à son lieu d'utilisation où il a été retrouvé lors de fouilles (cas des tuiles, briques ou poteries). Pour pouvoir utiliser l'orientation de l'aimantation, il est nécessaire d'émettre des hypothèses qu'il faudra *in fine* vérifier. C'est la forme géométrique du matériau (parallélépipède par exemple pour une brique) qui induit que l'une des faces est en fait le plan horizontal du lieu de cuisson.(brique posée sur une face sur la sole horizontale d'un four). Le prélèvement des échantillons se fera donc en laboratoire dans un repère lié aux arêtes du matériau. Mais dans l'opération une donnée angulaire (la déclinaison, écart par rapport au nord géographique) est irrémédiablement perdue et le traitement statistique des résultats s'en trouvera quelque peu compliqué.

La mesure en laboratoire de l'orientation et de l'intensité de l'aimantation rémanente se fera sur les échantillons convenablement orientés. Au sein d'une enceinte blindée en μ métal, ils seront mis en rotation à l'intérieur d'une bobine torique fixe dans laquelle la

rotation de la composante de l'aimantation rémanente de celui-ci induira un signal électrique. En répétant cette manipulation pour plusieurs positions de l'échantillon par rapport à l'axe de rotation, on peut restituer l'orientation exacte de l'aimantation rémanente par rapport au repère de prélèvement lié à celui-ci.

Plusieurs effets parasites sont susceptibles de perturber l'exakte corrélation de direction entre l'aimantation induite et le champ géomagnétique (anisotropie de forme du matériau ou anisotropie de texture de la pâte, présence d'aimantations secondaires induites par des chauffés partielles ultérieures, ...). Des méthodes de correction permettent la prise en compte de ces effets parasites dont on sait en conséquence éliminer les effets.

Reste à replacer ces résultats d'orientation (inclinaison, déclinaison) sur la (ou les) courbe de variations séculaires du CMT. Pour une valeur donnée de l'inclinaison, plusieurs solutions sont possibles et c'est alors la connaissance de la déclinaison qui permet la discrimination entre celles-ci. Mais dans le cas où les échantillons ont été prélevés sur des matériaux déplacés, la déclinaison n'est plus accessible et ce sont des données externes à la méthode (souvent des données archéologiques recueillies en fouilles) qui permettent la sélection entre ces solutions multiples. La précision atteinte est celle de la courbe d'étalonnage (± 20 ans au mieux).

4. La dendrochronologie

Chacun sait qu'on peut estimer l'âge d'un arbre en comptant les cernes de croissance du bois. Mais il est possible d'aller plus loin parce que l'impact du climat sur la croissance d'une espèce donnée se traduit par des cernes plus ou moins larges lors des années humides et des cernes plus ou moins minces en années sèches. L'alternance des années humides et sèches varie avec la région et avec l'époque de sorte que pour un type donné de climat (continental, océanique, nordique,...) et sur des périodes suffisamment longues, les séquences de cernes épais ou minces sont uniques.

Cette variation est aléatoire et il est nécessaire de redéterminer aujourd'hui et de proche en proche la succession dans le passé des séquences d'années sèches et humides. C'est ce qui a été réalisé pour certaines espèces : *pinus aristata* des déserts de Californie (jusqu'à 7000 av. J.C.), *quercus* pour l'Irlande (sur 9000 ans), l'Allemagne de l'ouest (sur 6000 ans), l'ouest de la Suisse (sur 4500 ans), l'est de la France (sur 3000 ans), etc... Mais on estime que pour couvrir la variété des climats de la France, il faudrait construire 5 courbes de référence. Les laboratoires spécialisés recherchent pour cela des bois anciens (bois fossiles, poutres d'édifices anciens, membrures d'épaves, encadrements d'époque de tableaux anciens, stations lacustres, etc...). La difficulté est de retrouver des bois présentant des séquences suffisamment longues (nombre de cernes > 50) et des zones de recouvrement d'un bois à un autre aussi longue que possible. On a pu alors avec quelque certitude reconstruire de proche en proche des séquences très longues (voir plus haut).

Sur un échantillon prélevé par tronçonnage ou carottage dans le bois et après préparation *ad-hoc* de celui-ci, on peut lire sous binoculaire et sur un banc équipé d'une vis micrométrique l'épaisseur des cernes successifs. Les systèmes modernes de pointage sont couplés avec des ordinateurs et la saisie des données est ainsi assurée. Pour caractériser les variations d'épaisseur des cernes d'une séquence, les dendrochronologues ont introduit la notion de *sensitivity* S ou fluctuation moyenne. C'est le quotient entre la somme des différences d'une année à la suivante et la somme des largeurs des anneaux annuels (multiplié par 100 pour une valeur donnée en %). Cette grandeur varie avec les espèces (18% pour le chêne ou le sapin, mais 31% pour le hêtre). A partir de toutes les séquences individuelles couvrant une même période, on établit alors une séquence moyenne valable pour l'espèce, le type de climat et la période considérée. Pour quantifier les concordances entre séquences individuelles, on introduit alors le rapport $R = S_m / S_j$, quotient entre les fluctuations moyennes

S_m de la séquence moyenne et celles S_j de la séquence individuelle. Des valeurs de R supérieures à 50% sont acceptables. Finalement, en ajoutant bout à bout les séquences individuelles de périodes ayant des zones de recouvrement aussi longues que possible, on réalise la séquence longue de référence. Mais il existe par la force des choses des séquences dites flottantes dont les extrémités n'ont pu être raccrochées aux séquences voisines (par exemple pour *quercus* en Allemagne du sud).

Pour effectuer la datation d'un bois archéologique, il suffit de positionner la séquence individuelle obtenue sur la séquence longue standard dressée pour la même espèce et le même type de climat. Cette recherche et le calcul du rapport R correspondant sont informatisés. La date peut être annoncée à l'année près si on dispose sans ambiguïté du dernier cerne de croissance (les spécialistes détectent même alors la saison d'abattage de l'arbre). Sinon, il demeure une incertitude. Mais les scientifiques préfèrent rester prudents car il existe des accidents de croissance (par parasitage ou intervention trop drastique lors de taille pour certaines espèces).

Conclusions

Ces quelques informations sommaires sur les principales méthodes ne doivent pas faire oublier que d'autres possibilités de datation scientifique ont été ouvertes depuis quelques décennies. Pour plus d'informations, il existe quelques ouvrages de vulgarisation sur ce sujet. Citons par exemple :

La datation du passé, L. Langouet et P.R. Giot, 1992, G.M.P.C.A., Rennes, 243 p..

L'archéologie et ses méthodes, 1985, Editions Horvath, Roanne, 381 p.

Les mystères de l'archéologie, 1990, Presses Universitaires de Lyon, 287 p.

Louis GOULPEAU
Kerroch en Ploemeur (56)