



HAL
open science

**PROGRAMME DE DATATIONS DES FONDATIONS
DU CHATEAU GRIMALDI, MUSEE PICASSO,
ANTIBES. Rapport scientifique final auprès de la mairie
d'Antibes, janvier 2016**

Pierre Guibert, Petra Urbanová, Philippe Dufresne, Philippe Lanos, Claude
Ney

► **To cite this version:**

Pierre Guibert, Petra Urbanová, Philippe Dufresne, Philippe Lanos, Claude Ney. PROGRAMME DE DATATIONS DES FONDATIONS DU CHATEAU GRIMALDI, MUSEE PICASSO, ANTIBES. Rapport scientifique final auprès de la mairie d'Antibes, janvier 2016. [Rapport de recherche] CNRS IRAMAT-CRP2A. 2016. halshs-01391094

HAL Id: halshs-01391094

<https://shs.hal.science/halshs-01391094>

Submitted on 2 Nov 2016

HAL is a multi-disciplinary open access archive for the deposit and dissemination of scientific research documents, whether they are published or not. The documents may come from teaching and research institutions in France or abroad, or from public or private research centers.

L'archive ouverte pluridisciplinaire **HAL**, est destinée au dépôt et à la diffusion de documents scientifiques de niveau recherche, publiés ou non, émanant des établissements d'enseignement et de recherche français ou étrangers, des laboratoires publics ou privés.

Public Domain

PROGRAMME DE DATATIONS DES FONDATIONS DU CHATEAU GRIMALDI, MUSEE PICASSO, ANTIBES.

Rapport scientifique final auprès de la mairie d'Antibes, janvier 2016

Pierre Guibert, Petra Urbanova, Philippe Dufresne, Philippe Lanos, Claude Ney

Institut de recherche sur les archéomatériaux
IRAMAT-CRP2A UMR 5060 CNRS - Université Bordeaux Montaigne
Centre de Recherche en Physique Appliquée à l'Archéologie
Maison de l'Archéologie, Esplanade des Antilles
33 607 Pessac cedex
Tel. (00 33/ 0) 5 57 12 45 49 Fax. (00 33/ 0) 5 57 12 45 50

correspondants :

Luminescence :

Pierre Guibert (CNRS) : pierre.guibert@u-bordeaux-montaigne.fr (05 57 12 45 49/ 06 88 61 58 53))

Petra Urbanova (UBM) : petra.urbanova@u-bordeaux-montaigne.fr

Archéomagnétisme :

Philippe Lanos (CNRS) : philippe.lanos@univ-rennes1.fr (02 23 23 56 39/ 06 89 59 39 49)

Philippe Dufresne (CNRS) : philippe.dufresne@u-bordeaux-montaigne.fr

Dans le cadre d'un programme archéologique dirigé par Eric Delaval sur les fondations du Château Grimaldi, l'IRAMAT-CRP2A est intervenu afin de dater les structures architecturales correspondantes par des méthodes physiques.

Une intervention des membres de l'IRAMAT-CRP2A a eu lieu en décembre 2012. Elle a permis d'échantillonner des terres cuites (briques) et 5 échantillons de mortier de blocage et de jointoiment pour la datation par luminescence, ainsi que 92 échantillons de briques pour la datation par archéomagnétisme.

I. Projet scientifique

Les premières fouilles concernant Antibes ont été effectuées dans les années 1960 par Jaques-Henri Clergues sur le site du Rocher. Depuis le développement de l'archéologie préventive et la création de l'Institut national de recherches archéologiques préventives (INRAP), les interventions se sont multipliées. La datation archéologique la plus récente repose sur des travaux menés par Philippe Mellinand (INRAP) en 2007. Une fosse traversant la tranchée de fondation du mur a été creusée dans le substrat géologique avant l'édification. La fosse a été comblée en partie inférieure par la maçonnerie et en partie haute par un sédiment. Ce sédiment a livré 9 tessons de céramique dont le seul susceptible de fournir une datation précise est un fragment de sigillée sud-gauloise de type Drag-37a (étude de la céramique : Emmanuel Pellegrino). Cet élément caractérise la période 60 - 100 de notre ère. Le terminus post quem de cette unité stratigraphique est donc la seconde moitié du 1er siècle et correspondrait ainsi à celui de la construction des maçonneries. Le faible nombre de tessons collectés incite à la prudence quant à la pertinence de la datation et on ne peut totalement exclure que ce sédiment se soit déposé bien après la construction du mur, bien que cela paraisse peu vraisemblable.

I.1. Objectifs scientifiques

L'intervention de spécialistes de chronologie de l'IRAMAT-CRP2A à Antibes a répondu à des objectifs initiaux méthodologiques et archéologiques :

- Dater la construction du mur de fondation grâce aux terres cuites architecturales dont on a envisagé de déterminer la datation de la production à partir des données d'archéomagnétisme et de luminescence.
- Mettre en place la datation des mortiers par OSL monograin, en comparant les datations obtenues avec celles de terres cuites architecturales.

Des prélèvements d'échantillons de briques et de mortier par carottage ont ainsi été réalisés. Au cours du travail de laboratoire, il est apparu que les mortiers étaient tout à fait datables par OSL en raison d'un blanchiment suffisant (exposition à la lumière) des minéraux introduits comme charge. Aussi, en raison des priorités d'objectifs du doctorat de Petra Urbanova sur la mise au point de la datation OSL des mortiers nous avons focalisé nos travaux de luminescence essentiellement sur ces matériaux. A Antibes nous pourrions donc comparer et combiner les résultats de datation des mortiers avec ceux de l'archéomagnétisme sur les briques (rapport Lanos et Dufresne, 2013).

I.2. Principe de la méthode de datation par luminescence

La méthode de datation par OSL est basée sur les phénomènes de luminescence consécutifs à l'irradiation des matériaux par les rayonnements et particules de la radioactivité naturelle. En effet, les radioéléments contenus dans le matériau à dater et dans son environnement émettent, lors de leur désintégration, des particules α , β et des rayonnements γ , lesquels, en plus des rayonnements cosmiques de l'environnement, vont irradier les minéraux des briques ou des mortiers. La plupart des minéraux et en particulier le quartz ont la propriété d'accumuler les effets de cette irradiation sous forme d'électrons piégés (ou plus généralement de charges électriques élémentaires piégées). Ces charges délocalisées sont piégées au niveau de défauts ponctuels (à l'échelle atomique) du cristal. Ces charges piégées peuvent être libérées lors d'un apport d'énergie suffisant, tel qu'un ou d'un chauffage (thermoluminescence). S'ensuit un retour de ces charges vers un état d'énergie plus faible qui peut s'accompagner de l'émission de photons lumineux, la luminescence : on parle de luminescence stimulée optiquement, OSL, et de thermoluminescence, TL, lorsque cette stimulation est réalisée respectivement par un éclairage et par un chauffage (Aitken, 1985, Mc Keever et Chen, 1997).

Pour les briques par exemple, la dernière chauffe des grains (au moment de la cuisson des briques) permet la remise à zéro du chronomètre, puisqu'elle vide les pièges des cristaux des charges délocalisées par l'irradiation préalable. Pour les grains de sable sédimentaire exposés à la lumière lors de la fabrication du mortier, l'éclairage permet aussi la remise à zéro du chronomètre puisqu'elle vide les pièges photosensibles des cristaux.

Une fois à l'abri de la lumière ou refroidis, les cristaux sont aptes à enregistrer de nouveau les effets de la radioactivité. D'autre part, comme la radioactivité à laquelle ils sont soumis est considérée continue au cours du temps, la quantité totale d'énergie provenant de l'irradiation qu'ils ont absorbé depuis leur dernier chauffage ou leur dernier éclairage (qu'on appelle dose archéologique), est proportionnelle à la durée d'exposition de l'échantillon et donc au temps écoulé depuis la remise à zéro. Intensité de luminescence et dose absorbée étant liées par une relation de cause à effet, on peut ainsi définir l'équation d'âge fondamentale de la méthode :

$$t = D / I$$

Où t est l'âge recherché, c'est-à-dire le temps écoulé depuis la dernière exposition à la lumière ou dernière chauffe jusqu'à nos jours (généralement exprimé en années), D est la dose archéologique exprimée en grays¹ (1 Gy = 1J/kg) et I , la dose absorbée en un an par les grains de quartz sous l'effet de leur propre radioactivité et de celle de leur environnement. La dose annuelle est exprimée en Gy/an.

La méthode de datation par luminescence consiste donc à déterminer ces deux grandeurs physiques, pour chaque échantillon.

I.3. Vers des innovations méthodologiques : la datation des mortiers par OSL

L'application de l'OSL à la datation des mortiers de chaux est en soi une innovation méthodologique, objectif du travail doctoral de Petra Urbanova (Urbanova, 2015). On se propose ainsi de développer une nouvelle méthode de datation directe de l'édification des

¹ 1 Gray (Gy) correspond à une énergie absorbée de 1 Joule par kilogramme de matière (J/kg)

monuments. Par principe, la datation par luminescence optiquement stimulée peut s'appliquer au mortier, et plus particulièrement aux grains de quartz introduits avec la charge siliceuse dans la chaux. Ces grains ont été anciennement exposés à la lumière, au cours de la préparation du mortier, et celui-ci, au cours de son histoire archéologique, est placé dans un environnement hors d'atteinte des photons lumineux. L'instant dont la datation nous intéresse, car elle a un sens archéologique pertinent, est exactement le moment correspondant à la fin de l'exposition à la lumière, c'est-à-dire le scellement du mortier dans la maçonnerie. Nous ajouterons qu'il suffit de quelques minutes d'exposition à la lumière du jour pour que la remise à zéro du chronomètre soit effective.

Cette méthode n'a été jusqu'à aujourd'hui l'objet que de peu d'études sur les mortiers de construction (Goedicke 2003, 2011; Jain et al, 2004 ; Gueli et al, 2010). Avec le développement de la méthode de luminescence et l'amélioration des équipements, notamment la possibilité d'examiner un par un les grains de quartz, il devient désormais possible de procéder à ce type de recherche. La datation de mortiers est donc en toute logique la prochaine étape à considérer dans l'application des méthodes de datation à l'archéologie du bâti. Afin de tester cette nouvelle approche méthodologique, il s'avère nécessaire de disposer de maçonneries bien datées, servant de références. Cette balise chronologique peut être fournie par les approches archéologiques, mais aussi par des datations par des méthodes physiques sur des matériaux associés aux mortiers, en particulier les briques qui sont en cours de datation par l'archéomagnétisme et la luminescence.

II. Echantillonnage et travaux de terrain

Cinq échantillons de mortiers de jointoiment des pierres ont été prélevés par carottage avec lubrification à l'eau dans divers niveaux de la maçonnerie. Le diamètre des carottes est de 50 mm avec des longueurs de l'ordre de 10 cm (tableau 1, figures 1a à 1d). Cinq échantillons de brique ont été également prélevés par carottage dans les arases situées à la partie supérieure des murs. La coloration de ces briques présentaient des caractères de cuisson à haute température, et nous avons choisi de prélever celles qui étaient les plus rouges, indice d'une moindre chauffe. En effet, dans le cas des pâtes calcaires, la perte de la coloration rouge au profit d'une teinte plus jaune et plus claire est la conséquence de la transformation des minéraux ferreux, avec la silice et la calcite vers 900°C (Bechtel et al., 1996). La sensibilité à l'irradiation de l'OSL des quartz portés à ces hautes températures diminue fortement généralement (Jin et al., 2012) et rendent l'OSL peu performante pour la datation (Vieilleville et al., 2006).

Des mesures de radioactivité environnementale ont été réalisées par gammamétrie in situ en façade des maçonneries au niveau des différents prélèvements de briques et mortiers lors de la campagne de décembre 2013. Par ailleurs, des dosimètres d' Al_2O_3 ont été introduits dans les trous de carottage pour des mesures intégrées sur plus d'une année aux points précis de prélèvement. Ils ont été récupérés début avril 2014.

Les trous de carottage ont été rebouchés définitivement en avril 2014 avec du mortier de ragréage. La partie externe des restaurations a été colorée avec des oxydes minéraux colorés afin de reproduire la coloration des matériaux prélevés, et de rendre moins visible l'enlèvement de matière.

Echantillon	Longueur de la carotte [cm]	Distance au-dessus du sol [cm]
BDX 16045	19	115
BDX 16046	10	184
BDX 16047	11	205
BDX 16048	9	144
BDX 16049	14	86

Tableau 1 : Liste et spécification des échantillons prélevés dans les soubassements du château Grimaldi. L'échantillon BDX 16047 a été prélevé à proximité immédiate des arases de briques (fig. 1c).

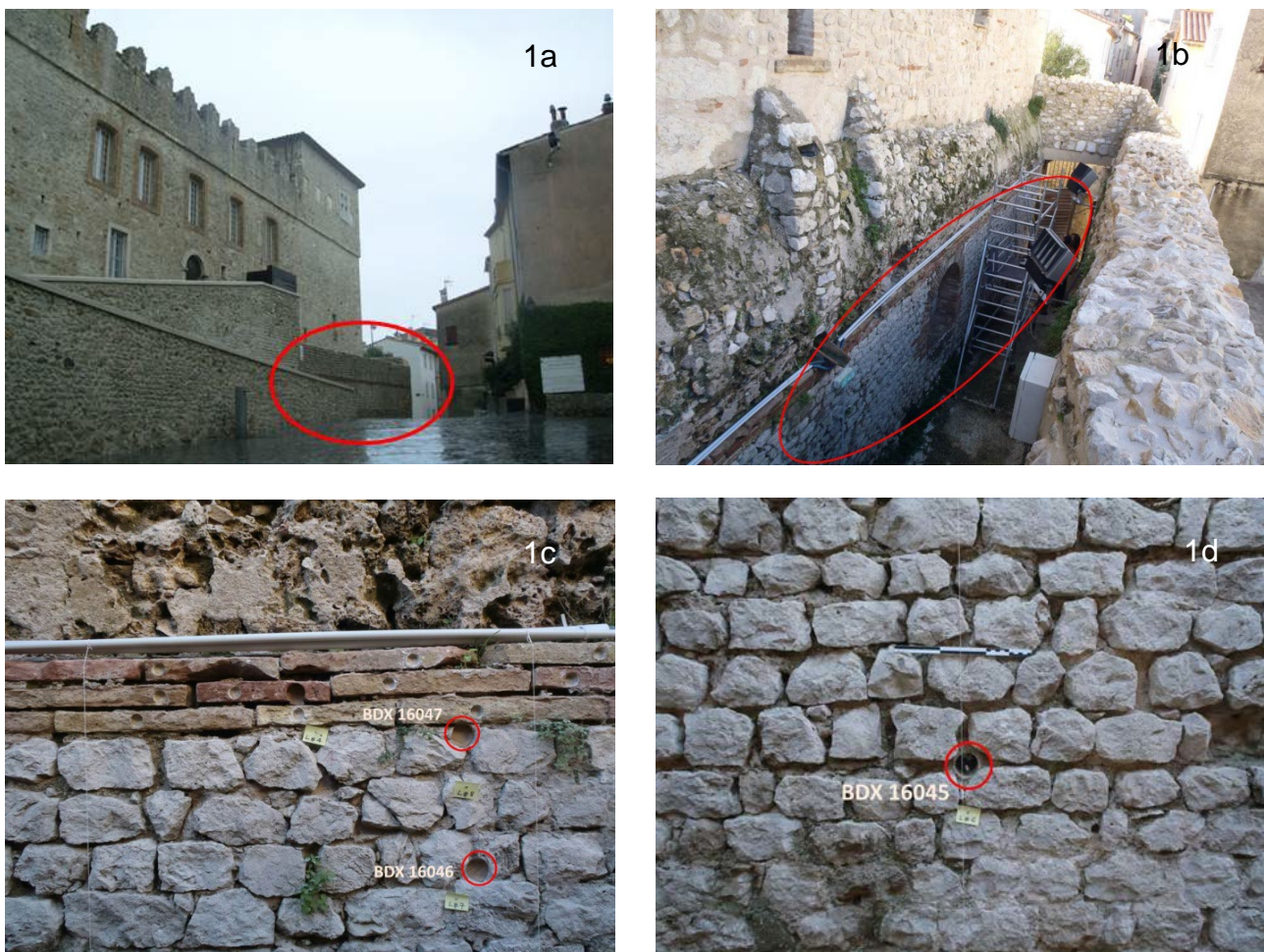


Figure 1 : château Grimaldi, Antibes. Vues des maçonneries échantillonnées par carottage au niveau des briques pour la datation par archéomagnétisme et dans le mortier de jointolement pour la datation par OSL.

III. Eléments de caractérisation

III. 1. Objectifs de la caractérisation, techniques et outils utilisés.

Des études de caractérisation minérale et chimique sont entreprises systématiquement sur les matériaux à dater afin d'évaluer l'homogénéité de la série d'échantillons, de connaître la nature et la répartition des phases minérales susceptibles de fournir un signal de luminescence optiquement stimulée, et d'évaluer le degré d'homogénéité radiochimique en identifiant les

phases minérales porteuses de radioéléments et leur répartition dans le mortier. Pour cela des lames minces (épaisseur de 30µm) et des lames épaisses (environ 2mm d'épaisseur) sont découpées dans les échantillons préalablement indurés. Pour cela, des observations en microscopie optique en polarisation, de même que des observations en microscopie électronique couplée à la micro-analyse (EDX-SEM) sont réalisées (voir par exemple Guibert et al., 2006, 2009a).

Les observations des lames minces au microscope polarisant ont permis de caractériser la microstructure des mortiers datés et partiellement aussi d'identifier les types de minéraux présents à partir de leurs propriétés optiques. Les lames minces ont été étudiées avec un microscope de type Leica DM 2500 sous un grossissement de 25 à 100.

Les analyses élémentaires ont été réalisées sur poudres avec le système d'analyse X couplé à un microscope électronique JEOL 6460 LV SEM. Le microscope permet des analyses en faible vide (« Low Vacuum ») évitant le traitement de surface spécifique (métallisation) des échantillons étudiés. Le détecteur de rayons X à dispersion d'énergie, composé d'un semi-conducteur de type SDD, est un spectromètre Oxford INCA 30. Les analyses ont été réalisées en mode « Low Vacuum » (HV : 20 kV, pression : 25 Pa).

Une analyse des poudres provenant du broyage des échantillons de mortiers a servi à déterminer leur composition élémentaire, ce qui est important non seulement pour une caractérisation plus détaillée, mais aussi pour permettre une évaluation plus juste de la radioactivité par spectrométrie gamma, notamment pour les émissions de faible énergie gamma qui doivent être corrigées des effets de matrice dépendant fortement de la composition des échantillons.

Une cartographie élémentaire a été réalisée par EDX-SEM sur les lames épaisses afin de caractériser l'homogénéité de répartition des différentes espèces minérales et notamment celles contenant du potassium (important émetteur bêta contribuant à l'irradiation des quartz).

III. 2. Observations en microscopie optique

L'observation microscopique montre une bonne homogénéité entre les cinq mortiers étudiés. Etant donné que la microstructure des mortiers d'Antibes est similaire, l'ensemble des échantillons peut être bien représenté par les photos de la lame mince du mortier BDX 16045 (Figure 2). Il s'agit de mortiers homogènes de couleur blanche, assez chargés essentiellement d'inclusions de quartz. On note en outre la présence de nombreux micas et de feldspaths (minéraux riches en potassium) répartis de façon homogène dans la matrice. Les grains ont une forme plutôt anguleuse. La granulométrie est équilibrée et est bien répartie à travers les échantillons. Les minéraux attribuables à la charge majoritairement présents ont un diamètre inférieur à 1 mm avec une présence ponctuelle de grains de dimensions plus importantes (supérieure à 2 mm). On constate une densité importante de minéraux de quartz avec une dimension voisine de 250 µm (cette dimension correspond à celle des grains utilisés pour la datation).

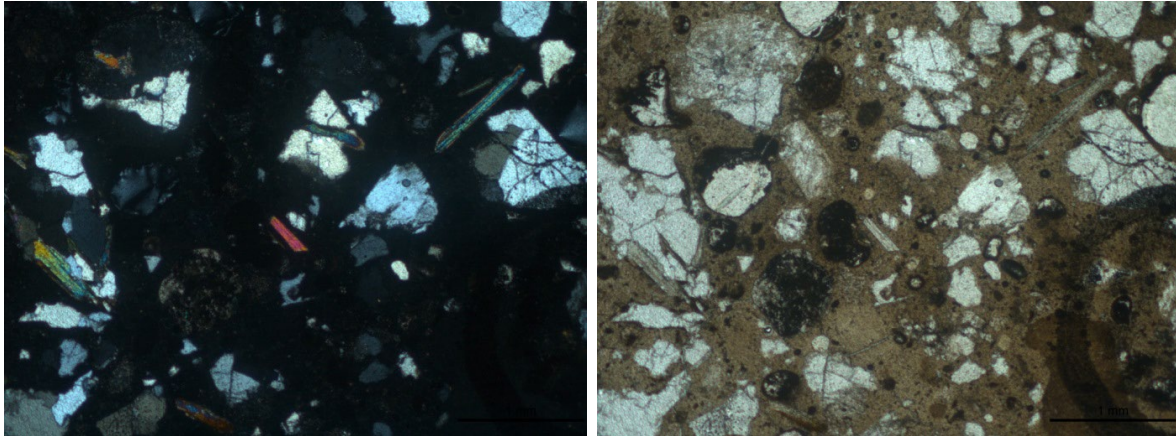


Figure 2 : Observation pétrographique d'une lame mince de l'échantillon BDX 16045 (fig. 2a : lumière polarisée analysée ; fig. 2b : lumière polarisée non analysée)

III. 3. Composition élémentaire

La composition élémentaire des échantillons de mortier d'Antibes semble globalement homogène (Figure 3). L'ensemble des mortiers analysés montre une teneur en SiO_2 assez forte (entre 49 et 59 %), ce qui indique une quantité abondante de charge par rapport au liant. La teneur en CaO varie entre 25 et 40 %, les teneurs les moins élevées de 25 et de 26 % correspondant aux échantillons BDX 16047 et BDX 16049 avec corrélativement des teneurs en SiO_2 les plus fortes. Les mortiers sont assez riches en K_2O (2-3 %), les quantités étant relativement proches d'un échantillon à l'autre. Les teneurs en Al_2O_3 (5-8 %), en MgO (2-8 %) et en Fe_2O_3 (autour de 1 %) indiquent une présence d'autres minéraux que du quartz. L'échantillon BDX 16048 n'a pas été analysé.

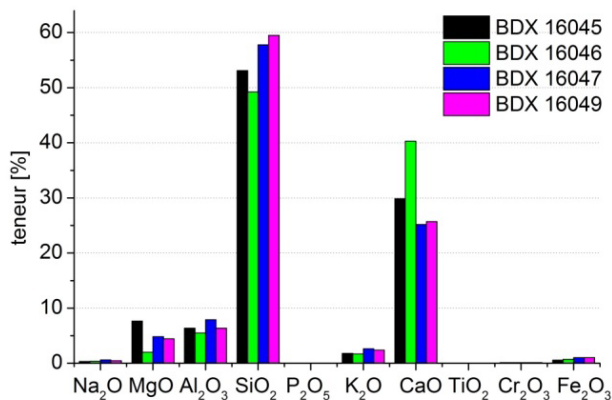


Figure 3. Composition élémentaire en éléments majeurs comparée entre les mortiers. Les teneurs sont conventionnellement exprimées en % d'oxydes.

III.4. Distribution du potassium

Une cartographie élémentaire par EDX-MEB, effectuée sur les lames épaisses des échantillons BDX 16045, BDX 16048 et BDX 16049, a permis d'évaluer la distribution du potassium dans le mortier. Pour des raisons techniques (fragmentation de la carotte au moment du prélèvement in situ) les lames épaisses des échantillons BDX 16046 et BDX 16047 n'ont pu être préparées. On note que la proportion de feldspaths potassiques dans les mortiers d'Antibes est assez importante (Figure 4 b, d et f). Il semble que ces minéraux sont répartis de façon relativement homogène dans la matrice. Selon les mesures ponctuelles, les

teneurs équivalentes en K_2O peuvent atteindre des valeurs comprises entre 0.40 à 2.42 % pour BDX 16045 (Figure 4a), 0.24 à 2.72 % pour BDX 16048 (Figure 4c) et 1.01-2.77 % pour BDX 16049 (Figure 4e). On peut donc attendre des variations des doses archéologiques individuelles liées à la variabilité microdosimétrique bêta (au moins celle liée au potassium). Nous avons également constaté la présence sporadique d'apatites de petites dimensions, 50 μm environ de diamètre, (susceptibles de présenter de fortes teneurs en uranium, U).

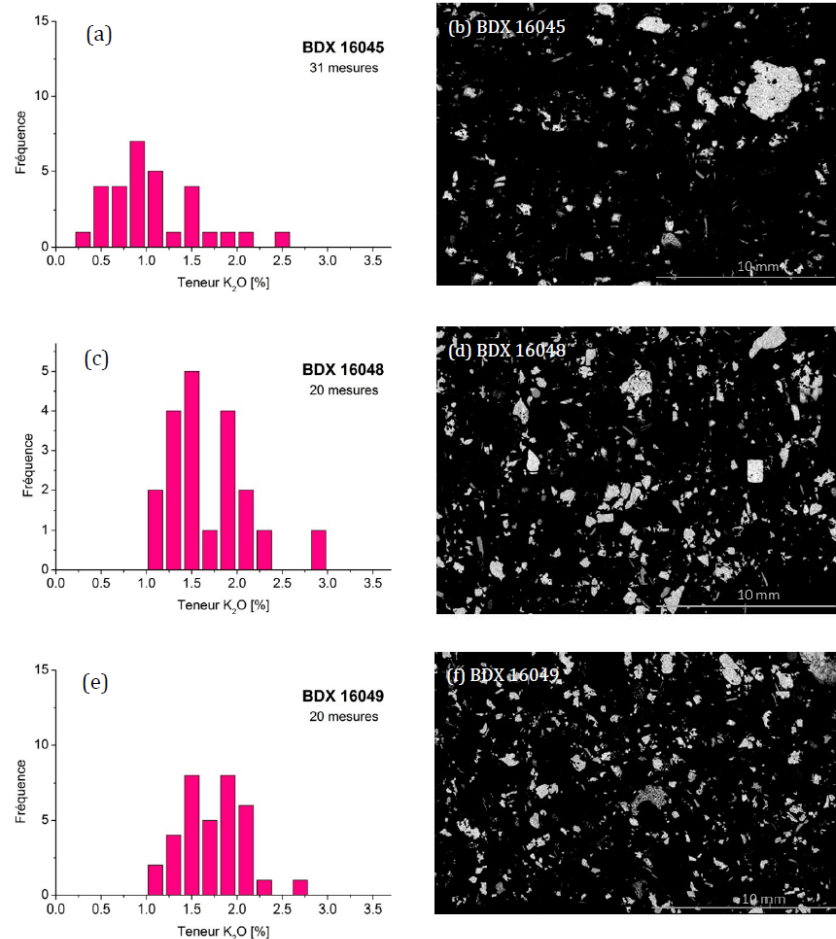


Figure 4 : Histogrammes de répartition de la teneur locale en potassium. On centre l'analyse sur un grain de quartz de dimensions 200-250 μm et on détermine la composition élémentaire de l'échantillon dans un rayon de 2 mm autour du quartz (a, c, e). Images de la répartition de la fluorescence X du potassium obtenues par cartographie EDX-MEB (b, d, f). Les minéraux porteurs de potassium (feldspaths, micas ...) sont davantage concentrés dans BDX 16048 et BDX 16049, ce qui est compatible avec les histogrammes de teneur locale en potassium. De ce fait, à l'échelle du parcours des particules bêta (2 mm environ), les échantillons riches en K apparaissent plus homogènes que BDX 16045.

III. 5. Répartition de la radioactivité bêta

Les figures 5 montrent la répartition d'émetteurs beta dans les lames épaisses des mortiers BDX 16045, BDX 16048 et BDX 16049. On constate une quantité assez importante d'émetteurs beta (issus de tous les radioéléments, K, U et Th) qui sont distribués de manière assez homogène à travers les échantillons. Pour une meilleure interprétation visuelle, les résultats d'autoradiographie beta sont présentés avec les photos macroscopiques des lames

épaisses de mortiers correspondants. Les petits points très clairs dans les images correspondent probablement aux grains d'apatite identifiés sporadiquement par EDX-MEB.

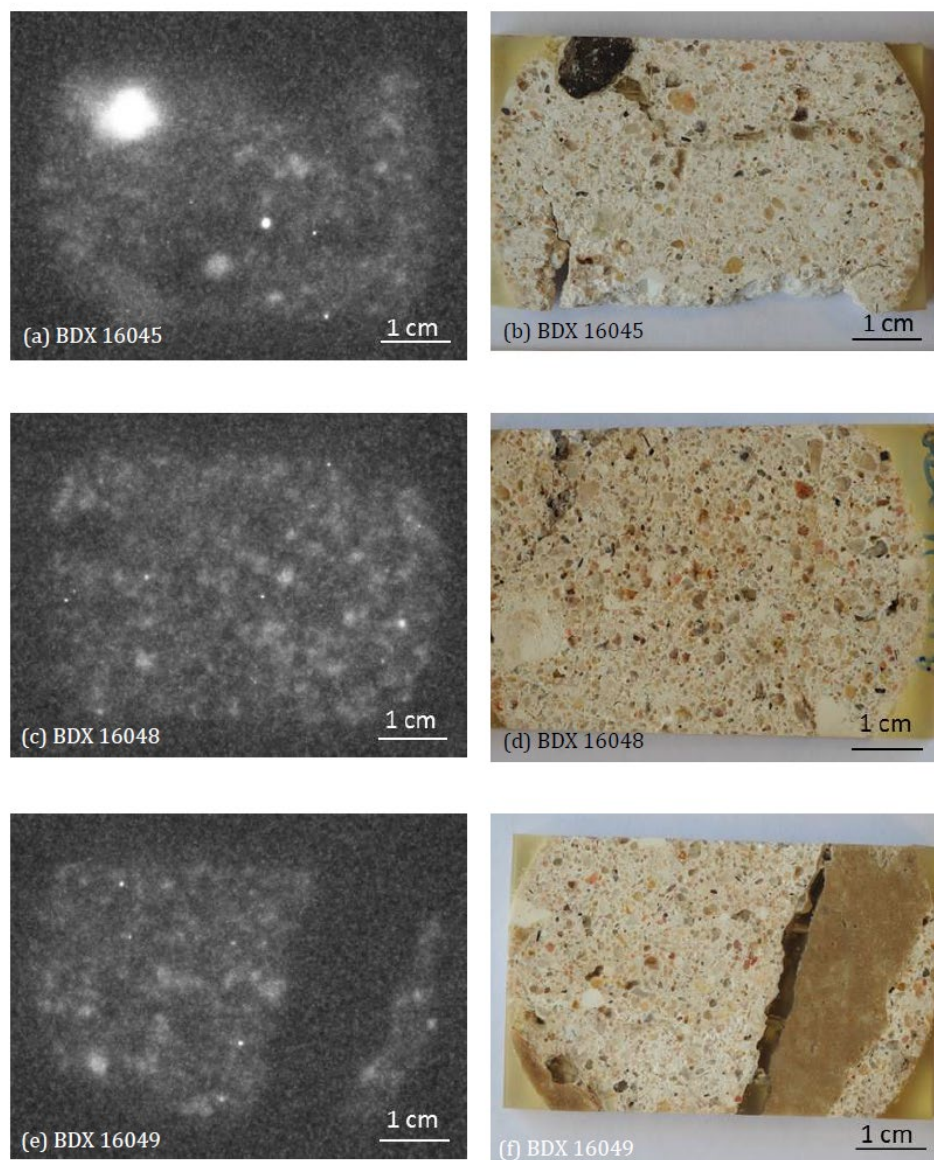


Figure 5 : images d'autoradiographie bêta (a, c, e) comparées aux photographies macroscopiques des mortiers correspondants (b, d, f). Les taches claires sur l'autoradiographie sont les zones les plus radioactives.

On remarque une zone lumineuse intense dans le mortier BDX 16045 (Figure III-12a) liée à la présence d'un gros gravillon radioactif visible sur la Figure III-12b. Hypothétiquement, cette observation pourrait expliquer une dispersion de la distribution des doses archéologiques individuelles un peu plus large pour le mortier BDX 16045 par rapport aux autres (voir le sous-chapitre III.3.2, Figure III-18a). Néanmoins, l'apparition des éléments grossiers comme celle-ci est pour les mortiers d'Antibes exceptionnelle (c'est le seul cas). Les autres mortiers ne présentaient pas ce type d'inclusions, ni dans les lames épaisses, ni dans la poudre utilisée après les traitements chimiques pour la datation.

IV. Datation par luminescence

IV.1. Tests préliminaires

Ce que nous appelons tests préliminaires à la datation constitue l'étude physique de l'OSL des quartz extraits des échantillons à dater qui est mise en œuvre pour caractériser le comportement de la luminescence des cristaux et permettre d'optimiser les divers paramètres expérimentaux pour la détermination quantitative de la dose archéologique. Nous noterons que certains de ces tests sont effectués en mode multigrain pour des raisons pratiques, comme c'est le cas avec la détermination des cycles de préchauffage et des effets de transfert thermique, ainsi que de la caractérisation des composantes des signaux d'OSL par modulation linéaire de l'intensité de la lumière excitatrice. Le mode multigrain est tout à fait adapté aux situations où les grains ont été correctement blanchis, ce qui, comme nous le verrons, est le cas ici.

Compte tenu de l'homogénéité minérale du groupe de mortiers d'Antibes et pour réduire le temps de mesure, les tests de plateau et de transfert thermique ont été effectués sur un seul échantillon de la série, BDX 16045, considéré comme représentatif. Le test de plateau (Figure 6) n'a montré aucune dépendance nette de la dose mesurée avec la température de préchauffe. Selon le test de transfert thermique (Figure 7) effectué ici sur des disques de multigrain blanchis artificiellement, les préchauffes à des températures inférieures ou égales à 240°C ne provoquent aucun transfert thermique notable. En revanche, à partir de 260°C, on constate une croissance légère du signal, indiquant un drainage optique et thermique de charges issues de pièges profonds (de forte énergie d'activation thermique) vers le piège optique. Cette tendance a aussi été observée par de nombreux chercheurs pour des grains de quartz « jeunes » (par ex. Murray et Clemmensen, 2001; Rhodes, 2000; Madsen *et al.*, 2001 ; Medialdea *et al.*, 2014). Nous avons retenu une température de 240°C pour le préchauffage des grains en vue de la mesure des signaux d'OSL.

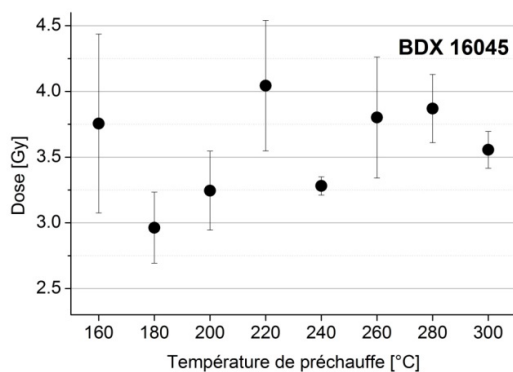


Figure 6 : Evolution de la mesure de dose archéologique en fonction de la température de préchauffage. La mesure a été effectuée sur des disques multi-grains. Chaque point représente la moyenne des mesures de 6 disques

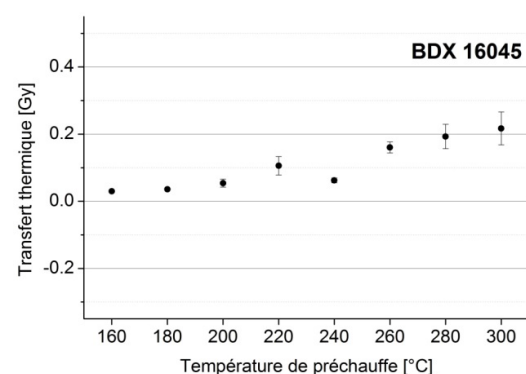


Figure 7 : Test de transfert thermique pour BDX 16045. Il s'agit de la mesure du signal d'OSL résiduel après remise à zéro optique du signal naturel. Le signal résiduel est généré par le préchauffage précédant la mesure d'OSL. Il est étalonné en dose équivalente selon le protocole SAR (Murray et Wintle, 2000, 2006).

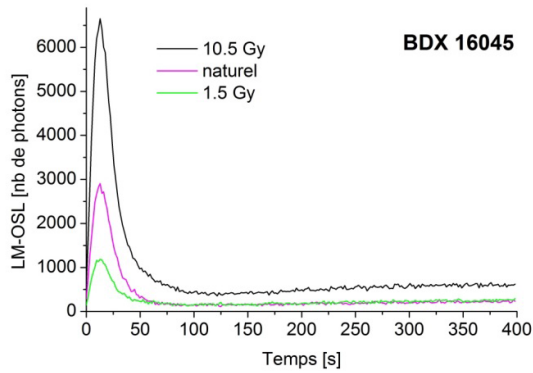


Figure 8 : Mesure du signal OSL du quartz du mortier BDX 16045 en augmentant linéairement la puissance de la lumière stimulatrice (LM-OSL : linear modulation OSL). La forme de la courbe indique que le signal est largement dominé par une composante rapide du signal (observable lors des premières dizaines de secondes d'excitation).

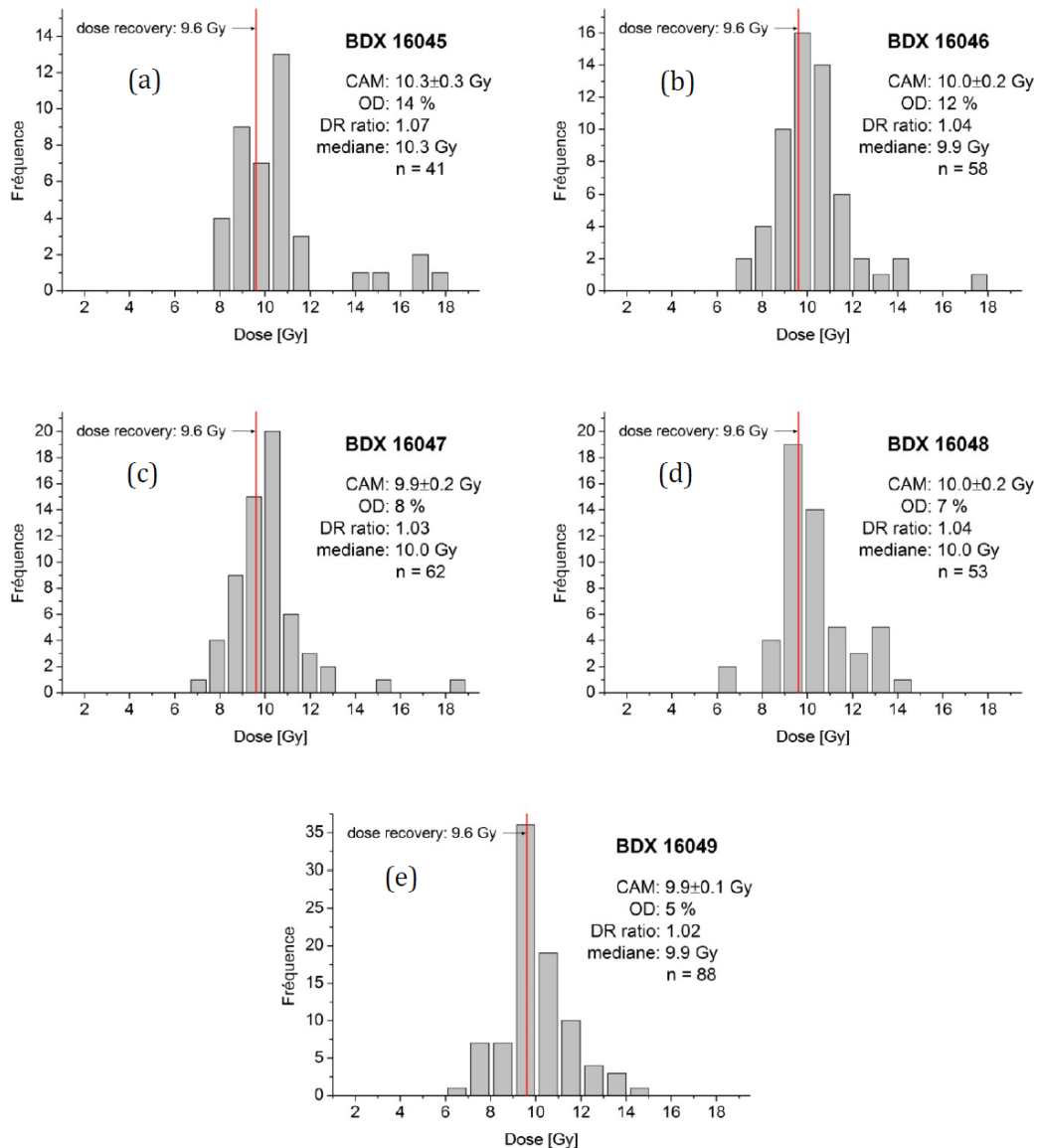


Figure 9. Histogrammes des distributions de doses mesurées pour des grains individuels lors de tests de recovery. La dose recherchée (CAM) et l'over-dispersion (OD) pour le nombre de grains n sont calculés en utilisant le modèle d'âge central. DR ratio représente le rapport entre la dose calculée (CAM) et la dose recovery.

Les mesures de LM-OSL de l'échantillon BDX 16045 ont confirmé la prédominance d'une composante rapide dans le signal (Figure 8). Dans la mesure où tous les échantillons se sont

avérés bien blanchis, l'information portée par cette expérience se trouve donc validée a posteriori pour les grains individuels utilisés pour la mesure des doses archéologiques.

Les tests de *recovery* sont à la différence des précédents effectués sur des grains individuels. Ceux-ci ont été blanchis artificiellement au simulateur solaire et irradiés par une dose de 9.6 Gy. Les résultats sont présentés sur la Figure 9.

Dans la représentation graphique des distributions de grains mesurés, nous avons indiqué les valeurs de la dose moyenne pondérée (selon la procédure dite *Central Age Model* ou Modèle d'Age Central, Galbraith et al., 1999) et de l'*over-dispersion* (OD) calculées à partir du modèle d'âge central pour un nombre de grains noté *n*. Le rapport de recouvrement ou *dose recovery ratio* est noté *DR ratio*. Les distributions des doses individuelles mesurées indiquent une répartition homogène autour de la dose de recouvrement recherchée. La valeur du rapport de recouvrement rentre dans les limites 0.9-1.1 habituellement considérées comme valides, le rapport moyen étant égal à 1.04. L'ensemble de paramètres de mesure utilisés pour les tests de recouvrement est donc considéré convenable pour la détermination de la dose archéologique (Tableau 2).

Préchauffe T1 [°C]	Préchauffe T2 [°C]	Dose test [Gy]	Doses de régénération [Gy]
240	190	4.8	4.8, 9.6, 14.4, 19.2, 0, 4.8

Tableau 2 : paramètres utilisés pour la détermination des doses archéologiques

IV.2. Détermination de la dose archéologique

Les distributions des doses archéologiques individuelles pour la série de mortiers d'Antibes sont relativement concentrées (Figure 10). A l'analyse, la distribution est proche d'une répartition log-normale, ce qui est assez fréquent (Galbraith et al., 1999, Galbraith et Roberts, 2012, Arnold et al., 2009) . A part quelques rares grains avec des fortes doses, toutes les valeurs s'étendent autour de la valeur centrale, ce qui indique un bon état de blanchiment des grains de sable pour ces mortiers.

Pour la détermination de la dose archéologique moyenne selon la technique du Central Age Model (moyenne pondérée par l'inverse des variances) nous avons retenu les grains dont l'OSL a satisfait aux critères de sélection suivants :

- le signal est supérieur à 3 écarts-types sur le bruit de fond,
- l'incertitude relative de l'intensité d'OSL de la dose test après la mesure du signal naturel est inférieure à 25 %,
- l'incertitude relative du recycling ratio est inférieure à 25 %

Les résultats de l'exploitation des mesures sont résumés dans le tableau 3. Pour déterminer la dose archéologique, environ 4000 grains par échantillon ont été mesurés, dont 3.9 à 5 % d'entre eux donnent un signal d'intensité suffisante. On remarque que l'application des critères de sélection élimine un faible nombre de données.

Bien que les mortiers d'Antibes soient considérés bien blanchis, les valeurs de l'*over-dispersion* des mesures de la dose naturelle (de 27 à 44 %) sont plus élevées que celles de la dose *recovery* (de 5 à 14 %). La variabilité des doses archéologiques individuelles pour les échantillons naturels indique la présence d'un facteur dispersif externe, ici qui est lié aux hétérogénéités microdosimétriques qui entraînent une importante variabilité inter-granaire de la dose d'irradiation.

Dans la mesure où nous avons considéré les mortiers d'Antibes comme suffisamment blanchis, nous avons cherché à vérifier que l'approche classique de l'OSL (OSL multigrain)

conduisait bien aux mêmes valeurs aux incertitudes de mesure près. Pour cela, une nouvelle série de mesures en OSL multigrain a été entreprise sur les échantillons de mortier. Les résultats de cette expérience comparés aux précédents sont présentés au tableau 4.

On constate que d'une manière générale, l'écart entre les doses archéologiques déterminées par monograin et par multigrain s'accordent assez bien, sauf pour l'échantillon BDX 16049 pour lequel l'écart entre les deux types de mesure, largement supérieure aux incertitudes, semble montrer une anomalie. Cependant en valeur moyenne, sur l'ensemble de la série, l'accord général est satisfaisant.

Puisque ces échantillons ont bénéficié de deux séries de mesure indépendantes (à l'exception de l'usage de la même source bêta), nous avons déterminé la moyenne des doses archéologiques selon une procédure de pondération par l'inverse des variances propres à chaque mesure. Pour tenir compte des éventuels écarts anormaux entre les mesures, nous avons intégré l'écart expérimental entre la mesure multi-grain et la mesure monograin dans l'établissement de l'incertitude (annexe 1). Lorsque l'écart est explicable par les seules incertitudes statistiques, l'incertitude se réduit principalement à l'incertitude statistique sur la moyenne des 2 mesures, à l'inverse lorsque l'écart s'accroît, comme pour BDX 16048 et BDX 16049, l'incertitude subit une forte augmentation qui pénalise quelque peu la précision du résultat, mais rend mieux compte du possible désaccord entre les mesures. Les résultats sont présentés au tableau 4.

Echantillon	Nb de grains analysés	Nb de grains avec signal	% de grains avec signal	Nb de grains retenus	% de grains retenus	Dose archéologique (Gy)	Over-dispersion (%)
BDX 16045	4085	200	5.0	196	4.1	3.85±0.10	31
BDX 16046	3800	193	5.0	180	4.7	3.56±0.09	31
BDX 16047	3800	179	4.8	175	4.6	4.60±0.16	43
BDX 16048	3990	205	4.9	189	4.7	3.66±0.08	27
BDX 16049	4085	163	3.9	152	3.7	3.89±0.13	36

Tableau 3 : mortiers d'Antibes, détail du nombre de grains de quartz étudiés, du nombre de grains de quartz ayant montré une sensibilité suffisante, du nombre de grains retenus pour la détermination de la dose archéologique, repart de la dose archéologique mesurée selon le modèle CAM avec son écart-type statistique, et le terme d'over-dispersion qui rend compte de l'accroissement de dispersion de la distribution des doses lié à d'autres causes que la seule incertitude statistique des mesures des doses archéologiques individuelles.

Echantillon	Dose archéologique monograin (rappel) (Gy)	Nb de disques multi-grain	Dose archéologique multi-grain (Gy)	Distance euclidienne (monograin-multi-grain)	Dose archéologique moyenne (Gy)
BDX 16045	3.85±0.10	21	3.78±0.21	-0.30	3.84±0.09
BDX 16046	3.56±0.09	24	3.69±0.20	0.59	3.58±0.09
BDX 16047	4.60±0.16	22	4.54±0.15	-0.27	4.57±0.11
BDX 16048	3.66±0.08	23	4.01±0.16	1.96	3.73±0.11
BDX 16049	3.89±0.13	24	3.30±0.10	-3.60	3.52±0.21

Tableau 4 : mortiers d'Antibes, rappel de la dose archéologique moyenne obtenue par OSL monograin, nombre de disques multi-grains utilisés selon la méthode conventionnelle, dose archéologique et écart-type statistique correspondants, distance euclidienne réduite entre les mesures monograin et multi-grains, et valeur moyenne finale de la dose archéologique avec écart-type statistique associé.

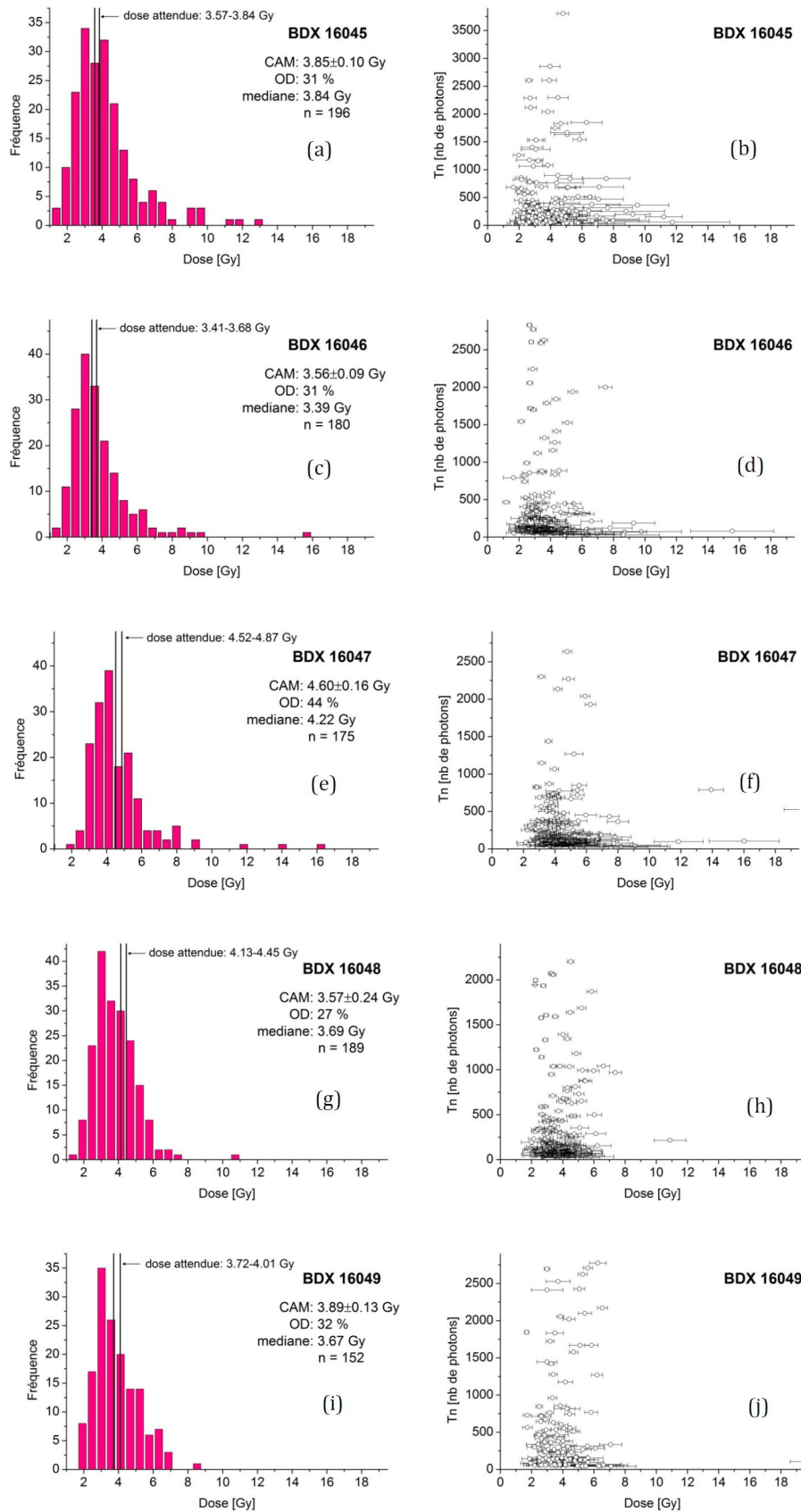


Figure 10 : Histogrammes des distributions de doses archéologiques individuelles (a, c, e, g, i), accompagnés des graphiques de Tn (dose test après le signal naturel) en fonction de la dose (b, d, f, h, j). La dose archéologique moyenne (CAM) et l'over-dispersion (OD) pour le nombre de grains n est calculée en utilisant le modèle d'âge central (CAM).

IV.3. Détermination de la dose annuelle

Les concentrations en radioéléments des échantillons de mortier sont présentées au tableau 5. Elles ont été obtenues par spectrométrie gamma à bas bruit de fond (Guibert et Schvoerer, 1991, Guibert et al., 2009b).

Echantillon	Saturation [%]	K [%]	U(²³⁸ U) [ppm]	U(²²⁶ Ra) [ppm]	U(²¹⁰ Pb) [ppm]	Th [ppm]
BDX 16045	10	1.43 ± 0.03	1.68 ± 0.12	1.77 ± 0.04	1.66 ± 0.21	2.31 ± 0.07
BDX 16046	13	1.44 ± 0.03	1.46 ± 0.11	1.81 ± 0.04	1.43 ± 0.19	2.11 ± 0.06
BDX 16047	27	1.88 ± 0.03	1.60 ± 0.12	1.86 ± 0.04	1.27 ± 0.21	2.89 ± 0.07
BDX 16048	19	1.94 ± 0.03	2.02 ± 0.10	2.36 ± 0.04	1.66 ± 0.17	2.67 ± 0.06
BDX 16049	25	1.74 ± 0.04	1.99 ± 0.13	1.42 ± 0.04	1.43 ± 0.24	2.83 ± 0.08

Tableau 5 : mesure de l'humidité à saturation (% de masse d'eau à saturation par rapport à la masse de matériau sec), teneurs en K, U et Th déterminées par spectrométrie gamma à bas bruit de fond.

On remarque que les teneurs en K et Th sont moins élevées pour BDX 16045 et BDX 16046 que pour le reste des échantillons. Il s'agit aussi des mortiers les moins poreux de la série. En supposant que ces radioéléments, K et Th, sont contenus essentiellement dans la charge, cette observation peut indiquer deux groupes de mortier avec une quantité de chaux plus importante pour les échantillons BDX 16045 et BDX 16046. On constate en effet que ces deux échantillons montrent la concentration la plus élevée en Ca.

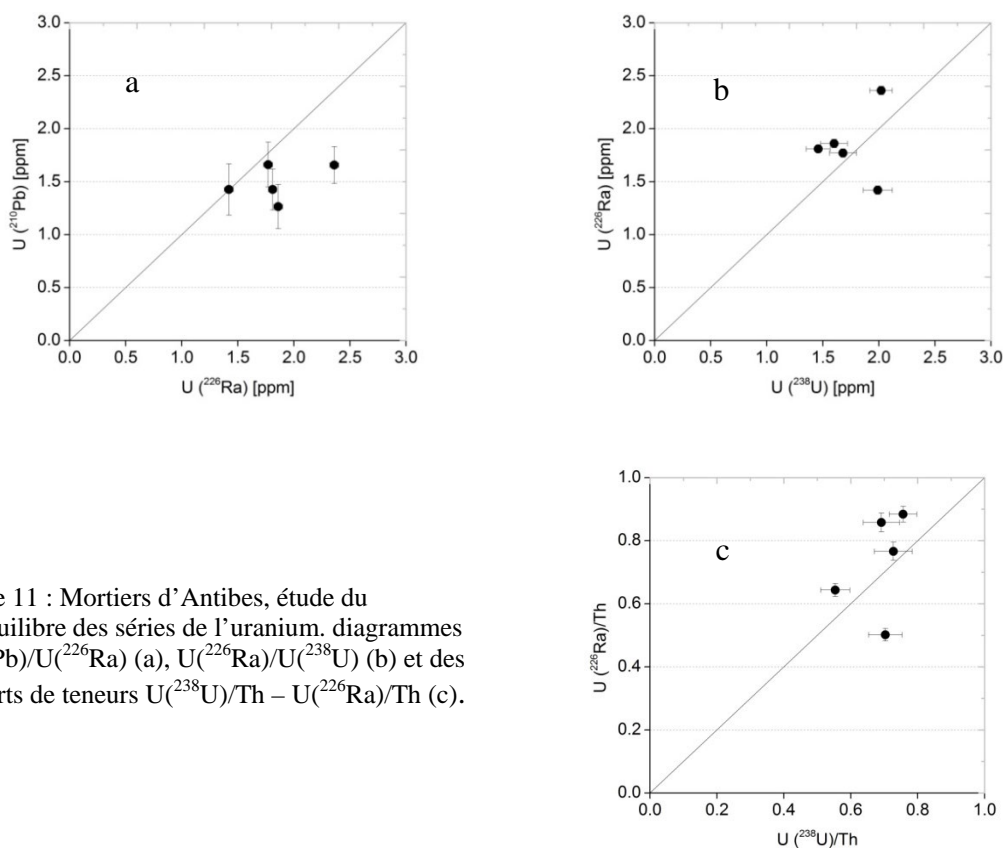


Figure 11 : Mortiers d'Antibes, étude du déséquilibre des séries de l'uranium. diagrammes $U^{(210Pb)}/U^{(226Ra)}$ (a), $U^{(226Ra)}/U^{(238U)}$ (b) et des rapports de teneurs $U^{(238U)}/Th - U^{(226Ra)}/Th$ (c).

²¹⁰Pb et ²²⁶Ra sont en déséquilibre. Dans la quasi-totalité des cas, on observe une plus grande activité de ²²⁶Ra que ²¹⁰Pb. (Figure 11a). Cela est interprété comme une perte de radon continue dont on enregistre ici la résultante de la dernière trentaine d'années dans les parties

concernées de la maçonnerie. Si les soubassements du château n'ont jamais été comblés, on peut supposer que cette perte de radon a été permanente depuis la construction de la structure. Les âges seront donc calculés en prenant en compte cette hypothèse, ^{210}Pb donnant l'activité moyenne de ^{222}Rn et de ses descendants depuis l'édification.

^{238}U et ^{226}Ra sont également légèrement en déséquilibre (Figure 11b). Les rapports U/Th montrent une faible variabilité alors que Ra/Th présente une variabilité plus importante (Figure 11c). Le nombre d'échantillons est insuffisant pour pouvoir interpréter avec certitude l'origine d'un tel déséquilibre à savoir s'il s'agit d'une altération de la concentration en uranium ou de celle en radium comme cela avait pu être réalisé pour d'autres séries d'échantillons (Guibert et al., 2009b). Cependant, étant donné que la teneur en radium varie plus que la teneur en uranium, on pourrait privilégier l'hypothèse d'une altération du radium plutôt que de l'uranium, ce que nous avons aussi observé sur des briques de la collégiale de St Martin d'Angers (Blain et al., 2011). Les 2 modèles de déséquilibre ont été testés, chacun pour deux cinétiques- distinctes, en supposant que la même altération affectait l'ensemble des mortiers :

- Déséquilibre au niveau de l'uranium, héritage de celui de la matière première au moment de la fabrication du mortier (déséquilibre ancien) : dans ce cas, le déséquilibre est constant (l'âge du mortier est très inférieur à la période de ^{230}Th , 75200 ans) et les valeurs mesurées pour ^{238}U , ^{226}Ra et ^{210}Pb sont représentatives des valeurs moyennes depuis la fabrication du mortier.
- Déséquilibre au niveau de l'uranium, mais récent : dans ce cas une altération serait survenue dans un passé récent par rapport à l'âge de l'échantillon, la teneur en uranium effective serait celle donnée par la mesure de ^{226}Ra .
- Déséquilibre au niveau du radium, récent : une altération survenue dans un passé récent aurait modifié la chaîne de l'uranium à partir de ^{226}Ra . Dans ce cas la teneur effective en radium serait celle déduite de l'activité de ^{238}U . On a considéré que le taux de perte de radon était conservé, aussi la teneur effective en radon et ses descendants a été recalculée en considérant la nouvelle teneur en radium, mais en gardant le même rapport $^{210}\text{Pb}/^{226}\text{Ra}$ que celui mesuré aujourd'hui.
- Déséquilibre au niveau du radium, héritage d'une matière première elle-même en déséquilibre. La période radioactive de ^{226}Ra , 1600 ans, est du même ordre de grandeur que l'âge de l'échantillon, aussi nous ne pouvons pas considérer que l'activité du radium est restée constante dans le temps et nous avons tenu compte du retour à l'équilibre progressif du radium depuis l'instant zéro qui correspond à la fabrication du mortier. La grandeur significative dans ce cas est la teneur moyenne de $\text{U}(^{226}\text{Ra})$ au cours du temps qui est donnée par la relation exposée en annexe 2. De même que dans la situation précédente, nous avons considéré que le taux de perte de radon était constant et nous avons donc recalculé la valeur effective de $\text{U}(^{210}\text{Pb})$ en fonction de la nouvelle valeur effective du radium.

La dose annuelle d'irradiation a été déterminée selon ces 4 scénarios (tableau 6) à partir des tables de correspondance teneur/dose annuelle (Guérin et al., 2011). Nous avons considéré que seules les composantes internes (alpha et bêta) étaient affectées par ce déséquilibre, et avons gardé constantes les composantes externes déterminées par dosimétrie (contributions gamma et cosmique). On constate que la dose annuelle ne varie pratiquement pas selon la nature du déséquilibre et son ancienneté. Cette faible variabilité est liée aux faits d'une part

que l'uranium a une contribution minoritaire dans la dose annuelle et d'autre part que la combinaison des valeurs relatives de U(²²⁶Ra), U(²³⁸U) et U(²¹⁰Pb) conduit à des valeurs assez proches les unes des autres.

Le Tableau 6 résume toutes les contributions à la dose annuelle. L'incertitude affectée à chaque terme représente un écart-type. Elle résulte de la combinaison quadratique des incertitudes statistiques (incertitude de comptage en spectrométrie gamma, incertitude de mesure des doses archéologiques, incertitude de la mesure de la dose annuelle environnementale par dosimétrie OSL) et des incertitudes systématiques. Parmi ces dernières, l'incertitude sur l'humidité représente une part importante et directement proportionnelle à la porosité du matériau. Pour la composante alpha, c'est l'incertitude estimée sur le facteur d'efficacité (k) qui impose la part principale de l'incertitude. Enfin pour la composante environnementale de l'irradiation, nous avons considéré que l'évolution des maçonneries au cours des âges entraînait une incertitude supplémentaire de 5% de la valeur mesurée qui a été comptabilisée au titre des incertitudes systématiques. On constate par ailleurs que la dose annuelle environnementale est assez constante et faible pour les prélèvements effectués loin des arases de brique, en revanche, le prélèvement BDX 16047 réalisé à proximité immédiate de l'arase de brique montre une valeur plus élevée, illustration directe de la plus forte radioactivité des terres cuites que celle du mortier et des pierres de la maçonnerie.

Echantillon	Dose annuelle alpha (mGy/a)	Dose annuelle beta (mGy/a)	Dose annuelle interne (mGy/a)	Dose annuelle environnement (mGy/a)	Dose annuelle totale (mGy/a)	Age OSL (a)
BDX 16045						
Ra ancien	0.021±0.009	1.249±0.044	1.270±0.045	0.560±0.036	1.830±0.074	2100±100(60)
Ra récent	0.020±0.008	1.240±0.043	1.260±0.045		1.820±0.073	2110±100(60)
U ancien	0.021±0.009	1.246±0.043	1.267±0.045		1.827±0.074	2100±100(60)
U récent	0.021±0.009	1.250±0.043	1.271±0.045		1.831±0.074	2100±100(60)
BDX 16046						
Ra ancien	0.019±0.008	1.213±0.047	1.233±0.048	0.500±0.031	1.733±0.076	2070±100(60)
Ra récent	0.017±0.007	1.184±0.046	1.201±0.047		1.701±0.074	2100±100(60)
U ancien	0.019±0.008	1.204±0.046	1.223±0.048		1.723±0.075	2080±100(60)
U récent	0.019±0.008	1.220±0.047	1.239±0.048		1.739±0.076	2060±100(60)
BDX 16047						
Ra ancien	0.019±0.008	1.431±0.105	1.450±0.106	0.840±0.056	2.290±0.173	1990±140(60)
Ra récent	0.018±0.007	1.413±0.103	1.431±0.105		2.271±0.171	2010±140(60)
U ancien	0.019±0.008	1.426±0.104	1.445±0.106		2.285±0.172	2000±140(60)
U récent	0.020±0.008	1.436±0.105	1.456±0.107		2.296±0.173	1990±140(60)
BDX 16048						
Ra ancien	0.023±0.012	1.567±0.085	1.590±0.088	0.490±0.031	2.080±0.132	1790±110(60)
Ra récent	0.021±0.009	1.542±0.083	1.563±0.085		2.053±0.129	1820±110(60)
U ancien	0.023±0.009	1.559±0.084	1.582±0.086		2.072±0.130	1800±110(60)
U récent	0.023±0.010	1.574±0.085	1.597±0.087		2.087±0.131	1790±110(60)
BDX 16049						
Ra ancien	0.019±0.008	1.352±0.088	1.371±0.089	0.530±0.037	1.901±0.137	1850±160(120)
Ra récent	0.022±0.010	1.409±0.091	1.433±0.094		1.963±0.142	1790±150(110)
U ancien	0.020±0.008	1.371±0.089	1.391±0.091		1.921±0.139	1860±160(110)
U récent	0.019±0.008	1.347±0.087	1.366±0.089		1.896±0.136	1860±160(120)

Tableau 6 : Dose annuelle absorbée en moyenne par les grains de quartz des mortiers étudiés dans ce travail. On a calculé pour chaque composante les valeurs de dose annuelle selon les 4 scénarios de déséquilibre au niveau de l'uranium et du radium explicités dans le texte. L'âge OSL exprimé en années (par rapport à la date de l'analyse, 2014) est présenté arrondi à la dizaine d'années la plus proche, associé à son incertitude globale (estimée à un écart-type), elle aussi exprimée en années. Entre parenthèses, nous avons indiqué la composante statistique de l'écart-type.

IV.4. Datation OSL

Comme nous l'avons précisé plus haut, il s'agit de mortiers dont les quartz qui constituent une partie de la charge siliceuse, ont été bien blanchis au moment de la construction, et ainsi s'avèrent facilement datables, ce qui est démontré par le bon accord entre les mesures par OSL monograin et par OSL classique (multi-grain) des doses archéologiques.

Les âges obtenus pour les mortiers d'Antibes sont présentés au tableau 6. Les incertitudes affectées aux âges OSL correspondent à une estimation de l'écart-type global résultant de la somme quadratique des incertitudes statistiques et systématiques. La part statistique de l'incertitude est donnée entre parenthèses.

Selon les 4 scénarios précédemment définis pour le déséquilibre des séries de l'uranium, nous constatons que pour un même échantillon il y a peu de différence dans les mesures : tout au plus 10 ans pour BDX 16045, 20 pour BDX 16047, 30 pour BDX 16048, 40 pour BDX 16046 et 70 pour BDX 16049. Nous retiendrons comme âges significatifs pour chaque échantillon, ceux donnés selon le scénario correspondant au déséquilibre ancien au niveau de l'uranium, qui fournit une valeur médiane des âges.

Nous avons calculé l'âge OSL moyen de ces 5 résultats en considérant que l'édification de l'ensemble de la maçonnerie avait été réalisée dans un intervalle de temps réduit. Pour cela nous avons appliqué une moyenne par pondération, cette dernière étant proportionnelle à l'inverse de la variance statistique des mesures. Le détail et le résultat de cette combinaison sont présentés tableau 7.

Echantillon	Age OSL (a)	Incertitude globale (a)	Incertitude statistique (a)	Pondération	Distance euclidienne réduite
BDX 16045	2102	100	58	0.240	2.05
BDX 16046	2078	104	61	0.217	1.56
BDX 16047	2000	137	58	0.240	0.29
BDX 16048	1800	110	58	0.240	-3.16
BDX 16049	1833	156	114	0.062	-1.32
Age moyen pondéré	1983	115	62		
Date moyenne pondérée	31 AD				

Tableau 7 : Âge et date OSL moyenne des échantillons de mortier prélevés sur les fondations romaines du Château Grimaldi à Antibes. Nous avons précisé l'incertitude globale associée aux âges, ainsi que leur incertitude statistique, la pondération relative à chaque résultat pour le calcul de la moyenne et les distances euclidiennes réduites entre les âges individuels et la valeur moyenne.

Les distances euclidiennes réduites montrent que l'écart entre les âges est plus élevé que ce que nous aurions pu attendre des incertitudes statistiques (en particulier, pour l'échantillon BDX 16048), ce que confirme un calcul de chi-2 (14.7 pour 4 degrés de liberté, alors que l'intervalle à 80% de probabilité est compris entre 1.06 et 7.78). Nous n'avons pas d'interprétation sur cet état de fait et nous devons donc considérer que l'incertitude statistique de mesure a pu être sous-estimée, notamment celle qui caractérise la mesure des doses archéologiques. Nous avons néanmoins calculé une moyenne par pondération et l'incertitude statistique affectée à la valeur moyenne tient compte de l'élargissement de la dispersion des mesures individuelles selon un procédé présenté en annexe 3.

V. Chronologie de la construction des fondations romaines du Château Grimaldi à Antibes

La chronologie de la construction des fondations est approchée par trois ensembles distincts de datations :

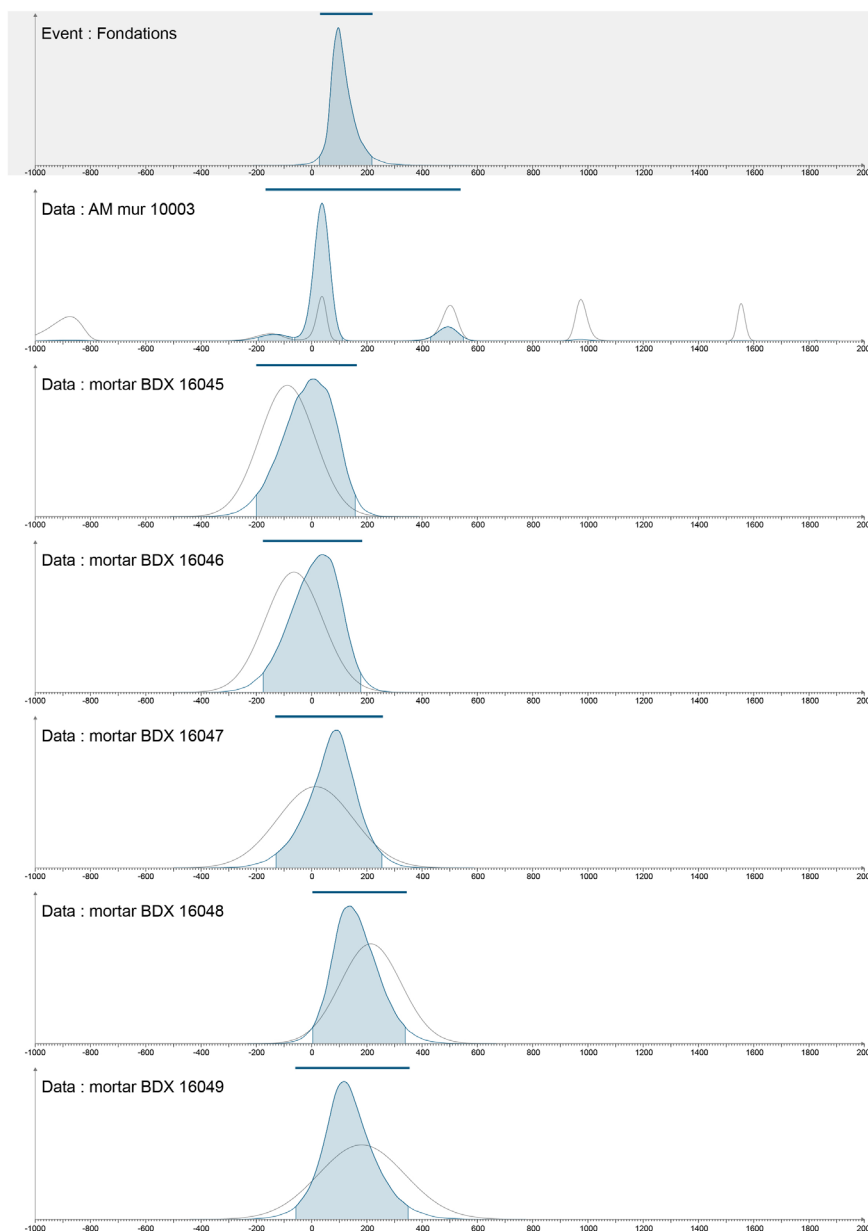
- Un terminus post-quem 60-100 AD résultant de l'analyse archéologique des céramiques de la partie supérieure du remplissage de la fosse qui est traversée par la maçonnerie antique,
- La datation par archéomagnétisme des terres cuites architecturales (Lanos et Dufresne, 2013),
- L'ensemble des datations OSL des mortiers, dont nous venons d'exposer les résultats.

Afin d'en déduire un intervalle chronologique caractéristique de la construction prenant en compte l'ensemble de ces données et leur relations, nous avons considéré que l'ensemble des datations par archéomagnétisme et par OSL pouvaient relever du même fait chronologique, la construction du mur. Ce fait a été mis en contrainte stratigraphique avec le TPQ caractérisé par la datation typologique des tessons céramiques trouvés dans la fosse déjà mentionnée. En pratique, nous avons utilisé le logiciel CHRONOMODEL (Lanos et al., 2015) pour en déduire l'intervalle chronologique relatif à la construction des fondations antiques.

La figure 12 illustre le processus et montre les distributions de probabilité du fait « construction » (noté « Event : fondations » sur la figure, premier graphique présenté) et des datations. Pour ces dernières sont tracées les distributions de probabilité a priori, issues des mesures, auxquelles se superposent celles a posteriori, résultant de la mise en relation de ces différentes données. On voit par exemple que pour l'archéomagnétisme, l'intervalle autour du début de notre ère est privilégié dans l'analyse. Pour les données d'OSL, de nouvelles distributions apparaissent, mais ce qu'il est important de constater c'est le recouvrement de ces différentes courbes, illustrant ainsi la cohérence des résultats obtenus (pas d'anomalies dans les résultats de datation).

Pour la maçonnerie antique, l'intervalle chronologique à 95% de probabilité s'étend ainsi de 30 à 220 ap. JC. La distribution de probabilité n'est pas symétrique, notamment en raison de la contrainte chronologique exercée par le TPQ imposé par le remplissage de la fosse, et son maximum est atteint vers l'an 97 de notre ère, avec une médiane vers 105 ap. JC. L'intervalle chronologique s'étend jusqu'à 220 ap. JC environ, et cette limite n'est contrainte que par les distributions de probabilité des différentes datations OSL et AM, en l'absence d'éléments stratigraphiques postérieurs, possibles termini ante quem, pouvant avoir une influence notable sur les distributions de probabilité issues des datations physiques.

Figure 12 (page suivante) : Ensemble de distributions de probabilité correspondant aux différentes entités définissant le modèle chronologique relatif à la construction de la maçonnerie antique du château Grimaldi à Antibes. Le premier graphe représente le fait chronologique « construction » (noté « Event fondations » sur le graphe) : la distribution est représentée ainsi que l'intervalle représentant 95% de probabilité. Pour les graphes suivants, il s'agit des données de chronologie physique (datations par archéomagnétisme et par OSL). Pour chacune d'elles, ont été représentées les distributions de probabilité a priori ainsi que la distribution a posteriori issu du traitement bayésien et de la prise en compte des relations chronologiques entre les faits. Pour chaque distribution recalculée a posteriori l'intervalle à 95% a été coloré.



Remerciements

Les institutions suivantes ont participé au financement de ce travail (fonctionnement, équipement, salaires) : Région Aquitaine, CNRS-INSHS, Université Bordeaux Montaigne, labex LaScArBx. Ce programme a bénéficié du soutien financier du labex LaScArBx "LabEx Sciences Archéologiques de Bordeaux, programme financé par l'ANR - n°ANR-10-LABX-52" et du soutien spécifique de la Ville d'Antibes.

Annexes

Annexe 1 : calcul de la moyenne pondérée des doses archéologiques multi-grain et monograin et de l'écart-type associé.

Il s'agit de réaliser une moyenne entre deux grandeurs qui ont été déterminées avec des précisions différentes. L'idée est de pondérer davantage la valeur la plus précise. On utilise un procédé de moyenne qui conduit à l'incertitude minimale, connaissant les valeurs de D_i et les incertitudes σ_i . On utilise une procédure classique de pondération par l'inverse des variances statistiques ($v_i = (1/\sigma_i)^2$). Comme il n'y a que deux valeurs de dose pour chaque échantillon, D_1 et D_2 , (respectivement dose monograin et dose multi-grain) la dose moyenne D_m sera donnée par :

$$D_m = w_1 D_1 + w_2 D_2 \text{ avec } w_1 = (1/\sigma_1)^2 / ((1/\sigma_1)^2 + (1/\sigma_2)^2) \text{ et } w_2 = 1 - w_1$$

L'incertitude s sur la valeur moyenne D_m s'exprime selon :

$$s = \sqrt{w_1^2(\sigma_1^2 + (D_1 - D_m)^2) + w_2^2(\sigma_2^2 + (D_2 - D_m)^2)}$$

Annexe 2 : expression de la teneur moyenne en U(^{226}Ra) au cours du temps.

On suppose qu'une altération en radium est intervenue lors de la préparation du mortier ou bien est héritée des matières premières. Le mortier est donc fabriqué dans un état de déséquilibre lié au radium. Par la suite, la filiation radioactive conduit progressivement le système radiochimique vers un état d'équilibre séculaire, l'activité en radium tendant vers celle de ^{230}Th , parent immédiat de ^{226}Ra .

Soit R_a , la valeur actuelle de l'activité en radium telle qu'on peut la mesurer par spectrométrie gamma et soit R_{a0} la valeur initiale du radium au moment de la fabrication du mortier. On montre (Blain et al., 2011) que R_a , R_{a0} et U , l'activité actuelle en uranium (qui est supposée constante dans le temps) sont liés par la relation suivante :

$$R_{a0} = R_a \exp[\ln 2(t/T_{Ra})] + U (1 - \exp[\ln 2(t/T_{Ra})])$$

avec t , l'âge de l'échantillon et T_{Ra} , la période radioactive du radium-226 (1602a) et $\ln 2$, le logarithme népérien de 2 (0.693).

Ce qui importe c'est la valeur effective du radium dans le temps qui est aussi la valeur moyenne, $R_{a\text{eff}}$. $R_{a\text{eff}}$ est calculé selon :

$$R_{a\text{eff}} = U - \{(U - R_{a0})(1 - \exp[-\ln 2(t/T_{Ra})]) / [\ln 2(t/T_{Ra})]\}$$

Annexe 3 : calcul de l'incertitude statistique sur la moyenne des âges OSL des mortiers.

Ce calcul est analogue à celui présenté en annexe 1, mais généralisé à n valeurs. Il s'agit de déterminer une incertitude sur la moyenne pondérée entre des âges établis avec des précisions différentes et dont la dispersion est supérieure à ce que l'on peut attendre des seules incertitudes statistiques individuelles. L'idée est donc d'intégrer dans l'incertitude la dispersion supplémentaire observée.

La valeur moyenne D_m est donnée par :

$$D_m = \sum_{i=1}^n w_i D_i$$

avec :

$$w_i = \frac{1}{\sigma_i^2} / \sum_i 1/\sigma_i^2$$

L'écart-type global sur D_m , s , est calculé selon :

$$s = \sqrt{\sum w_i^2 (\sigma_i^2 + (D_i - D_m)^2)}$$

Références

- Aitken M.J., 1985 - *Thermoluminescence dating*, Academic Press, London, 359p.
- Arnold L. J., Roberts R., Galbraith R., DeLong R. F., 2009. A revised burial dose estimation procedure for optical dating of young and modern-age sediments. *Quaternary Geochronology*, 4, 306-325.
- Bechtel F., Gourdon-Platel N., Etcheverry M.-P., Gess J.-P. et Schvoerer M., 1996. Marqueurs technologiques et céramique : détection grâce à leur luminescence de composés silicatés formés au cours de la cuisson, *Revue d'Archéométrie, Actes du colloque "L'archéométrie dans les pays européens de langue latine"*, suppl., 125-131.
- Blain S, Guibert P., Prigent D., Lanos P., Oberlin C., Sapin C., Bouvier A., Dufresne P., 2011, Dating methods combined to building archaeology: the contribution of thermoluminescence to the case of the bell tower of St Martin's church, Angers (France), *Geochronometria*, 38-1, 55-63.
- Galbraith R. F., Roberts R. G., Laslett G. M., Yoshida H., Olley J. M., 1999. Optical dating of single and multiple grains of quartz from Jinmium Rock Shelter, Northern Australia: part I, experimental design and statistical models. *Archaeometry*, 41/2, 339-364, DOI 10.1111/j.1475-4754.1999.tb00987.x.
- Galbraith R., Roberts R., 2012. Statistical aspects of equivalent dose and error calculation and display in OSL dating: An overview and some recommendations. *Quaternary Geochronology*, 11, 1-27.
- Goedicke C., 2003, Dating historical calcite mortar by blue OSL: results from known age samples, *Radiation Measurements*, 37, n°4-5, 409-416.
- Goedicke C., 2011, Dating Mortar by Optically Stimulated Luminescence: a Feasibility Study, *Geochronometria*, 38-1, 42-49.
- Gueli A.M., Stella G., Troja S.O., Burrafato G., Fontana D., Ristuccia G.M., Zuccarello A.R., 2010, Historical buildings: luminescence dating of fine grains from bricks and mortar, *Il Nuovo Cimento*, 125B, 5-6, 719-729.
- Guérin G., Mercier N., Adamiec G., 2011. Dose-rate conversion factors: update. *Ancient TL*, 29, 5-8.
- Guibert P. et Schvoerer M., 1991 - TL dating : Low background gamma spectrometry as a tool for the determination of the annual dose, *Nuclear Tracks and Radiation Measurements*, vol 18, N°1/2, 231-238.
- Guibert P., Grici S., Bechtel F., Daniel F., Gourdon-Platel N., 2006. Datation par thermoluminescence (TL) d'une structure de combustion granitique à Javols (Lozère) : quelques considérations sur la microdosimétrie des irradiations naturelles. *Archéosciences - revue d'archéométrie*, 30, 119-128.
- Guibert P., Bailiff I. K., Blain S., Gueli A.M., Martini M., Sibilila E., Stella G., Troja S.O., 2009a, Luminescence dating of architectural ceramics from an early medieval abbey: the St-Philbert intercomparison (Loire-Atlantique, France), *Radiation Measurements*, 44, 5-6, 488-493.
- Guibert P, Lahaye C and Bechtel F, 2009b. The importance of U-series disequilibrium of sediments in luminescence dating: a case study at the Roc de Marsal cave (Dordogne, France). *Radiation Measurements*, 44, 223-231.
- Jain M., Thomsen K.J., Botter-Jensen L., Murray A.S., 2004, Thermal transfer and apparent-dose distributions in poorly bleached mortar samples: results from single grains and small aliquots of quartz, *Radiation Measurements*, 38, 101-109.
- Jin Z.Y., Wu Y., Li G., Fan A., Cheng G., Yan L., 2012. Luminescence determination of firing temperature of archaeological pure sand related to ancient Dian bronze casting, China. *Quaternary Geochronology*, 10, 387-393.
- Lanos Ph., Dufresne Ph., 2013. Antibes, Alpes Maritimes, Château Grimaldi, Mur MR 10003, Analyse archéomagnétique, rapport d'analyse REN-2013-35, 14p.
- Lanos Ph., Philippe A., Lanos H., Dufresne Ph., 2015. Chronomodel : Chronological Modelling of Archaeological Data using Bayesian Statistics. (Version 1.1). Available from <http://www.chronomodel.fr>.
- Mc Keever S. W., Chen R., 1997. Luminescence models. *Radiation Measurements*, 27, 635-661, PII: S1350-4487(97)00203-5.
- Madsen A. T., Murray A. S., Andersen T. J., Pejrup M., 2007. Optical dating of young tidal sediments in the Danish Wadden Sea. *Quaternary Geochronology*, 2, 89-94.
- Medialdea A., Thomsen K. J., Murray A. S., Benito G., 2014. Reliability of equivalent-dose determination and age-models in the OSL dating of historical and modern palaeoflood sediments. *Radiation Measurements*, 22, 11-24.
- Murray, A.S, Wintle, A.G., 2000. Luminescence dating of quartz using an improved single-aliquot regenerative-dose protocol. *Radiation Measurements* 32 : 57-73.

- Murray A. S., Clemmensen L., 2001. Luminescence dating of Holocene aeolian sand movement, Thy, Denmark. *Quaternary Science Reviews*, 20, 751-754.
- Rhodes E. J., 2000. Observations of thermal transfer OSL signals in glaciogenic quartz. *Radiation Measurements*, 32, 595-602.
- Urbanova P., 2015. Recherches sur la datation directe de la construction des édifices : Exploration des potentialités de la datation des mortiers archéologiques par luminescence optiquement stimulée (OSL). Dir Pierre Guibert, soutenue le 27 novembre 2015, Thèse de doctorat en Physique des archéomatériaux, Université Bordeaux Montaigne, 284p.
- Vieilleville E., Guibert P., Zuccarello A. R., Bechtel F., 2006 - The potential of optically stimulated luminescence for medieval building, a case study at Termez (Uzbekistan), *Radiation Measurements* 41, 991-994.
- Wintle, A., Murray, A., 2006. A review of quartz optically stimulated luminescence characteristics and their relevance in single-aliquot regeneration dating protocols, *Radiation Measurements* 41 : 369-391.