



HAL
open science

Recherches sur la datation directe de la construction des édifices : exploration des potentialités de la datation des mortiers archéologiques par luminescence optiquement stimulée (OSL)

Petra Urbanová

► To cite this version:

Petra Urbanová. Recherches sur la datation directe de la construction des édifices : exploration des potentialités de la datation des mortiers archéologiques par luminescence optiquement stimulée (OSL). Archéologie et Préhistoire. Université Michel de Montaigne - Bordeaux III, 2015. Français. NNT : 2015BOR30078 . tel-01452204

HAL Id: tel-01452204

<https://theses.hal.science/tel-01452204>

Submitted on 1 Feb 2017

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.

Université Michel de Montaigne Bordeaux 3

École Doctorale Montaigne Humanités (ED 480)

THÈSE DE DOCTORAT EN
« PHYSIQUE DES ARCHÉOMATÉRIAUX »

**Recherches sur la datation directe
de la construction des édifices**

*Exploration des potentialités de la datation des mortiers
archéologiques par luminescence optiquement stimulée (OSL).*

Présentée et soutenue publiquement le 27 novembre 2015 par

Petra URBANOVÁ

Sous la direction de Pierre Guibert

Membres du jury

Ian BAILIFF, Professeur, HDR, University of Durham, Royaume Uni	rapporteur
Sébastien BULLY, Chargé de Recherche CNRS, UMR 6298	examineur
Pierre GUIBERT, Ingénieur de Recherche CNRS, HDR, UMR 5060	directeur
Anne MICHEL, Maître des Conférences, Université Bordeaux Montaigne	examineur
Emanuela SIBILIA, Ricercatore Confermato, HDR, Università Milano-Bicocca	rapporteur

REMERCIEMENTS

Au terme de ces trois années de thèse, je souhaite remercier toutes les personnes et institutions qui ont contribué à l'aboutissement de ce travail.

Tout d'abord, je tiens à exprimer ma gratitude à l'Université Bordeaux Montaigne pour l'allocation de recherche grâce à laquelle j'ai pu me consacrer pendant ces trois années exclusivement à mon travail de thèse. Je tiens à remercier également le Centre National de la Recherche Scientifique et la Région Aquitaine pour leur soutien financier. Ce projet a aussi bénéficié aussi d'une aide de l'Etat gérée par l'Agence Nationale de la Recherche au titre du programme Investissements d'avenir portant la référence ANR-10-LABX-52. Je remercie le Conseil général d'Aquitaine et l'institut Ausonius pour les contributions financières.

Je tiens également à remercier vivement les institutions qui nous ont autorisées à échantillonner sur les monuments étudiés : Mairie de Bordeaux, Service Régional de l'Archéologie d'Aquitaine, Service des Monuments Historiques, Conseil Général de la Charente, Mairie d'Antibes, Musée Picasso et Service cantonale d'archéologie de Bâle.

Je souhaite remercier l'ensemble de l'équipe de recherche IRAMAT-CRPAA de Bordeaux qui m'a accueillie pendant toutes ces années de recherche pour les excellentes conditions de travail dont j'ai bénéficié.

Je tiens à exprimer ma profonde gratitude aux membres du jury qui m'ont fait l'honneur d'accepter de juger ce travail. Je remercie Emanuela Sabilia, Ian Bailiff, Anne Michel et Sébastien Bully.

Je tiens à exprimer mes plus sincères remerciements à Pierre Guibert qui a encadré ce travail, pour m'avoir accepté en thèse et pour m'avoir ainsi donné une occasion de vivre et de travailler à l'étranger. Merci de m'avoir initiée à cette recherche passionnante et d'avoir été toujours disponible quand il le fallait. J'apprécie grandement la possibilité de participer aux très nombreux colloques et missions que j'ai pu entreprendre grâce à cette thèse.

Merci à l'ensemble de l'équipe IRAMAT-CRPAA pour l'ambiance agréable au sein du laboratoire et des moments passés aux colloques avec certains d'entre vous. Je remercie Brigitte pour la préparation des lames, Nadia pour les études de pétrographie,

Yannick pour toutes les manips de MEB et Claude pour l'organisation des missions des prélèvements. Je remercie aussi tous les dateurs, Christelle, Chantal, Norbert, Sébastien, Loic, Brice, Julie et Marine pour la très bonne organisation de travail au sein de notre petite « équipe » et pour les divers aides et conseils de chacun d'entre vous. Merci plus particulièrement à Virginie et à Marion Hernandez qui m'ont initié à la luminescence au cours de ma première année. Merci à Guillaume pour les nombreuses discussions et conseils qui m'ont particulièrement aidée pour avancer dans la compréhension de tout ce qui concerne le monograin.

Ce travail est le fruit de collaborations étroites avec de nombreux chercheurs issus des disciplines de l'archéologie. Je voudrais ainsi remercier David Hourcade, Anne Michel, Éric Delaval et nos collègues suisses, Martin Allemann, Marco Bernasconi et Sophie Hueglin, pour notre collaboration.

Je remercie également mes stagiaires Mateja Kiseljak, Richard Santos, Joséphine Tuqoui, Marie-Claire Savin et Jean-Baptiste Javel pour leur aide pour les nombreuses manips.

Merci à l'ensemble des doctorants et post-doctorants pour les petits moments décontractants au sein ou en dehors du laboratoire...

Merci à Sophie pour notre collaboration et pour les nombreux conseils surtout à mes débuts !

Merci à Aurélie, Marion P. et Nino pour toutes les journées et soirées passés ensembles et pour votre soutien dans les moments difficiles. Et merci aussi pour les corrections de français !

Ráda bych poděkovala take mým nejbližším. I vy máte nedílnou účast na vzniku této práce. Díky za veškerou podporu během mých studií, která jsou tímto doktorátem už asi opravdu u konce!

Enfin, merci à mon cher Charles, merci d'être là...

Merci à tous.

Table des matières

PARTIE 1

I. CHAPITRE : Introduction à la problématique.....	1
I.1. Présentation du contexte d'étude.....	2
I.2. Mortier : de la préparation à la pose	6
I.3. Mortier dans l'histoire	9
I.4. Fabrication du mortier : rôle de la charge.....	11
I.5. Comment dater le mortier ?.....	14
I.5.1. Datation des mortiers par luminescence optiquement stimulée	17
I.5.2. Résumé des études effectuées sur le sujet	18
I.5.3. Objectifs de cette thèse	19
II. CHAPITRE : Datation des mortiers par luminescence	23
II.1. Prélèvement	24
II.2. Principe de datation par luminescence.....	26
II.2.1. Phénomène physique.....	26
II.2.2. Datation par luminescence optiquement stimulée (OSL).....	30
II.3. Détermination de la dose annuelle	32
II.3.1. Nature et origine du rayonnement ionisant	32
II.3.2. Système radioactif : échantillon archéologique	33
II.3.3. Détermination des différentes contributions à la dose annuelle	35
II.4. Caractérisation du matériau étudié.....	42
II.4.1. Microscopie en lumière polarisée	42
II.4.2. Microscopie électronique à balayage (MEB)	42
II.4.3. Autoradiographie bêta	43
II.5. Mesure de la dose archéologique par OSL.....	45
II.5.1. Dispositif expérimental.....	46
II.5.2. Préparation des échantillons pour les mesures d'OSL.....	46
II.5.3. Protocole SAR (<i>single aliquot regeneration</i>).....	47
II.5.4. Tests préliminaires	51

II.6. Dépouillement des données d'OSL	54
II.6.1. Estimation des doses archéologiques individuelles et l'incertitude.....	54
II.6.2. Critères de sélection de grains.....	55
II.7. Détermination de la dose archéologique	58
II.7.1. Modèle d'âge central	62
II.7.2. Variabilité attendue parmi les grains bien blanchis.....	65
II.7.3. Modèle d'âge minimal.....	66
II.7.4. Critère d'IEU (<i>Internal-External Consistency Criterion</i>).....	68

PARTIE 2

III. CHAPITRE : Château Grimaldi, Antibes	75
III.1. Introduction	76
III.1.1. Présentation du site.....	76
III.1.2. Chronologie de référence	77
III.1.3. Prélèvements réalisés	78
III.2. Caractérisation préalable	81
III.2.2. Microstructure	81
III.2.3. Variabilité microdosimétrique.....	83
III.3. Datation par luminescence	86
III.3.1. Tests préliminaires	86
III.3.2. Détermination de la dose archéologique.....	89
III.3.3. Détermination de la dose annuelle	93
III.4. Discussion	96
IV. CHAPITRE : Thermes de Longeas, Chassenon	99
IV.1. Introduction	100
IV.1.1. Présentation du site	100
IV.1.2. Recherches archéologiques et chronologie de référence.....	103
IV.1.3. Prélèvements réalisés	105
IV.2. Caractérisation préalable	107
IV.2.1. Composition élémentaire	107
IV.2.2. Microstructure.....	107
IV.2.3. Variabilité microdosimétrique.....	109

IV.3. Datation par luminescence	111
IV.3.1. Tests préliminaires.....	111
IV.3.2. Détermination de la dose archéologique.....	113
IV.3.3. Détermination de la dose annuelle.....	115
IV.4. Discussion	116
V. CHAPITRE : Palais-Gallien, Bordeaux.....	119
V.1. Introduction	120
V.1.1. Présentation du site.....	120
V.1.2. Recherches archéologiques et chronologie de référence	122
V.1.3. Prélèvements réalisés.....	125
V.2. Caractérisation préalable.....	128
V.2.1. Composition élémentaire.....	128
V.2.2. Microstructure	128
V.2.3. Variabilité microdosimétrique	130
V.3. Datation par luminescence	133
V.3.1. Tests préliminaires	133
V.3.2. Détermination de la dose archéologique	135
V.3.3. Détermination de la dose annuelle.....	141
V.4. Discussion	145
VI. CHAPITRE : Cathédrale de Bâle, Suisse	149
VI.1. Introduction	150
VI.1.1. Présentation du site	150
VI.1.2. Chronologie de référence et prélèvements réalisés	152
VI.2. Caractérisation préalable.....	154
VI.2.1. Composition élémentaire	154
VI.2.2. Microstructure.....	154
VI.2.3. Variabilité microdosimétrique.....	156
VI.3. Datation par luminescence	159
VI.3.1. Tests préliminaires.....	159
VI.3.2. Détermination de la dose archéologique.....	161
VI.3.3. Détermination de la dose annuelle.....	167
VI.4. Discussion	169

VII. CHAPITRE : Saint Seurin, Bordeaux.....	173
VII.1. Introduction.....	174
VII.1.1. Présentation du site et du contexte archéologique	174
VII.1.2. Chronologie de référence.....	175
VII.1.3. Prélèvements réalisés.....	178
VII.2. Caractérisation préalable	183
VII.2.1. Composition élémentaire.....	183
VII.2.2. Microstructure.....	185
VII.2.3. Variabilité microdosimétrique	192
VII.3. Datation par luminescence	197
VII.3.1. Tests préliminaires	197
VII.3.2. Détermination de la dose archéologique	203
VII.3.3. Détermination de la dose annuelle	216
VII.4. Discussion.....	219

PARTIE 3

VIII. CHAPITRE : Potentialités de la datation des mortiers par SG-OSL.....	229
VIII.1. Analyse des caractéristiques de luminescence.....	231
VIII.1.1. Sensibilité des grains à une stimulation optique	231
VIII.1.2. Commentaire sur l'utilisation de la LM-OSL classique pour la caractérisation des signaux issus de grains individuels.....	233
VIII.1.3. Spécificités du protocole de mesure SAR pour les mortiers.....	233
VIII.1.4. Choix de température de préchauffe.....	234
VIII.1.5. Remarques sur le choix des critères de sélection des grains	234
VIII.2. Variabilité microdosimétrique	237
VIII.2.1. Importance de la caractérisation préalable	237
VIII.2.2. Analyse par l'autoradiographie beta	237
VIII.2.3. Cartographie en EDX-MEB et la teneur en potassium	240
VIII.2.4. Dispersion de doses annuelles beta à l'échelle du grain :	249
IMPLICATIONS POUR LA DATATION	249
VIII.3. Variabilité additionnelle.....	255
VIII.4. Degré de blanchiment	257
VIII.5. Détermination de la dose archéologique	261
VIII.5.1. Mortiers bien blanchis	261

VIII.5.2. Mortiers mal blanchis	262
Conclusion & perspectives	271
Bibliographie.....	279
Annexes	299
Annexe 1: Valorisation scientifique	300
Annexe 2: Calibration des appareils	304

PARTIE 1

I. CHAPITRE

Introduction à la problématique sur les mortiers archéologiques

- I.1 Présentation du contexte d'étude
- I.2 Mortier : de la préparation à la pose
- I.3 Mortier dans l'histoire
- I.4 Fabrication du mortier : rôle de la charge
- I.5 Comment dater le mortier ?

I.1. Présentation du contexte d'étude

Grâce aux nombreuses études de ces dernières années mettant en évidence l'importance de la pluridisciplinarité quand il s'agit de l'analyse du patrimoine culturel, et plus particulièrement architectural (par exemple Gallo *et al.*, 1999 ; Sapin *et al.*, 2008), l'archéométrie devient aujourd'hui une partie inséparable des recherches archéologiques. Cette connexion interdisciplinaire des sciences humaines et des sciences dites « dures » permet d'apporter des connaissances originales auxquelles on ne pourrait pas accéder sans la contribution ni de l'une, ni de l'autre. On va ici s'intéresser particulièrement à la datation de la construction des bâtiments, un des aspects essentiels dans le processus de compréhension de l'histoire du monument et de son origine.

Les méthodes de datation « absolue », qu'on pourrait considérer comme traditionnelles et qui sont liées aux procédures de datation utilisées longtemps avant le développement de l'archéométrie, reposent souvent uniquement sur des textes ou sur des éléments stylistiques (par exemple Sapin *et al.*, 2008). En ce qui concerne la datation basée sur les études des archives, il faut être conscient que la nature des sources textuelles ne remplit pas toujours une fonction historique ou de chronique au sens actuel du terme. Souvent, les récits sont écrits dans un but précis, en relation avec une idéologie ou une vision politique qui déforme au moins partiellement la réalité (Bouvier, 2011). Ici, on peut faire référence à un des cinq monuments étudiés dans ce travail, la crypte de la basilique Saint-Seurin à Bordeaux, dont l'interprétation a été marquée dans les années 1990 par une tradition historiographique faisant de Saint-Seurin un élément du premier groupe épiscopal de Bordeaux qui ne permettait pas de révéler la vraie nature de ce monument, reconnue aujourd'hui comme un mausolée antique (Michel, 2012). De plus, l'existence de sources littéraires n'est pas toujours assurée. Un manque d'information écrite implique l'utilisation d'une autre méthode traditionnelle afin de dater le monument en exploitant les connaissances de l'histoire, de l'histoire de l'art et de l'architecture. Il s'agit d'une approche basée sur des comparaisons des éléments architecturaux et décoratifs ou sur les études typo-chronologiques du mobilier retrouvé

pendant les fouilles associées à certains événements historiques ou tendances culturelles bien situées dans le temps.

Si aucune des approches décrites ci-dessus ne peut être appliquée, quelle que soit la raison, on se retrouve dans l'impossibilité de dater l'édifice par des approches dites « traditionnelles » et l'attention va être portée sur des méthodes physiques. L'intégration de méthodes de datation physiques dans des études de l'archéologie du bâti peut être particulièrement intéressante pour l'histoire de la construction de monuments du Haut Moyen Âge, pour lesquels les éléments chronologiques disponibles sont souvent très lacunaires (Blain *et al.*, 2007 ; Blain, 2009 ; Bouvier, 2011 ; Guibert *et al.*, 2012). Dans ce contexte, on peut mentionner quelques travaux réalisés par diverses équipes de recherche, pour certaines au sein de différents programmes de recherche tels qu'un PCR (Programme collectif de recherche du Ministère de la Culture, notamment sur *Les matériaux de construction autour l'an Mil et critères de datation*) ou de PPF (Programme pluri-formation multi universitaire du Ministère de la Recherche et de l'Enseignement Supérieur, *Matériaux de construction : datation, caractérisation, évolution*) ou encore grâce aux travaux du groupe de recherche européen (GdRE) financé par le CNRS *Terres cuites architecturales et nouvelles méthodes de datation* (Guibert *et al.*, 2014).

Les méthodes de datation physiques comprennent une démarche expérimentale qui fonctionne théoriquement sans *a priori*. En combinaison avec les données archéologiques et historiques, elles peuvent remettre en cause ou confirmer les datations traditionnelles ou, dans le cas d'absence de connaissances, apporter des informations originales pour l'histoire du bâti et contribuer à une meilleure compréhension de son histoire. L'archéologie a fait appel aux méthodes de datation numériques depuis longtemps. Dernièrement, plusieurs études soulignent en effet la complémentarité des différentes méthodes de datation telles que la dendrochronologie, le radiocarbone, la luminescence et l'archéomagnétisme (Gallo *et al.*, 1999 ; Blain *et al.*, 2007 ; Guibert *et al.*, 2009 ; Blain *et al.*, 2011).

Parmi toutes les méthodes de datation liées à l'archéologie, celle du radiocarbone, qui s'applique à toutes sortes de matériaux carbonés, est certainement la plus connue tant des chercheurs que du grand public. Elle est en effet la première à avoir été mise au point et a fourni depuis plus de quarante ans un très grand nombre de résultats. « Les progrès ont surtout porté sur l'amélioration de la précision et de la calibration, et les

I. CHAPITRE - Introduction à la problématique sur les mortiers archéologiques

datations sont maintenant données avec des plages d'incertitudes réduites ; la méthode peut ainsi être utilisée jusqu'au Moyen Age. » (Evin & Oberlin, 2000)

Un autre outil potentiel, qui s'oriente vers la datation du bois et qui peut être parfois très précis (Lambert, 1998), est la dendrochronologie, inventée et développée au cours du XX^e siècle par l'astronome américain A.E. Douglass. Néanmoins, l'utilisation de cette méthode est conditionnée par l'existence d'éléments en bois d'origine tels que des poutres ou des piliers dont la durée d'utilisation est limitée et qui, dans les nombreux cas des édifices du Haut Moyen Age ou encore des périodes plus anciennes, n'ont pas été conservés.

De même, l'utilisation de l'archéomagnétisme qui permet de dater la production des terres cuites est développée depuis les années 1930, mais a connu un accroissement conséquent dans les dernières décennies (Lanos, 1998).

Le recours à la datation par luminescence est plus récent, du fait du développement plus récent de cette méthode. Entre les années 1960, où les concepts de base de la méthode ont été véritablement compris, et jusqu'à la fin des années 1970, une phase exploratoire s'est déroulée permettant l'examen de la databilité de nombreux matériaux d'intérêt archéologique et des problèmes dosimétriques à résoudre pour rendre la méthode « opérationnelle ». Parmi les premiers matériaux étudiés par des équipes pionnières, on mentionnera, entre autres, les céramiques et les terres cuites dont l'exploration des propriétés par les groupes d'Oxford et de Risø (Aitken *et al.*, 1964 ; Mejdahl, 1969 ; Zimmerman *et al.*, 1971) ont fortement contribué à l'élaboration de la méthode.

Parmi les applications de la thermoluminescence, la plus répandue concerne la datation du dernier chauffage archéologique d'un objet. Pour les périodes historiques, les matériaux les plus fréquemment datés sont des céramiques, des fragments de four en terre cuite et les briques. Si des collaborations ponctuelles ont déjà eu lieu dans le domaine de l'archéologie médiévale dans les années 1990 (Guibert *et al.*, 1998 ; Bailiff & Holland, 2000), c'est la mise en œuvre du Groupe de Recherche Européen qui, au moins en France, a permis de porter cette démarche à une nouvelle échelle (Guibert *et al.*, 2012). Une des constatations importantes résultant de ces recherches est la question de remploi des éléments de construction. En effet, il peut arriver que la structure antique ait été remployée comme un ensemble et serve de soubassement au monument construit postérieurement, comme on le verra dans le cas du château Grimaldi à Antibes

ou de la crypte de Saint-Seurin. Mais surtout, la récupération des briques provenant de structures gallo-romaines et leur réutilisation dans la construction de monuments du Moyen Age se sont montrées être des pratiques assez fréquentes. Il y a deux aspects particulièrement importants à mentionner. D'abord, la datation de la brique ne correspond pas à l'édification de la maçonnerie, mais à la fabrication de la brique et fournit donc un *terminus post quem*. De plus, si la brique a été réemployée, sa datation peut ne rien nous révéler de la construction du monument en question. C'est une raison qui explique pourquoi l'intérêt actuel est tourné vers le mortier, le matériau dont la préparation est liée directement au moment de l'édification de la maçonnerie et qui est *a priori*, sauf dans quelques cas particuliers, non-réutilisable. En effet, certains écrits médiévaux indiquent la remobilisation d'anciens mortiers par fragmentation et broyage. Néanmoins, sachant qu'en datant le mortier, on date une dernière exposition du matériau à la lumière, la remobilisation des anciens matériaux ne représente pas un élément gênant pour la datation, car cela ne se faisait certainement pas dans le noir. On peut s'attendre donc à une remise à zéro optique des grains re-broyés.

Avec l'idée de dater le mortier, on arrive donc à la dernière méthode de datation physique actuellement utilisée en archéologie et en même temps la plus récente, la luminescence optiquement stimulée. Son évolution au cours des dernières années (depuis 1990) est étroitement liée aux développements techniques des appareils de mesure grâce auxquels cette méthode peut être appliquée aujourd'hui aux mortiers, comme on le verra dans ce travail.

I.2. Mortier : de la préparation à la pose

Le mortier est un mélange d'un liant et d'un granulat avec de l'eau, qui lui donne une consistance de pâte. Il est utilisé en maçonnerie pour lier des éléments de construction de murs ou pour traiter et décorer des parois d'un bâtiment ; éventuellement, il peut être employé dans le scellement de sols. Même si plusieurs types de liant sont possibles, la plus grande majorité des mortiers historiques est représentée par le mortier de chaux, objet d'étude dans ce travail.

La composition et la nature de la chaux et du granulat ainsi que leur proportion sont dépendantes des propriétés souhaitées du mortier. Pour produire la chaux, la pierre calcaire est cuite à une température de 900°C environ ce qui provoque une transformation du calcaire en oxyde de calcium appelé « chaux vive ». Le processus est accompagné par un dégagement de dioxyde de carbone. La chaux est ensuite mélangée avec de l'eau, étape connue comme une « extinction ». Il en résulte une réaction exothermique qui aboutit à la formation de l'hydroxyde de calcium ou bien « chaux éteinte ». Pendant cette étape, on peut observer la désagrégation des blocs de « chaux vive » en une poudre fine, blanche et sèche. En mélangeant la « chaux éteinte » avec le granulat et l'eau, on obtient une matière de consistance pâteuse, le mortier. Cette opération, appelée « gâchage » doit être relativement longue afin d'assurer l'homogénéité du mélange et sa qualité.

Après avoir introduit le mortier dans la maçonnerie, le mortier en contact avec l'air humide durcit lors d'un processus de carbonatation. Ce dernier consiste en une réaction de la chaux éteinte, l'hydroxyde de calcium, avec le dioxyde de carbone atmosphérique qui aboutit à la formation d'un nouveau carbonate de calcium. Puisque le dioxyde de carbone atmosphérique doit pénétrer dans le mortier pour qu'il y ait une possibilité d'échanges, ce phénomène est directement dépendant de la porosité du mortier. Le phénomène de prise du mortier est accompagné par une augmentation progressive de sa viscosité qui assure la consolidation finale de l'ensemble de la structure maçonnée. Un des avantages de la chaux par rapport à d'autres liants tels que l'argile est le caractère irréversible de son durcissement (Bernardi, 2011).

La maçonnerie va se déformer pendant les premiers jours qui suivront la construction du mur par déformation plastique suite à la contraction du liant calcaire. Il

faut souvent attendre près d'un an avant que la totalité de la maçonnerie soit carbonatée. Ainsi, il a été remarqué que le cœur de certaines maçonneries antiques montrait parfois des phénomènes de tassement par la plasticité des mortiers non-carbonatés (Adam, 1995).

La calcination de pierres calcaires se faisait dans des fours à chaux. De nombreuses variétés de combustibles peuvent être employées, mais dans le passé, la préférence devait aller au bois. La conduite du feu était déterminante pour la réussite de la fabrication de la chaux vive. Par ailleurs, c'est grâce à des résidus de charbons de bois que les mortiers historiques peuvent parfois être datés aujourd'hui par radiocarbone, comme on le verra encore plus tard. La présence des charbons dans les mortiers peut aussi être liée à leur ajout lors du brassage du liant.

Pendant l'époque gallo-romaine, l'extinction de la chaux vive se faisait souvent par l'utilisateur sur le chantier. On a de nombreux exemples des petites fosses quadrangulaires, à cuvelage de planches de bois ou des dalles de terre cuite, servant à l'extinction de la chaux vive ou à la conservation de la chaux éteinte (Coutelas, 2003).

La chaux doit être mêlée à des proportions variables de matériaux divers appelés agrégats ou granulats. Sans la présence de ces granulats, la chaux en forte épaisseur se fissurerait en séchant sous l'effet de la perte de volume, perdant par conséquent ses qualités essentielles de colle (Bernardi, 2011). Il est donc primordial pour la fabrication d'un liant architectural à base de chaux. C'est un sable quartzueux qui joue un rôle de charge et donne au mortier la résistance mécanique souhaitée. La compacité du mortier dépend du rapport entre le volume du granulat et le volume total du mortier. Dans l'idéal, tous les grains doivent avoir un contact entre eux, tout en étant entourés par le liant. Ainsi, la répartition bimodale de l'agrégat, où les espaces entre les gros grains (diamètre supérieur à 2 mm) sont remplis par des grains très fins (diamètre inférieur à 63 μm) est souhaitable (Canonge, 1998). Le rapport idéal de gros grains à grains fins est de 2 à 1.

En ce qui concerne la carbonatation, quand elle s'opère en présence d'air, il s'agit de chaux aérienne, contrairement à la chaux hydraulique qui durcit en milieux aqueux. On distingue deux types de chaux aériennes : les *chaux grasses*, obtenues à partir de calcaires très purs ou contenant de 0,1 à 1 % d'argile, et les *chaux maigres*, obtenues à partir de calcaires contenant de 2 à 8 % d'argile. Des calcaires contenant de 8 à 20 %

I. CHAPITRE - Introduction à la problématique sur les mortiers archéologiques

d'argile sont utilisés pour la chaux hydraulique. Au-delà de 20 % d'argile, les calcaires sont impropres à la confection de la chaux.

On trouve aussi des exemples d'emploi de végétaux mélangés avec le mortier. Quelquefois on ajoutait de la paille ou du foin haché, du regain et même de la chaux, si on en avait pour lui donner plus de consistance, ou le rendre plus maniable (Bernardi, 2011). La paille servait aussi d'isolant thermique.

I.3. Mortier dans l'histoire

Un résumé historique de J.-P. Adam (1995) sur l'apparition des premiers liants de maçonnerie mentionne l'utilisation d'un enduit à base de plâtre dans la ville de Çatal Hôyük en Turquie qui remonte à la période néolithique (7000 ans avant notre ère). Les pierres ont été pour la première fois liées à l'aide du mortier de plâtre en Égypte au III^e millénaire avant notre ère. D'une manière générale, l'utilisation des liants à base de plâtre ou de chaux sera typique, pendant des siècles en Orient. Il faut attendre l'époque hellénistique pour que cette technique s'introduise dans l'architecture grecque, utilisée essentiellement pour des stucs, des enduits peints et des enduits de citernes. Ce sont les Romains qui ont commencé à utiliser la chaux systématiquement pour la fabrication de mortiers de maçonnerie, ce liant présentant par rapport aux liants à base d'argile des propriétés mécaniques remarquables. A l'époque romaine, le mortier de chaux devient donc un élément de construction omniprésent et permet notamment le développement et la construction de voûtes (Adam, 1995).

Mortiers romains

La technique de construction romaine la plus courante pour les murs en petit appareil est appelée *Opus caementicium*, employée à partir de la fin du III^e siècle avant notre ère. Il s'agit d'une maçonnerie tripartite où les deux parements extérieurs fonctionnent comme un coffrage pour le mortier de blocage se trouvant dans la partie interne. Comme le souligne Coutelas (Coutelas, 2003), cette technique possède deux images contradictoires qui sont souvent mises en avant. La première est celle de la qualité exceptionnelle des mortiers romains présentant des propriétés très proches dans les parties de parements et de blocage, comme cela l'a été démontré pour de nombreux sites de la Gaule (Coutelas, 2003). La deuxième concerne la plupart des constructions pompéiennes (Adam, 1995), architecture en majorité antérieure à l'époque impériale, où on constate la différence significative entre le mortier de parement et celui de blocage. Tandis que les murs extérieurs sont construits à partir de moellons liés au mortier d'une excellente qualité, le blocage est constitué d'éléments dits tout-venant, c'est-à-dire de moellons de toutes formes, de chutes de taille ou de fragments de briques, et présente des qualités mécaniques médiocres. Ce système de

I. CHAPITRE - Introduction à la problématique sur les mortiers archéologiques

construction économique et rapide ne nécessitait aucune qualification de la main-d'œuvre et utilisait une bonne partie des matériaux sans préparation préalable. Tout cela a contribué à une extension significative de l'architecture à base de mortier de chaux dans la vie quotidienne, contrairement aux époques antérieures (Adam, 1995). Bien qu'il semble que ce procédé architectonique n'était pas régulièrement rencontré en Gaule dans les grands édifices publics, on ne peut pas exclure son emploi pour les constructions moins monumentales. Néanmoins, cela peut difficilement être confirmé car ces édifices ont été détruits. Le renommée de la qualité des mortiers romains consistant essentiellement dans la parfaite cuisson et extinction de la chaux, dans l'homogénéité des mélanges et dans leur mise en œuvre particulièrement soignée (Bernardi, 2011), ne représente donc pas une généralité.

Vers le 1^{er} siècle de notre ère, la Rome antique améliore la technique de la chaux par l'incorporation de sable volcanique de Pouzzoles - la pouzzolane - ou de tuiles broyées comme on le verra par la suite.

Mortiers médiévaux

Les principes généraux qui mènent à la fabrication et à la mise en œuvre du mortier bien maîtrisés dès l'Antiquité ont été apportés en Gaule dès la Conquête. Pendant le Moyen Âge, les mortiers sont de qualités très différentes.

A l'époque mérovingienne, les nombreuses structures maçonnées sont construites à partir de mortiers de qualité médiocre en termes de propriétés mécaniques ce qui est interprété comme une perte de « savoir-faire ». Néanmoins, on identifie également quelques exemples de préparation extrêmement soignée, témoignant d'une très bonne résistance et d'un excellent état de conservation. Malheureusement, il est difficile d'envisager une conclusion plus générale concernant la typologie des mortiers caractérisant cette période en raison du nombre restreint de vestiges connus ou identifiés (Büttner, 2014).

Avec le retour à la tradition antique durant la Renaissance carolingienne, les processus de fabrication de mortiers semblent être de nouveau plus élaborés. Cette tendance s'amplifie à partir de l'époque romane, probablement en raison de l'utilisation extensive du moyen appareil dans la construction (Büttner, 2014) ce qui nécessite un jointement étroit et donc un mortier à grains plus fins.

I.4. Fabrication du mortier : rôle de la charge

L'étude des sources littéraires, parmi lesquelles celle de l'auteur antique Vitruve qui domine et inspire des nombreux traités de Renaissance, peut donner une impression de continuité et d'uniformité des techniques de préparation des mortiers. Néanmoins, l'observation directe d'un grand nombre de maçonneries lors d'études de bâti au cours des dernières années, accompagnée d'analyses en laboratoire, témoigne du fait que la préparation de mortiers n'a pas suivi des règles uniformes et indique l'emploi de recettes variées (Büttner & Prigent, 2007). Entre les deux composants principaux du mortier de chaux, c'est le granulats qui est l'objet d'étude de datation par OSL. Nous ne développons donc pas ici les procédés de la préparation de la chaux, décrits de façon détaillée par exemple par Adam (Adam, 1995) ou Coutelas (Coutelas, 2003) et nous allons davantage nous focaliser sur tout ce qui concerne les origines et les traitements du granulats. C'est grâce à des opérations préparatoires telles que l'extraction, le tamisage ou le mélange avec la chaux que le granulats du mortier a été exposé à la lumière et peut ainsi être daté par luminescence optiquement stimulée (OSL).

Pour les mortiers antiques, les écrits les plus prédominants sur la préparation des mortiers sont ceux de Vitruve (dix livres d'architecture, 27 avant notre ère). Parmi les sables de rivière, sables marins et sables fossiles, Vitruve considère le dernier comme le meilleur. Selon Vitruve, le sable fossile, ou sable de carrière, sèche facilement dans les maçonneries contrairement aux deux premiers. L'auteur souligne l'importance esthétique de la couleur du sable utilisé. La chaux éteinte doit être gâchée avec du sable de carrière dans une proportion d'un volume de chaux pour trois de sable de carrière ou deux de sable de rivière. Vitruve ajoute également que ce mélange sera encore meilleur si du tuileau est ajouté.

Démontrer incontestablement l'origine géologique de l'agrégat du mortier est un sujet difficile nécessitant des analyses physico-chimique du mortier poussées et des prospections de l'environnement géologique concerné. Une telle démarche est longue et ne peut pas être systématiquement intégrée dans les études archéologiques du bâti. Néanmoins, sans aller aussi loin, une analyse pétrographique minutieuse peut être suffisante pour émettre des hypothèses sur l'origine du granulats, comme le montre un

I. CHAPITRE - Introduction à la problématique sur les mortiers archéologiques

certain nombre d'études de mortiers provenant d'édifices romains (Coutelas, 2003) et médiévaux (Büttner, 2014). Celles-ci indiquent que le granulat pour préparer les mortiers de construction est généralement prélevé au plus proche du site, parfois sur place. La composition minéralogique du sable dans le mortier peut ainsi être extrêmement diverse.

Pour le sable naturel, deux critères apparaissent primordiaux : la granulométrie et le degré de pureté. Lorsqu'une formation locale ne présente pas les qualités requises, un traitement de la matière première est donc envisagé (Coutelas, 2003). L'analyse comparative, entre la source géologique et le matériau effectivement utilisé, montre parfois certains traitements préalables évidents comme des tamisages ou des lavages (Büttner, 2014). L'emploi de ces traitements répond généralement à la fonction souhaitée du matériau. Ainsi, le sable grossier sera utilisé pour les mortiers de sol ou de soubassement, tandis que le granulat plus fin va servir pour préparer des mortiers de jointoiement. Pour l'élaboration d'enduits, l'opération de tamisage est manifeste en regardant l'évolution de la finesse granulométrique des couches préparatoires vers la surface (Coutelas, 2003).

Les constatations sont les mêmes pour les mortiers du Moyen Âge où on évoque la distinction du mortier de jointoiement et celui des fourrures des murs doubles parementés en moyen appareil dont l'usage se généralise à partir du XI^e siècle. Un mortier de jointoiement a une granulométrie contrôlée afin d'assurer la régularité des joints de parement, tandis que un mortier de fourrure contient un granulat associant du sable granulométriquement hétérogène, des galets décimétriques et des déchets de taille. Aussi, les mortiers de fondation peuvent souvent présenter un sable à granulométrie plus grossière que les mortiers d'élévation.

Parmi d'autres traitements, le lavage est beaucoup moins discuté. Selon les observations de Coutelas (Coutelas, 2003), l'emploi de sables lavés paraît plus prononcé pour les enduits peints. Une autre pratique, largement employée pour le granulat de « récupération », est le broyage. Les Romains employaient une technique qui consistait à ajouter à la chaux de la vieille tuile ou de la brique pilée, quand ils ne disposaient pas de pouzzolane, pour fabriquer artificiellement un mortier hydrofuge pouvant faire sa prise sous l'eau.

Dès l'Antiquité, le mortier de tuileau a été ainsi particulièrement utilisé pour les structures liées à l'eau telles que les bassins, les citernes et les canalisations. Il est

aussi d'usage extrêmement fréquent dans les murs d'enceinte édifiés autour des centres urbains de l'Antiquité tardive et du Haut Moyen Âge (*castrum*). L'usage de ce mortier en maçonnerie reste cependant peu fréquent durant cette même période (Büttner *et al.*, 2014) Les observations réalisées montrent que c'est particulièrement entre le IX^e et le XI^e siècle que ces mortiers de tuileau ont été de nouveau mis en œuvre à une échelle plus large, souvent dans des structures de soubassement (Büttner & Prigent, 2007).

Une fois le sable prêt à être utilisé, il est ajouté à la chaux. Le processus de mélange est la dernière étape de préparation avant la pose du mortier dans la maçonnerie. Il nous intéresse particulièrement pour la datation par OSL. Il s'agit de la dernière opération préparatoire au cours de laquelle les grains de sable sont exposés à la lumière du jour.

L'auteur classique Vitruve ne discute pas en détail l'étape de mélange et sa mise en pratique. Néanmoins, de nombreuses peintures murales romaines représentent des bâtisseurs mélangeant du mortier à la main. Une recherche particulièrement intéressante à ce sujet est celle de l'archéologue Sophie Hueglin (Hueglin, 2011) focalisée sur l'apparition des mélangeurs à mortier mécaniques entre les VIII^e et XI^e siècles, un phénomène restant pour le moment couvert de nombreux mystères pour plusieurs raisons.

Selon Hueglin (Hueglin, 2011), ces dispositifs étaient vraisemblablement en rapport étroit avec la renaissance de l'architecture de pierre dans les grands chantiers de construction. Ils ont été trouvés en nombre important dans des sites archéologiques surtout en Italie, en Allemagne, en Suisse et en Grande-Bretagne, mais on constate leur absence à l'ouest du Rhin (un seul exemple existe en France). Ce manque d'un côté et une certaine localisation géographique d'un autre, qui révèle probablement une différence importante des techniques de construction de l'époque et qui pourrait témoigner de rapports socio-économiques particuliers, n'ont pas encore été entièrement compris.

Aucune représentation de mélangeurs à mortier n'a été trouvée dans les peintures ou illustrations médiévales. Cela peut être expliqué par le fait que le motif des chantiers de construction apparaît assez fréquemment surtout dans des manuscrits du Moyen Age tardif, tandis que l'existence de ces mélangeurs semble être liée à une époque antérieure. La majorité de ces structures a été datée entre les VIII^e et IX^e siècles de notre ère. Toutefois, nombre de ces datations sont basées sur des analogies et doivent

être confirmées par des méthodes de datation indépendantes. C'est la raison pour laquelle une partie de ce travail de thèse avait pour objectif de dater aussi trois mélangeurs à mortier trouvés en Suisse.

I.5. Comment dater le mortier ?

L'étude des liants de maçonnerie, et plus spécifiquement des mortiers de chaux, par des archéologues, est pratiquée depuis les années 1970. Dans ce contexte, il faut mentionner les travaux de Michel Frizot (Frizot, 1975) en France et de Vinicio Furlan (Furlan & Bissegger, 1975) en Suisse et en Italie. En ce qui concerne l'approche archéologique des mortiers médiévaux, il faut nécessairement mentionner l'ouvrage dirigé dans les années 1990 par Christian Sapin (Sapin, 1991), *Enduits et mortiers. Archéologie médiévale et moderne*, qui proposait d'intégrer pleinement l'étude de ces matériaux dans la démarche d'archéologie du bâti.

En se basant sur les qualités variables des mortiers au cours de l'histoire et sur une notion d'une certaine perte des savoir-faire au Haut Moyen Age, Viollet le Duc proposait, à ce titre, que « la qualité des mortiers est donc un des moyens fournis aux architectes pour reconnaître la date d'un édifice ». Néanmoins, les recherches effectuées au cours des dernières années autour de ce matériau indiquent qu'il n'y a pas de mortier de chaux spécifiquement antique ou médiéval (Büttner, 2014), pas de technique typiquement antique ou médiévale en ce qui concerne la préparation de ce matériau. « Ainsi, sans chronologie associée, qu'elle soit relative ou objective, il n'est pas possible d'accéder directement à l'information chronologique par la simple caractérisation. » (Büttner, 2014). Toutefois, dans le cadre de la chronologie relative, la caractérisation des mortiers d'un même site permet d'envisager toutes les phases de construction réalisées avec le même mortier comme contemporaines, que ces phases aient ou non des liens physiques entre elles. Dans ces contextes, l'approche archéométrique est très utile permettant de mieux comprendre et de reconstruire une histoire des sites archéologiques comme le montre des nombreuses études des mortiers (par exemple Vendrell-Saz *et al.*, 1996 ; Caro *et al.*, 2008 ; Miriello *et al.*, 2010 ; Sanjurjo-Sánchez *et al.*, 2010 ; De Luca *et al.*, 2013 ; Chiarelli *et al.*, 2015). Des analyses pétrographiques, minéralogiques et chimiques révèlent des analogies et différences

parmi les échantillons et facilitent une distinction des différentes typologies des mortiers. Pour garantir une bonne représentativité, il est bien sûr nécessaire de comparer des ensembles de prélèvements et non seulement des échantillons individuels. Selon les études de Daniel Prigent, l'analyse granulométrique de l'agrégat accompagnée de la détermination en solubles, ont par exemple permis, dans plus de 90 % des cas, une bonne discrimination des mortiers (Prigent, 2009).

Les seules approches qui rendent possible la datation absolue des mortiers de maçonnerie sont des méthodes physiques. Dans ce contexte, c'est surtout la datation par radiocarbone qui est actuellement bien connue par la communauté scientifique. Actuellement, deux méthodes de datation de mortier par radiocarbone existent. Tout d'abord, il est parfois possible de retrouver des restes de bois ou de végétaux ajoutés et mixés lors de la préparation du mortier, qui peuvent donc fournir un *terminus post-quem* vis-à-vis de la construction. Néanmoins, cette datation est adaptée uniquement si le matériel ajouté est contemporain de la construction (Tubbs & Kinder, 1990 ; Berger, 1992 ; Heinemeier *et al.*, 1997 ; Heinemeier *et al.*, 2010).

Il peut aussi arriver que les mortiers ne contiennent pas d'éléments organiques à dater. Dans ce cas-là, une deuxième solution possible est la datation de la carbonatation du mortier reconnue dans les années 1960 (Labeyrie & Delibrias, 1964). Il s'agit ici de l'analyse du carbonate de calcium formée par la prise de la chaux, c'est-à-dire par la réaction de l'hydroxyde de calcium avec le dioxyde de carbone atmosphérique (pour l'explication du phénomène par exemple Pesce & Ball, 2012). Etant donné que dans cette réaction le carbone se liant au calcium provient de l'atmosphère, le carbonate de calcium qui se forme reflète la concentration du radiocarbone dans l'atmosphère au moment du durcissement du mortier. Cela permet d'appliquer la datation par radiocarbone au mortier. Cependant, même si la méthode est simple en principe, sa mise en pratique souffre des nombreuses contraintes méthodologiques mises en évidence depuis les premiers essais dans les années 60 qui ne sont toujours pas toutes résolues.

Il existe un risque que le processus de carbonatation de la chaux, surtout dans la partie interne des maçonneries, ait été relativement lent (plusieurs décennies). La datation peut être aussi biaisée si des phénomènes de dissolution et de recarbonatation de la matrice du mortier liée à la circulation d'eau dans les maçonneries sont survenus dans le passé. Ces deux phénomènes, qui conduisent à un rajeunissement des âges du mortier, peuvent être évités par un échantillonnage attentif du mortier (Pesce & Ball,

I. CHAPITRE - Introduction à la problématique sur les mortiers archéologiques

2012). En revanche, le troisième phénomène perturbateur est très difficile à résoudre. Il s'agit du fait que la procédure de datation du mortier par radiocarbone est souvent compliquée par la séparation délicate du carbonate de calcium contenant le radiocarbone de la calcite géologique (sans radiocarbone) dont la présence dans le mortier peut être due à la calcination incomplète de la pierre calcaire servant à fabriquer la chaux, ou à l'ajout de fragments calcaires présents dans la charge sableuse. La contamination du carbonate de calcium contenant le radiocarbone par des sources fossiles externes risque de produire des âges surestimés.

Ce dernier problème a été largement discuté par de nombreux auteurs (Baxter & Walton, 1970 ; Folk & Walastro, 1976 ; Van Strydonck *et al.*, 1986 ; Pachiardi *et al.*, 1986, Nawrocka *et al.*, 2005 ; Lindroos *et al.*, 2007). Les mortiers qui contiennent très peu de charge calcaire montrent bien évidemment les meilleurs résultats. Différentes solutions basées sur la séparation mécanique ou chimique du liant et de l'agrégat calcaire ont été proposées dans le passé (Folk & Walastro, 1976 ; Nawrocka *et al.*, 2005 ; Lindroos *et al.*, 2007 ; Marzaioli *et al.*, 2011 ; Ortega *et al.*, 2012). Ces opérations préparatoires doivent être accompagnées par des études pétrographiques, des analyses de cathodoluminescence ou de spectrométrie infrarouge (Gliozzo & Memmi Turbanti, 2006 ; Lindroos *et al.*, 2007 ; Chu *et al.*, 2008, Heinemeier *et al.*, 2010) à la fois avant le début de la séparation pour caractériser le matériau et pour évaluer les risques potentiels pour la datation du mortier, et après la préparation pour vérifier l'efficacité des procédures séparatives employées. Néanmoins, il s'avère que même si la préparation minutieuse améliore considérablement les résultats de datation (Heinemeier *et al.*, 1997 ; Nawrocka *et al.*, 2005. ; Lindroos *et al.*, 2007 ; Heinemeier *et al.*, 2010 ; Marzaioli *et al.*, 2011 ; Ortega *et al.*, 2012) et diminue les risques d'une surestimation des âges, l'élimination absolue des sources externes du carbonate de calcium n'est pas possible.

Une solution alternative, plus récente, consiste à une datation des nodules de chaux se formant à cause d'un mélange imparfait avec la charge (Gallo *et al.*, 1998 ; Lindroos *et al.*, 2007 ; Pesce *et al.*, 2009 ; Pesce & Ball, 2012). Cette méthode permet d'éviter les problèmes de contamination par le carbonate du calcium géologique, mais elle est conditionnée par la présence des nodules de chaux dans le mortier (ce qui n'est pas toujours le cas), par l'identification expérimentée de ces nodules et par une phase d'échantillonnage très longue.

Tous les aspects mentionnés montrent que l'utilisation de la méthode de radiocarbone n'est pas toujours évidente et certaines difficultés persistantes ne rendent pas possible l'application universelle de cette méthode aux mortiers. La datation des mortiers par luminescence optiquement stimulée offre donc une alternative adaptée.

1.5.1. Datation des mortiers par luminescence optiquement stimulée

En théorie, les mortiers de chaux, constitués d'un mélange de chaux et de sable, peuvent être datés par luminescence optiquement stimulée (OSL), méthode qui permet de dater la dernière exposition des minéraux à la lumière. Dans le cas du mortier, cette méthode est appliquée aux grains de quartz contenus dans le granulat. Selon une hypothèse préalable, le granulat est exposé à la lumière pendant les opérations qui mènent à la préparation du mortier. Quelques secondes d'exposition en plein soleil suffisent à blanchir les grains de quartz, c'est-à-dire à remettre à zéro le « chronomètre ». Le mortier est ensuite posé dans la maçonnerie pour lier des matériaux de construction et caché de toute lumière. A partir de ce moment, moment de la construction d'un bâtiment, le mortier accumule la radioactivité environnante et peut ainsi servir de dosimètre naturel. La datation de la dernière exposition du mortier à la lumière par OSL va ici permettre de dater directement l'érection de la maçonnerie.

Le blanchiment du granulat sableux, composant primordial du mortier, peut arriver pendant toutes les étapes préparatoires du granulat telles que l'extraction dans la sablière, le transport vers le chantier, le mélange avec la chaux et l'eau ou enfin la pose dans la maçonnerie au moment de la construction. La fin du blanchiment est clairement définie par le recouvrement du mortier par des éléments de construction, des briques ou des pierres.

Le problème de la datation de mortiers par OSL révèle certaines caractéristiques typiques des sédiments fluviatiles telles qu'une variabilité microdosimétrique et un blanchiment insuffisant qui seront largement discutés plus tard. L'hétérogénéité microdosimétrique est un phénomène lié à la microstructure et à la composition du mortier et dépend de la répartition de certains minéraux radioactifs dans la matrice du mortier. Le mauvais blanchiment du mortier peut être causé par une exposition hétérogène des grains de sable à la lumière du jour. C'est-à-dire que certains grains ne sont pas exposés assez longtemps pour être bien blanchis, ils contiennent alors une dose résiduelle et donnent ainsi un signal plus important que celui qu'on attend pour la

I. CHAPITRE - Introduction à la problématique sur les mortiers archéologiques

datation. Cela peut être la conséquence de nombreux facteurs indépendants liés à la technique de préparation du mortier et à la quantité du mortier préparée. Afin de saisir tous ces phénomènes indésirables et de mieux comprendre le caractère du matériau, les grains de mortier dans ce travail seront analysés un par un, par une technique dite de monograin.

Au départ, la méthode de luminescence optiquement stimulée était destinée à la datation des sédiments paléolithiques. Le mortier archéologique, dont l'âge n'excède pas 2500 ans en Europe, représente dans ce contexte un matériau extrêmement jeune et implique ainsi des signaux de faible luminescence. Il est nécessaire de prendre en compte ces particularités et d'adapter la méthodologie d'OSL à la datation des mortiers afin d'assurer l'obtention de dates fiables.

I.5.2. Résumé des études effectuées sur le sujet

Etant donné que les applications principales d'OSL se focalisent sur des matériaux géologiques et archéologiques des périodes préhistoriques, les études concernant les mortiers sont peu nombreuses. Seulement quelques expérimentations isolées ont été entreprises entre les années 2003 et 2012 avant le début de cette thèse (Bøtter-Jensen *et al.*, 2000a; Goedicke, 2003; Zacharias *et al.*, 2002; Jain *et al.*, 2004; Gueli *et al.*, 2010 ; Goedicke, 2011).

Le fait que le degré de blanchiment du mortier est suffisant pour pouvoir être utilisé comme un dosimètre géologique a été reconnu pour la première fois en 2000 grâce aux travaux de Boetter-Jensen (Bøtter-Jensen *et al.*, 2000). Son étude a pour objectif une reconstruction des doses de radiation suite à des accidents dans des centrales nucléaires. Les premières tentatives de datation des mortiers, réalisées par Zacharias (Zacharias *et al.*, 2002), consistent en une analyse de quartz de granulométrie comprise entre 90 et 250 μm extrait des mortiers provenant de deux églises byzantines.

En 2003, Goedicke (Goedicke, 2003) présente les résultats de datation de 19 mortiers de monuments allemands du dernier millénaire. Ces essais portent d'une part sur l'établissement d'un modèle estimant la proportion de grains de quartz assez blanchis selon leurs tailles, le mode de préparation et le transport du mortier et d'autre part sur l'étude de la distribution des doses équivalentes par deux méthodes statistiques. Il obtient des distributions de doses archéologiques plus asymétriques pour les fractions plus grossières, proposant ainsi le meilleur degré de blanchiment pour des

grains d'un diamètre d'environ 300 μm . Néanmoins, il ne trouve pas de procédure universelle pour évaluer les distributions de doses archéologiques mesurées conduisant à l'obtention d'une dose archéologique attendue.

En 2011, Goedicke (Goedicke, 2011) effectue une procédure complète de datation par OSL sur une série de mortiers provenant de la ville romaine *Mogontiacum* (Mainz aujourd'hui) en Allemagne. Il trouve la procédure classique (technique SAR) peu satisfaisante pour la moitié des échantillons testés. En conclusion, Goedicke propose l'évaluation du degré de blanchiment et des propriétés du signal d'OSL afin d'estimer la databilité du mortier. Il souligne la nécessité d'aborder l'utilisation d'une technique de monograin pour des échantillons mal blanchis qui n'a pas pu être appliquée systématiquement dans son étude.

Une autre approche, présentée dans l'article de Gueli (Gueli *et al.*, 2010) en 2010, consiste en une analyse des fractions fines des mortiers du XII^e et du XV^e siècle. Gueli constate un bon accord entre les dates des mortiers datés par OSL et des briques datées par TL.

L'étude de Jain (Jain *et al.*, 2004) ne s'intéresse pas à des datations, mais à des propriétés des mortiers concernant le transfert thermique avertissant d'un risque potentiel de surestimer les doses archéologiques des mortiers jeunes pour des températures de préchauffe élevées. Il compare également les résultats de l'analyse de multigrain et de monograin obtenant de meilleurs résultats pour la technique de monograin. De la même façon que Goedicke, il soulève l'hypothèse que les granulométries plus grossières sont mieux blanchies.

I.5.3. Objectifs de cette thèse

Toutes les publications mentionnées ci-dessus indiquent le potentiel de dater des mortiers par OSL. En même temps, une méthode qui rendrait possible l'obtention d'un âge des mortiers archéologiques et permettrait d'accéder ainsi directement à l'édification de la maçonnerie serait grandement bienvenue pour tous les spécialistes s'intéressant à l'histoire de la construction du bâti. Ces deux aspects représentent la motivation principale pour commencer cette thèse.

L'objectif de ce travail est d'effectuer une étude méthodologique profonde qui teste un spectre large de mortiers provenant de différentes régions en essayant de vérifier la fiabilité de la méthode. Les échantillons étudiés proviennent d'édifices de

I. CHAPITRE - Introduction à la problématique sur les mortiers archéologiques

référence s'étendant de l'Antiquité gallo-romaine jusqu'à la fin du Moyen Âge qui sont bien calés chronologiquement par d'autres méthodes indépendantes (archéologique, historique, typo-chronologique, autres méthodes physiques...) et servent de base de comparaison avec les dates obtenues par OSL. Dans certains cas, la méthode est appliquée aussi aux quelques échantillons dont l'âge n'est pas connu.

A la différence des recherches précédentes de Zacharias (Zacharias *et al.*, 2002), Goedicke (Goedicke, 2003 et 2011) ou Gueli (Gueli *et al.*, 2010), toutes les expérimentations sont réalisées avec la technique du monograin en considérant l'analyse individuelle de chaque grain comme le seul moyen permettant d'obtenir des informations exactes sur la vraie nature du matériau étudié.

II. CHAPITRE

Datation des mortiers par luminescence optiquement stimulée (OSL)

- II.1 Prélèvement
- II.2 Principe de datation par luminescence
- II.3 Détermination de la dose annuelle
- II.4 Caractérisation du matériau étudié
- II.5 Mesure de la dose archéologique par OSL
- II.6 Dépouillement des données d'OSL
- II.7 Détermination de la dose archéologique

II.1. Prélèvement

La première étape de l'analyse nécessite l'échantillonnage sur le site archéologique. Pour définir les objectifs et assurer le succès de l'opération de datation, le choix de l'emplacement du prélèvement doit résulter d'un dialogue entre l'archéomètre, expert en datation, et l'archéologue ou l'historien de l'art, spécialiste et responsable du monument concerné. Dans le cas des mortiers, il s'agit surtout d'être certain que l'échantillon prélevé est contemporain de la construction de l'édifice ou de la structure architecturale soumise à investigation, c'est-à-dire qu'on se concentre sur les parties intouchées par des travaux de constructions postérieures et on évite les endroits restaurés ou remaniés. Nécessairement, la décision de prélever résulte d'une analyse archéologique avancée des maçonneries soumises à datation. Il est donc important qu'un expert en datation participe aux campagnes archéologiques, pour un choix judicieux des zones de prélèvement.



Figure II-1 : Prélèvement par le carottage



Figure II-2 : Prélèvement à l'aide du marteau et du burin



Figure II-3 : Prélèvement par le grattage sous la couverture

Étant donné qu'en datation par OSL le moment daté correspond au dernier éclaircissement du matériau, il faut éviter d'exposer l'échantillon à la lumière du jour pendant le prélèvement. Le choix de la méthode de prélèvement se fait en fonction de la dureté du mortier. Pour les mortiers gallo-romains que nous avons étudiés jusqu'ici et

qui sont suffisamment durs, l'échantillonnage peut être effectué par carottage avec lubrification à l'eau (Figure II-1). Les mortiers plus fragiles sont prélevés manuellement à l'aide d'un burin et d'un marteau (Figure II-2). Dans le cas des matériaux extrêmement friables, les prélèvements sont réalisés par grattage du mortier de l'intérieur du mur dans l'obscurité, par exemple sous une couverture imperméable à la lumière (Figure II-3).

II.2. Principe de datation par luminescence

II.2.1. Phénomène physique

La méthode de luminescence optiquement stimulée est basée sur l'existence de la radioactivité naturelle. Les radioéléments présents dans les matériaux étudiés, principalement le potassium, l'uranium et le thorium comportent des isotopes naturellement radioactifs qui vont donner lieu à des désintégrations spontanées en émettant des rayonnements ionisants et des particules énergétiques présentant différents pouvoirs de pénétration dans la matière.

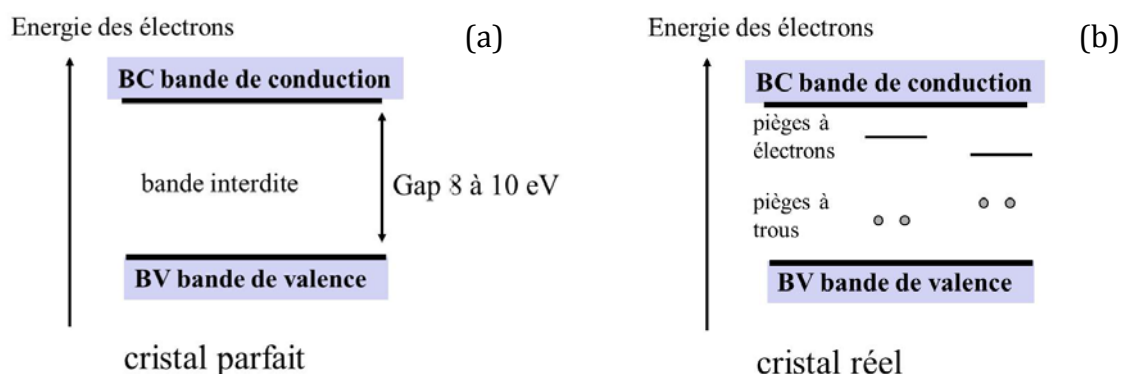


Figure II-4 : Représentation schématique des bandes d'énergie d'un cristal parfait (a) et réel (b)

L'interprétation physique du phénomène de luminescence est basée sur la « théorie des bandes » (Figure II-4). L'interaction du rayonnement ionisant avec la matière consiste à fournir aux électrons une quantité d'énergie suffisante pour conduire à l'ionisation des atomes. L'énergie cédée aux électrons permet leur transition de la bande de valence vers la bande de conduction. Dans un cristal idéal, c'est-à-dire sans défauts, ces électrons perdraient assez rapidement leur énergie d'excitation et reviendraient à l'état initial, dans la bande de valence. Néanmoins, dans un cristal réel les électrons seront temporairement emprisonnés par des défauts du cristal. Dans cette étude, l'intérêt est focalisé sur des défauts du cristal de quartz.

Défauts dans un cristal du quartz

La structure cristalline du quartz, constitué de silicium et d'oxygène, consiste en un réseau tridimensionnel de tétraèdres SiO_4 . Il peut présenter plusieurs types de défauts (Figure II-5). Les imperfections responsables de l'existence de la luminescence sont des défauts de type ponctuel qu'on divise dans deux groupes : des défauts intrinsèques correspondant aux changements d'arrangement dans le cadre de réseau cristallin et des défauts extrinsèques liés à la présence d'impuretés extérieures.

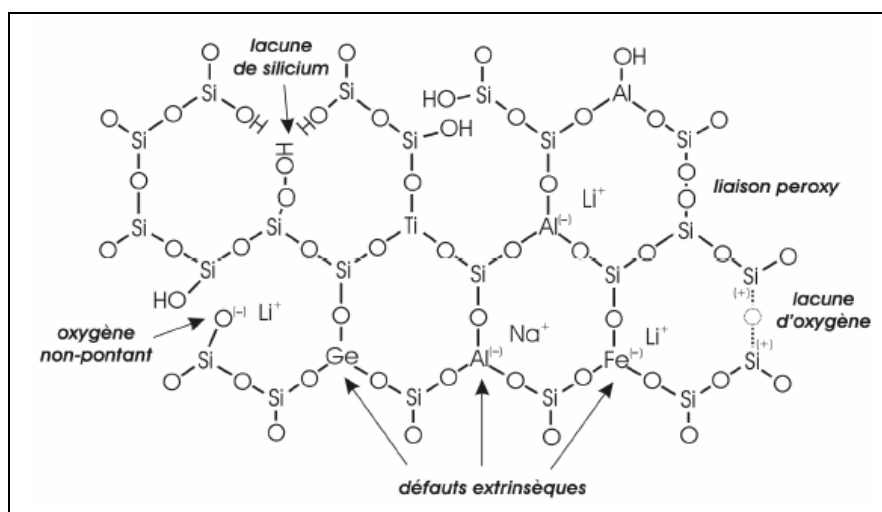


Figure II-5 : Représentation schématique des principaux défauts ponctuels du quartz (d'après Götze *et al.*, 2001, cité par Duttine, 2005)

Les défauts intrinsèques correspondent à des lacunes atomiques dans le réseau cristallin (lacune d'oxygène ou de silicium), à une présence d'atome en position interstitielle (par exemple la présence des atomes qui s'insèrent dans les espaces vides du cristal ou la présence d'un oxygène supplémentaire conduisant à la formation d'une liaison peroxyde) ou à un déplacement d'un atome du squelette cristallin vers une position interstitielle. Ce dernier type de défaut est dû à la rupture d'une liaison Si-O sous l'action de rayonnements ionisants ou lors d'une élévation importante de la température.

Les défauts extrinsèques sont associés à la présence d'impuretés en substitution ou en position interstitielle. Les substitutions d'atomes sans modification du réseau cristallin doivent satisfaire une condition de la compensation des charges électriques. Lors de la formation du quartz, le silicium (Si^{4+}) peut être remplacé par des ions de

II. CHAPITRE - Datation des mortiers par luminescence optiquement stimulée (OSL)

même charge formelle tels que le germanium (Ge^{4+}) et le titane (Ti^{4+}) pour former les défauts notés respectivement $[\text{GeO}_4]^0$ et $[\text{TiO}_4]^0$, mais aussi par l'aluminium (Al^{3+}) ou le fer (Fe^{3+}). L'insertion de ces deux dernières impuretés dans le réseau à la place du silicium nécessite la présence d'un ion monovalent (M^+) en position interstitielle pour assurer la neutralité électrique ; les défauts correspondants sont notés $[\text{AlO}_4/\text{M}^+]^0$ et $[\text{FeO}_4/\text{M}^+]^0$, où M^+ peut être H^+ , Na^+ , Li^+ ou exceptionnellement K^+ . Le silicium peut être également remplacé par quatre ions H^+ ce qui conduit à une création de défaut « hydrogarnet », noté $[\text{H}_4\text{O}_4]^0$.

Le concept de « centres-pièges »

L'irradiation d'un cristal par le rayonnement ionisant qui conduit aux transitions d'électrons de la bande de valence vers la bande de conduction, comme décrit ci-dessus, entraîne des nombreuses modifications au niveau des défauts ponctuels. Le défaut qui a la capacité de capturer, mais aussi relâcher le porteur de charge représente un « centre-piège ». On distingue deux groupes de centres-pièges (Figure II-6) : des centres donneurs capables de fournir un électron et des centres accepteurs d'électrons contenant un « trou », une lacune d'électron. Le défaut où les porteurs de charge de signe opposée peuvent être capturés, est nommé un « centre de recombinaison ».

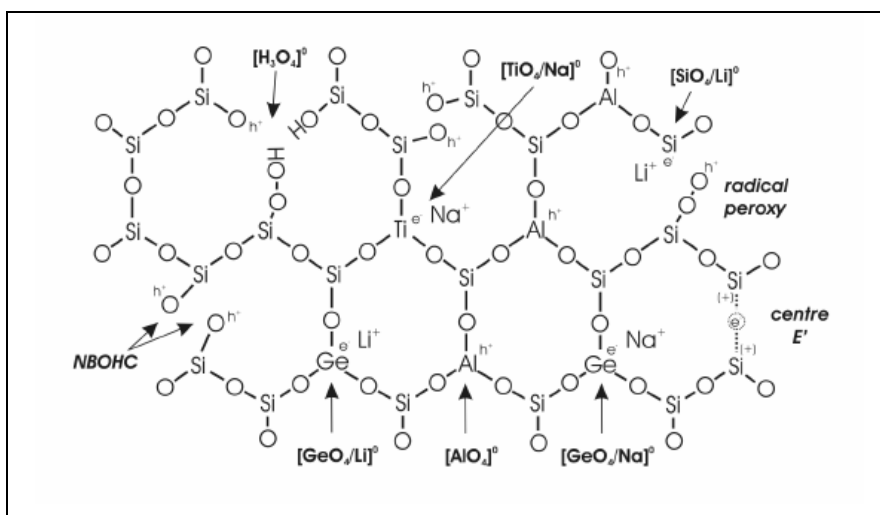


Figure II-6 : Représentation schématique des centres à électron (e^-) et à trou (h^+) créés après irradiation du quartz à température ambiante (Duttine, 2005)

La nature des centres-pièges a un rapport avec le caractère des défauts de cristal du quartz. Les centres accepteurs sont associés aux trois types de défauts cristallins. Le centre à électron noté $[\text{SiO}_3]^+$ correspond à une lacune d'oxygène. L'électron peut aussi être capturé au niveau du silicium ce qui conduit à la formation du centre noté $[\text{SiO}_4/\text{Li}^+]^0$ où le lithium est placé en position interstitielle et fonctionne en tant qu'un compensateur de charge. De même principe, les atomes en substitution du silicium, Ge^{4+} et Ti^{4+} , peuvent également capturer un électron. L'excès de charge est ici compensé par la présence d'un ion monovalent M^+ (Li^+ , Na^+ ou H^+) en position interstitielle.

Les centres donneurs, ou centres à trou, sont liés aux quatre types de défauts de cristal. Le centre peroxy, noté $[\text{SiO}_5]^-$ est créé à partir du défaut intrinsèque, qui constitue la liaison peroxyde, par rupture d'une liaison Si-O lorsque le quartz est chauffé à haute température (plus de 600°C). Le centre NBOHC noté $[\text{SiO}_4]^+$ peut se former à partir d'un défaut de type Si-OH ou à partir de la liaison peroxyde par rupture de la liaison O-O. Le centre aluminium, noté $[\text{AlO}_4]^0$ ou $[\text{AlO}_4/\text{h}^+]^0$ a pour précurseurs les défauts de type $[\text{AlO}_4/\text{M}^+]^0$, où $\text{M}^+ = \text{Li}^+$, Na^+ ou H^+ . Le centre $[\text{H}_4\text{O}_4]^+$ ou $[\text{H}_3\text{O}_4]^0$, associé avec quatre ou trois protons, se forme au lieu d'une lacune de silicium.

Le processus de capture d'électrons par les centres-pièges est cumulatif; le nombre d'électrons capturés est proportionnel à la durée d'exposition de la matière au rayonnement ionisant.

Phénomène de luminescence

La quantité d'énergie nécessaire pour libérer les électrons et les trous piégés (énergie d'activation) dépend de la nature des centres-pièges concernés. La probabilité d'éviction de l'électron $[\lambda, \text{exprimé en } \text{s}^{-1}]$ est décrite par une équation suivante :

$$\lambda = s \exp(-E/kT) \quad (\text{Équation 1})$$

où s [$\text{en } \text{s}^{-1}$] correspond au facteur de fréquence de piège donné, E à l'énergie d'activation [en J] exprimant la différence d'énergie entre la bande de conduction et le niveau du piège, k à la constante de Boltzmann [$k = 1.38 \times 10^{-23} \text{ J.K}^{-1}$] et T à la température [en K]. Pour un piège donné, plus la différence d'énergie qui sépare une bande de conduction et le piège est grande, plus la probabilité que l'électron effectuera une transition est faible.

Une situation qui permet aux électrons d'acquérir suffisamment d'énergie pour quitter le piège et parvenir à la bande de conduction est une excitation optique ou

II. CHAPITRE - Datation des mortiers par luminescence optiquement stimulée (OSL)

thermique. Par conséquent, les électrons et les trous, remis en mouvement dans le cristal, peuvent être à nouveau capturés par d'autres centres-pièges ou se recombiner avec des trous piégés au niveau de centres de recombinaison. Si la recombinaison s'est déroulée dans un centre dit « luminescent », l'énergie libérée par l'électron descendant du niveau d'énergie supérieure au niveau d'énergie plus bas se traduit par une émission de lumière : la luminescence.

Bien que ce modèle simple décrivant un piège et un centre de recombinaison permet de comprendre les aspects principaux de la production de luminescence, la réalité du matériau semble beaucoup plus complexe. Le phénomène de luminescence du quartz, avec une bande d'émission caractéristique à 380 nm dans la région ultraviolet, est un résultat d'une réponse complexe à l'irradiation, l'éclairement et la chauffe. Certains auteurs ont élaboré des modèles décrivant des phénomènes de compétition entre pièges à l'origine de comportements observés en TL et OSL (Mc Keever & Chen, 1997). Le modèle le plus récemment proposé par Bailey (Bailey, 2001) comporte cinq pièges et quatre centres de recombinaison pour expliquer l'ensemble des phénomènes-types observés en TL et OSL.

II.2.2. Datation par luminescence optiquement stimulée (OSL)

La méthode de luminescence optiquement stimulée (OSL) est donc basée sur la capacité des défauts dans les minéraux à stocker l'énergie provenant de leur environnement radioactif et à la possibilité de libérer cette énergie suite à une excitation optique. L'événement daté correspond au moment où le matériau peut piéger des électrons, donc lorsque l'exposition à la lumière cesse ou lorsque le matériau s'est suffisamment refroidi.

Etant donné que le processus de capture d'électrons par les centres-pièges est cumulatif, le nombre d'électrons capturés est proportionnel à la durée d'exposition de la matière au rayonnement ionisant. Les minéraux prennent un rôle de dosimètres naturels. Au moment de datation, suite à une stimulation optique (correspondant à l'apport d'une énergie d'activation optique), une partie d'électrons capturés dans les défauts de cristal, se libèrent pour se recombiner aux centres « luminescents ». Des pièges du cristal sont progressivement vidés. La recombinaison d'un ensemble d'électrons provenant de pièges sensibles à une stimulation optique conduit à une apparition de luminescence, mesurée au laboratoire au moment de la datation. La

luminescence émise par le matériau est sensiblement proportionnelle à la dose d'irradiation qu'il a reçue depuis l'événement daté. En terminologie d'OSL, cette dose est appelée « la dose archéologique » ou « la paléodose ».

Le débit de dose de radiation reçu par le cristal est considéré constant dans le temps. Il est décrit par le paramètre dit « dose annuelle ». L'âge de l'échantillon [T , exprimé en année] peut donc être calculé selon l'équation suivante :

$$T = Q/A \quad (\text{Équation 2})$$

où Q [exprimée en gray : Gy ; 1 Gy = 1 J.kg⁻¹] correspond à la dose archéologique (la dose totale accumulée par l'échantillon), A [gray par an : Gy/a] à la valeur de la dose annuelle (la dose accumulée par l'échantillon chaque année). La détermination de chacun de ces deux paramètres suit des procédures spécifiques qui seront décrites dans les prochains chapitres.

II.3. Détermination de la dose annuelle

II.3.1. Nature et origine du rayonnement ionisant

L'impact du rayonnement ionisant sur la matière est dépendant des caractéristiques de la source émettant et aussi des propriétés de la matière qu'il traverse. On distingue principalement quatre types de rayonnement ionisant de différents pouvoirs de pénétration dans la matière, matière représentant ici la matrice minérale d'un échantillon archéologique.

Les particules alpha, des noyaux d'hélium, positivement chargés, sont composés des deux protons et deux neutrons. La plupart des particules alpha émises par les séries de l'uranium et du thorium possèdent une énergie relativement élevée, comprise entre 3 et 8.8 MeV (pour ^{212}Pb , élément de la série du ^{232}Th). Comme il s'agit de particules relativement lourdes ($6,644656 \times 10^{-27}$ kg/particule), la vitesse dont ils traversent la matière est la plus basse des tous les types de radiations courantes. Les particules alpha perdent leur énergie assez rapidement et leur trajectoire est dans la plupart des cas rectiligne (la probabilité de rétrodiffusion Rutherford étant relativement négligeable). Le dépôt d'énergie provenant de particules alpha se produit donc sur une très courte distance. Ils peuvent pénétrer jusqu'à environ 20 μm autour du noyau émetteur (jusqu'à 50 μm pour les particules les plus énergétiques). Le parcours des particules beta, électrons relativistes, étant 8000 fois plus légères que les particules alpha, peut aller approximativement jusqu'à 2 mm de profondeur dans la matière. Les effets provoqués par les particules beta seront donc visibles sur des distances plus importantes que ceux suscités par les particules alpha. De plus, les électrons sont très facilement déviés lors de leur ralentissement dans la matière et l'irradiation se produit plutôt en volume que selon une trajectoire rectiligne.

Les rayonnements gamma, photons très énergétiques avec des longueurs d'ondes inférieures à 10^{-11} m et une énergie allant de quelques keV à plusieurs MeV (pour ceux issus des séries radioactives naturelles) sont capables de pénétrer dans les matériaux sur les distances de plusieurs dizaines de centimètres pour ce qui correspond aux gamma les plus énergétiques des séries naturelles (env. 3MeV). Il s'agit de rayonnement plus pénétrant que les rayonnements alpha et les bêta.

Le rayonnement cosmique est une composante non négligeable des radiations ionisantes naturelles. Il a pour origine les réactions nucléaires stellaires ou les particules émises dans l'univers qui se trouvent accélérées par divers processus astrophysiques. L'interaction de ces particules de haute énergie avec l'atmosphère produit des muons qui forment la composante essentielle du rayonnement cosmique au niveau du sol, et traversent entièrement le matériau. Le débit de dose cosmique dépend de la profondeur d'enfouissement, de l'altitude et de la latitude (Prescott & Hutton, 1994). La présence d'obstacles, notamment en raison de maçonneries qui font écran au rayonnement cosmique rend cette composante assez variable selon la position de l'échantillon.

Les éléments émettant des rayonnements ionisants qui participent à l'irradiation des minéraux dans le matériau archéologique et qui ainsi contribuent indirectement à la luminescence naturelle mesurée en OSL sont les radio-isotopes caractérisés par une très longue demi-vie : un isotope actif du potassium-40 (abondance isotopique de 0.0117 % dans la nature), qui émet des rayonnements beta et gamma, et les chaînes de désintégration de l'uranium-238 (99.29 %), de l'uranium-235 (0.71 %) et du thorium-232 (100 %) émettant des rayonnements beta et gamma ainsi que des particules alpha. Le rubidium-87, qui produit des particules beta, participe aussi minoritairement à ce processus. La composante cosmique, bien que minoritaire pour les matériaux qui nous intéressent ici n'est en aucun cas négligeable.

II.3.2. Système radioactif : échantillon archéologique

Un échantillon archéologique est exposé à une radiation provenant des radio-isotopes naturels qui sont présents dans l'échantillon lui-même et aussi dans son environnement. Les effets radioactifs qui proviennent des radioéléments présents dans l'échantillon lui-même auront lieu aux différents niveaux en fonction de leur localisation. Les rayonnements provenant des radio-isotopes de l'extérieur de l'échantillon atteignent des différentes profondeurs en fonction de leur nature et donc de leur pouvoir de pénétration.

On définit un système radioactif (Figure II-7) par rapport aux minéraux analysés en OSL (facteurs internes et externes aux grains et à l'échantillon) de façon suivante :

$$I_{\text{tot}} = I_{\text{int}} + I_{\text{éch}} + I_{\text{env}} \quad (\text{Équation 3})$$

II. CHAPITRE - Datation des mortiers par luminescence optiquement stimulée (OSL)

où I_{int} correspond à la radioactivité interne aux grains analysés en OSL, $I_{\text{éch}}$ à la radioactivité propre à l'échantillon et I_{env} à la radioactivité de l'environnement dans lequel l'échantillon se trouvait. L'équation ci-dessus peut être développée en formulation plus détaillée :

$$I_{\text{tot}} = I_{\text{int}} + (kI_{\alpha} + I_{\beta} + I_{\gamma})_{\text{éch}} + (kI_{\alpha} + I_{\beta} + I_{\gamma} + I_{\text{cosm}})_{\text{env}} \quad (\text{Équation 4})$$

où les différents types de radiation sont précisés. Les photons gamma, comme mentionné précédemment, peuvent pénétrer à travers le matériau étudié. La composante gamma issue de l'échantillon dépend de ses dimensions et de sa radioactivité (Guibert *et al.*, 1998). Dans notre cas, l'échantillon représente le fragment de mortier échantillonné par carottage ou par extraction manuelle. Cependant, il n'est pas nécessaire de les distinguer et de les mesurer ou les déterminer séparément car la contribution gamma de l'échantillon (I_{γ})_{éch} et celle de l'environnement (I_{γ})_{env} sont intégrées directement par la mesure dosimétrique en raison du fait que le tube dosimètre est placé dans le trou de carottage (soit I_{γ} la mesure de la dose annuelle gamma globale).

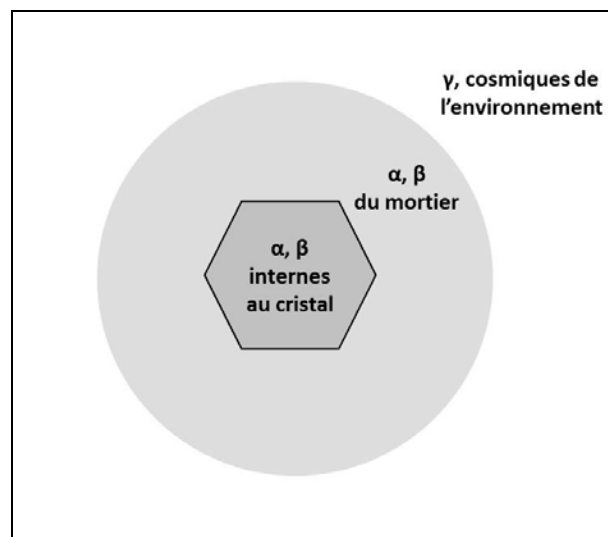


Figure II-7 : Description des différentes sources contribuant à l'irradiation du cristal

Comme mentionné ci-dessus, le parcours des particules alpha dans la matrice minérale ne dépasse pas 20 μm , et le pouvoir de pénétration de particules beta s'approche de 2 millimètres. Etant donné que la couche de 2-3 mm de la surface des

échantillons étudiés (parcours maximal des particules beta) a été enlevé pendant la préparation, les contributions alpha (kI_{α})_{env} et beta (I_{β})_{env} de l'environnement peuvent être éliminées. En prenant en compte ces aspects, l'équation ci-dessus se réduit à la formulation suivante :

$$I_{\text{tot}} = I_{\text{int}} + kI_{\alpha \text{ éch}} + I_{\beta \text{ éch}} + I_{\gamma} + I_{\text{cosm}} \quad (\text{Équation 5})$$

Cette équation résume des différentes contributions qui seront prise en compte pour estimer le débit de dose annuel reçu par l'échantillon étudié. Pour les granulométries grossières, les contributions beta et gamma sont prédominantes et leur estimation particulièrement importante pour l'évaluation de la dose annuelle. La détermination de chacun de ces paramètres est décrite séparément ci-après.

II.3.3. Détermination des différentes contributions à la dose annuelle

La radioactivité du matériau peut être estimée par différentes méthodes. Leur principe repose sur la mesure des concentrations ou des activités des radionuclides contenus dans le matériau analysé. Il s'agit de méthodes analytiques très sensibles utilisées pour déterminer des éléments traces dans l'ordre des grandeurs de ppm tels que la spectrométrie de masse à plasma couplée par induction (ICP-MS) ou la spectrométrie gamma à bas bruit de fond qui permet en plus de déterminer l'état de déséquilibre des séries de l'uranium. Les données radiochimiques acquises sont ensuite converties en doses annuelles d'irradiation par l'application de coefficients de correspondance teneur/dose annuelle (Guérin *et al.*, 2011). Les effets d'atténuation d'irradiations alpha et beta par le grain sphérique sont évalués en appliquant les facteurs d'atténuation en fonction de la granulométrie utilisée selon Mejdahl (Mejdahl, 1979) et Brennan (Brennan *et al.*, 1991).

II.3.3.1. Contribution interne des grains

La contribution interne aux grains (I_{int}) de quartz, est souvent considérée comme nulle puisque ces minéraux sont supposés ne pas contenir de radioéléments. Néanmoins, au cours des dernières années plusieurs expériences au sein du laboratoire de Bordeaux et ailleurs (Guibert *et al.*, 2009 ; Burbidge *et al.*, 2009) ont montré que cette hypothèse n'est pas toujours vraie. Plus particulièrement, quand la radioactivité externe aux grains est plutôt faible (comme les mortiers), il est plus prudent d'évaluer

II. CHAPITRE - Datation des mortiers par luminescence optiquement stimulée (OSL)

cette contribution pour éviter les imprécisions dans la détermination de la dose annuelle.

Spectrométrie de masse à plasma couplée par induction (ICP-MS)

La contribution interne aux grains (I_{int}) a été évaluée par ICP-MS. Les analyses ont été effectuées systématiquement sur les granulométries étudiées par OSL. La présence des radioéléments à l'intérieur des grains analysés par ICP-MS a été, en général, très faible.

II.3.3.2. Irradiations alpha et beta de l'échantillon

Spectrométrie gamma à bas bruit de fond

Les contributions alpha ($kI_{\alpha \text{ éch}}$) et beta ($I_{\beta \text{ éch}}$) de l'échantillon ont été mesurées par la spectrométrie gamma à bas bruit de fond. Pour cela, environ 10 grammes du cœur de l'échantillon broyé ont été prélevés et broyés plus finement. Les minéraux de plus de 2 millimètres de diamètre ont été enlevés avant l'homogénéisation de l'échantillon en poudre fine. Ces minéraux composés essentiellement de graviers et sables grossiers de quartz avaient des dimensions plus grandes que le pouvoir de pénétration des particules beta. Leur élimination devrait permettre d'éviter les biais potentiels dans la détermination du débit de dose beta provenant de la matrice et entourant les grains de quartz mesurés par OSL. La poudre homogénéisée a été conditionnée dans des tubes en polyéthylène (16 mm de diamètre externe, 12 mm de diamètre interne, 55 mm de hauteur) et les tubes ont été hermétiquement fermés. Afin d'atteindre l'équilibre entre le radium-226 et le radon-222, les conteneurs ont été stockés pendant quatre semaines avant d'être mesurés.

Le spectromètre gamma utilisé est constitué d'un détecteur germanium puits d'un volume actif de 200 cm³, de 17 mm de diamètre et 50 mm de profondeur (Eurisys Mesures, EGPC 200 P17). Il se trouve au centre d'une structure plombée isolante qui le protège de la radioactivité extérieure. Le dispositif est refroidi à l'azote liquide. La durée de comptage varie de 3 à 7 jours en fonction de l'activité de l'échantillon. Le spectre issu de la mesure s'étend entre 40 keV (²¹⁰Pb à 46.7 keV) et 2700 keV (²⁰⁸Tl à 2614.5 keV). Dans le spectre, les émissions aux énergies spécifiques pour chaque radioélément se

présentent en forme de raies dont l'intensité est proportionnelle au nombre des photons émis ou bien à l'activité de l'isotope émetteur.

La teneur en potassium a été déduite du pic gamma à 1460.8 keV. Pour les séries de l'uranium et du thorium où plusieurs pics contribuent à la détermination des teneurs, les activités apparentes des têtes de chaîne (l'uranium-238 et le thorium-232) ont été obtenues en calculant la moyenne pondérée des valeurs des activités individuelles de leurs descendants. La teneur en thorium a été évaluée en faisant la moyenne des activités déduites des pics individuels de ^{228}Ac , ^{212}Pb , ^{208}Tl puis en la convertissant en concentration massique. Dans les séries de l'uranium, on distingue : la tête de chaîne de la série dont la teneur en uranium correspondant est noté $\text{U}(^{238}\text{U})$, donnée par les émissions de ^{234}Th , $^{234\text{m}}\text{Pa}$ et ^{235}U , les descendants immédiats de ^{226}Ra dont la teneur équivalente de l'uranium est notée $\text{U}(^{226}\text{Ra})$ donnée par ^{214}Pb and ^{214}Bi (supposant l'équilibre entre ^{222}Rn and ^{226}Ra dans les conditions standards du laboratoire) ; et la concentration équivalente de l'uranium notée $\text{U}(^{210}\text{Pb})$ donné par ^{210}Pb . Les informations sur la calibration de l'appareil peuvent être retrouvées dans l'annexe 2.

Le coefficient d'efficacité alpha

A cause du grand pouvoir ionisant des particules alpha à courte distance (environ 20 μm), les « pièges » deviennent vite saturés et l'énergie provenant de ces particules ne peut pas être entièrement déposé dans la matrice. Une grande proportion de l'énergie de ces particules est donc perdue. Cela implique que la capacité des particules alpha d'initier la luminescence est moins importante que celles des particules beta et photons gamma. Cette efficacité s'exprime par le facteur d'efficacité alpha (*k-value*) utilisé dans le calcul de la contribution alpha ($kl_{\alpha \text{ éch}}$).

Dans la procédure de routine d'OSL, la contribution alpha de l'échantillon ne doit pas être prise en compte pour les granulométries plus grossières en raison de la dissolution de 20 μm de la couche externe des grains par une attaque à l'acide fluorhydrique. Cependant, au vu de la dépendance de vitesse de cette réaction aux axes cristallographiques et de la présence des défauts dans les cristaux de quartz, l'épaisseur de la couche dissoute par l'acide fluorhydrique n'est pas forcément régulière. Cela peut produire des irrégularités sur la surface des grains (Assoud *et al.*, 2007). Par ailleurs, afin de dissoudre les feldspaths, un mélange d'acides hexafluorosilicique et nitrique concentré dans un rapport de neuf à un a été employé au lieu de l'attaque habituelle par

II. CHAPITRE - Datation des mortiers par luminescence optiquement stimulée (OSL)

l'acide fluorhydrique. Pour cette raison, la contribution alpha a dû être prise en compte. Etant donné que le coefficient d'efficacité alpha n'a pas été mesuré, une valeur standard de « k » standard (égale à 0.05 ± 0.02 ; Blain *et al.*, 2007; Guibert *et al.*, 2009) a été utilisée dans ce travail. Selon les résultats d'ICP-MS, les teneurs en radioéléments à l'intérieur des grains sont, en général, relativement faibles et n'affectent que mineure la valeur calculée de la dose annuelle totale.

Répartition des radioéléments dans l'échantillon

La détermination « classique » de la dose annuelle résulte de l'application des doses spécifiques annuelles à une mesure physique macroscopique des concentrations en différents radioéléments. Cette mesure physique est équivalente à une moyenne arithmétique de la radioactivité de différents éléments de volume qui décrivent l'échantillon mesuré. Cette approche est donc basée sur une hypothèse que le débit de dose est uniforme et constant. En réalité, la répartition des radioéléments dans la matrice de l'échantillon n'est jamais complètement homogène d'où résultent des variations microdosimétriques de débit de dose à l'échelle du grain. Ces variations peuvent être plus ou moins importantes en fonction de la composition chimique et de la microstructure de l'échantillon daté.

Pour des échantillons relativement homogènes, une utilisation de la dose annuelle moyenne peut être acceptable, tandis que dans nombreux cas, une application de cette hypothèse peut conduire à des imprécisions importantes dans le calcul d'âge. La difficulté principale est liée au fait que les effets microdosimétriques ne peuvent pas être quantifiés par la mesure physique (on n'est pas capable de déterminer la dose annuelle pour chaque grain dans son environnement local). Au cours de ces dernières années, les chercheurs essaient de mieux comprendre et d'étudier ces phénomènes à l'aide des simulations numériques (Nathan *et al.*, 2003 ; Mayya *et al.*, 2006, Cunningham *et al.*, 2012, Guérin *et al.*, 2015 ; Martin *et al.*, 2015).

Compte tenu de la dimension de la partie de l'échantillon de laquelle on extrait des grains à analyser, nous supposons que la dose annuelle gamma et cosmique est constante d'un grain à l'autre. En revanche, nous considérons que la variabilité microdosimétrique à l'échelle de grain provient principalement de l'hétérogénéité des irradiations beta. Au niveau expérimental, la répartition des radioéléments dans des échantillons peut être évaluée par une approche visuelle ou par des mesures

analytiques. L'approche visuelle comprend surtout une observation pétrographique des lames minces permettant d'évaluer la répartition et le caractère des minéraux riches en potassium (micas, feldspaths...) ou d'autres minéraux riches en uranium et en thorium (zircon, apatite, monazite). Les mesures analytiques peuvent être de nature différente. Une possibilité est d'évaluer qualitativement la distribution des émissions beta dans l'échantillon par autoradiographie beta (Ruffer & Preusser, 2009) ou des émissions alpha par des détecteurs de traces nucléaires à état solide (SSNTD ; Sanzelle *et al.*, 1986 ; Wagner *et al.*, 2005 ; Grainger, 2009). Elles peuvent aussi consister en une détermination quantitative de la distribution du potassium dans l'échantillon par microscopie électronique à balayage couplé avec un détecteur des rayons X (MEB-EDX), ou de l'ensemble des isotopes radioactifs (du potassium, de l'uranium et du thorium) par spectrométrie de masse à plasma couplée par induction (ICP-MS). L'utilisation de certaines de ces approches, leurs avantages et inconvénients seront discutés dans le chapitre conclusif (paragraphe VIII.2).

Le rôle de l'humidité

L'eau contenue dans la matrice a la capacité d'absorber une partie du rayonnement ionisant reçu par l'échantillon. A cause de l'humidité, les grains concernés vont donc être moins irradiés que dans le cas d'un échantillon sec. La teneur en eau est donc un facteur qu'il faut prendre en compte pour la détermination de la dose annuelle afin d'éviter une sous-estimation de l'âge. Ce paramètre dépend de la porosité de l'échantillon et des conditions climatiques, c'est-à-dire de l'humidité de l'environnement. Etant donné que les prélèvements de la majorité des mortiers ont été effectués avec une carotteuse lubrifiée à l'eau, l'humidité initiale des échantillons est inconnue car elle a été faussée par l'échantillonnage. Une estimation de la teneur en eau a été faite de la façon suivante. Un morceau de mortier compact, pesant entre 30-60 g en fonction de la quantité d'échantillon disponible, est plongé dans l'eau pendant trois semaines, le temps dans lequel il devient entièrement saturé. Ensuite, l'échantillon est sorti de l'eau, pesé, séché et repesé à l'état sec. La valeur de saturation en eau pour chaque échantillon peut être calculée à partir de la différence des poids entre l'état sec et l'état saturé. Le pourcentage de la saturation de l'échantillon prise en compte pour la détermination de la dose annuelle est estimé en fonction de la situation de l'échantillon dans la structure du monument et des conditions sur le site. Etant donné qu'il s'agit d'une grande

II. CHAPITRE - Datation des mortiers par luminescence optiquement stimulée (OSL)

approximation, l'incertitude relative prise en compte dépend de la situation de l'échantillon dans la structure et elle est de l'ordre de 50 % de la teneur en eau estimée.

Déséquilibre dans les séries de l'uranium

L'équilibre radioactif est atteint lorsque tous les descendants des chaînes radioactives ont la même activité que l'isotope parent, de plus longue période. Un phénomène de déséquilibre se produit au moment d'une fuite (par exemple une migration de gazeux radon) ou au contraire d'une addition d'un des descendants par un processus géochimique. Cela produit des variations significatives de radioactivité de l'environnement dans le passé qui doivent être prises en compte dans le calcul de la dose annuelle puisque un tel déséquilibre engendrerait des biais importants dans la détermination de l'âge de l'échantillon s'il n'était pas mesuré.

Trois teneurs, $U^{(238U)}$, $U^{(226Ra)}$ et $U^{(210Pb)}$, se trouvant aux différents niveaux de la série de l'uranium sont habituellement comparées afin de caractériser l'état de l'équilibre radioactif (Guibert *et al.*, 2009b). Les processus provoquant un déséquilibre ont un rapport avec la mobilité chimique des radioéléments et sont donc étroitement liés à la circulation de l'eau dans l'échantillon, ou bien dans le déséquilibre hérité des matériaux d'origine. Tandis que le thorium est un élément plutôt immobile, l'uranium et le radium peuvent circuler à travers la matière. L'uranium est soluble surtout dans un état d'oxydation +VI sous des conditions oxydantes, et beaucoup moins soluble et moins mobile avec un nombre d'oxydation IV. Le radium peut être transporté ou adsorbé par les matériaux argileux ou cristallisé dans la matrice de calcite. Afin de bien estimer la valeur de la dose annuelle, il est donc important d'évaluer l'existence d'un déséquilibre éventuel et son degré.

II.3.3.3. Contribution de l'environnement : irradiation gamma et cosmique

Dosimétrie

La somme des contributions gamma et cosmique a été déterminé par dosimétrie *in situ*. Des dosimètres sont composés de trois pastilles d'alumine, matériau luminescent extrêmement sensible aux irradiations, insérées dans un tube métallique. L'épaisseur du tube est de 2 millimètres pour s'assurer que seuls les rayonnements gamma et cosmique pénétreront vers les pastilles.

II.3 - Détermination de la dose annuelle

Les dosimètres sont posés « *in situ* » dans les trous laissés par les prélèvements et restent au même endroit au moins six mois. Ensuite, une fois les dosimètres récupérés, la radioactivité accumulée par les pastilles est mesurée au laboratoire par le lecteur de luminescence suivant les protocoles similaires à la détermination de la dose archéologique.

II.4. Caractérisation du matériau étudié

II.4.1. Microscopie en lumière polarisée

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

Le microscope polarisant exploite l'interaction de la lumière polarisée avec des minéraux anisotropes présentant ainsi une biréfringence. Lorsqu'un rayon lumineux pénètre dans un cristal, il se divise en deux rayons de polarisation différente. En passant par l'analyseur, les deux rayons se recombinent et un décalage de phase entre eux se manifeste par une apparition des couleurs interférentielles. L'observation en lumière polarisée analysée (LPA) sert donc à distinguer entre les minéraux anisotropes et isotropes et à identifier des minéraux selon leurs couleurs interférentielles caractéristiques. L'observation en lumière polarisée non-analysée (LPNA) permet de décrire la couleur, le pléochroïsme, le relief et la forme de minéraux, qui sont autant de critères d'identification.

II.4.2. Microscopie électronique à balayage (MEB)

Le microscope électronique à balayage équipé d'un détecteur de rayons X à dispersion d'énergie a été utilisé pour deux types de mesure : les analyses des poudres et la cartographie des lames épaisses. Le principe du microscope électronique consiste à l'interaction d'un faisceau d'électrons mobile avec un échantillon. Les électrons provenant de la source, un filament de tungstène chauffé, sont accélérés par une tension réglable et focalisés sur un échantillon par une série de lentilles électromagnétiques. L'incidence des électrons sur l'échantillon provoque, parmi d'autres types d'interactions, l'émission d'électrons secondaires et d'électrons rétrodiffusés. Pour ces derniers la probabilité de rétrodiffusion est d'autant plus importante que le numéro atomique de l'atome rencontré est élevé. Les différences de l'énergie d'électrons émis en fonction de l'endroit d'interaction sur un échantillon analysé se traduisent aux différentes teintes de gris dans l'image électronique du microscope. L'interaction de la matière avec le faisceau

d'électrons conduit aussi à une ionisation de l'atome, qui peut se désexciter par émission de rayons X. Les émissions des rayons X sont caractéristiques de chaque élément et servent ainsi à une identification de composition chimique par le détecteur de rayons X.

L'instrument utilisé est de type JEOL 6460 LV SEM équipé par un système « Low Vacuum » permettant d'effectuer des analyses sans traitement de surface spécifique (revêtement) d'échantillons étudiés. Le microscope est couplé avec un détecteur de rayons X à dispersion d'énergie composé d'un semi-conducteur de type SDD (spectromètre Oxford INCA 30). Des analyses ont été réalisées en mode « Low Vacuum » (LV : 20 kV, pression : 25 Pa).

Une analyse des poudres provenant de broyage d'échantillons des mortiers a servi à déterminer leur composition élémentaire qui est importante non seulement pour une caractérisation plus détaillée d'un échantillon, mais aussi pour une évaluation correcte de sa contribution à la dose annuelle (voir sous-chapitre II.3.2).

Une cartographie élémentaire des lames épaisses des mortiers choisis a été effectuée pour observer la distribution locale des teneurs en potassium, un des radioéléments responsables de l'irradiation des grains analysés. Des mesures ponctuelles de rayon de 2 millimètres autour des grains de quartz de mêmes dimensions que ceux utilisés pour la datation ont été réalisées. Ce rayon de 2 millimètres correspond à la pénétration des particules β . On suppose donc que ce test peut révéler des différences locales de teneurs en potassium de mortier et indirectement montrer les variations des doses annuelles beta à l'échelle du grain.

II.4.3. Autoradiographie bêta

Une analyse par autoradiographie bêta a permis de caractériser la distribution d'isotopes radioactifs émetteurs des particules bêta (voir sous-chapitre II.3.1) à travers des lames épaisses et ainsi évaluer qualitativement l'hétérogénéité des débits de doses dans le cadre de chaque échantillon.

L'autoradiographie bêta a été réalisée utilisant un scanner CR 35 Bio (Dürr, Germany) à haute résolution dont la fonction est de lire une image latente enregistrée par une plaque d'imagerie et de la convertir à un signal digital. Le signal est ensuite transformé à une image en échelle de gris qui représente une distribution spatiale du signal produit par la radiation émise par l'échantillon. Une phase active de la plaque d'imagerie est la couche luminescente photo-stimulable d'épaisseur 0.3 mm composée

II. CHAPITRE - Datation des mortiers par luminescence optiquement stimulée (OSL)

d'un très grand nombre de petits cristaux (taille d'environ 5 μm) de fluoro-bromure de baryum [BaFBr], contenant des traces d'ions europium [Eu^{2+}]. La lecture du signal par le scanner a été effectuée après deux mois d'exposition de la plaque d'imagerie à la radioactivité des lames épaisses des mortiers.

II.5. Mesure de la dose archéologique par OSL

Parmi les minéraux qui peuvent être datés par OSL, il y en a deux impliqués le plus souvent dans les projets de datation : le quartz et le feldspath. En fonction du type de minéraux et de son origine géologique, il existe des nombreux protocoles de mesure. Cette étude a été orientée vers la datation de quartz pour plusieurs raisons.

Comme il a été évoqué au chapitre I, les études de datation de mortiers sont peu nombreuses, entre autres à cause de la longueur de la procédure et du besoin d'analyse individuelle des grains lié généralement à un mauvais blanchiment du mortier. Le dispositif expérimental avec une stimulation par laser vert pour les mesures de monograin présent au laboratoire IRAMAT-CRPAA n'est utilisable que pour le quartz. En prenant en considération l'âge jeune des échantillons étudiés et le signal faible lié à cela, l'analyse du quartz est la plus apte puisque le quartz ne présente pas le problème de fading anomal à la différence des feldspaths. Le quartz est intéressant également pour sa capacité à blanchir plus rapidement et plus facilement que les feldspaths. Cependant, il est un peu plus sensible aux effets microdosimétriques, comme il apparaîtra dans les prochains chapitres.

Dans la littérature scientifique, la dose totale accumulée par un échantillon depuis la dernière remise à zéro est appelée le plus souvent « burial dose » (évoquant la fin du blanchiment des sédiments couverts par enfouissement) ou « paleodose » (lié à l'âge des sédiments qui va jusqu'aux périodes paléolithiques). Cette terminologie ne correspond pas à un événement daté dans cette étude. La dose totale accumulée par un échantillon, c'est-à-dire la dose calculée à partir des distributions des grains mesurés, utilisée pour la détermination de l'âge, est donc ici appelée « la dose archéologique ». Pour conserver une cohérence de la terminologie utilisée, une dose mesurée pour un grain individuel ou pour un disque individuel de multigrain est dit « la dose archéologique individuelle » ou, plus sporadiquement « la dose naturelle », au lieu du terme « *equivalent dose* » utilisé habituellement.

II.5.1. Dispositif expérimental

Les mesures d'OSL ont été réalisées en utilisant le lecteur de luminescence Risø type TL/OSL DA20. Une source beta $^{90}\text{Sr}/^{90}\text{Y}$ avec un débit de dose de $0.150 \pm 0.005 \text{ Gy}\cdot\text{s}^{-1}$ a été utilisée comme source d'irradiation artificielle (voir annexe 2 pour les informations sur la calibration de l'appareil).

Deux différents systèmes de stimulation ont été employés en fonction du protocole de mesure choisi. La stimulation par des diodes bleues NISHIA type NSPB-500s avec une émission à 470 nm a été utilisée pour les mesures d'OSL classique par une technique de multigrain, alors que la stimulation pour des analyses en mode de monograin a été effectuée par le laser Nd: YVO₄ pompé par laser diode émettant à 532 nm avec une puissance de 10 mW.

Le système de détection du lecteur consiste en un tube photomultiplicateur EMI Q923 et un filtre Hoya U-340 de 7.5 mm pour la détection ultraviolet dans la gamme entre 280-370 nm. La présence de filtres de détection a été nécessaire afin d'empêcher la lumière de stimulation diffusée d'atteindre le tube photomultiplicateur.

Lors des mesures, des disques de 1 cm de diamètre contenant l'échantillon sont disposés sur un carrousel avec 48 positions qui se place dans l'appareil de luminescence. Les disques de multigrain utilisés dans ce travail contiennent plusieurs dizaines des grains. Les disques de monograin comprennent une centaine de trous de 300 µm et de positions précises dont chacun a été rempli par un grain avant l'analyse. L'irradiation et la chauffe ont été réalisées simultanément sur l'ensemble de ces grains, tandis que le signal a été mesuré séparément pour chaque grain en utilisant le laser.

II.5.2. Préparation des échantillons pour les mesures d'OSL

L'objectif de la procédure de préparation est d'extraire les grains de quartz de dimensions entre 160 et 200 µm et entre 200 et 250 µm. Pour cela, suite aux prélèvements, les échantillons subissent des traitements mécaniques et chimiques. Toute la préparation se déroule dans un laboratoire à très faible éclairage. Dans le cas des carottes et des blocs de mortiers prélevés manuellement, il est nécessaire d'enlever 2 mm de leur surface afin de ne pas devoir prendre en compte les contributions alpha et beta de l'environnement (voir sous-chapitre II.3.2). Le cœur de ces échantillons, qui est gardé pour les analyses d'OSL, est ensuite manuellement broyé. La poudre obtenue est

tamisée pour séparer différentes fractions granulométriques. Les fractions contenant les grains de dimensions comprises entre 160 et 200 μm et 200 et 250 μm subissent des attaques chimiques afin d'extraire les grains de quartz utilisés pour les mesures de la dose archéologique par OSL. La procédure inclut dans l'ordre les traitements suivant : une attaque par acide chlorhydrique de 10 %, par eau oxygénée de 15 % et par mélange d'acides hexafluorosilicique et nitrique concentrées dans un rapport de neuf à un (voir sous-chapitre II.4.3.2).

La fraction comprise entre 200 à 250 μm est utilisée pour la détermination de la dose archéologique et pour tous les tests préliminaires quand la quantité de matériau le permettait. Si la quantité d'échantillon disponible est insuffisante, les tests préliminaires sont effectués sur la granulométrie de 160 et 200 μm , la plus proche de celle utilisée pour la datation.

Vérification de la pureté des échantillons

Étant donné que les analyses ont été faites sur le quartz, avant de procéder à la détermination de la dose archéologique, il a été nécessaire de tester l'efficacité des traitements chimiques employés pendant la préparation, c'est-à-dire de vérifier l'absence d'autres types de minéraux dans les échantillons. Il s'agit particulièrement des feldspaths qui pourraient perturber le signal d'OSL. Le contrôle est fondé sur la capacité des feldspaths de fournir le signal après la stimulation infrarouge à la différence des grains de quartz. Ce test, exécuté sur deux disques de multigrain pour chaque échantillon avec la dose naturelle, consiste en une stimulation par des diodes infrarouges (Vishay TSFF 5210) émettant à 870 nm (FWHM 40 nm) suivi d'une mesure d'OSL à 50°C pendant 40 s. En l'absence de signal résultant de cette mesure, l'échantillon a été considéré comme pur et préparé pour les mesures de la dose archéologique.

II.5.3. Protocole SAR (*single aliquot regeneration*)

Pour estimer la dose archéologique, il est nécessaire de mettre en relation la luminescence de l'échantillon mesurée au laboratoire et la dose qu'il avait reçue par les irradiations naturelles. Cela se fait à partir d'une courbe de croissance représentant la luminescence en fonction de la dose. Les points grâce auxquels la courbe est construite sont obtenus en irradiant un échantillon par des doses connues dites « régénérées » en

II. CHAPITRE - Datation des mortiers par luminescence optiquement stimulée (OSL)

ordre croissant et en mesurant la luminescence correspondante à chacune de ces doses (Figure II-8 et Figure II-9).

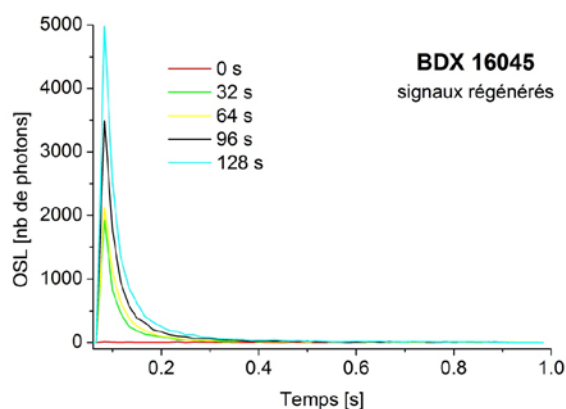


Figure II-8 : Signal OSL induit par les doses régénérées mesuré à puissance constante.

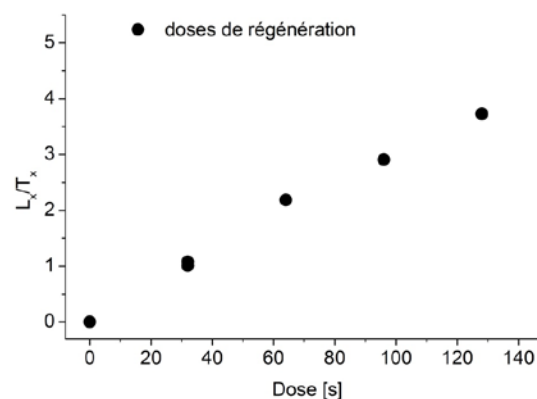


Figure II-9 : Construction de la courbe de croissance en appliquant le protocole SAR. Les signaux normalisés en fonction des doses régénérées sont représentés par les points noirs.

Le protocole SAR, proposé en 1998 par Murray et Roberts, consiste effectuer une estimation de la dose archéologique à partir d'un seul disque analysé. Par cela, il se distingue du protocole de « multialiquote » qui nécessite d'utiliser plusieurs disques pour déterminer une seule dose archéologique. Les avantages du fait de n'utiliser qu'un seul disque sont évidents : une consommation de matière plus petite et une durée d'analyse plus courte. En plus, pour les échantillons hétérogènes le problème des caractéristiques différentes d'un disque à l'autre dans le cadre d'une seule estimation de dose ne se pose pas. Néanmoins, le risque potentiel des changements de sensibilité suscité par l'application des plusieurs séries de préchauffes et des irradiations sur un même disque exige d'employer différents tests de contrôle. Afin d'évaluer les changements de sensibilité au cours de l'analyse, chaque signal d'OSL est normalisé par le signal d'une *dose test* (T_r) correspondant. Ce test s'applique comme une mesure d'OSL consécutive à une irradiation par la même *dose test* après chaque enregistrement du signal de la dose naturelle et des doses régénérées (T_n, T_1-T_6).

La procédure de mesure de SAR, précisée dans le Tableau II-1, consiste tout d'abord à l'enregistrement de la dose naturelle (L_n), suivi par une irradiation et par la mesure de la première dose de régénération (L_1). Une préchauffe précède chaque mesure de signal. Les irradiations et les mesures des quatre premières doses de régénération (L_1-L_4) sont exécutées en ordre croissant. La mesure d'OSL qui suit (L_5) est

réalisée sans aucune irradiation précédente afin de vérifier l'absence de signal après la dose d'irradiation nulle. La dernière mesure d'OSL (L_6) consiste à une mesure après l'irradiation par la même dose de régénération que la première ($L_6 = L_1$). Si la normalisation par la *dose test* fonctionne correctement, le rapport entre les signaux de la première et de la dernière dose de régénération dit *recycling ratio* doit être proche à 1. Cela permet donc de vérifier la reproductibilité de la mesure.

étape	Procédure	
1	Irradiation par une dose régénérée $D_i = \{D_{nat} = 0, D_1, D_2, D_3, D_4, D_5 = 0, D_6 = D_1\}$ Gy	
2	Préchauffe à T_1 pendant 10 s	
3	Mesure de signal à 125°C pendant 1 s pour chaque grain (technique de monograin) ou pendant 40 s (technique classique)	L_n or L_r
4	Irradiation par une <i>dose test</i> D_0 [Gy]	
5	Préchauffe à T_2 pendant 10 s ($T_2 < T_1$)	
6 ^a	Mesure de signal de <i>test dose</i> à 125°C pour 1 s pour chaque grain Retour à l'étape 1	T_n or T_r

Tableau II-1 : Protocole de mesure SAR utilisé pour l'analyse de monograin dans ce travail.

II.5.3.1. Doses de régénération

Les valeurs des doses de régénération sont généralement choisies pour encadrer la dose archéologique attendue afin de minimiser les effets de non-linéarité de la courbe de croissance. Selon la convention le choix des doses régénérées se fait pour que la première dose de régénération représente environ 25 % de la dose équivalente attendue, le deuxième 75 %, la troisième 125 %, la quatrième 175 % et la *dose test* 10 %. Néanmoins, dans cette étude il fallait adapter les paramètres au caractère spécifique des mortiers.

A cause de l'âge jeune des échantillons et de leur faible sensibilité liée à cela, la valeur de la *dose test* doit être beaucoup plus élevée par rapport à la dose archéologique que le protocole habituel. En appliquant une *dose test* très basse, il y a un risque de perte de réponse à la stimulation.

Etant donné qu'il s'agit souvent d'échantillons mal blanchis et que l'intérêt est de connaître la distribution dans son ensemble, la troisième et la quatrième dose de régénération employée sont plusieurs fois plus fortes que la dose archéologique attendue afin de pouvoir estimer aussi les doses un peu plus élevées. Malgré ces choix, les doses de régénération les plus élevées n'excèdent pas 19.2 Gy, valeur largement plus importantes que la dose archéologique attendue. Les doses archéologiques individuelles des grains mal blanchis qui dépassent cette valeur maximale n'ont donc pas pu être

II. CHAPITRE - Datation des mortiers par luminescence optiquement stimulée (OSL)

proprement déterminées : soit ces estimations n'ont pas été obtenues parce qu'il manquait le point d'intersection de ces valeurs avec la courbe de croissance, soit elles ont été obtenues par extrapolation de la courbe de croissance ce qui produit des valeurs imprécises. Les grains de ce type ne sont pas présentés dans les distributions des doses pour présenter quantitativement leurs valeurs, mais pour caractériser un état de blanchiment d'un échantillon plus ou moins satisfaisant. Ces doses archéologiques individuelles ne sont pas prises en compte dans les calculs de la dose archéologique globale et n'ont donc aucune influence directe sur la détermination de l'âge des mortiers.

II.5.3.2. Température de préchauffe

Le choix de la température de préchauffe adéquate est l'un des facteurs cruciaux pour une estimation correcte de la dose archéologique. Une chauffe supérieure à 160°C est indispensable pour éviter une contribution des pièges instables mais photosensibles à la luminescence mesurée. Cependant, une température trop élevée peut provoquer des problèmes de transfert thermique (voir sous-chapitre II.5.4.3) ayant aussi des effets défavorables sur le signal enregistré.

Les choix des températures de préchauffe pour les monuments gallo-romains, mesurés dans la première partie d'expérimentation scientifique sont basés sur les analyses des disques de multigrain afin de pouvoir tester plusieurs températures différentes. Les mesures indiquent des résultats satisfaisants pour les températures 220°C et 240°C. Afin de vérifier la pertinence de ces choix, ces températures sont ensuite utilisées dans les tests de *recovery* de monograin ainsi que dans les tests de plateau et les tests de transfert thermique de multigrain.

Dans la deuxième partie d'expérimentation qui comprend les analyses des monuments médiévaux, pour réduire les durées de mesure et éviter en même temps les effets potentiels de transferts thermiques en utilisant des températures trop élevées, il a été décidé d'effectuer une préchauffe à une température de 190°C. Si la mesure de la *dose recovery* obtenue en utilisant cette température a rempli les critères demandés (voir sous-chapitre II.5.4.4), cette température a été conservée pour la détermination de la dose archéologique. La température de préchauffe 180-200 °C est aussi recommandée par de nombreux auteurs pour les échantillons jeunes (Murray & Olley, 2002 ; Jain *et al.*, 2004 ; Goedicke, 2011 ; Medialdea *et al.*, 2014).

II.5.4. Tests préliminaires

Afin de vérifier les effets des températures de préchauffe sur la détermination de la dose archéologique, deux tests sont réalisés sur des échantillons choisis: un test de *plateau* et un test de transfert thermique. La pertinence de l'ensemble des paramètres de mesure sélectionnés est évaluée par le test de *recovery ratio*, effectué sur chaque échantillon daté. Le blanchiment artificiel, soit par un simulateur solaire externe, soit directement dans le lecteur de luminescence (Choi *et al.*, 2009), précède tous les tests mentionnés.

II.5.4.1. Le blanchiment artificiel

Pour certains échantillons choisis, les deux méthodes de blanchiment ont été comparées. Le simulateur solaire UVACUBE 400 - SOL 500 utilisé dans ce travail est équipé d'une lampe émettant une composante ultraviolette. Le blanchiment dans le lecteur de luminescence (Murray & Wintle, 2003) consiste à une première lecture du signal d'OSL avec une stimulation par les diodes bleues pendant 100 s à la température ambiante, suivie par une pause de 10000 s et par une deuxième lecture du signal d'OSL sous les mêmes conditions que la première, cette fois pour vérifier la bonne remise à zéro du signal. La pause de 10000 s est appliquée afin de minimiser l'effet de charge accumulée dans le piège à 110°C pendant le blanchiment sans chauffer l'échantillon.

II.5.4.2. Test du plateau

Le test du plateau (par exemple Murray & Olley, 2002 ; Wintle & Murray, 2006; Medialdea *et al.*, 2014) consiste aux mesures de la dose archéologique à plusieurs températures de préchauffe sur des disques de multigrain. Le but est d'évaluer si la dose archéologique est dépendante de la température de préchauffe. Néanmoins, ce test, effectué sur des disques de multigrain, n'a donné des données exploitables que pour une minorité de mortiers datés. Le reste des échantillons hétérogènes principalement à cause d'un mauvais blanchiment n'a pas pu être mesuré par la technique de multigrain en raison de la dispersion importante d'un disque à l'autre.

II. CHAPITRE - Datation des mortiers par luminescence optiquement stimulée (OSL)

II.5.4.3. Test de transfert thermique

Le phénomène de transfert thermique se manifeste par l'accroissement de la dose équivalente en fonction de la température de préchauffe. Cela peut être lié à l'existence des pièges peu photosensibles qui n'ont pas été vidés pendant le blanchiment naturel de l'échantillon, mais qui retiennent une population d'électrons avec un potentiel d'être stimulée par les effets d'une chauffe élevée. Une partie de cette population peut ensuite être capturée dans les pièges d'OSL. Au moment de la mesure du signal de luminescence naturelle, la présence de ces électrons risquent donc de conduire à une surestimation de la dose équivalente.

Le test de transfert thermique (e.g. Jain *et al.*, 2002; Murray & Olley, 2002) consiste aux mesures de la dose provoquée par le transfert thermique à plusieurs températures de préchauffe sur des disques de multigrain blanchis artificiellement. Le but est d'évaluer si la dose enregistrée, qui devrait être proche à zéro, augmente avec de la température de préchauffe. Ce test a été effectué pour les mortiers d'Antibes.

II.5.4.4. Test de *dose recovery*

Des tests de *dose recovery* sont effectués sur des disques de monograin en irradiant un échantillon blanchi artificiellement par une *dose recovery* choisie la plus proche possible de la dose archéologique attendue. Les valeurs de la *dose recovery* utilisées dans ce travail ont été prises égales à {1.5, 3 ou 4.8} Gy en fonction de l'échantillon. Le protocole de mesure et le dépouillement des données sont identiques aux ceux utilisés pour la détermination de la dose archéologique.

Le rapport entre la dose mesurée et la *dose recovery* (la dose donnée), connue sous le terme *dose recovery ratio*, indique la justesse avec laquelle la *dose recovery* est reproduite. Habituellement, le protocole de mesure utilisé est considéré fiable, si la *dose recovery* est reproduite avec un écart inférieur à 10 % ce qui correspond à la valeur du *dose recovery ratio* 1 ± 0.1 . Le concept de la *dose recovery* est devenu un outil de routine pour vérifier la fiabilité le protocole de mesure, parfois malgré la connaissance insuffisante des processus provoqués lors de le blanchiment artificiel (Choi *et al.*, 2009).

II.5.4.5. *Linear-modulated OSL (LM-OSL)*

Le signal d'OSL est constitué de plusieurs composantes dont chacune est liée à l'existence de divers types de pièges différenciés par leur probabilité de photoionisation. La datation du quartz par l'approche classique est basée sur la luminescence provenant de la composante rapide. Pour vérifier la prédominance de cette composante dans le signal, les échantillons choisis sont analysés par une technique de LM-OSL. Cette méthode, à la différence de la mesure classique qui repose sur l'enregistrement des signaux décroissants sous une puissance de stimulation constante, consiste à une augmentation progressive linéaire de l'intensité de stimulation au cours de la mesure. Une visualisation du signal de luminescence en fonction du temps permet de séparer les différentes composantes sous forme de pics. La composante rapide stimulée le plus facilement se manifeste dans la durée la plus courte.

La mesure est effectuée sur des disques de multigrain pour les échantillons choisis. Le signal de LM-OSL est enregistré à 190°C après la dose naturelle et après les doses régénérées dans l'ordre suivant : 0 ; 1.5 ; 10.5 ; 0 Gy. Dans le cas idéal, pour le quartz datable par OSL selon le protocole décrit dans le sous-chapitre II.5.3, on suppose la prédominance de la composante rapide dans le signal.

II.6. Dépouillement des données d’OSL

II.6.1. Estimation des doses archéologiques individuelles et l’incertitude

Le signal d’OSL se présente sous la forme d’une courbe décroissante en fonction de la durée d’illumination qui correspond à un vidage progressif des pièges d’OSL suite à une stimulation optique (Figure II-10). Pour décrire le signal du quartz dominé par la composante rapide, nous avons utilisé une formulation mathématique simplifiée exprimé par une exponentielle décroissante. Dans ce travail, pour les mesures en monograin qui durent 1 s, le nombre de photons est enregistré par intervalles de temps consécutifs correspondant à des durées de 0.017 s (voir sous-chapitre II.5.1). Le signal de SG-OSL est intégré pour les premiers intervalles (0.05 s), duquel on soustrait un bruit de fond déduit des dernières 0.2 s de la mesure.

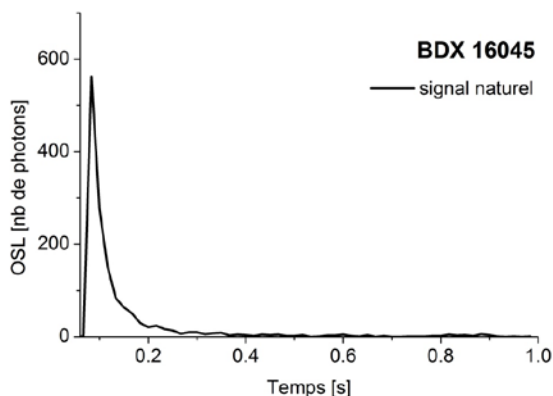


Figure II-10 : Signal d’OSL naturel d’un grain unique mesuré à puissance constante. Le signal se présente sous la forme d’une courbe décroissante en fonction de la durée d’illumination. Le décroissance du signal correspond à un vidage progressif des pièges d’OSL suite à une stimulation optique.

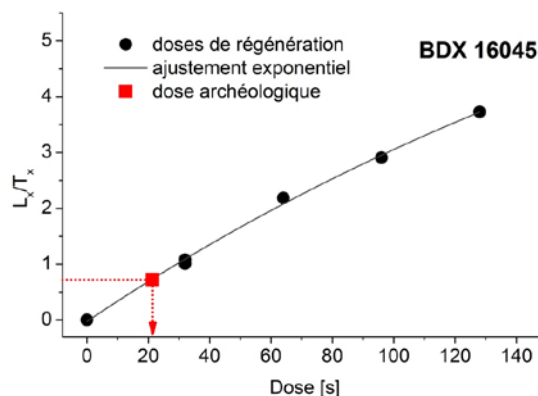


Figure II-11 : Détermination de la dose archéologique d’un grain unique à partir de protocole SAR. La valeur de la dose archéologique d’un grain unique est déterminée par interpolation de l’intensité de l’OSL naturelle sur la courbe de croissance de type exponentielle (intensité de la luminescence en fonction de la dose régénérée).

Pour chaque grain, on construit la courbe de croissance du signal OSL (le signal corrigé par la soustraction du bruit de fond et normalisé par le signal de *dose test*) en fonction des doses régénérées. La loi de croissance de ce signal est approchée par fonction exponentielle saturante :

$$\frac{I}{I_0} = 1 - \exp^{-\frac{D}{D_0}} \quad (\text{Équation 6})$$

La dose archéologique pour un grain individuel est estimée par une projection de la valeur de luminescence du signal naturel sur la courbe de croissance (Figure II-11). La valeur de la dose archéologique est estimée par l'interpolation pour des doses inférieures à la dose régénérée la plus élevée et par l'extrapolation pour des doses supérieures à cette dernière.

L'incertitude de chaque dose archéologique individuelle, obtenue en utilisant le logiciel Analyst (version 4.11), inclut l'incertitude de la statistique de comptage, l'incertitude provenant de l'interpolation des doses régénérées et l'incertitude de la reproductibilité de mesure de l'appareil utilisé dans cette étude (voir sous-chapitre II.5.1). Cette dernière, prise ici égale à 2.7 %, est une valeur déduite de la série de mesures réalisées avec le quartz de référence suivant le protocole identique avec le protocole choisi pour ce travail (voir sous-chapitre II.5.3).

L'incertitude de la statistique de comptage (c'est-à-dire l'incertitude du signal d'OSL) est calculée en utilisant une approche décrite par Banerjee (Banerjee *et al.*, 2000 ; cité par Galbraith, 2002) et modifiée par Galbraith (Galbraith, 2002) supposant le signal d'OSL composé de deux composantes, de signal d'OSL initial et de bruit de fond constant, les deux suivant la distribution poissonnienne. Nombreuses publications discutent la présence d'une composante extra-poissonnienne dans la distribution du bruit de fond de la mesure d'OSL (Galbraith, 2002 ; Li, 2007).

L'incertitude de l'ajustement des doses régénérées (voir sous-chapitre II.5.3.1) par la courbe de croissance est calculée comme l'écart quadratique pondéré entre les points expérimentaux et la fonction de l'ajustement. Cette approche ne prend pas en compte des contributions des incertitudes des paramètres de régression. L'étude de Berger (Berger, 2010) indique que cette contribution à l'incertitude globale est non-significative.

II.6.2. Critères de sélection de grains

Parmi les disques ou les grains analysés qui fournissent un signal exploitable, certains peuvent montrer un comportement à cause duquel ces disques ou grains seront exclus de la détermination de la dose archéologique. Pour introduire des règles dans la procédure d'évaluation de données de multigrain et monograin, des différents critères de sélection ont été établis. Pour des études de multigrain, les grains sont habituellement rejetés de la détermination de la dose archéologique, si :

II. CHAPITRE - Datation des mortiers par luminescence optiquement stimulée (OSL)

- l'intensité du signal d'OSL par rapport de bruit de fond est très faible (c'est-à-dire que le signal est inférieur à 3 écarts-types sur le bruit de fond)
- l'incertitude relative de la *dose test* après la mesure du signal naturel supérieure à 10 %
- l'incertitude relative du *recycling ratio* supérieure à 10 %
- l'incertitude relative de la dose archéologique individuelle supérieure à 10 %
- la récupération du signal après l'irradiation nulle supérieur à 5 %

A l'échelle de monograin, les matériaux présentent une hétérogénéité des caractéristiques luminescentes plus importantes que dans le cas du multigrain. Des critères de sélection pour les analyses de monograin sont ainsi moins stricts que pour les études de multigrain. En analyse de multigrain, le signal mesuré est un signal moyenné, donc ces différences, même si elles existent, ne sont pas nécessairement enregistrées.

Pour des analyses de monograin, le choix de critères de sélection varie dans les différentes études selon les utilisateurs (par exemple Thomsen, 2004; Jacobs *et al.*, 2006, 2013; Medialdea *et al.*, 2014). Dans le cas des échantillons peu sensibles à une stimulation optique et peu luminescents (pour les mortiers la proportion des grains luminescents n'excède pas 8 % de tous les grains mesurés), le choix de ces paramètres trop stricts peut conduire à une élimination d'un nombre considérable des données. Il est donc pertinent de se demander quelle influence l'application de ces critères peut avoir sur la valeur de la dose archéologique (par exemple Thomsen *et al.*, 2012).

Dans ce travail, les grains ont été retenus :

- a) si le signal est supérieur à 3 écarts-types sur le bruit de fond
- b) si l'incertitude relative de la *dose test* après la mesure du signal naturel est inférieure à 25 %
- c) si l'incertitude relative du *recycling ratio* est inférieure à 25 % par rapport à la valeur de référence prise égale à 1
- d) si l'incertitude relative de la dose archéologique individuelle est inférieure à 30 % (on considère que les valeurs avec des incertitudes supérieures à 30 % manquent de sens physique)

En se référant aux articles étudiant des échantillons avec des caractéristiques similaires, ces critères ont été considérés comme importants pour réussir à obtenir des valeurs de la dose archéologique individuelle fiables. Afin d'évaluer l'influence de ces critères de sélection sur la dose archéologique, celle-ci a été calculée en prenant en compte tous les grains d'une part, et d'autre part à partir des grains sélectionnés selon ces critères.

Dans certains cas, la dose archéologique pour des grains individuels n'a pas pu être déterminée pour des valeurs très élevées. Il s'agit des situations où l'ajustement exponentiel de la courbe de croissance du signal OSL sature proche de la valeur L_n/T_n (voir Tableau II-1). Ici, la rejection d'un disque ou de grain est causé par un manque de connaissance de la forme de la courbe de croissance.

II.7. Détermination de la dose archéologique

Pour chaque échantillon, l'ensemble des doses mesurées pour les grains individuels représente une distribution qui peut révéler une dispersion plus ou moins importante. La dose archéologique ne peut donc pas être calculée en faisant une simple moyenne des doses archéologiques individuelles mesurées, mais nécessite des réflexions plus complexes où une interprétation correcte des distributions des doses individuelles est cruciale.

Les facteurs qui contribuent à la dispersion sont de différentes origines¹. On constate que la dispersion de doses archéologiques individuelles observée est systématiquement supérieure à l'incertitude statistique de mesure². Pour caractériser un supplément de variabilité, on définit un concept d'« *over-dispersion* », caractérisée par un écart-type notée σ (Thomsen *et al.*, 2012). Il s'agit d'une valeur qui décrit une dispersion parmi les doses archéologiques individuelles en provenance d'un même échantillon qui ne peut pas être expliquée par des incertitudes basées sur les approches statistiques. Elle s'exprime par une incertitude relative qui s'ajoute quadratiquement à l'incertitude statistique de chaque dose archéologique individuelle mesurée ($v = s^2 + \sigma^2$) supposant donc une additivité des variances liées à des facteurs aléatoires indépendants.

Dans ce travail, on va établir un concept de quatre facteurs qui peuvent contribuer à la dispersion des doses archéologiques :

- l'incertitude de mesure notée s_i pour le grain i
- la variabilité microdosimétrique introduisant une dispersion caractérisée par un écart-type noté σ_m

¹ Des différentes contributions à la dispersion des doses archéologiques individuelles sont largement discutées dans la littérature (par exemple Thomsen *et al.*, 2005 ; Duller, 2008 ; Galbraith & Roberts, 2012 ; Thomsen *et al.*, 2012), mais la notation et la terminologie à travers de ces études n'est pas uniforme. Ces différences ont tendance à mener à la confusion. A ma connaissance, il n'y a aucune publication qui rassemble de façon claire et synthétique les différentes approches proposés pour calculer la dose archéologique. Dans ce travail, on va donc établir un concept de quatre facteurs qui peuvent contribuer à la dispersion des doses archéologiques individuelles. Cela permettra de maintenir la cohérence à travers des différentes approches de calcul de la dose archéologique.

² Plus proprement dit supérieure aux incertitudes analytiques, c'est-à-dire les incertitudes statistiques, mais aussi dues à l'ajustement de la courbe de croissance et à la reproductibilité de l'appareil de mesure (par exemple Thomsen *et al.*, 2005) de chaque dose archéologique individuelle.

- la variabilité liée au mauvais blanchiment, correspondant à un écart-type noté σ_x
- la variabilité additionnelle liée à la mesure d'OSL : par exemple, les tests préliminaires tels que des tests de *recovery* sont effectués sur des grains différents de ceux utilisés pour la mesure de dose archéologique. Même si le comportement de ces grains choisis pour la mesure de la *dose recovery* aboutit à une valeur moyenne acceptable de *recovery ratio*, le comportement des grains utilisés pour la mesure de la dose archéologique dans les mêmes conditions de lecture d'OSL reste inconnu. On peut donc supposer que la mesure de la dose archéologique entrainera une variabilité des doses archéologiques individuelles identique à celle de la *dose recovery*.

- l'incertitude de mesure notée s_i pour le grain i

- la variabilité microdosimétrique σ_m

- la variabilité liée au mauvais blanchiment σ_x

- la variabilité additionnelle σ_a

} *Over-dispersion* notée σ

L'incertitude de mesure s_i est liée aux imprécisions expérimentales et instrumentales. Elle inclut les incertitudes de la statistique de comptage, de la correction de bruit de fond, de la reproductibilité de mesure de l'appareil utilisé, de l'incertitude de l'ajustement des doses régénérées et l'hétérogénéité de la source beta.

Comme nous l'avons évoqué précédemment, l'*over-dispersion* σ peut être due aux trois facteurs différents : hétérogénéité microdosimétrique, variabilité du blanchiment et donc de la dose résiduelle parmi les grains, dispersion additionnelle liée à la mesure d'OSL. L'*over-dispersion* est le résultat de la combinaison quadratique de ces trois sources indépendantes.

- Pour **les échantillons naturels mal blanchis**, on peut exprimer l'*over-dispersion* de la façon suivante :

$$\sigma^2 = \sigma_m^2 + \sigma_x^2 + \sigma_a^2 \quad (\text{Équation 7})$$

II. CHAPITRE - Datation des mortiers par luminescence optiquement stimulée (OSL)

- Pour **les échantillons naturels bien blanchis**, la variabilité liée au mauvais blanchiment $\sigma_x = 0$. La variabilité microdosimétrique σ_m peut être plus ou moins importante, mais a priori pour un échantillon naturel, elle n'est jamais nulle. Ainsi :

$$\sigma^2 = \sigma_m^2 + \sigma_a^2 \quad (\text{Équation 8})$$

- Pour **les échantillons utilisés pour des tests de recovery** (voir sous-chapitre II.5.4) blanchis artificiellement au laboratoire, qui ne sont pas affectés ni par le mauvais blanchiment ($\sigma_x = 0$) ni par des effets microdosimétriques ($\sigma_m = 0$), l'*over-dispersion* est égale à la variabilité additionnelle :

$$\sigma = \sigma_a \quad (\text{Équation 9})$$

Dans les distributions d'échantillons naturels, une seule valeur de l'incertitude sur la dose archéologique individuelle des grains inclut ces quatre facteurs et une mesure de la contribution de chacun d'entre eux n'est pas connue. Selon Thomsen (Thomsen *et al.*, 2005, 2012), l'incertitude de mesure s_i et la variabilité additionnelle σ_a représentent les sources de dispersion dites « intrinsèques » pendant que celles liées aux facteurs externes tels que la variabilité liée au mauvais blanchiment σ_x et la variabilité microdosimétrique σ_m sont considérés comme les sources de dispersion « extrinsèques ».

La variabilité additionnelle σ_a peut être considérée comme une variabilité minimale attendue pour tous les échantillons au-delà de l'incertitude de mesure. En théorie, cette valeur, et par conséquent sa contribution à l'incertitude globale sur la dose archéologique pour un échantillon naturel peut être estimée à partir d'un même échantillon qui a été blanchi artificiellement au laboratoire, irradié par une dose connue, et dont la *dose recovery* n'est pas donc affectée par un blanchiment incomplet ($\sigma_x = 0$) ou par des effets microdosimétriques ($\sigma_m = 0$) (Thomsen *et al.*, 2012). Cela suppose qu'une méthode de blanchiment artificiel utilisée s'approche bien des conditions de blanchiment naturel.

Quand les valeurs de l'*over-dispersion* de l'échantillon naturel ainsi que du même échantillon blanchi puis irradié artificiellement au laboratoire sont identiques ou très

proches, on peut supposer que l'échantillon naturel n'est affecté ni par un mauvais blanchiment ($\sigma_x = 0$), ni par des effets de dispersion microdosimétriques ($\sigma_m = 0$). Dans tel cas, les incertitudes intrinsèques dominent alors sur la dispersion des doses archéologiques individuelles. Dans le cas opposé, la contribution des facteurs extrinsèques est majeure. Cette réflexion devrait précéder à la détermination de la dose archéologique afin de comprendre les sources de la dispersion des doses.

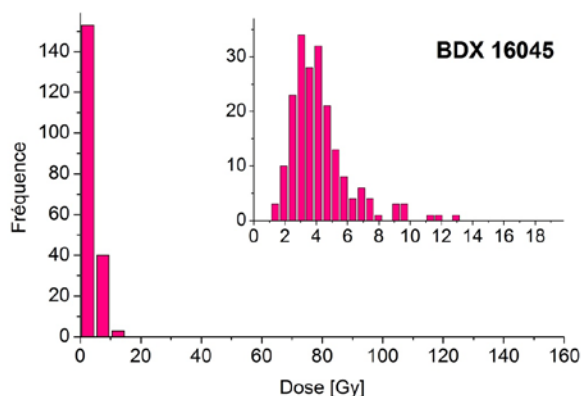


Figure II-12 : Distribution des doses archéologiques individuelles d'un mortier bien blanchi.

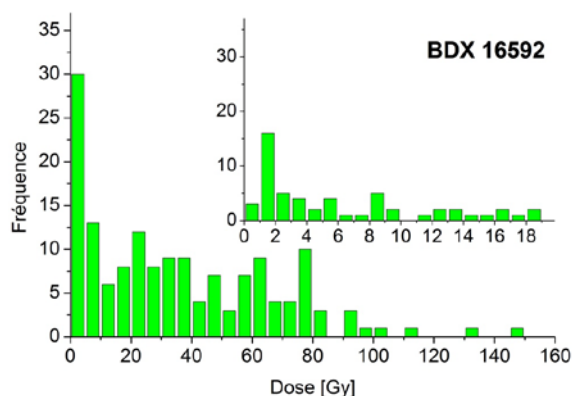


Figure II-13 : Distribution des doses archéologiques individuelles d'un mortier mal blanchi.

Pour un échantillon bien blanchi et donc facilement datable, la distribution des doses archéologiques individuelles s'étend autour de la valeur centrale et les caractéristiques de la distribution ressemblent à une population normale ou log-normale (Figure II-12). On peut supposer que tandis que les sources de dispersion intrinsèques impliquent plutôt une distribution de type gaussien, les facteurs extrinsèques provoquent une distribution log-normale. En général, ces distributions peuvent être décrites par les valeurs de la moyenne et de la médiane qui sont très proches l'une de l'autre et qui estiment le mieux l'âge d'un échantillon. En pratique, la dose archéologique pour ce type d'échantillons est calculée en utilisant le modèle de l'âge central (voir sous-chapitre II.7.1).

La distribution des doses d'un échantillon mal blanchi avec des débits de dose hétérogènes peut révéler une dispersion plus ou moins élevée, caractérisée par une forte asymétrie (Figure II-13) liée à différents facteurs. Le défi est d'extraire - à partir d'un ensemble des doses archéologiques individuelles - une information chronologique correcte, c'est-à-dire, identifier un groupe de grains bien blanchis en utilisant un calcul basé sur des raisonnements justifiés et applicables universellement aux données mesurées. Les méthodes statistiques utilisées pour les échantillons mal blanchis sont

II. CHAPITRE - Datation des mortiers par luminescence optiquement stimulée (OSL)

toutes basées sur l'hypothèse que les grains bien ou mieux blanchis, portant l'information chronologique recherchée, se trouvent au début de la distribution des doses, étant donc parmi les doses les plus basses. Tous ces modèles impliquent la nécessité d'établir une limite ou un critère assez arbitraire qui divise les grains analysés en deux groupes : un groupe composé de grains bien blanchis et un autre contenant les grains partiellement blanchis.

II.7.1. Modèle d'âge central

Introduction du modèle

Le modèle d'âge central (CAM) a été proposé pour déterminer la dose moyenne dans le cas des distributions des doses archéologiques individuelles considérées comme log-normales. Ce calcul est fiable pour des échantillons bien blanchis et surestime la dose archéologique dans le cas des échantillons avec des distributions des doses très dispersées liées à un blanchiment insuffisant, puisqu'il intègre dans le calcul l'ensemble de grains. Le modèle d'âge central standard suppose que la distribution des doses archéologiques individuelles est log-normale. Il a été proposé et constaté par des nombreux auteurs (par exemple Galbraith *et al.*, 1999 ; Arnold *et al.*, 2009) que même des distributions d'échantillons bien blanchis sont dissymétriques avec un étalement vers les fortes valeurs. Selon eux, il est donc justifié de réaliser une transformation logarithmique avant de commencer le traitement statistique de la distribution.

Procédure de calcul

La procédure de calcul d'âge central inclut les étapes suivantes : Nous avons un ensemble de valeurs mesurées de la dose archéologique individuelle. La dose archéologique individuelle mesurée pour le grain i est notée d_i . Après transformation logarithmique, on obtient le logarithme naturel de chaque dose archéologique individuelle mesurée D_i qui est exprimé comme :

$$D_i = \delta_i + \epsilon_i \quad (\text{Équation 10})$$

où D_i est le logarithme naturel de la dose archéologique individuelle **mesurée** pour le grain i , δ_i est le logarithme naturel de la dose archéologique individuelle **vraie** pour le grain i et ϵ_i est l'erreur associée avec cette dernière. Des logarithmes des doses archéologiques individuelles **vraies** D_i sont distribués normalement avec une moyenne

δ et un écart-type σ . L'erreur ϵ_i est distribuée normalement avec une moyenne nulle et un écart-type s_i . Si ϵ_i est distribué normalement, D_i est aussi distribuée normalement avec une moyenne δ et une variance composée de deux membres³ :

$$v = \sigma^2 + s_i^2 \quad (\text{Équation 11})$$

Le premier membre représente la variabilité vraie des doses mesurées qui ne peut pas être expliquée par la seule incertitude statistique de la mesure des doses archéologiques individuelles; chaque dose archéologique individuelle représente juste un échantillon d'une population de doses. Le deuxième membre est la variabilité statistique des doses mesurées. Il représente le fait que chaque dose archéologique individuelle n'est pas mesurée exactement, mais avec un écart-type associé s_i .

Le modèle d'âge central représente la moyenne pondérée

$$\delta = \frac{\sum_{i=0}^n w_i \delta_i}{\sum_{i=0}^n w_i} \quad (\text{Équation 12})$$

où la pondération est calculée par l'inverse de la variance. La pondération w_i pour le grain i est calculée selon l'équation suivante :

$$w_i = \frac{1}{\sigma^2 + s_i^2} \quad (\text{Équation 13})$$

Les paramètres δ et σ sont estimés par une méthode du maximum de vraisemblance (Rice, 1988 : section 8.5.2 ; cité par Galbraith *et al.*, 1999). La moyenne pondérée δ représente donc la moyenne des logarithmes naturels de doses archéologiques individuelles **vraies** dans une population de grains, le paramètre σ est un écart-type de ces valeurs. La dose centrale $\exp(\delta)$ représente alors la moyenne géométrique des doses archéologiques individuelles **vraies**. La valeur de σ peut être considérée comme un écart-type relatif des doses archéologiques individuelles **vraies**. Ce paramètre, multiplié par 100, connu sous le terme « *over-dispersion* », décrit la variabilité des doses autre que celle liée à l'incertitude statistique de mesure. Il est utilisé habituellement en tant qu'élément de comparaison de la variabilité entre les

³ L'utilisation de cette conception d'incertitude n'est pas tout à fait correcte. Une dispersion causée par un mauvais blanchiment ou par des effets microdosimétriques provient de la nature de l'échantillon. Ces facteurs ne représentent donc pas des vraies incertitudes de mesure comme considéré dans le modèle d'âge central.

II. CHAPITRE - Datation des mortiers par luminescence optiquement stimulée (OSL)

distributions de doses d'échantillons naturels et d'échantillons blanchis au laboratoire comme discuté ci-dessus.

Dans une équation de moyenne pondérée classique, la pondération est faite par l'inverse des variances, donc la moyenne pondérée des doses archéologiques individuelles obtenue avec la même précision relative est biaisée vers les valeurs plus petites que la procédure tend à privilégier. Au contraire, le modèle d'âge central exploite le fait que l'incertitude relative d'une valeur est égale à l'incertitude absolue de son logarithme naturel. En utilisant les logarithmes naturels de valeurs archéologiques individuelles comme des données de base dans le modèle d'âge central, la moyenne pondérée peut donc être calculée avec des erreurs relatives.

Le modèle d'âge central est devenu un outil standard pour décrire des caractéristiques des distributions de doses en général. Le calcul de la dose centrale et de l'*over-dispersion* précède la détermination de la dose archéologique par d'autres modèles pour les échantillons mal blanchis même si la valeur de la « dose centrale » ne s'approche pas de la valeur attendue. Le paramètre *over-dispersion* sert jusqu'à un certain point d'indicateur de la variabilité des distributions de doses ou bien, plus empiriquement dans les échantillons naturels, comme un indicateur du degré de blanchiment et de l'hétérogénéité microdosimétrique de l'échantillon.

Le modèle d'âge central peut être aussi appliqué sur des valeurs non-logarithmiques (Arnold *et al.*, 2009). Dans ce cas-là, les distributions de doses sont considérées normales. Il est recommandé d'appliquer ce modèle aux distributions des échantillons jeunes qui peuvent contenir des valeurs archéologiques individuelles très petites, nulles ou négatives où la transformation logarithmique ne peut pas être effectuée.

Modèle d'âge central dans cette étude

Le modèle d'âge central a été appliqué systématiquement à tous les échantillons pour des tests de *dose recovery* ainsi que pour des mesures des doses archéologiques en prenant en compte, d'une part, tous les grains, et d'autre part en sélectionnant les grains qui satisfont les critères d'acceptation (voir sous-chapitre II.6.2).

II.7.2. Variabilité attendue parmi les grains bien blanchis

Pour calculer la dose archéologique à partir des modèles d'âge minimal, il faut estimer correctement une variabilité attendue dans le groupe des grains bien blanchis σ_b ⁴ au-delà de celle décrite par les incertitudes de mesure s_i . Cette variabilité est ajoutée quadratiquement à l'incertitude statistique de chaque dose archéologique individuelle avant d'appliquer les modèles. Elle est déterminante pour distinguer un groupe de grains bien blanchis d'un autre partiellement blanchis.

Selon Arnold (Arnold *et al.*, 2009), avant d'appliquer le modèle d'âge minimal (MAM ; Galbraith *et al.*, 1999) il est convenable d'ajouter une variabilité attendue dans le groupe des grains bien blanchis σ_b de 15 % à chaque valeur de la dose archéologique individuelle. Thomsen argumente (Thomsen *et al.*, 2012), en se basant sur une synthèse des nombreux articles publiés, que cette variabilité des échantillons considérés bien blanchis varie considérablement d'un échantillon à l'autre et qu'il n'est donc pas satisfaisant de se contenter avec une valeur standard. Afin d'estimer la variabilité minimale attendue dans le groupe des grains bien blanchis, elle propose d'effectuer des *tests recovery* spécifiques pour chaque échantillon et recommande d'utiliser une valeur de l'*over-dispersion* σ obtenue (qui correspond pour un échantillon blanchi au laboratoire à la variabilité additionnelle σ_a comme elle a été défini dans cette étude ; $\sigma = \sigma_a$) plutôt qu'une valeur universelle de 15 % (Thomsen *et al.*, 2012). Par ailleurs, pour estimer plus correctement cette variabilité additionnelle σ_a à partir des *tests recovery*, Thomsen propose dans l'article de 2007 un raffinement (Thomsen *et al.*, 2007).⁵

⁴ La variabilité attendue parmi les grains bien blanchis σ_b est identique avec l'*over-dispersion* comme il a été défini ci-dessus pour les échantillons naturels bien blanchis ($\sigma_b^2 = \sigma^2 = \sigma_m^2 + \sigma_a^2$; sous-chapitre II.7).

⁵ Thomsen propose de réaliser des *tests recovery* avec au moins deux valeurs de *dose recovery* différentes, ensuite de construire un graphique (ou un ajustement linéaire par une méthode des moindres carrés) où la variabilité additionnelle σ_a est représentée en fonction de la *dose recovery* et interpoler les points par une fonction linéaire. La variabilité additionnelle σ_a qu'il faut ajouter à l'incertitude de mesure s_i est dépendante de la dose selon :

$$\sigma_a = a \cdot D + b$$

où a et b représentent les paramètres de régression dérivés du graphique et D une dose archéologique moyenne attendue. Par sa définition, le paramètre a correspond grosso modo à la variabilité attendue parmi les grains bien blanchis σ_b du MAM pour un échantillon qui n'est pas affecté ni par le mauvais blanchiment, ni par la variabilité microdosimétrique. Le paramètre b définit l'*over-dispersion* attendue pour la dose 0 Gy. L'incertitude y_i pour un grain i est ensuite calculée :

$$y_i = \sqrt{s_i^2 + (a \cdot D + b)^2}$$

II. CHAPITRE - Datation des mortiers par luminescence optiquement stimulée (OSL)

En réalité, la valeur de la variabilité attendue dans le groupe des grains bien blanchis σ_b ($\sigma_b^2 = \sigma^2 = \sigma_m^2 + \sigma_a^2$) est toujours plus élevée pour des échantillons naturels que pour les mêmes échantillons, mais blanchis artificiellement au laboratoire ($\sigma_b = \sigma = \sigma_a$), surtout en raison de la variabilité microdosimétrique σ_m .

Dans ce travail, nous allons essayer d'estimer une variabilité attendue dans le groupe des grains bien blanchis σ_b pour les échantillons étudiés en combinant les informations des tests de *recovery* et de la caractérisation de la variabilité microdosimétrique.

II.7.3. Modèle d'âge minimal

Introduction du modèle

Le modèle d'âge minimal suppose également que la distribution des doses archéologiques individuelles vraies soit log-normale (Galbraith *et al.*, 1999 ; Galbraith & Roberts, 2012). Une transformation logarithmique est donc réalisée avant le traitement statistique de la distribution. Ce modèle est basé sur l'hypothèse d'un mélange de deux groupes de grains : un groupe composé de grains bien blanchis dont la dose archéologique est homogène et a une valeur unique vraie notée $\exp(\gamma)$, et un autre, contenant les grains partiellement blanchis qui fournissent des doses individuelles vraies supérieures à $\exp(\gamma)$ et fortement variables. Les grains partiellement blanchis qui ont des doses supérieures à $\exp(\gamma)$ sont supposés être distribués suivant une loi log-normale caractérisée par une moyenne μ et un écart-type σ (*en espace logarithmique*). Cette distribution est tronquée à γ . Par ailleurs, la proportion de grains bien blanchis dans la distribution de doses est notée p .

Il existe deux variantes du modèle MAM selon le nombre de paramètres ajustables à prendre en compte. Dans le modèle à trois paramètres (MAM-3) la valeur de γ est prise égale à μ et la distribution en espace logarithmique devient donc demi-

Il faut souligner que cette approche permet de déterminer la variabilité additionnelle σ_a (c'est-à-dire la variabilité minimale parmi les grains bien blanchis), mais ne prend pas en compte une variabilité microdosimétrique.

Dans ce travail, en raison d'une quantité restreinte du matériau, des tests de *recovery* ont été réalisés seulement pour une dose *recovery* et le raffinement proposé n'a pas été employé. La variabilité additionnelle σ_a pour cette étude est égale à l'*over-dispersion* σ du CAM déterminée par des tests de *recovery*.

normale après la troncature ($\sigma, \gamma = \mu, p$). Le modèle à quatre paramètres (MAM-4) contient quatre inconnues : p, γ, μ et σ .

A priori dans le modèle, les grains bien blanchis ont donc tous la même valeur unique de la dose archéologique vraie $\exp(\gamma)$ ce qui n'est pas, de point de vue physique, possible. Avant appliquer le modèle, il faut donc définir une variabilité attendue dans le groupe des grains bien blanchis σ_b . Cette variabilité σ_b (discuté ci-dessus) est ajoutée quadratiquement à celle caractérisant les incertitudes statistiques² avant d'appliquer le modèle. Elle est déterminante pour distinguer un groupe de grains bien blanchis d'un autre partiellement blanchis. Le choix dépend de l'utilisateur (voir sous-chapitre II.7.2).

Procédure de calcul

Le calcul de la dose archéologique est effectué en utilisant le logiciel R (version 3.0.2) pour des calculs statistiques. Les données rentrées dans le logiciel comprennent des valeurs individuelles des doses archéologiques mesurées avec les incertitudes associées. La valeur de la variabilité attendue dans le groupe des grains bien blanchis σ_b est rentrée en pourcentage (une variabilité de 15% étant notée en nombre réel 0,15).

Les paramètres p, γ, μ et σ sont estimés par une méthode de maximum de vraisemblance (Rice, 1988 : section 8.5.2 ; cité par Galbraith *et al.*, 1999). Les courbes générées par le logiciel décrivent la vraisemblance en fonction des différents paramètres (p, γ, μ et σ) et permettent de déterminer quelles sont les valeurs qui « maximisent » la vraisemblance. Si le modèle décrit correctement des données expérimentales, ces courbes de vraisemblance sont symétriques, en forme de cloche autour d'un pic indiquant les valeurs les plus probables.

Deux versions de modèle

Le modèle à trois paramètres (MAM-3) est considéré plus robuste que le modèle à quatre paramètres (MAM-4), particulièrement quand le nombre de valeurs des doses archéologiques individuelles est bas (Van der Touw *et al.*, 1997 ; cité par Bailey & Arnold, 2006 et par Arnold *et al.*, 2009). Arnold propose que le MAM-3 puisse être considéré comme le modèle de base (Arnold *et al.*, 2009). Il est censé donner des résultats plus fiables pour les distributions où un blanchiment incomplet est la source principale de la dispersion. Le MAM-4 peut fournir des résultats plus fiables si le nombre de grains bien blanchis est relativement important, comme démontré par de simulations

II. CHAPITRE - Datation des mortiers par luminescence optiquement stimulée (OSL)

de Bailey (Bailey & Arnold, 2006). Aussi, si la variance observée est due à d'autres facteurs comme, par exemple, la variabilité parmi les doses archéologiques individuelles due à l'hétérogénéité microdosimétrique, le MAM-4 ou même le CAM peuvent fournir une dose archéologique plus fiable. En général, des valeurs obtenues en appliquant le MAM-3 sont légèrement plus basses que celles du MAM-4 (Bailey & Arnold, 2006).

Modèle d'âge minimal dans cette étude

Le modèle MAM est appliquée à tous les échantillons avec des distributions visiblement très dispersées, pour lesquels le CAM donne des résultats largement surestimés. Pour évaluer l'influence de la variabilité attendue dans le groupe des grains bien blanchis σ_b sur la dose archéologique, des calculs sont réalisés en faisant varier la valeur de σ_b par 5 % entre 0 et 50 % (0-0.50). Des hypothèses sur le choix de ce paramètre sont soulevées. Finalement, la fiabilité de modèle MAM-3 et MAM-4 pour la datation des mortiers étudiés dans ce travail sera discutée.

II.7.4. Critère d'IEU (*Internal-External Consistency Criterion*)

Introduction du modèle

Une autre méthode appelé « the Internal-External Consistency Criterion » (critère d'IEU) a été proposée et perfectionnée par Thomsen (Thomsen *et al.*, 2003 et 2007). Il s'agit aussi d'une sorte de modèle d'âge minimal. Ici, par hypothèse, les doses archéologiques individuelles d'un groupe de grains bien blanchis proviennent d'une distribution normale. Cette distribution peut être identifiée si les incertitudes associées aux doses archéologiques individuelles y_i décrivent correctement la vraie variabilité parmi les grains bien blanchis. La détermination correcte des incertitudes y_i est donc cruciale pour le calcul de la dose archéologique.

Procédure de calcul

L'objectif est d'identifier tous les grains qui forment une population normale en partant du début de la distribution expérimentale. Le critère qui permet de distinguer ces grains est basé sur une comparaison de deux calculs différents de l'écart-type de la moyenne pondérée. Pour la moyenne pondérée δ calculée comme celle-ci :

$$\delta = \frac{\sum_{i=0}^n w_i \delta_i}{\sum_{i=0}^n w_i} \quad (\text{Équation 14})$$

$$\text{où } w_i = \frac{1}{y_i^2} \quad (\text{Équation 15})$$

L'incertitude α peut être calculée de deux façons différentes :

$$\alpha_{in}^2 = \frac{1}{\sum_{i=1}^N \frac{1}{y_i^2}} \quad (\text{Équation 16})$$

$$\alpha_{ex}^2 = \frac{\sum_{i=1}^N \frac{(\delta_i - \delta)^2}{y_i^2}}{(N-1) \sum_{i=1}^N \frac{1}{y_i^2}} \quad (\text{Équation 17})$$

où N représente le nombre de mesures. α_{in} peut être interprété comme une mesure interne de l'incertitude tandis que α_{ex} comme une mesure externe. Le premier mode de calcul de l'incertitude α_{ex} combine l'information de l'incertitude associée à chaque dose archéologique individuelle y_i et de l'écart-type sur la moyenne pondérée $(\delta_i - \delta)$, tandis que le deuxième prend en compte seulement une incertitude y_i . Si une population de grains n'est pas affectée par un mauvais blanchiment, α_{ex} est égale à α_{in} et l'ensemble des doses archéologiques est distribuée selon la loi normale. Si un mauvais blanchiment cause une dispersion des doses archéologiques individuelles, leur distribution sera fortement asymétrique et α_{ex} sera différente de α_{in} .

Il ne faut pas ici confondre une mesure interne et externe de l'incertitude comme il est défini dans le critère d'IEU avec les sources de dispersion intrinsèques et extrinsèques (Thomsen *et al.*, 2005, 2012). Thomsen présente le modèle initialement sur les échantillons qui sont affectés par le mauvais blanchiment (Thomsen *et al.*, 2003 et 2007), mais elle ne parle pas des effets microdosimétriques. Pour les échantillons présentés dans son travail, une seule source de dispersion extrinsèque semble donc être un mauvais blanchiment et des incertitudes associées aux doses archéologiques individuelles des grains bien blanchis impliquent ainsi seulement des sources de dispersion intrinsèques.

Néanmoins, si on avait un échantillon affecté par un mauvais blanchiment et aussi par la microdosimétrie hétérogène, une mesure interne de l'incertitude devrait prendre en compte aussi la variabilité microdosimétrique de l'échantillon si l'objectif est de distinguer entre les grains bien blanchis et mal blanchis (Smedley, 2015). La variabilité microdosimétrique représente la source extrinsèque de dispersion.

II. CHAPITRE - Datation des mortiers par luminescence optiquement stimulée (OSL)

D'ailleurs, comme dans le CAM, l'utilisation de cette conception d'incertitude n'est pas tout à fait correcte. Une dispersion causée par des effets microdosimétriques provient de la nature de l'échantillon et ce facteur ne représente donc pas des vraies incertitudes.

Pour estimer la dose archéologique par critère d'IEU, les doses archéologiques individuelles sont d'abord classées par ordre croissant. α_{in} et α_{ex} sont calculées pour $n = 2,3,\dots$ des mesures en commençant par la dose archéologique individuelle la plus petite. Ensuite, le rapport entre α_{in} et α_{ex} pour $n = 2,3,\dots$ de mesures est calculé :

$$R = \alpha_{in}/\alpha_{ex} \quad (\text{Équation 18})$$

Quand R est égale à 1, le procédé est arrêté et le nombre de grains inclus dans le calcul de α_{in} et α_{ex} jusqu'à ce point sont considérés bien blanchis. La moyenne pondérée est calculée à partir de ces grains choisis.

Le critère d'IEU dans cette étude

Le critère d'IEU est appliqué à tous les échantillons avec des distributions visiblement très dispersées, pour lesquels le CAM donne des résultats largement surestimés. L'incertitude y_i est ici le résultat de la combinaison quadratique de l'incertitude de mesure s_i et de la variabilité attendue dans le groupe des grains bien blanchis σ_b ($y_i = \sqrt{s_i^2 + [\delta_i \sigma_b]^2}$). A la différence de Thomsen, le calcul des incertitudes associées aux doses archéologiques individuelles prend ici en compte aussi la variabilité microdosimétrique.

Pour évaluer l'influence de la variabilité attendue dans le groupe des grains bien blanchis σ_b sur la dose archéologique, des calculs sont réalisés en faisant varier la valeur de σ_b par 5 % entre 0 et 50 % (0-0.50). Des hypothèses sur le choix de ce paramètre sont soulevées. L'abréviation σ_b est utilisée dans cette étude pour le critère IEU ainsi que pour le modèle MAM. Ce paramètre est connu sous l'abréviation a pour le critère d'IEU par la communauté scientifique.

PARTIE 2

III. CHAPITRE

Château Grimaldi, Antibes

III.1 Introduction

III.2 Caractérisation préalable

III.3 Datation par luminescence

III.4 Discussion

III.1. Introduction

III.1.1. Présentation du site

Antibes est une commune française située dans le département des Alpes-Maritimes en région Provence-Alpes-Côte d'Azur (Figure III-1). La ville se trouve au bord de la Méditerranée, à 205 km à l'est de Marseille et 23 km au sud-ouest de Nice. Les premières traces d'occupation d'Antibes remontent au premier âge du fer. La fondation d'une acropole *Antipolis* s'inscrit dans le contexte du redéploiement colonial de Marseille à partir du IV^e siècle avant notre ère. La ville grecque, relativement mal connue, aurait probablement été implantée au pied du rocher d'Antibes, sous la vieille ville actuelle.

Le château Grimaldi (Figure III-2), important aujourd'hui pour sa collection remarquable des œuvres de Pablo Picasso, a été édifié sur cette ancienne acropole grecque. Les soubassements du château, construits à partir de moellons et de briques et visibles sur plusieurs mètres de hauteur, appartiennent aux vestiges d'un monument romain qui occupait le sommet du Rocher. C'est dans cette partie du soubassement que cinq échantillons de mortier ont été prélevés pour la datation par OSL.

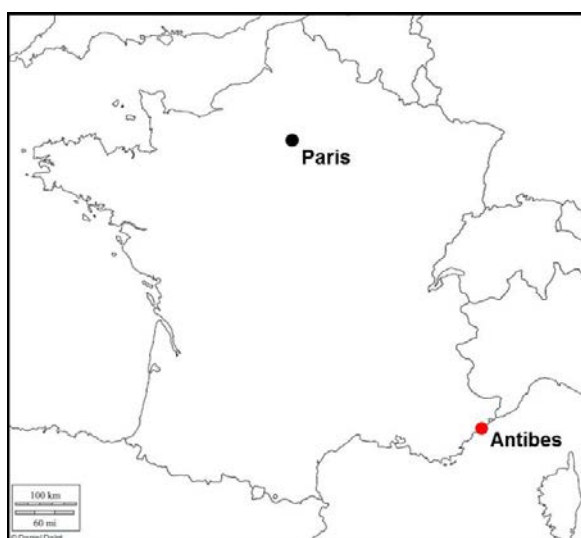


Figure III-1 : Situation géographique d'Antibes.



Figure III-2 : Vue extérieure du château, face nord.

III.1.2. Chronologie de référence

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 des soubassements du château Grimaldi la plus récente repose sur des travaux menés par Philippe Mellinand (INRAP) en 2007 (Mellinand *et al.*, 2007).

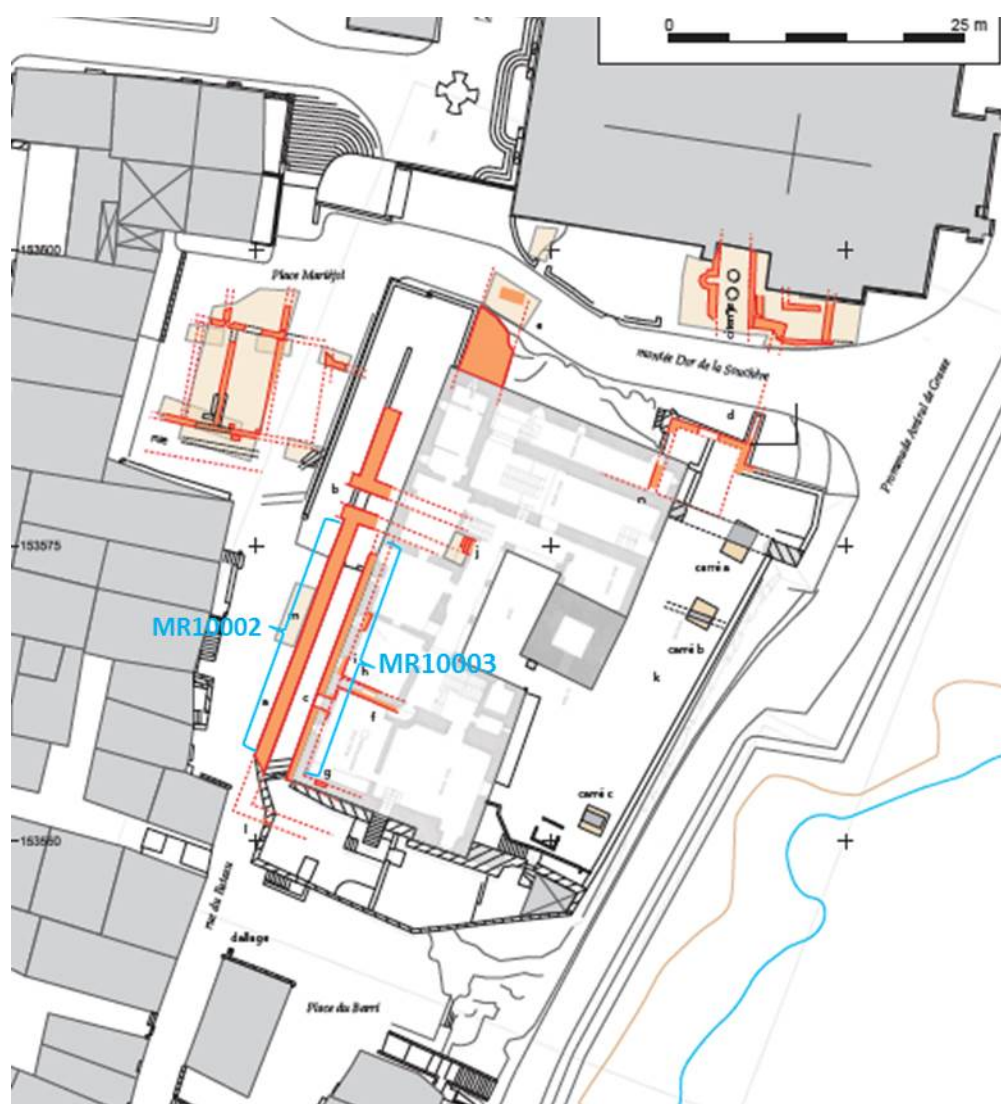


Figure III-3 : Plan des structures antiques observées dans le château Grimaldi. Fond topographique Ville d'Antibes, relevé du château Albéric Olivier CNRS, topographie Laurent Vallières Inrap.

Neuf sondages répartis entre la Montée Dor de la Souchère, la place Mariejol et la rue du Bateau (l'emplacement marqué en beige claire sur la Figure III-3) ont été ouverts

III. CHAPITRE - Château Grimaldi, Antibes

lors de cette opération. C'est le sondage 4, localisé au niveau de mur MR10002, qui a permis de soulever une hypothèse sur la datation archéologique de la construction de l'édifice antique en question. Les murs MR10002 et MR10003 qui appartient à la même phase de construction formaient une galerie voûtée.

Lors des fouilles en 2007, les archéologues ont découvert au niveau du mur MR10002 une fosse circulaire qui avait été creusée dans le rocher (substrat géologique) avant sa construction. Pour asseoir les fondations du mur MR10002 qui recoupe en partie cette fosse, les bâtisseurs l'ont vidée de sa terre puis remplie avec le mortier et la maçonnerie. La partie de la fosse hors le mur faisant l'objet de la fouille a été partiellement donc remplie par le mortier et fermée par un niveau de sédiment qui a livré neuf tessons de céramique. Un de ces tessons 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 ap. J.-C. Le *terminus post quem* de cette unité stratigraphique est donc la seconde moitié du I^{er} siècle ap. J.-C.. Il est supposé que la fermeture de la fosse s'est produite en même temps ou peu de temps après la construction du mur MR10002. En effet, il n'y a aucune raison que ce trou ait été laissé ouvert bien longtemps une fois la construction terminée. Néanmoins, le faible nombre de tessons collectés incite à la prudence quant à la pertinence de la datation.

Selon les conclusions archéologiques la construction de cet édifice romain tombe donc dans la première moitié du I^{er} siècle ap. J.-C.. La datation archéomagnétique (Lanos & Dufresne, 2013) effectué par l'équipe de l'IRAMAT-CRPAA à Rennes lors de la même campagne de prélèvements que la datation des mortiers par OSL, fournit plusieurs intervalles dont un qui est compatible avec les données archéologiques [9 av. J.-C., 72 ap. J.-C., Figure III-4].

III.1.3. Prélèvements réalisés

Une étude archéométrique des mortiers provenant des soubassements du château a été réalisée dans le cadre de programme de recherche (PCR 2011-2013) *Antipolis, des origines au royaume des Francs* dirigé par Eric Delaval, M. Bats, L. Mercuri et R. Thernot. La tentative de dater des mortiers par OSL a ici un double intérêt: d'acquérir des données qui contribuent au développement de la méthodologie de datation des mortiers par OSL de l'usage plus général et confirmer l'ancienneté de la

maçonnerie antique (Figure III-3). Tous les échantillons, présentés dans le Tableau III-1, ont été prélevés par carottage avec lubrification à l'eau, le diamètre des carottes étant 50 mm. Il s'agit de mortiers qui relient des pierres de petit appareil, comme visible sur les figures ci-dessous (Figure III-5 - Figure III-8). Le travail concernant la datation des mortiers d'Antibes par OSL a fait 'objet d'un article méthodologique dans la revue *Radiation measurements* (Guérin *et al.*, 2015).

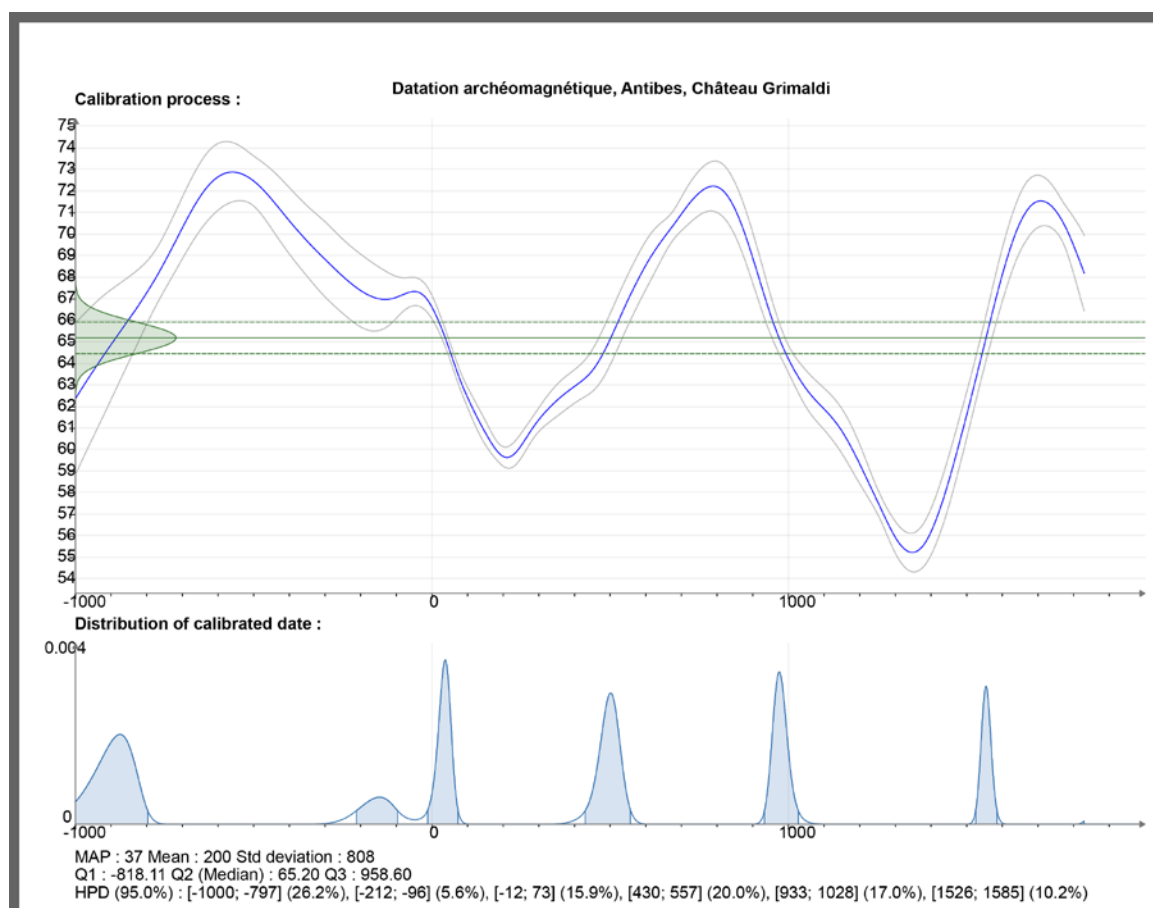


Figure III-4 : Résultat de la datation archéomagnétique des briques prélevées dans les soubassements du château Grimaldi. Calibration par le logiciel Chronomodel 1.1 La graphique présente l'ensemble des possibilités pour l'inclinaison mesurée à Antibes. Nous retiendrons un intervalle chronologique qui correspond à la période gallo-romaine (Lanos & Dufresne, 2013 ; Lanos *et al.*, 2015).

Nom	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 III-1 : Liste et spécification d'échantillons prélevés dans les soubassements du château Grimaldi.

III. CHAPITRE - Château Grimaldi, Antibes



Figure III-5 : Mur des soubassements gallo-romains échantillonné pour la datation par OSL.



Figure III-6 : Vue extérieur du château, face ouest avec des soubassements gallo-romains.

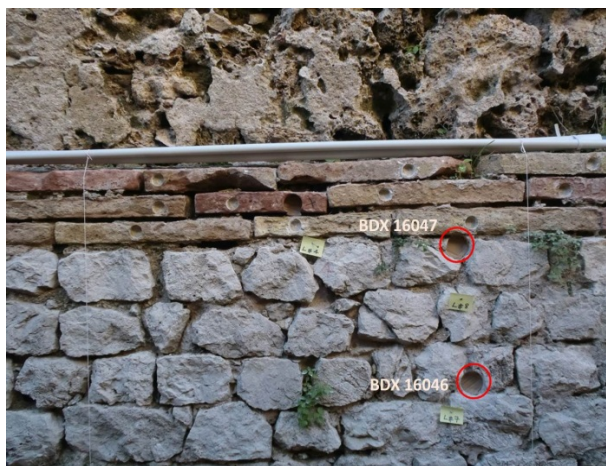


Figure III-7 : Localisation des prélèvements des mortiers BDX 16046 et BDX 16047.



Figure III-8 : Localisation du prélèvement du mortier BDX 16045.

III.2. Caractérisation préalable

III.2.1.1. Composition élémentaire

La composition des échantillons d'Antibes semble globalement homogène (Figure III-9). L'ensemble des mortiers analysés contient un 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 la teneur en SiO_2 la plus forte. Les mortiers sont assez riches en K_2O (2-3 %), les quantités étant uniformes 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 minoritaire d'autres minéraux que du quartz. L'échantillon BDX 16048 n'a pas été analysé.

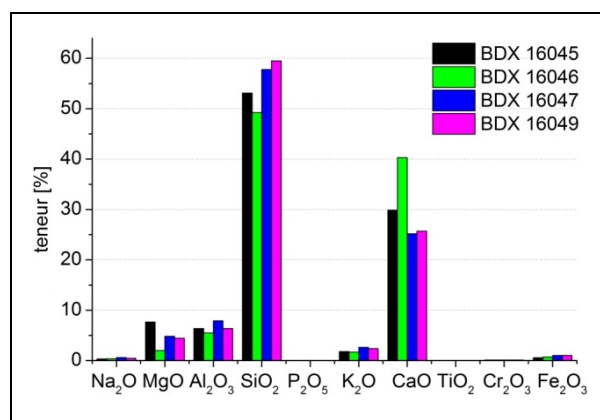


Figure III-9 : Histogramme de composition des mortiers d'Antibes (exprimé en pourcentage d'oxydes).

III.2.2. Microstructure

L'observation préliminaire à l'œil nu ne montre aucune différence notable entre les cinq mortiers étudiés. Etant donné que la microstructure des mortiers d'Antibes est très similaire, l'ensemble des échantillons est représenté par les photos de la lame mince du mortier BDX 16045 (Figure III-10). Le caractère de ces mortiers est bien visible aussi dans la Figure III-11. Il s'agit de mortiers homogènes de couleur blanc, assez chargés essentiellement d'inclusions de type quartz. On note la présence de nombreux micas et de feldspaths repartis de façon homogène dans la matrice. Les grains ont une forme

III. CHAPITRE - Château Grimaldi, Antibes

plutôt anguleuse. La granulométrie est équilibrée et est bien répartie à travers les échantillons. Les minéraux majoritairement présents ont un diamètre inférieur à 1 mm avec la présence ponctuelle de grains de dimensions plus importantes (supérieure à 2 mm). On constate une densité importante de minéraux de quartz avec une dimension autour de 250 μm (les grains utilisés pour la datation).

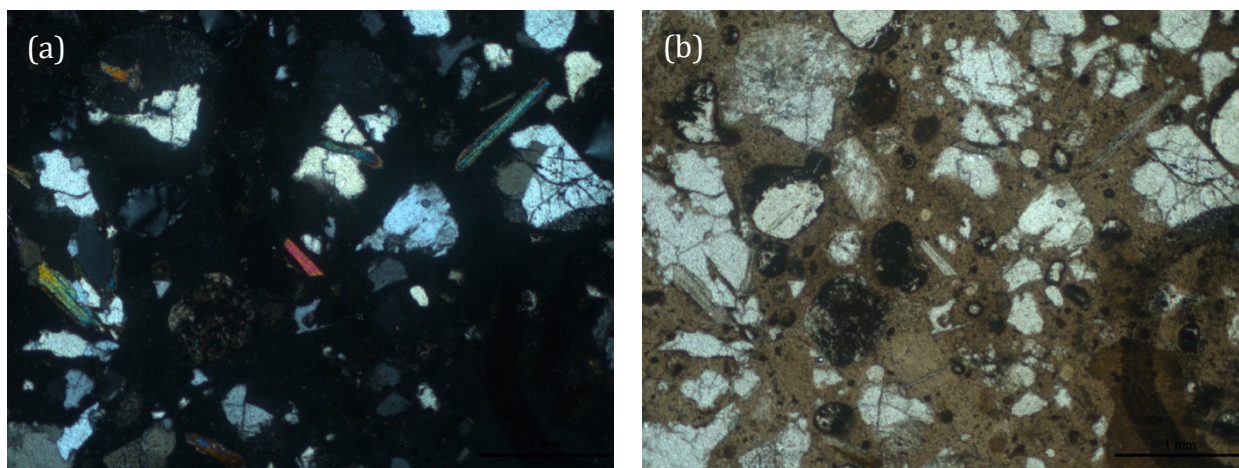


Figure III-10 : Observation (x50) de la lame mince de l'échantillon BDX 16045 en lumière polarisée analysée (a) et en lumière polarisée non-analysée (b).

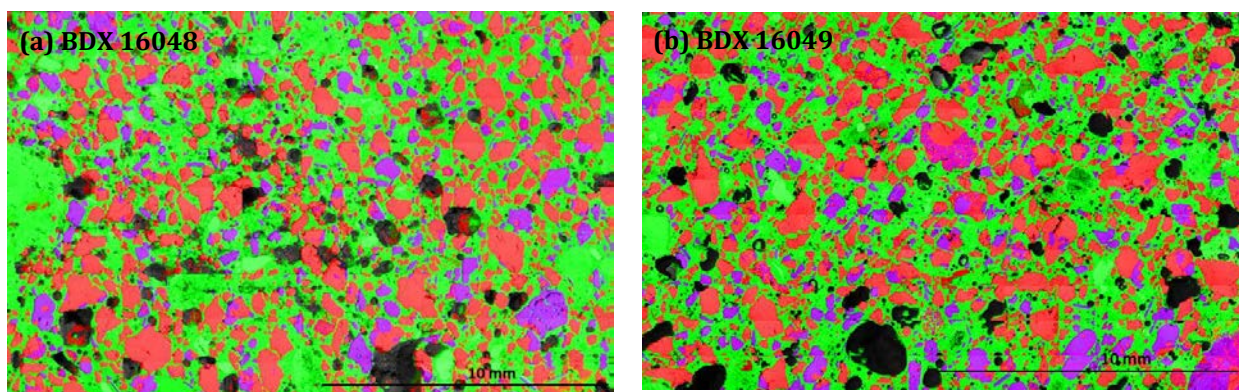


Figure III-11: Interprétation d'une cartographie élémentaire par EDX-MEB, effectuée sur les lames épaisses des échantillons BDX 16048 (a) et BDX 16049 (b), en fonction d'un élément majeur : en rouge - silicium (minéraux de quartz), en bleu - potassium (minéraux potassiques), en vert - calcium (liant calcaire).

III.2.3. Variabilité microdosimétrique

III.2.3.1. Cartographie EDX-MEB

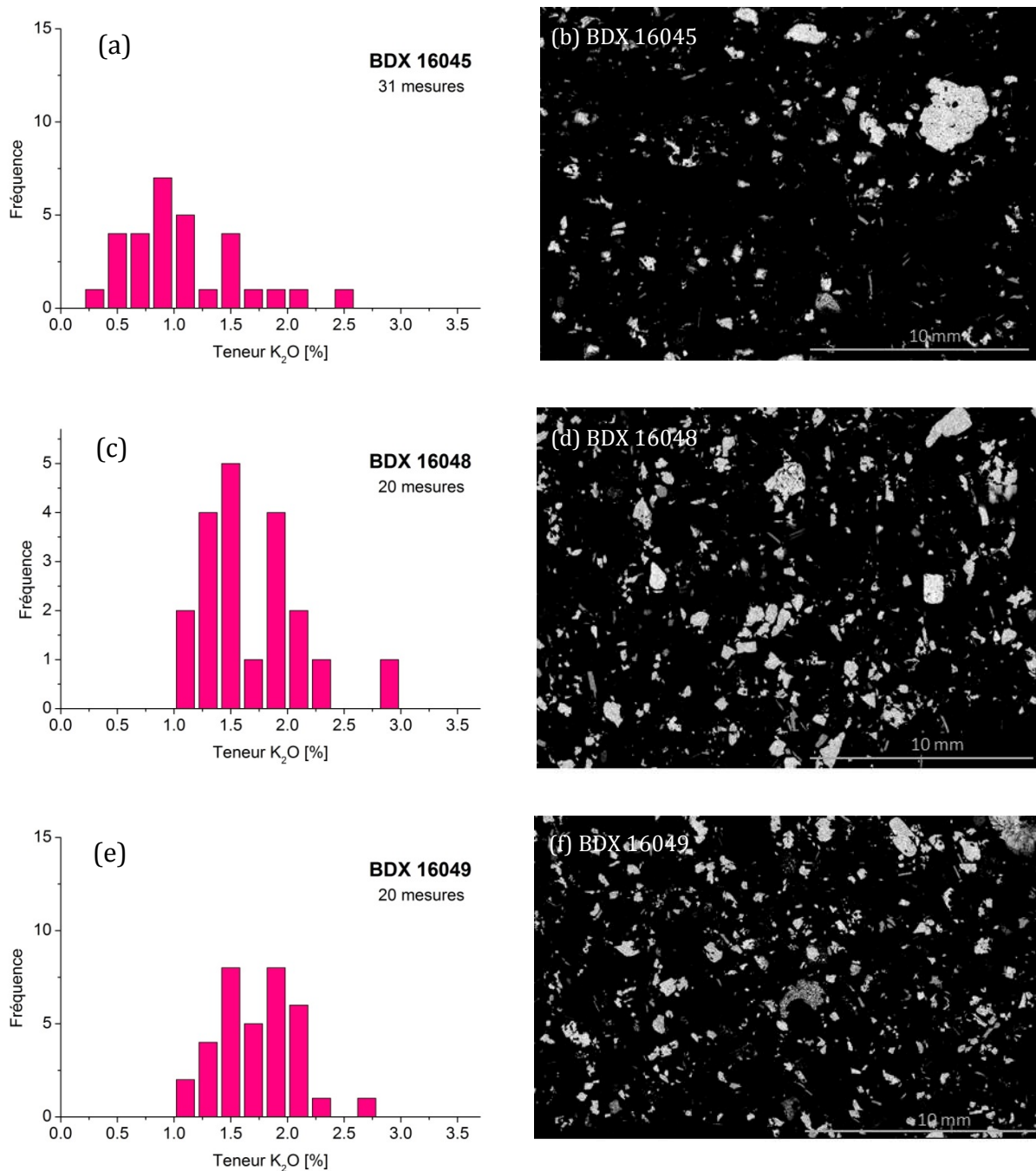


Figure III-12 : Histogrammes de distribution du potassium dans les mortiers d'Antibes basés sur les mesures ponctuelles du rayon de 2 millimètres réalisées autour des grains de quartz utilisés pour la datation (a, c, e) et images de répartition du potassium, obtenues par cartographie EDX-MEB (b, d, f). Le niveau de gris correspond au nombre de rayons X émis par potassium atteignant le détecteur en fonction d'un endroit analysé. Grandissement : 60. Taille du pixel : 0.03 mm.

III. CHAPITRE - Château Grimaldi, Antibes

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 de K_2O dans le mortier (voir sous-chapitre II.2.2. pour les détails). Les lames épaisses des échantillons BDX 16046 et BDX 16047 n'ont pas été préparées. La proportion de feldspaths potassiques dans les mortiers d'Antibes est assez importante (Figure III-12b, d et f). Il semble que ces minéraux sont répartis de façon relativement homogène dans la matrice. Selon les mesures ponctuelles, les teneurs en K_2O peuvent atteindre des valeurs comprises entre 0.40 à 2.42 % pour BDX 16045 (Figure III-12a), 0.24 à 2.72 % pour BDX 16048 (Figure III-12c) et 1.01-2.77 % pour BDX 16049 (Figure III-12e). On peut attendre des variations des doses archéologiques individuelles liées à la variabilité microdosimétrique. Nous avons également constaté la présence sporadique d'apatites de 50 μm en diamètre.

III.2.3.2. Imagerie beta

Les figures ci-dessus (Figure III-13 a-f) 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 qui sont distribués de manière relativement 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 points très clairs dans les images correspondent probablement aux apatites identifiés sporadiquement par EDX-MEB.

On remarque une zone lumineuse intense dans le mortier BDX 16045 (Figure III-13a) liée à la présence d'un gros gravillon radioactif visible sur la Figure III-13b. 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-19a). Néanmoins, l'apparition des éléments grossiers comme celle-ci est pour les mortiers d'Antibes exceptionnelle. Les autres mortiers ne représentaient pas ce type d'inclusions, ni dans les lames épaisses, ni dans la poudre utilisée après les traitements chimiques pour la datation. Ils peuvent ainsi être considérés homogènes.

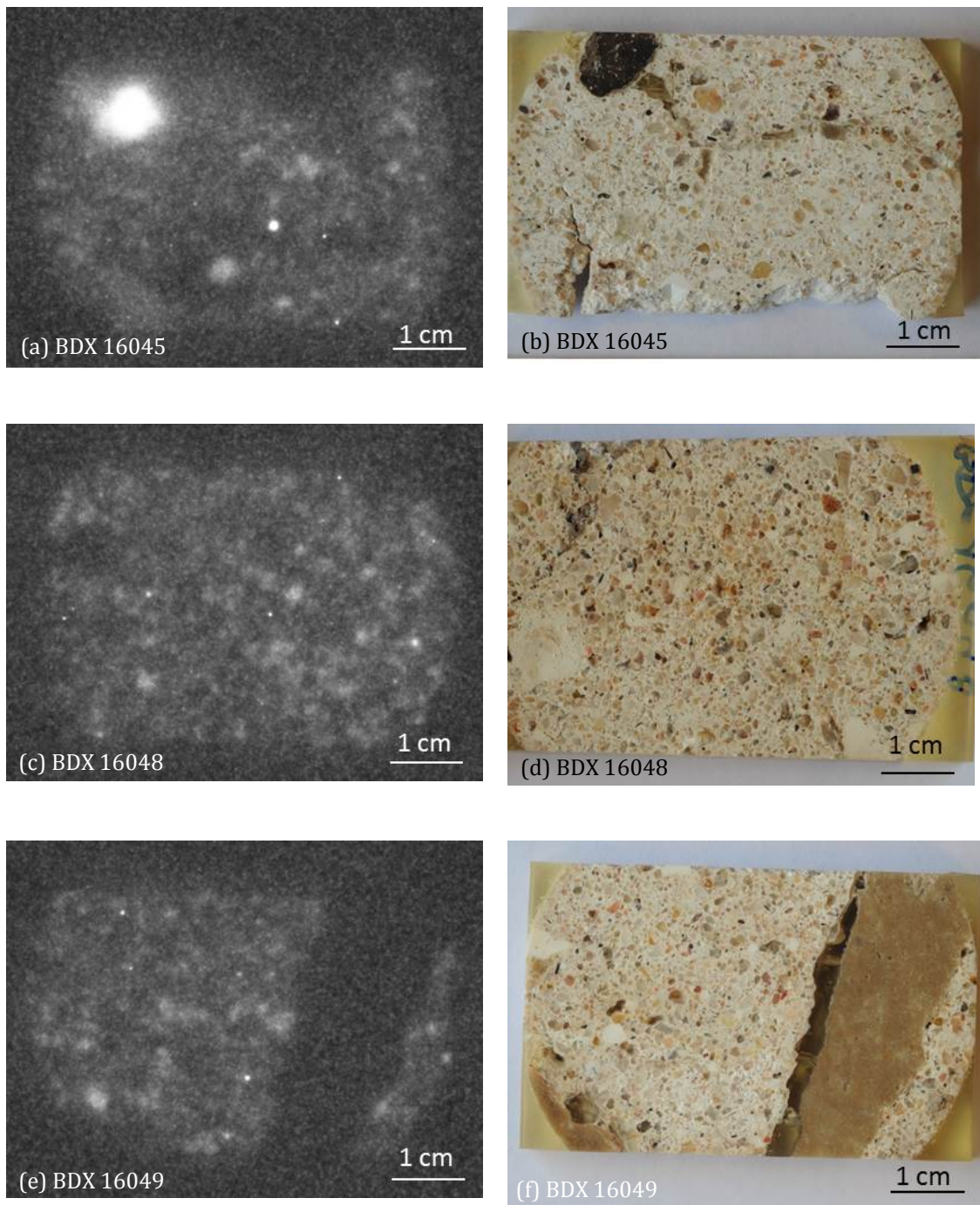


Figure III-13 : Images de l'autoradiographie beta (a, c, e) et les photos macroscopiques des mortiers correspondants (b, d, f). Les points plus clairs correspondent aux endroits plus radioactifs.

III.3. Datation par luminescence

III.3.1. Tests préliminaires

Compte tenu de l'homogénéité du groupe de mortiers d'Antibes et pour réduire le temps de mesure, le test de plateau et le test de transfert thermique ont été effectués sur un seul échantillon de série. Le test de plateau d'un échantillon BDX 16045 (Figure III-14) n'a montré aucune dépendance de la dose déterminée avec la température de préchauffe. Pour un ensemble de disques mesurés, on constate à la température de préchauffe de 240°C que la variation des doses archéologiques individuelles est la moins importante. Le choix de cette température semble donc convenable.

Selon le test de transfert thermique (Figure III-15) effectué ici sur des disques de multigrain blanchis artificiellement pour un échantillon BDX 16045, les températures inférieures ou égales à 240°C ne provoquent aucun transfert thermique notable. A partir de 260°C, on constate une croissance légère du signal. Cette tendance a aussi été observée par de nombreux chercheurs pour des grains de quartz « jeunes » (par ex. Murray & Clemmensen, 2001; Rhodes, 2000; Madsen *et al.*, 2001; Medialdea *et al.*, 2014).

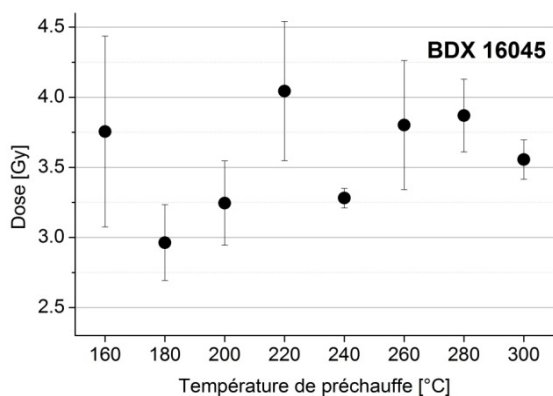


Figure III-14 : Test de plateau pour le mortier BDX 16045. Le test consiste aux mesures de la dose archéologique à plusieurs températures de préchauffe effectuées sur des disques de multigrain. Chaque point du graphique représente la moyenne des six mesures indépendantes.

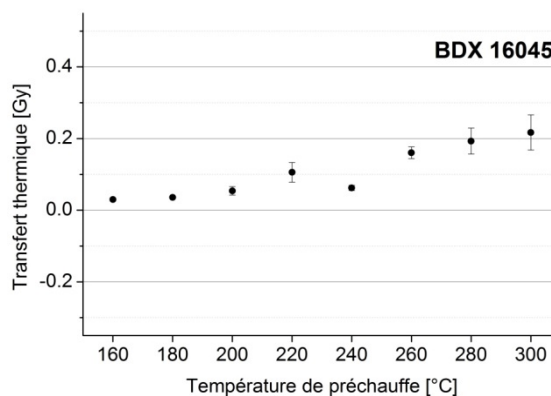


Figure III-15 : Test de transfert thermique pour le mortier BDX 16045. Le test consiste aux mesures de la dose provoquée par le transfert thermique à plusieurs températures de préchauffe effectuées sur des disques de multigrain blanchis artificiellement au laboratoire. Chaque point du graphique représente la moyenne des six mesures indépendantes.

Les mesures de LM-OSL d'un échantillon BDX 16045 ont confirmé la prédominance d'une composante rapide dans le signal (Figure III-16). La proportion de grains luminescents varie entre 3.9 et 5 % selon l'échantillon. 80 % de la luminescence enregistrée provient de 30 % des grains (Figure III-17). Les 70 % restants grains donnent un signal de très faible intensité et ne contribuent pas considérablement au signal détecté.

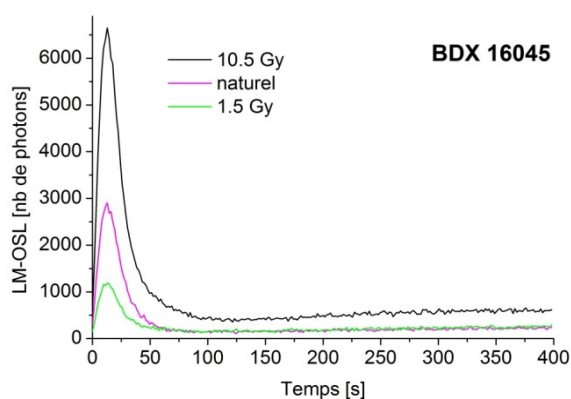


Figure III-16 : Mesure d'un signal du quartz du mortier BDX 16045 en augmentant linéairement la puissance (LM-OSL). La forme de la courbe indique que le signal est largement dominé par une composante rapide du signal (observable lors des premières secondes d'excitation).

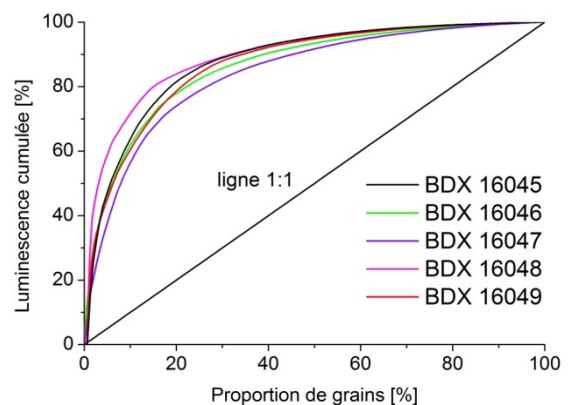


Figure III-17 : Luminescence cumulée du signal naturel en fonction de la proportion de grains luminescents. La ligne 1:1 représente la situation où tous les grains luminescents contribuent de façon équilibrée à la luminescence.

Les résultats des tests *recovery* effectués sur des disques de monograin blanchis artificiellement au simulateur solaire et irradiés par une dose de 9.6 Gy sont présentés sur la Figure III-18. La représentation graphique des distributions de grains mesurés est accompagnée par les valeurs de la dose (CAM) et de l'*over-dispersion* (OD) calculées à partir du modèle d'âge central pour le nombre de grains notée n . Le *dose recovery ratio* est notée *DR ratio*. Les distributions des doses individuelles mesurées indiquent une répartition homogène autour de la dose *recovery* recherchée. La valeur du *dose recovery ratio* rentre dans les limites 0.9-1.1, le *dose recovery ratio* moyenne étant égale à 1.04. L'ensemble de paramètres de mesure utilisés pour les tests *recovery* est donc considéré convenable pour la détermination de la dose archéologique (Tableau III-2).

III. CHAPITRE - Château Grimaldi, Antibes

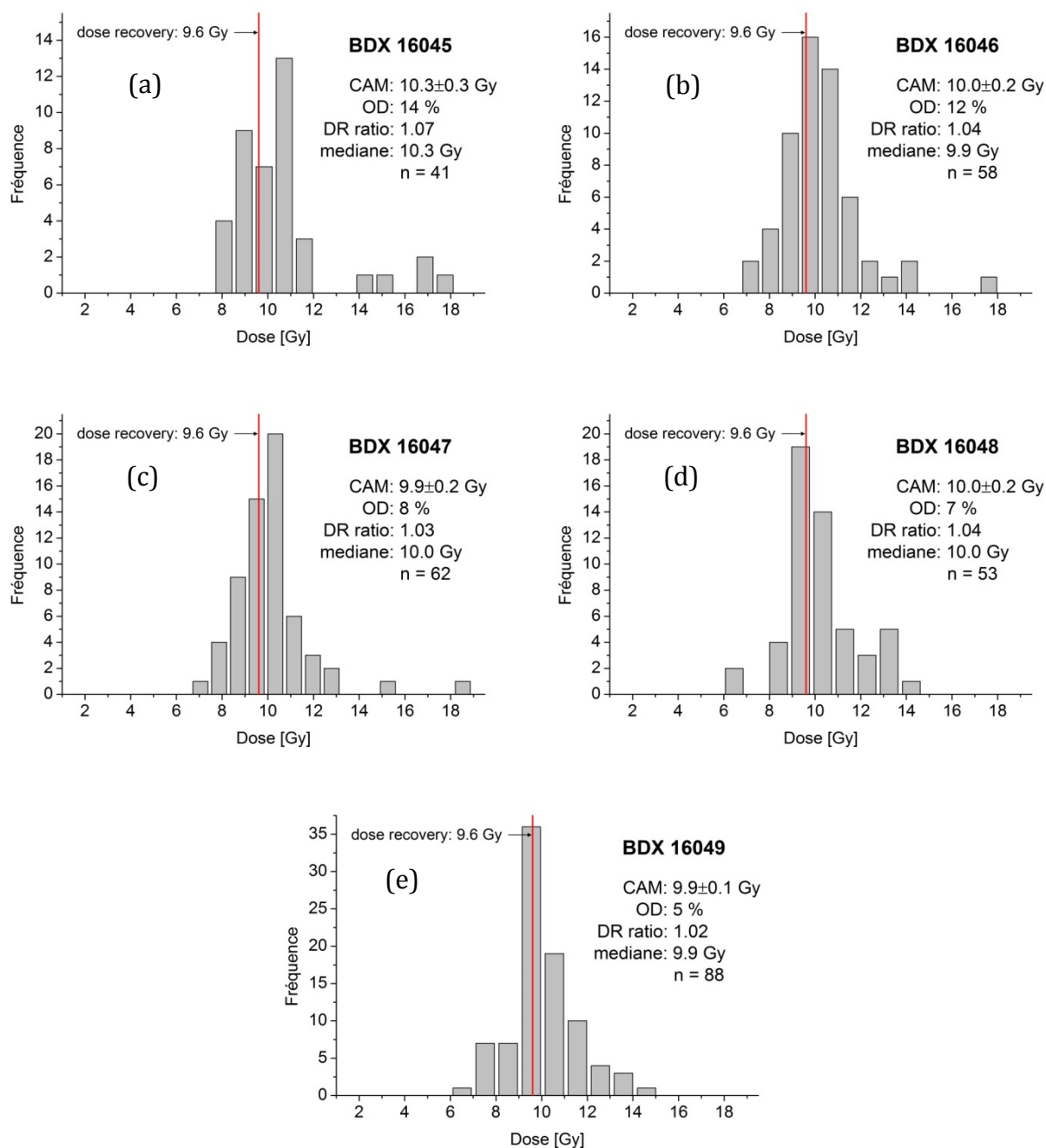


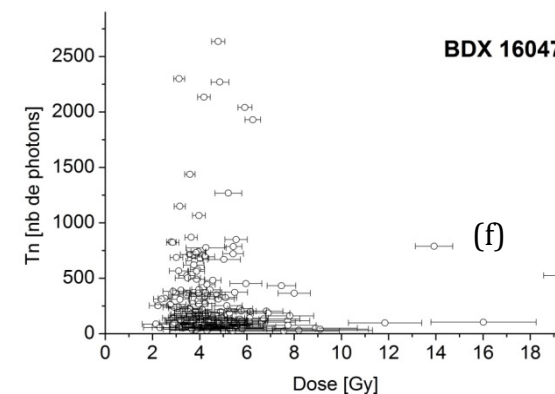
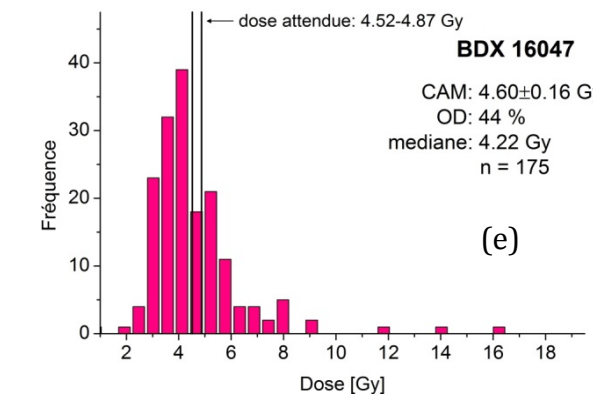
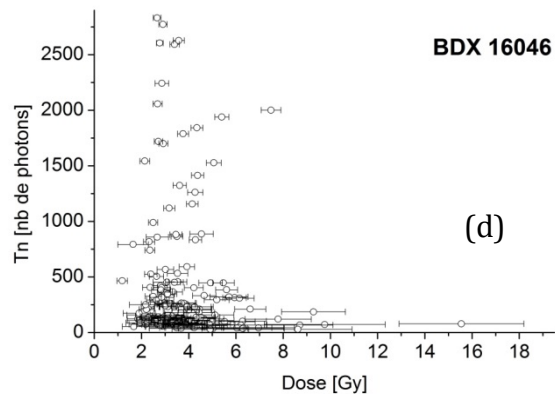
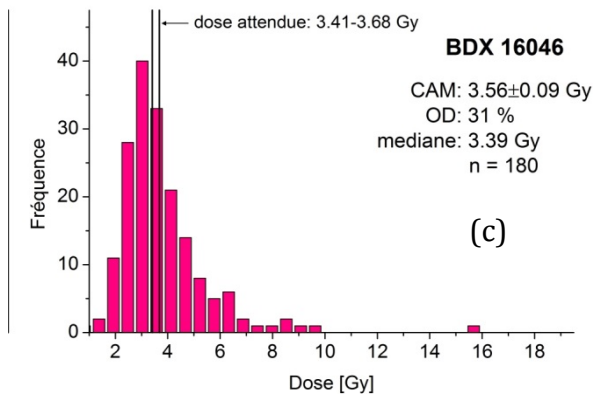
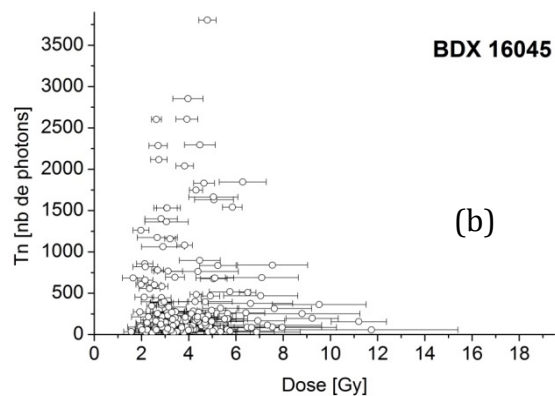
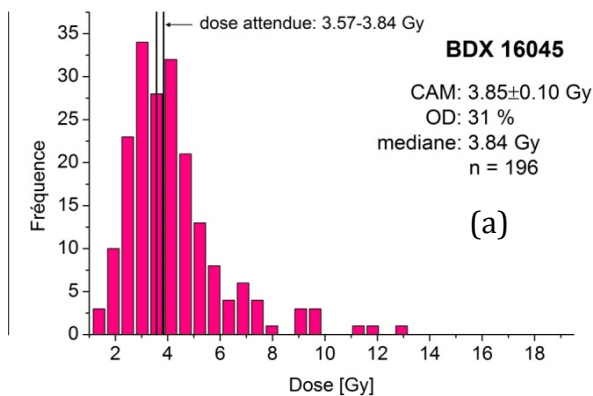
Figure III-18 : Histogrammes des distributions de doses mesurées pour des grains individuels lors de tests de *recovery*. La dose recherchée (CAM) et l'*over-dispersion* (OD) pour le nombre de grains n sont calculés en utilisant le modèle d'âge central. DR ratio représente le rapport entre la dose calculée (CAM) et la dose *recovery*.

Préchauffe T ₁ [°C]	Préchauffe T ₂ [°C]	Dose test [Gy]	Doses de régénération [Gy]
240	190	4.8	4.8, 9.6, 14.4, 19.2, 0, 4.8

Tableau III-2 : Paramètres de mesure choisis pour la détermination de la dose archéologique.

III.3.2. Détermination de la dose archéologique

Les distributions des doses archéologiques individuelles pour la série de mortiers d'Antibes sont symétriques (Figure III-19). A part quelques grains sporadiques, 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.



III. CHAPITRE - Château Grimaldi, Antibes

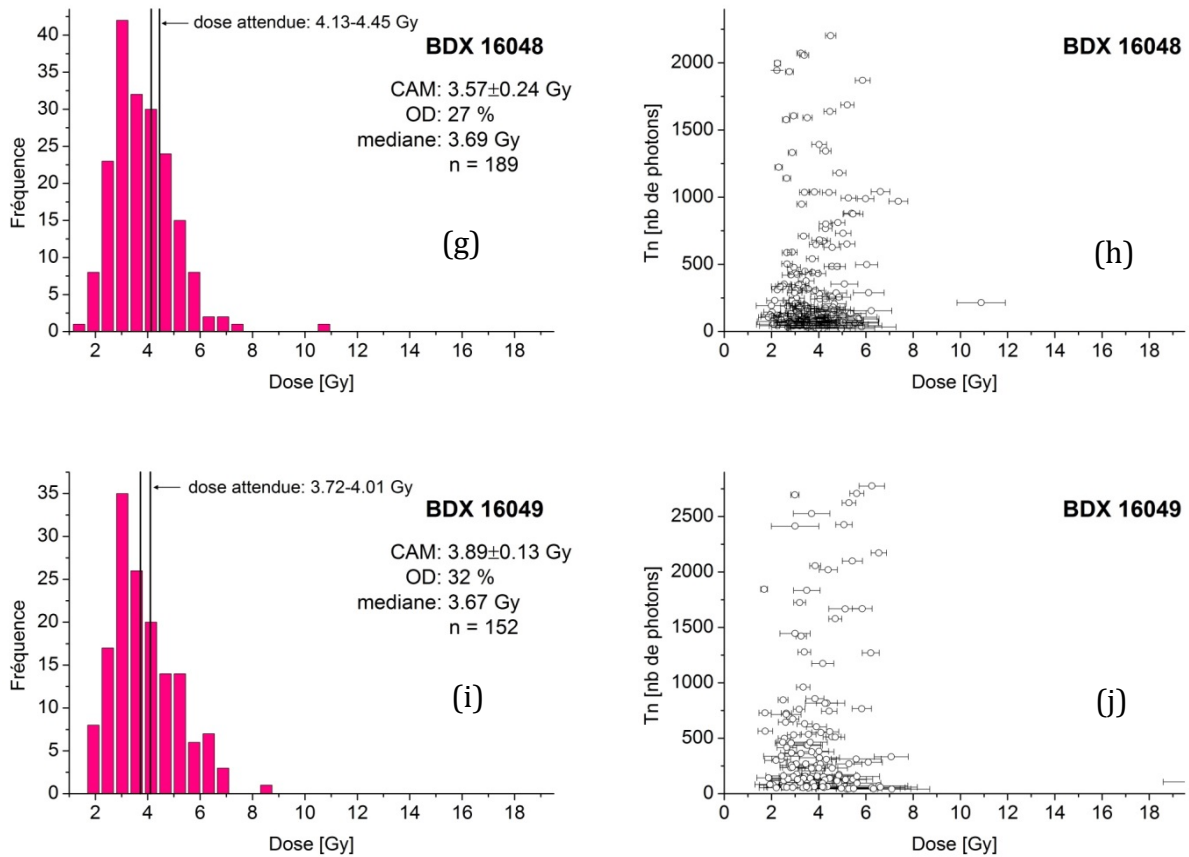


Figure III-19: Histogrammes des distributions de doses archéologiques individuelles (a, c, e, g, i), accompagnés des graphiques de T_n (*dose test* après le signal naturel) en fonction de la dose (b, d, f, h, j). La dose archéologique moyenne (CAM) et l'*over-dispersion* (OD) pour le nombre de grains n est calculée en utilisant le modèle d'âge central (CAM).

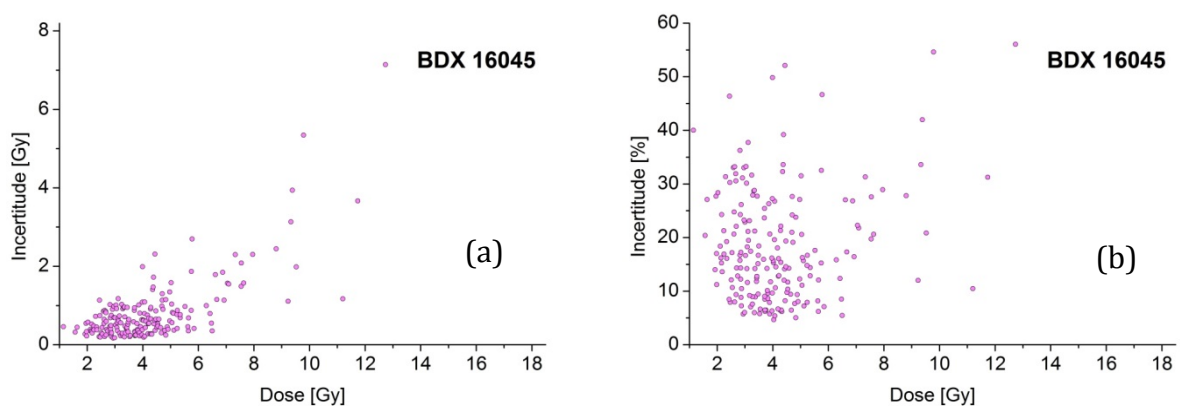


Figure III-20 : Distribution des incertitudes absolues (a) et relatives (b) en fonction de la dose mesurée pour des grains individuelles du mortier BDX 16045.

On constate la croissance d'incertitudes absolues en fonction de la dose mesurée (Figure III-20a). Aucune tendance particulière n'est observée dans la distribution des

incertitudes relatives en fonction de la dose mesurée (Figure III-20b). Cela est une condition préalable pour que le résultat d'un modèle d'âge central (CAM) (qui sera utilisé dans cette étude de cas), puisse être considéré comme convenable. La majorité de grains est associée à une incertitude comprise entre 5 et 20 %. Le nombre de grains avec des incertitudes relatives supérieurs à 30 % est faible.

Les résultats complets sont résumés dans les tableaux ci-dessous. Pour déterminer la dose archéologique, environ 4000 grains par échantillon ont été mesurés, dont entre 3.9 et 5 % donnent un signal. La moyenne arithmétique et la médiane sont, pour ce cas d'étude, assez proches de la dose archéologique attendue (Tableau III-3).

Nom	Grains mesurés		Grains luminescents		Dose attendue [Gy]	Moyenne arithmétique [Gy]	Médiane [Gy]
	Nb	%	Nb	%		Tous les grains	Tous les grains
BDX 16045	4085	100	200	5.0	3.57-3.84	4.21±0.03	3.87
BDX 16046	3800	100	193	5.0	3.41-3.68	4.32±0.03	3.42
BDX 16047	3800	100	179	4.8	4.52-4.87	5.38±0.03	4.22
BDX 16048	3990	100	205	4.9	4.13-4.45	4.03±0.03	3.73
BDX 16049	4085	100	163	3.9	3.72-4.01	4.06±0.03	3.65

Tableau III-3 : Récapitulatif des analyses des mortiers d'Antibes avec les nombres et les proportions de grains mesurés et de grains luminescents. La dose attendue est comparée avec la moyenne arithmétique et avec la médiane de distribution correspondante des doses.

Afin d'évaluer l'influence des critères de sélection (voir sous-chapitre II.6.2) à la dose archéologique calculée, le modèle d'âge central (CAM) a été appliqué à trois séries de grains (Tableau III-4). Une première série (notée dans le Tableau III-4 « sans sélection ») contient tous les grains qui donnent un signal. Une deuxième série (notée dans le Tableau III-4 « critères a, b, c ») a été obtenue en appliquant les premiers trois critères de sélection, rejetant entre 4 et 16 grains par rapport de la première série. Les raisons de rejection correspondent à l'incertitude relative du *recycling ratio* et de la *dose test* après la mesure du signal naturel supérieure à 25 %. Aucun grain n'a fourni le signal inférieur à 3 écart-types sur le bruit de fond. Les différences entre la dose archéologique calculée à partir de la première et de la deuxième série sont relativement négligeables et n'excèdent pas 0.11 Gy. Cela fait varier l'âge au maximum de 47 ans. Une troisième série (notée dans le Tableau III-4 « critères a, b, c, d ») a été obtenue en ajoutant, par rapport à la deuxième série, le quatrième critère de sélection (l'incertitude relative de la dose archéologique individuelle est inférieure à 30 %). L'application de ce critère, menant à

III. CHAPITRE - Château Grimaldi, Antibes

une rejection de 12 à 28 grains, a causé une diminution de la dose archéologique moyenne de 0.14 à 0.39 Gy. L'utilisation de ce critère conduit donc à une légère sous-estimation de la dose archéologique.

Modèle d'âge central												
grains retenus selon les différents critères de sélection (sous-chapitre II.6.2)												
Nom	Sans sélection		Critères a,b,c		Critères a,b,c,d		Dose centrale [Gy]			Over-dispersion [%]		
	Nb	%	Nb	%	Nb	%	Sans sélection	Critères a,b,c	Critères a,b,c,d	Sans sélection	Critères a,b,c	Critères a,b,c,d
BDX 16045	200	5.0	196	4.8	167	4.1	3.86±0.10	3.85±0.10	3.53±0.08	31±2	31±2	23±2
BDX 16046	193	5.0	180	4.6	159	4.7	3.65±0.10	3.56±0.09	3.28±0.07	35±2	31±2	21±2
BDX 16047	179	4.8	175	4.7	163	4.6	4.49±0.17	4.60±0.16	4.21±0.09	44±3	43±3	22±2
BDX 16048	205	4.9	189	4.5	176	4.7	3.57±0.24	3.66±0.08	3.52±0.07	27±5	27±2	23±2
BDX 16049	163	3.9	152	3.6	133	3.7	3.80±0.11	3.89±0.13	3.50±0.09	32±2	36±2	22±2

Tableau III-4 : Résultats du calcul de la dose archéologique moyenne en appliquant le modèle d'âge central (CAM) aux trois séries des données suivant des différents critères de sélection (sous-chapitre II.6.2). Les analyses ont été réalisées en monograin.

Les valeurs de l'*over-dispersion* entre la première et la deuxième série varient très peu, la valeur moyenne étant égale à 34 %. La valeur de l'*over-dispersion* pour la troisième série est significativement plus petite (autour de 22 %), ce qui reflète le fait d'avoir rejeté des grains avec des incertitudes relatives trop grandes et donc d'avoir réduit la dispersion parmi des données mesurées. 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 celle de la dose *recovery* (de 5 à 14 %). La variabilité des doses archéologiques individuelles pour les échantillons naturels indique la présence d'un facteur externe, ici probablement les effets microdosimétriques comme discuté dans le sous-chapitre 0.

Afin de comparer les analyses de monograin et multigrain pour un mortier bien blanchi, la dose archéologique a été déterminée aussi par une technique classique de multigrain (Tableau III-5). Sauf l'échantillon BDX 16049 avec une dose archéologique sous-estimée, des résultats de multigrain sont en bon accord avec la dose archéologique attendue. Les mortiers d'Antibes pourraient donc être datés aussi par cette technique. Les valeurs de l'*over-dispersion* de 15 à 26 % sont moins élevées que pour les mesures de monograin, ce qui reflète bien l'effet moyennant de l'analyse de multigrain.

Nom	Nb de discs	Dose centrale [Gy]	Over-dispersion [%]
BDX 16045	21	3.78±0.21	25±4
BDX 16046	24	3.69±0.20	26±4
BDX 16047	22	4.54±0.15	15±2
BDX 16048	23	4.01±0.16	18±3
BDX 16049	24	3.30±0.10	15±2

Tableau III-5 : Résultats du calcul de la dose archéologique moyenne en utilisant le modèle d'âge central. Tous les disques ont été pris en compte dans le calcul. Les analyses ont été réalisées en multigrain.

III.3.3. Détermination de la dose annuelle

Les concentrations en radioéléments présentées dans le Tableau III-6 déterminées par la spectrométrie gamma varient légèrement parmi les cinq échantillons. Aucune tendance particulière n'est constatée par rapport à la distance de l'échantillon au-dessus du sol.

Les teneurs en K et Th sont moins élevées pour BDX 16045 et BDX 16046 que pour le reste d'échantillons (Figure III-21a). Il s'agit de mortiers qui sont moins poreux. Supposant que ces radioéléments sont contenus essentiellement dans la charge, cette observation peut indiquer deux groupes de mortier avec la quantité de chaux plus importante pour les échantillons BDX 16045 et BDX 16046.

Le ^{210}Pb et le ^{226}Ra sont en déséquilibre à l'avantage de ^{226}Ra avec le rapport $^{226}\text{Ra}/^{210}\text{Pb}$ 1.27 pour BDX 16046, 1.46 pour BDX 16047 et 1.42 pour BDX 16048 (Figure III-21b). Cela indique qu'une perte du radon se produit au cours 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 la perte du radon a été permanente depuis la construction de la structure. Les âges seront donc calculés en prenant en compte ce phénomène.

Le ^{238}U et le ^{226}Ra sont légèrement en déséquilibre sans aucune tendance particulière prononcée (Figure III-21c). Aussi, les rapports U/Th et Ra/Th montrent une très faible variabilité de U/Th et une variabilité significative de Ra/Th (Figure III-21d). Néanmoins, le nombre d'échantillons est insuffisant pour pouvoir interpréter l'origine d'un tel déséquilibre à savoir s'il s'agit d'une altération de la concentration en uranium ou de celle du radium. Etant donné que la teneur en radium varie plus que la teneur en potassium, on aurait tendance de dire que cet déséquilibre provient du radium.

III. CHAPITRE - Château Grimaldi, Antibes

Nom	Saturation en eau [%]	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 III-6 : Teneurs en radioéléments déterminées par spectrométrie gamma à bas de bruit de fond.

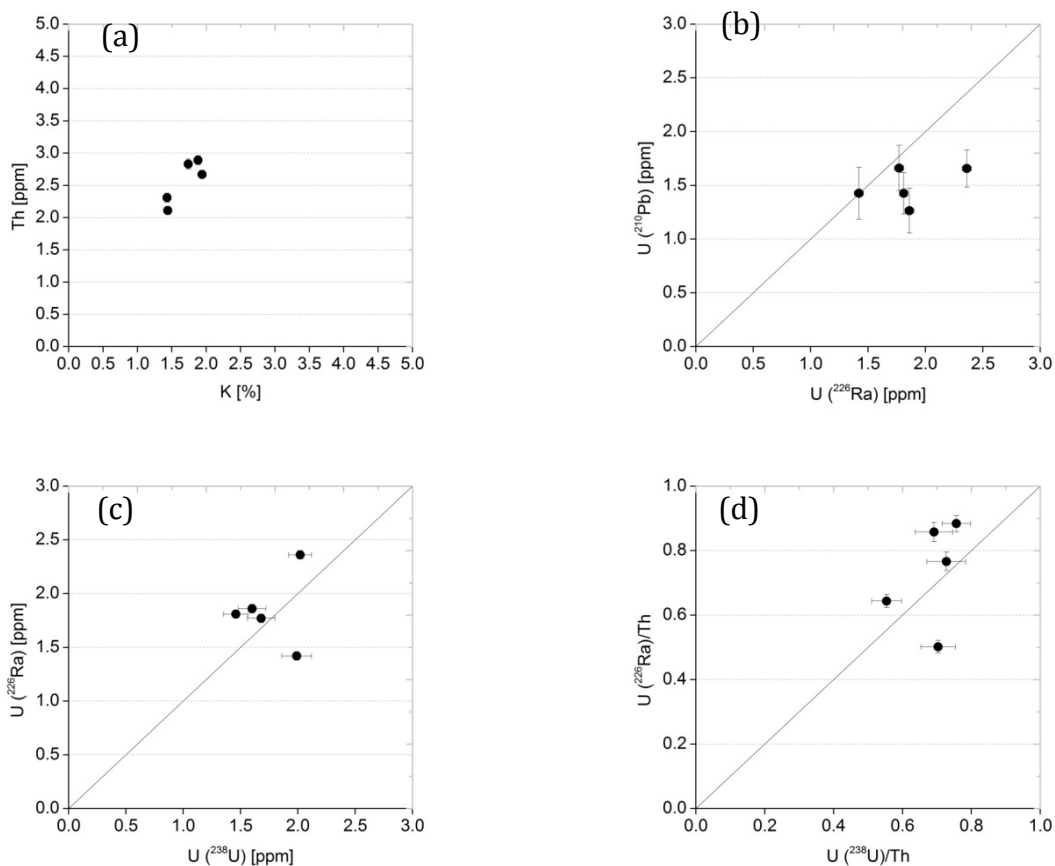


Figure III-21 : Représentation graphique des teneurs en radioéléments et des états d'équilibre de l'uranium.

On constate une corrélation négative entre la teneur en calcaire et celle du thorium. Cela indique que ces radioéléments sont portés principalement par la phase silicatée (Figure III-22).

Les grains de quartz des dimensions entre 200 et 250 μm utilisés pour les mesures d'OSL ont été étudiés par microscopie électronique à balayage. L'analyse n'a montré aucune présence « inclusions polluantes » à l'intérieur des grains de quartz (Figure III-23). On appelle des inclusions « polluantes » les minéraux très radioactifs tels

que les zircons ou les fragments de granit. Leur présence pourrait produire localement des fortes irradiations de grains de quartz et provoquer donc des variations microdosimétriques assez importantes.

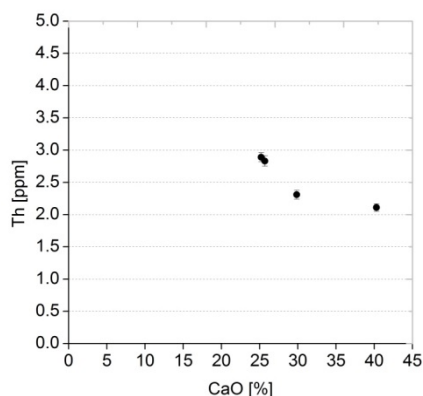


Figure III-22 : Représentation graphique de la corrélation négative entre la teneur en thorium et en calcium.

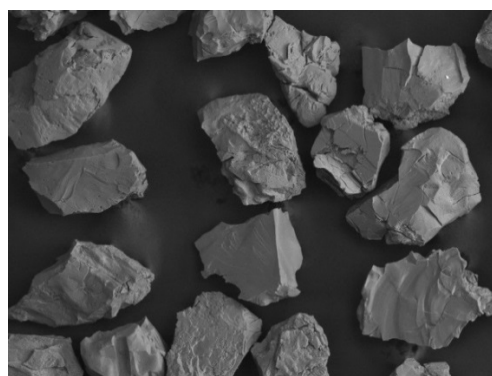


Figure III-23 : Image électronique (MEB) des grains de quartz des dimensions entre 200 et 250 µm de l'échantillon BDX 16045.

Le Tableau III-7 résume toutes les contributions à la dose annuelle. Les valeurs de la dose annuelle environnementale obtenues par la dosimétrie *in situ* sont assez cohérentes pour les cinq échantillons de mortier et relativement peu élevées. La dose annuelle totale déterminée se trouve autour de 2 mGy par an.

Nom	Dose annuelle alpha			Dose annuelle beta			I _{environnementale} ^c	I _{total}
	Inclusions ^a	Matrice ^b	Total	Inclusions ^a	Matrice ^b	Total		
BDX 16045	-	0.02	0.02±0.01	-	1.25	1.25±0.04	0.56±0.01	1.83±0.06
BDX 16046	-	0.02	0.02±0.01	-	1.23	1.23±0.05	0.50±0.01	1.75±0.07
BDX 16047	-	0.02	0.02±0.01	-	1.46	1.46±0.11	0.84±0.03	2.32±0.17
BDX 16048	-	0.03	0.03±0.01	-	1.61	1.61±0.09	0.49±0.01	2.12±0.13
BDX 16049	-	0.02	0.02±0.01	-	1.37	1.37±0.08	0.53±0.02	1.91±0.11

^a suite aux analyses de grains de quartz en MEB qui n'ont montré aucune présence d'inclusions radioactives à l'intérieur de grains, les contributions α et β internes aux grains sont considérées négligeables

^b contributions α et β mesurées par la spectrométrie gamma à bas bruit de fond

^c contributions γ et cosmique mesurées par dosimétrie *in situ*

Tableau III-7 : Récapitulatif des différentes contributions à la dose annuelle (débit de dose en mGy/an).

III.4. Discussion

Les dates obtenues pour les mortiers d'Antibes sont récapitulées dans le Tableau III-8. Il s'agit de mortiers bien blanchis, et ainsi facilement datables, ce que confirment aussi les datations en multigrain. Les doses annuelles ont été corrigées en considérant la perte de radon permanente depuis la construction de la structure. La date calculée à partir d'un ensemble de cinq échantillons comme la moyenne pondérée est égale à l'année 22 ap. J.-C. avec une incertitude associée de 98 ans.

Les résultats sont en bon accord avec les intervalles déterminés par archéomagnétisme (Figure III-4) et confirment les hypothèses archéologiques soulevées. On constate donc un bon recouvrement des dates obtenues par toutes les approches ce qui est particulièrement encourageant pour l'application d'OSL aux mortiers étudiée dans ce travail.

Château Grimaldi, Antibes (Alpes Maritimes, France)								
Nom	Âge attendu [années]	Teneur en eau ⁱ [%]	Dose annuelle ⁱⁱ [mGy/an]	Dose archéo ⁱⁱⁱ [Gy]	Nb de grains pris en compte	σ [%]	Âge [années]	Date [années]
BDX 16045	1950-2100	5.0±2.5	1.83±0.06	3.85±0.10	196	31±2	2102±100	-86±100
BDX 16046	1950-2100	6.0±3.0	1.72±0.07	3.56±0.09	180	31±2	2078±104	-62±104
BDX 16047	1950-2100	13.0±6.5	2.28±0.16	4.60±0.16	175	43±3	2000±137	16±137
BDX 16048	1950-2100	10.0±5.0	2.07±0.13	3.66±0.08	189	27±2	1800±110	216±110
BDX 16049	1950-2100	13±6.5	1.92±0.13	3.89±0.13	152	36±2	1833±156	183±156

ⁱ teneur en eau prise en compte pour le calcul d'âge, exprimée comme le pourcentage de la valeur de saturation en eau

ⁱⁱ dose annuelle a été corrigé en prenant en compte la perte de radon permanente depuis la construction

ⁱⁱⁱ dose archéologique a été calculée à partir de grains sélectionnés suivant les critères a,b,c

Tableau III-8 : Récapitulatif des datations des mortiers prélevés dans les soubassements du château Grimaldi à Antibes.

IV. CHAPITRE

Thermes de *Longeas*, Chassenon

IV.1 Introduction

IV.2 Caractérisation préalable

IV.3 Datation par luminescence

IV.4 Discussion

IV.1. Introduction

IV.1.1. Présentation du site

Les thermes de Chassenon, appelés anciennement *thermes de Longeas* dans l'agglomération antique de *Cassinomagus* (Chassenon aujourd'hui) sont situés dans le nord-est du département de la Charente (Figure IV-1). Cet établissement balnéaire constitue une partie de l'ensemble monumental (thermes, temples, édifices de spectacle) qui occupe une place importante : aire de 18 ha, soit le quart de l'espace urbain le plus dense, dans la partie est de l'agglomération. Il s'agissait de thermes doubles à fonction hygiénique et curative, alimentés par l'Aqueduc de *Cassinomagus* (Figure IV-2). Le bâtiment est construit, pour toute sa partie ouest, sur une série de salles voûtées qui permettent de rattraper la dénivellation naturelle du terrain. Elles définissent le niveau de service qui comprend de plus les salles de chauffe, la cour et la galerie nord (Figure IV-3). La circulation des usagers se faisait au-dessus, au premier niveau, caractérisé par la multiplication des salles froides (*frigidaria*), des palestres, et la présence de deux grandes piscines d'eau chaude au sud-ouest (Figure IV-4). Les thermes servaient avant tout de « bains d'entrée » au sanctuaire voisin, c'est-à-dire de lieu où l'on effectuait les ablutions purificatrices préalables aux rites, sacrifices et banquets. À cette fonction hygiénique et symbolique, s'ajoutait aussi un rôle thérapeutique (Hourcade et Maurin 2013).

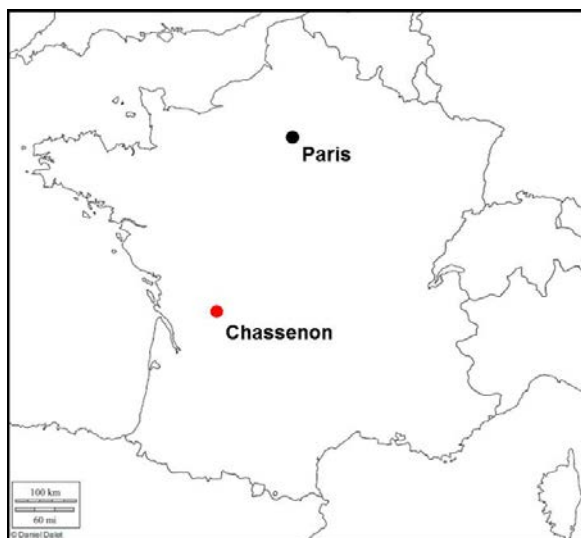


Figure IV-1 : Situation géographique de Chassenon.



Figure IV-2 : Intérieur des thermes, piscine chaude.

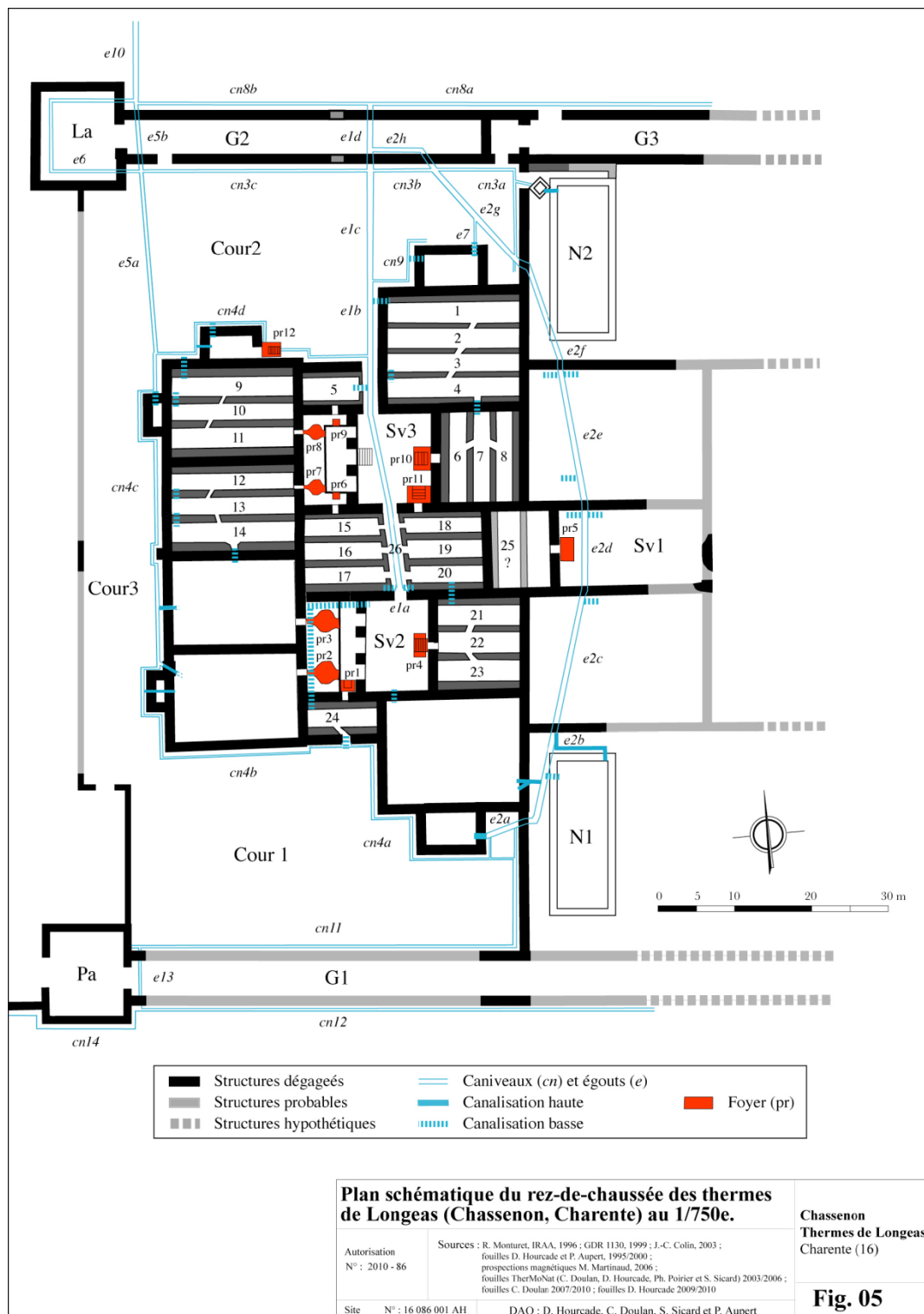


Figure IV-3 : D'après Hourcade, Rapport de fouille annuelle, 2010.

IV. CHAPITRE - Thermes de Longeas, Chassenon

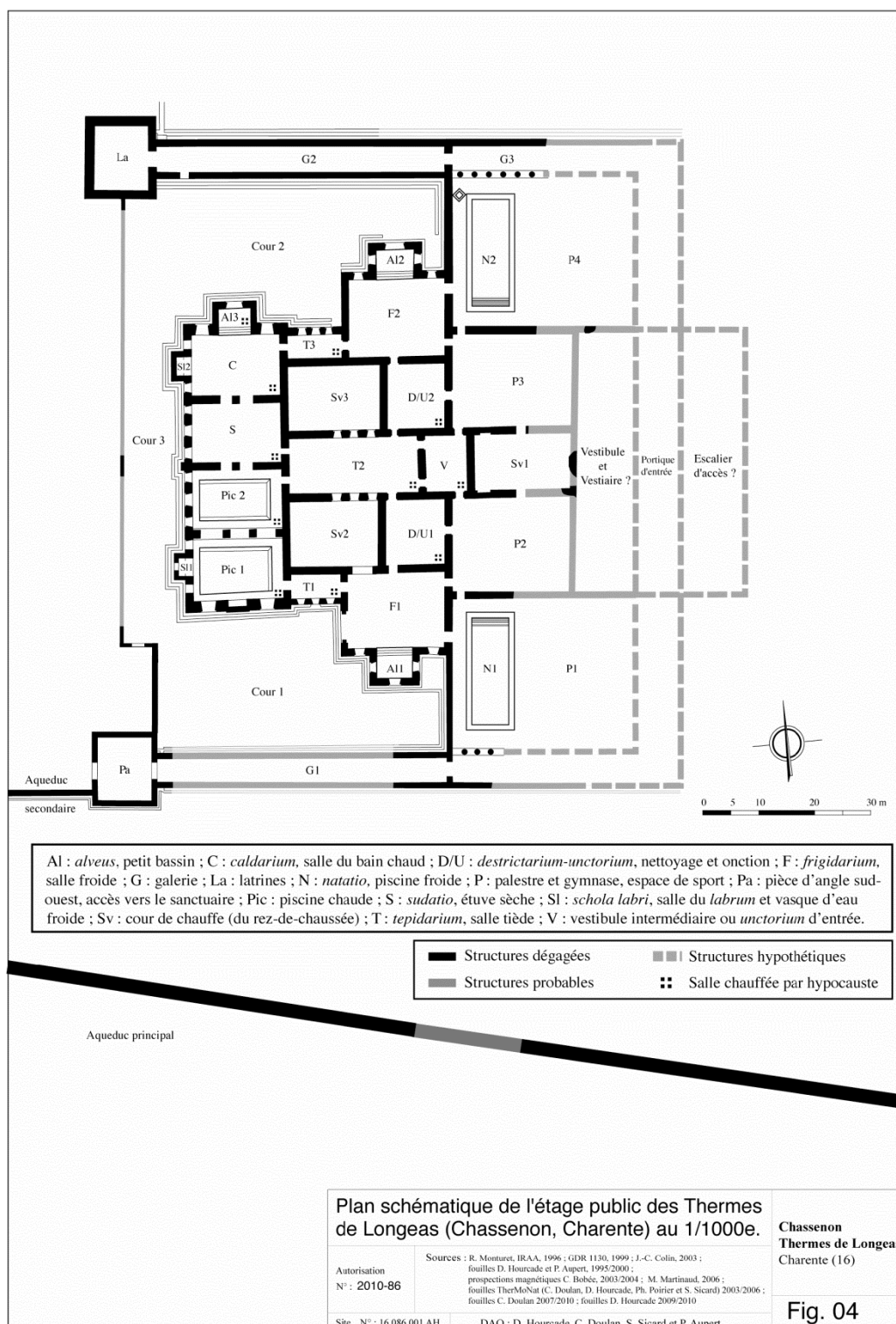


Figure IV-4 : D'après Hourcade, Rapport de fouille annuelle, 2010.

IV.1.2. Recherches archéologiques et chronologie de référence

Les recherches sur ce site ont commencé au XVIII^e siècle et se sont développées particulièrement à partir du milieu du XX^e siècle. De 1958 à 1988, J.-H. Moreau menait des fouilles de grande envergure sur le « palais romain », alors reconnu comme un édifice thermal, et a dévoilé les deux-tiers de son plan. Parallèlement, il a restauré et protégé l'édifice en le couvrant d'une toiture avec charpente en bois qui subsiste encore de nos jours (Doulan *et al.*, 2012).

En 1995, le Service régional de l'archéologie de Poitou-Charentes a confié à D. Hourcade, en collaboration avec P. Aupert, la responsabilité de fouilles programmées qu'il menait jusqu'en 1999, tandis que St. Lebreton a pris en charge la campagne de 2000. Les problématiques développées au cours de ces années de fouilles étaient diverses. Elles ont eu trait au plan et à l'interprétation des espaces, aux fonctions et à l'utilisation de l'édifice, à sa chronologie, mais aussi à son décor et à son fonctionnement. Au sein de l'équipe, Ph. Poirier a développé des problématiques centrées sur la gestion des ressources naturelles (bois de chauffage et de construction) par le biais d'études anthracologiques (Doulan *et al.*, 2012).

Ensuite, la recherche menée sur le site a pris un nouvel essor à partir de 2003, avec la mise en place du projet TherMoNat (les THERmes dans leur environnement MOnumental et NATurel) dirigé par P. Aupert, C. Doulan, D. Hourcade, Ph. Poirier et S. Sicard. Dans le cadre de ce programme interdisciplinaire étant en prolongement des travaux précédents, les fouilles annuelles ont été réalisées dans les années 2003- 2010. Ces études menées sur différentes composantes des thermes ont permis de compléter les connaissances sur la chronologie, l'organisation et le fonctionnement, mais aussi le décor et l'architecture de l'édifice (Doulan *et al.*, 2012).

La dernière étape des recherches autour de ce site s'est poursuivie entre 2011 et 2013, quand la fouille et l'étude des thermes se trouvaient intégrées au PCR « *Cassinomagus : l'agglomération et l'ensemble monumental. Chronologie, organisation et techniques* » dirigé par Gabriel Rocque (archéologue départemental, Charente) dont elles constituaient l'axe de recherches n° 2. Le projet, dirigé par David Hourcade en collaboration avec Arnaud Coutelas et avec l'aide de Chr. Belingard, S. Bujard, Chr. Loiseau, J.-Ch. Méaudre et S. Soulas, s'intitulait « Le chantier de construction des Thermes de Longeas : étapes, techniques et organisation ».

IV. CHAPITRE - Thermes de Longeas, Chassenon

L'ensemble de des diverses recherches effectuées sur le site s'est accompagnée d'une diversification des approches méthodologiques. Les fouilles ont cependant permis d'affiner la connaissance de l'histoire longue du bâtiment (du I^{er} au VI^e siècle de notre ère) et de montrer que celui-ci avait été construit par étape, sinon par phase, jusque vers les années 200 ap. J.-C., sur une période d'un demi-siècle à un siècle. Aussi, des prospections pédestres et géophysiques sont venues en complément du dépouillement des données issues des prospections aériennes. Ces travaux ont rapidement permis de redessiner le plan et l'organisation de toute l'agglomération *Cassinomagus*. Des connaissances acquises autour des thermes de Longeas ainsi que les références bibliographiques ont été résumées plus récemment dans les articles de Doulan (Doulan *et al.*, 2012 et 2015) et Hourcade (Hourcade & Maurin, 2013).

Selon les conclusions archéologiques récentes, la construction des thermes couvre la période [90 ap. J.-C., 170 ap. J.-C.]. Les datations par archéomagnétisme effectuées par l'équipe IRAMAT-CRPA à Rennes fournissent l'intervalle [82 ap. J.-C., 178 ap. J.-C.] (Lanos & Dufresne, 2013) ce qui est compatible avec les conclusions archéologiques.

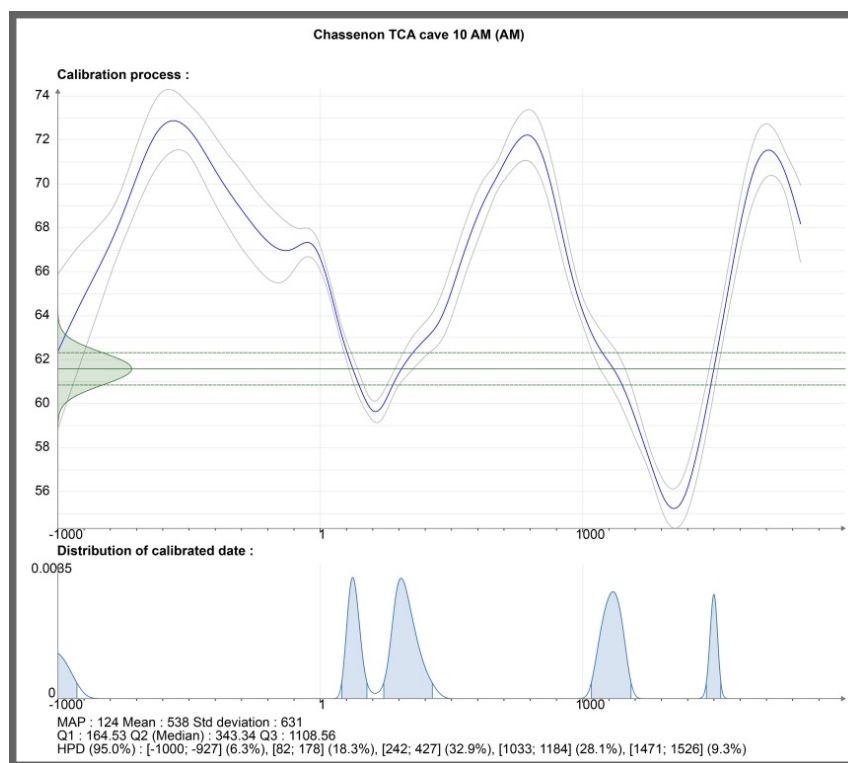


Figure IV-5 : Résultat de la datation archéomagnétique des briques prélevées dans la salle voûtée n°10.. Calibration par le logiciel Chronomodelle 1.1 La graphique présente l'ensemble des possibilités pour l'inclinaison mesurée à Chassenon. Nous retiendrons un intervalle chronologique qui correspond à la période gallo-romaine (Lanos & Dufresne, 2013 ; Lanos *et al.*, 2015).

IV.1.3. Prélèvements réalisés

Les thermes de *Longeas* sont ici considérés comme un édifice de référence pour la validation de la datation des mortiers par OSL car la datation de thermes est déjà bien calée grâce aux approches chronologiques classiques (entre 90 et 170 ap. J.-C.) et aux datations des terres cuites par archéomagnétisme.

Quatre échantillons de mortier ont été prélevés pour la datation par l'OSL dans la salle voûtée notée 10 dans la Figure IV-3. Tous les échantillons, présentés dans le Tableau IV-1, ont été prélevés par carottage avec lubrification à l'eau. La localisation de prélèvements est précisée dans les photos ci-dessous (Figure IV-6, Figure IV-7 et Figure IV-8).

Nom	Type de mortier	Localisation	Longueur de la carotte [cm]
		Cave 10 sous-terrain	
BDX 15628	Mortier de coffrage	Mur nord coffrage voûte	Pas de carotte
BDX 15636	Mortier de parement	Mur est	14
BDX 15638	Mortier reliant des pierres	Mur sud	14
BDX 16539	Mortier reliant des pierres	Mur est	12

Tableau IV-1 : Liste et spécification d'échantillons prélevés.

Bien que quatre échantillons de mortier ont été prélevés, seulement un d'entre eux a été mesurable en OSL. Les mortiers BDX 15628 et BDX 15639 contenaient essentiellement des feldspaths et aucun grain de quartz n'a pu être extrait pour l'analyse. L'échantillon BDX 15638 est aussi constitué majoritairement de feldspaths. Quelques grains de quartz extraits de cet échantillon n'ont fourni aucun signal d'OSL. Il en résulte qu'uniquement un seul échantillon (BDX 15636) a finalement pu être daté par OSL.

IV. CHAPITRE - Thermes de Longeas, Chassenon



Figure IV-6 : Salle voûtée n°10, rez-de-chaussée des thermes (sous-terrain).

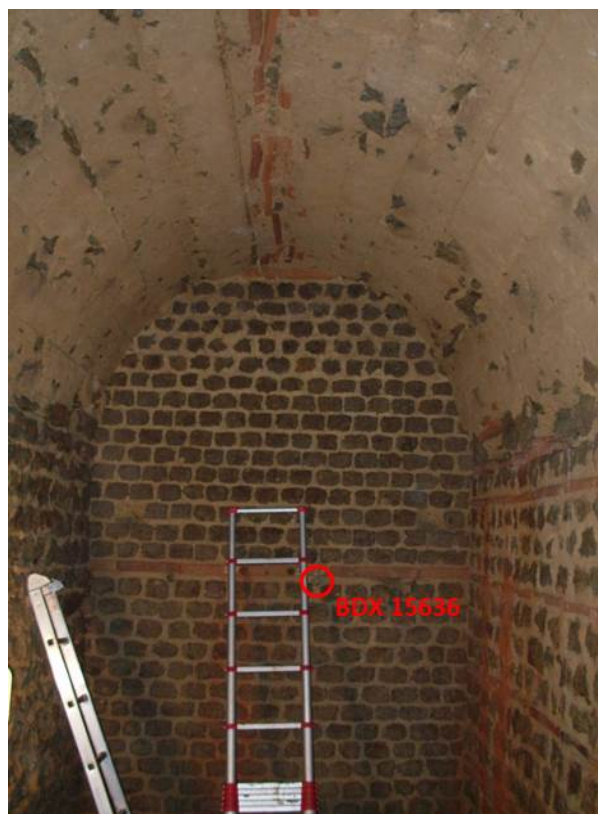


Figure IV-7 : Mur est dans la salle 10 avec la localisation du prélèvement BDX 15636.

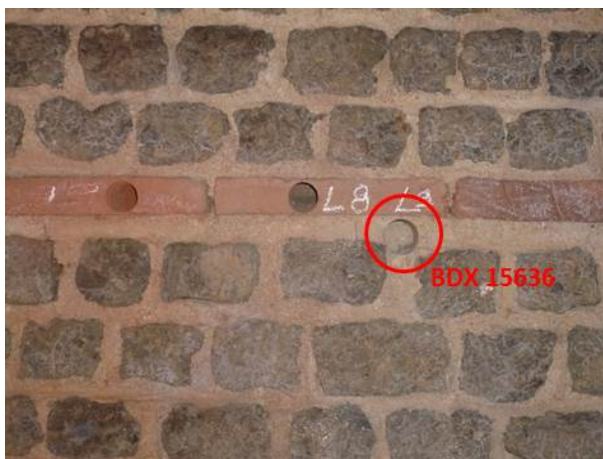


Figure IV-8 : Détail du mur est dans la salle 10 avec la localisation du prélèvement BDX 15636.

IV.2. Caractérisation préalable

IV.2.1. Composition élémentaire

L'échantillon BDX 15636 est relativement riche en charge, le teneur en SiO₂ étant égale à 45 % (Figure IV-9). Les teneurs en Al₂O₃ excèdent de 10 %, la teneur en Fe₂O₃ 5 % et celle en K₂O est égale à 2.9 %. Il s'agit de valeurs assez élevées par rapport d'autres mortiers étudiés dans ce travail.

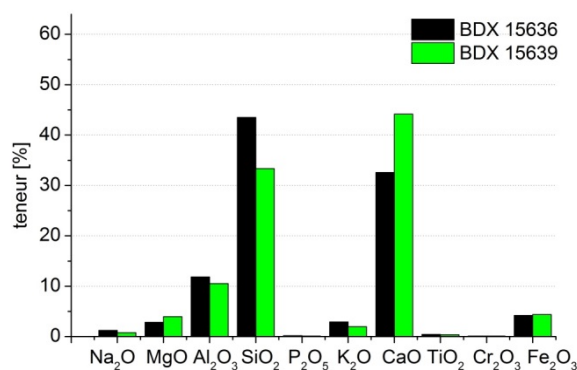


Figure IV-9 : Histogramme de composition des mortiers de Chassenon (exprimé en pourcentage d'oxydes). Les échantillons BDX 15628 et BDX 15638 n'ont pas été analysés.

IV.2.2. Microstructure

Les mortiers de Chassenon ont un caractère assez particulier (Figure IV-10 et Figure IV-11). Les feldspaths représentent les minéraux majoritaires dans le matériau. Au contraire, on trouve très peu d'inclusions de quartz (le minéral utilisé pour la datation), ce qui implique une première complication liée à la quantité et à l'extraction du quartz pour l'analyse en OSL. Tous les grains sont très anguleux, il s'agit donc d'un sédiment relativement jeune et qui a été très peu érodé. Il peut provenir, comme le suggère Coutelas (Coutelas, 2004), d'une arène granitique proche puisque sa nature ressemble à la roche originale. Il y a peu de grains de quartz isolés. Pour les fragments les plus grossiers, on trouve beaucoup de fragments de roche granitique de plusieurs millimètres de diamètre.

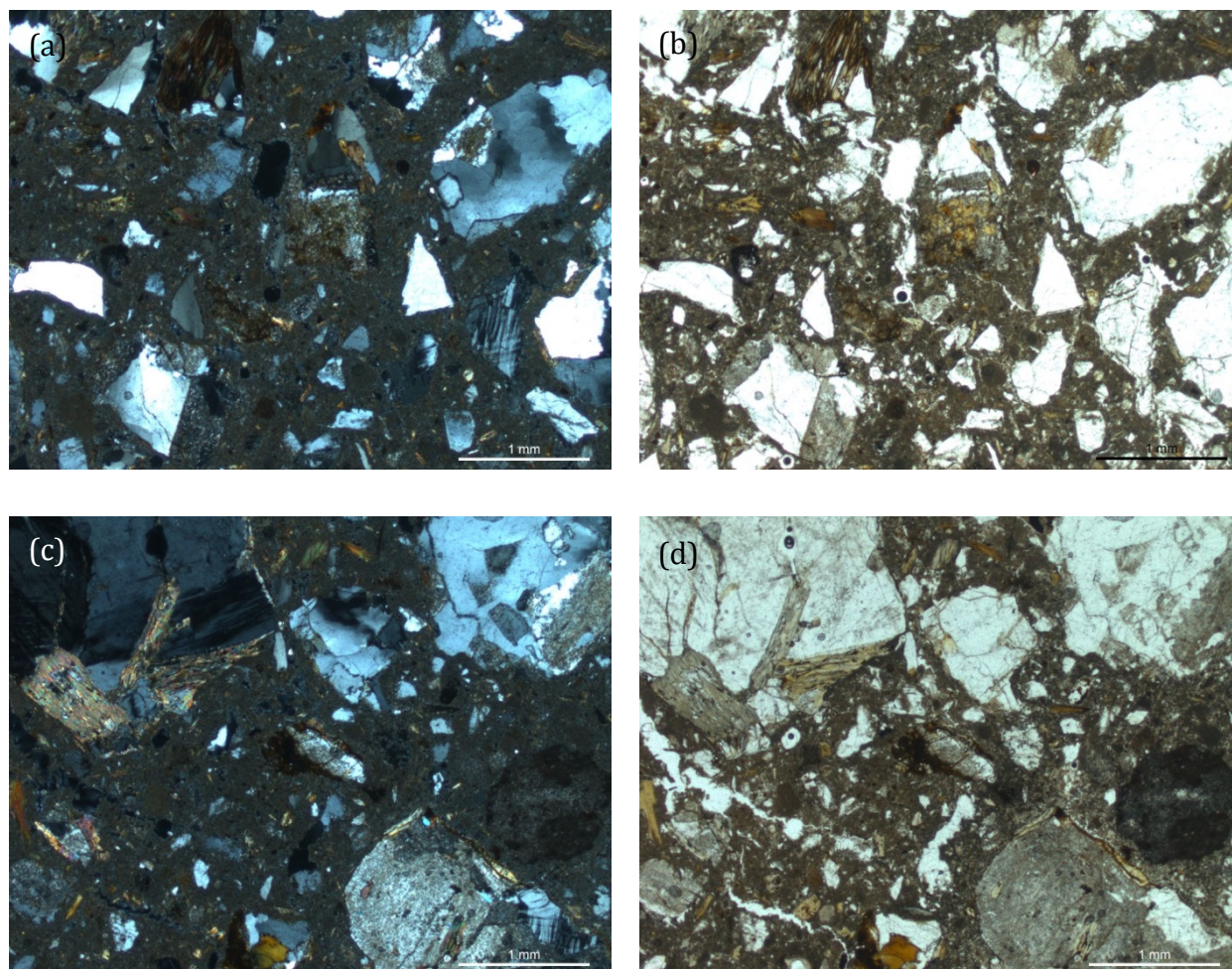


Figure IV-10 : Observation (x50) de la lame mince de l'échantillon BDX 15636 en lumière polarisée analysée (a, c) et en lumière polarisée non-analysée (b, d).

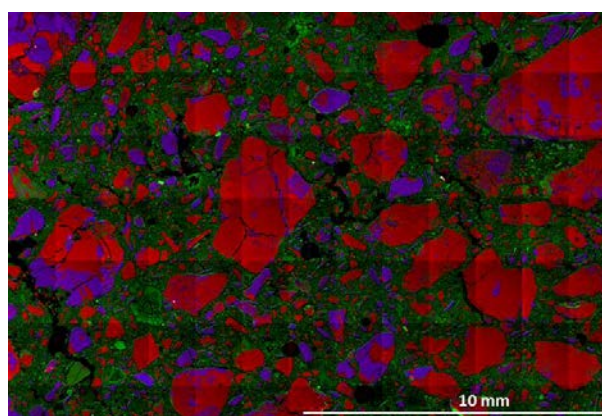


Figure IV-11: Interprétation d'une cartographie élémentaire par EDX-MEB, effectuée sur la lame épaisse de l'échantillon BDX 15636, en fonction d'un élément majeur : en rouge - silicium (minéraux de quartz), en bleu - potassium (minéraux potassiques), en vert - calcium (liant calcaire).

IV.2.3. Variabilité microdosimétrique

IV.2.3.1. Cartographie EDX-MEB

Une cartographie élémentaire par EDX-MEB, effectuée sur une lame épaisse, a permis d'évaluer la distribution de K_2O dans l'échantillon BDX 15636 (voir sous-chapitre II.2.2. pour les détails). Une proportion de minéraux riches en potassium dans le mortier de Chassenon, comme visible dans la Figure IV-12b, est importante. Selon les mesures ponctuelles, la teneur en K_2O varie de 1.44 % à 3.51 % parmi les différents endroits du même échantillon (Figure IV-12a). On peut donc attendre des variations des doses archéologiques individuelles liées à la variabilité microdosimétrique. Nous avons aussi constaté la présence de nombreux zircons de 50 μm en diamètre.

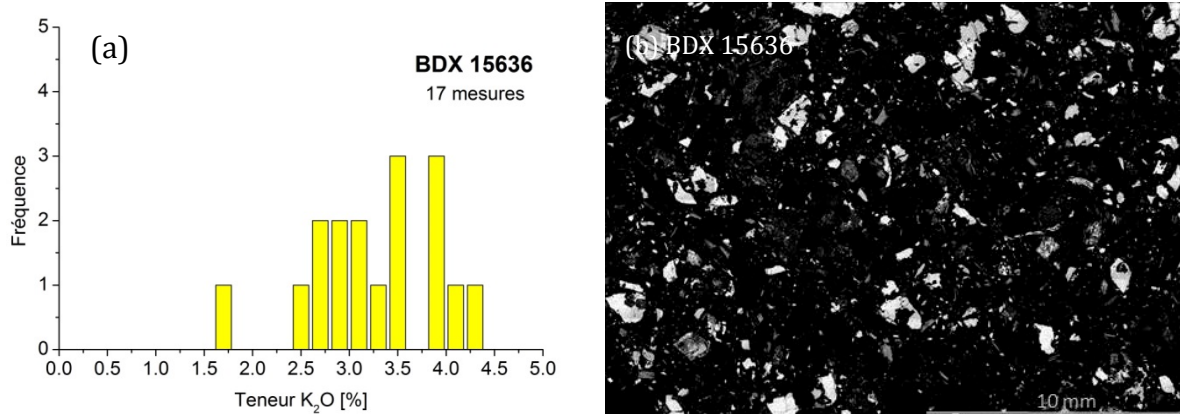


Figure IV-12 : Histogrammes de distribution du potassium dans le mortier de Chassenon basé sur les mesures ponctuelles du rayon de 2 millimètres réalisées autour des grains de quartz utilisés pour la datation (a) et images de répartition du potassium, obtenues par cartographie EDX-MEB (b). Le niveau de gris correspond au nombre de rayons X émis par potassium atteignant le détecteur en fonction d'un endroit analysé. Grandissement : 60. Taille du pixel : 0.03 mm.

IV.2.3.2. Imagerie beta

La Figure IV-13 montre la répartition d'émetteurs beta dans la lame épaisse de mortier BDX 15636. Globalement, on constate que l'échantillon contient des inclusions très radioactives (les points brillants sur la Figure IV-13a) mais qui sont distribués de manière homogène à travers l'échantillon. Pour une meilleure interprétation visuelle, l'image d'autoradiographie beta est présentée avec la photo macroscopique de la lame épaisse (Figure IV-13b).

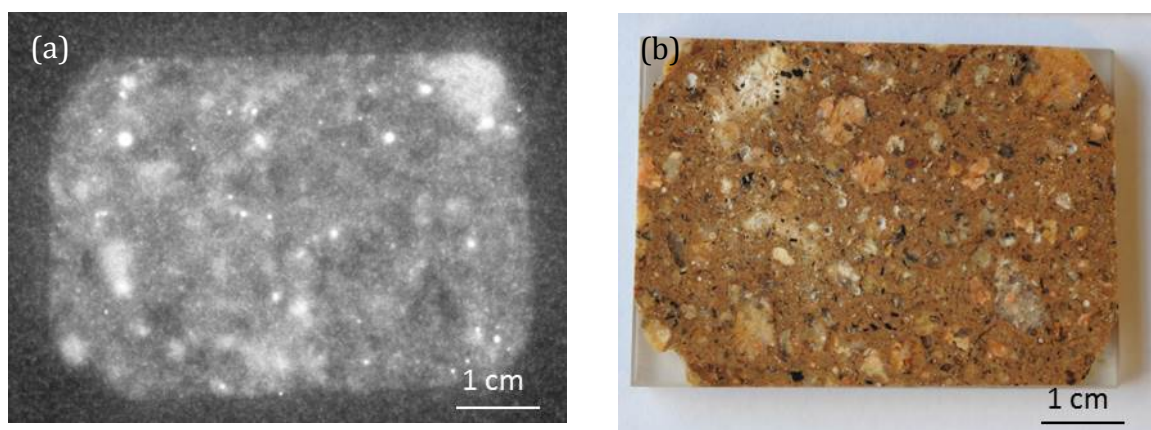


Figure IV-13 : Image de l'autoradiographie beta (a) et le photo macroscopique du mortier BDX 15636 correspondant (b). Les points plus clairs correspondent aux endroits plus radioactifs.

IV.3. Datation par luminescence

IV.3.1. Tests préliminaires

Pour l'échantillon BDX 15636, la proportion de grains luminescents est petite et représente seulement 1.7 % de tous les grains analysés. La sensibilité du matériau à la stimulation optique est faible. La Figure IV-14 montre la luminescence provenant de 61 grains, dont deux représentent des grains brillants et produisent 60 % de la luminescence enregistrée. L'intensité des signaux du reste des grains luminescents est très faible.

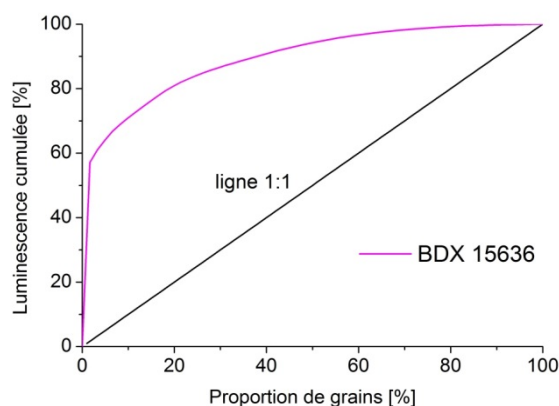


Figure IV-14 : Luminescence cumulée du signal naturel en fonction de proportion de grains luminescents. La ligne 1:1 représente la situation où tous les grains luminescents contribuent de façon équilibrée à la luminescence.

Des tests de *recovery* effectués sur des disques de monograin blanchis dans le lecteur de luminescence révèlent des résultats très cohérents donnant la valeur de *recovery dose ratio* égale à 1.00 (Figure IV-15a). On constate que le *recovery dose ratio* est un peu plus élevé quand les tests ont été réalisés sur des disques de monograin blanchis au simulateur solaire (Figure IV-15b). Néanmoins, la distance euclidienne entre des doses *recovery* (marquées CAM dans les graphiques) pour deux méthodes de blanchiment différent est 1.4. On considère que si la distance euclidienne est inférieure à 2, la différence n'est pas très significative. La relation entre la dose *recovery* et les méthodes de blanchiment artificiel sera encore discutée plus tard pour l'ensemble

IV. CHAPITRE - Thermes de Longeas, Chassenon

d'échantillons étudiés. L'ensemble de paramètres de mesure utilisés pour la détermination de la dose archéologique est récapitulé dans le Tableau IV-2.

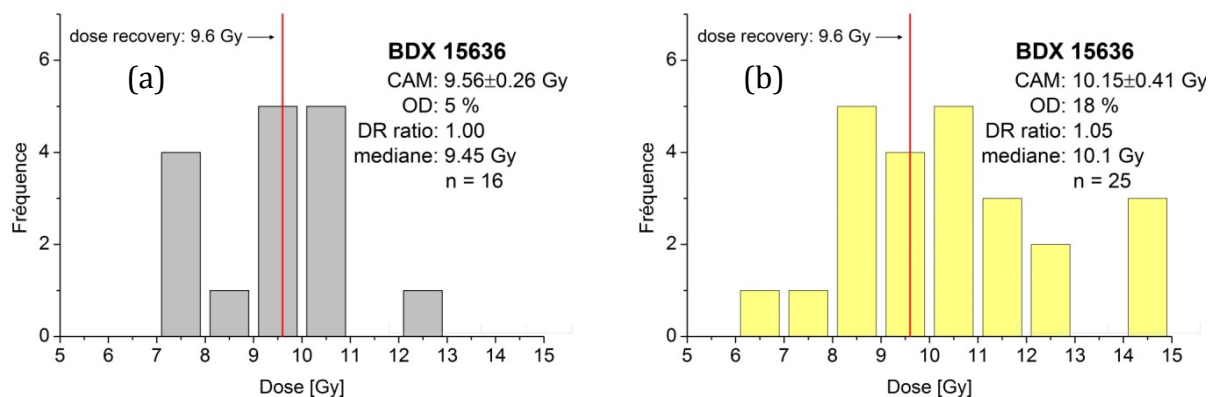


Figure IV-15 : Histogrammes des distributions de doses mesurées pour des grains individuels lors de tests de *recovery* sur des disques de monograin blanchis dans le lecteur de luminescence (a) et dans le simulateur solaire (b). La dose recherchée (CAM) et l'*over-dispersion* (OD) pour le nombre de grains n sont calculés en utilisant le modèle d'âge central. DR ratio représente le rapport entre la dose calculée (CAM) et la dose *recovery*.

Préchauffe T ₁ [°C]	Préchauffe T ₂ [°C]	Dose test [Gy]	Doses de régénération [Gy]
220	190	4.8	4.8, 9.6, 14.4, 19.2, 0, 4.8

Tableau IV-2 : Paramètres de mesure choisis pour la détermination de la dose archéologique.

IV.3.2. Détermination de la dose archéologique

La distribution des doses archéologiques individuelles de l'échantillon BDX 15636 n'est pas très dispersée (Figure IV-16). Ainsi, l'échantillon est considéré bien blanchi. On constate la croissance d'incertitudes absolues en fonction de la dose mesurée (Figure IV-17a). Aucune tendance particulière n'est observée dans la distribution des incertitudes relatives en fonction de la dose mesurée (Figure IV-17b). La majorité des grains fournit des doses archéologiques individuelles avec une incertitude comprise entre 5 et 15 %.

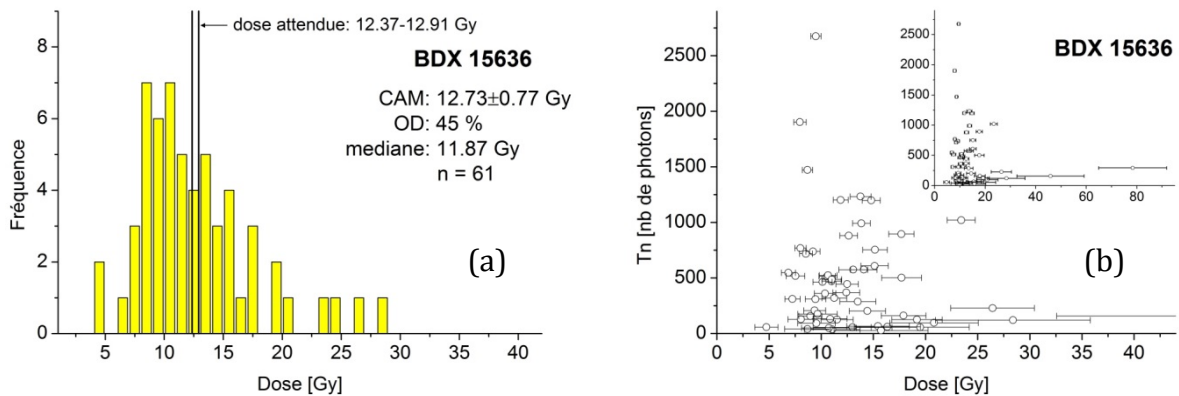


Figure IV-16 : Histogramme de la distribution de doses archéologiques individuelles (a), accompagné de la graphique de T_n (*dose test* après le signal naturel) en fonction de la dose (b). La dose archéologique moyenne (CAM) et l'*over-dispersion* (OD) pour le nombre de grains n est calculée en utilisant le modèle d'âge central (CAM).

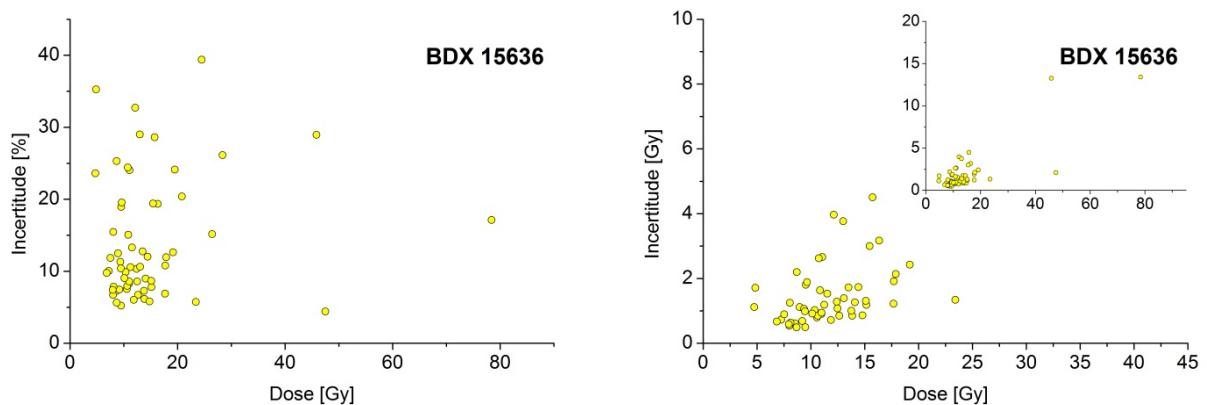


Figure IV-17 : Distribution des incertitudes absolues (a) et relatives (b) en fonction de la dose mesurée pour des grains individuelles du mortier BDX 15636.

IV. CHAPITRE - Thermes de Longeas, Chassenon

Parmi 3895 grains analysés, 67 grains ont été retenus pour la datation (Tableau IV-3). De la même façon que pour les mortiers d'Antibes, la dose archéologique a été calculée en utilisant le modèle d'âge central sur trois séries de grains (Tableau IV-4). L'application de critères de rejection n'affecte pas significativement la valeur de la dose archéologique moyenne. Les valeurs de l'*over-dispersion* des mesures de la dose naturelle (de 45 à 54 %) sont ici 10 fois plus élevées que celle de la dose *recovery* (5 %). L'échantillon est à priori considéré plutôt bien blanchi ce qui implique que la dispersion parmi les doses archéologiques individuelles est plutôt provoquée par des effets microdosimétriques assez forts. Prenant en compte la quantité abondante de feldspaths dans ce mortier et les résultats de la cartographie EDX-MEB et de l'imagerie beta (sous-chapitre 0, page 109), cette hypothèse semble tout à fait justifiée.

Nom	Grains mesurés		Grains luminescents		Dose attendue [Gy]	Moyenne arithmétique [Gy]	Médiane [Gy]
	Nb	%	Nb	%		Tous les grains	Tous les grains
BDX 15636	3895	100	67	1.7	12.37-12.91	15.45±0.01	11.87

Tableau IV-3 : Récapitulatif de l'analyse du mortier BDX 15636 de Chassenon avec le nombre et la proportion de grains mesurés et de grains luminescents. La dose attendue est comparée avec la moyenne arithmétique et avec la médiane de distribution correspondante des doses.

Modèle d'âge central												
grains retenus selon les différents critères de sélection (sous-chapitre II.6.2)												
Nom	Sans sélection		Critères a,b,c		Critères a,b,c,d		Dose centrale [Gy]			<i>Over-dispersion</i> [%]		
	Nb	%	Nb	%	Nb	%	Sans sélection	Critères a,b,c	Critères a,b,c,d	Sans sélection	Critères a,b,c	Critères a,b,c,d
BDX 15636	67	1.7	61	1.6	53	1.4	12.68±1.09	12.73±0.77	13.06±0.83	54±6	45±5	45±5

Tableau IV-4 : Résultats du calcul de la dose archéologique moyenne en appliquant le modèle d'âge central (CAM) aux trois séries des données suivant des différents critères de sélection (sous-chapitre II.6.2). Les analyses ont été réalisées en monograin.

IV.3.3. Détermination de la dose annuelle

Les teneurs en radioéléments (Tableau IV-5) pour le mortier de Chassenon sont très fortes ce qui correspond à l'origine du sédiment utilisé pour la préparation provenant d'un environnement très radioactif (roche granitique). On constate un déséquilibre entre U(^{238}U) et U(^{226}Ra). Ce désaccord peut être le résultat d'une altération héritée de la matière première ou bien d'une altération du matériau survenue au cours de l'enfouissement.

Nom	Saturation en eau [%]	K [%]	U(^{238}U) [ppm]	U(^{226}Ra) [ppm]	U(^{210}Pb) [ppm]	Th [ppm]
BDX 15636	20	2.86 ± 0.04	19.30 ± 0.38	15.24 ± 0.12	14.30 ± 0.56	14.35 ± 0.15

Tableau IV-5 : Teneurs en radioéléments déterminées par spectrométrie gamma à bas bruit de fond.

Les mesures de K, U et Th par ICP-MS des inclusions de quartz sont présentées dans le Tableau IV-6. On remarque que les teneurs en radioéléments sont relativement faibles. Elles induisent l'existence d'une irradiation interne aux grains de faible intensité mais cependant significative.

Nom	K [%]	U [ppm]	Th [ppm]
BDX 15636	0.07±0.01	0.41±0.02	2.05±0.11

Tableau IV-6 : Teneurs en radioéléments des inclusions de quartz mesurées par ICP-MS.

La valeur de la dose annuelle totale est nettement plus forte que pour les mortiers d'Antibes ce qui reflète la radioactivité particulièrement importante des matériaux de construction de site de Chassenon (Tableau IV-7).

Nom	Dose annuelle alpha			Dose annuelle beta			I _{environnementale} ^c	I _{total}
	Inclusions ^a	Matrice ^b	Total	Inclusions ^a	Matrice ^b	Total		
BDX 15636	0.12	0.16	0.28±0.12	0.03	3.89	3.92±0.21	2.55±0.12	6.76±0.38

^a contributions α et β de grains de quartz obtenues par analyse ICP-MS

^b contributions α et β mesurées par la spectrométrie gamma à bas de bruit de fond

^c contributions γ et cosmique mesurées par dosimétrie *in situ*

Tableau IV-7 : Récapitulatif des différentes contributions à la dose annuelle (débit de dose en mGy/an).

IV.4. Discussion

Parmi quatre échantillons de mortier prélevés pour l'analyse OSL, seul l'échantillon BDX 15636 a pu être daté. La datation de la production de mortier BDX 15636 de Chassenon (Tableau IV-8) permet de proposer un intervalle de datation englobant la période d'édification proposée par l'archéologie et confirmé par l'archéomagnétisme. L'application de la méthode d'OSL au mortier BDX 15636 est ici satisfaisante.

Les trois mortiers restant n'étaient pas datables pour deux raisons : soit ils ne contenaient pas de quartz pour la datation, soit les grains de quartz extraits n'étaient pas sensibles à une stimulation optique.

Thermes de Longeas (Chassenon, France)								
Nom	Âge attendu [années]	Teneur en eau ^I [%]	Dose annuelle ^{II} [mGy/an]	Dose archéo ^{III} [Gy]	Nb de grains pris en compte	σ [%]	Âge [années]	Date [années]
BDX 15636	1830-1910	10.0±5.0	6.76±0.38	12.73±0.77	61	45±5	1884±131	131±131

^I teneur en eau prise en compte pour le calcul d'âge, exprimée comme le pourcentage de la valeur de saturation en eau

^{II} dose annuelle a été corrigé en prenant en compte la perte de radon permanente depuis la construction

^{III} dose archéologique a été calculée à partir de grains sélectionnés suivant les critères a,b,c

Tableau IV-8 : Récapitulatif de la datation du mortier BDX 15636 prélevé dans les thermes de Chassenon.

V. CHAPITRE

Palais-Gallien, Bordeaux

- V.1 Introduction
- V.2 Caractérisation préalable
- V.3 Datation par luminescence
- V.4 Discussion

V.1. Introduction

V.1.1. Présentation du site

Le Palais-Gallien est un amphithéâtre antique dont les vestiges se situent dans le centre urbain de la ville de Bordeaux en Aquitaine (Figure V-1). Il s'agit d'un seul monument de l'époque gallo-romaine conservé et visible à Bordeaux représentant ainsi un patrimoine unique pour la ville. Après son abandon à la fin du III^e siècle de notre ère, l'amphithéâtre a subi une histoire agitée. Il a servi en tant que carrière de récupération des pierres pour la construction de nombreux bâtiments à Bordeaux et il a progressivement été absorbé par l'urbanisation moderne ce qui explique pourquoi seulement un fragment du monument authentique a été conservé jusqu'à nos jours (Figure V-2). L'édifice, qui tire son nom moderne des légendes médiévales concernant la princesse Galiane, d'un mythe dont la trame emprunte à plusieurs récits européens du XIII^e siècle (Hourcade *et al.*, 2011), a été classé Monument Historique dès 1840.

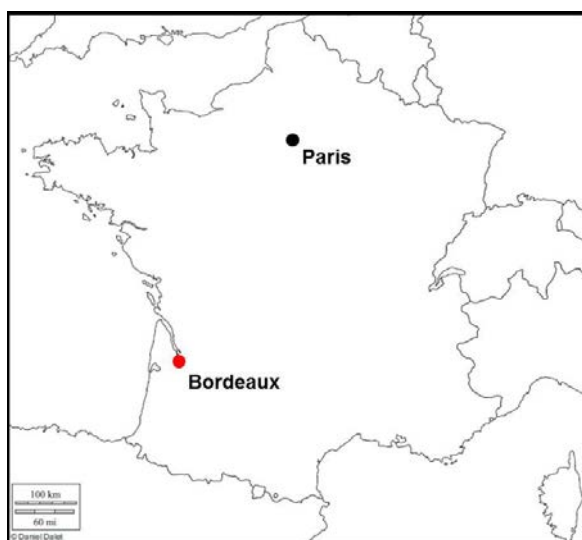


Figure V-1 : Situation géographique de Bordeaux.



Figure V-2 : Vue extérieure du Palais-Gallien (photo David Hourcade).

Le tracé de l'arène, mais aussi celui plus général de l'amphithéâtre, apparaît encore aujourd'hui très nettement sur le cadastre contemporain et sur photographie aérienne (Figure V-3). Les dimensions du bâtiment étaient de 132 m de long pour 110 m

de large, celles de l'arène de 69 m de long pour 46 m de large. Sa structure était composée, d'une part, de murs rayonnants délimitant 64 travées et, d'autre part, de sept murs annulaires elliptiques. Le premier correspondait au mur du *podium*, bordant l'arène, et le dernier à la façade de l'édifice (Hourcade *et al.*, 2011).



Figure V-3 : Plan de l'amphithéâtre du Palais-Gallien et du quartier actuel (Morin et Hourcade, d'après des plans d'E. Jean-Courret, Ausonius et M. Fincker, IRAA).

V.1.2. Recherches archéologiques et chronologie de référence

L'étude de l'amphithéâtre Palais-Gallien de l'ancienne ville romaine *Burdigala* a fait l'objet d'un programme triennal (2010-2012) mis en place par l'Institut Ausonius de l'Université Bordeaux Montaigne, par le Service régional d'Aquitaine et par la Ville de Bordeaux. Les informations suivantes résument des données inclus dans les rapports archéologiques de 2010 et 2011 (Hourcade *et al.*, 2010 et 2011) et dans la notice publiée dans la Carte Archéologique de la Gaule de Bordeaux, dirigée par C. Doulan en 2013 (Hourcade, 2013). Ce programme, qui s'articulait autour des thèmes principaux, de l'histoire et de l'architecture du Palais-Gallien, avait quatre objectifs majeurs :

- dater l'édifice
- étudier son évolution - ainsi que celle du quartier qui l'entoure - depuis l'Antiquité jusqu'à l'époque contemporaine
- mettre en lumière l'originalité de son architecture et des techniques de construction utilisées
- restituer l'édifice dans toute sa splendeur antique

Dans un premier temps, un important travail de recensement des textes, cartes, images et autres documents autour du Palais-Gallien résultant à un bilan historiographique sur le site du Palais-Gallien a été mené par Ezéchiél Jean-Courret (Hourcade *et al.*, 2010). Les recherches archéologiques, dirigées par David Hourcade (Hourcade *et al.*, 2011), se sont poursuivies en trois phases en été 2010, 2011 et 2012. Pendant la première opération des fouilles en 2010 le site a été découpé en 5 zones avec à l'intérieur de chaque zone les périmètres à fouiller comme le montre la Figure V-4. Les fouilles ont avant tout permis de montrer à quel point cet édifice avait fait l'objet de nombreuses interventions intrusives dès la fin du Moyen Âge et jusqu'aux années 1980. Hormis les vestiges architecturaux actuellement visibles (et grandement remaniés), il ne reste que peu d'éléments antiques conservés (Hourcade *et al.*, 2010). La deuxième campagne de fouilles en 2011 s'organisait autour d'une problématique d'ordre essentiellement chronologique, en ouvrant 12 sondages de dimensions variables. Elle s'appuyait sur les acquis des fouilles de 2010 qui ont permis de révéler une partie des tranchées de fondation étant, contrairement à la grand majorité des zones fouillées en

2010, intouchée par les interventions précédentes. En été 2012, dix derniers sondages d'une superficie totale de 95 m² ont été ouverts jusqu'au substrat.

L'ensemble des recherches archéologiques a fourni le mobilier numismatique et céramique dans les niveaux d'aménagement du sol de l'arène et de la cour qui a permis de dater la construction de l'amphithéâtre entre 90 et 170 ap. J.-C.. Sa date d'abandon reste inconnue. La stratigraphie et les sources littéraires ont confirmé l'utilisation du site comme carrière dès le Moyen Âge et sa transformation en décharge municipale dès la seconde moitié du XVII^e siècle. L'analyse du mobilier céramique d'époque moderne et récente a montré également l'embourgeoisement progressif du quartier (Hourcade, 2013).

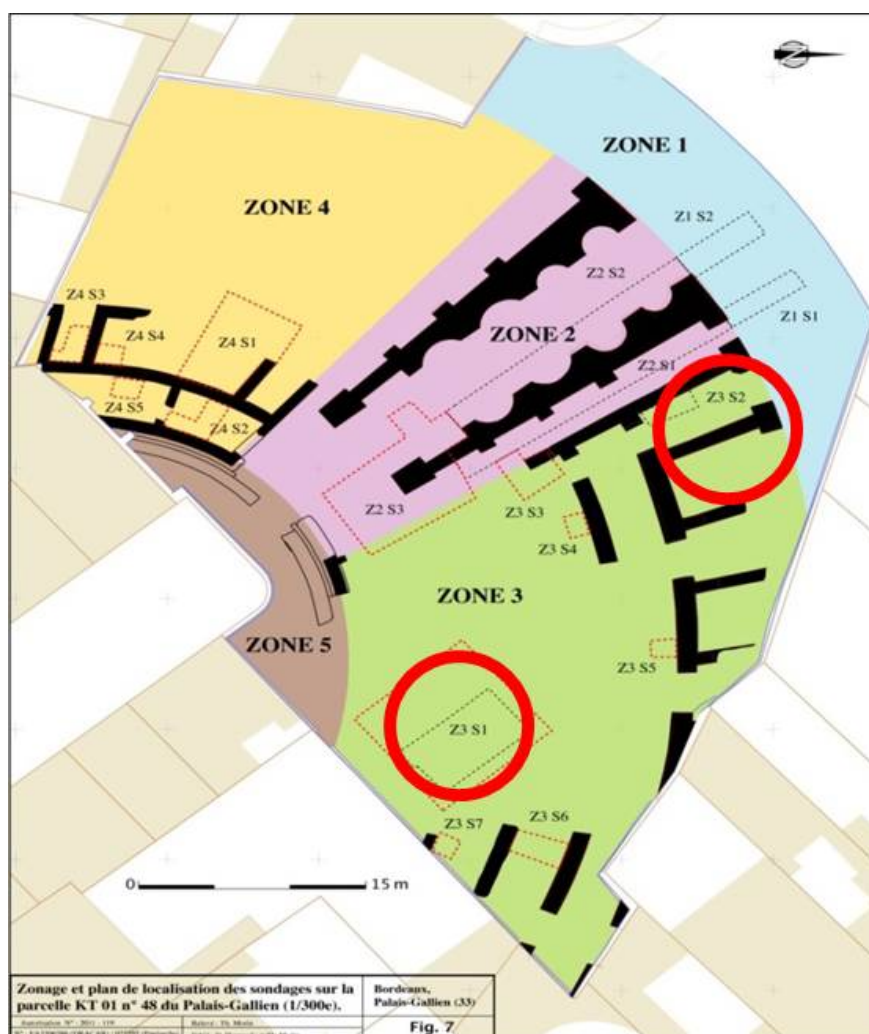


Figure V-4 : Zonage et plan de localisation des sondages sur la parcelle KT 01 n°48 du Palais-Gallien. (Hourcade *et al.*, 2012). Les cercles rouges correspondent aux secteurs échantillonnés pour les datations archéométriques.

Les études architecturales sur les parties conservées de l'édifice, complétées par les recherches historiques, permettent de certifier que tous les murs antiques ont fait l'objet de restauration. Aucun des murs visibles ne présente donc son aspect originel.

Le monument comprend quelques originalités architecturales. Il s'agit de l'absence de galerie périphérique, présente dans la majorité d'amphithéâtres antiques. La seconde originalité concerne les techniques de construction. Contrairement à ce qu'on voit habituellement dans les autres amphithéâtres du monde romain antique, à Bordeaux, les gradins - comme les planchers des couloirs de circulation à l'intérieur du monument - étaient construits en bois. Cet emploi massif du bois distingue donc le Palais-Gallien de la plupart des amphithéâtres connus dans l'Empire romain et plus particulièrement de tous ceux de la province d'Aquitaine. Les murs elliptiques et des travées sont bâtis en *opus vittatum mixtum* de 7 assises de moellons calcaire et de galets posés dans du mortier séparés de 3 rangs de briques (Hourcade *et al.*, 2011).

La fouille des tranchées de fondation montre que les architectes antiques ont cherché partout à prendre appui sur le "bon sol" ce qui s'explique peut-être par l'instabilité du substrat sableux sur lequel le monument est fondé. Le choix original des techniques et des matériaux utilisés pour la construction, comme mentionné ci-dessus, est donc probablement lié à l'effort des bâtisseurs romains d'alléger la construction de l'amphithéâtre et de lui donner plus d'élasticité afin d'atteindre la stabilité satisfaisant de la structure, reposant sur le substrat sableux.

Aucune trace de décoration extérieure n'est conservée, mais il est probable que le parement de petit appareil des maçonneries n'était pas visible. On peut penser qu'il était recouvert d'une couche d'enduit blanc, ornée de stucs, sur laquelle étaient dessinés de faux blocs de taille (Hourcade, 2013).

Un des importants objectifs du projet a été le travail de valorisation et de médiatisation du site. Dans ce cadre, pour aborder le thème de l'architecture de l'amphithéâtre, les restitutions numériques 3D du Palais-Gallien ont été effectuées par la cellule Archéotransfert de la Plateforme Technique 3D d'Ausonius (Université Michel de Montaigne à Bordeaux). Un élément remarquable d'un aboutissement des recherches autour du Palais-Gallien représente aussi le film de Carole Baisson, Serge Gallo et Ezéchiél Jean-Courret avec le titre *Palais-Gallien, autopsie de l'amphithéâtre antique de Bordeaux* présenté pour la première fois dans le cadre des Journées Européennes du

Patrimoine 14 et 15 septembre 2013. Ce film inclut également les résultats de datation présentés dans ce travail.

V.1.3. Prélèvements réalisés

Dans le cadre du programme des recherches archéologiques, il a été demandé à l'IRAMAT-CRP2A de tenter de dater l'édifice par des méthodes archéométriques. Une intervention de l'IRAMAT-CRP2A s'est poursuivie en deux étapes. En été 2011, l'intérêt s'est concentré sur des maçonneries en position secondaire découvertes au cours des fouilles, tandis que en été 2012, la deuxième campagne des prélèvements s'est orientée aux murs en élévation (Figure V-4). L'ensemble des terres cuites et des mortiers prélevé a servi ensuite pour la datation par luminescence et par archéomagnétisme par différents acteurs (Basel, 2012 ; Lanos & Dufresne, 2013). La datation des briques par OSL a fourni une date moyenne 120 ± 100 ap. J.-C (Figure V-5). La datation archéomagnétique a fourni plusieurs intervalles chronologiques dont l'intervalle [68 ap. J.-C., 150 ap. J.-C.] est compatible avec la période gallo-romaine (Figure V-6) et avec les données archéologiques actuelles.

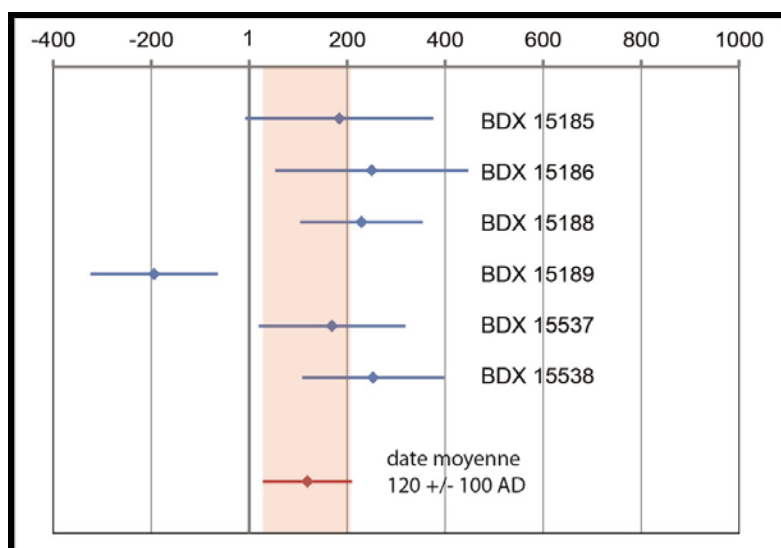


Figure V-5 : Résultat de la datation des briques prélevées au Palais-Gallien par OSL.

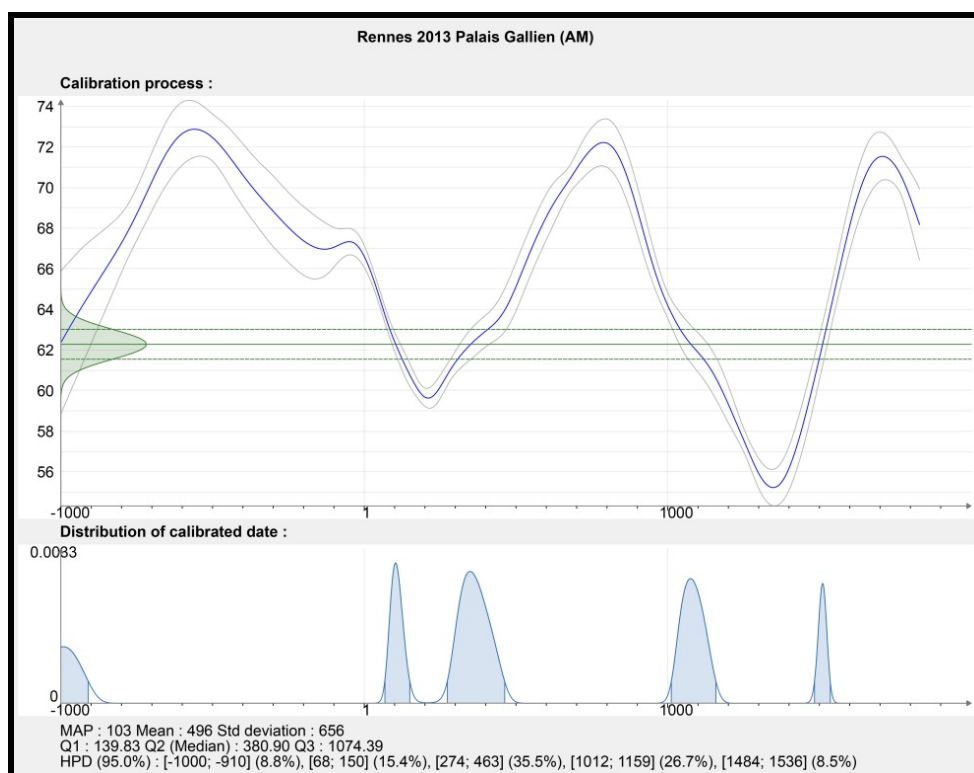


Figure V-6 : Résultat de la datation archéomagnétique des briques prélevées au Palais-Gallien. Calibration par le logiciel Chronomodel 1.1 La graphique présente l'ensemble des possibilités pour l'inclinaison mesurée à Bordeaux. Nous retiendrons un intervalle chronologique qui correspond à la période gallo-romaine (Lanos & Dufresne, 2013 ; Lanos *et al.*, 2015).

La tentative de dater les mortiers échantillonnés lors des prélèvements en 2012 est présentée dans ce travail. Le Palais-Gallien est ici considéré comme un édifice de référence pour la validation de la datation des mortiers par OSL car sa datation est déjà bien calée grâce aux approches chronologiques classiques (entre 90 et 150 de notre ère) et aux datations des terres cuites par archéomagnétisme. Le travail concernant la datation des mortiers du Palais-Gallien par OSL fait également l'objet d'un article méthodologique dans la revue *Radiation measurements* (Urbanova *et al.*, 2015).

L'échantillonnage des mortiers présentés a été effectué dans le mur en élévation et dans une partie du soubassement (Figure V-7). Les mortiers ont été prélevés par carottage avec lubrification à l'eau, le diamètre des carottes étant de 50 mm.

Échantillon	Localisation	Longueur de la carotte [cm]	Distance au-dessus du sol [cm]
BDX 15541	Mortier reliant les briques	15	110
BDX 15542	Mortier reliant les briques	13	100
BDX 15543	Mortier de soubassement	11	45
BDX 15544	Mortier de soubassement	13	45

Tableau V-1 : Liste et spécification d'échantillons prélevés au Palais-Gallien.

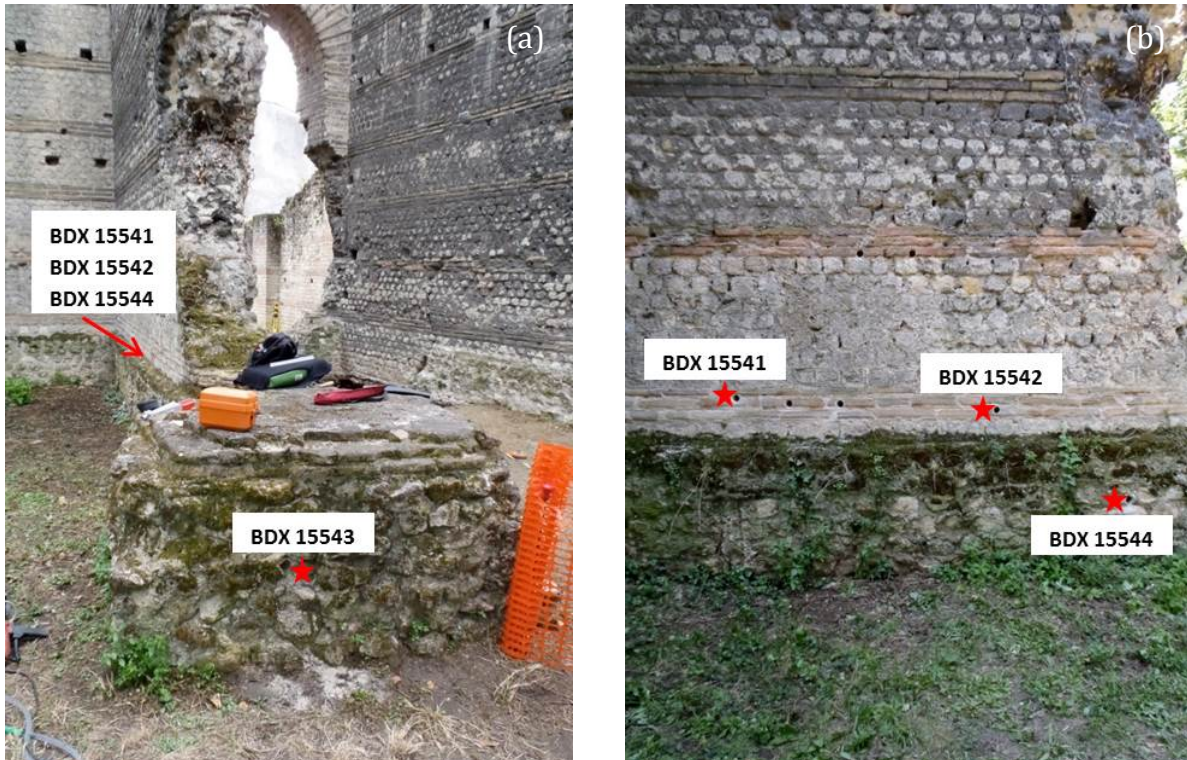


Figure V-7 : Localisation des prélèvements des mortiers du Palais-Gallien.

V.2. Caractérisation préalable

V.2.1. Composition élémentaire

Les échantillons du Palais-Gallien sont particulièrement riches en granulat, les teneurs en SiO_2 étant comprises entre 59 et 66 % (Figure III-9). Au contraire, la quantité de CaO n'excède pas 30 %. On ne constate aucune différence dans la composition élémentaire entre les mortiers de pose et les mortiers de soubassement.

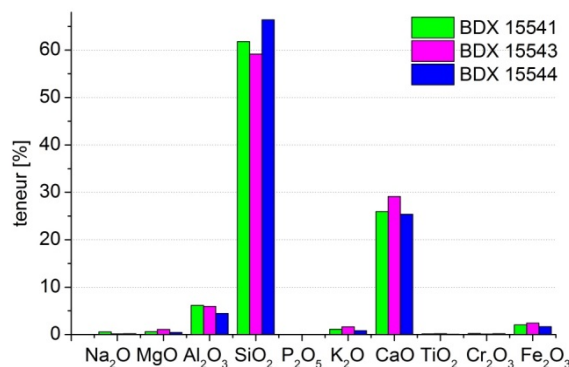


Figure V-8 : Histogramme de composition des mortiers du Palais-Gallien (exprimé en pourcentage d'oxydes). L'échantillon BDX 15542 n'a pas été analysé.

V.2.2. Microstructure

Etant donné que la microstructure des mortiers du Palais-Gallien est très similaire, l'ensemble des échantillons est représenté par les photos de la lame mince du mortier BDX 15541 (Figure V-9). Le caractère de ces mortiers est bien visible aussi dans la Figure V-10. Les échantillons du Palais-Gallien comportent des éléments grossiers en forme de gravillons ou de petits cailloux de plusieurs centimètres de diamètre. Il s'agit donc d'un matériau assez grossier et hétérogène. La majorité des grains a une forme arrondie. La quantité des grains de quartz, de 250 μm en diamètre (utilisés pour l'analyse OSL), est plutôt restreinte.

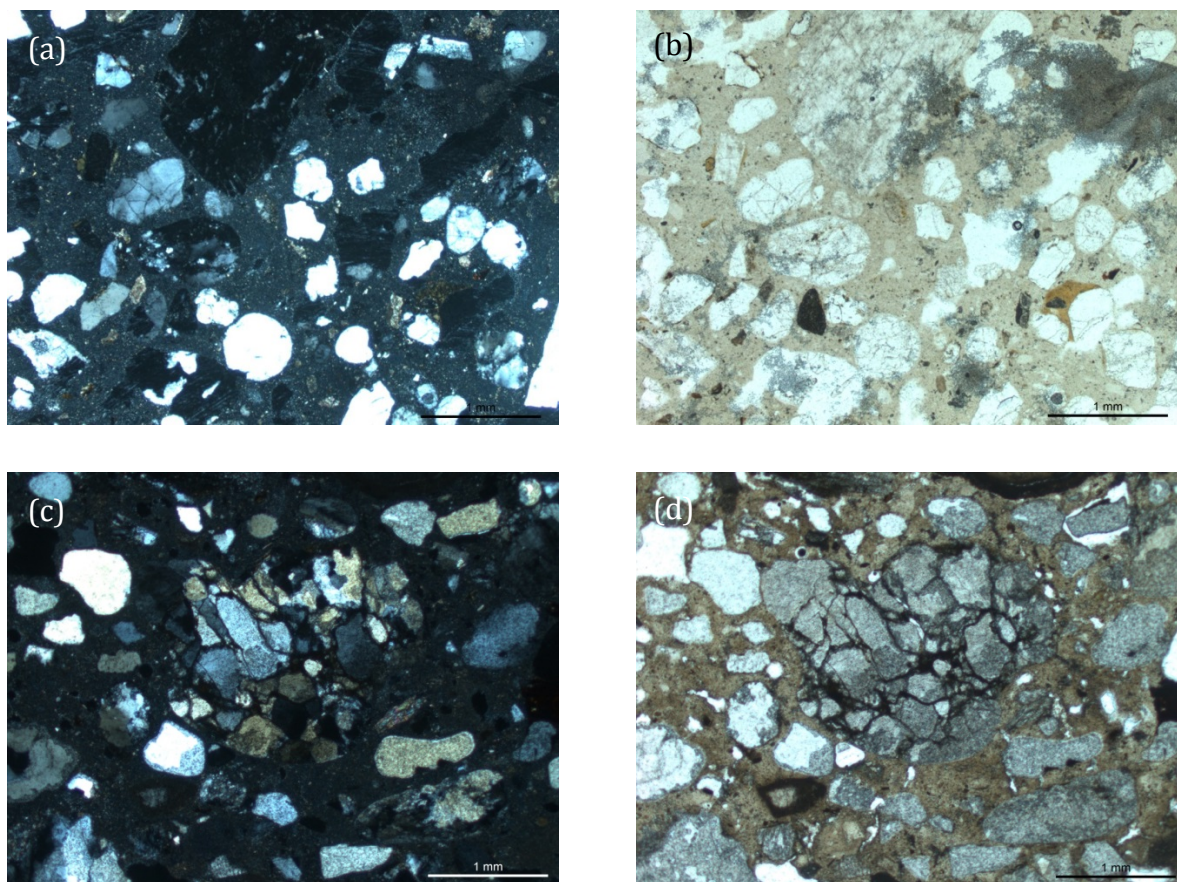


Figure V-9 : Observation (x50) de la lame mince de l'échantillon BDX 15541 en lumière polarisée analysée (a, c) et en lumière polarisée non-anlysée (b, d).

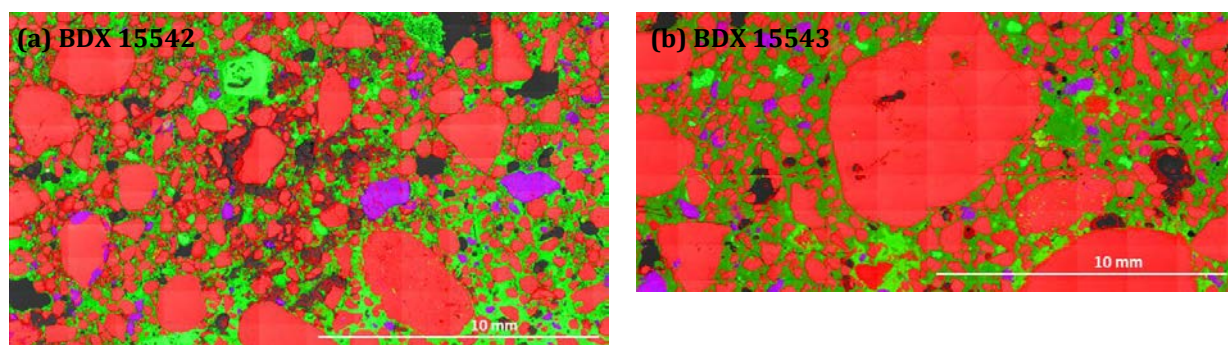
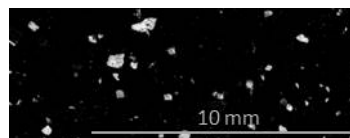
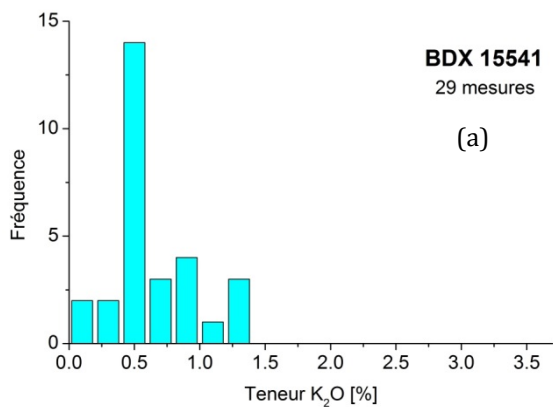


Figure V-10: Interprétation d'une cartographie élémentaire par EDX-MEB, effectuée sur les lames épaisses des échantillons BDX 15542 (a) et BDX 15543 (b), en fonction d'un élément majeur : en rouge - silicium (minéraux de quartz), en bleu - potassium (minéraux potassiques), en vert - calcium (liant calcaire).

V.2.3. Variabilité microdosimétrique

V.2.3.1. Cartographie EDX-MEB



(b) BDX 15541

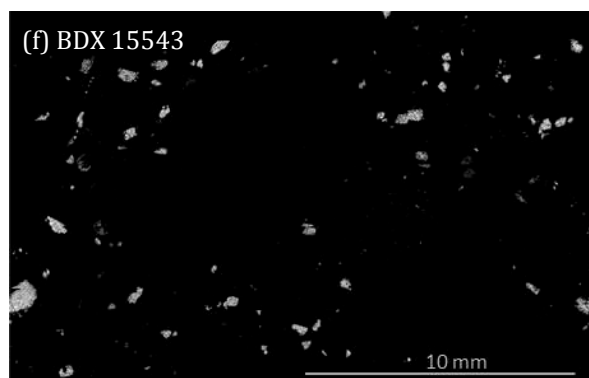
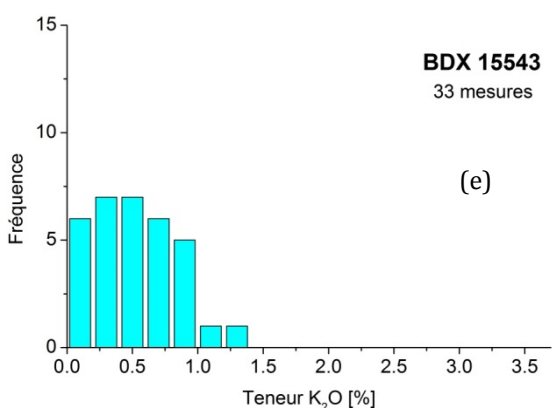
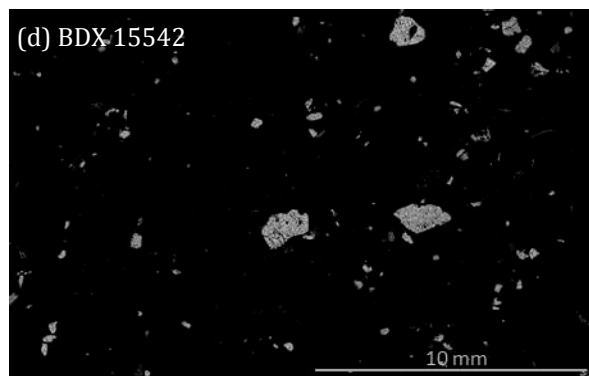
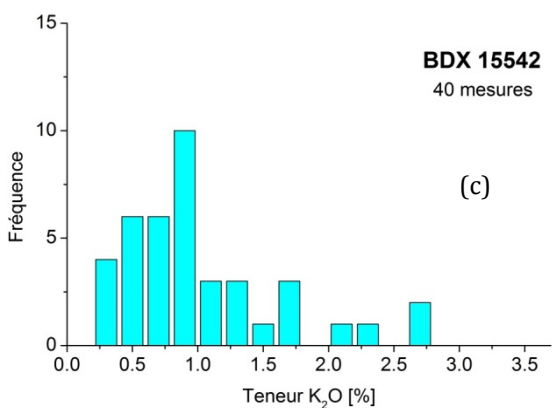
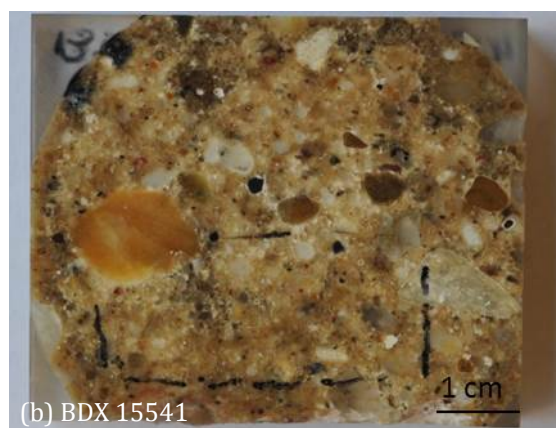
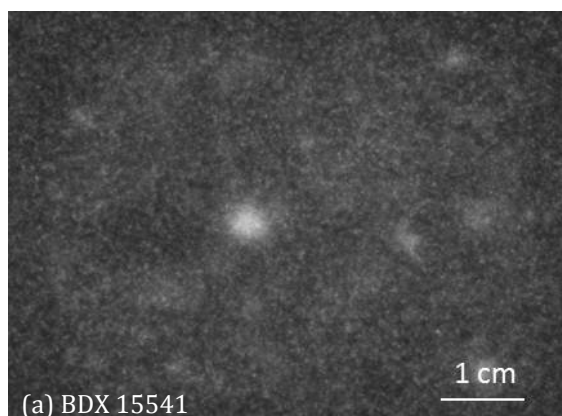


Figure V-11 : Histogrammes de distribution du potassium dans les mortiers du Palais-Gallien basés sur les mesures ponctuelles du rayon de 2 millimètres réalisées autour des grains de quartz utilisés pour la datation (a, c, e) et images de répartition du potassium, obtenues par cartographie EDX-MEB (b, d, f). Le niveau de gris correspond au nombre de rayons X émis par potassium atteignant le détecteur en fonction d'un endroit analysé. Grandissement : 60. Taille du pixel : 0.03 mm.

Une cartographie élémentaire par EDX-MEB, effectuée sur les lames épaisses des mortiers BDX 15541, BDX 15542 et BDX 15543 a permis d'évaluer la distribution de K_2O dans la matrice (voir sous-chapitre II.2.2. pour les détails). Une lame épaisse de l'échantillon BDX 15544 n'a pas été préparée. La répartition du potassium dans les échantillons étudiés est plutôt hétérogène (Figure V-11b, d et f) et particulièrement pour le mortier BDX 15542, on constate la présence de quelques grands feldspaths potassiques de plusieurs millimètres en diamètre. Les teneurs en K_2O peuvent atteindre des valeurs comprises entre 0.14 à 1.33 % pour BDX 15541 (Figure V-11a), 0.24 à 2.72 % pour BDX 15542 (Figure V-11c) et 0.11-1.32 pour % BDX 15543 (Figure V-11e). Il s'agit de teneurs relativement peu élevées, mais qui varient significativement. Dans les échantillons BDX 15541 et BDX 15542 des grains de zircon ont été sporadiquement identifiés.

V.2.3.2. Imagerie beta

Les figures ci-dessous montrent la répartition d'émetteurs beta dans les lames épaisses des mortiers BDX 15541 (Figure V-12a), BDX 15542 (Figure V-12c) et BDX 15543 (Figure V-12e). Les points clairs représentant des endroits radioactifs ne sont pas très nombreux. L'effet d'irradiation beta peut être ainsi localement assez important et on peut attendre des variations microdosimétriques. Les images d'autoradiographie beta sont présentées avec les photos macroscopiques des lames épaisses correspondantes (Figure V-12b, d et f).



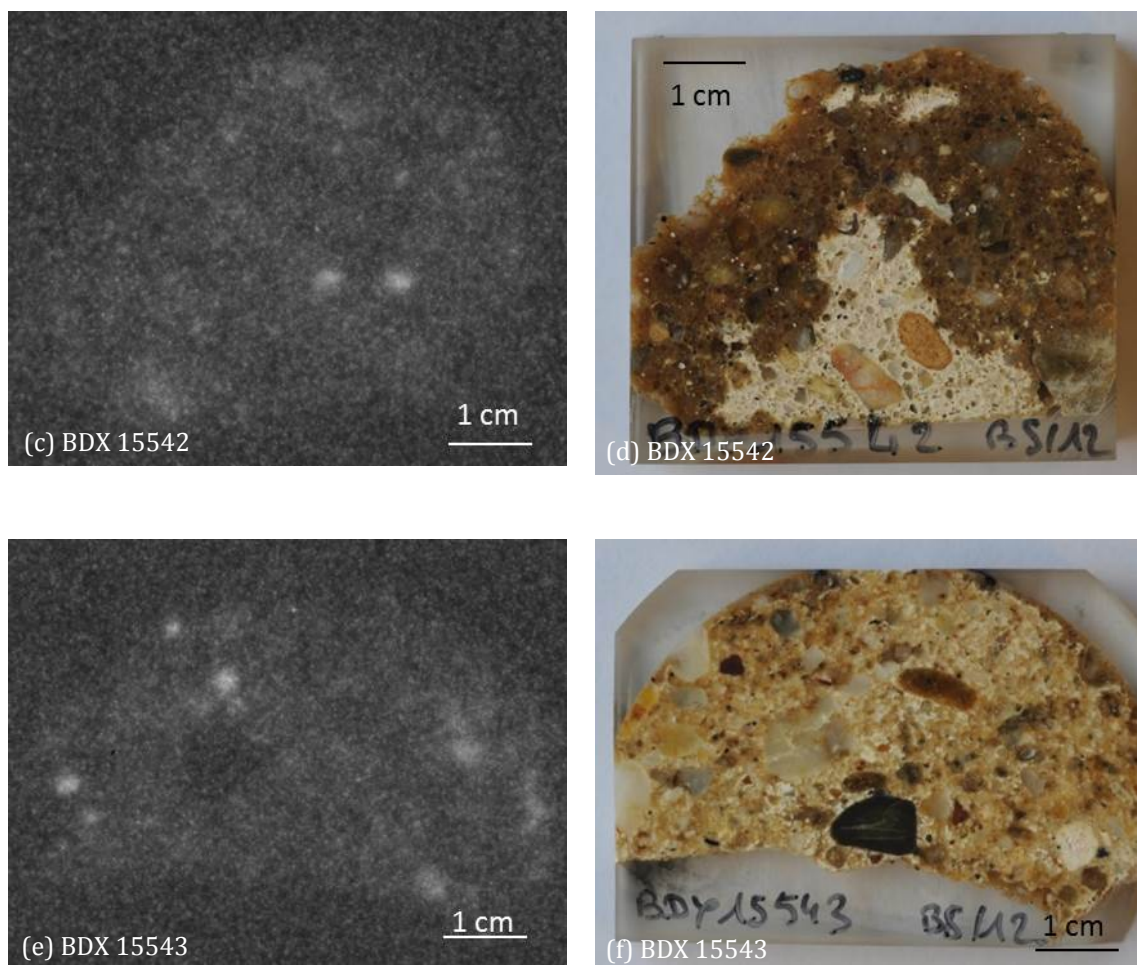


Figure V-12 : Images de l'autoradiographie beta (a, c, e) et les photos macroscopiques des mortiers correspondants (b, d, f). Les points plus clairs correspondent aux endroits plus radioactifs.

V.3. Datation par luminescence

V.3.1. Tests préliminaires

Les mesures de LM-OSL de l'échantillon BDX 15541 ont confirmé la prédominance d'une composante rapide dans le signal (Figure V-13) qui est, en général, assez faible. Cela est en accord aussi l'évaluation visuelle des signaux d'OSL classique monograin qu'ils décroissent rapidement au cours des premières 0.1 s de la stimulation. La présence d'une composante lente pour le signal régénéré après l'irradiation faible (1.5 Gy) est identifiable, mais minoritaire et elle appartient surtout aux grains mal blanchis, comme il sera encore discuté dans le chapitre suivant VI.

La proportion de grains luminescents varie entre 5 et 7.9 % selon l'échantillon. 80 % de la luminescence enregistrée provient de 10 % des grains (Figure V-14) pour BDX 15541, BDX 15542 et BDX 15543 et de 20 % des grains pour BDX 15544. Les 90 %, ou respectivement 80 % de grains restants donnent un signal de très faible intensité et ne contribuent pas considérablement au signal détecté.

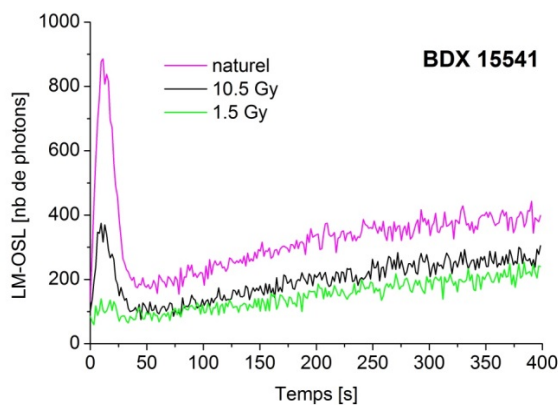


Figure V-13 : Mesure d'un signal du quartz du mortier BDX 15541 en augmentant linéairement la puissance (LM-OSL). La forme de la courbe indique que le signal est largement dominé par une composante rapide du signal (observable lors des premières secondes d'excitation).

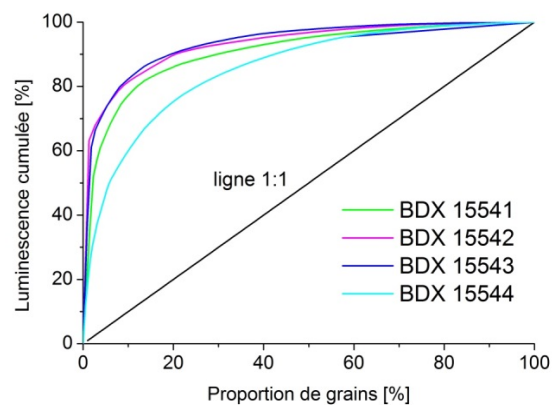


Figure V-14 : Luminescence cumulée du signal naturel en fonction de la proportion de grains luminescents. La ligne 1:1 représente la situation où tous les grains luminescents contribuent de façon équilibrée à la luminescence.

Les distributions de doses individuelles obtenues suite à des tests de *recovery* après le blanchiment dans le simulateur solaire et dans le lecteur de luminescence (pour BDX 15541) sont présentées dans les histogrammes ci-après (Figure V-15). La représentation graphique des distributions de grains mesurés est accompagnée par les

valeurs de la dose (CAM) et de l'*over-dispersion* (OD) calculées à partir du modèle d'âge central pour le nombre de grains notée n . la valeur du *dose recovery ratio* moyenne est égale à 1.13. On constate une légère tendance à surestimer la dose *recovery*, ce qui est à la limite acceptable habituellement utilisée. Comme on le verra dans les sous-chapitres suivants VI et VIII), on a observé des différences entre le comportement des échantillons blanchis au simulateur solaire et dans le lecteur de luminescence

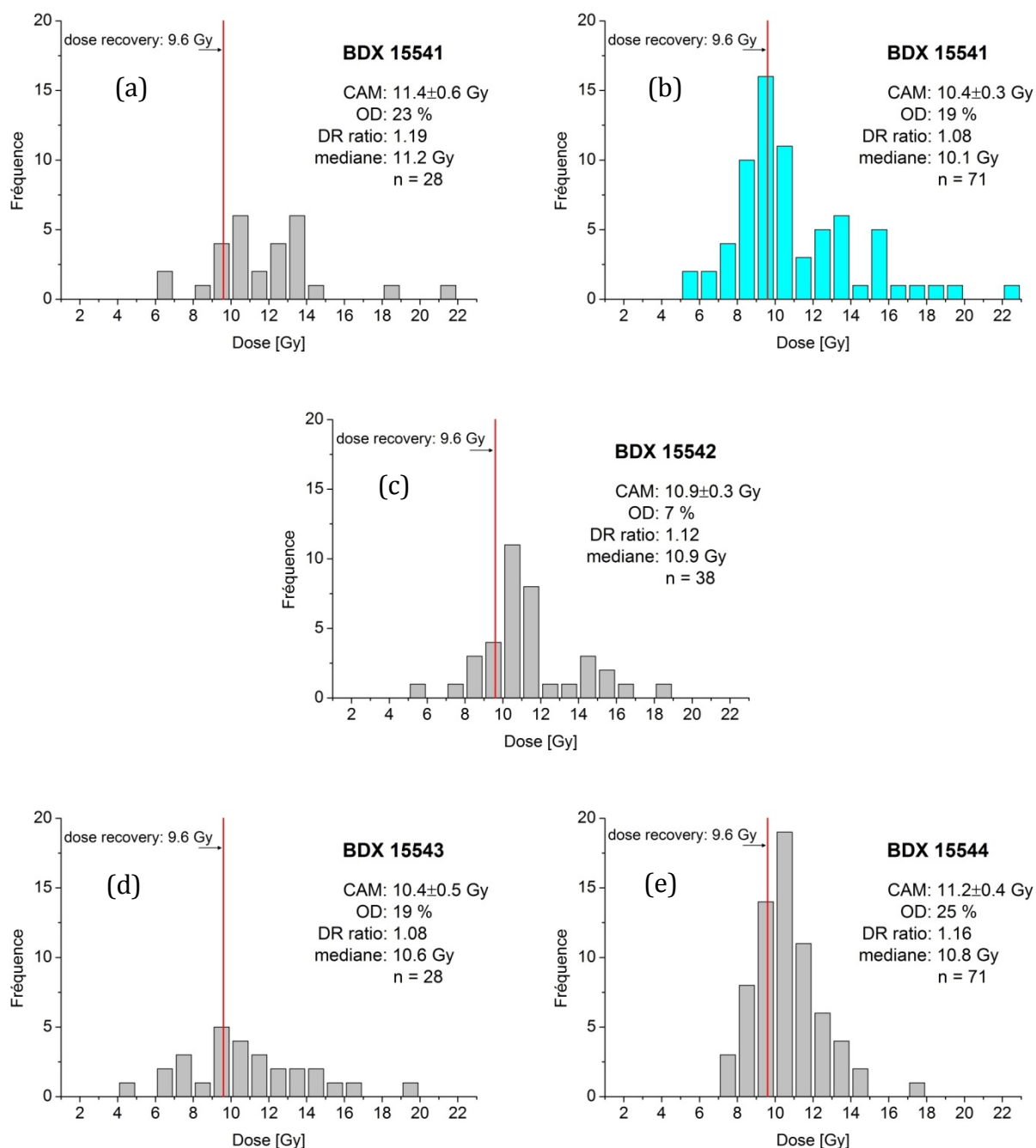


Figure V-15 : Histogrammes des distributions de doses mesurées pour des grains individuels lors de tests de *recovery*. La dose recherchée (CAM) et l'*over-dispersion* (OD) pour le nombre de grains n sont calculés en utilisant le modèle d'âge central. DR ratio représente le rapport entre la dose calculée et la dose *recovery*.

V.3.2. Détermination de la dose archéologique

Les paramètres de mesure choisis pour la détermination de la dose archéologique sont résumés dans le Tableau V-2.

Nom	Préchauffe T ₁ [°C]	Préchauffe T ₂ [°C]	Dose test [Gy]	Doses de régénération [Gy]
BDX 15541	240	190		
BDX 15542	240	160	4.8	4.8, 9.6, 14.4, 19.2, 0, 4.8
BDX 15543	220	220		
BDX 15544	240	190		

Tableau V-2 : Paramètres de mesure choisis pour la détermination de la dose archéologique.

La fréquence des doses mesurées pour les mortiers du Palais-Gallien révèle une grande dispersion avec des valeurs de doses archéologiques individuelles comprises entre 2 et 250 Gy pour BDX 15541, 2 et 322 Gy pour BDX 15542, 1.9 et 148 Gy pour BDX 15543 et 1.8 et 336 Gy pour BDX 15544 (Figure V-16). Les valeurs de l'over-dispersion sont inférieures à 100 %. Il s'agit donc de mortiers mal blanchis pour lesquels le modèle d'âge central n'est pas adapté. Néanmoins, on constate la fréquence élevée de doses archéologiques individuelles faibles. Les distributions sont caractérisées par un pic de fréquence important au niveau des faibles doses. Cela indique la présence de grains bien blanchis. Les modèles d'âge minimal seront donc appliqués afin de calculer la dose archéologique.

On constate la croissance d'incertitudes absolues en fonction de la dose mesurée (Figure V-17a). Aucune tendance particulière n'est observée dans la distribution des incertitudes relatives en fonction de la dose mesurée (Figure V-17b) ce qui est une condition préalable pour que les modèles d'âge minimal soient considérés comme étant fiables. La majorité des grains fournit des doses archéologiques individuelles avec une incertitude comprise entre 10 et 30 %.

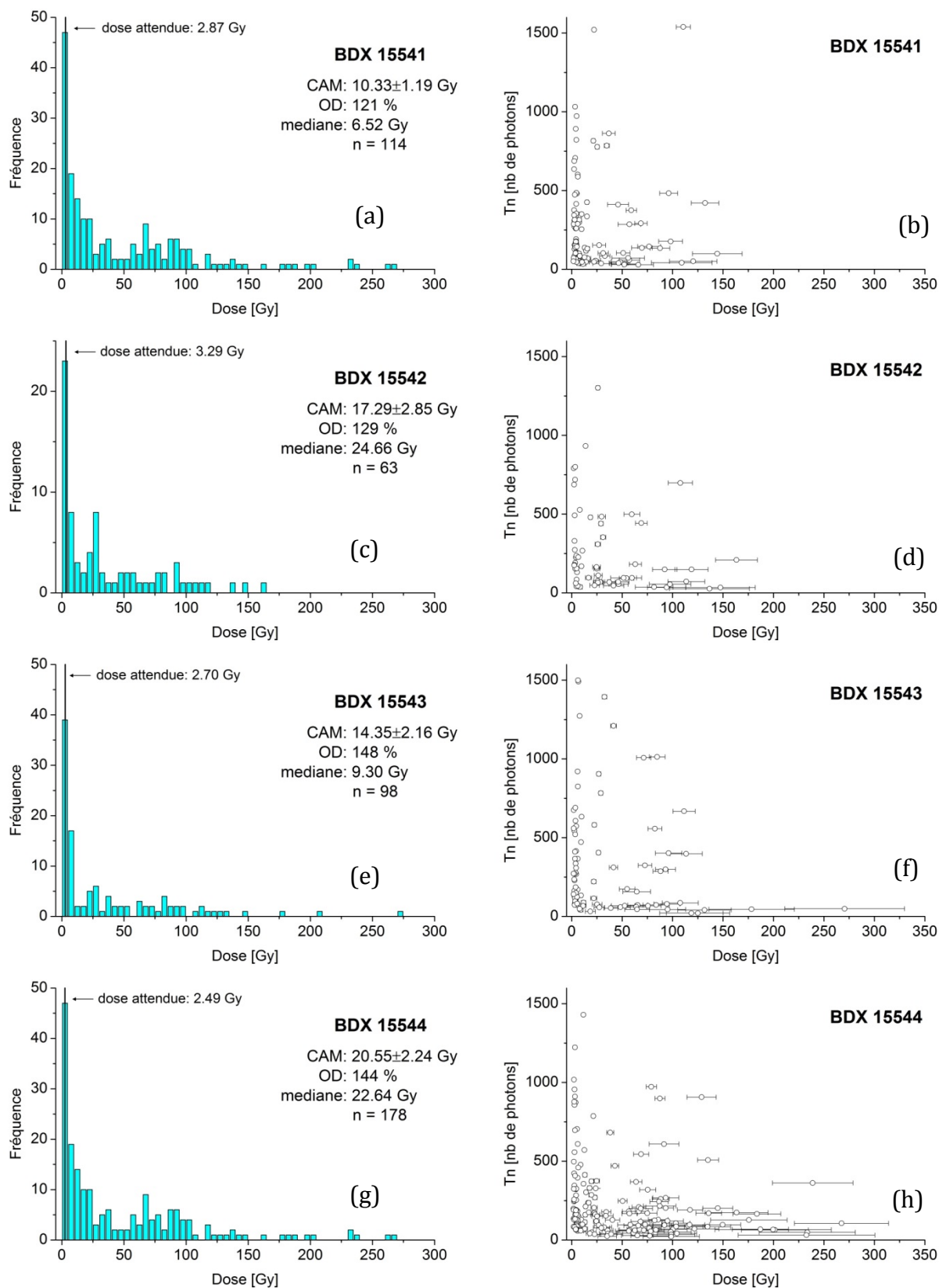


Figure V-16 : Histogrammes des distributions de doses archéologiques individuelles (a, c, e, g), et des graphiques de T_n (*dose test* après le signal naturel) en fonction de la dose (b, d, f, h). La dose archéologique moyenne (CAM) pour le nombre de grains n est calculée en utilisant le modèle d'âge central (CAM).

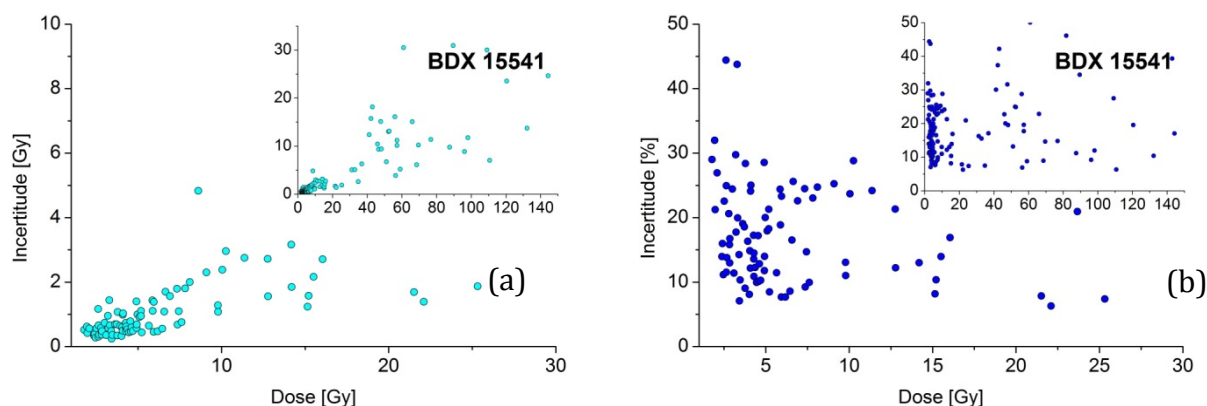


Figure V-17 : Distribution des incertitudes absolues (a) et relatives (b) en fonction de la dose mesurée pour des grains individuelles du mortier BDX 15541.

Nom	Grains mesurés		Grains luminescents		Grains sélectionnées suivant les critères a, b et c		Dose attendue [Gy]
	Nb	%	Nb	%	Nb	%	
BDX 15541	2850	100	202	7.1	129	4.5	2.87
BDX 15542	1900	100	119	6.3	76	4.0	3.29
BDX 15543	4135	100	207	5.0	111	2.7	2.70
BDX 15544	4085	100	324	7.9	192	4.7	2.49

Tableau V-3 : Récapitulatif des analyses des mortiers du Palais-Gallien avec les nombres et les proportions de grains mesurés, de grains luminescents et de grains sélectionnés selon les critères a, b et c et avec les valeurs des doses archéologiques attendues.

Aucun grain n’a fourni le signal inférieur à 3 écart-types sur le bruit de fond. Afin d’évaluer l’influence de critères de rejection à la dose archéologique calculée, les modèles d’âge minimal IEU, MAM-3 et MAM-4 (voir sous-chapitre II.7.3 et II.7.4) ont été appliqués à ces trois séries de grains d’un échantillon BDX 15541 : une série constituée de tous les grains luminescents, une série de grains choisis suivant les critères a,b et c et une série suivant les critères a, b, c et d. On constate que l’utilisation des critères de rejection n’a pas l’influence significative sur la valeur de la dose archéologique. La dose archéologique pour l’ensemble des échantillons est calculée pour les groupes de grains sélectionnés selon les critères a, b et c.

Etant donné que des résultats de tests de *recovery* n'ont pas été convaincants, la mesure des doses archéologiques individuelles pour l'échantillon BDX 15541 a été effectuée à deux températures. D'abord, une température de préchauffe de 240°C (190°C pour le *dose test*) a été employée et l'estimation de la dose archéologique a été faite en utilisant ces résultats. Ensuite, en prenant une partie d'échantillon restant, la mesure a été réalisée à 190°C (160°C pour le *dose test*). Aucune différence significative n'a été notée entre les distributions des doses archéologiques individuelles mesurées à ces deux températures différentes de préchauffe (comparaison de la Figure V-18 avec la Figure V-16a). Cela permet d'exclure l'hypothèse de surestimation de la dose archéologique si la mesure est faite à une température plus élevée, ici à la température 240°C.

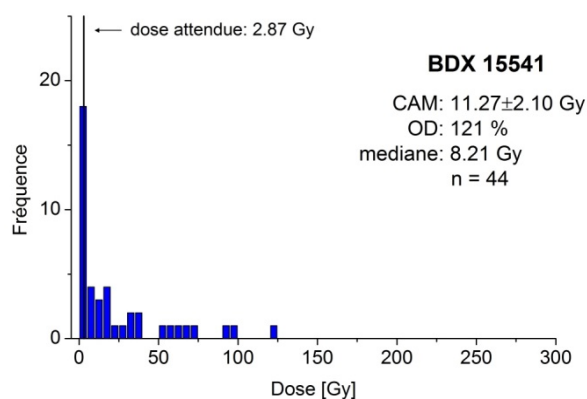
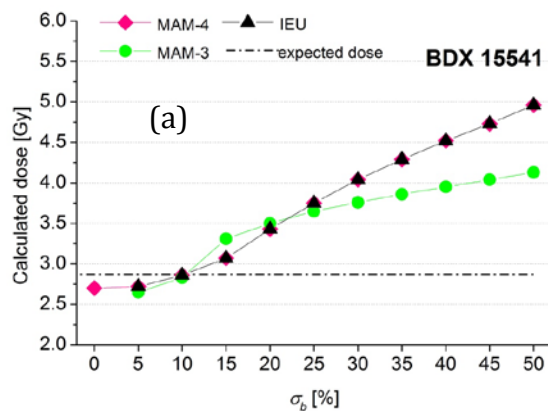
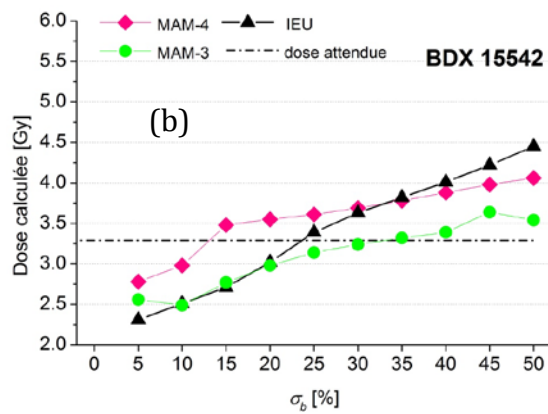


Figure V-18 : Histogramme de la distribution des doses archéologiques individuelles pour le mortier BDX 15541 mesurées en utilisant les températures de préchauffe moins élevées (190 et 160 °C).

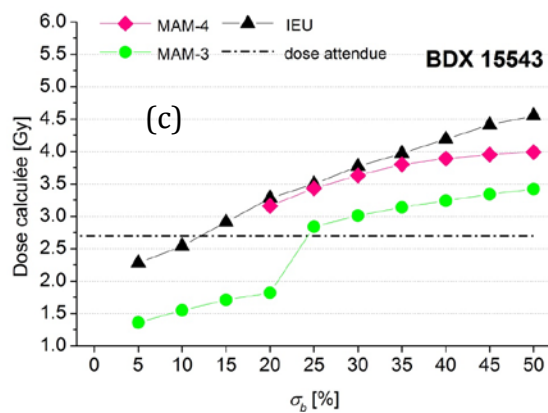
L'ensemble des figures et des tableaux ci-dessous (Figure V-19) résume les résultats du calcul de la dose archéologique en utilisant les modèles d'âge minimal IEU, MAM-3 et MAM-4 et en faisant varier la valeur de la variabilité attendue parmi les grains bien blanchis σ_b par 5 % entre 0 et 50 % (0-0.50, d'après Medialdea *et al.*, 2014). La dose archéologique calculée selon le modèle choisi pour la valeur donnée de σ_b est notée « Min dose ». Le nombre de grains correspondant pris en compte pour le calcul de la dose archéologique est notée n . La dose attendue est représentée par la ligne discontinue. Le point d'intersection de cette ligne avec les résultats du MAM et du critère IEU correspond donc, a priori, à une meilleure estimation de la dose archéologique.



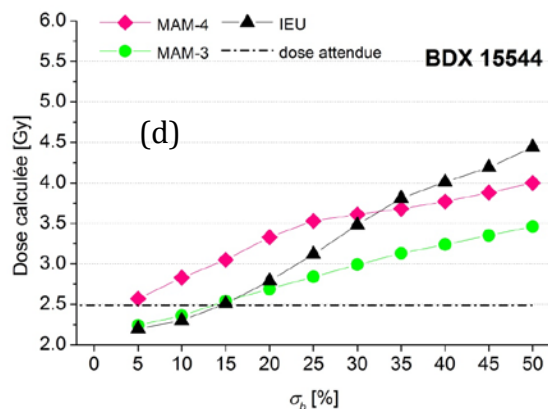
Dose attendue : 2.87 Gy						
	IEU		MAM-3		MAM-4	
σ_b	Min dose [Gy]	n	Min dose [Gy]	n	Min dose [Gy]	n
0.05	2.72±0.10	25	2.65±0.05	10	2.64±0.05	10
0.10	2.86±0.10	30	2.83±0.05	16	2.83±0.05	15
0.15	3.07±0.12	37	3.31±0.03	32	3.57±0.05	46
0.20	3.43±0.13	50	3.50±0.07	38	3.81±0.05	56
0.25	3.75±0.15	60	3.65±0.07	43	4.02±0.04	64
0.30	4.04±0.18	67	3.76±0.08	46	4.17±0.04	68
0.35	4.29±0.20	73	3.86±0.08	47	4.29±0.05	71
0.40	4.52±0.24	78	3.95±0.08	49	4.41±0.03	74
0.45	4.73±0.28	81	4.04±0.08	50	4.57±0.04	77
0.50	4.96±0.31	82	4.13±0.09	50	4.76±0.02	80



Dose attendue : 3.29 Gy						
	IEU		MAM-3		MAM-4	
σ_b	Min dose [Gy]	n	Min dose [Gy]	n	Min dose [Gy]	N
0.05	2.31±0.15	9	2.56±0.06	1	2.78±0.04	13
0.10	2.51±0.16	12	2.49±0.06	4	2.98±0.04	16
0.15	2.71±0.16	14	2.77±0.06	8	3.48±0.04	25
0.20	3.02±0.19	21	2.98±0.07	11	3.55±0.03	26
0.25	3.39±0.21	26	3.14±0.07	13	3.61±0.03	27
0.30	3.63±0.29	29	3.24±0.07	13	3.69±0.03	28
0.35	3.82±0.29	30	3.32±0.08	13	3.78±0.03	29
0.40	4.01±0.33	31	3.39±0.08	13	3.88±0.02	30
0.45	4.22±0.38	32	3.64±0.08	13	3.98±0.02	30
0.50	4.45±0.48	34	3.54±0.08	12	4.06±0.02	31



Dose attendue : 2.70 Gy						
	IEU		MAM-3		MAM-4	
σ_b	Min dose [Gy]	N	Min dose [Gy]	n	Min dose [Gy]	n
0.05	2.28±0.11	12	-	<1	-	<1
0.10	2.54±0.11	18	-	<1	-	<1
0.15	2.91±0.12	28	-	<1	-	<1
0.20	3.28±0.14	41	-	<1	3.16±0.04	38
0.25	3.50±0.16	46	2.84±0.06	21	3.43±0.04	45
0.30	3.77±0.19	50	3.01±0.07	25	3.63±0.04	50
0.35	3.97±0.22	53	3.14±0.08	27	3.80±0.05	53
0.40	4.19±0.03	55	3.24±0.08	28	3.89±0.05	54
0.45	4.41±0.29	58	3.34±0.08	29	3.95±0.05	55
0.50	4.55±0.36	60	3.42±0.08	29	3.99±0.05	56



Dose attendue : 2.49 Gy						
	IEU		MAM-3		MAM-4	
σ_b	Min dose [Gy]	N	Min dose [Gy]	n	Min dose [Gy]	N
0.05	2.20±0.10	16	2.24±0.06	4	2.57±0.08	20
0.10	2.30±0.10	18	2.36±0.06	7	2.83±0.08	30
0.15	2.51±0.10	25	2.54±0.07	11	3.05±0.04	40
0.20	2.79±0.12	36	2.69±0.07	15	3.33±0.04	50
0.25	3.12±0.14	48	2.84±0.07	18	3.53±0.03	56
0.30	3.48±0.16	57	2.99±0.07	21	3.61±0.03	59
0.35	3.81±0.19	64	3.13±0.08	23	3.68±0.03	60
0.40	4.01±0.24	68	3.24±0.08	23	3.77±0.04	62
0.45	4.19±0.25	69	3.35±0.08	23	3.88±0.04	64
0.50	4.44±0.29	72	3.46±0.08	23	4.00±0.03	66

Figure V-19 : Résultats du calcul de la dose archéologique (Min dose) en utilisant les modèles d'âge minimal IEU, MAM-3 et MAM-4 et en faisant varier la valeur de la variabilité attendue parmi les grains bien blanchis σ_b par 5 % entre 0 et 50 % (0-0.50). n est le nombre de grains prises en compte.

Avant déterminer la dose archéologique la plus probable, nous allons discuter des tendances générales des valeurs obtenues en fonction des modèles utilisés et de la variabilité attendue dans le groupe de grains bien blanchis σ_b . L'utilisation du MAM-4 conduit aux doses archéologiques les plus élevées pour σ_b entre 0 et 30 %. Les doses archéologiques calculées en utilisant le critère d'IEU sont un peu moins élevées ou égales à celles calculées avec le MAM-3 pour σ_b entre 0 et 20 % et plus élevées pour σ_b entre 20 et 50 %. Le nombre de grains inclus dans le calcul est systématiquement plus important avec le critère d'IEU. La différence entre la dose archéologique calculée pour σ_b la plus basse ($\sigma_b = 0$ %) et la plus élevée ($\sigma_b = 50$ %) pour la même série de données est autour de 2 Gy pour le critère d'IEU et entre 1 et 1.5 Gy pour le MAM-3 et le MAM-4 (c'est-à-dire environ 30-60 % de la dose archéologique attendue).

Essayons maintenant d'estimer la valeur de la dose archéologique des mortiers étudiés en partant d'aucun a priori sur l'âge. Le critère d'IEU semble avoir le comportement le plus stable (le calcul est toujours fonctionnel) et sera ainsi utilisé pour la détermination de la dose archéologique. Pour caractériser la dispersion minimale parmi les doses archéologiques individuelles mesurées, on peut se baser sur des tests de *recovery* comme discuté dans le sous-chapitre II.7.2 (Thomsen *et al.*, 2012). La variabilité minimale sera donc prise égale à la valeur de *l'over-dispersion* des tests de *recovery* pour un échantillon donné. Celle-ci est de 19 % pour BDX 15541, 7 % pour BDX 15542, 19 % pour BDX 15543 et 25 % pour BDX 15544 (Figure V-15). Sauf l'échantillon BDX 15542, les valeurs de *l'over-dispersion* autour de 20 % semblent assez élevées pour les tests de *recovery*. On peut se poser la question si ces valeurs sont assez représentatives, sachant que la reproductibilité des tests de *recovery* appliqués sur les échantillons blanchis au simulateur solaire n'a pas été très satisfaisante. De plus, les doses mesurées ont été légèrement surestimées.

En prenant en compte la variabilité attendue parmi les grains bien blanchis σ_b de 20 % suivant le critère d'IEU, les doses archéologiques obtenues légèrement surestimées. Cela est le cas pour trois mortiers sur quatre. Le nombre de grains pris en compte est de 50 pour BDX 15541, 41 pour BDX 15543 et 36 pour BDX 15544.

Mais, l'utilisation de σ_b prise égale à l'*over-dispersion* obtenue des tests de *recovery* n'est pas cohérente avec les conclusions concernant la variabilité microdosimétrique qu'on a constaté pour ces mortiers. Si ces échantillons sont affectés par les variations des doses annuelles à l'échelle de grain, on suppose que la variabilité parmi les grains bien blanchis dans les échantillons naturels devrait être plus élevée. Les résultats impliquent la nécessité de quantifier la variabilité microdosimétrique. On en discutera en détail pour l'ensemble des échantillons dans le chapitre VIII de ce travail.

Pour l'échantillon BDX 15542, la dose archéologique calculée est sous-estimée pour toutes les valeurs de σ_b . A cause d'un manque de matériau, la quantité de grains analysés est de moitié par rapport au nombre de grains analysés pour les autres trois mortiers (Tableau V-3, page 137). On explique cette incohérence par un nombre de grains insuffisant pour obtenir une bonne représentativité statistique.

En utilisant la même valeur de σ_b égale à 20 % dans le modèle MAM-3, on obtient des doses archéologiques aussi surestimées par rapport aux valeurs attendues et assez similaires à celles obtenues en utilisant le critère d'IEU. Aucune tendance qui serait commune pour les quatre (ou au moins trois) échantillons n'est observée en utilisant ces modèles. Dans le cas de l'échantillon BDX 15543, pour certaines valeurs de σ_b , le MAM-3 et le MAM-4 ne prennent en compte aucun grain dans le calcul, ce qui met en doute l'applicabilité de ces modèles à notre série d'échantillons.

V.3.3. Détermination de la dose annuelle

Les concentrations en radioéléments pour tous les mortiers du Palais-Gallien sont présentées dans le Tableau V-4 et dans la Figure V-20. La teneur en thorium est constante parmi les quatre échantillons et plutôt basse, autour de 2 ppm, tandis que les teneurs en potassium et en uranium varient plus. Le thorium est généralement présent dans les micas et argiles. Nous avons constaté que le rapport Th/U est ici autour de 1.5, ce qui représente une valeur nettement plus basse que les rapports typiques pour les minéraux argileux (3 à 5). Cela signifie que la partie de l'uranium est ici probablement porté par le liant calcaire répartie de la façon relativement homogène dans les mortiers. Cela permet de soulever l'hypothèse que les variations microdosimétriques vont provenir plutôt du potassium présent dans des feldspaths potassiques qui, faisant une partie de la charge du mortier, sont distribués de façon aléatoire dans la matrice. Néanmoins, on ne dispose pas d'une information

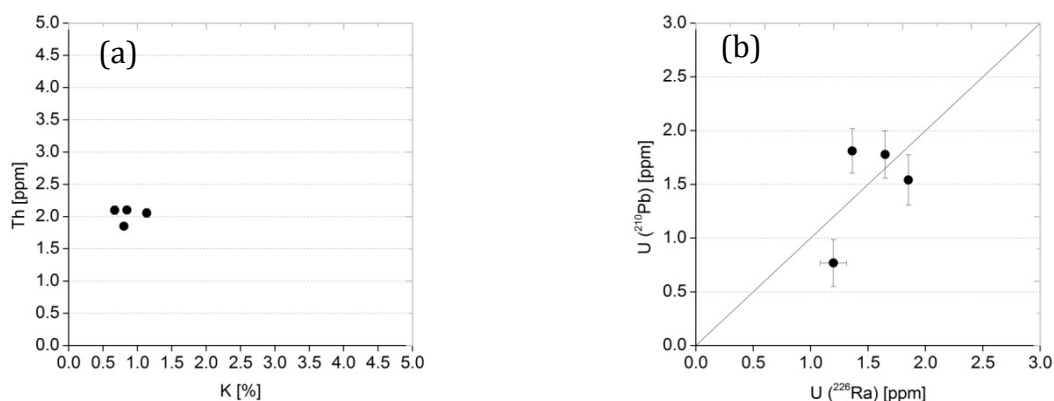
objective concernant la répartition de l'uranium dans les mortiers étudiés, le sujet qu'on abordera encore dans le chapitre VIII.2.

Nom	Saturation en eau [%]	K [%]	U(²³⁸ U) [ppm]	U(²²⁶ Ra) [ppm]	U(²¹⁰ Pb) [ppm]	Th [ppm]
BDX 15541	20	0.85 ± 0.02	1.71 ± 0.10	1.36 ± 0.02	1.81 ± 0.21	2.10 ± 0.06
BDX 15542	16	1.13 ± 0.02	1.20 ± 0.11	1.38 ± 0.03	0.77 ± 0.22	2.06 ± 0.07
BDX 15543	12	0.80 ± 0.02	1.34 ± 0.12	1.85 ± 0.03	1.54 ± 0.23	2.32 ± 0.07
BDX 15544	16	0.67 ± 0.01	1.32 ± 0.11	1.65 ± 0.03	1.78 ± 0.22	2.10 ± 0.07

Tableau V-4 : Teneurs en radioéléments déterminées par spectrométrie gamma à bas bruit de fond.

²³⁸U et ²²⁶Ra sont en déséquilibre (sauf BDX 15542, Figure V-20c) au profit du radium avec une teneur en ²²⁶Ra plus élevée pour les mortiers de soubassement (BDX 15543 et BDX 15544). Le nombre d'échantillons est insuffisant pour faire une hypothèse sur l'origine de ce déséquilibre (comme appliqué dans des études précédentes ; par exemple Guibert *et al.*, 2009b ; Blain *et al.*, 2011). Le déséquilibre constant depuis la construction de l'amphithéâtre est donc supposé.

La distance euclidienne entre les teneurs de ²¹⁰Pb and ²²⁶Ra reste dans l'intervalle +2/-2 σ. Les faibles variations de la teneur en ²¹⁰Pb observées (Figure V-20b) sont liées à la statistique de comptage élevée pour le pic ²¹⁰Pb. Le ratio moyen de ²²⁶Ra/²¹⁰Pb est égal à 1.1, n'indiquant aucune perte significative de radon dans la maçonnerie étudiée pendant les 30 dernières années.



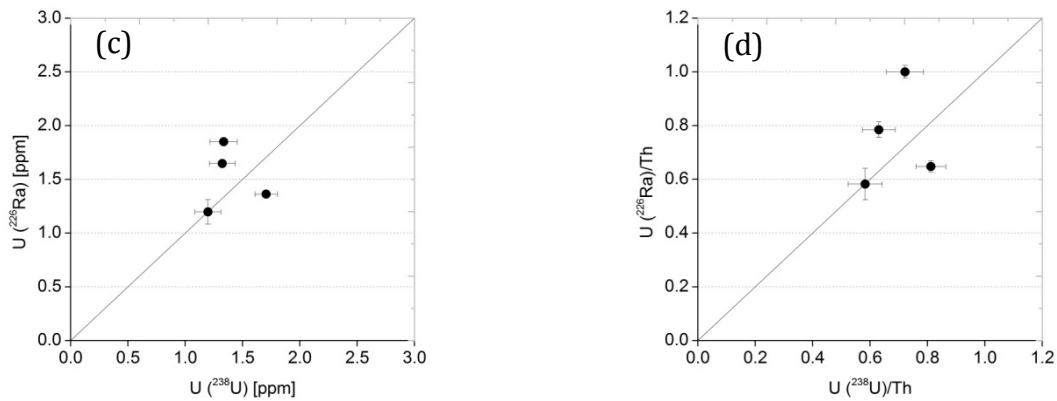


Figure V-20 : Représentation graphique des teneurs en radioéléments et des états d'équilibre de l'uranium.

Les teneurs en radioéléments à l'intérieur des grains de quartz utilisés pour les mesures d'OSL, déterminées par l'ICP-MS, sont très petites (Tableau V-5). Malgré leur faible influence sur la valeur totale de la dose annuelle, les teneurs en K, U et Th de grains ont été prises en compte. La radioactivité interne aux grains augmente la valeur de la dose annuelle totale de 2 %.

Sample	K [%]	U [ppm]	Th [ppm]
BDX 15541	0.020 ± 0.005	0.077 ± 0.004	0.329 ± 0.018
BDX 15542*	-	-	-
BDX 15543	0.031 ± 0.004	0.102 ± 0.005	0.452 ± 0.023
BDX 15544	0.017 ± 0.005	0.087 ± 0.005	0.288 ± 0.016

* Echantillon BDX 15542 n'a pas été analysé

Tableau V-5 : Teneurs en radioéléments des inclusions de quartz mesurées par ICP-MS.

Le Tableau V-6 résume les différentes contributions de la dose annuelle. Les valeurs de la dose annuelle environnementale obtenues par la dosimétrie *in situ* sont assez cohérentes et relativement peu élevées. La dose annuelle totale déterminée est égale à 1.4 mGy environ par an.

Nom	Dose annuelle alpha			Dose annuelle beta			$I_{\text{environnementale}}^c$	I_{total}
	Inclusions ^a	Matrice ^b	Total	Inclusions ^a	Matrice ^b	Total		
BDX 15541	0.02	0.02	0.04 ± 0.01	0.00	0.77	0.77 ± 0.04	0.70 ± 0.01	1.51 ± 0.07
BDX 15542*	-	0.02	0.02 ± 0.01	-	0.96	0.98 ± 0.05	0.75 ± 0.03	1.73 ± 0.09
BDX 15543	0.03	0.03	0.05 ± 0.01	0.01	0.78	0.79 ± 0.02	0.58 ± 0.02	1.42 ± 0.05
BDX 15544	0.02	0.02	0.04 ± 0.01	0.00	0.65	0.65 ± 0.02	0.62 ± 0.03	1.31 ± 0.07

V. CHAPITRE - Palais-Gallien, Bordeaux

^a contributions α et β de grains de quartz obtenues par analyse ICP-MS

^b contributions α et β mesurées par la spectrométrie gamma à bas bruit de fond

^c contributions γ et cosmique mesurées par dosimétrie *in situ*

Tableau V-6 : Récapitulatif des différentes contributions à la dose annuelle (débit de dose en mGy/an).

Afin d'évaluer l'influence de la présence des fractions granulométriques des dimensions différentes sur les résultats des mesures de la spectrométrie gamma, les contributions alpha (kI_{α} éch) et beta (I_{β} éch) de l'échantillon BDX 15541 ont été déterminées trois fois. Les tubes en polyéthylène dont la préparation est décrite dans le sous-chapitre II.4.3.2 ont été faits en trois versions différentes. Un premier, un deuxième et un troisième tube préparés contenait des inclusions inférieures à 5 mm, à 2 mm et à 1 mm respectivement.

La comparaison entre les teneurs en radioéléments obtenues pour les fractions granulométriques testées ne montre aucune différence significative. On ne constate aucune tendance commune pour les teneurs des trois radioéléments.

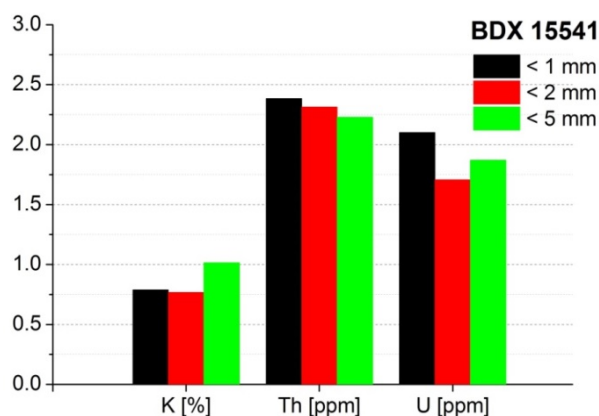


Figure V-21 : Histogramme de comparaison des teneurs en radioéléments pour l'échantillon BDX 15541. Les mesures ont été effectuées sur la fraction inférieure à 1, 2 et 5 mm.

V.4. Discussion

Les mortiers de Palais-Gallien, hétérogènes et à grains grossiers, sont mal blanchis et affectés par les effets microdosimétriques. Pour le calcul d'âge (Tableau V-7), il est donc nécessaire d'utiliser les modèles d'âge minimal, parmi lesquels, le modèle qui s'est montré le plus adapté est le critère d'IEU. L'âge obtenu est dépendant de paramètre σ_b (la variabilité attendue parmi les grains bien blanchis). Quand cette valeur est prise égale à 15 %, les âges sont assez en accord avec les âges attendus (Tableau V-8). En prenant cette valeur égale à 20 %, on obtient des âges surestimés (Tableau V-9). La datation de l'échantillon BDX 15542 n'est pas considérée fiable par ce que le nombre de grains analysés n'a pas été suffisant pour obtenir une bonne représentativité statistique.

Palais-Gallien (Bordeaux, France)			
Nom	Âge attendu [années]	Teneur en eau ¹ [%]	Dose annuelle [mGy/an]
BDX 15541	1850-1940	10.0±0.5	1.51±0.07
BDX 15543	1850-1940	8.0±4.0	1.42±0.05
BDX 15544	1850-1940	12.0±6.0	1.31±0.07

Tableau V-7 : Âge attendu et valeurs de la dose annuelle pour les mortiers du Palais-Gallien.

¹ teneur en eau prise en compte pour le calcul d'âge, exprimée comme le pourcentage de la valeur de saturation en eau

Nom	Dose archéo ¹ [Gy]	Nb de grains pris en compte	σ_b [%]	Âge [années]	Date [années]
BDX 15541	3.07±0.12	37	15	2034±90	-18±90
BDX 15543	2.91±0.12	28	15	2057±94	-41±94
BDX 15544	2.51±0.10	25	15	1917±86	99±86

Tableau V-8 : Récapitulatif des datations des mortiers prélevés au Palais-Gallien en appliquant le critère d'IEU et la valeur de la variabilité attendue parmi les grains bien blanchis σ_b de 15 %.

Nom	Dose archéo ¹ [Gy]	Nb de grains pris en compte	σ_b [%]	Âge [années]	Date [années]
BDX 15541	3.43±0.13	50	20	2271±103	-255±03
BDX 15543	3.28±0.14	41	20	2310±112	-294±112
BDX 15544	2.79±0.12	36	20	2130±99	-114±99

Tableau V-9 : Récapitulatif des datations des mortiers prélevés au Palais-Gallien en appliquant le critère d'IEU et la valeur de la variabilité attendue parmi les grains bien blanchis σ_b de 20 %.

Les résultats montrent que les mortiers du Palais-Gallien contiennent des grains bien blanchis, mais la procédure permettant d'extraire cette information chronologique n'est pas évidente. En plus, la reproductibilité des tests de *recovery* appliqués sur ces échantillons blanchis au simulateur solaire n'a pas été très satisfaisante et il est donc possible que l'*over-dispersion* attendue dans la partie bien blanchie soit en réalité moins élevée que les 15 % pris en compte.

On constate le besoin de quantifier des variations liées aux effets microdosimétriques comme on le discutera encore dans le chapitre VIII. L'étude des mortiers du Palais-Gallien fournit ici des données précieuses pour développer la méthodologie de datation des mortiers mal blanchis par SG-OSL.

VI. CHAPITRE

Cathédrale de Bâle, Suisse

VI.1 Introduction

VI.2 Caractérisation préalable

VI.3 Datation par luminescence

VI.4 Discussion

VI.1. Introduction

VI.1.1. Présentation du site

La ville de Bâle est située dans le nord-ouest de la Suisse où le Rhin se dirige en direction du nord, très proche aux frontières avec l'Allemagne et la France (Figure VI-1). La cathédrale protestante Notre-Dame de Bâle (en allemand *Basler Münster*) en grès rouge, placée sur la colline au centre de la ville, a été construite entre 1019 et 1500 de notre ère (Figure VI-2). La vieille cathédrale commencée en style roman fut partiellement détruite pendant le tremblement de terre de Bâle de 1356. Plus tard, elle fut achevée selon le style gothique.

La cathédrale comprend la crypte témoignant de l'existence de structures maçonnées longtemps avant la construction de l'édifice actuel. Grâce à la construction du sol en béton dans les années 70, ces structures sont facilement accessibles et l'espace de la crypte est entièrement indépendant de l'intérieur de la cathédrale. Des vestiges provenant de cinq périodes différentes sont présents.

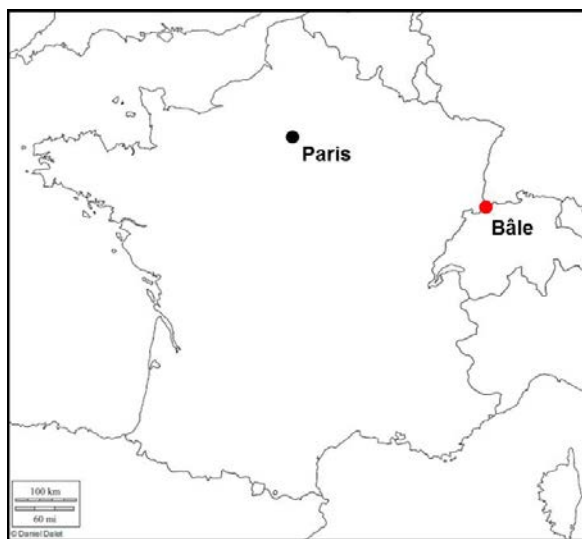


Figure VI-1 : Situation géographique de Bâle.



Figure VI-2 : Vue extérieure de la cathédrale de Bâle.

La structure la plus ancienne représentait un bâtiment romain qui contenait un *hypocauste* et une large cour. Les vestiges se trouvent au nord du transept, dans la nef centrale et au nord des nefs collatérales. Il s'agissait probablement d'un bâtiment

administratif de la période 270-350 ap. J.-C. Cette structure est marquée en vert clair sur la Figure VI-4.

L'origine de la maçonnerie au sud du transept et dans la nef collatérale sud (en vert foncé sur la Figure VI-4) n'est pas très claire. Cela pouvait appartenir à un édifice sacré du Haut Moyen Âge ou il peut s'agir d'un remaniement d'un bâtiment romain.

Les structures postérieures sont mieux connues. Il s'agit des vestiges :

- de la cathédrale carolingienne d'un plan simple avec une nef centrale, une annexe au sud et sa crypte extérieure (en rouge et jaune sur la Figure VI-4)
- de la cathédrale ottonienne avec une nef centrale et deux nefs latérales, un chœur et une crypte en-dessous du chœur
- de parties appartenant à l'époque romane (en grise sur la Figure VI-4).

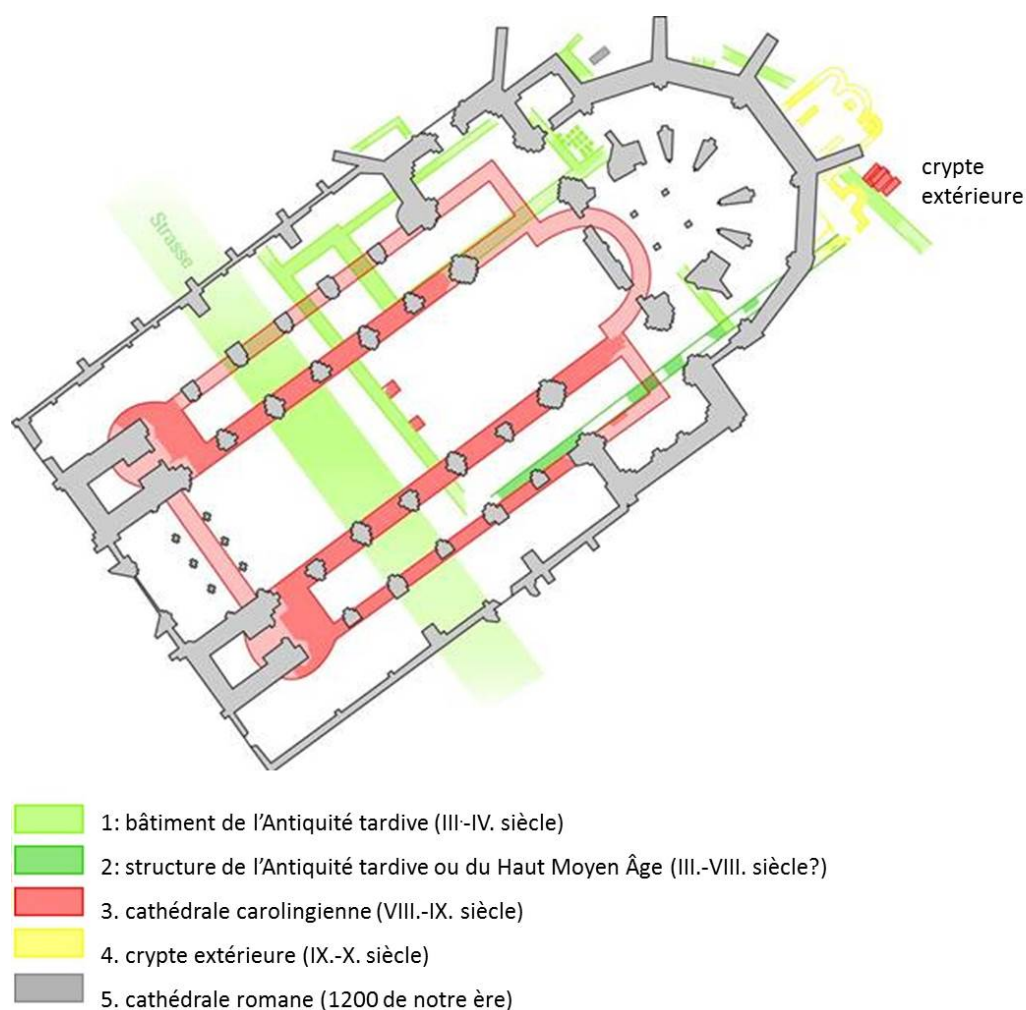


Figure VI-3 : Plan de la cathédrale de Bâle avec les différentes phases de construction (Ficher A., Archäologie in Basel, 2008).

VI.1.2. Chronologie de référence et prélèvements réalisés

Les recherches d'OSL se sont concentrées sur les datations de différentes structures de la crypte. Certaines de ces structures ont déjà été relativement bien datées grâce à l'existence des sources écrites et aux recherches archéologiques, pendant que la datation des autres reste très vaste. Initialement l'étude de la crypte de la cathédrale donnait à la fois une occasion de fournir des échantillons des mortiers pour l'étude méthodologique d'OSL, mais aussi une possibilité de contribuer à la meilleure connaissance de l'histoire de ce monument. L'ensemble de mortiers échantillonnés est résumé dans le Tableau VII-1.

Nom	N° du terrain	Localisation Nb de structure	Période
BDX 16304	17	544	romaine (270-350 de notre ère)
BDX 16293	6	500	Antiquité tardive ?/Haut Moyen Age ?
BDX 16299	12	500	Antiquité tardive ?/Haut Moyen Age ?
BDX 16291	4	505	carolingienne (fin VIII ^e et IX ^e siècle)
BDX 16292	5	505	carolingienne (fin VIII ^e et IX ^e siècle)
BDX 16301	14	564	carolingienne (fin VIII ^e et IX ^e siècle)
BDX 16303	16	563	carolingienne (fin VIII ^e et IX ^e siècle)
BDX 16305	18	552	carolingienne (fin VIII ^e et IX ^e siècle)
BDX 16288	1	511	ottonienne (X ^e siècle)
BDX 16290	3	511	ottonienne (X ^e siècle)
BDX 16294	7	512	ottonienne (X ^e siècle)
BDX 16295	8	548	Romane

Tableau VI-1 : Liste, localisation et dates de référence des échantillons prélevés dans la crypte de la cathédrale de Bâle.

En raison de la protection du droit d'auteur, nous n'avons pas eu l'autorisation de publier des relevés plus détaillés dans cette thèse (les relevés dans lesquels nos collègues suisses ont marqué la localisation des prélèvements). Le seul plan qui a pu être utilisé officiellement est celui ci-dessous (Figure VI-4). Pour construire la cathédrale ottonienne, les bâtisseurs ont repris les structures de la cathédrale carolingienne qui ont été élargies du chœur. Dans ce plan peu détaillé, les prélèvements des mortiers 1, 3 et 7 sont indiqués dans la partie rouge qui correspondrait à l'époque carolingienne selon le code du couleur. Cependant, il s'agit bien d'échantillons issus d'une structure ottonienne identifiée clairement par les archéologues sur le terrain.

Malheureusement, seulement trois échantillons ont pu être datés par OSL. Il s'agit de l'échantillon gallo-romain (BDX 16304 - le mortier provenant de sol de l'*hypocauste* du bâtiment romain) et de deux mortiers reliant des pierres provenant probablement de

l'Antiquité tardive (BDX 16293 et BDX 16299). Le reste des mortiers n'a fourni aucun signal en OSL. Comme mentionné dans le sous-chapitre I.4, nous avons aussi l'occasion de tester les mortiers provenant de mélangeurs à mortier de Suisse (Hueglin, 2011). Ces échantillons n'ont pas non plus fourni de signal en OSL et donc leur datation n'a pu être réalisée.

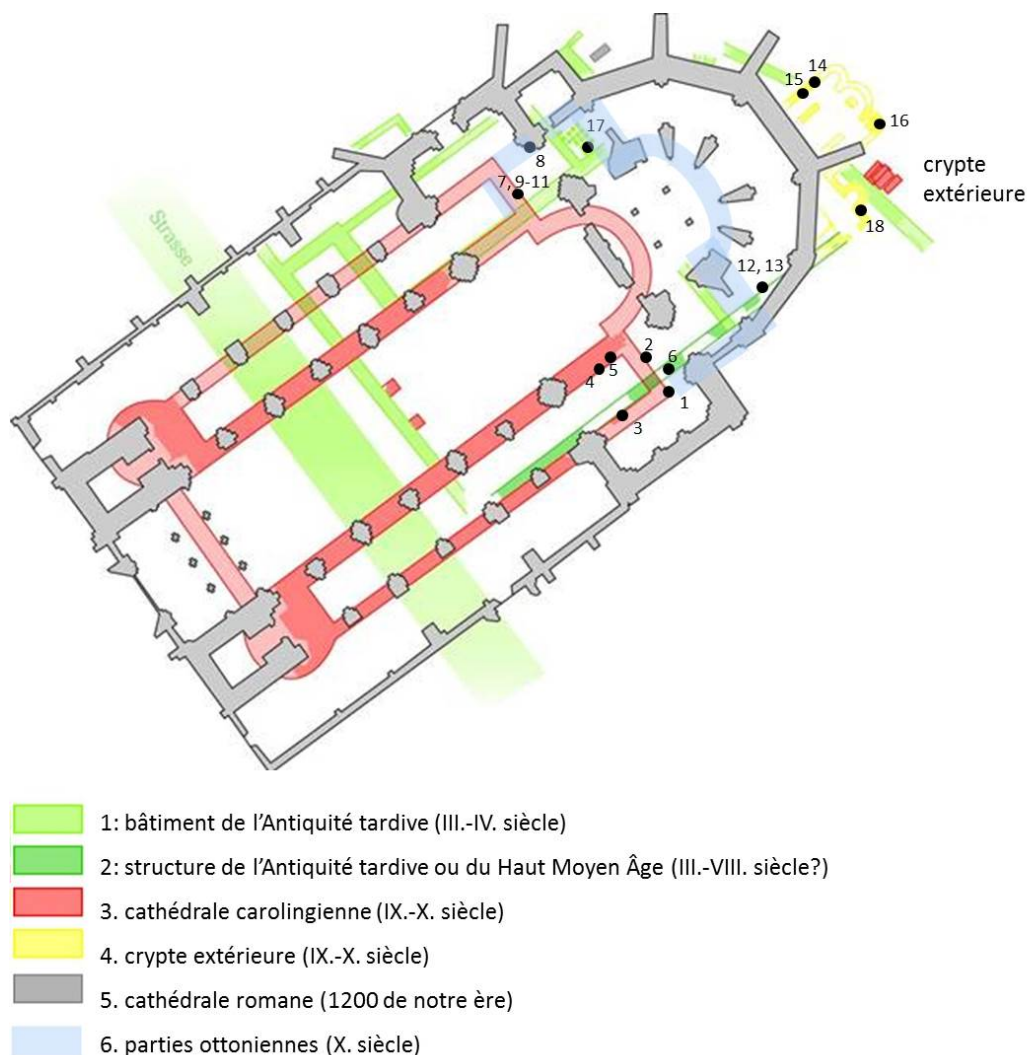


Figure VI-4 : Selon le plan de la cathédrale de Bâle avec les différentes phases de construction (Unter Uns, Archäologie in Basel, 2008). Les parties en bleu et le marquage des prélèvements des mortiers ne font pas partie du plan original. En ce qui concerne la partie carolingienne : en rouge foncé - les parties fouillées, en rouge claire - une reconstruction hypothétique.

VI.2. Caractérisation préalable

VI.2.1. Composition élémentaire

Les mortiers provenant de l'époque gallo-romaine (BDX 16304), d'Antiquité tardive (BDX 16293 et BDX 16299) et de l'époque carolingienne (BDX 16291 et BDX 16303) sont extrêmement riches en calcaire (entre 50 et 80 % de CaO). Ainsi, ils contiennent très peu de quartz ce qui implique, spécialement pour les mortiers provenant des deux périodes les plus anciennes, une quantité restreinte de quartz pour l'analyse (Figure VI-5a et b). Les échantillons de l'époque ottonienne et romaine (Figure VI-5b) sont, au contraire, très riches en charge (autour de 50 % de SiO₂) et portent des faibles proportions de liant (30 % de CaO). La teneur en K₂O est plutôt basse et n'excède pas 1 %, sauf le mortier roman où la quantité de K₂O est égale à 2 %.

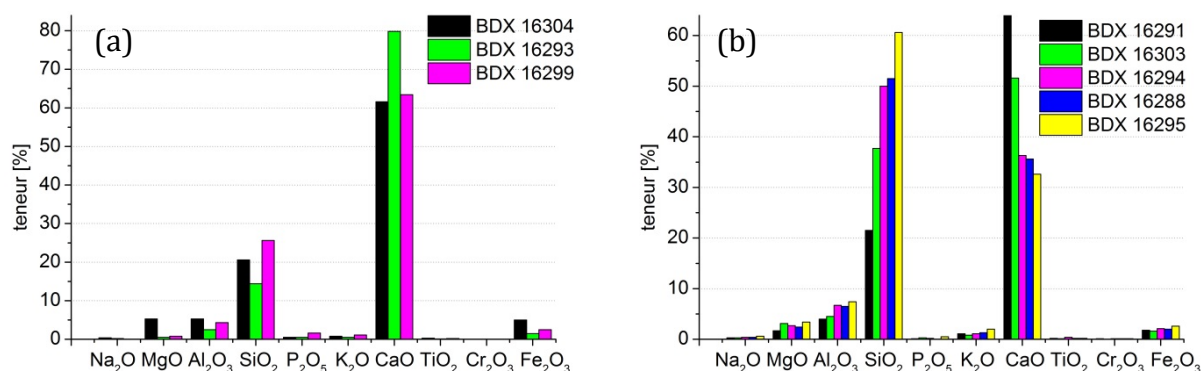
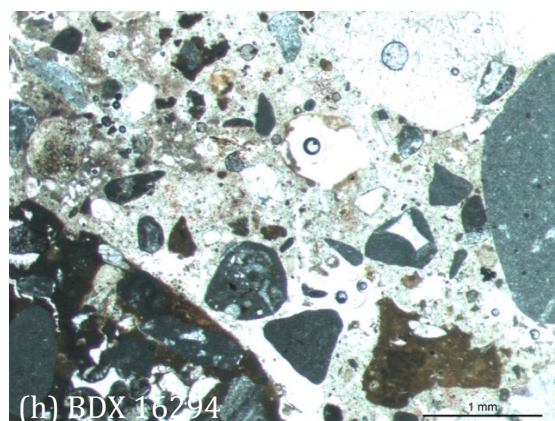
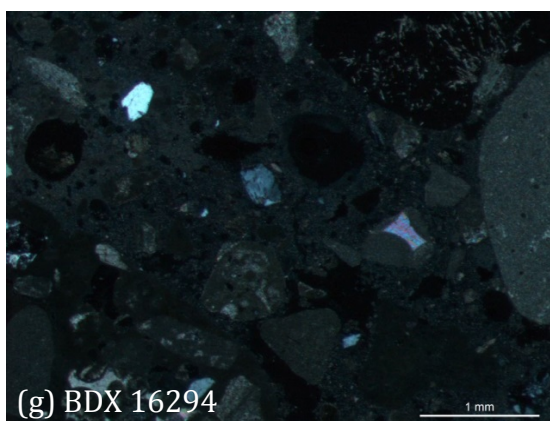
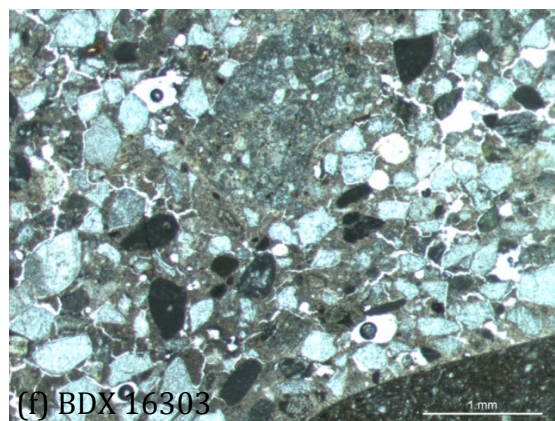
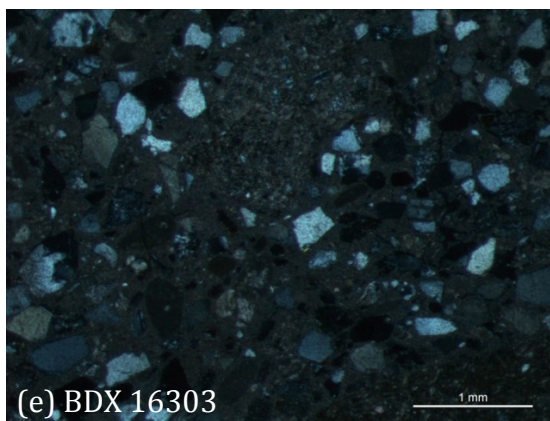
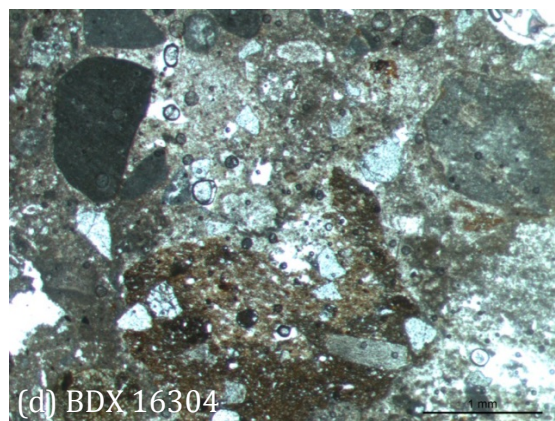
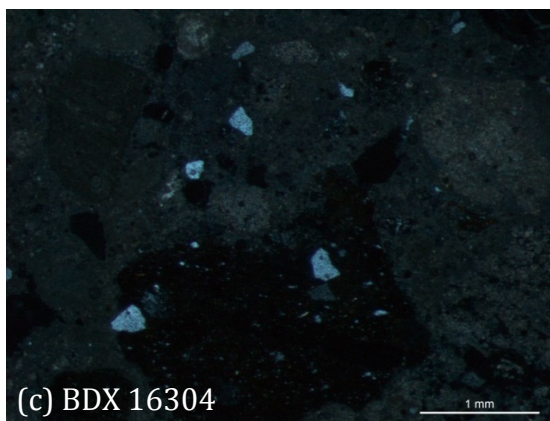
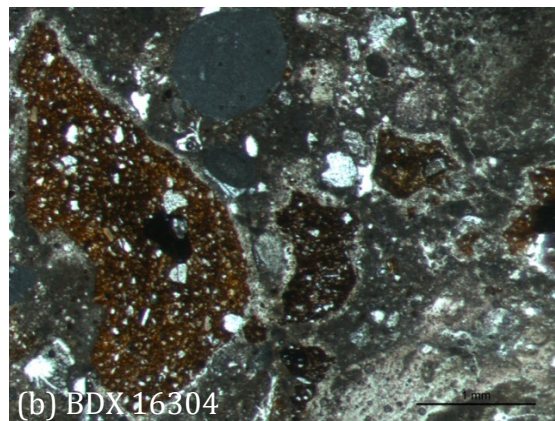
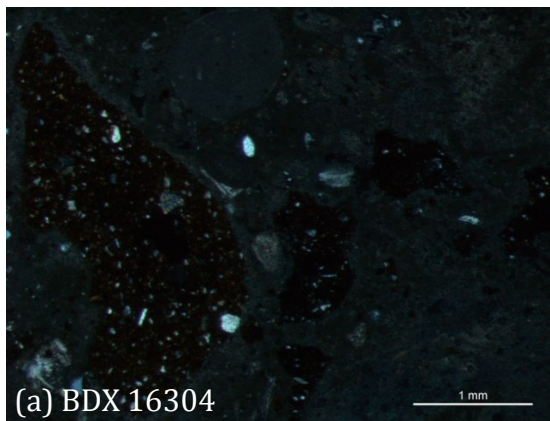


Figure VI-5 : Histogramme des mortiers de Bâle (exprimé en pourcentage d'oxydes).

VI.2.2. Microstructure

En général, les mortiers de Bâle sont assez hétérogènes (Figure VI-6). Ils contiennent des graviers de l'échelle centimétrique. Les grains sont anguleux. La proportion de grains fins est plutôt faible, surtout pour l'échantillon gallo-romain BDX 16304 (Figure IV-11). Dans ce mortier, quelques fragments de terre cuite et des fragments de nodules de calcaire ont été identifiés. Les fragments de terre cuite peuvent contenir des grains de quartz de dimensions utilisées pour l'analyse d'OSL, comme on peut bien remarquer sur la Figure VI-6b. Les échantillons BDX 16293 et BDX 16299 ont été prélevés par le grattage. Des lames minces de ces mortiers n'ont donc pas pu être préparées.



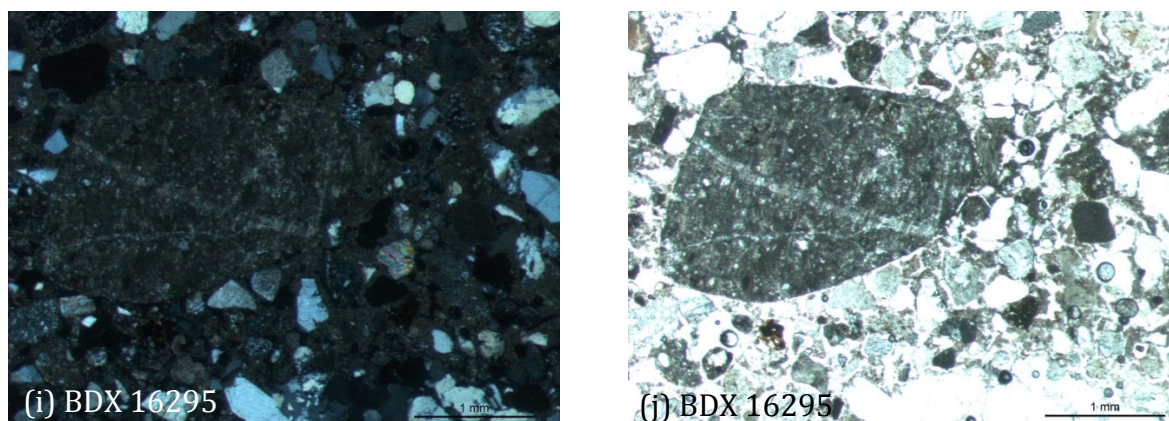


Figure VI-6 : : Observation (x50) de la lame mince des mortiers de Bâle en lumière polarisée analysée (a, c, e, g et i) et en lumière polarisée non-analysée (b, d, f, h et j).

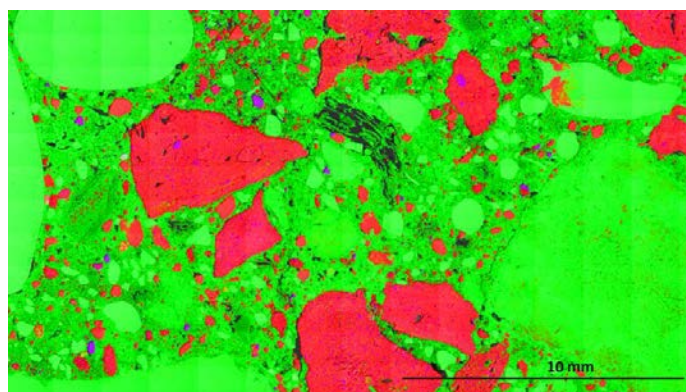


Figure VI-7: Interprétation d'une cartographie élémentaire par EDX-MEB, effectuée sur la lame épaisse de l'échantillon BDX 16304, en fonction d'un élément majeur : en rouge - silicium (minéraux de quartz), en bleu - potassium (minéraux potassiques), en vert - calcium (liant calcaire).

VI.2.3. Variabilité microdosimétrique

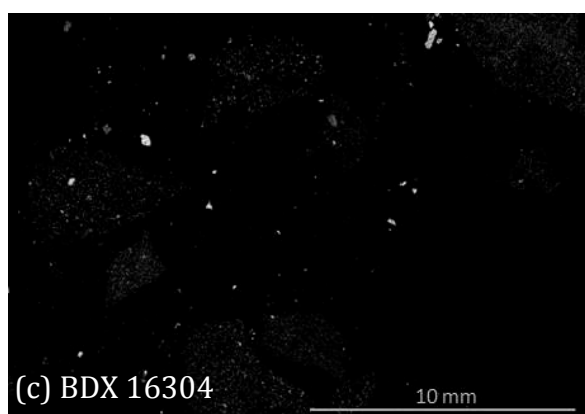
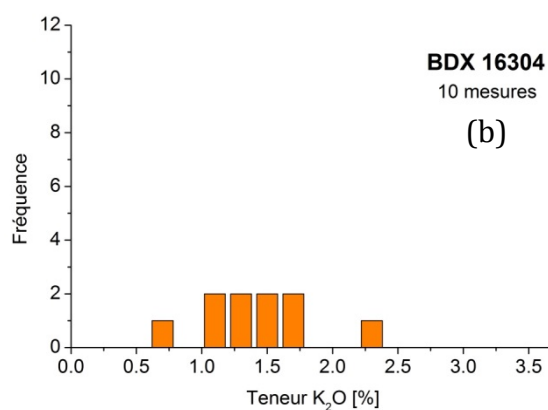
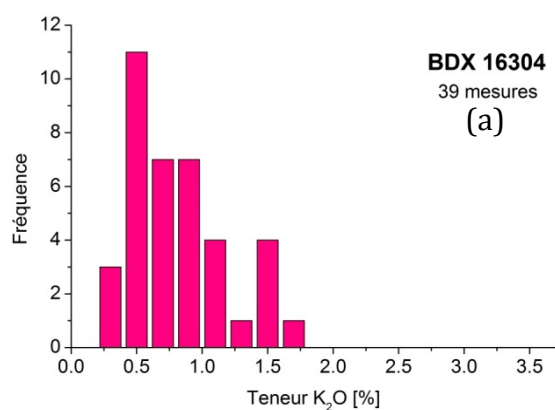
VI.2.3.1. Cartographie EDX-MEB

Parmi trois échantillons qui ont pu être datés par OSL, seulement pour l'échantillon gallo-romain BDX 16304 une analyse de la lame épaisse par EDX-MEB et par l'imagerie beta a pu être réalisée. Les échantillons BDX 16293 et BDX 16299 ont été prélevés par le grattage. Des lames épaisses de ces mortiers n'ont donc pas pu être préparées.

Une cartographie élémentaire par EDX-MEB effectuée sur une lame épaisse de mortier BDX 16304 a permis d'évaluer la répartition de K_2O (voir sous-chapitre II.2.2. pour les détails). Les mesures ont été effectuées autour des grains de quartz dans le mortier lui-même et aussi autour de grains de quartz contenus dans les fragments de

terre cuite. Les teneurs en K_2O peuvent atteindre des valeurs comprises entre 0.32 à 1.67 % dans le premier cas (Figure VI-8a) et entre 0.79 à 2.23 % dans le deuxième (Figure VI-8b). Les fragments de terre cuite sont visiblement plus riches en potassium (Figure VI-8c) ce qui se reflète dans les teneurs en K_2O généralement plus élevées. Etant donné que les mesures ponctuelles sont réalisées dans les zones de rayon de 2 millimètres, certaines zones autour de grains de quartz dans le mortier lui-même incluent des parties des fragments de terre cuite tandis que les zones autour de grains de quartz de terre cuite comprennent aussi le reste du mortier.

Les fragments de terre cuite sont plus riches en K_2O que le reste du mortier. Les grains de quartz à l'intérieur de ces fragments sont donc entourés par un environnement plus radioactif que les grains dans la matrice du mortier et seront probablement fortement irradiés. On peut ainsi attendre des variations des doses archéologiques individuelles causées des effets microdosimétriques.



VI.2.3.2. Imagerie beta

La Figure VI-9a montre la répartition d'émetteurs beta dans la lame épaisse de mortier BDX 16304. On constate l'occurrence des parties plus radioactives (plus claires) qui correspondent aux fragments de terre cuite, comme visible en comparant Figure VI-9b. Comme il a déjà été évoqué précédemment, ces fragments de terre cuite contiennent des grains de quartz de dimensions utilisées pour l'analyse d'OSL. Les grains de quartz provenant de ces fragments seront donc irradiés beaucoup plus que les grains dans le reste de la matrice de mortier, ce qui va provoquer des variations significatives des doses archéologiques individuelles.

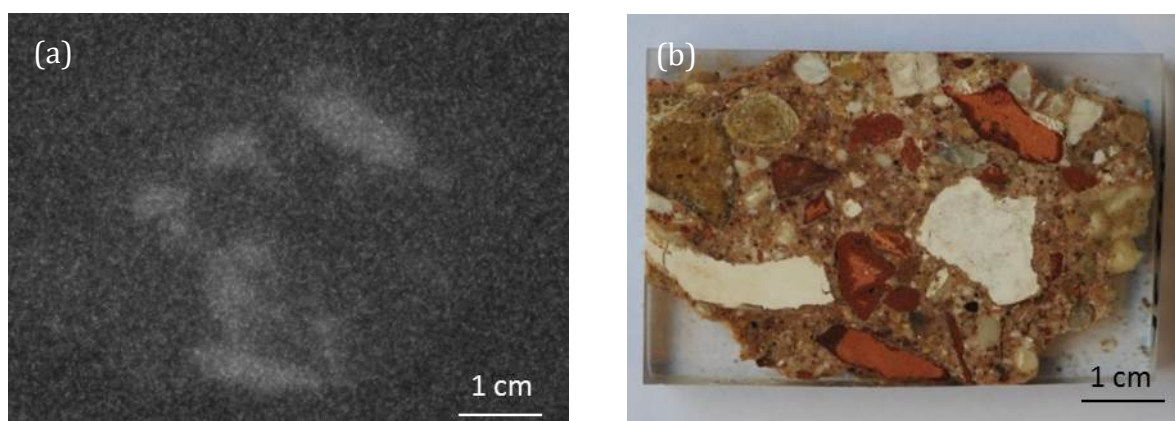


Figure VI-8 : Image de l'autoradiographie beta (a) et le photo macroscopique du mortier BDX 16304 de Bâle (b). Les points plus clairs correspondent aux endroits plus radioactifs.

VI.3. Datation par luminescence

VI.3.1. Tests préliminaires

Comme mentionnée ci-dessus, seulement trois échantillons, BDX 16304, BDX 16293 et BDX 16299, ont pu être datés. Le reste de mortiers n'a fourni aucun signal en OSL. A cause d'une quantité très restreinte de grains de quartz dans ces mortiers, la mesure de LM-OSL n'a pas pu être réalisée. Néanmoins, selon la vitesse de décroissance des signaux d'OSL classique, on suppose la prédominance de la composante rapide dans le signal comme visible dans la Figure VI-10. On constate aussi que la luminescence mesurée pour les mortiers de Bâle est faible.

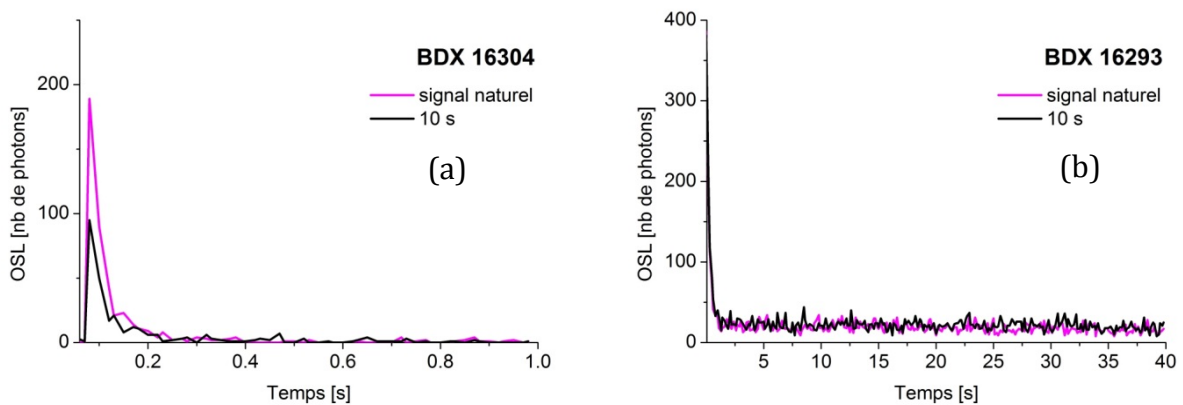


Figure VI-9 : Mesure de signal du quartz du mortier des mortiers de Bâle en OSL classique. La forme de la courbe indique que le signal est largement dominé par une composante rapide du signal, observable lors de la première 0.1 s seconde d'excitation pour la technique de monograin (a) et lors des premières secondes d'excitation pour la technique de multigrain (b).

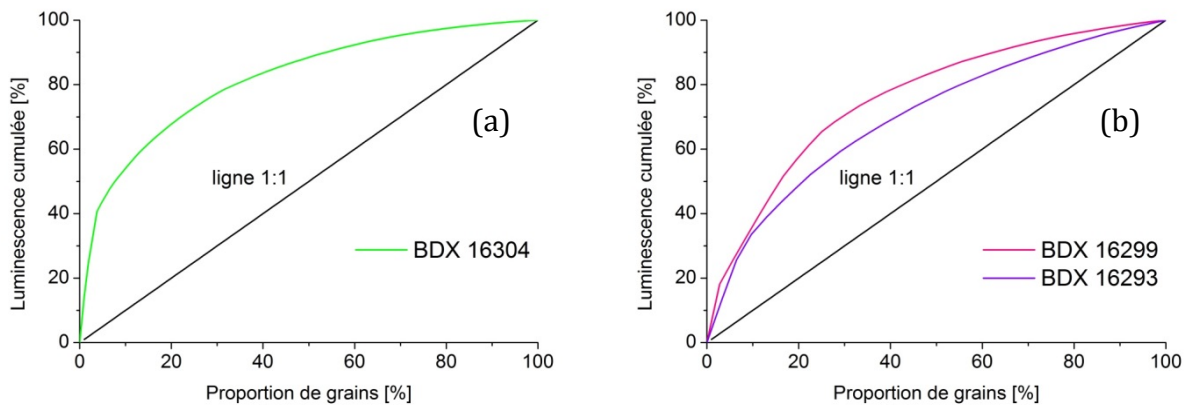


Figure VI-10: Luminescence cumulée du signal naturel en fonction de la proportion de grains luminescents. La ligne 1:1 représente la situation où tous les grains luminescents contribuent de façon équilibrée à la luminescence.

VI. CHAPITRE - Cathédrale de Bâle, Suisse

Pour l'échantillon BDX 16304, mesuré en monograin, 60 % de la luminescence enregistrée provient de 20 % des grains (Figure VI-11a). Pour les mortiers BDX 16293 et BDX 16299, mesurés en multigrain, cette proportion est un peu plus élevée, égale à 25 % de grains (Figure VI-11b).

Les résultats des tests *recovery* effectués sur des disques de monograin (Figure VI-12a) et multigrain (Figure VI-12b et c) blanchis artificiellement dans le lecteur de luminescence et irradiés par une dose de 1.5 Gy sont présentés ci-dessous. La représentation graphique des distributions de grains ou des disques mesurés est accompagnée par les valeurs de la dose (CAM) et de l'*over-dispersion* (OD) calculées à partir du modèle d'âge central pour le nombre de grains ou de disques notée n . Le *dose recovery ratio* est notée *DR ratio*. Le *recovery dose ratio* obtenu a été égale à 0.9.

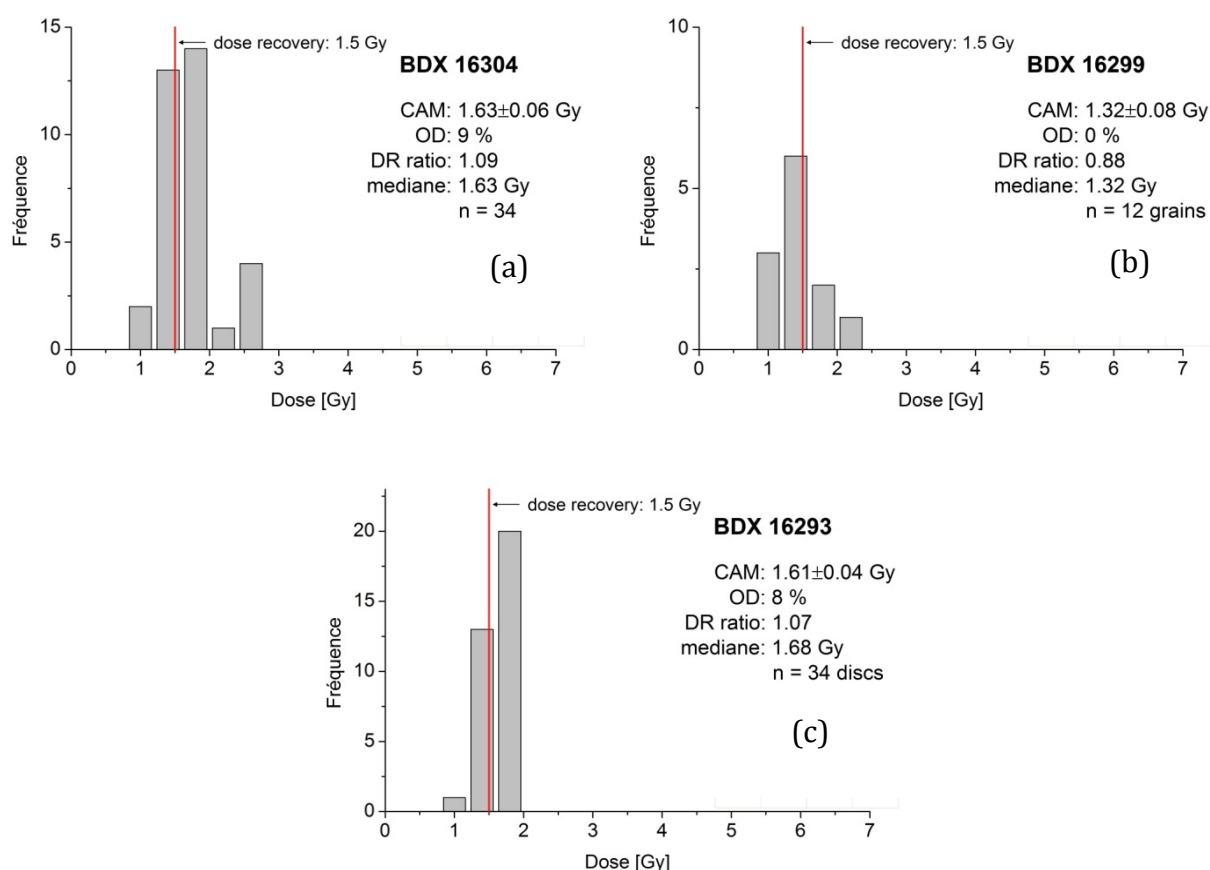


Figure VI-11 : Histogrammes des distributions des doses mesurées sur des disques de monograin (a) et multigrain (b et c) lors des tests de *recovery*. La dose recherchée (CAM) et l'*over-dispersion* (OD) pour le nombre de grains n sont calculées en utilisant le modèle d'âge central. DR ratio représente le rapport entre la dose calculée (CAM) et la dose *recovery*.

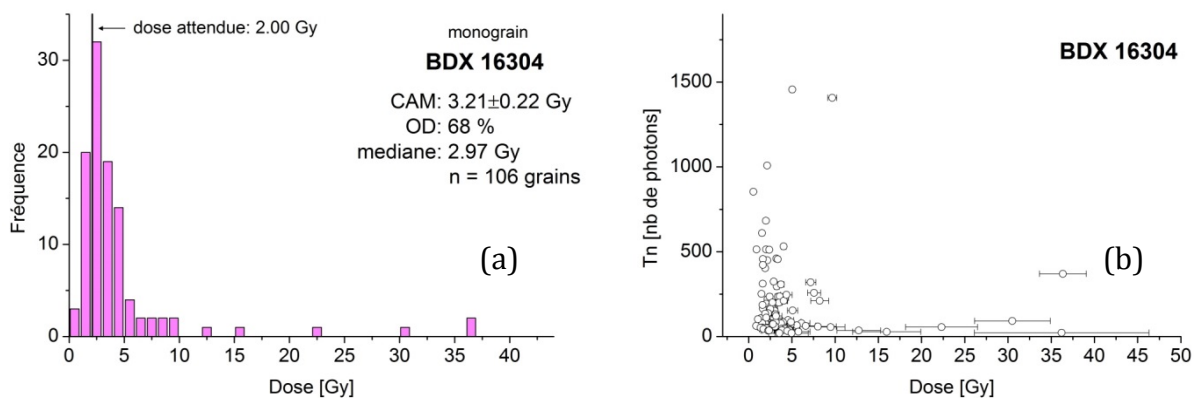
VI.3.2. Détermination de la dose archéologique

L'ensemble de paramètres de mesure utilisés pour la détermination de la dose archéologique est présenté dans le Tableau VII-2. La proportion de grains luminescents est égale à 3 % pour l'échantillon BDX 16304. Elle est inférieure à 1 % pour les échantillons BDX 16293 et BDX 16299. Il y avait donc, pour les deux derniers échantillons, des disques de monograin où aucun grain n'a fourni le signal. Ainsi, pour des raisons de temps, ces mortiers n'ont pas été analysés en monograin, mais en multigrain, introduisant environ une cinquantaine de grains sur un disque. On suppose que la probabilité que le signal mesuré sur ces disques de multigrain provienne de plusieurs grains est assez faible. Chaque disque analysé peut donc être, à priori, considéré comme un grain unique en négligeant la contribution faible des autres grains.

Préchauffe T ₁ [°C]	Préchauffe T ₂ [°C]	Dose test [Gy]	Doses de régénération [Gy]
240	190	1.5	0.75; 1.5; 4.5; 10.5

Tableau VI-2 : Paramètres de mesure choisis pour la détermination de la dose archéologique

Les distributions des doses archéologiques individuelles des mortiers de Bâle ne sont pas très dispersées (Figure VI-13). Ainsi, il semble qu'ils soient plutôt bien blanchis. Néanmoins, l'utilisation de CAM conduit à des doses archéologiques qui sont légèrement surestimées. Aussi, les valeurs de l'*over-dispersion* (OD) sont élevées, atteignant presque 70 %. Cela est lié à la présence de quelques grains « polluants » mal blanchis donnant des doses supérieures à 10 Gy, comme bien visible dans la Figure VI-13.



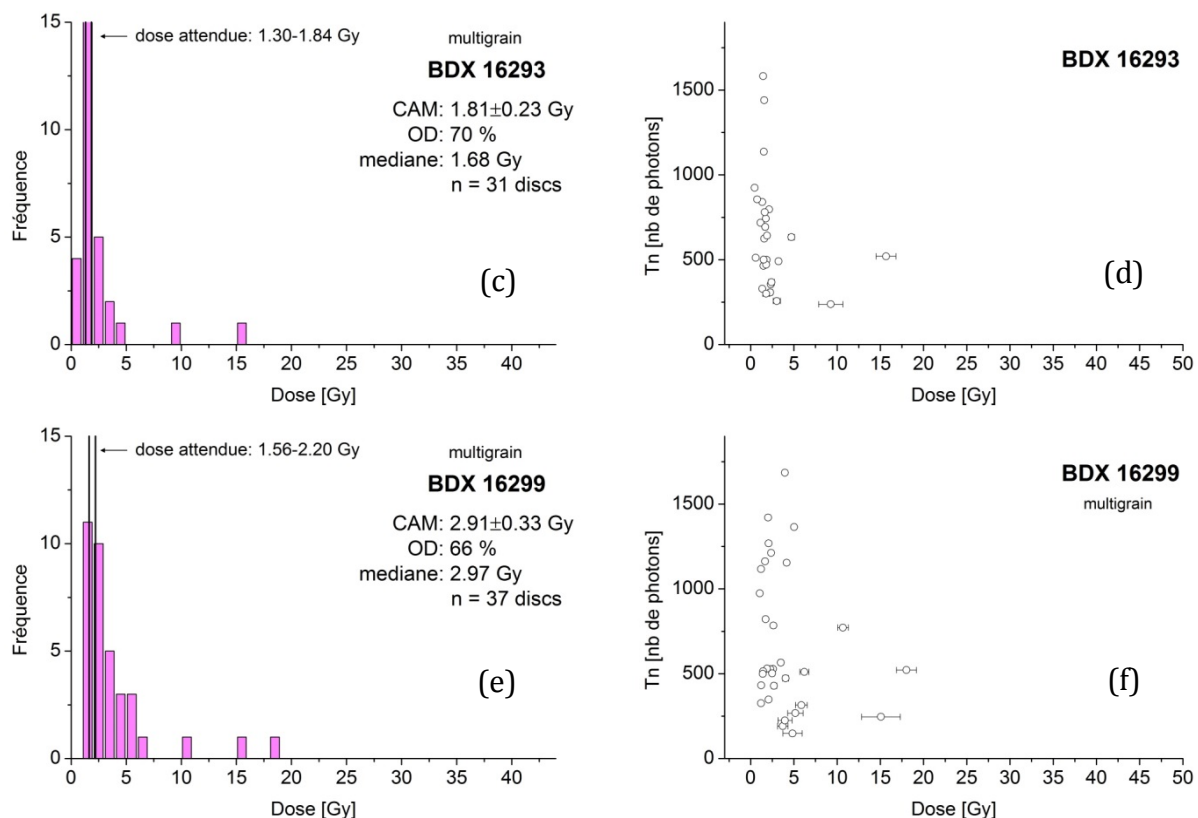


Figure VI-12 : Histogrammes des distributions des doses archéologiques individuelles (a, c, e), accompagnés des graphiques de T_n (*dose test* après le signal naturel) en fonction de la dose (b, d, f). La dose archéologique moyenne (CAM) et l'*over-dispersion* (OD) pour le nombre de grains n sont calculées en utilisant le modèle d'âge central (CAM).

Afin de comparer les données de multigrain et de monograin, 12 disques de monograin de l'échantillon BDX 16299 ont été analysés. Cela correspond à 1200 de grains dont 9 ont donné du signal d'OSL. Cependant, comme on peut constater dans le Tableau VI-3, dans deux cas deux grains luminescents se sont retrouvés sur un même disque (disque 1 et disque 12). Au contraire, les grains de 5 disques n'ont fourni aucun signal. La dispersion des doses archéologiques individuelles est plus importante dans le cas d'analyse en monograin (Tableau VI-3, les valeurs 29 et 43 Gy) qu'en multigrain (Figure VI-13, la valeur maximale inférieure à 20 Gy). Aussi, on constate que la luminescence mesurée pour des disques de monograin (Figure VI-14) est plus faible que pour des disques de multigrain (Figure VI-13f). Ainsi, même si la proportion de grains luminescents est très faible et bien que les mortiers BDX 16299 et BDX 16293 soient relativement bien blanchis, quand on travaille en multigrain plutôt qu'en monograin, les

effets de moyennage sont présents. On risque d'inclure des grains moins bien blanchis dans le calcul de la dose archéologique et ainsi de surestimer l'âge du mortier.

BDX 16299 - analyse de monograin		
Disque	grains	Dose [Gy]
1	64	2.08±0.36
1	91	29.03±5.38
3	51	2.10±0.45
6	5	43.58±8.06
7	34	10.67±3.47
8	25	3.30±0.70
9	65	3.03±0.54
12	27	8.92±2.83
12	80	2.80±0.73

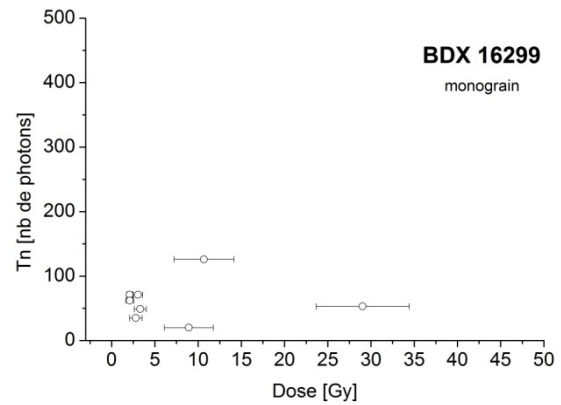
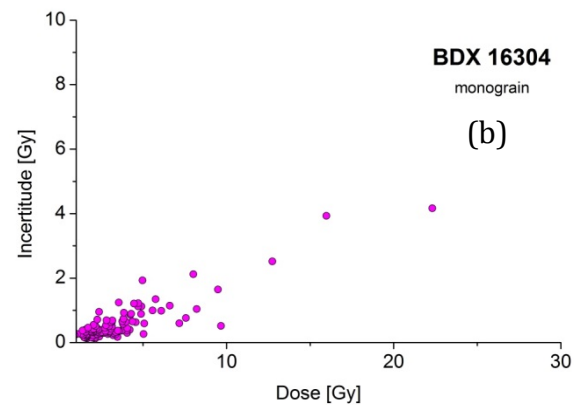
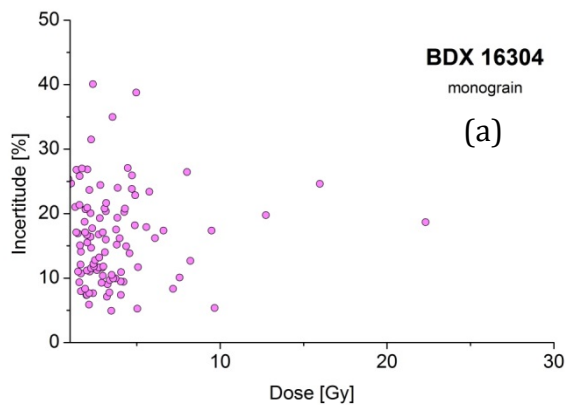


Tableau VI-3 : Résultats de mesure d'OSL monograin de mortier BDX 16299.

Figure VI-13 : T_n en fonction de la dose mesurée pour le mortier BDX 16299.

On constate la croissance des incertitudes absolues en fonction de la dose mesurée (Figure VI-15, d, f, h). Aucune tendance particulière n'est observée dans les distributions des incertitudes relatives en fonction de la dose mesurée (Figure VI-15a, c, e, g). Cela est une condition préalable pour que le résultat d'un modèle d'âge central (CAM) et minimal (MAM) puisse être considéré fiable. La majorité de grains est associée avec une incertitude comprise entre 10 et 30 %. Pour les résultats de multigrain (Figure VI-15c et e), les incertitudes un peu moins élevés n'excèdent pas 20 % à cause d'un effet moyennant.



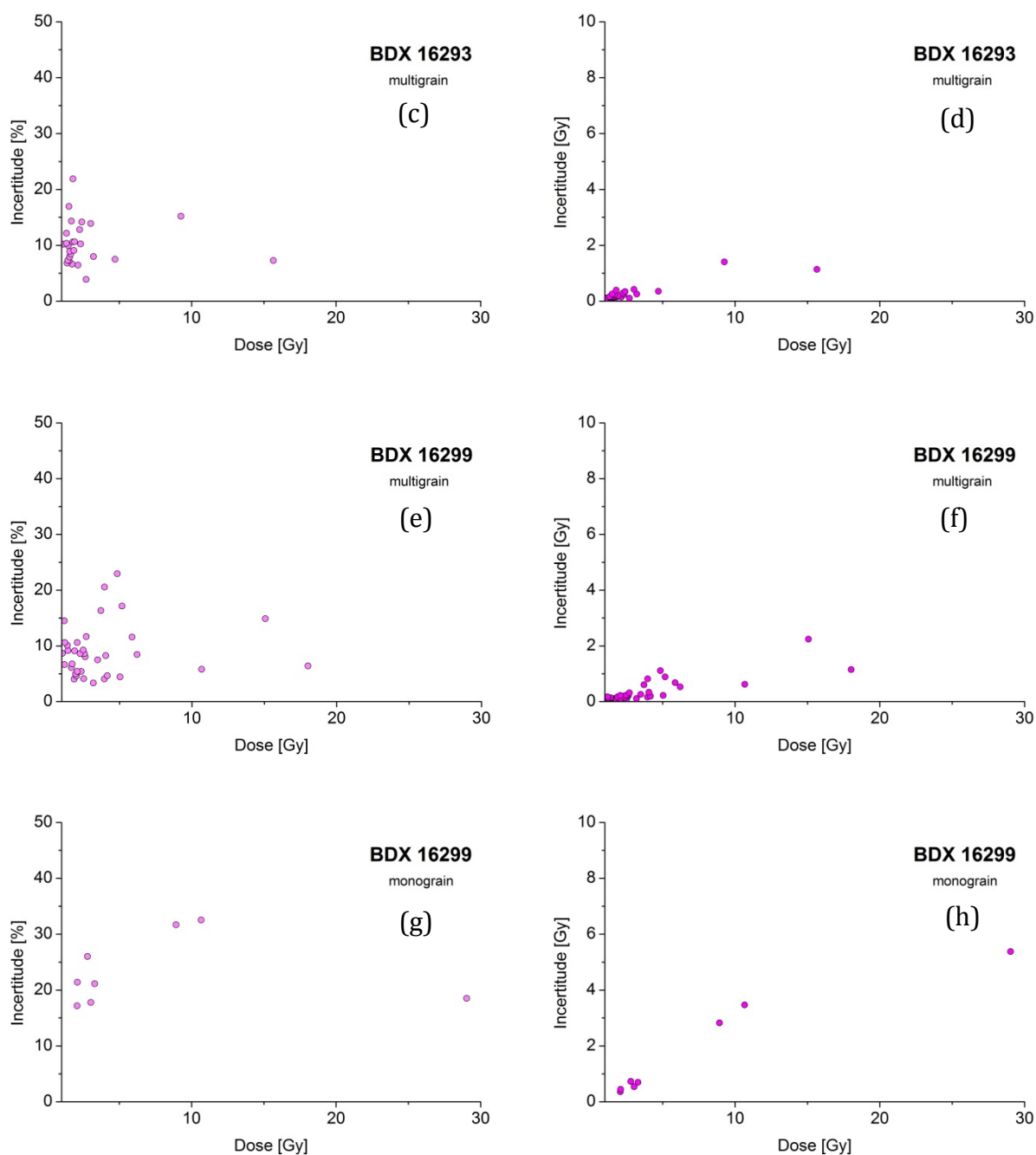


Figure VI-14 : Distribution des incertitudes absolues (b,d f, h) et relatives (a, c, e, g) en fonction de la dose mesurée des mortiers de Bâle.

En ce qui concerne les mortiers BDX 16293 et BDX 16299 analysés en multigrain, aucun disque n'a été rejeté suivant les critères définis dans le sous-chapitre II.6.2. L'application des mêmes critères a conduit à une rejection de 10 grains pour l'échantillon BDX 16304 (Tableau VI-4).

Comme il a déjà été évoqué, l'utilisation de CAM conduit à des doses archéologiques qui sont légèrement surestimées. Un tel résultat pourrait indiquer que le

CAM n'est donc pas convenable dans le cas donné. Néanmoins, à part quelques grains sporadiques mal blanchis, les distributions ne révèlent pas une dispersion significative. Globalement, les mortiers semblent plutôt bien blanchis. Il serait ainsi intéressant essayer d'appliquer le CAM aux données mesurées sans prendre en compte les doses archéologiques les plus élevées dont l'occurrence est très sporadique et qui sont manifestement détachées de la distribution.

L'application de CAM en prenant en compte des doses inférieures à 10 et 5 Gy conduit aux résultats satisfaisants pour l'échantillon BDX 16293, surestime légèrement la dose attendue pour le mortier BDX 16299 et largement pour le mortier BDX 16304 (Tableau VI-5). Une définition de limite de 10 Gy conduit à une élimination de 6 grains pour BDX 16304, de 2 disques pour BDX 16293 et de 3 disques pour BDX 16299. De manière parallèle à cela, la valeur d'*over-dispersion* baisse de 68, 70 et 66 % à 49, 39 et 36 %, ce qui correspond déjà aux valeurs obtenues pour des échantillons considérés bien blanchis par nombreux auteurs (synthèse disponible dans l'article de Thomsen, 2012).

Nom	Technique	Grains/discs mesurés		Grains/discs luminescents		Grains/discs sélectionnés		Dose attendue [Gy]
		Nb	%	Nb	%	Nb	%	
BDX 16293	Multigrain	47	100	31	65.9	31	65.9	1.30-1.84
BDX 16299	Multigrain	48	100	37	77.1	37	77.1	1.56-2.20
BDX 16304	Monograin	3800	100	116	3.1	106	2.8	2.00-2.09

Tableau VI-4 : Récapitulatif des analyses des mortiers de Bâle avec les nombres et les proportions de grains mesurés et de grains luminescents.

Modèle d'âge central							
doses prises en compte :		inférieures à 10 Gy			inférieures à 5 Gy		
Nom	Technique	Nb de grains/discs	Dose centrale [Gy]	<i>Over-dispersion</i> [%]	Nb de grains/discs	Dose centrale [Gy]	<i>Over-dispersion</i> [%]
BDX 16293	Multigrain	29 disques	1.60±0.15	49±7	29	1.60±0.15	49±7
BDX 16299	Multigrain	34 disques	2.51±0.21	47±6	30	2.25±0.17	39±5
BDX 16304	Monograin	100 grains	2.86±0.15	48±4	88	2.54±0.11	36±3

Tableau VI-5 : Résultats du calcul de la dose archéologique moyenne en utilisant le modèle d'âge central en prenant en compte des doses inférieures à 10 et 5 Gy.

On discute d'abord des échantillons BDX 16293 et BDX 16299. Si on insiste sur une hypothèse d'un bon état de blanchiment des mortiers de Bâle, l'*over-dispersion* de 39 et 36 % après l'élimination des disques ou grains « mal blanchis » serait expliquée

par les forts effets microdosimétriques. Cela pourrait correspondre bien au caractère de ces mortiers qui sont très grossiers. Malheureusement, à cause de leur fragilité, les lames épaisses n'ont pas pu être préparées, et ni la cartographie en EDX-MEB, ni l'autoradiographie beta n'ont été réalisées. L'hypothèse alternative, qui pourrait expliquer la légère surestimation de la dose archéologique pour BDX 16299 même après l'élimination des doses supérieures à 10 Gy, est celle liée aux effets de moyennage suite à l'utilisation d'une technique de multigrain. C'est-à-dire que la valeur de la dose archéologique des certains disques sera plus faible en fortes doses que si elle était mesurée en monograin, en revanche, plus élevée en valeur moyenne.

Le mortier BDX 16304 est un mélange complexe d'un granulat sableux et de fragments de terre cuite. Il y a ainsi deux sources possibles des grains de quartz. Les grains de quartz de la matrice du mortier proviennent des endroits moins radioactifs et fournissent donc des doses archéologiques individuelles moins fortes que celle provenant de fragments de terre cuite. A ce jour, aucune technique ne permet de mesurer des doses annuelles pour des grains individuels. Si les grains qui donnent le signal d'OSL proviennent de la terre cuite, leur dose annuelle risque d'être supérieure à celle déduite de la spectrométrie gamma, car les terres cuites, selon l'image beta, sont plus radioactives que le reste du mortier. Cette incohérence conduit à une surestimation de la dose archéologique pour le mortier BDX 16304.

Il y a aussi une hypothèse supplémentaire qui pourrait expliquer la surestimation de l'âge OSL. Les grains provenant de fragments de la terre cuite récoltés sur cet échantillon ont été probablement activés par la chaleur. Dans ce cas-là, on aurait une plus forte proportion de grains luminescents provenant des terres cuites que des autres parties. Auquel cas la dose annuelle mesurée ne serait pas non plus représentative de la radioactivité des grains luminescents.

D'autres possibilités pour déterminer la dose archéologique des mortiers de Bâle serait l'utilisation des modèles d'âge minimal. Une condition préalable pour l'utilisation de ces modèles est le mauvais blanchiment du matériau, ce qui n'est pas, a priori, le cas. Néanmoins, pour appuyer l'hypothèse soulevée, les modèles d'âge minimal ont été aussi testés. Comme attendu, les résultats obtenus à partir de ces modèles donnent des doses archéologiques sous-estimées, car les modèles ne sont pas adaptés aux séries des données en question.

VI.3.3. Détermination de la dose annuelle

Les teneurs en radioéléments déterminés par spectrométrie gamma sont présentées dans le Tableau VI-6 et dans la Figure VI-16. Afin de distinguer deux types de mortiers différents, l'échantillon BDX 16304 est représenté par le triangle rouge.

Les teneurs en K sont assez faibles. Etant donné qu'il s'agit de mortiers extrêmement riches en calcaire, cela peut indiquer que le potassium soit porté essentiellement par la phase silicatée qui est peu présente.

Le ^{210}Pb et le ^{226}Ra sont en équilibre (Figure VI-16b). De même, le ^{238}U et le ^{226}Ra sont en équilibre sauf le mortier BDX 16299 où on remarque la teneur en ^{226}Ra élevée par rapport de ^{238}U (Figure VI-16c). Cependant, il n'est pas possible d'expliquer la cause de ce déséquilibre à partir d'un seul échantillon.

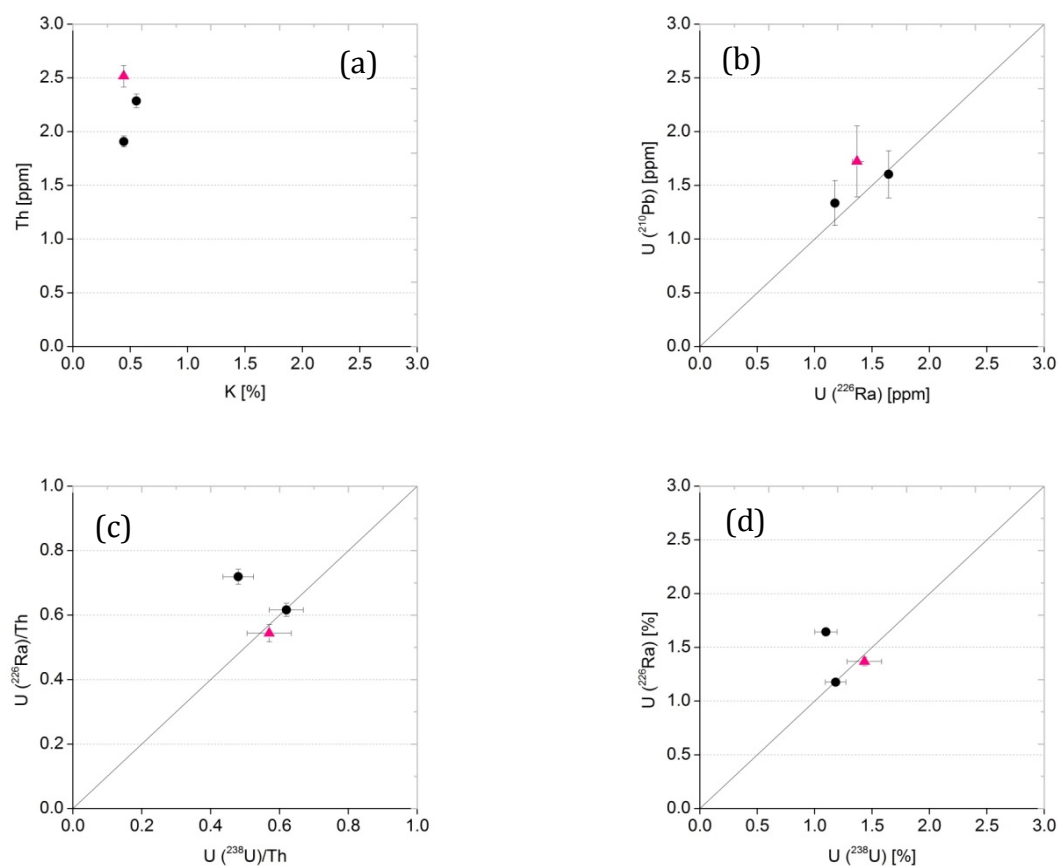


Figure VI-15 : Représentation graphique des teneurs en radioéléments et des états d'équilibre de l'uranium.

VI. CHAPITRE - Cathédrale de Bâle, Suisse

Nom	Saturation en eau [%]	K [%]	U(²³⁸ U) [ppm]	U(²²⁶ Ra) [ppm]	U(²¹⁰ Pb) [ppm]	Th [ppm]
BDX 16293	-	0.44±0.01	1.18±0.09	1.18±0.02	1.34±0.21	1.91±0.05
BDX 16299	-	0.55±0.01	1.10±0.10	1.64±0.03	1.60±0.22	2.29±0.06
BDX 16304	25	0.44±0.01	1.43±0.15	1.37±0.04	1.72±0.33	2.52±0.10

Tableau VI-6 : Teneurs en radioéléments déterminées par spectrométrie gamma à bas de bruit de fond

Les mesures de K, U et Th par ICP-MS des inclusions de quartz sont présentées dans le Tableau VI-7. On remarque que les teneurs en radioéléments sont relativement faibles et n'affectent pas considérablement la valeur calculée de la dose annuelle totale.

Sample	K [%]	U [ppm]	Th [ppm]
BDX 16293	0.39±0.02	0.47±0.02	0.92±0.05
BDX 16299*	-	-	-
BDX 16304	0.39±0.02	0.16±0.03	0.47±0.03

* Echantillon BDX 16299 n'a pas été analysé, le calcul de la dose annuelle a été réalisé avec les teneurs obtenues pour l'échantillon BDX 16293

Tableau VI-7 : Teneurs en radioéléments des inclusions de quartz mesurées par ICP-MS.

Le Tableau VI-8 résume les différentes contributions de la dose annuelle. Les valeurs de la dose annuelle environnementale obtenues par la dosimétrie *in situ* sont assez cohérentes et relativement peu élevées. La dose annuelle totale déterminée est plutôt faible, égale environ à 1.2 mGy par an.

Nom	Dose annuelle alpha			Dose annuelle beta			I _{environnementale} ^c	I _{total}
	Inclusions ^a	Matrice ^b	Total	Inclusions ^a	Matrice ^b	Total		
BDX 16293	0.04	0.02	0.06±0.02	0.03	0.51	0.54±0.03	0.47±0.02	1.07±0.06
BDX 16299	0.04	0.02	0.06±0.03	0.03	0.63	0.66±0.03	0.56±0.04	1.28±0.07
BDX 16304	0.02	0.02	0.04±0.02	0.03	0.55	0.58±0.03	0.58±0.02	1.20±0.06

^a contributions α et β de grains de quartz obtenues par analyse ICP-MS

^b contributions α et β mesurées par la spectrométrie gamma à bas bruit de fond

^c contributions γ et cosmique mesurées par dosimétrie *in situ*

Tableau VI-8 : Récapitulatif des différentes contributions à la dose annuelle (débit de dose en mGy/an)

VI.4. Discussion

Les résultats obtenus pour les mortiers de Bâle sont récapitulés dans le Tableau VI-9. Trois mortiers ont pu être datés, même si la proportion de grains donnant le signal a été très faible. Puisque les mortiers semblent bien blanchis, le modèle d'âge central a été utilisé pour le calcul de la dose archéologique, en éliminant des grains sporadiques avec des doses supérieures à 10 Gy, doses étant extrêmement élevées par rapport à l'ensemble de grains.

L'âge obtenu pour l'échantillon gallo-romain BDX 16304 est surestimé. Il s'agit de l'échantillon qui contient des fragments de terres cuites, ce qui implique ainsi que les grains de quartz dans ce mortier proviennent donc de deux environnements radioactifs différents. Cet échantillon montre l'importance de la caractérisation préalable de mortier pour l'interprétation des résultats. Il est aussi possible que la valeur de la dose annuelle gamma a changé au cours de temps à cause de nombreuses campagnes de fouilles effectuées dans le passé qui ont déblayé l'éventuel sédiment recouvrant le sol.

Pour l'échantillon BDX 16293, on obtient la date 518 ± 160 ap. J.-C. ce qui place la construction de la structure d'origine au début du Haut Moyen Âge. L'intervalle est large à cause de faibles signaux d'OSL.

Cathédrale Notre-Dame (Bâle, Suisse)								
Nom	Âge attendu [années]	Teneur en eau ^I [%]	Dose annuelle [mGy/an]	Dose archéo ^{II} [Gy]	Nb de grains/discs pris en compte	σ [%]	Âge [années]	Date [années]
BDX 16304	1665-1745	13.0±6.5	1.20±0.06	2.86±0.15	100 grains	49	2383±168	-368±168
BDX 16293	1215-1715	-	1.07±0.06	1.60±0.15	29 discs	47	1495±160	520±160
BDX 16299	1215-1715	-	1.28±0.07	2.51±0.21	34 grains	48	1960±196	55±196

^I teneur en eau prise en compte pour le calcul d'âge, exprimée comme le pourcentage de la valeur de saturation en eau

^{II} Résultats basés sur le modèle d'âge central en éliminant des doses supérieures à 10 Gy

Tableau VI-9 : Récapitulatif des datations des mortiers prélevés dans la crypte de la cathédrale à Bâle

L'âge de l'échantillon BDX 16299 qui est censé être contemporain à BDX 16293 est probablement surestimé à cause des effets de moyennage résultant d'utilisation de la technique de multigrain. On ne connaît pas des teneurs en radioéléments des inclusions de quartz pour cet échantillon. Pour toutes ces raisons, on considère la datation de BDX

VI. CHAPITRE - Cathédrale de Bâle, Suisse

16293 plus fiable. La datation de charbon prélevé dans la même structure de l'édifice pourrait aider de clarifier et confirmer les conclusions actuelles.

Cinq autres mortiers prélevés n'ont pas pu être datés en raison du manque de sensibilité de quartz à une stimulation optique. Il semble que le caractère de quartz de la région de Bâle (supposant que le granulats provient de l'environnement local) n'est pas très favorable pour être utilisé comme un dosimètre naturel en datation par OSL.

VII. CHAPITRE

Basilique Saint Seurin, Bordeaux

- VII.1 Introduction
- VII.2 Caractérisation préalable
- VII.3 Datation par luminescence
- VII.4 Discussion

VII.1. Introduction

VII.1.1. Présentation du site et du contexte archéologique

Depuis 1998, la basilique Saint Seurin de Bordeaux fait partie de la liste du patrimoine UNESCO en tant qu'étape pour les pèlerins se rendant à Saint Jacques de Compostelle. L'église actuelle (Figure VII-1, Figure VII-2), construite au XII^e. siècle selon le style roman comprend une crypte avec des structures maçonnées dont l'origine resta longtemps énigmatique. Leur interprétation est rendue difficile notamment par l'absence d'écrits qui permettraient de préciser la nature de ces vestiges et leur relation avec l'église actuelle, car aucun document n'existe avant 1243, date à laquelle Henry III effectue une donation pour la construction de l'église. On trouve la mention d'autres dons en 1278 et 1301. La conduite de travaux est mentionnée en 1405, 1407, 1420, 1427, 1444. A partir du XV^e siècle la documentation devient très abondante (Bouvier, 2011).

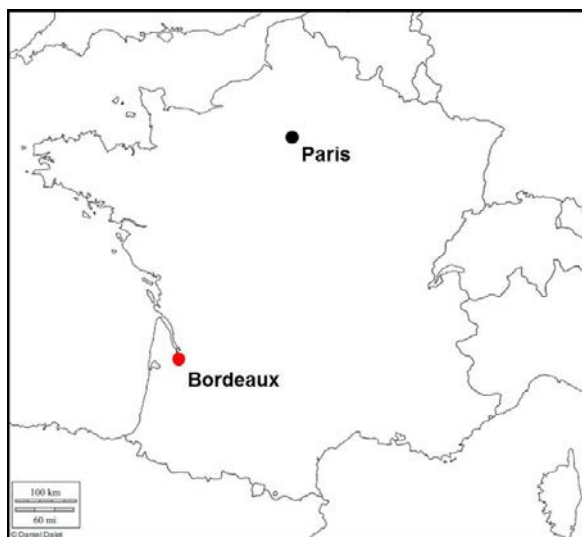


Figure VII-1 : Situation géographique de Bordeaux.

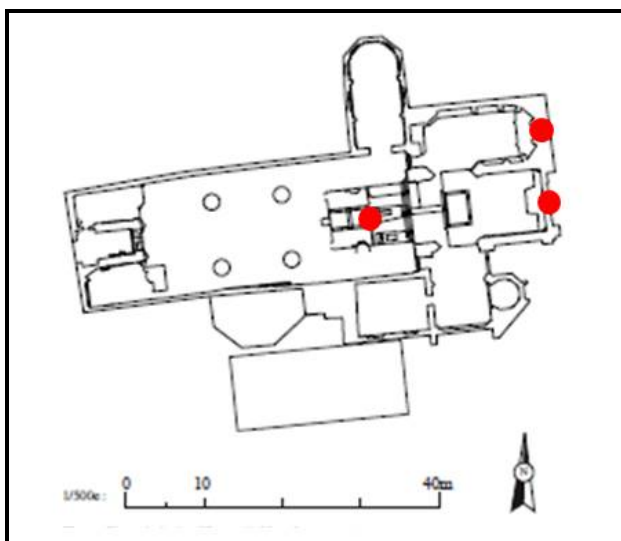


Figure VII-2 : Plan de la basilique Saint Seurin (Michel, 2014). En rouge : le marquage des zones des prélèvements effectués dans le cadre de ce travail.

Si l'église doit être considérée dans son ensemble, il est plus commode de faire une distinction entre la crypte et l'église haute. Les premières mentions témoignant de l'existence de la « crypte » apparaissent dans les *Vitae* conservées dans les manuscrits de

XI^e et XIII^e siècle, mais les documents ne permettent de préciser ni la nature de l'édifice, ni l'architecture de sa construction. Dès les XI^e-XII^e siècles, la compréhension de ces vestiges est marquée par une tradition historiographique faisant de Saint Seurin un élément du premier groupe épiscopal de Bordeaux, tradition persistant pendant des siècles jusque dans les années 1990. Ce n'est qu'à partir de 1995, suite aux travaux menés dans le cadre du projet initié à la demande du service des Monuments Historiques, les vestiges de la crypte sont attribués au mausolée antique (Michel, 2012). Dès 2006, une analyse visuelle des vestiges, réalisée par Anne Michel (AUSONIUS, Université Bordeaux Montaigne), a permis de comprendre la séquence chronologique du développement des structures les plus anciennes de la crypte. L'opération de relevés archéologiques en 2014, dirigée également par Anne Michel, ont mis en évidence neuf niveaux qui s'échelonnent de l'Antiquité tardive jusqu'à XIX^e siècle (Michel, 2014).

VII.1.2. Chronologie de référence

VII.1.2.1. Crypte

Même si la séquence stratigraphique a permis d'établir la chronologie relative, le manque de sources écrites et l'absence de mobilier archéologique datable ne permettent pas de proposer une datation de ces différentes phases identifiées. Seule, une hypothèse de datation archéologique a pu être émise pour le niveau stratigraphique le plus ancien. Celle-ci se base sur des relations architecturales avec la nécropole située au sud de la basilique actuelle. Ainsi la typologie des sépultures de la nécropole sud renvoie à l'Antiquité tardive. (Michel, 2012)

Les premières tentatives de datation du mausolée par les méthodes physiques se sont poursuivies entre 2005-2012 dans le cadre de deux projets collectifs : le programme CARE dirigé pour la France par Ch. Sapin et P. Chevalier et le programme GDRE du CNRS dirigé par P. Guibert et Ch. Sapin (Guibert *et al.*, 2012). Les résultats de l'analyse par luminescence d'échantillons de terre cuite prélevés d'une part dans le sol de terre cuite à l'angle sud-ouest de la salle à exèdre, d'autre part à l'est, dans le sol de la fosse, ont fourni des datations cohérentes avec les hypothèses archéologiques mentionnées ci-dessus. Les analyses de cinq échantillons étudiés à Bordeaux ont produit des résultats concordant avec ceux de trois prélèvements analysés à Catane : tout donne un arc chronologique entre le milieu du IV^e et le milieu du V^e siècle pour la cuisson de

VII. CHAPITRE - Basilique Saint Seurin, Bordeaux

briques (Bouvier, 2011 ; Guibert *et al.*, 2012). Cette datation s'applique aussi à la construction du mausolée et à la pose du sol de terre cuite.

La datation archéomagnétique effectuée par l'équipe de l'IRAMAT-CRPAA à Rennes lors de la même campagne de prélèvements que la datation des briques par TL et OSL, fournit plusieurs intervalles dont un qui confirme les données archéologiques [305 ap. J.-C., 562 ap. J.-C].⁶

Lors des prélèvements de 2008, un fragment de charbon a été recueilli dans l'angle nord-ouest de la salle à exèdre, dans le mortier qui adhère encore au bas de la partie occidentale du mur ouest, juste en bordure de la fosse dans laquelle fut placé le sarcophage. Il s'agit certainement d'un niveau stratigraphique postérieur à la construction du mausolée, mais il n'est pas évident de déterminer à quelle étape de construction suivante il pourrait être attribué (Michel, 2012). L'intervalle de datation proposé est de 658 à 783 de notre ère (Lyon-6430). La datation radiocarbone effectuée indique que le site a continué à évoluer pendant la période carolingienne. Toutefois, il faut rester prudent quant à cette seule datation radiocarbone prélevée dans un endroit où l'interprétation archéologique reste peu sûre.

Hypothèses archéologiques récentes

Comme cela a déjà été évoqué, l'opération de relevés archéologiques en 2014 a mis en évidence neuf niveaux stratigraphiques (Figure VII-3) dont seulement le niveau le plus ancien est daté, correspondant à la construction du mausolée entre le milieu du IV^e et le début du V^e siècle. Nous nous intéressons ici particulièrement aux quatre niveaux les plus anciens liés aux premiers remaniements du monument. On résume ici les conclusions préliminaires des dernières recherches archéologiques comme décrit dans le rapport de l'opération (Michel, 2014).

⁶ Les données ont été obtenues en 2010 par Lucie Garnier sous la supervision de Philippe Lanos et de Philippe Dufresne et reexploitées le 16 juillet 2015 avec le logiciel Chronomodèle 1.1. Il s'agit de l'intensité du champ magnétique mesurée sur 18 échantillons de terre cuite (moyenne 61.96±1.36 µT ramené à Paris).

Etat 1 :

Le mausolée initial avait la forme d'une chambre rectangulaire, terminée par une exèdre. Les murs de cette première construction étaient composés d'un petit appareil de moellons maçonnés au mortier. Le sol et la fosse centrale du bâtiment étaient revêtus de briques plates carrées reposant sur le béton (mortier de pose très dense). Au-dessus, au moins deux couches de mortier venaient recouvrir les parois. Trois sarcophages d'orientation ouest-est ont été insérés dans la fosse centrale, ce qui témoigne de la fonction funéraire de l'édifice. A l'entrée dans le mausolée, une pierre de seuil fortement usée est toujours visible.

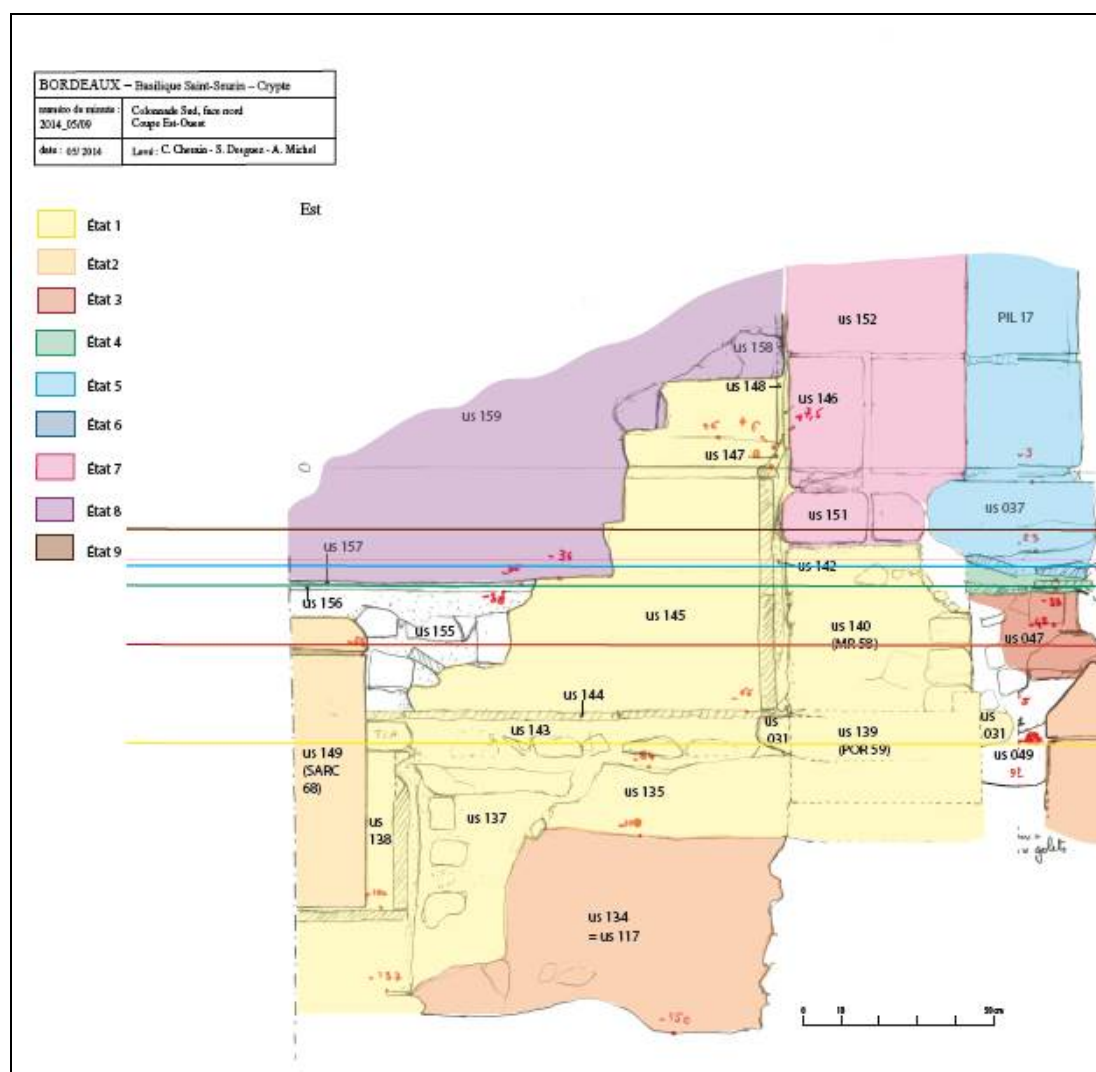


Figure VII-3 : Angle sud-ouest de la crypte. Interprétation archéologique actuelle, basée sur des recherches effectuées en mai 2014.

Etat 2 :

Dans un second temps, le sol de briques et les maçonneries ont été partiellement détruit afin de pouvoir insérer deux sarcophages décorés de motifs chrétiens aux extrémités est et ouest de la salle à exèdre. C'est probablement aussi durant la même période qu'au moins six sarcophages de calcaire et de marbre ont été déposés dans l'espace, à l'ouest du mausolée, puisque le bas des cuves est placé plus bas que la fondation des murs de cet espace. Cependant, on ne possède aucun indice chronologique quant à la date du dépôt des différents sarcophages dans la fosse centrale et dans l'espace occidental.

Etat 3 et état 4 :

La distinction entre les états 2 et 3 n'est pas très claire. Lors des nouveaux remaniements, il semble que tous les sarcophages ont été couverts par le sol. Le niveau de ce sol a été identifié par un liséré noir retrouvée dans plusieurs endroits de la crypte. Dans certains endroits deux lisérés noirs ont été identifiés. L'étape 4 (et peut-être aussi une étape 3) marquent ainsi probablement une rupture importante liée à la fin d'une fonction funéraire de l'édifice

VII.1.3. Prélèvements réalisés

Dans la crypte, les mortiers pour l'étude OSL ainsi que cinq charbons de bois pour la datation par radiocarbone ont été échantillonnés dans la chapelle Saint-Fort. Les prélèvements ont été effectués dans trois zones, comme marqué sur la Figure VII-4. L'ensemble des échantillons prélevés est résumé dans le Tableau VII-1. La localisation des prélèvements est marquée dans les images ci-dessous (Figure VII-4 - Figure VII-10). Les cercles rouges correspondent aux prélèvements des mortiers, tandis que les jaunes aux charbons.

Du point de vue archéologique, la datation et l'attribution des différents mortiers prélevés dans l'angle sud-ouest de la crypte aux niveaux stratigraphiques retrouvés dans le reste de la crypte, ne sont pas très claires. Le mortier BDX 16500 représente le mortier de pose du sol de terre cuites de la fosse centrale, sur lequel reposent les trois sarcophages. Les échantillons BDX 16496 et BDX 16498 sont les mortiers de pose du revêtement des banquettes du mausolée en terres cuites. Ces trois mortiers, BDX 16500,

BDX 16496 et BDX 16498, sont considérés comme appartenant à la construction initiale du mausolée notée « état 1 » dans le Tableau VII-1.

Les mortiers BDX 16492 et BDX 16493 proviennent des étapes de construction postérieures à l'état 1 (niveaux de comblement), BDX 16493 (mortier gris I) se trouvant une dizaine de centimètres plus bas que BDX 16492. L'échantillon BDX 16492 comprend en son milieu le liséré noir interprété comme le sol et contient les mortiers provenant des phases de construction inférieure (mortier gris II) ainsi que postérieure (mortier blanc) à ce sol. La partie datée correspond au mortier gris II du niveau antérieur au liséré noir. Ce mortier contenait le charbon BDX 16840.

Échantillon	Type d'échantillon	Localisation/Etat*	Datation
BDX 16492	Mortier gris II Comblement	zone 1, postérieur à BDX 16493 30 cm au-dessus des banquettes en terres cuites	postérieur à BDX 16493
BDX 16493	Mortier gris I Comblement	zone 1, postérieur à l'état 1 15-18 cm au-dessus des banquettes en terres cuites	postérieur à l'état 1
BDX 16496	Mortier de pose	zone 1, état 1	milieu du IV ^e - milieu du V ^e siècle
BDX 16498	Mortier de pose	zone 1, état 1	milieu du IV ^e - milieu du V ^e siècle
BDX 16500	Mortier de pose	zone 2, état 1	milieu du IV ^e - milieu du V ^e siècle
BDX 16839	Charbon de bois	zone 1, postérieur à l'état 1 44 cm au-dessus des banquettes en terres cuites 15 cm du parement sud revêtu en terre cuite	postérieur aux charbons BDX 16840-2
BDX 16840	Charbon de bois	zone 1 27 cm au-dessus des banquettes en terres cuites dans le mortier BDX 16492	postérieur au charbon BDX 16843
BDX 16841	Charbon de bois	zone 2, postérieur au charbon BDX 16843 dans le mortier gris	postérieur au charbon BDX 16843
BDX 16842	Charbon de bois	zone 2, postérieur au charbon BDX 16843 dans le mortier gris	postérieur au charbon BDX 16843
BDX 16843	Charbon de bois	zone 3, postérieur à l'état 1 dans le mortier gris, au niveau de couvercle du sarcophage	postérieur à l'état 1

* localisation de l'échantillon dans les niveaux stratigraphiques identifiés lors de l'opération archéologique en 2014, l'état 1 correspondant au niveau le plus ancien - construction du mausolée antique

Tableau VII-1 : Récapitulatif de la nature et de la localisation des prélèvements dans la crypte de Saint Seurin avec les dates de référence.

VII. CHAPITRE - Basilique Saint Seurin, Bordeaux



Figure VII-4 : Chapelle Saint-Fort dans la crypte de la basilique Saint Seurin. Les prélèvements ont été effectués dans les trois zones marquées en cercles rouges.



Figure VII-5 : Angle sud-ouest de la crypte (zone 1) avec la localisation des prélèvements. En rouge - les mortiers, en jaune - les charbons.

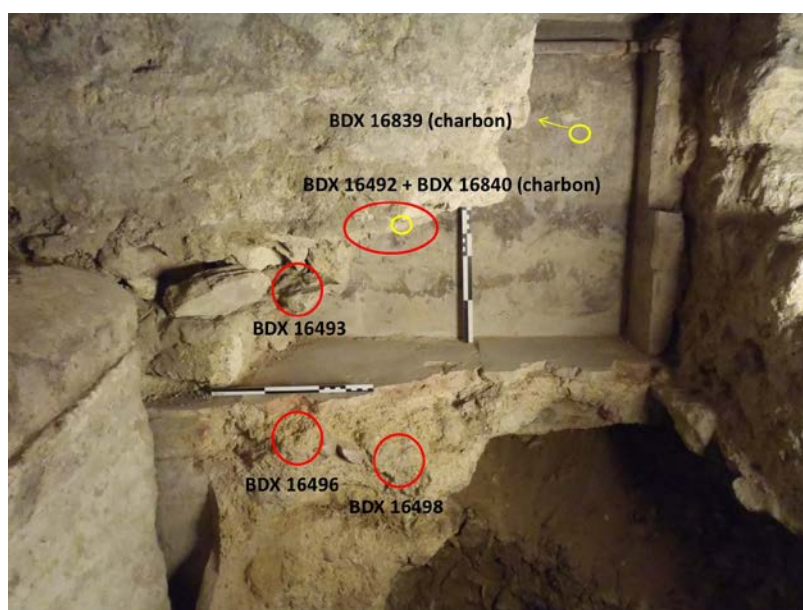


Figure VII-6 : Angle sud-ouest de la crypte (zone 1) avec la localisation des prélèvements. En rouge - les mortiers, en jaune - les charbons.

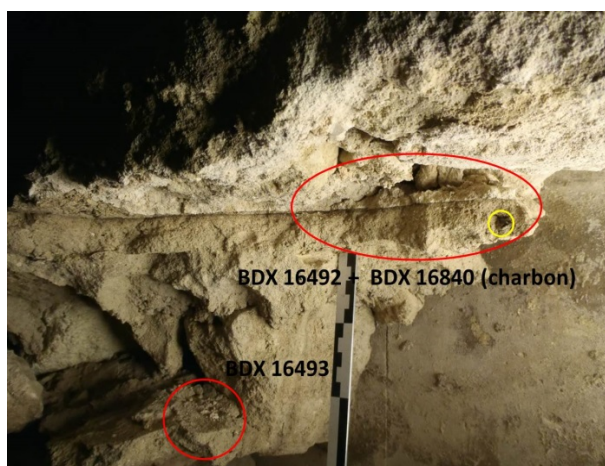


Figure VII-7 : Angle sud-ouest de la crypte (zone 1) avec la localisation des prélèvements dans les niveaux postérieurs à la construction du mausolée antique. En rouge - les mortiers, en jaune - les charbons.

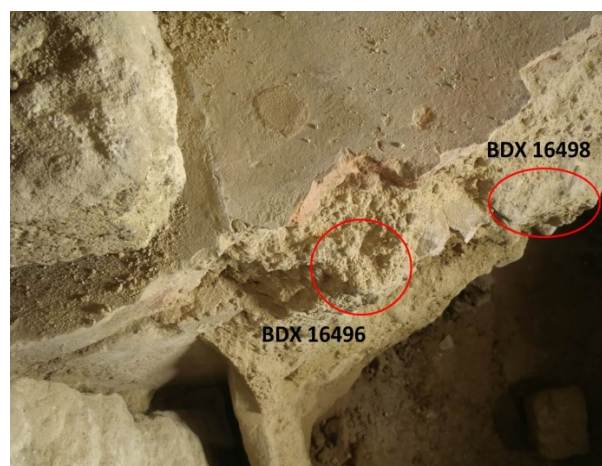


Figure VII-8 : Angle sud-ouest de la crypte (zone 1) avec la localisation des prélèvements des mortiers de tuileau (en rouge) dans les niveaux correspondants à la construction du mausolée.



Figure VII-9 : Prélèvements dans la zone 2. Le mortier de tuileau BDX 16500 (en rouge) représente le mortier de pose du sol de terres cuites de la fosse centrale, sur lequel reposent les trois sarcophages. Les charbons (en jaune) ont été prélevés dans le mortier gris dans le niveau entre le cénotaphe et le sarcophage.



Figure VII-10 : Ensemble des charbons prélevés dans la chapelle Saint Fort dans la crypte de la basilique Saint Seurin.

VII. CHAPITRE - Basilique Saint Seurin, Bordeaux

Les prélèvements de mortiers pour l'étude OSL ont été réalisés aussi dans les parties extérieures du chevet et de la chapelle Notre-Dame de la Rose dont la chronologie est bien connue (Tableau VII-2). Ces mortiers ont été prélevés par carottage (Figure VII-11 et Figure VII-12). Du fait de la finesse de la couche de ces mortiers, la quantité de matériau pour l'analyse a été restreinte. La datation de l'échantillon BDX 16591 n'a pas pu être effectuée à cause d'un manque du matériau pour l'analyse.

Échantillon	Type de mortier	Localisation	Datation
BDX 16592	Mortier de pose	Chevet	XII ^e siècle
BDX 16593			
BDX 16594			
BDX 16586	Mortier de pose	Chapelle Notre-Dame de la Rose	année 1444 de notre ère
BDX 16587			
BDX 16591			

Tableau VII-2 : Récapitulatif de la nature et de la localisation des prélèvements du chevet et de la chapelle Notre-Dame de la Rose de Saint Seurin avec les dates de référence.



Figure VII-11 : Prélèvements à l'extérieur de la chapelle de la Rose de la basilique Saint Seurin.



Figure VII-12 : Carottage à l'extérieur de la chapelle de la Rose de la basilique Saint Seurin (détail).

VII.2. Caractérisation préalable

VII.2.1. Composition élémentaire

Dans les histogrammes de composition, il y a trois groupes d'échantillons à distinguer : les échantillons de la crypte provenant des niveaux stratigraphiques différents (Figure VII-13a), les échantillons du chevet (Figure VII-13b) et les échantillons de la chapelle Notre Dame des Roses (Figure VII-13c). Pour les mortiers de la crypte, on constate des teneurs en SiO_2 extrêmement élevée (environ 65 % pour SiO_2) ce qui reflète bien le fait qu'il s'agit de mortiers de comblement, surtout pour BDX 16492 et BDX 16493. La teneur en K_2O est plutôt basse (entre 0.9 et 1.5 %).

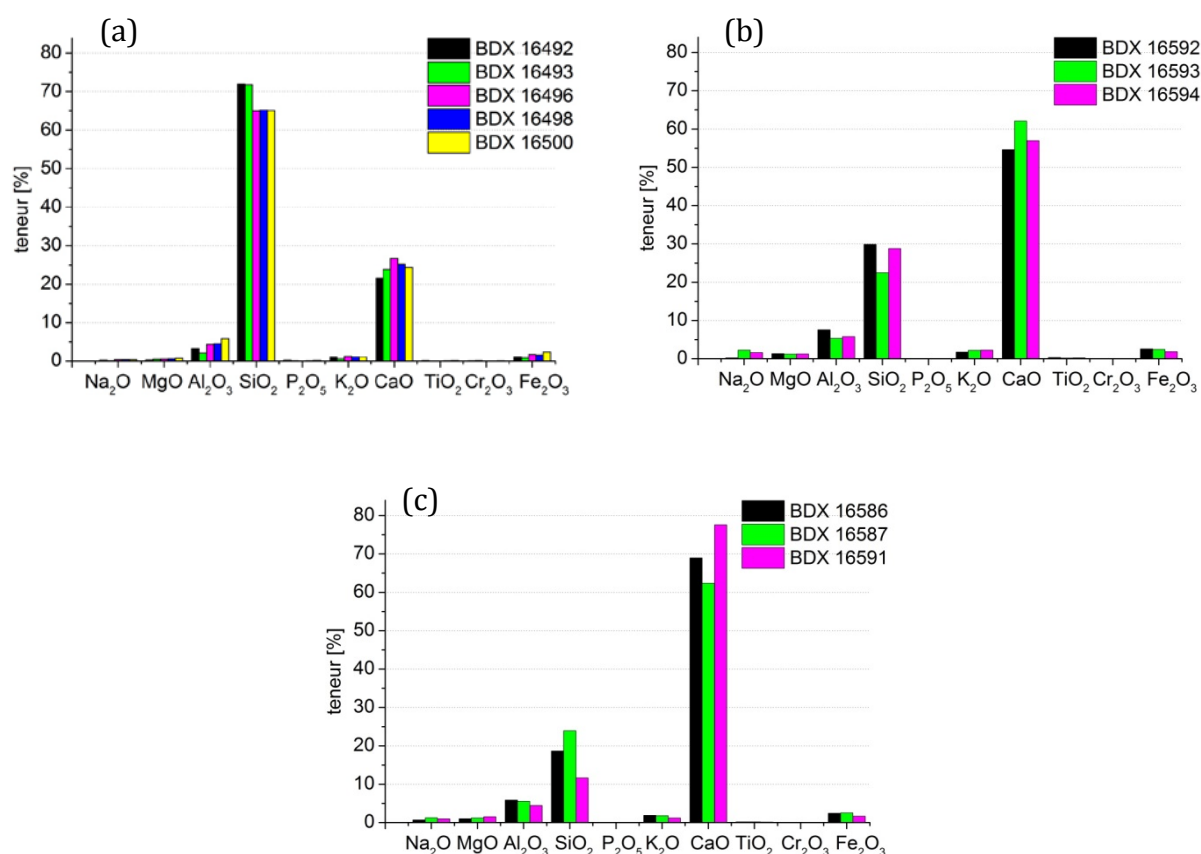


Figure VII-13 : Histogramme de composition des mortiers de la crypte (a), du chevet (b) et de la chapelle Notre-Dame de la Rose (c) de Saint Seurin (exprimé en pourcentage d'oxydes).

VII. CHAPITRE - Basilique Saint Seurin, Bordeaux

Au contraire, les mortiers du chevet et de la chapelle sont très riches en liant calcaire (60 et 70 % de CaO). La quantité de charge est donc plutôt basse (30 et 20 % de SiO₂) ce qui induit une faible concentration de quartz dans le matériau. Comme nous le verrons par la suite, le nombre de grains utilisables pour l'OSL se trouve réduit, surtout pour les échantillons de la chapelle. Le mortier BDX 16591 n'a pas pu être daté à cause d'un manque de matière.

VII.2.2. Microstructure

La microstructure des mortiers de Saint Seurin est discutée séparément pour chaque échantillon de la crypte. Deux ensembles de mortiers du chevet et de la crypte sont toujours représentés par un échantillon, le chevet par BDX 16593 tandis que la chapelle par BDX 16587.

BDX 16493 et BDX 16492

(mortier gris I et mortier gris II - comblement, niveau postérieur à l'état 1)

Les mortiers BDX 16493 et BDX 16492 sont très similaires. Il s'agit d'échantillons assez compacts qui contiennent visiblement une très grosse quantité de charge de granulométrie assez équilibrée et distribuée de façon homogène dans la matrice (Figure VII-14 - Figure VII-15). Les grains sont très arrondis. Les grains de deux groupes de granulométrie la plus représentée ont environ un diamètre de 250 μm et 500 μm . Quelques graviers d'origine siliceuse avec un diamètre de plusieurs millimètres sont présents. Les mortiers contiennent une faible proportion de grains riches en potassium (en bleu, Figure VII-16).

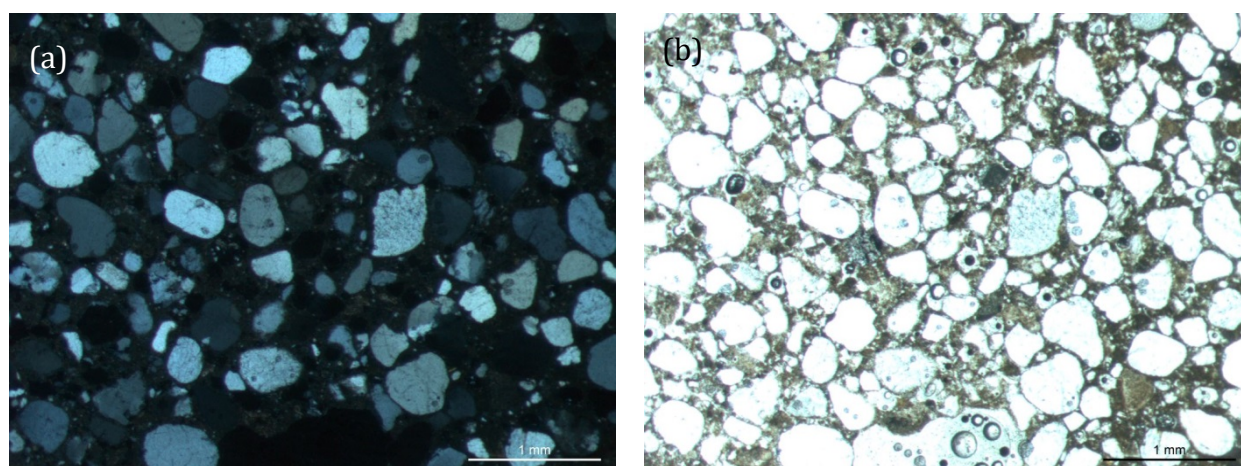


Figure VII-14 : Observation (x50) de la lame mince de l'échantillon BDX 16493 en lumière polarisée analysée (a) et en lumière polarisée non-analysée (b).

VII. CHAPITRE - Basilique Saint Seurin, Bordeaux

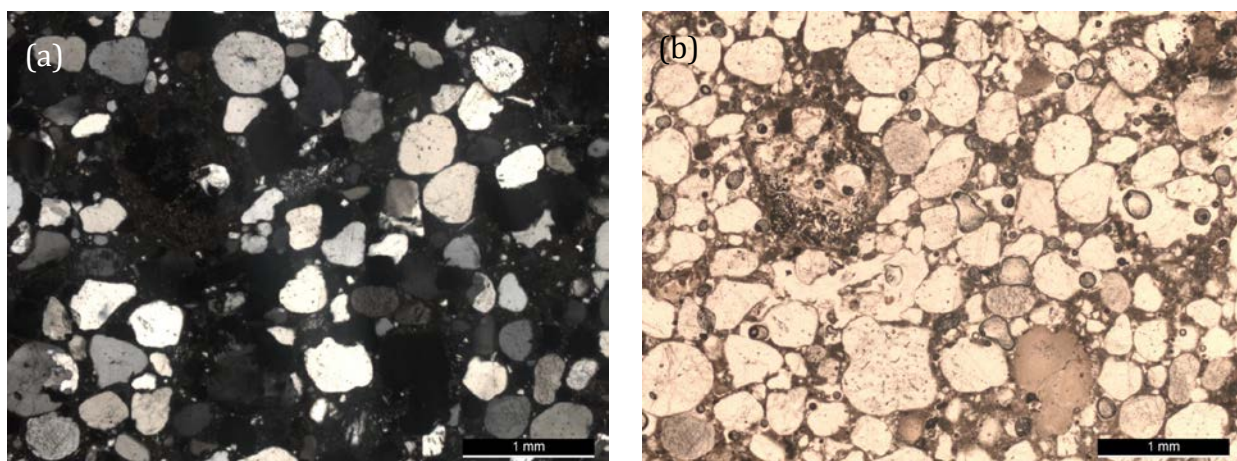


Figure VII-15 : Observation (x50) de la lame mince de l'échantillon BDX 16492 (mortier gris II) en lumière polarisée analysée (a) et en lumière polarisée non-anlysée (b).

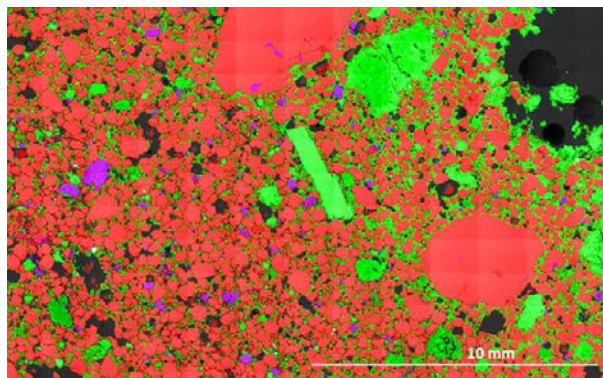


Figure VII-16: Interprétation d'une cartographie élémentaire par EDX-MEB, effectuée sur une lame épaisse de l'échantillon BDX 16493 : en rouge - minéraux de quartz, en bleu - minéraux potassiques, en vert - liant calcaire.



Figure VII-17 : Photo macroscopique de lame épaisse de l'échantillon BDX 16493.

BDX 16496 et BDX 16498

(mortier de pose du revêtement du mausolée en terres cuites, état 1)

Il s'agit de mortiers très grossiers contenant des graviers siliceux de diamètre supérieur à 5 mm (Figure VII-19 et Figure VII-20). Les grains de quartz majoritairement présents mesurent environ 500 μm en diamètre et ont le caractère plutôt arrondi. La quantité de grains ayant une dimension inférieure à 500 μm reste assez restreinte. On constate la présence de quelques gros feldspaths de l'échelle millimétrique. Les mortiers comprennent des fragments de terre cuite (Figure VII-18c et d) qui peuvent contenir des grains de quartz de dimensions de 250 μm , utilisés pour l'analyse d'OSL. La présence de quartz dans les terres cuites risque de compliquer l'étude OSL en raison d'une présence des grains des deux environnements avec la radioactivité différente.

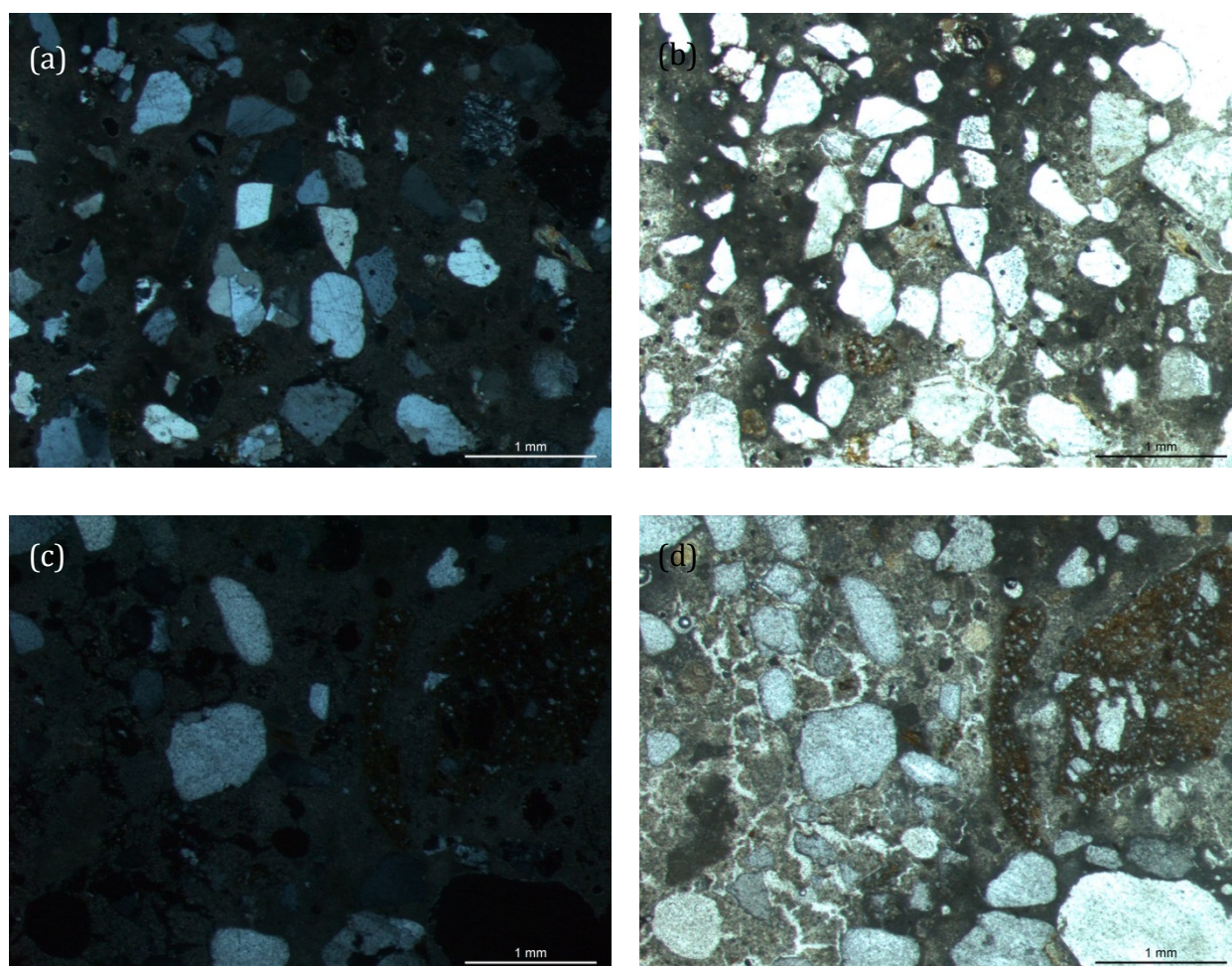


Figure VII-18 : Observation (x50) de la lame mince de l'échantillon BDX 16496 en lumière polarisée analysée (a, c) et en lumière polarisée non-analysée (b, d).

VII. CHAPITRE - Basilique Saint Seurin, Bordeaux

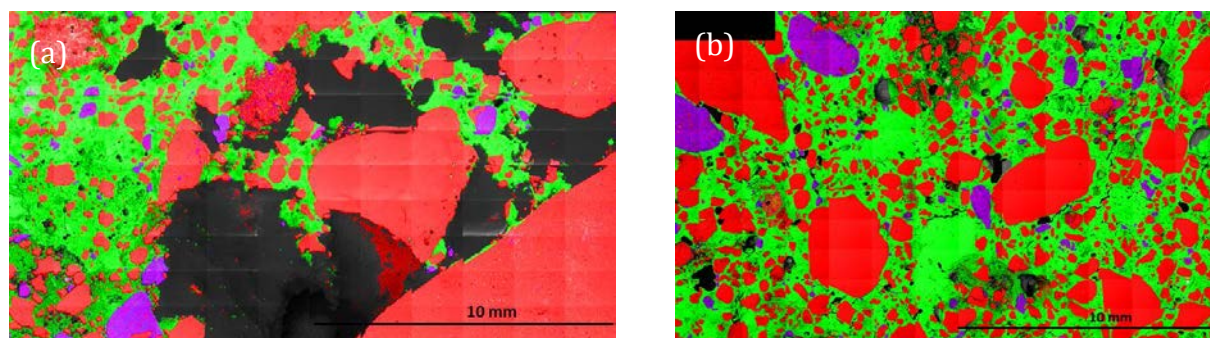


Figure VII-19: Interprétation d'une cartographie élémentaire par EDX-MEB, effectuée sur une lame épaisse de l'échantillon BDX 16496 et BDX 16498 : en rouge - minéraux de quartz, en bleu - minéraux potassiques, en vert - liant calcaire.

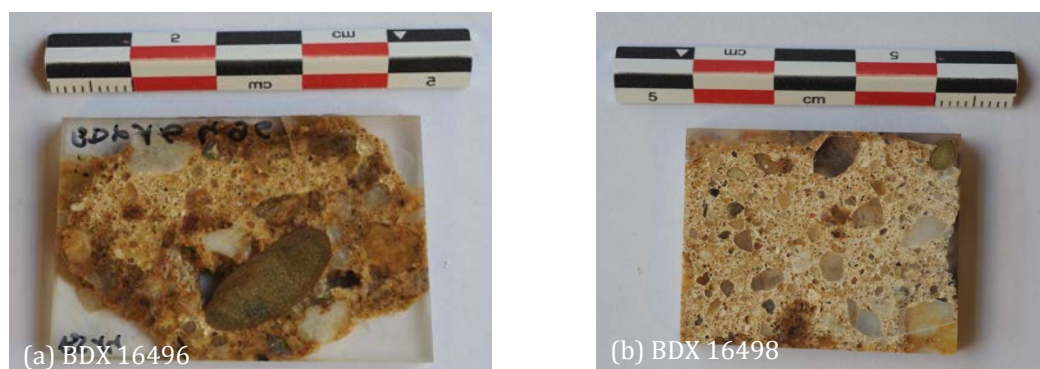


Figure VII-20 : Photo macroscopique de lame épaisse des échantillons BDX 16496 et BDX 16498.

BDX 16500

(mortier de pose du sol en terres cuites de la fosse centrale, état 1)

Dans la comparaison avec les deux types de mortiers décrits précédemment, l'échantillon BDX 16500 se situerait au milieu. Il s'agit d'un mortier relativement grossier où les proportions de grains de diamètre inférieur et supérieur à 1 mm sont relativement équilibrées et distribuées de façon homogène dans la matrice (Figure VII-21 et Figure VII-23). Les grains sont assez arrondis. La quantité de feldspaths n'est pas très importante (Figure VII-22).

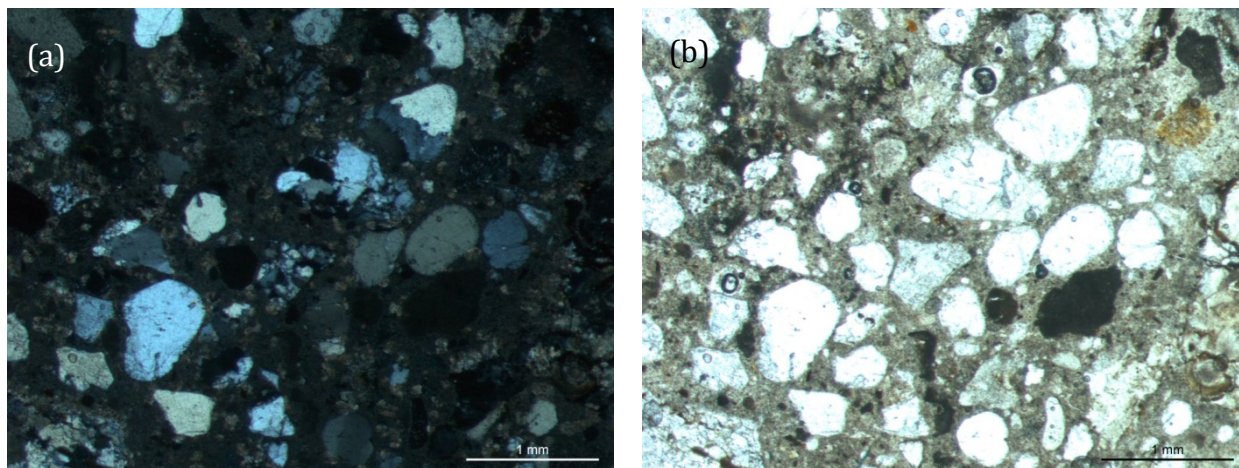


Figure VII-21 : Observation (x50) de la lame mince de l'échantillon BDX 16500 en lumière polarisée analysée (a) et en lumière polarisée non-analysée (b).

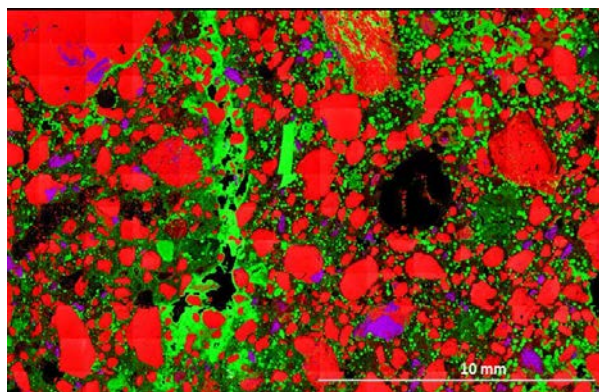


Figure VII-22 : Interprétation d'une cartographie élémentaire par EDX-MEB, effectuée sur une lame épaisse de l'échantillon BDX 16500 : en rouge - minéraux de quartz, en bleu - minéraux potassiques, en vert - liant calcaire.



Figure VII-23 : Photo macroscopique de lame épaisse de l'échantillon BDX 16500.

BDX 16593 (BDX 15592, BDX 16594)

(chevet - mortier de pose reliant les blocs des pierres)

Pour les mortiers du chevet, on constate le caractère à grains fins (inférieurs à 1 mm), très homogène avec une quantité de charge importante et une granulométrie équilibrée (Figure VII-24 et Figure VII-26). La quantité de grains de quartz de 250 μm de diamètre (utilisés pour l'analyse OSL) est abondante. Les grains sont très arrondis. Les feldspaths de dimensions inférieures à 1 mm sont très peu présents (Figure VII-25).

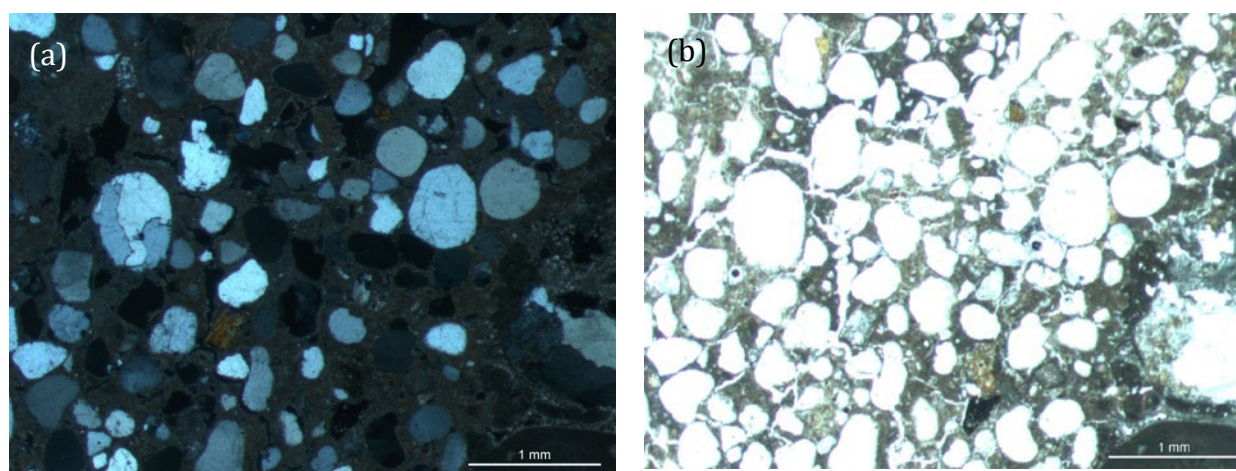


Figure VII-24 : Observation (x50) de la lame mince de l'échantillon BDX 16500 en lumière polarisée analysée (a) et en lumière polarisée non-analysée (b).

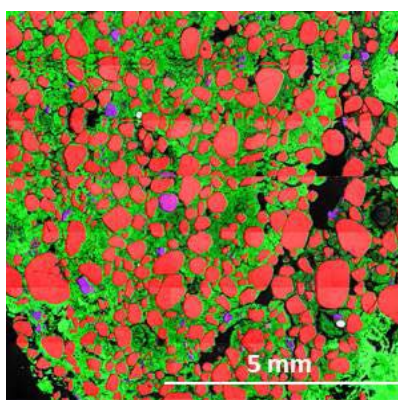


Figure VII-25: Interprétation d'une cartographie élémentaire par EDX-MEB, effectuée sur une lame épaisse de l'échantillon BDX 16593 : en rouge - minéraux de quartz, en bleu - minéraux potassiques, en vert - liant calcaire.



Figure VII-26: Photo macroscopique de lame épaisse de l'échantillon BDX 16593 contenant un fragment de pierre. La partie minoritaire de mortier est visible sur le côté gauche.

BDX 16587 (BDX 16586, BDX 16591)

(chapelle Notre-Dame de la Rose - mortier de pose reliant les blocs des pierres)

Comme les échantillons du chevet, les mortiers de la chapelle ont aussi un caractère à grain fin mais la quantité de charge est nettement plus basse. Il s'agit de mortiers très riches en chaux (Figure VII-27 et Figure VII-29). On constate la présence de quelques feldspaths de dimensions inférieurs à 1 mm (Figure VII-28). L'homogénéité de la granulométrie de la charge des mortiers de la chapelle et aussi du chevet indique que le granulat a subi très probablement un traitement par tamisage avant d'avoir été mélangé avec la chaux.

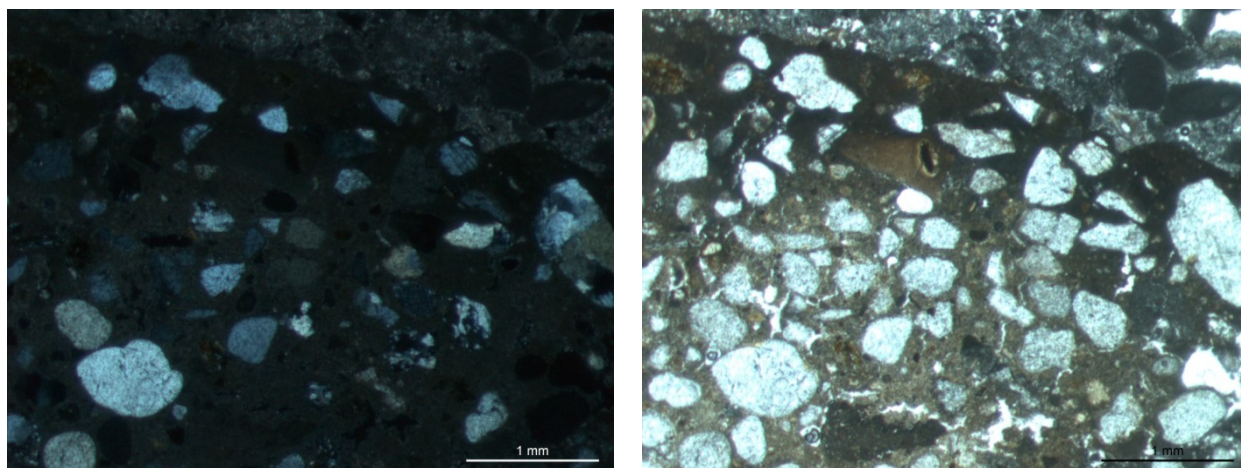


Figure VII-27 : Observation (x50) de la lame mince de l'échantillon BDX 16587 en lumière polarisée analysée (a) et en lumière polarisée non-analysée (b).

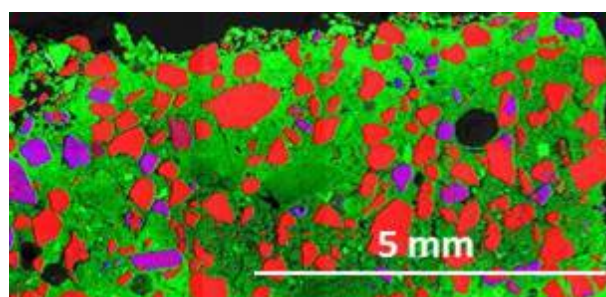


Figure VII-28: Interprétation d'une cartographie élémentaire par EDX-MEB, effectuée sur une lame épaisse de l'échantillon BDX 16587 : en rouge - minéraux de quartz, en bleu - minéraux potassiques, en vert - liant calcaire.



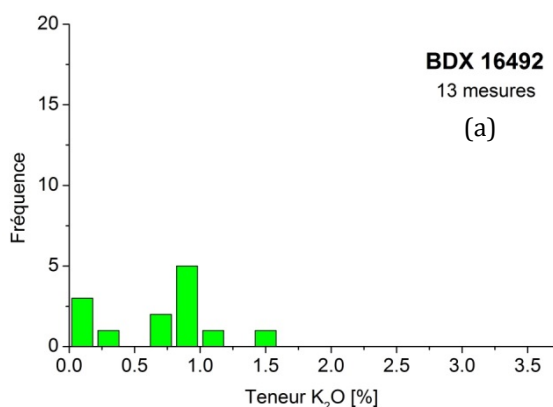
Figure VII-29: Photo macroscopique de lame épaisse de l'échantillon BDX 16587 avec l'interface entre le mortier et la pierre.

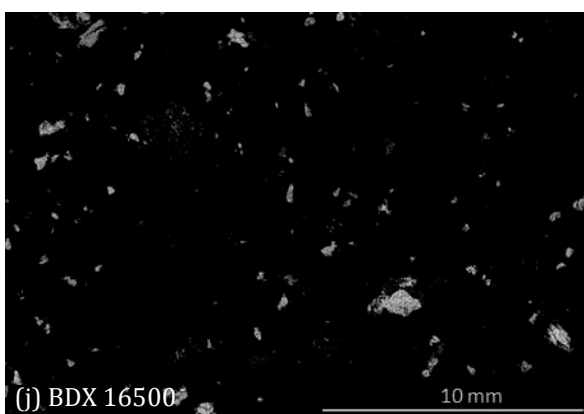
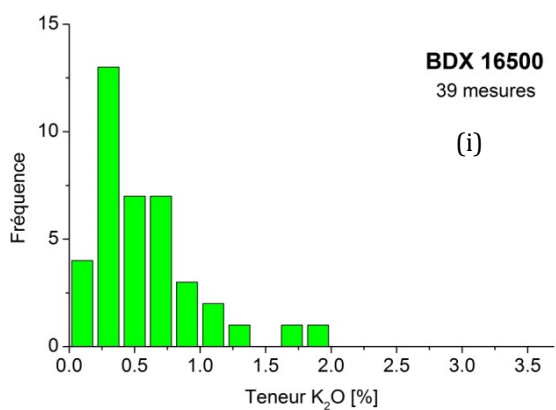
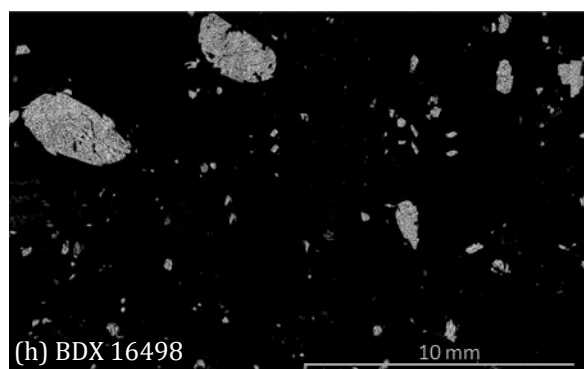
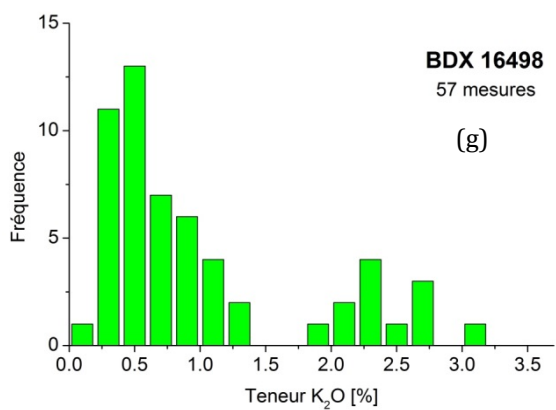
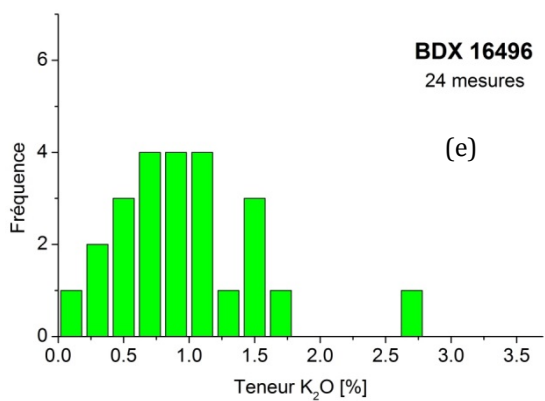
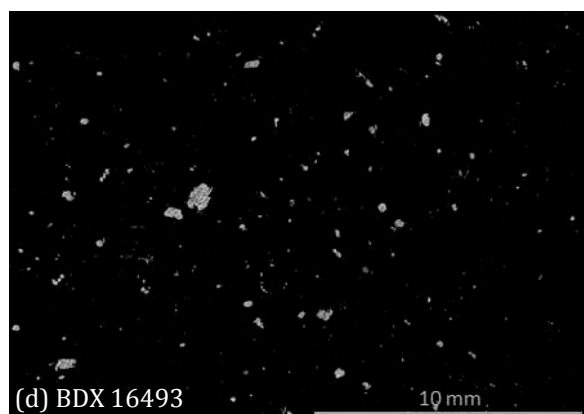
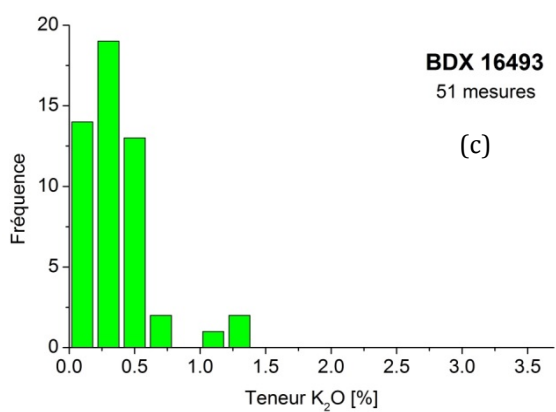
VII.2.3. Variabilité microdosimétrique

VII.2.3.1. Cartographie EDX-MEB

Une cartographie élémentaire par EDX-MEB, effectuée sur une lame épaisse des mortiers, a permis d'évaluer la distribution de K_2O dans les échantillons datés (voir sous-chapitre II.2.2. pour les détails). La répartition des minéraux est visible dans les images ci-dessous (Figure VII-30). Deux ensembles de mortiers du chevet et de la crypte sont toujours représentés par un échantillon, le chevet par BDX 16593 tandis que la chapelle par BDX 16587.

Les mortiers BDX 16496 et BDX 16498, décrits comme hétérogènes précédemment, contiennent des feldspaths potassiques assez grossiers à l'échelle millimétrique (Figure VII-30f et h). En revanche, la présence des feldspaths dans les échantillons de la crypte BDX 16492, BDX 16493, BDX 16500 et dans les mortiers du chevet (BDX 16593) est plutôt sporadique. Les mortiers de la chapelle Notre-Dame de la Rose (BDX 16587) contiennent un nombre de feldspaths plus important, mais ceux-ci n'excèdent pas des dimensions de 500 μm et semblent être distribués de manière relativement homogène dans la matrice. Les variations de la teneur en K_2O semblent les plus importantes pour les mortiers grossiers BDX 16496 et BDX 16498 (Figure VII-30^e et g).





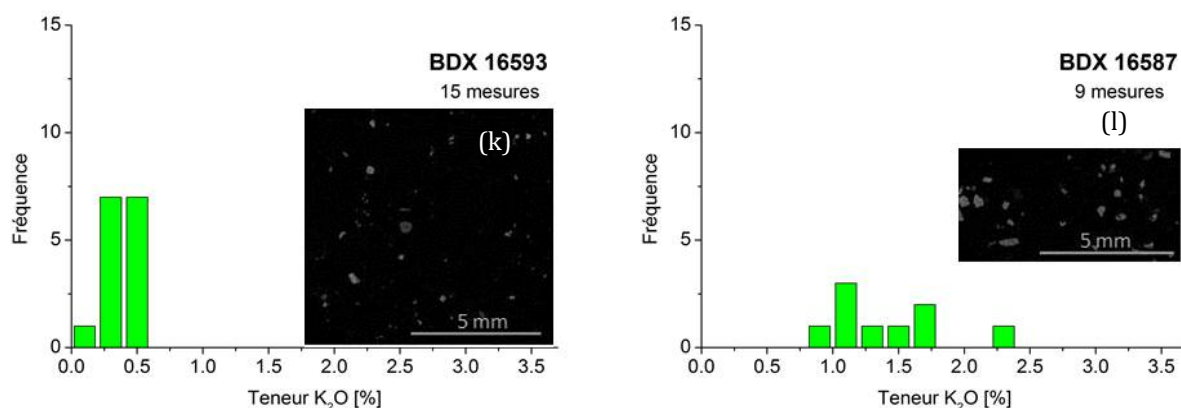


Figure VII-30 : Histogrammes de distribution du potassium dans les mortiers de Saint Seurin basés sur les mesures ponctuelles du rayon de 2 millimètres réalisées autour des grains de quartz utilisés pour la datation (a, c, e, g, i et k) et images de répartition du potassium, obtenues par cartographie EDX-MEB (b, d, f, h, j et l). Le niveau de gris correspond au nombre de rayons X émis par potassium atteignant le détecteur en fonction d'un endroit analysé. Grandissement : 60. Taille du pixel : 0.03 mm.

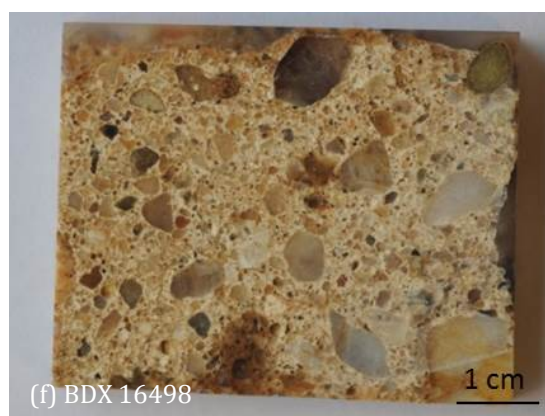
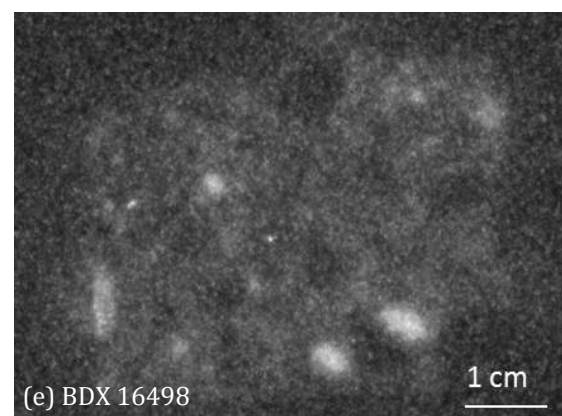
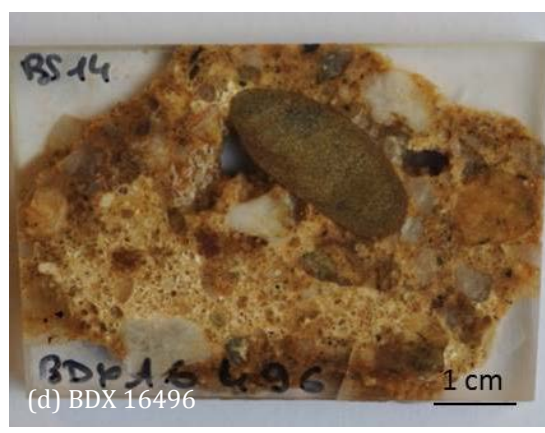
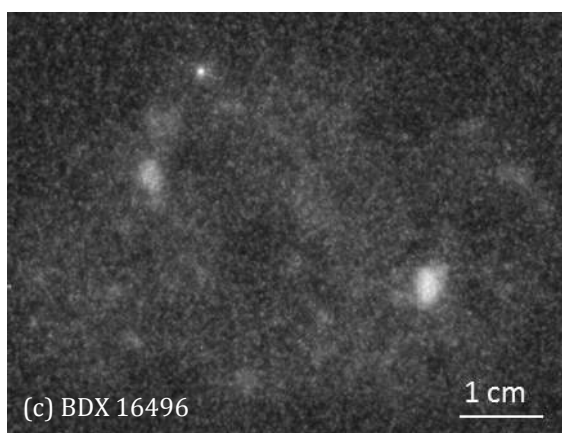
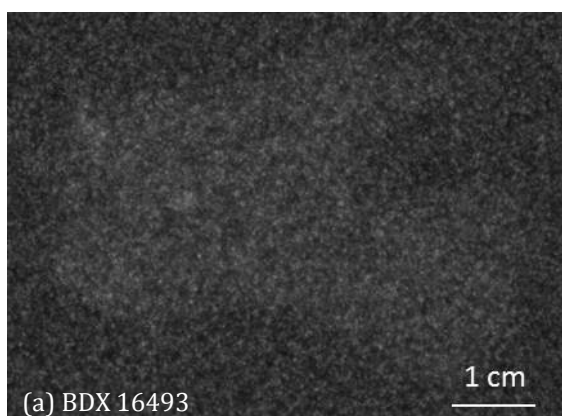
VII.2.3.2. Imagerie beta

La Figure VII-31 montre la répartition d'émetteurs beta dans les lames épaisses des mortiers de Saint-Seurin. Les mortiers du chevet sont ici représentés par BDX 16593 tandis que ceux de la chapelle par BDX 16587 et BDX 16591. Les images d'autoradiographie beta sont présentées avec les photos macroscopiques des lames épaisses correspondantes.

Au niveau des irradiations beta, l'échantillon de la crypte BDX 16492, BDX 16493 (Figure VII-31a) et les mortiers du chevet (BDX 16593, Figure VII-31i) et de la chapelle (BDX 16587 et BDX 16591, Figure VII-31k et m) sont très peu radioactifs et homogènes sans aucun contraste observé sur les images d'autoradiographie beta. A priori, on attend que la variabilité provenant des effets microdosimétriques ne soit pas significative pour ces échantillons. Il s'agit de mortiers de pose reliant des blocs de pierre par une couche très fine. Cela peut se voir sur l'image beta de l'échantillon BDX 16587 où la partie allongée appartenant au mortier n'excède pas 0.5 cm. Pour l'échantillon BDX 16492 on ne dispose pas de l'image de l'autoradiographie beta. Toutefois, vu le caractère homogène de ce mortier et une quantité de feldspaths restreinte, on suppose également que ce mortier ne sera pas trop affecté par des effets microdosimétriques.

A l'inverse, les mortiers de la crypte BDX 16496, BDX 16498 et BDX 16500 (Figure VII-31c, e et g), qui sont caractérisés comme grossiers après l'observation à la

microscopie polarisante, se montre hétérogènes à l'imagerie beta. On constate la présence de quelques endroits radioactifs qui ne sont pas très nombreux. L'effet d'irradiation beta est ici très localisé et il semble qu'on peut attendre des variations microdosimétriques plus importantes que pour les mortiers discutés précédemment. Cette observation peut être aussi mise en rapport avec des résultats de l'EDX-MEB pour les mortiers BDX 16496 et BDX 16498 contenant des feldspaths potassiques assez grossiers et indiquant les variations importants de la teneur en potassium.



VII. CHAPITRE - Basilique Saint Seurin, Bordeaux

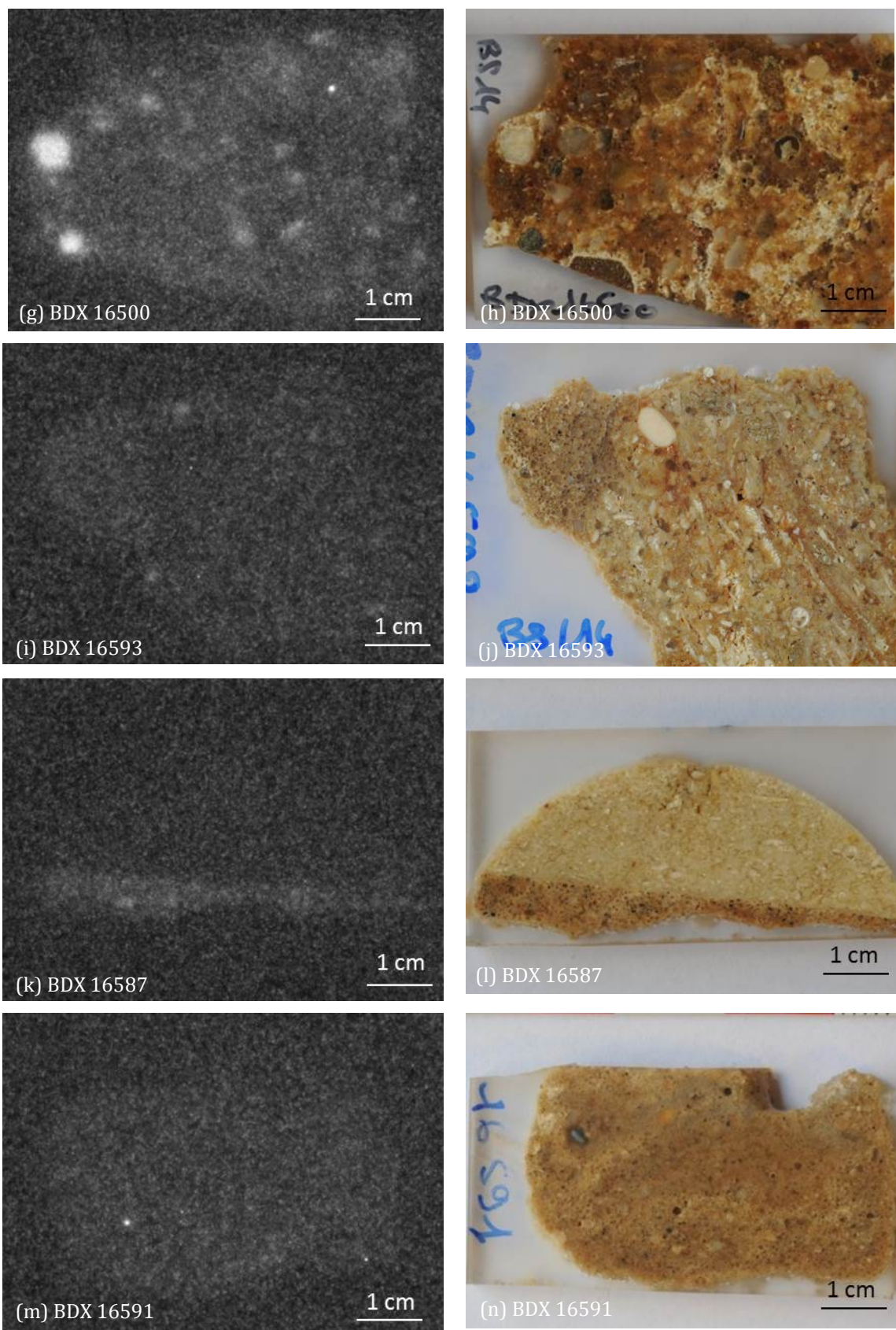


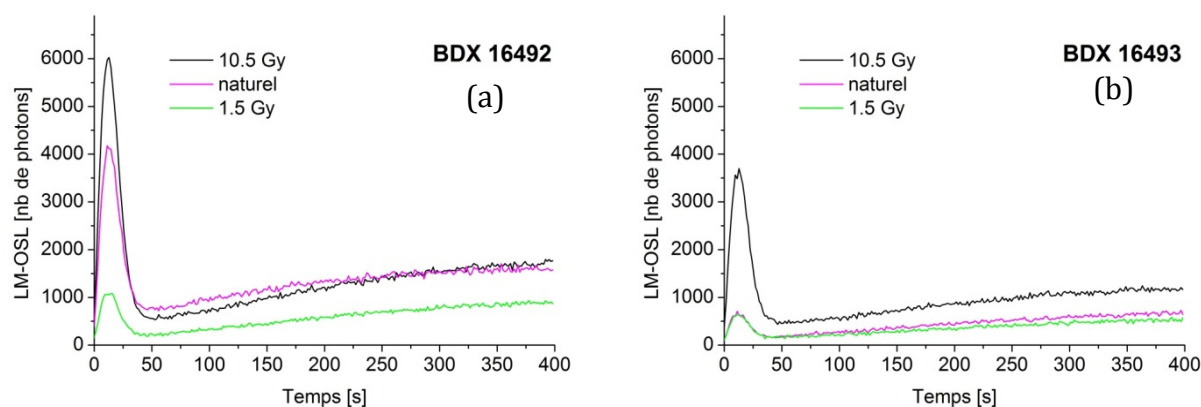
Figure VII-31 : Images de l'autoradiographie beta (a, c, e) et les photos macroscopiques des mortiers correspondants (b, d, f). Les points plus clairs correspondent aux endroits plus radioactifs.

VII.3. Datation par luminescence

VII.3.1. Tests préliminaires

Les signaux de LM-OSL pour les mortiers de Saint Seurin combinent des composantes rapides et lentes en proportions différentes (Figure VII-32). Pour les signaux naturels, la composante rapide semble prédominante, avec une apparition d'une composante lente identifiable comme la queue croissante après les premiers 100 s de la stimulation pour quelques échantillons. Pour les signaux régénérés après une irradiation relativement faible (1.5 Gy), on constate la présence d'une composante rapide et lente relativement équilibrée surtout pour les échantillons de la crypte BDX 16496, BDX 16498 et BDX 16500 (Figure VII-32c, d et e).

Lors de l'interprétation des signaux LM-OSL multigrain, il faut prendre en compte le fait, qu'il s'agit de signaux intégrés sur des dizaines de grains. Les signaux représentent ainsi la somme des signaux de grains individuels. De nombreux auteurs ont observé et constaté la variabilité de comportement à l'échelle de grain individuel (par ex. Duller, 2000). Bulur (Bulur, 2001) a réalisé des mesures de LM-OSL pour des grains individuels en déterminant trois groupes de grains : un premier dont le signal est dominé par la composante rapide, un deuxième par la composante lente et un troisième dont le signal combine les deux composantes. Bulur présente aussi la somme des signaux de ces trois groupes de grains qui ressemblent particulièrement à nos résultats.



VII. CHAPITRE - Basilique Saint Seurin, Bordeaux

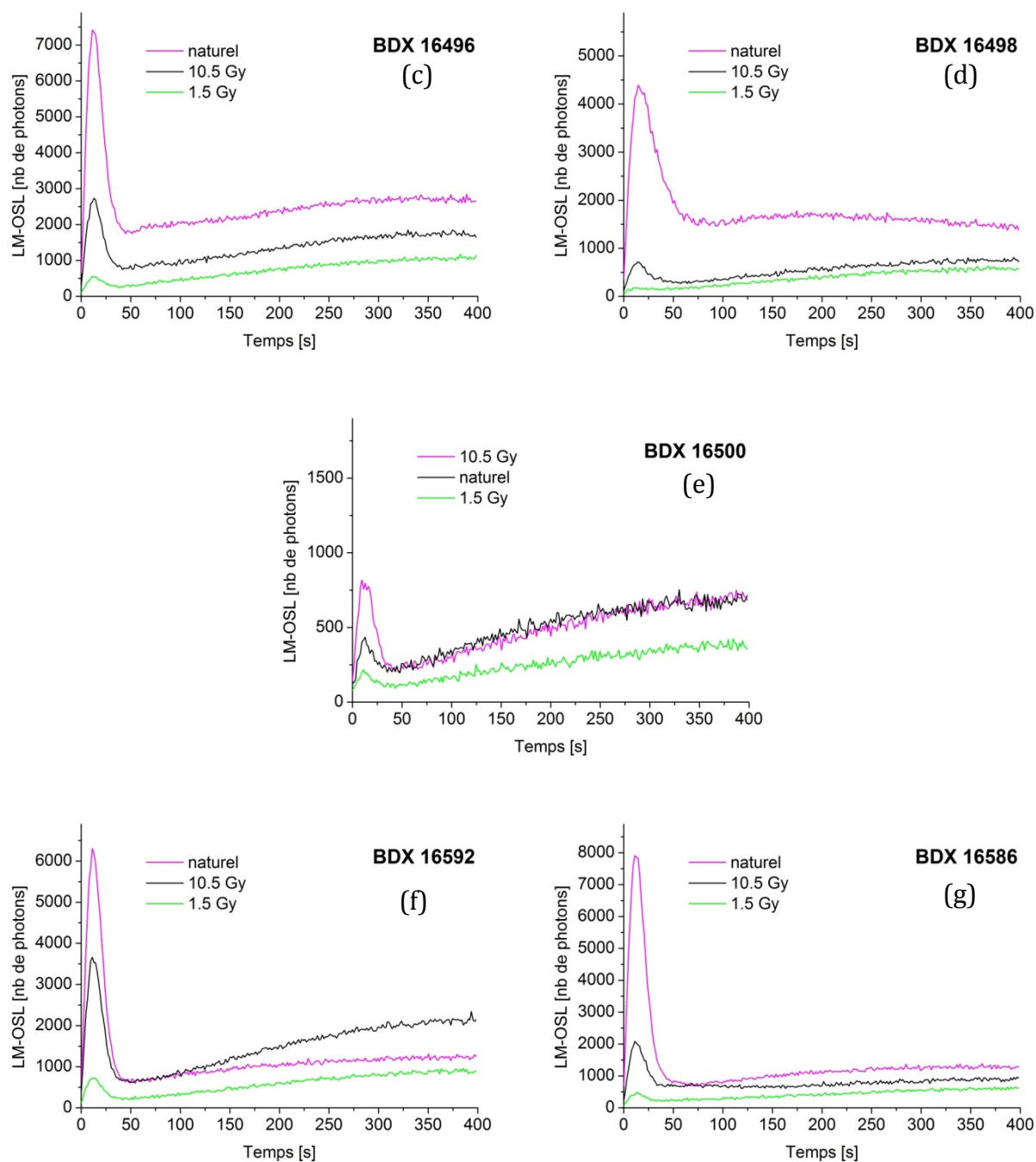


Figure VII-32 : Mesure de signal du quartz des mortiers de Saint Seurin en augmentant linéairement la puissance (LM-OSL). La forme de la courbe indique que les signaux sont largement dominés par une composante rapide du signal (observable lors des premières secondes d'excitation).

Qualitativement, la prédominance de la composante rapide peut être détectée par l'évaluation visuelle des signaux d'OSL classique monograin. En général, pour les grains qui donnent les faibles doses et qui sont donc censés servir pour le calcul de la dose archéologique, on constate une décroissance très rapide du signal d'OSL. Au contraire, la

composante lente est présente dans les signaux de certains grains mal blanchis avec des fortes doses, grains qui ne sont pas utilisés pour la datation. La présence de la composante lente n'a donc pas, a priori, l'effet sur la détermination de la dose archéologique.

Approximativement 70 % de la luminescence enregistrée provient de 10 % des grains (Figure VII-33). Les 90 % des grains restants qui donnent le signal ne contribuent pas significativement au signal détecté.

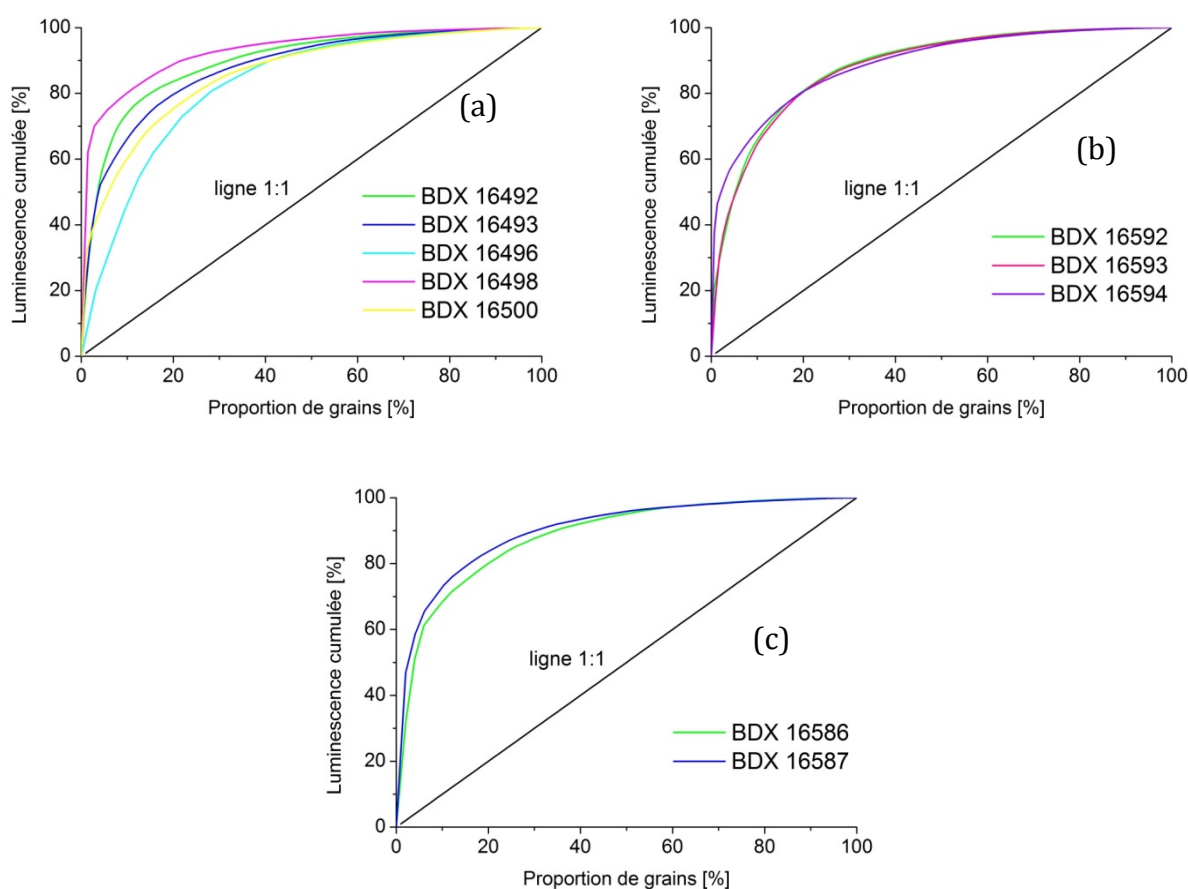


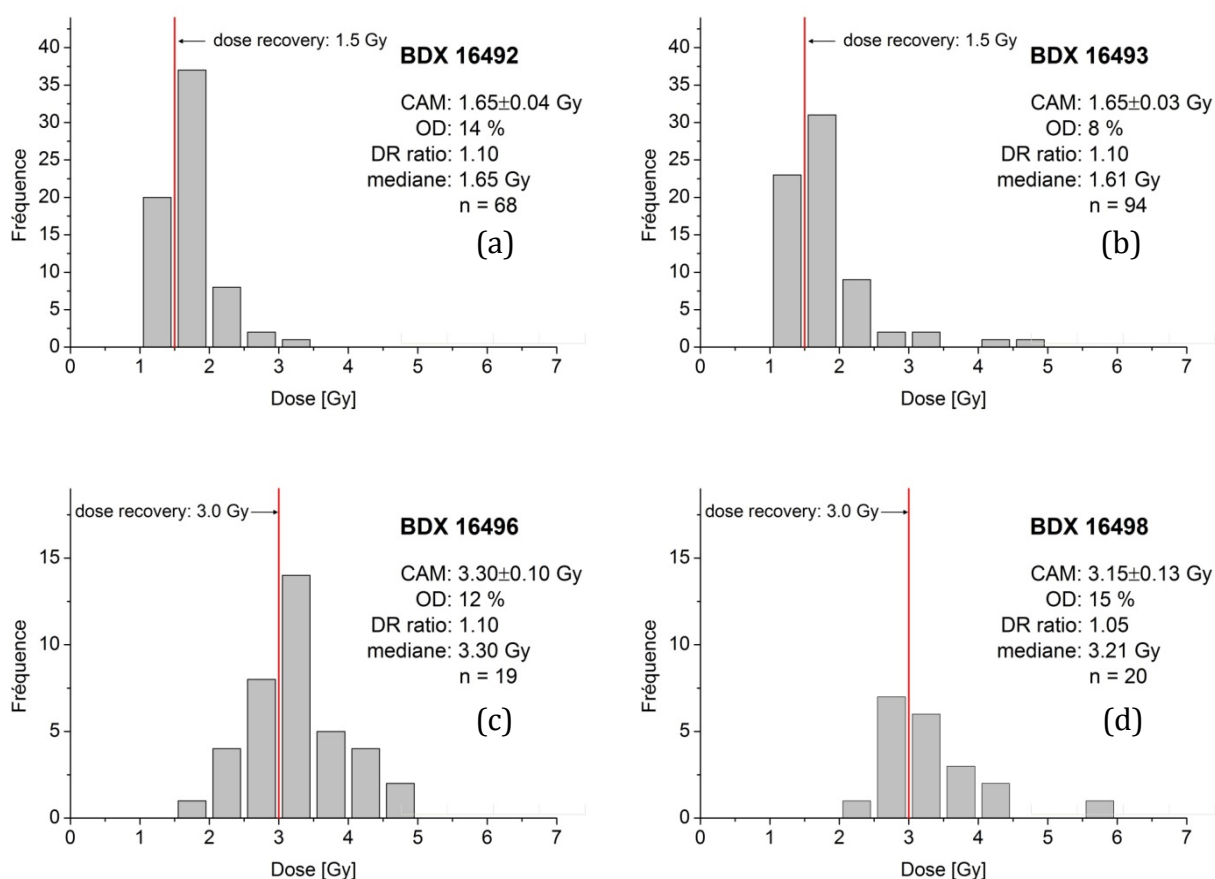
Figure VII-33 : Luminescence cumulée du signal naturel en fonction de la proportion de grains luminescents. La ligne 1:1 représente la situation où tous les grains luminescents contribuent de façon équilibrée à la luminescence.

Les distributions des doses individuelles obtenues suite à des tests de *recovery* après le blanchiment dans le lecteur de luminescence et dans le simulateur solaire sont présentées dans les histogrammes ci-dessous (Figure VII-34). La représentation graphique des distributions de grains mesurés est accompagnée par les valeurs de la dose (CAM) et de l'*over-dispersion* (OD) calculées à partir du modèle d'âge central pour

VII. CHAPITRE - Basilique Saint Seurin, Bordeaux

le nombre de grains notée n . Le *dose recovery ratio* est notée *DR ratio*. Sauf d'un échantillon BDX 16586, la valeur du *dose recovery ratio* est rentrée dans les limites 0.9-1.1, étant plus proche de 1 pour les doses *recovery* de 1.5 Gy que pour 3 Gy.

Des tests de *recovery* ont été effectués sur des disques de monograin blanchis artificiellement de deux façons différentes : au simulateur solaire et dans le lecteur de luminescence (voir sous-chapitre II.5.4.1). Des doses archéologiques individuelles mesurées suite à un blanchiment au simulateur solaire ont été systématiquement plus élevées que celles mesurées après le blanchiment dans le lecteur. Cette différence est présentée sur un échantillon BDX 16500 sur la Figure VII-34f.



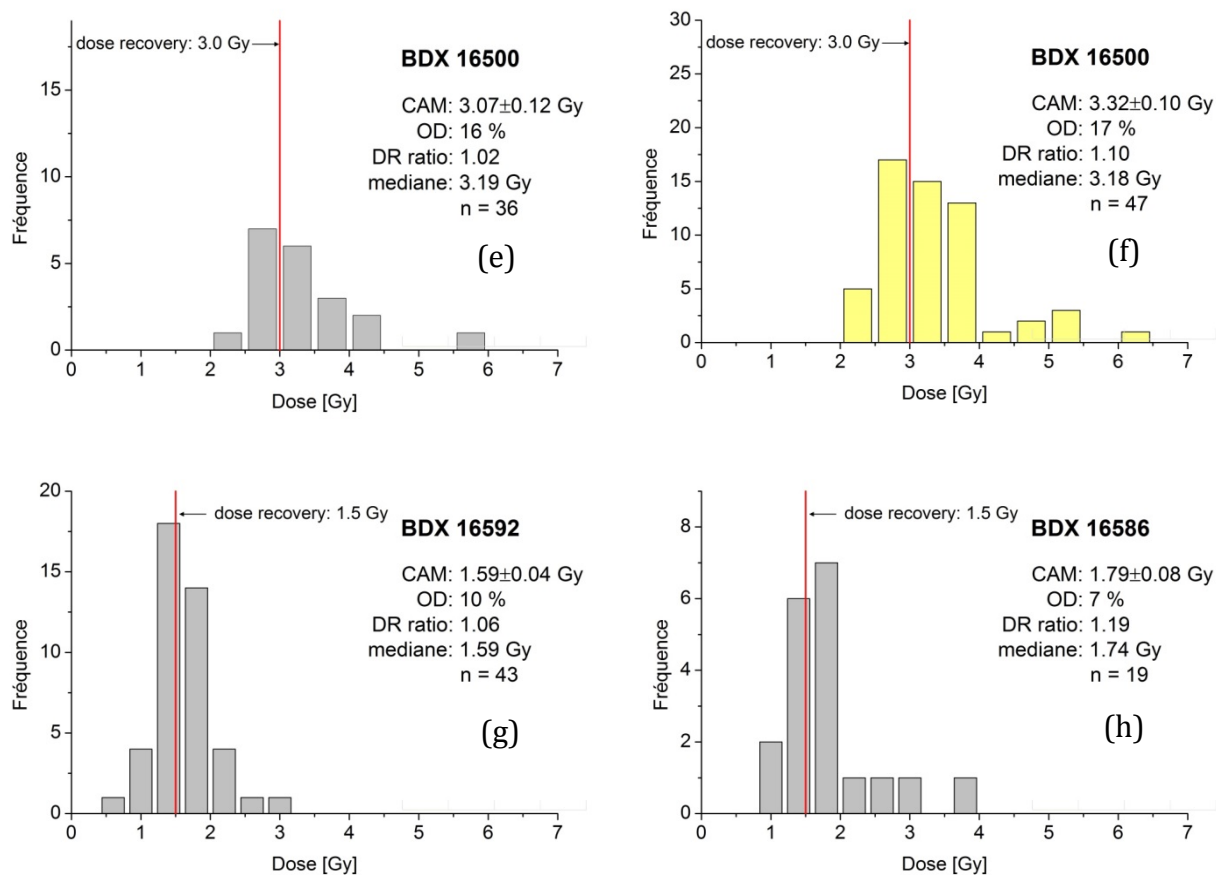


Figure VII-34 : Histogrammes des distributions de doses mesurées pour des grains individuels lors des tests de *recovery*. La dose recherchée (CAM) et l'*over-dispersion* (OD) pour le nombre de grains n sont calculées en utilisant le modèle d'âge central. DR ratio représente le rapport entre la dose calculée (CAM) et la dose *recovery*.

La différence entre le blanchiment au simulateur solaire et dans le lecteur de luminescence est la présence d'une composante ultra-violette dans le spectre de source du simulateur solaire. Choi (Choi, 2009) propose, que l'irradiation par la lumière contenant les longueurs d'onde de la région ultraviolette peut conduire à des changements de sensibilité du matériau. Ce changement de comportement n'est pas observé après le blanchiment par la lumière naturelle.

Néanmoins, les recherches qui étudient les différentes méthodes de blanchiment et leur effet sur la dose *recovery* sont peu nombreuses. Une étude plus poussée concernant les différentes méthodes de blanchiment serait très utile, surtout dans la mesure où les tests de *recovery* sont considérés comme l'outil principal pour déterminer les paramètres de mesure d'OSL. Vu les phénomènes observés, il est pertinent de se demander quelle est la fiabilité des tests de *recovery* et quelle importance devrait leur

VII. CHAPITRE - Basilique Saint Seurin, Bordeaux

être attribuée. Est-ce qu'il ne serait pas plus fiable d'effectuer des tests de plateau plutôt que des tests *recovery*.

Malheureusement, des tests de plateau classiques en multigrain ne sont pas praticables pour des échantillons mal blanchis, et dans la routine, il est difficile de les réaliser en monograin parce que l'analyse demanderait énormément de temps. La solution la plus adaptée et en même temps fiable pourrait donc être la mesure de la dose archéologique en monograin à deux températures différentes pour quelques échantillons choisis. C'est une solution tout à fait réalisable et qui n'incite pas de discussions concernant les phénomènes inconnus provoqués par le blanchiment artificiel. Toutefois, comme on le verra par la suite, des tests de *recovery* sont aussi utilisés pour évaluer la variabilité minimale attendue parmi les grains bien blanchis dans les modèles de calcul d'âge. Le besoin d'une meilleure compréhension des différences entre les diverses méthodes de blanchiment utilisées est donc indispensable.

Les paramètres de mesure choisis pour la détermination de la dose archéologique sont résumés dans le Tableau VII-3.

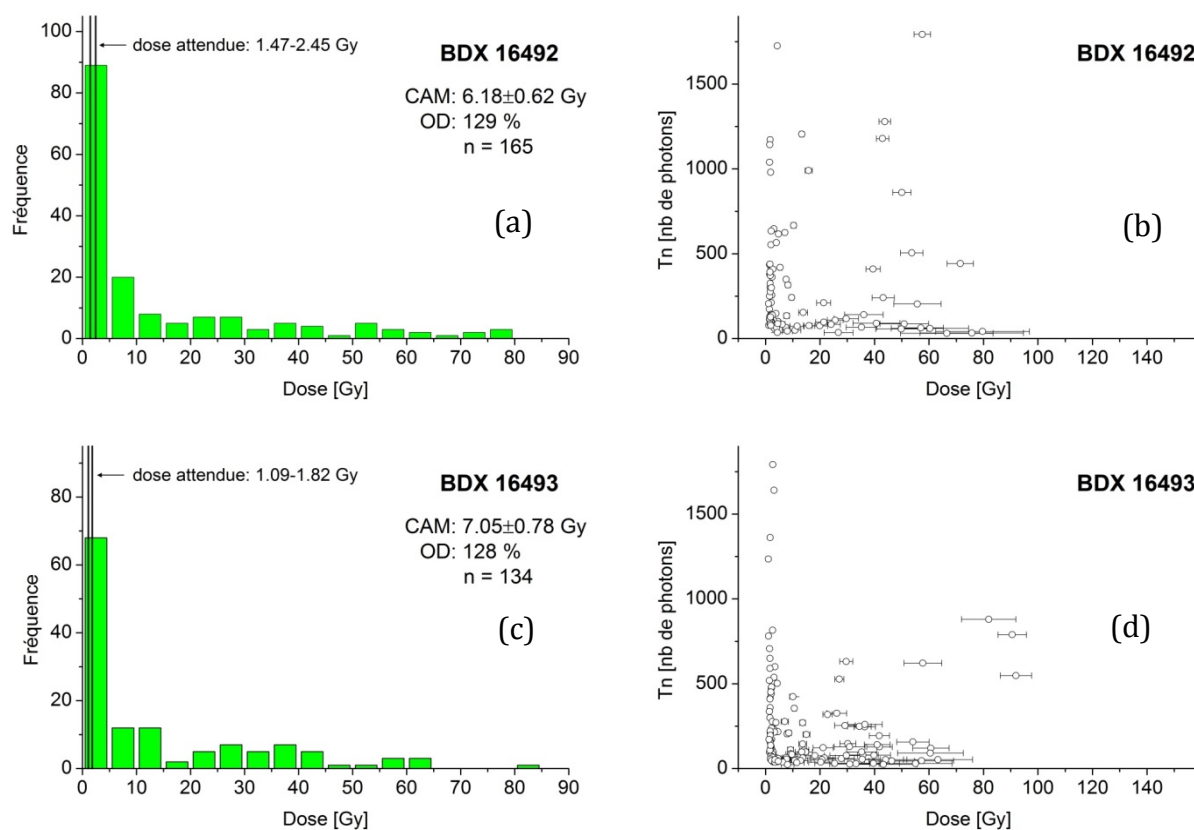
Nom	Préchauffe T1 [°C]	Préchauffe T2 [°C]	Dose test [Gy]	Doses de régénération [Gy]
BDX 16496 BDX 16498 BDX 16500	190	160	3	1.5; 3; 6; 12
BDX 16492 BDX 16493 BDX 16586 BDX 16587 BDX 16592 BDX 16593 BDX 16594	190	160	1.5	0.75; 1.5; 4.5; 10.4

Tableau VII-3 : Paramètres de mesure choisis pour la détermination de la dose archéologique.

VII.3.2. Détermination de la dose archéologique

Les histogrammes et les graphiques de T_n (*dose test* après le signal naturel) en fonction de la dose ci-dessous (Figure VII-35 - Figure VII-37) montrent l'ensemble des distributions des doses archéologiques individuelles pour tous les mortiers de Saint Seurin. Les distributions sont largement dispersées, ce qui est confirmé par des valeurs de *over-dispersion* supérieures à 100 %. Les mortiers ne sont donc pas très bien blanchis. Néanmoins, pour les mortiers de la crypte BDX 16492, BDX 16493 et BDX 16500 (Figure VII-35a, c et i) et aussi pour les mortiers de chevet (BDX 16592, BDX 16593, BDX 16594, Figure VII-36), on constate un maximum fort au début des distributions. Cela indique la présence de grains bien blanchis. Les distributions d'échantillons de chapelle ont le même caractère, mais un peu moins prononcé (Figure VII-37). Au contraire, les distributions de mortiers BDX 16496 et BDX 16498 sont très dispersées sans aucune tendance particulière visible (Figure VII-35e et g).

La forme des distributions et les valeurs de la dose archéologique obtenues en utilisant le modèle d'âge central (les valeurs CAM et OD dans les histogrammes) indiquent que le modèle n'est pas applicable aux échantillons présentés. Il faut donc exploiter des potentialités des modèles d'âge minimal.



VII. CHAPITRE - Basilique Saint Seurin, Bordeaux

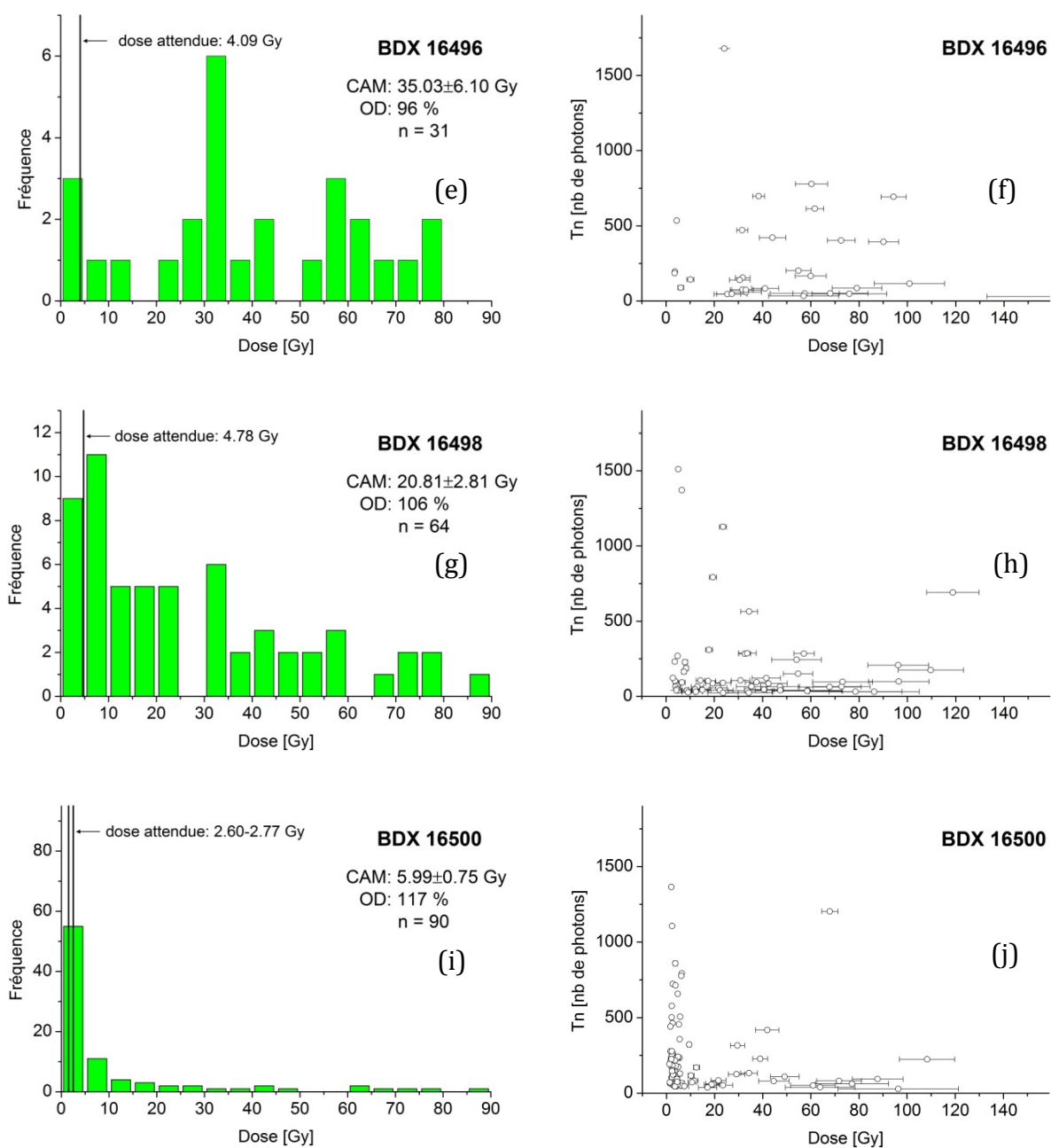


Figure VII-35 : Histogrammes des distributions des doses archéologiques individuelles (a, c, e, g, i) de mortiers de la crypte de Saint Seurin, accompagnés des graphiques de T_n (dose test après le signal naturel) en fonction de la dose (b, d, f, h, j). La dose archéologique moyenne (CAM) et l'over-dispersion (OD) pour le nombre de grains n sont calculées en utilisant le modèle d'âge central (CAM).

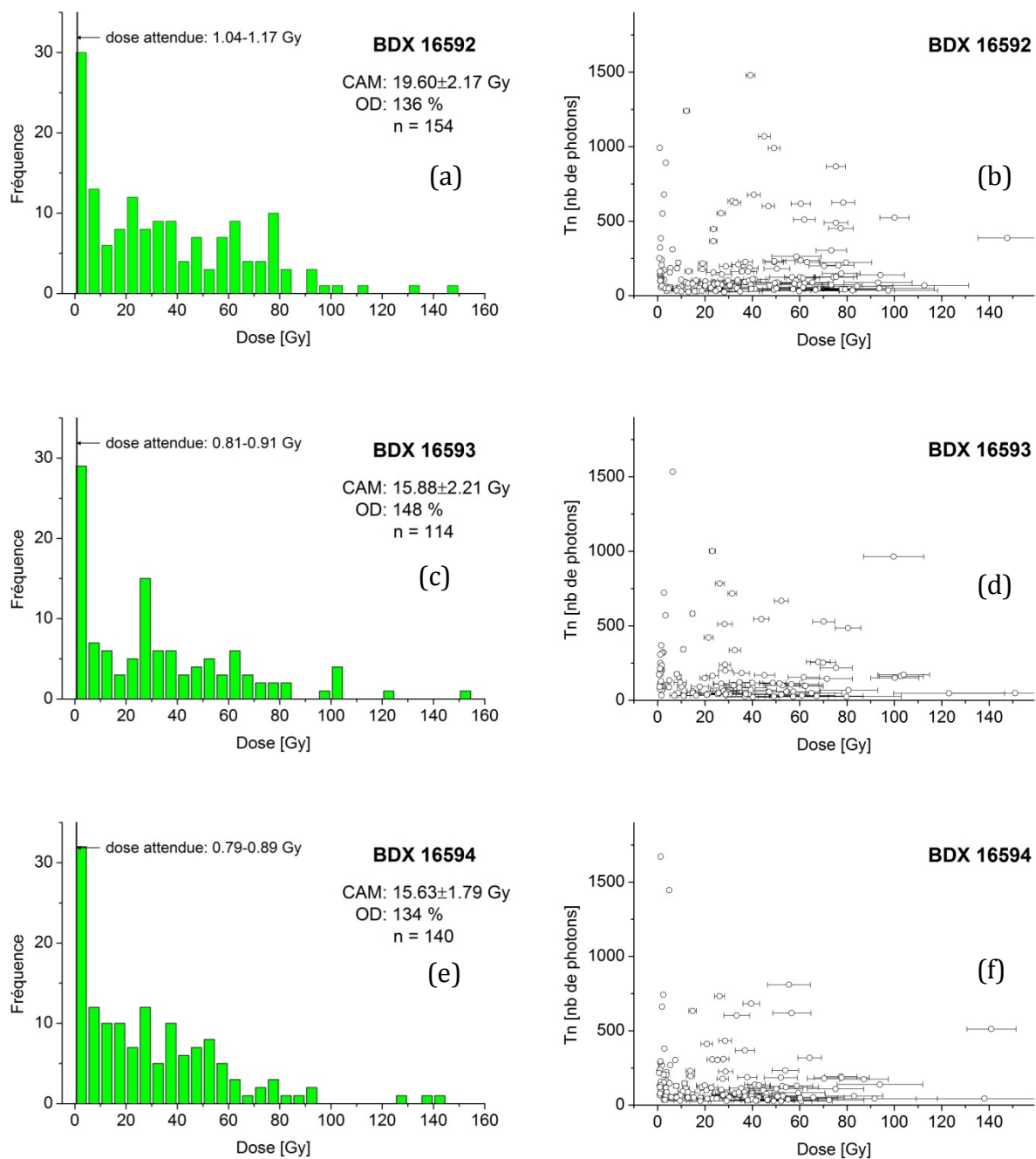


Figure VII-36 : Histogrammes des distributions des doses archéologiques individuelles (a, c, e) de mortiers du chevet de Saint Seurin, accompagnés des graphiques de T_n (*dose test* après le signal naturel) en fonction de la dose (b, d, f). La dose archéologique moyenne (CAM) et l'*over-dispersion* (OD) pour le nombre de grains n sont calculées en utilisant le modèle d'âge central (CAM).

VII. CHAPITRE - Basilique Saint Seurin, Bordeaux

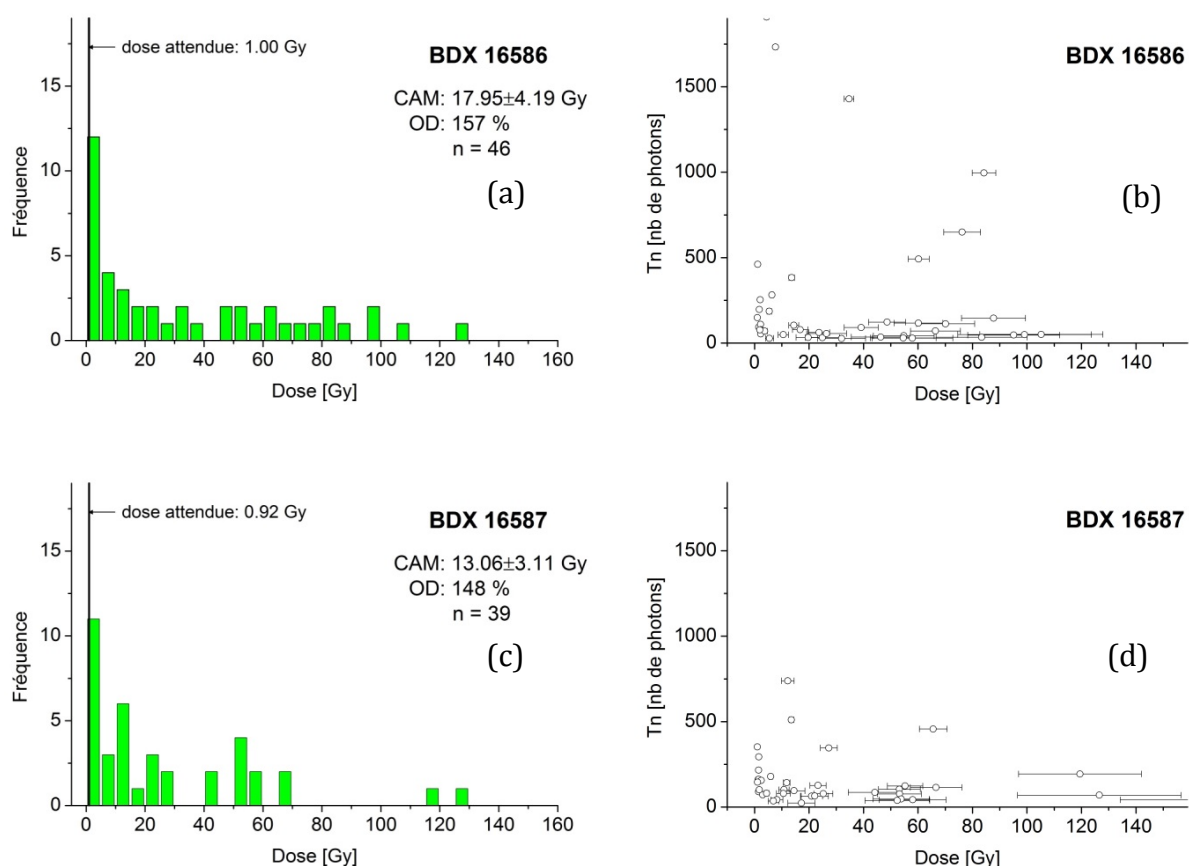
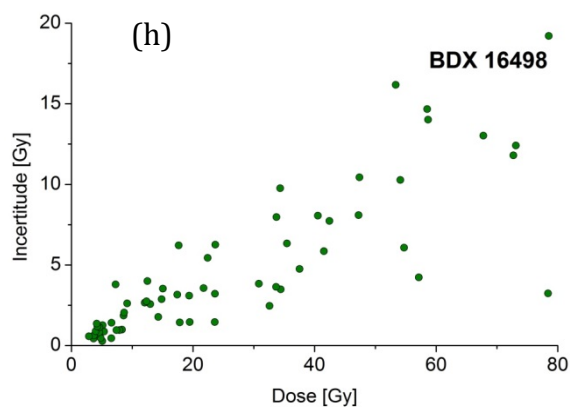
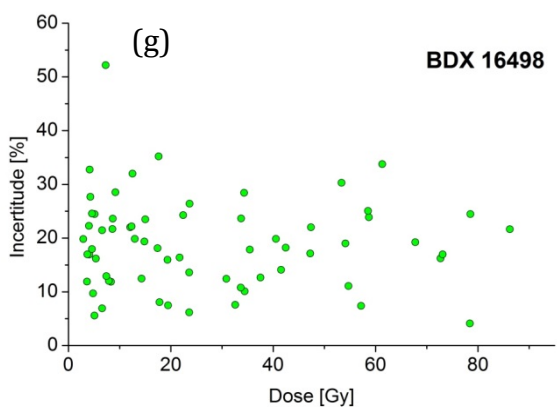
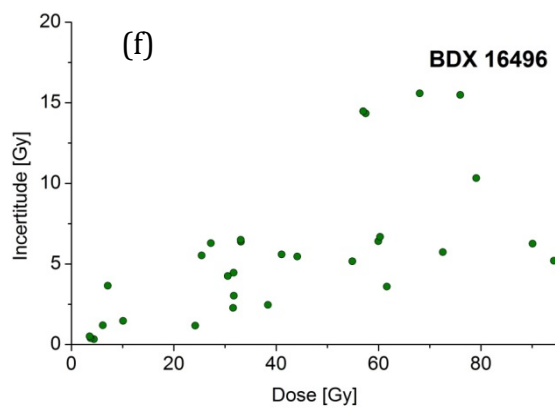
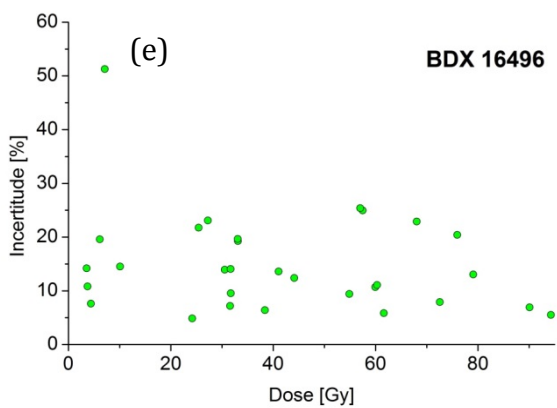
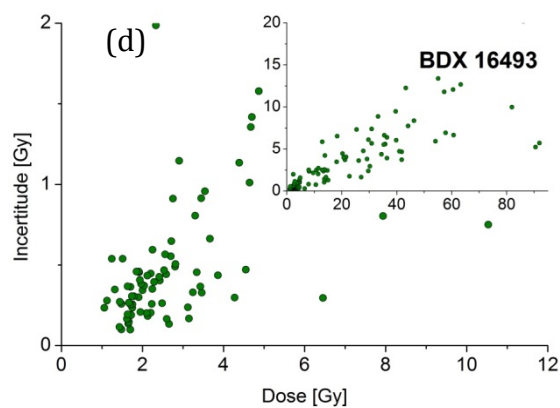
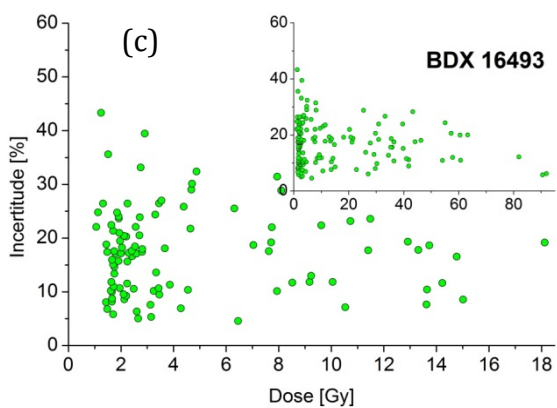
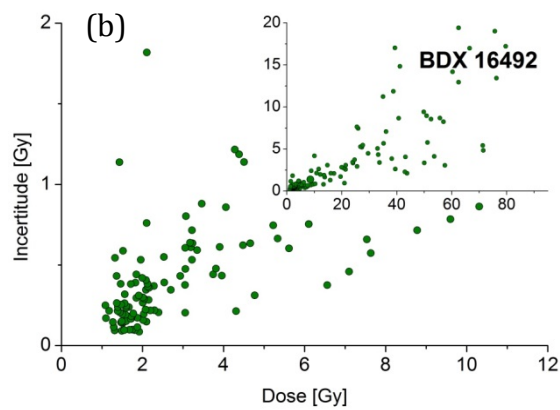
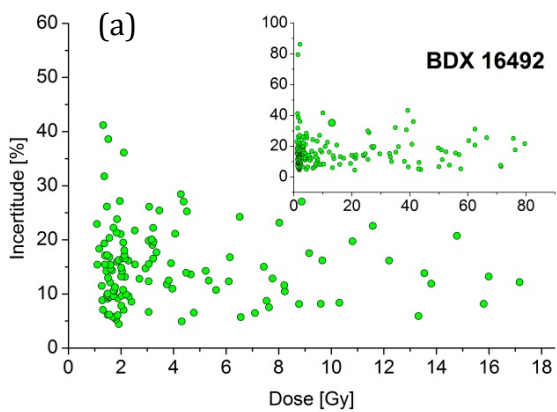


Figure VII-37 : Histogrammes des distributions des doses archéologiques individuelles (a, c) de mortiers de la chapelle de Saint Seurin, accompagnés des graphiques de T_n (*dose test* après le signal naturel) en fonction de la dose (b, d). La dose archéologique moyenne (CAM) et l'*over-dispersion* (OD) pour le nombre de grains n sont calculées en utilisant le modèle d'âge central (CAM).

On constate la croissance d'incertitudes absolues en fonction de la dose mesurée (Figure VII-38b, d, f, h, j, l et n). Aucune tendance particulière n'est observée dans la distribution des incertitudes relatives en fonction de la dose mesurée (Figure VII-38a, c, e, g, i, k et m). Cela est une condition préalable pour que le résultat d'un modèle d'âge minimal (MAM) puisse être considéré fiable. La majorité des grains est associée avec une incertitude entre 5 et 20 %. Le nombre de grains avec des incertitudes relatives au-delà de 30 % est faible.



VII. CHAPITRE - Basilique Saint Seurin, Bordeaux

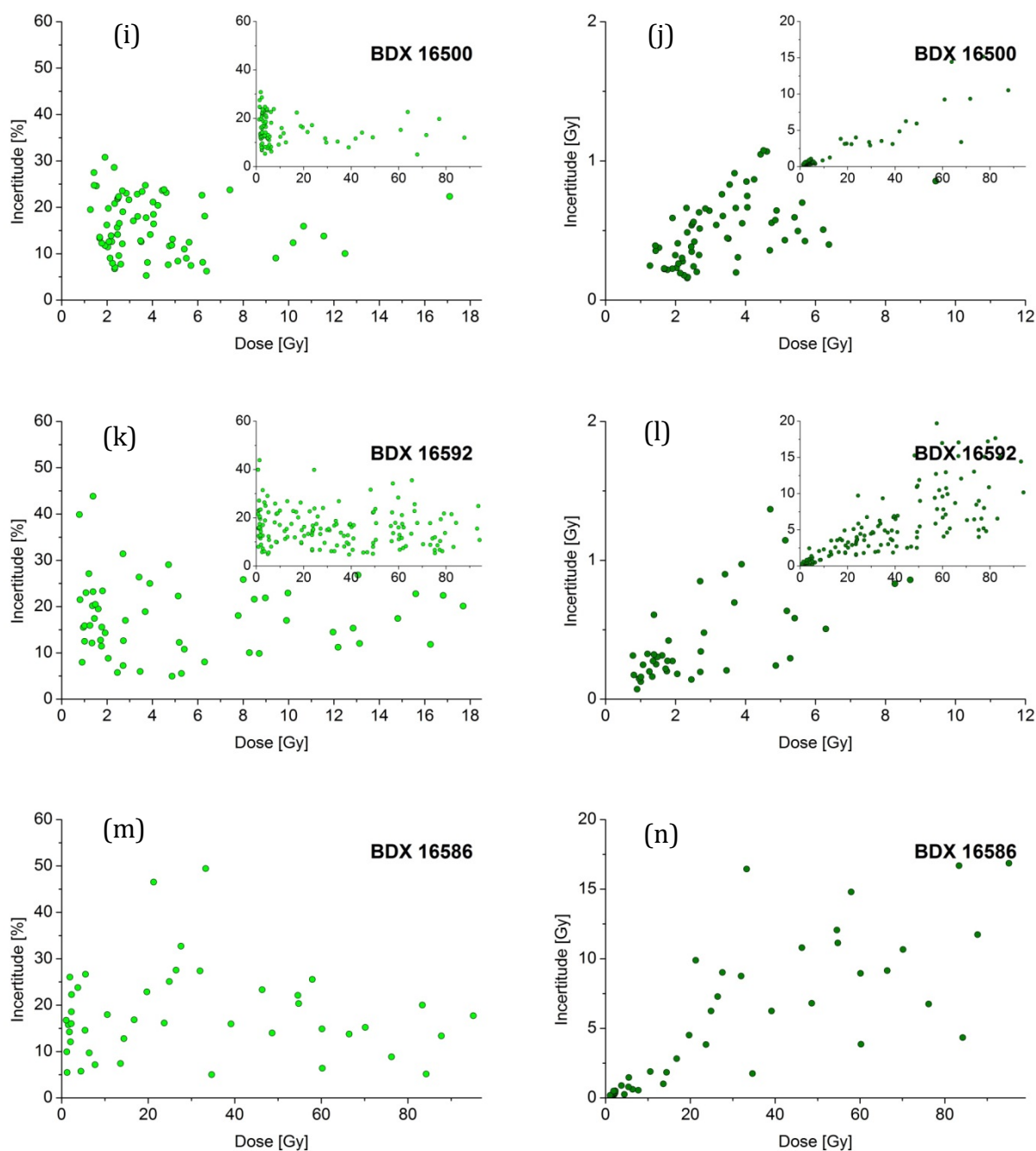


Figure VII-38 : Distribution des incertitudes absolues (b, d, f, h, j, l et n) et relatives (a, c, e, g, i, k et m) en fonction de la dose mesurée pour des grains individuelles des mortiers de Saint Seurin.

Pour déterminer la dose archéologique, 2000 à 4000 grains par échantillon ont été mesurés, dont 2.4 à 7 % donnent un signal. Pour une partie de grains, le signal naturel détecté n'a pas pu être associé à une dose archéologique. Dans le Tableau V-3, ces grains sont notés « grains luminescents sans dose déterminée ». L'impossibilité de déterminer la dose avait deux causes. Soit les grains donnaient le signal naturel mais aucun signal n'a été détecté après les doses de régénération, soit il s'agit des situations

où il manque le point d'intersection du signal naturel normalisé (L_n/T_n) avec la courbe de l'ajustement.

Aucun grain n'a fourni de signal inférieur à 3 écarts-types sur le bruit de fond. Afin d'évaluer l'influence de critères de sélection (voir sous-chapitre II.6.2) à la dose archéologique calculée, les modèles d'âge minimal IEU, MAM-3 et MAM-4 (voir sous-chapitre II.7.3 et II.7.4) ont été appliqués à ces trois séries de grains de l'échantillon BDX 16492 (Tableau VII-5, Figure VII-39 - Figure VII-41). On constate que l'utilisation de critères de sélection a une influence peu significative sur la valeur de la dose archéologique déterminée à partir de ces trois modèles d'âge testés. La dose archéologique pour l'ensemble d'échantillons est calculée pour les groupes de grains sélectionnées selon les critères a,b et c.

Nom	Grains mesurés		Grains luminescents sans dose déterminée		Grains luminescents avec une dose déterminée		Dose attendue [Gy]
	Nb	%	Nb	%	Nb	%	
CRYPTE - Basilique Saint-Seurin (Bordeaux, Aquitaine, France)							
BDX 16492	3800	100	48	1.3	227	6.0	1.26-1.94
BDX 16493	3800	100	51	1.3	182	4.8	1.09-1.82
BDX 16496	1995	100	43	2.2	56	2.8	4.09
BDX 16498	3800	100	44	1.2	98	2.6	4.78
BDX 16500	3800	100	22	0.6	95	2.5	2.60-2.77
CHEVET - Basilique Saint-Seurin (Bordeaux, Aquitaine, France)							
BDX 16592	3610	100	118	3.3	250	6.9	1.04-1.17
BDX 16593	3040	100	101	3.3	155	5.1	0.81-0.91
BDX 16594	3135	100	127	4.1	220	7.0	0.79-0.89
CHAPELLE NOTRE-DAME DE ROSE - Basilique Saint-Seurin (Bordeaux, Aquitaine, France)							
BDX 16586	2280	100	42	1.8	74	3.2	1.00
BDX 16587	3325	100	94	2.8	81	2.4	0.92

Tableau VII-4 : Récapitulatif des analyses des mortiers de Saint Seurin avec les nombres et les proportions de grains mesurés et de grains luminescents et avec les valeurs des doses archéologiques attendues.

L'ensemble des figures et des tableaux ci-dessous (Figure VII-42) résume des résultats de calcul de la dose archéologique en utilisant les modèles d'âge minimal IEU, MAM-3 et MAM-4 et en faisant varier la valeur de la variabilité attendue dans le groupe de grains bien blanchis σ_b par 5 % entre 0 et 50 % (0-0.50, d'après Medialdea *et al.*, 2014). La dose archéologique calculée selon le modèle choisi pour la valeur donnée de σ_b est notée « Min dose ». Le nombre de grains correspondant pris en compte pour le calcul de la dose archéologique est notée n . Dans les graphiques, la dose attendue est représenté par la ligne discontinue. Le point d'intersection de cette ligne avec les résultats du MAM et du critère d'IEU correspond donc, a priori, à une meilleure

VII. CHAPITRE - Basilique Saint Seurin, Bordeaux

estimation de la dose archéologique. Pour les mortiers dont la datation archéologique n'est pas précise (par exemple BDX 16492 et BDX 16493), l'intervalle attendu est délimité par deux lignes et les valeurs attendues de la dose archéologique se trouvent entre elles. Avant d'aborder la détermination de la dose archéologique la plus probable, nous allons discuter des tendances générales des valeurs obtenues en fonction des modèles utilisés et de la variabilité attendue dans le groupe de grains bien blanchis σ_b .

Nom	Nombre de grains retenus selon les différents critères de sélection (sous-chapitre II.6.2)		
	Sans sélection	Critères a,b,c	Critères a,b,c,d
BDX 16492	227	176	165
BDX 16493	182	145	134
BDX 16496	56	32	31
BDX 16498	98	71	64
BDX 16500	95	90	90
BDX 16592	250	164	154
BDX 16593	155	116	114
BDX 16594	220	152	140
BDX 16586	74	50	46
BDX 16587	81	49	39

Tableau VII-5 : Nombre de grains retenus selon les différents critères de sélection ou sans sélection.

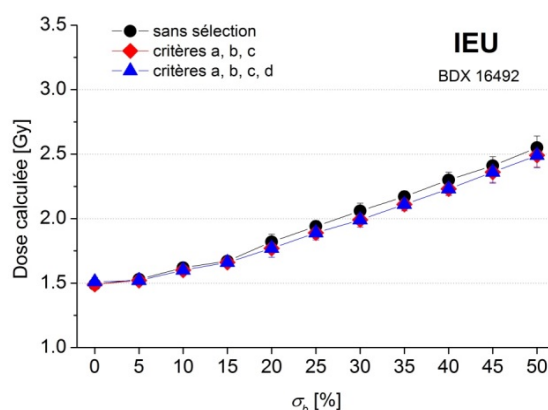


Figure VII-39 : Dose archéologique calculée en utilisant le critère d'IEU pour les différentes valeurs de σ_b et pour les différentes séries de grains.

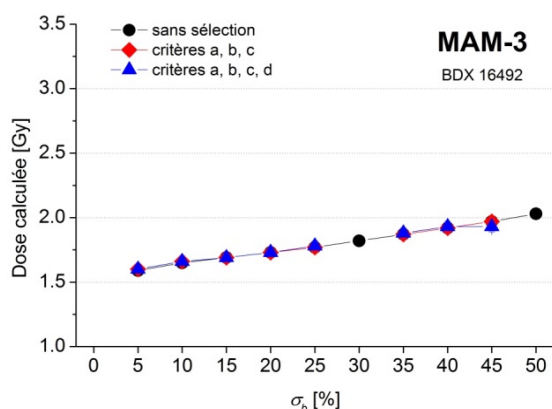


Figure VII-40 : Dose archéologique calculée en utilisant le MAM-3 pour les différentes valeurs de σ_b et pour les différentes séries de grains.

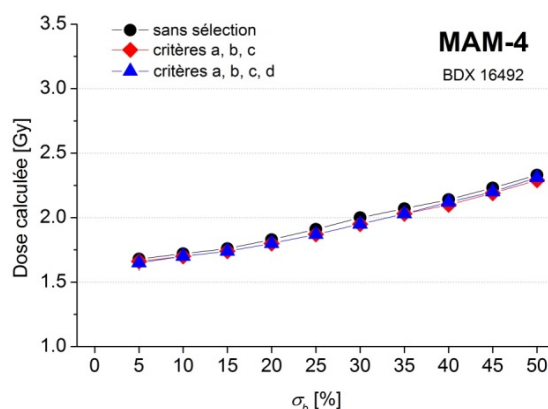


Figure VII-41 : Dose archéologique calculée en utilisant le MAM-4 pour les différentes valeurs de σ_b et pour les différentes séries de grains.

En ce qui concerne le critère d'IEU, pour les échantillons du chevet et de la chapelle, la différence maximale entre la dose archéologique calculée pour σ_b la plus basse ($\sigma_b = 0 \%$) et la plus élevée ($\sigma_b = 50 \%$) pour la même série de données est 1.1 Gy

(c'est-à-dire 100 % de la dose archéologique attendue). Pour les mortiers de la crypte, cette différence est égale à 1-1.7 Gy (c'est-à-dire entre 25 et 50 % de la dose archéologique attendue).

Les résultats du MAM-3 sont assez proches de ceux du critère d'IEU (sauf l'échantillon BDX 16500) pour σ_b entre 0 % et 20 % et révèlent des valeurs un peu moins élevées pour σ_b égale ou supérieure à 25 %. Le MAM-4 fournit les résultats les plus élevés de ces trois modèles testés pour σ_b entre 0 % et 20 % et révèlent des valeurs un peu moins élevées que le critère d'IEU pour σ_b égale ou supérieure à 30 %. Les résultats de MAM-4 sont environ de 0.2 Gy plus élevés que ceux du critère d'IEU pour les valeurs de σ_b les plus basses ($\sigma_b = 0$ %) et 0.2 Gy moins élevées pour σ_b égale à 50 %. Pour le MAM-3 et le MAM-4, la différence entre la dose archéologique calculée pour σ_b la plus basse ($\sigma_b = 0$ %) et la plus élevée ($\sigma_b = 50$ %) se trouve entre 0.4 et 1 Gy (c'est-à-dire entre 25 et 50 % de la dose archéologique attendue). La différence entre la dose archéologique pour σ_b égale à 0 % et σ_b égale 50 est donc la plus significative en utilisant le critère d'IEU.

Le nombre de grains inclus dans le calcul de la dose archéologique est plus bas pour le critère d'IEU que pour le MAM-3 et le MAM-4 quand σ_b est de 5 % et plus élevé quand σ_b est de 50 %. Le nombre de grains pris en compte varie donc plus dans le critère IEU que dans le MAM-3 et le MAM-4 et il est plus important pour le MAM-4 que pour le MAM-3.

Essayons maintenant d'estimer la valeur de la dose archéologique la plus correcte pour la détermination de l'âge de mortiers étudiés. Tout d'abord, pour caractériser la dispersion parmi les doses archéologiques individuelles mesurées, on essaiera de se baser sur les tests de *recovery*. La variabilité attendue parmi les grains bien blanchis σ_b ajoutée sera donc égale à la valeur de l'*over-dispersion* des tests de *recovery* pour un échantillon donné. Cette approche sera appliquée aux échantillons qui ne semblent pas très hétérogènes selon l'imagerie beta (sous-chapitre VII.2.3) et pour lesquels la variabilité microdosimétrique est donc considérée relativement négligeable. Dans ce cas-là, la variabilité additionnelle σ_a déterminée par des *tests recovery* peut, en théorie, décrire assez bien la vraie variabilité parmi les doses archéologiques individuelles des grains bien blanchis dans les échantillons naturels. Cela est le cas pour les échantillons de la crypte BDX 16492 et BDX 16493 et pour les échantillons du chevet et de la chapelle.

VII. CHAPITRE - Basilique Saint Seurin, Bordeaux

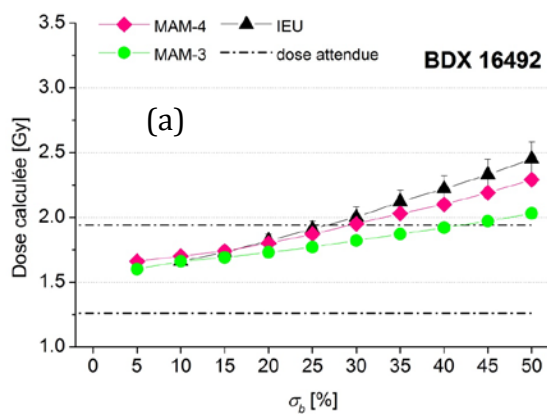
Pour les échantillons de la crypte BDX 16492 et BDX 16493, en prenant en compte 71 et 50 grains et la valeur de σ_a 14 et 12, respectivement, les doses archéologiques obtenues sont cohérentes avec les valeurs attendues. On observe que les résultats des trois modèles testés sont très proches. Pour les mortiers du chevet (BDX 16592, BDX 16593 et BDX 16594), si on utilise la valeur de σ_a 10 dans le critère d'IEU, on obtient des doses archéologiques cohérentes avec des valeurs attendues ou très légèrement surestimés. En appliquant le critère d'IEU aux mortiers de la chapelle, seulement 4-5 grains sont pris en compte et les doses archéologiques sont surestimées de 0.25 à 0.26 Gy (c'est-à-dire de 25 %).

Les trois mortiers restant BDX 16496, BDX 16498 et BDX 16500 sont visiblement hétérogènes du point de vue de la microdosimétrie et on peut donc supposer que la valeur de l'*over-dispersion* des tests de *recovery* ne décrit pas bien la variabilité attendue parmi les grains bien blanchis σ_b . Probablement, cette variabilité sera nettement plus élevée que celle obtenue à partir des tests de *recovery*, comme on l'a constaté pour les échantillons d'Antibes et de Chassenon (chapitres III et IV). Étant donné que la variabilité microdosimétrique ne peut pas être quantifiée par des méthodes existantes à ce jour, la valeur de la variabilité attendue parmi les grains bien blanchis pour les mortiers BDX 16496, BDX 16498 et BDX 16500 sera estimée en prenant en compte les résultats de la caractérisation et les observations constatées pour les tests de *recovery*.

La forme de la distribution des doses archéologiques individuelles de l'échantillon BDX 16500 indique la proportion importante de grains bien blanchis (Figure VII-37i). Cet échantillon semble relativement homogène selon la cartographie EDX-MEB sans contenir des minéraux potassiques de grand diamètre. Néanmoins, il s'agit de mortier plus grossier que ceux discutés précédemment et montre l'hétérogénéité des irradiations beta selon les résultats de l'autoradiographie beta. En appliquant le critère d'IEU et la valeur de σ_b égale à 30 % (c'est-à-dire deux fois plus élevée que la variabilité additionnelle déterminée à partir des tests de *recovery*), la dose archéologique est en accord avec la valeur attendue. Dans le même cas, aussi le MAM-3 donne la dose archéologique cohérente avec la valeur attendue. Pour l'échantillon de Chassenon qui a été considéré bien blanchi et pour lequel la dose archéologique calculée selon le modèle d'âge central a été en accord avec la dose archéologique attendue, l'*over-dispersion* a été égale à 50 %. On peut donc conclure que la valeur de 30 % utilisé pour

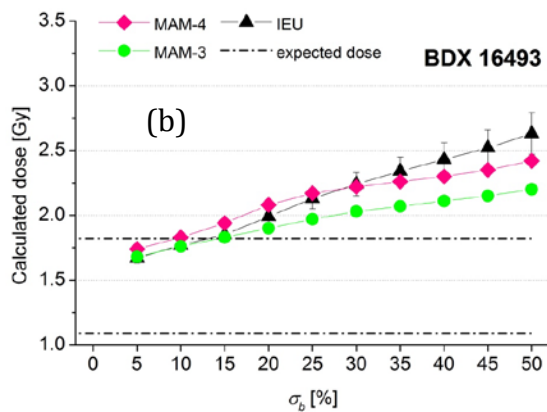
l'échantillon BDX 16500 représente la variabilité qui peut caractériser le mortier bien blanchi.

Si on applique la même approche aux mortiers BDX 16496 et BDX 16498, les mortiers grossiers et hétérogènes selon l'imagerie beta qui sont censés d'être contemporaines à BDX 16500, on obtient pour les mêmes valeurs de σ_b des doses archéologiques surestimées par rapport à celles attendues. Cela n'est pas le résultat surprenant regardant la forme des distributions des doses archéologiques individuelles correspondant aux ces mortiers, visiblement très mal blanchis.



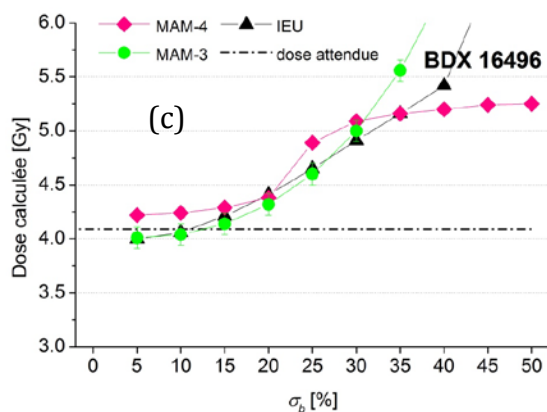
Dose attendue : 1.26-1.94 Gy

σ_b	IEU		MAM-3		MAM-4	
	Min dose [Gy]	N	Min dose [Gy]	n	Min dose [Gy]	N
0.05	1.54±0.03	43	1.60±0.03	41	1.66±0.02	53
0.10	1.66±0.03	64	1.66±0.04	48	1.70±0.02	60
0.15	1.73±0.04	72	1.69±0.04	51	1.74±0.02	65
0.20	1.82±0.05	78	1.73±0.04	54	1.80±0.02	70
0.25	1.91±0.06	85	1.77±0.04	56	1.87±0.02	76
0.30	2.00±0.08	90	-	0	1.95±0.02	82
0.35	2.12±0.09	95	1.87±0.04	59	2.03±0.02	87
0.40	2.22±0.10	98	1.92±0.04	60	2.10±0.02	92
0.45	2.33±0.12	102	1.97±0.04	61	2.19±0.02	96
0.50	2.45±0.13	104	-	0	2.29±0.02	100



Dose attendue : 1.09-1.82 Gy

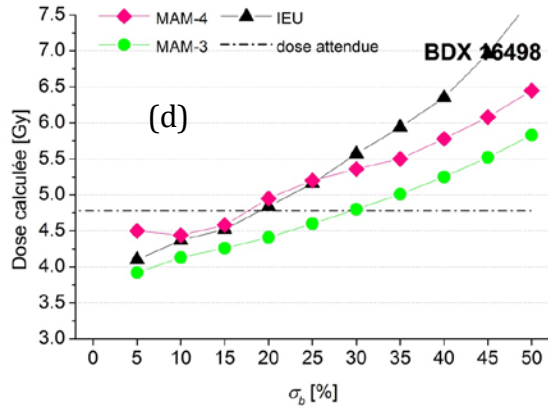
σ_b	IEU		MAM-3		MAM-4	
	Min dose [Gy]	n	Min dose [Gy]	n	Min dose [Gy]	N
0.05	1.67±0.04	43	1.68±0.03	27	1.74±0.02	37
0.10	1.77±0.05	64	1.76±0.03	33	1.83±0.02	45
0.15	1.85±0.06	72	1.83±0.03	37	1.94±0.02	53
0.20	1.99±0.07	78	1.90±0.04	41	2.08±0.02	62
0.25	2.13±0.08	85	1.97±0.04	44	2.17±0.02	67
0.30	2.24±0.09	90	2.03±0.04	45	2.22±0.01	70
0.35	2.34±0.11	95	2.07±0.04	46	2.26±0.01	72
0.40	2.43±0.13	98	2.11±0.04	46	2.30±0.01	73
0.45	2.52±0.14	102	2.15±0.04	46	2.35±0.01	75
0.50	2.63±0.16	104	2.20±0.04	45	2.42±0.01	78



Dose attendue : 4.09 Gy

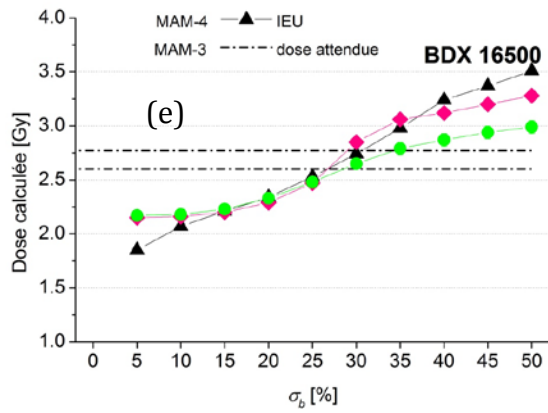
σ_b	IEU		MAM-3		MAM-4	
	Min dose [Gy]	n	Min dose [Gy]	n	Min dose [Gy]	N
0.05	4.00±0.26	3	4.01±0.01	1	4.22±0.02	4
0.10	4.06±0.37	4	4.04±0.01	1	4.24±0.02	4
0.15	4.21±0.73	6	4.14±0.01	1	4.29±0.02	4
0.20	4.41±0.82	6	4.32±0.01	1	4.38±0.02	4
0.25	4.65±0.89	6	4.60±0.01	1	4.89±0.01	5
0.30	4.91±0.95	6	5.00±0.01	<1	5.09±0.01	5
0.35	5.16±0.98	6	5.56±0.01	<1	5.16±0.01	5
0.40	5.42±2.83	7	6.32±0.01	<1	5.20±0.01	5
0.45	6.37±2.84	7	7.41±0.01	<1	5.24±0.01	5
0.50	6.96±2.83	7	8.9±0.01	<1	5.25±0.01	5

VII. CHAPITRE - Basilique Saint Seurin, Bordeaux



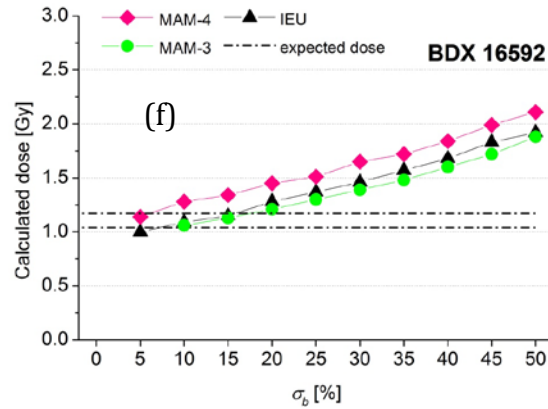
Dose attendue : 4.78 Gy

σ_b	IEU		MAM-3		MAM-4	
	Min dose [Gy]	n	Min dose [Gy]	n	Min dose [Gy]	n
0.05	4.10±0.23	11	3.92±0.08	3	4.50±0.04	12
0.10	4.37±0.28	14	4.13±0.08	4	4.44±0.04	12
0.15	4.52±0.27	14	4.26±0.08	5	4.58±0.04	13
0.20	4.84±0.33	18	4.41±0.08	5	4.95±0.04	16
0.25	5.16±0.36	20	4.60±0.08	5	5.20±0.04	18
0.30	5.57±0.44	24	4.80±0.09	5	5.36±0.04	19
0.35	5.94±0.50	26	5.01±0.09	5	5.54±0.04	19
0.40	6.35±0.58	27	5.25±0.09	5	5.78±0.04	22
0.45	6.96±0.69	30	5.52±0.09	5	6.08±0.04	23
0.50	7.72±0.77	32	5.83±0.09	5	6.45±0.04	25



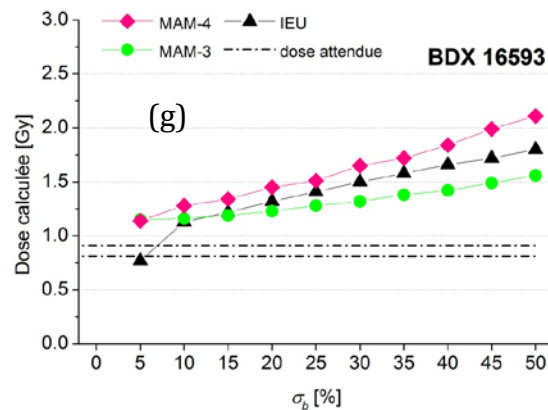
Dose attendue : 2.60-2.77 Gy

σ_b	IEU		MAM-3		MAM-4	
	Min dose [Gy]	n	Min dose [Gy]	N	Min dose [Gy]	n
0.05	1.85±0.07	16	2.17±0.04	27	2.15±0.04	24
0.10	2.07±0.07	29	2.18±0.04	28	2.16±0.04	25
0.15	2.21±0.08	38	2.23±0.04	29	2.20±0.04	26
0.20	2.34±0.10	43	2.33±0.05	34	2.29±0.04	30
0.25	2.53±0.11	50	2.48±0.05	39	2.47±0.04	38
0.30	2.74±0.13	56	2.65±0.05	45	2.85±0.03	55
0.35	2.98±0.15	61	2.79±0.06	50	3.06±0.03	63
0.40	3.24±0.19	67	2.87±0.06	52	3.12±0.03	65
0.45	3.37±0.21	68	2.94±0.06	54	3.20±0.03	67
0.50	3.51±0.24	70	2.99±0.06	55	3.28±0.03	68



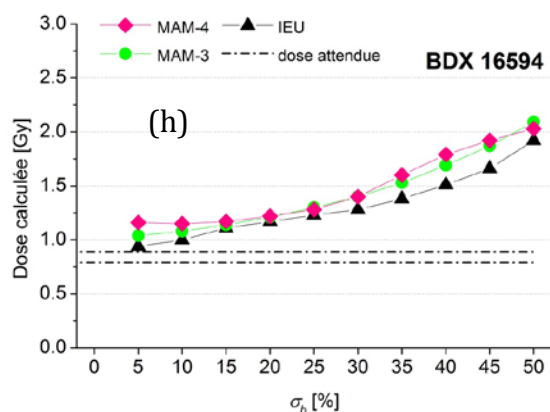
Dose attendue : 1.04-1.17 Gy

σ_b	IEU		MAM-3		MAM-4	
	Min dose [Gy]	N	Min dose [Gy]	N	Min dose [Gy]	n
0.05	1.00±0.05	10	-	0	1.14±0.01	16
0.10	1.09±0.06	16	1.06±0.03	2	1.28±0.01	20
0.15	1.15±0.07	18	1.13±0.03	3	1.34±0.01	22
0.20	1.28±0.08	21	1.21±0.04	4	1.45±0.01	24
0.25	1.37±0.09	23	1.30±0.04	5	1.51±0.01	28
0.30	1.46±0.11	25	1.39±0.04	5	1.65±0.01	30
0.35	1.57±0.12	28	1.48±0.04	5	1.72±0.01	31
0.40	1.68±0.14	30	1.60±0.05	5	1.84±0.01	33
0.45	1.83±0.18	34	1.72±0.05	5	1.99±0.01	36
0.50	1.92±0.19	35	1.88±0.05	6	2.11±0.01	38



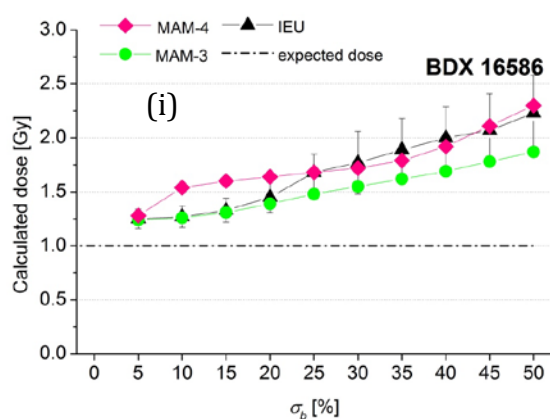
Dose attendue : 0.81-0.91 Gy

σ_b	IEU		MAM-3		MAM-4	
	Min dose [Gy]	N	Min dose [Gy]	N	Min dose [Gy]	n
0.05	0.77±0.11	4	1.15±0.03	7	1.43±0.01	22
0.10	1.13±0.06	16	1.16±0.03	7	1.43±0.01	23
0.15	1.22±0.07	19	1.19±0.03	7	1.45±0.01	23
0.20	1.32±0.08	21	1.23±0.03	8	1.51±0.01	25
0.25	1.41±0.10	25	1.28±0.03	8	1.55±0.01	26
0.30	1.50±0.10	26	1.32±0.04	9	1.59±0.01	27
0.35	1.58±0.12	27	1.38±0.04	9	1.62±0.01	27
0.40	1.66±0.15	29	1.42±0.04	9	1.65±0.01	28
0.45	1.72±0.16	29	1.49±0.04	9	1.69±0.01	29
0.50	1.80±0.18	30	1.56±0.04	9	1.74±0.01	29



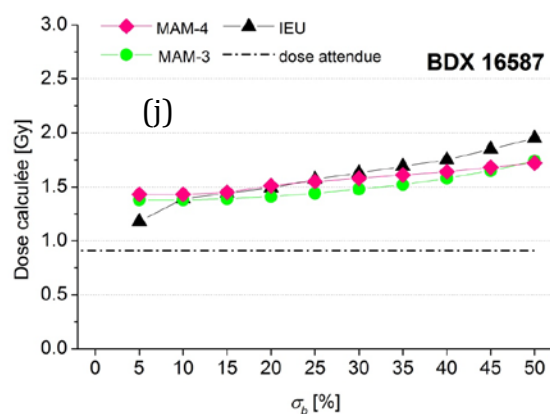
Dose attendue : 0.79-0.89 Gy

σ_b	IEU		MAM-3		MAM-4	
	Min dose [Gy]	N	Min dose [Gy]	n	Min dose [Gy]	n
0.05	0.94±0.05	13	1.04±0.03	2	1.16±0.01	18
0.10	1.00±0.06	15	1.08±0.03	2	1.15±0.01	24
0.15	1.11±0.07	21	1.14±0.03	4	1.17±0.01	19
0.20	1.17±0.08	22	1.21±0.03	4	1.22±0.01	21
0.25	1.23±0.09	23	1.30±0.04	4	1.28±0.01	22
0.30	1.28±0.10	24	1.40±0.04	4	1.40±0.01	26
0.35	1.38±0.12	27	1.53±0.04	4	1.60±0.01	31
0.40	1.51±0.13	31	1.69±0.04	5	1.79±0.01	36
0.45	1.66±0.15	34	1.87±0.04	5	1.92±0.01	39
0.50	1.92±0.18	38	2.09±0.04	5	2.03±0.01	41



Dose attendue : 1.00 Gy

σ_b	IEU		MAM-3		MAM-4	
	Min dose [Gy]	N	Min dose [Gy]	n	Min dose [Gy]	n
0.05	1.25±0.09	5	1.24±0.04	2	1.28±0.02	4
0.10	1.27±0.10	5	1.26±0.04	2	1.54±0.02	9
0.15	1.33±0.11	6	1.31±0.04	2	1.60±0.02	9
0.20	1.45±0.14	7	1.39±0.04	2	1.64±0.02	9
0.25	1.68±0.17	11	1.48±0.04	2	1.68±0.02	10
0.30	1.77±0.29	12	1.55±0.04	3	1.72±0.02	10
0.35	1.89±0.29	12	1.62±0.05	3	1.79±0.02	10
0.40	2.00±0.29	13	1.69±0.05	3	1.92±0.02	11
0.45	2.07±0.34	13	1.78±0.05	3	2.11±0.02	12
0.50	2.23±0.35	13	1.87±0.05	3	2.30±0.02	14



Dose attendue : 0.92 Gy

σ_b	IEU		MAM-3		MAM-4	
	Min dose [Gy]	N	Min dose [Gy]	n	Min dose [Gy]	n
0.05	1.18±0.10	4	1.38±0.04	5	1.43±0.01	8
0.10	1.39±0.11	10	1.38±0.04	5	1.43±0.01	8
0.15	1.44±0.11	10	1.39±0.04	5	1.45±0.01	8
0.20	1.49±0.14	11	1.41±0.04	5	1.51±0.01	8
0.25	1.57±0.15	11	1.44±0.04	5	1.55±0.01	10
0.30	1.63±0.20	12	1.48±0.04	4	1.58±0.01	10
0.35	1.69±0.22	12	1.52±0.04	3	1.61±0.01	10
0.40	1.75±0.23	12	1.58±0.04	3	1.64±0.01	10
0.45	1.85±0.36	13	1.65±0.04	3	1.68±0.01	10
0.50	1.95±0.37	13	1.74±0.04	2	1.72±0.01	10

Figure VII-42 : Résultats du calcul de la dose archéologique (Min dose) en utilisant les modèles d'âge minimal IEU, MAM-3 et MAM-4 et en faisant varier la valeur de la variabilité attendue parmi les grains bien blanchis σ_b par 5 % entre 0 et 50 % (0-0.50). n est nombre de grains pris en compte.

VII.3.3. Détermination de la dose annuelle

Les concentrations en radioéléments pour tous les échantillons sont présentées dans le Tableau VII-6 et dans la Figure VII-43. Les résultats de la radiochimie des mortiers BDX 16496, BDX 16498 et BDX 16500 sont différents en comparaison avec le reste des échantillons. La plus forte radioactivité de ces mortiers est expliquée par la présence de fragments de terres cuites dans ces échantillons. Pour les échantillons BDX 16496 et BDX 16498, le ^{210}Pb et le ^{226}Ra sont en déséquilibre à l'avantage de ^{226}Ra , ce qui est lié probablement à une perte de radon au cours de la dernière trentaine d'années (Figure VII-43b). Pour l'échantillon BDX 16498, on observe aussi un léger déséquilibre entre ^{238}U et ^{226}Ra à l'avantage de ^{226}Ra (Figure VII-43c).

Pour les échantillons de la chapelle et aussi légèrement pour les mortiers du chevet, il s'agit d'une situation inversée; on constate la variabilité de la teneur en uranium. Etant donné qu'il s'agit des murs en élévation, ce déséquilibre peut être le résultat d'une altération héritée de la matière première plutôt que d'une altération du matériau survenue au cours de l'enfouissement. Il s'agit d'une altération assez récente. Les résultats indiquent que la source sédimentaire utilisée pour la préparation de ces mortiers est la même.

Les teneurs en radioéléments de grains de quartz sont relativement faibles et n'affectent que minoritairement la valeur calculée de la dose annuelle totale (Tableau VII-7). Les mesures de la dosimétrie fournissent des résultats très cohérents. Les contributions de rayonnement gamma et cosmique sont assez basses (Tableau VII-8). La valeur de la dose annuelle totale se trouve entre 1 et 2 mGy/année avec des doses les plus faibles pour les mortiers du chevet. Les mortiers de la crypte contenant les fragments de terre cuite révèlent les doses annuelles totales 1.5 fois peu plus élevées.

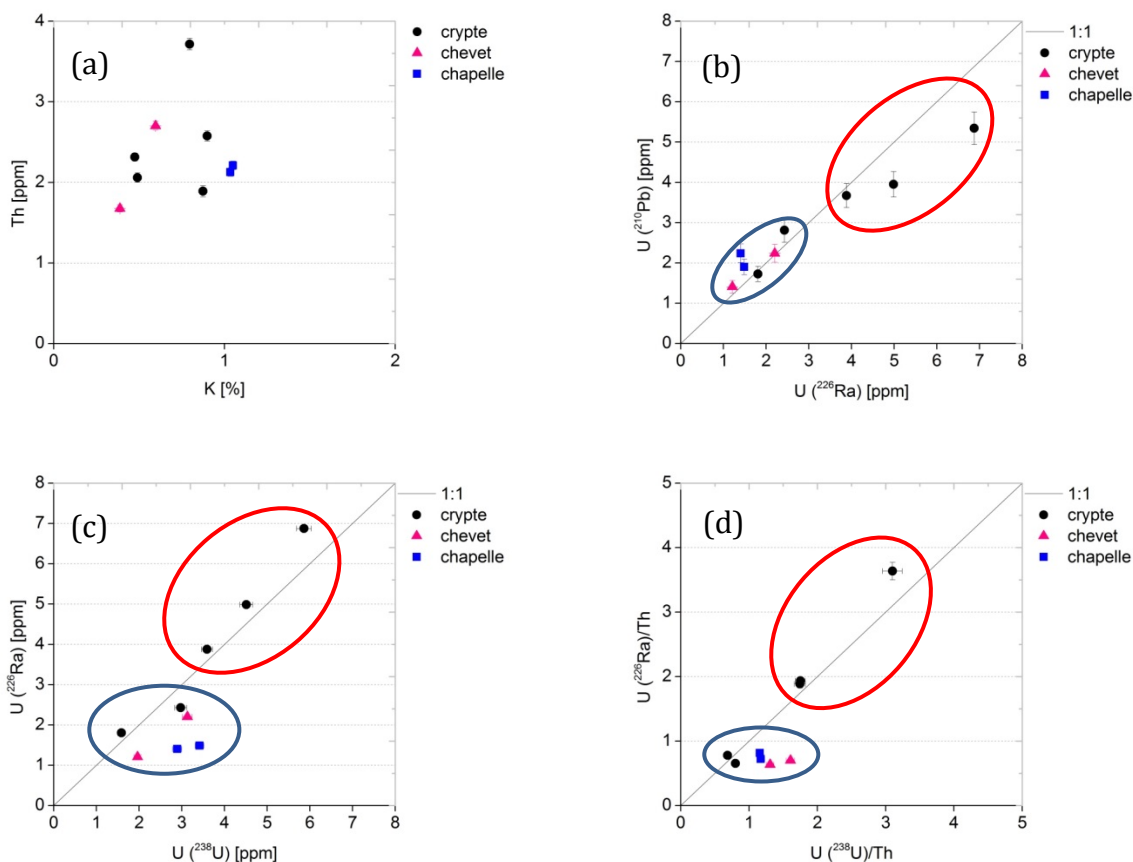


Figure VII-43 : Représentation graphique des teneurs en radioéléments et des états d'équilibre de l'uranium.

Nom	Saturation en eau [%]	K [%]	U(²³⁸ U) [ppm]	U(²²⁶ Ra) [ppm]	U(²¹⁰ Pb) [ppm]	Th [ppm]
CRYPTE - Basilique Saint-Seurin (Bordeaux, Aquitaine, France)						
BDX 16492	15	0.43±0.01	1.72±0.09	1.29±0.02	1.63±0.20	2.08±0.05
BDX 16493	14	0.47±0.01	1.58±0.09	1.81±0.02	1.73±0.19	2.31±0.05
BDX 16496	6	0.90±0.02	4.51±0.15	4.98±0.05	3.95±0.32	2.58±0.06
BDX 16498	7	0.87±0.02	5.86±0.17	6.87±0.07	5.34±0.41	1.89±0.07
BDX 16500	17	0.49±0.01	3.59±0.13	3.88±0.05	3.67±0.30	2.06±0.06
CHEVET - Basilique Saint-Seurin (Bordeaux, Aquitaine, France)						
BDX 16592	-	0.60±0.01	3.13±0.11	2.20±0.03	2.24±0.22	2.70±0.05
BDX 16593	18	0.30±0.01	1.94±0.10	1.86±0.03	1.78±0.22	1.78±0.06
BDX 16594	-	0.30±0.01	1.96±0.08	1.21±0.02	1.41±0.16	1.67±0.04
CHAPELLE NOTRE-DAME DE ROSE - Basilique Saint-Seurin (Bordeaux, Aquitaine, France)						
BDX 16586	22	1.05±0.02	2.89±0.11	1.40±0.02	2.24±0.23	2.21±0.05
BDX 16587	-	1.03±0.02	3.42±0.10	1.49±0.02	1.90±0.19	2.13±0.05

Tableau VII-6 : Teneurs en radioéléments déterminées par spectrométrie gamma à bas de bruit de fond

VII. CHAPITRE - Basilique Saint Seurin, Bordeaux

Nom	K [%]	U [ppm]	Th [ppm]
BDX 16492	0.06±0.01	0.19±0.01	0.65±0.04
BDX 16493	0.46±0.02	0.22±0.01	0.57±0.03
BDX 16496	0.27±0.01	0.13±0.01	0.37±0.02
BDX 16498	0.20±0.01	0.13±0.01	0.42±0.02
BDX 16500	0.11±0.01	0.13±0.01	0.34±0.02
BDX 16592	0.02±0.00	0.13±0.01	0.58±0.03
BDX 16593	0.05±0.00	0.17±0.01	0.51±0.03
BDX 16584	0.03±0.00	0.15±0.01	0.35±0.02
BDX 16586	0.03±0.00	0.13±0.01	0.44±0.02
BDX 16587*	-	-	-

* Echantillon BDX 16587 n'a pas été analysé

Tableau VII-7 : Teneurs en radioéléments des inclusions de quartz mesurées par ICP-MS

Nom	Dose annuelle alpha			Dose annuelle beta			I _{env} ^c	I _{total}
	Inclusions ^a	Matrice ^b	Total	Inclusions ^a	Matrice ^b	Total		
BDX 16492	0.03	0.03	0.06±0.02	0.01	0.53	0.54±0.02	0.64±0.02	1.24±0.03
BDX 16493	0.03	0.02	0.05±0.02	0.03	0.57	0.60±0.02	0.56±0.02	1.21±0.05
BDX 16496	0.02	0.05	0.07±0.03	0.02	1.27	1.29±0.03	1.20±0.02	2.56±0.09
BDX 16498	0.02	0.06	0.08±0.03	0.02	1.43	1.45±0.04	1.47±0.03	2.99±0.09
BDX 16500	0.01	0.04	0.05±0.02	0.01	0.80	0.81±0.04	0.82±0.03	1.68±0.08
BDX 16592	0.02	0.03	0.05±0.02	0.01	0.77	0.78±0.03	0.46±0.02	1.29±0.06
BDX 16593	0.02	0.02	0.04±0.02	0.45	0.01	0.46±0.02	0.50±0.02	1.00±0.05
BDX 16594	0.02	0.02	0.04±0.01	0.01	0.48	0.49±0.02	0.47±0.02	0.98±0.04
BDX 16586	0.02	0.02	0.04±0.02	0.01	1.01	1.02±0.05	0.71±0.04	1.76±0.10
BDX 16587	0.02	0.02	0.04±0.02	0.01	1.02	1.03±0.05	0.54±0.03	1.61±0.09

^a contributions α et β de grains de quartz obtenues par analyse ICP-MS

^b contributions α et β mesurées par la spectrométrie gamma à bas de bruit de fond

^c contributions γ et cosmique mesurées par dosimétrie *in situ*

Tableau VII-8 : Récapitulatif des différentes contributions à la dose annuelle (débit de dose en mGy/an)

VII.4. Discussion

Les analyses d'OSL concernaient trois secteurs de l'édifice : la crypte et les parties extérieures du chevet et de la chapelle Notre-Dame de la Rose. Tous les résultats sont récapitulés dans le Tableau VII-9.

Basilique Saint-Seurin (Bordeaux, Aquitaine, France)								
Nom	Âge attendu [années]	Teneur en eau ^I [%]	Dose annuelle [mGy/an]	Dose archéo ^{II} [Gy]	Nb de grains ^{III}	σ_b ^{IV} [%]	Âge [années]	Date [années]
CRYPTE - Basilique Saint-Seurin (Bordeaux, Aquitaine, France)								
BDX 16492	900-1500	7.0±3.5	1.24±0.03	1.73±0.04	71	14	1442±68	547±68
BDX 16493	900-1500	7.0±3.5	1.21±0.05	1.81±0.05	50	12	1493±71	523±71
BDX 16496	1550-1650	3.0±1.5	2.56±0.09	4.91±0.95	6	30	pas blanchi	
BDX 16498	1550-1650	3.0±1.5	2.99±0.09	5.57±0.44	24	30	pas blanchi	
BDX 16500	1550-1650	8.0±4.0	1.68±0.08	2.74±0.13	56	30	1630±107	386±107
CHEVET - Basilique Saint-Seurin (Bordeaux, Aquitaine, France)								
BDX 16592	810-910	5.0±2.5	1.29±0.06	1.09±0.06	15	10	846±58	1170±58
BDX 16593	810-910	5.0±2.5	1.00±0.05	1.13±0.06	16	10	1071±74	945±74
BDX 16594	810-910	5.0±2.5	0.98±0.04	1.00±0.06	15	10	1017±71	999±71
CHAPELLE - Basilique Saint-Seurin (Bordeaux, Aquitaine, France)								
BDX 16586	570	5.0±2.5	1.76±0.10	1.29±0.09	5	7	715±59	1301±59
BDX 16587	570	5.0±2.5	1.61±0.09	1.20±0.10	4	7	745±68	1271±68
BDX 16590 ^{IV}	570	5.0±2.5	-	-	-	-	-	-

^I teneur en eau prise en compte pour le calcul d'âge, exprimée comme le pourcentage de la valeur de saturation en eau

^{II} dose archéologique est calculée en utilisant le critère d'IEU

^{III} nombre de grains pris en compte pour le calcul de la dose archéologique

^{IV} variabilité attendue parmi les grains bien blanchis ajoutée quadratiquement aux doses archéologiques individuelles avant le calcul de la dose archéologique suivant le critère d'IEU

^{IV} échantillon BDX 16590 n'a pas pu être analysé car il ne contenait pas suffisamment de quartz de la dimension recherchée (200-250 μm) pour l'analyse d'OSL

Tableau VII-9 : Récapitulatif des datations des mortiers prélevés dans la basilique Saint-Seurin de Bordeaux

L'analyse OSL des mortiers du chevet de Saint Seurin (BDX 16592, BDX 16593 et BDX 16594) a fourni les âges qui sont cohérents avec des données de référence pour l'échantillon BDX 16592 et les âges légèrement surestimés pour BDX 16593 et BDX 16594. Il peut s'agir d'une incohérence provenant du fait, que la valeur de σ_b utilisé pour le calcul de la dose archéologique correspond à l'échantillon BDX 16592 et cette valeur

VII. CHAPITRE - Basilique Saint Seurin, Bordeaux

n'a pas été déterminée pour BDX 16593 et BDX 16594. D'ici l'importance de réaliser les tests préliminaires pour chaque échantillon individuel.

La datation des mortiers de la chapelle de Notre-Dame de la Rose (BDX 16586 et BDX 16587) a conduit aux âges surestimés par rapport aux âges attendus d'environ 145 à 175 années. Il s'agit de mortiers qui ne sont pas, notamment selon les résultats de l'imagerie beta, affectés par les effets microdosimétriques. La raison de la surestimation de l'âge est donc ici évidente : il s'agit de mortiers qui n'ont pas été suffisamment blanchis au cours de la préparation. Très peu de grains portent donc ici l'information chronologique. Une évaluation statistique de tels types de distributions demande un modèle statistique plus adapté que ceux actuellement disponibles. Bien qu'à cette étape, la datation de cet échantillon ne peut pas être réalisée avec une fiabilité suffisante, des nouveaux modèles plus convenables sont en cours de développement au sein de l'équipe IRAMAT-CRPA. Ceux-ci ouvrent des perspectives prometteuses pour dater ces échantillons dans le futur.

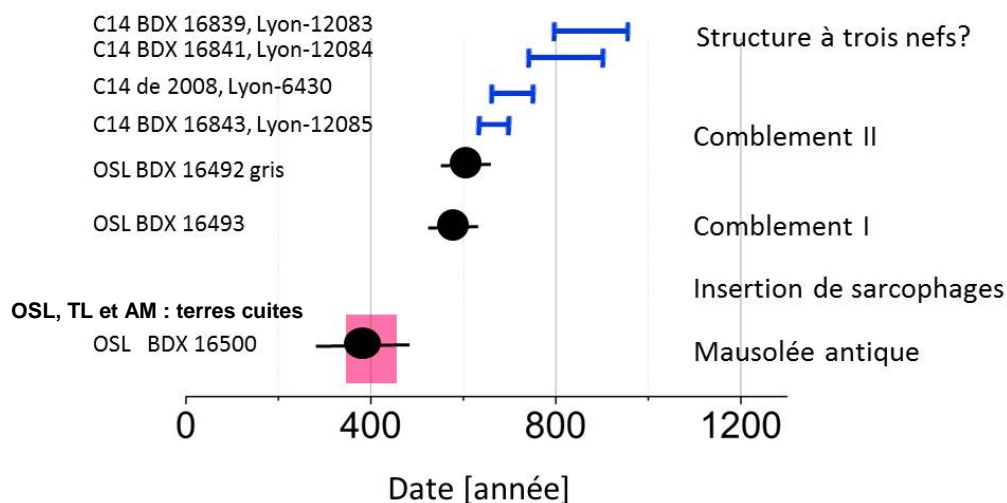


Figure VII-44 : Résultats des datations des mortiers et des charbons prélevés dans la chapelle Saint Fort de la crypte de Saint Seurin. Le rectangle rose correspond à la chronologie de référence pour le mausolée antique établie à partir des séries des datations de terres cuites par trois méthodes physiques (l'archéomagnétisme, la thermoluminescence et la luminescence optiquement stimulée) en 2008. La datation du mortier BDX 16500 rentre dans cet intervalle. La phase « insertion des sarcophages » qui n'est pas représentée sur ce diagramme est comprise entre le niveau « mausolée antique » et le niveau « comblement I ». Les deux niveaux chronologiques pour le comblement sont en fort recouvrement. Il y a une cohérence des datations des mortiers par luminescence optiquement stimulée et des charbons par radiocarbone.

Dans la crypte de Saint-Seurin, en raison de la discontinuité stratigraphique liée aux nombreux remaniements de l'édifice, la problématique archéologique est

particulièrement complexe. L'étude des mortiers dans la partie sud-ouest du mausolée avait donc pour objectif de contribuer à la meilleure compréhension du développement de cette structure. Les résultats des datations sont résumés dans le Tableau VII-9 et dans la Figure VII-44. Nous avons considéré le critère d'IEU comme l'approche la plus universelle pour le calcul de la dose archéologique et les résultats suivants se réfèrent donc à l'utilisation de ce critère. En général, les hypothèses qui conduisent à la détermination de l'âge des mortiers de la crypte soulèvent des questions importantes concernant la quantification des effets microdosimétriques comme on le verra dans le chapitre VIII.

L'échantillon BDX 16500 représente le mortier de pose du dallage en terres cuites dans la fosse centrale du mausolée sur laquelle reposent les trois sarcophages. Il s'agit du mortier contemporain de la construction du mausolée qui semble contenir un nombre considérable de grains bien blanchis. L'âge obtenu pour ce mortier est en accord avec l'âge attendu pour σ_b égale à 30 %, la variabilité qui peut caractériser le mortier bien blanchi, comme on l'avait vu par exemple pour Antibes. D'ailleurs, l'incertitude associée à l'intervalle chronologique obtenu peut provenir des fluctuations de la dose annuelle. Celle-ci a pu changer au cours de temps car le mortier se trouve dans un endroit marqué par deux nombreux remaniements, le premier lié au creusement du sol et à l'insertion du sarcophage au Haut Moyen Age, le deuxième au re-creusement de cette partie à l'époque moderne et au soulèvement de ce même sarcophage en laissant le trou.

Les échantillons BDX 16496 et BDX 16498, mortiers de pose du revêtement du mausolée en terres cuites, appartiennent à l'état 1, la construction du mausolée. Il s'agit de mortiers très grossiers et hétérogènes qui donnaient très peu de signal. Ces échantillons n'ont pas pu être datés de manière fiable car ils ont été particulièrement mal blanchis et ne contenaient pas suffisamment des grains portant l'information chronologique. Les modèles d'âge actuellement existants ne sont pas adaptés aux distributions des doses archéologiques individuelles correspondant à ces échantillons.

Les échantillons BDX 16500, BDX 16498 et BDX 16496 sont tous attribués à la construction du mausolée. Le mortier BDX 16500, vu sa position dans la fosse centrale du mausolée antique au-dessous des trois sarcophages, a dû être logiquement mis en place avant les mortiers BDX 16496 et BDX 16498, les mortiers associés aux banquettes en terre cuite se trouvant au niveau bien 60 cm plus haut que le sol de la fosse. Il faut

VII. CHAPITRE - Basilique Saint Seurin, Bordeaux

souligner que la texture, la composition minéralogique de la charge et le comportement des grains de quartz en OSL de l'échantillon BDX 16500 indiquent qu'il s'agit d'un mortier différent des mortiers BDX 16496 et BDX 16498. Même si on ne sait pas quel intervalle de temps sépare la pose de ces deux types de mortier, on peut dire avec une certitude qu'il n'appartient pas à la même phase de préparation. Le mortier BDX 16500 a pu être fabriqué intentionnellement de façon plus soignée, étant donné qu'il s'agit de base de la construction du mausolée. Cela expliquerait aussi son meilleur degré de blanchiment.

Les échantillons BDX 16492 et BDX 16493 représentent les mortiers à grains fins avec très peu de feldspaths potassiques qui sont ainsi relativement homogènes du point de vue de la microdosimétrie. Les résultats de ce calcul de la dose archéologique suivant le critère d'IEU et de MAM-3 donnent des doses archéologiques identiques. On considère donc ces dates comme étant fiables.

La datation de l'échantillon BDX 16493 renvoie à la fin du VI^e ou début du VII^e siècle. Le niveau d'où le mortier gris I BDX 16493 provient est supérieur à la construction du mausolée et peut être associé au comblement lié à la couverture de tous les sarcophages par le sol. Ce mortier a été prélevé dans l'altitude correspondant à l'état 3 dans les autres endroits de la crypte.

Pour le mortier gris II BDX 16492, correspondant au deuxième niveau du comblement (état 4), l'intervalle chronologique obtenu s'étend entre la fin du VI^e et début du VII^e siècle. Il est légèrement postérieur à la datation du mortier BDX 16493, mais les deux se recouvrent partiellement. Aussi, la composition chimique et minéralogique des mortiers de l'état 3 et 4 ainsi que la recette de leur fabrication et de leur mise en œuvre sont très semblables. Il est donc très probable que ces deux phases de construction se suivaient dans le temps de manière relativement courte (quelques décennies au maximum).

Les datations par radiocarbone des charbons prélevés dans la crypte révèlent des informations intéressantes. Les résultats sont présentés avec la probabilité de 95 %. Le charbon BDX 16843 (Lyon-12085, Figure VII-45a) qui a été prélevé dans la partie nord-ouest du mausolée au niveau bas du couvercle du sarcophage a donné un intervalle chronologique entre 641 et 715 de notre ère. Ce charbon se trouve à la même altitude que le mortier BDX 16492 dans la structure sud-ouest. Les deux datations se croisent au VII^e siècle et peuvent être attribuées à la même étape de construction. L'intervalle

chronologique trouvé est aussi en accord avec une seule datation de charbon prélevé en 2008 (Lyon-6430) qui renvoie à la période située entre 658 et 783 de notre ère. Ce charbon provient le plus probablement de l'étape postérieure à l'insertion du sarcophage orientée nord-sud et semble d'être contemporain au BDX 16843 (charbon) et BDX 16492 (mortier). Les trois échantillons semblent donc provenir de la même période qui est liée à la couverture de tout l'espace du mausolée par le sol et qui signifie vraisemblablement la fin de la fonction funéraire de l'édifice. Cette transformation importante de l'espace du mausolée entre le VI^e et le VII^e siècle ap. J.-C. prouve la continuité d'occupation du site au Haut Moyen Âge. L'ensemble des datations obtenues pour les états 1.a, 3 et 4 est cohérent avec la stratigraphie et témoigne d'un bel exemple de réutilisation des maçonneries anciennes.

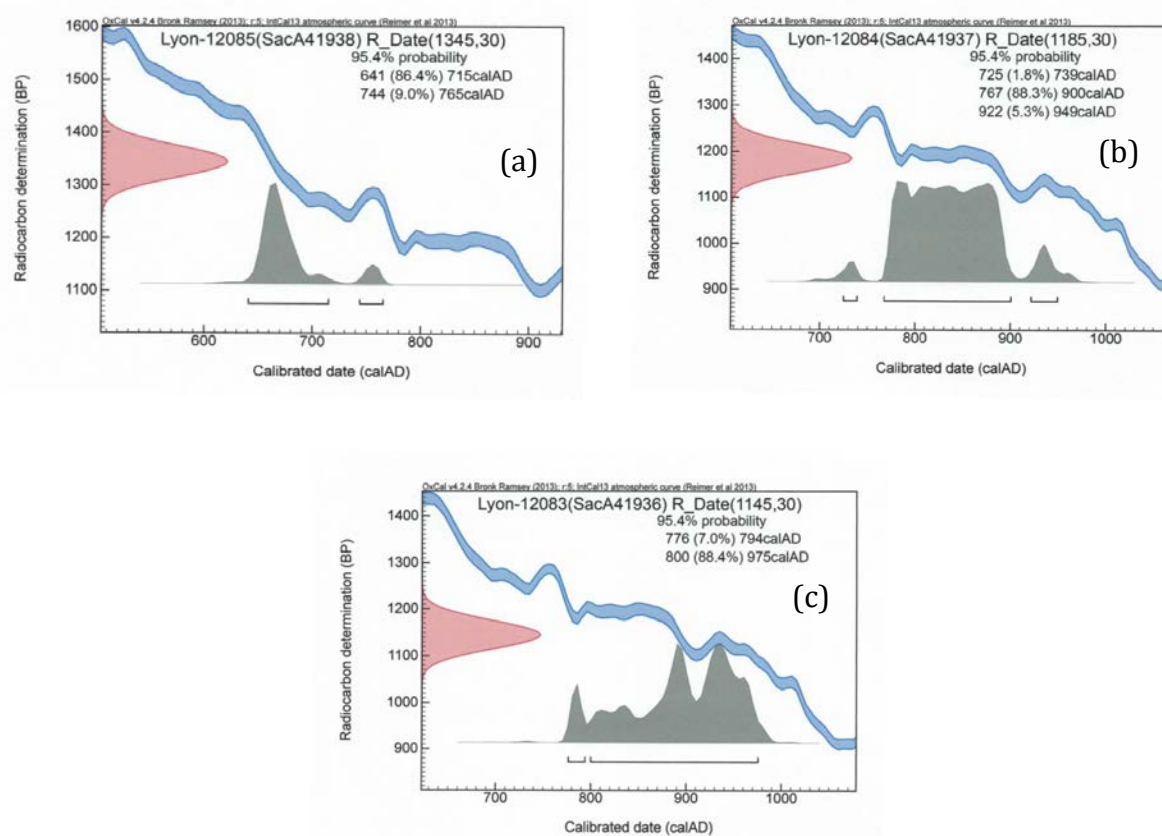


Figure VII-45 : Résultats des datations des charbons BDX 16843 (a), BDX 16841 (b) et BDX 16839 (c) par radiocarbone.

La datation du charbon BDX 16839 du niveau postérieur au liséré noir (Lyon-12083, Figure VII-45c) qui renvoie au créneau chronologique situé entre 776 et 975 de notre ère, avec le maximum de probabilité en 975 de notre ère, reste difficile à

VII. CHAPITRE - Basilique Saint Seurin, Bordeaux

interpréter pour le moment, parce que la relation entre le sol et les maçonneries pour les états supérieurs à l'état 4 n'est pas claire. Néanmoins, sa position indique qu'il s'agit d'une étape supérieure à tous les états discutés précédemment, fait que le résultat de la datation ne met pas en doute.

Aussi la datation de charbon BDX 16841 (Lyon-12084, Figure VII-45b) prélevé dans le mortier gris sous le cénotaphe (zone 2, Figure VII-4) rentre entre 725 et 949 de notre ère. Il s'agit probablement de la transition de l'état 4 à l'état 5 correspondant à la mise en place de la structure à trois nefs, une hypothèse qui reste à vérifier au cours des recherches archéologiques qui vont poursuivre

La première campagne de datations de mortiers de la chapelle centrale de la crypte de Saint Seurin ouvre des perspectives intéressantes pour les recherches qui continuent actuellement dans le reste de la crypte. Celles-ci ont pour objectif de caractériser et de dater les mortiers (ainsi que quelques charbons de bois inclus) provenant de plusieurs zones et niveaux stratigraphiques de la crypte entière. Les résultats obtenus entre les différents mortiers seront comparés. Cela permettra de mieux comprendre les liens entre le mausolée, ces réaménagements postérieurs, et les espaces voisins de la chapelle centrale. Les recherches démontrent l'importance des approches interdisciplinaires pour aboutir à une meilleure compréhension de l'histoire du monument.

L'utilisation de la technique de « grain unique » pour dater le mortier présente dans ce contexte une avancée essentielle car celle-ci permet d'identifier par des considérations internes à la méthode des échantillons problématiques et ainsi, d'évaluer la fiabilité du résultat de datation. Si les grains bien blanchis prédominent comme c'est le cas pour l'état 1 (mortier BDX 16500), 3 et 4, les mortiers peuvent être datés par SG-OSL de manière satisfaisante.

PARTIE 3

VIII. CHAPITRE

Potentialités de la datation des mortiers archéologiques par OSL

- VIII.1 Analyse des caractéristiques de luminescence
- VIII.2 Variabilité microdosimétrique
- VIII.3 Variabilité additionnelle
- VIII.4 Degré de blanchiment
- VIII.5 Détermination de la dose archéologique

VIII. CHAPITRE - Potentialités de la datation des mortiers archéologiques par OSL

Dans cette étude, les mortiers provenant de cinq monuments différents ont été analysés par OSL monograin. Il s'agit d'un ensemble de 35 échantillons, résumés dans le Tableau VIII-1, dont 23 sont exploitables.

Site	Période	Mortier	Nom de l'échantillon	
Antibes	Gallo-romaine	Mortier reliant des pierres de petit appareil	BDX 16045	
			BDX 16046	
			BDX 16047	
			BDX 16048	
Chassenon	Gallo-romaine	Mortier de coffrage	BDX 15628	Non-exploitable - manque de grains de quartz des dimensions 200 à 250 µm
		Mortier de parement	BDX 15636	
		Mortier reliant des pierres de petit appareil	BDX 15638	Non-exploitable - pas de signal OSL mesurable
			BDX 15639	Non-exploitable - manque de grains de quartz des dimensions 200 à 250 µm
Palais-Gallien	Gallo-romaine	Mortier reliant des briques	BDX 15541	
		Mortier reliant des briques	BDX 15542	
		Mortier de soubassement	BDX 15543	
		Mortier de soubassement	BDX 15544	
St Seurin	Antiquité tardive Haut Moyen Âge	Mortier de comblement	BDX 16492	
		Mortier de comblement	BDX 16493	
		Mortier de pose de dallage (banquettes)	BDX 16496	
			BDX 16498	
		Mortier de pose de dallage (sol)	BDX 16500	
	Romane	Mortier reliant des blocs de pierre taillée	BDX 16592 BDX 16593 BDX 16594	
Gothique	Mortier reliant des blocs de pierre taillée	BDX 16586		
		BDX 16587 BDX 16591	Non-exploitable - manque du matériau	
Bale	Gallo-romaine	Mortier de sol du <i>hypocaust</i>	BDX 16304	
	Antiquité tardive Haut Moyen Âge	Mortier reliant des pierres de petit appareil	BDX 16293	
			BDX 16299	
	Carolingienne	Mortier reliant des pierres de petit appareil	BDX 16301 BDX 16303	Non-exploitable - pas de signal OSL mesurable
	Ottonienne	Mortier reliant des pierres de petit appareil	BDX 16288	Non-exploitable - pas de signal OSL mesurable
			BDX 16294	Non-exploitable - pas de signal OSL mesurable
Romane	Mortier reliant des pierres de petit appareil	BDX 16295	Non-exploitable - pas de signal OSL mesurable	
Suisse		Mélangeur à mortier	BDX 16306	Non-exploitable - pas de signal OSL mesurable
		Mélangeur à mortier	BDX 16308	Non-exploitable - pas de signal OSL mesurable
		Mélangeur à mortier	BDX 16309	Non-exploitable - pas de signal OSL mesurable

Tableau VIII-1 : Provenance, période et fonction des mortiers étudiés dans ce travail et commentaires

La méthodologie d'étude et de datation de ces mortiers a été expliquée dans le chapitre II. L'application de cette méthodologie a été présentée dans la troisième partie, en exposant des résultats individuellement pour chaque édifice étudié. L'objectif de ce quatrième chapitre sera maintenant d'évaluer l'ensemble des résultats acquis et de résumer les observations constatées avec une tentative de proposition de l'approche la plus pertinente pour la détermination de la dose archéologique ou bien de l'âge. Ce travail a également permis de remarquer un certain nombre de phénomènes qui n'ont pas toujours pu être étudiés de façon approfondie pour des raisons de temps ou parce

qu'il s'agit de problématiques éloignées qui ne rentrent pas dans le sujet de cette thèse, par exemple les recherches sur des simulations de l'hétérogénéité microdosimétrique des matériaux ou le développement de la méthodologie conduisant à une quantification des effets microdosimétriques par l'imagerie beta. La fin de ce chapitre récapitulera donc les besoins méthodologiques constatés qui permettraient de renforcer les capacités de la méthode.

VIII.1. Analyse des caractéristiques de luminescence

VIII.1.1. Sensibilité des grains à une stimulation optique

En général, très peu de grains de quartz dans le mortier fournissent un signal en OSL. Pour les échantillons étudiés dans ce travail, la proportion de grains luminescents n'excède pas 10 %, la moyenne étant égale plutôt à 4 %. Certains échantillons, comme les mortiers de Chassenon et de Bâle, contiennent moins de 1 % de grains luminescents.

Parmi neuf échantillons non-exploitable, quatre mortiers (trois de Chassenon et un de la chapelle Notre Dame de Rose de Saint Seurin) ne contenait pas suffisamment de quartz de la dimension recherchée (200-250 μm) pour l'analyse d'OSL. Les cinq autres échantillons non-exploitable ont été analysés par OSL monograin, mais aucun grain n'a fourni ni de signal naturel, ni de signaux régénérés détectables. Ces échantillons n'ont pas pu être datés en raison du manque de sensibilité à une stimulation optique. Il s'agit des mortiers de Bâle. Pour les trois échantillons de Bâle restants qui ont pu être datés, une très faible proportion de grains (inférieure à 1 %) donnait le signal mesurable.

La capacité du quartz à fournir le signal en OSL dépend du nombre de pièges et de centres de luminescence. L'existence de ces centres est liée à la présence des défauts et des impuretés dans le réseau cristallin de quartz (par exemple Krbetschek *et al.*, 1998 ; Götze *et al.*, 2001). La sensibilité du quartz en OSL est donc étroitement liée à son origine géologique, c'est-à-dire aux conditions dans lesquelles les cristaux ont été formés. Mais aussi, selon certains auteurs (Preusser *et al.*, 2006), l'intensité de luminescence et le nombre de grains de quartz sensibles à la stimulation optique est lié aux conditions environnementales que le minéral a subi pendant son existence. Par exemple, en Australie la prédominance des environnements favorables pour une exposition répétitive des sédiments aux cycles de l'irradiation, de l'éclairement et de l'échauffement

VIII. CHAPITRE - Potentialités de la datation des mortiers archéologiques par OSL

solaire permet de sensibiliser le matériau, et de telles conditions sont donc liées à une très bonne sensibilité de quartz « de l'Australie » à une stimulation optique comme le propose certains auteurs (Pietsch *et al.*, 2008).

En faisant l'hypothèse que le granulat qui a servi à la préparation des mortiers de Bâle (et aussi des mélangeurs à mortier de la Suisse) provient de l'environnement local, il semblerait que les caractéristiques du quartz de cette région ne sont pas favorables pour être utilisé comme un dosimètre naturel en datation par OSL car il a été très peu sensible. Néanmoins, un faible nombre d'échantillons ne permet pas d'en déduire une conclusion générale. De ce point de vue, il serait intéressant de regarder l'origine des matières premières utilisées pour la construction et la relation entre les propriétés de sédiment initial utilisé pour la préparation de mortier et le granulat contenu dans le mortier. Ce lien entre le sédiment initial et le granulat de mortier sera encore discuté dans les perspectives.

La technique de monograin s'est avérée être un moyen pratique pour estimer les caractéristiques luminescentes des quartz des mortiers. Nous proposons que la mesure de 800 grains dans une étape préliminaire permette d'évaluer deux aspects principaux qui peuvent conduire, pour une raison d'optimisation du temps de mesure, à l'analyse de multigrain : le degré de blanchiment du mortier et la proportion de grains avec une luminescence mesurable.

Si les grains fournissent des doses archéologiques individuelles qui ne montrent pas une dispersion importante, on peut considérer que l'état de blanchiment du mortier est très bon et les mesures systématiques des doses archéologiques individuelles en multigrain peuvent fournir des datations fiables, comme dans le cas des mortiers d'Antibes. Toutefois, nous estimons qu'il s'agit de cas exceptionnels.

Si la proportion de grains luminescents est très faible (inférieur à 1 % comme dans les cas de mortiers BDX 16293 et BDX 16299 de Bâle), l'analyse en monograin ne peut pas être réalisée pour des raisons de temps. En introduisant quelques dizaines de grains sur un disque de multigrain, on peut donc supposer que la probabilité de la présence de plusieurs grains fortement luminescents sur le même disque est relativement basse, même si (comme on a constaté dans le chapitre VI pour les mortiers de Bâle), une telle situation peut arriver. Néanmoins, l'analyse en multigrain implique toujours l'effet de moyennage car les propriétés individuelles des grains ne peuvent pas être distinguées. De plus, quelques grains qui ne fourniraient pas de signal détectable

individuellement peuvent contribuer tous l'ensemble à un signal de multigrain et ainsi biaiser potentiellement la détermination de la dose archéologique. Le choix d'analyse en multigrain devrait donc être limité seulement aux cas exceptionnels, c'est-à-dire aux échantillons bien blanchis ou contenant une très faible proportion des grains luminescents.

VIII.1.2. Commentaire sur l'utilisation de la LM-OSL classique pour la caractérisation des signaux issus de grains individuels

Le blanchiment rapide du signal de quartz est une condition préalable pour que l'échantillon puisse être daté. La pratique habituelle est donc d'évaluer les caractéristiques du signal OSL par la mesure de LM-OSL. La mesure de LM-OSL a été effectuée en multigrain parce que le dispositif expérimental ne rend pas possible de réaliser cette mesure en monograin, tandis que les mesures des doses archéologiques sont faites en monograin. Les grains qui fournissent les doses archéologiques les plus petites montrent une décroissance rapide du signal au cours des premières 0.1 s de la stimulation ce qui signifie la présence de la composante rapide pour la majorité des grains. Par contre, pour certains grains mal blanchis qui fournissent des signaux très élevés, on constate une décroissance de signal plus lente. L'occurrence de la composante lente dans les signaux de LM-OSL multigrain, comme constaté pour certains échantillons de Saint Seurin et de Palais-Gallien, est donc liée à la présence de quelques grains uniques avec des signaux très intense, mais ne caractérise pas le comportement général de tous les grains (comme constaté aussi par Bulur *et al.*, 2001). La mesure de LM-OSL reste seulement indicative.

On peut donc constater que le signal d'OSL est presque systématiquement prédominé par la composante rapide pour tous les mortiers étudiés. La probabilité d'une présence dominante de cette composante est assez élevée. A part quelques cas exceptionnels comme discuté par Goedicke (Goedicke, 2011 ; Panzeri, 2014), les auteurs constatent également la prédominance de cette composante dans le signal de mortiers. C'est un premier aspect important pour que le mortier puisse être étudié par OSL.

VIII.1.3. Spécificités du protocole de mesure SAR pour les mortiers

La mesure de la dose archéologique a été effectuée en utilisant le protocole SAR. Dans le cas d'analyse de mortier, le matériau étant jeune et peu sensible, quelques

VIII. CHAPITRE - Potentialités de la datation des mortiers archéologiques par OSL

ajustements des paramètres de la procédure SAR habituelle sont convenables, comme discuté dans le sous-chapitre II.5.3. Afin d'éviter le risque de perte du signal à cause de la faible sensibilité du quartz du mortier, la *dose test* doit être plus élevée par rapport à la dose archéologique mesurée que celle utilisée habituellement dans le protocole. Par ailleurs, en supposant une forte variabilité des doses archéologiques individuelles des mortiers, la courbe de croissance doit être étendue pour pouvoir déterminer les doses archéologiques dans un intervalle plus large.

VIII.1.4. Choix de température de préchauffe

Pour vérifier si la température de préchauffe plus élevée n'induit pas une surestimation de la dose archéologique, le test de transfert thermique et le test de plateau en multigrain ont été réalisés pour un échantillon d'Antibes. Indirectement, l'influence de la température de préchauffe a été aussi testée sur un échantillon de Palais-Gallien, en mesurant les doses archéologiques individuelles à deux températures différentes. Même si nous n'avons pas constaté une croissance de la dose archéologique mesurée en fonction de la température de préchauffe, nous recommandons d'utiliser la combinaison des températures de préchauffe de 190°C pour la dose naturelle et 160°C pour la *dose test* comme les paramètres initiaux. Ces paramètres peuvent éventuellement être changés s'ils se montrent inadaptés au le protocole de mesure utilisé.

Pour les échantillons mal blanchis, les tests de plateau ne peuvent pas être effectués en multigrain. Le même test en monograin est difficilement réalisable puisque le temps nécessaire pour l'effectuer serait très long. Afin de vérifier si le résultat de mesure de la dose archéologique ne dépend pas de la température de préchauffe, on peut donc recommander de déterminer la dose archéologique à deux températures de préchauffe différentes, comme il a été déjà évoqué (sous-chapitre V.3.2) et réalisé pour BDX 15541.

VIII.1.5. Remarques sur le choix des critères de sélection des grains

Comme on a appris précédemment, la variabilité de comportement entre les grains individuels est inévitable. Dans les débuts de la technique OSL, le concept des

critères de sélection de certains grains ou disques a été établi. On s'aperçoit que cette sélection peut conduire à une élimination excessive de grains ce qui est particulièrement gênant pour les matériaux peu sensibles tels que les mortiers.

Dans le sous-chapitre II.6.2, nous avons présenté les critères de sélection suivants :

- a) le signal est supérieur à 3 écarts-types sur le bruit de fond
- b) l'incertitude relative de la *dose test* après la mesure du signal naturel est inférieure à 25 %
- c) l'incertitude relative du *recycling ratio* est inférieure à 25 % par rapport à la valeur de référence prise égale à 1
- d) l'incertitude relative de la dose archéologique individuelle est inférieure à 30 % (on considère que les valeurs avec des incertitudes supérieures à 30 % manquent de sens)

Pour l'ensemble des échantillons, on constate que l'application de ces critères n'est pas déterminante pour la valeur de la dose archéologique. Les valeurs de la dose archéologique obtenues en appliquant ces critères ne sont pas significativement différentes des valeurs calculées en prenant en compte l'ensemble des grains sans aucune sélection. Toutefois, par principe, on préfère garder les critères de sélection *b* et *c*. **Le critère b** conduit à une acceptation de grains pour lesquels la reproductibilité de mesure est satisfaisante. **Le critère c** permet de garder les grains dont la sensibilité ne change pas significativement au cours de la mesure et pour lesquels la normalisation du *dose test* est correcte. **Le critère d** introduisant l'incertitude relative n'a pas, en effet, d'importance, parce que les modèles utilisés pour le calcul de la dose archéologique appliquent une pondération proportionnelle à l'inverse de la variance. Ainsi, les valeurs avec des incertitudes larges n'affectent pas significativement la valeur de la dose archéologique. Aussi, **le critère a** n'a pas été appliqué car un signal inférieur à 3 écarts-types sur le bruit de fond n'a pas été observé sur l'ensemble des échantillons. Cela paraît logique, étant donné que celui-ci est équivalent au critère *b*. Si on sélectionne les grains avec une incertitude relative du *dose test* après la mesure du signal naturel inférieure à 25 %, on intègre implicitement des grains dont le signal est supérieur à 3 écarts-types sur le bruit de fond.

VIII. CHAPITRE - Potentialités de la datation des mortiers archéologiques par OSL

Dans les chapitres III-VII, nous avons essayé d'appliquer systématiquement le modèle d'âge central à toutes les distributions des doses archéologiques individuelles. Nous avons aussi appliqué les modèles d'âge minimal (MAM-3, MAM-4, IEU) aux distributions dispersées en faisant varier la valeur de la variabilité attendue dans le groupe de grains bien blanchis σ_b . Partant du fait qu'on connaît la dose archéologique attendue, cette approche a permis d'étudier le comportement des données et les capacités de chaque modèle, examinant des différentes hypothèses concernant les sources de dispersion des doses archéologiques individuelles pour chaque échantillon. Cela est particulièrement le cas pour les trois premiers sites présentés : château Grimaldi à Antibes, thermes *Longeas* de Chassenon et l'amphithéâtre Palais-Gallien à Bordeaux. Par la suite, il serait intéressant de proposer, à partir des données acquises, une procédure de détermination de la dose archéologique quand l'âge de mortier analysé n'est pas connu. C'est le cas pour les échantillons de la crypte de Saint Seurin.

Partons donc du fait que chaque distribution des doses archéologiques individuelles présentera un certain degré de dispersion, sachant que des incertitudes de mesures sont connues. Tous les facteurs contribuant à cette dispersion qui ne sont pas décrits par les incertitudes de mesures sont représentés par l'*over-dispersion*, comme il a été défini dans le chapitre II.7. Les possibilités d'évaluation de chacune de ces contributions seront discutées par la suite.

VIII.2. Variabilité microdosimétrique

VIII.2.1. Importance de la caractérisation préalable

En étape préliminaire, l'observation macroscopique et microscopique des lames minces révèle les caractéristiques de mortier qui peuvent être importantes pour la stratégie de la préparation des échantillons et l'interprétation de résultats. Même s'il n'est pas essentiel de réaliser une étude pétrographique détaillée, l'étape de caractérisation ne doit pas être négligée.

L'observation en microscopie polarisante permet de vérifier si la granulométrie de quartz utilisés pour la datation est présente et en quelle quantité. Cela renseigne aussi sur la présence des éléments grossiers, et surtout des feldspaths. Dans certains cas, elle peut aussi servir à révéler les caractéristiques particulières de mortier (par exemple la présence de fragments de terre cuites comme dans le cas d'échantillon BDX16304 de Bâle ou de deux mortiers BDX 16496, BDX 16498 et BDX 16500 de la crypte de Saint Seurin). Finalement, on constate un rapport entre la microstructure du mortier et la variabilité microdosimétrique. Comme on le verra, les mortiers à grains grossiers montrent une hétérogénéité des irradiations beta la plus importante.

VIII.2.2. Analyse par l'autoradiographie beta

Compte tenu de la dimension de la partie de l'échantillon de laquelle on extrait des grains à analyser, nous supposons que la dose annuelle gamma et cosmique est constante d'un grain à l'autre. En revanche, nous considérons que la variabilité microdosimétrique à l'échelle de grain provient principalement de l'hétérogénéité des irradiations beta. Comme discuté dans le chapitre II.7, la variabilité microdosimétrique σ_m est plus ou moins importante, mais a priori pour un échantillon naturel, elle n'est jamais nulle.

Parmi les outils disponibles au sein de notre laboratoire, le moyen le plus pertinent pour examiner cette variabilité est l'autoradiographie beta permettant d'observer la répartition des émetteurs beta à travers la matrice. Les échantillons choisis représentés dans la Figure VIII-1 ont été analysés en même temps afin de comparer qualitativement les différences entre les divers types de mortier. Les lames épaisses des

VIII. CHAPITRE - Potentialités de la datation des mortiers archéologiques par OSL

mortiers étudiés représentent une surface d'environ 8 cm², la résolution étant 12 µm. La radioactivité est la plus importante dans les endroits les plus clairs. Les images obtenues pourraient être divisées en trois groupes ; un premier incluant les mortiers peu radioactifs et homogènes, un deuxième contenant les mortiers assez radioactifs avec des émetteurs beta nombreux mais uniformément répartis, et enfin, un troisième qui comprend les mortiers avec des émetteurs beta moins nombreux répartis de façon hétérogène.

Les échantillons du chevet (BDX 16593) et de la chapelle (BDX 16587 et BDX 16591) de Saint Seurin rentrent dans le premier groupe. La tonalité des images correspondant à ces mortiers est très foncée, indiquant une faible radioactivité. Des faibles variations apparentes de tonalité impliquent des faibles variations relatives des irradiations beta pour ces échantillons. Aussi l'échantillon BDX 16493 de la crypte présente un caractère très uniforme. Pour les échantillons mentionnés, la contribution de la variabilité microdosimétrique à la dispersion des doses archéologiques individuelles ne sera donc probablement pas très importante.

On ne dispose pas de l'image de l'autoradiographie beta de l'échantillon BDX 16492. Toutefois, vu le caractère homogène et fin de ce mortier et la quantité de feldspaths restreinte, on propose une hypothèse d'une homogénéité microdosimétrique.

Les mortiers d'Antibes (BDX 16045, BDX 16048 et BDX 16049) et de Chassenon (BDX 15636) font partie du deuxième groupe. On constate l'intensité forte des émetteurs beta à travers les échantillons. Il s'agit donc de mortiers assez radioactifs. En raison d'un nombre important d'émetteurs beta, tous les grains de quartz auront un émetteur beta à proximité (c'est-à-dire dans un rayon de 2 mm) et seront donc tous irradiés. Les effets d'irradiation seront ainsi relativement homogènes dans l'ensemble des échantillons. Il s'agit de mortiers à grains fins.

Les mortiers du Palais-Gallien (BDX 15541, BDX 15542 et BDX 15543) et les mortiers de tuileau BDX 16496, BDX 16498 et BDX 16500 de la crypte de Saint Seurin forment un troisième groupe. La tonalité des images correspondant à ces mortiers est globalement plus foncée que celles du deuxième groupe, mais quelques émetteurs beta identifiés comme des points clairs peuvent être remarqués, leur présence étant relativement sporadique. L'effet d'irradiation se propage radialement et décroît avec la distance croissante. Cet effet est donc assez localisé et la variabilité microdosimétrique

sera probablement plus marquée. Il s'agit de mortiers grossiers qui contiennent des gravillons à l'échelle centimétrique.

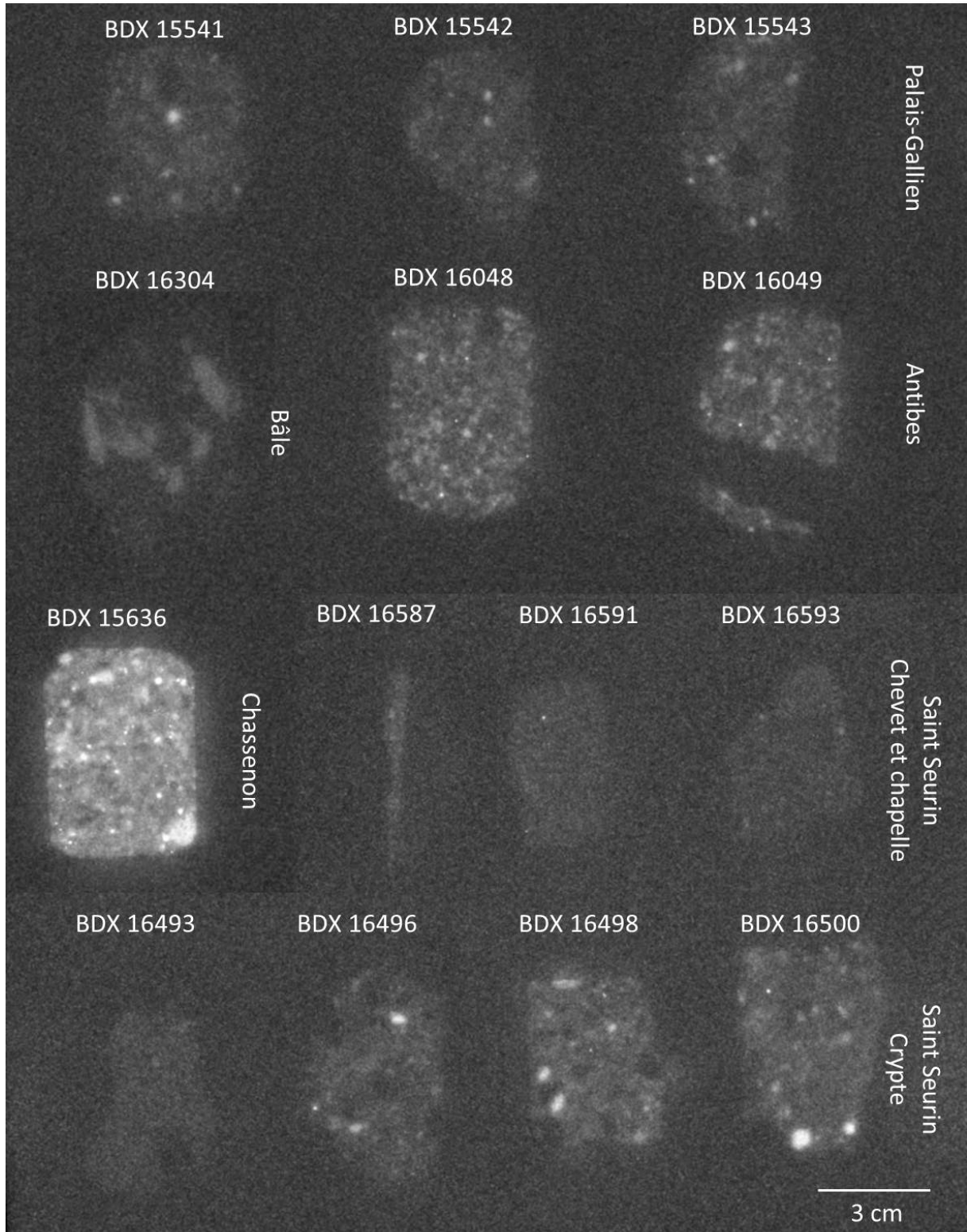


Figure VIII-1 : Les résultats de l'autoradiographie beta pour les mortiers choisis.

VIII. CHAPITRE - Potentialités de la datation des mortiers archéologiques par OSL

Pour le mortier BDX 16304 de Bâle, on constate l'occurrence d'endroits plus radioactifs (plus clairs) qui correspondent aux fragments de terre cuite, comme il a été déjà discuté (sous-chapitre VI.2.3). La radioactivité de la matrice du mortier lui-même est plus faible sans les contrastes de tonalité indiquant un caractère plutôt homogène. L'hétérogénéité provient ici de la présence des fragments de terre cuite.

Même si l'imagerie beta est l'approche la plus directe pour évaluer la répartition des émetteurs beta à travers les échantillons, elle présente aussi des points faibles. Un des principaux inconvénients est le fait que la méthode dans son état actuel ne permet pas de distinguer entre des différents radioéléments émettant. En plus, pour les mortiers très peu radioactifs (par exemples les échantillons du chevet ou de la chapelle du Saint Seurin), nous avons constaté des faibles variations apparentes de tonalité ce qui est interprété comme un signe d'une faible hétérogénéité microdosimétrique. Tout en gardant cette hypothèse, il faut être conscient que dans le cas d'une faible radioactivité d'un objet étudié, on s'approche à la limite de détection de la méthode, et l'absence des variations de tonalité ne doit pas ainsi nécessairement signifier que ces différences n'existent pas.

Au moment où nous écrivons ces lignes, il n'existe pas de moyen permettant de quantifier les variations enregistrées par l'imagerie beta pour les échantillons archéologiques. Toutefois, il s'agit d'un outil pratique pour étudier l'hétérogénéité microdosimétrique. Comme on le verra par la suite, une évaluation qualitative de ce phénomène permettra de soulever des hypothèses utilisées pour la détermination de la dose archéologique.

VIII.2.3. Cartographie en EDX-MEB et la teneur en potassium

Les irradiations beta visualisées par l'autoradiographie sont produites principalement par trois séries de radioéléments ; le potassium-40, la série du thorium-232 et les séries de l'uranium-238 et de l'uranium-235. Parmi les minéraux contenus dans le mortier, le potassium est présent surtout dans les feldspaths potassiques, les micas et certaines argiles, tandis que l'uranium et le thorium peuvent se trouver en abondance dans les minéraux lourds tels que les zircons ou les apatites.

Afin d'évaluer la présence de ces minéraux ou bien des radioéléments concernés dans les mortiers étudiés, nous avons effectué systématiquement une cartographie par EDX-MEB. Cette méthode permet d'évaluer principalement la répartition du potassium

dans la matrice des mortiers. La présence potentielle de l'uranium et du thorium est démontrée indirectement si les minéraux lourds (tels que les zircons, contenant le zirconium, ou les apatites, contenant le phosphore) sont identifiés. Mais, la méthode n'est pas assez sensible pour détecter directement la distribution et la quantité de ces deux radioéléments. La discussion sur l'évaluation quantitative de leur répartition dans les mortiers sera abordée à la fin de ce chapitre.

Nous allons maintenant discuter de la composition des échantillons par les groupes établis précédemment en exploitant les résultats de l'imagerie beta. La discussion suivante se réfère aux images obtenues par cartographie EDX-MEB présentées pour chaque échantillon dans les chapitres correspondants et résumés pour les échantillons choisis dans la Figure VIII-2.

Les mortiers du chevet (BDX 16593) et de la chapelle (BDX 16587) de Saint Seurin et BDX 16492 et BDX 16493 de la crypte de Saint Seurin contiennent très peu de feldspaths. Lorsqu'ils sont présents, comme dans le cas de l'échantillon BDX 16587, il s'agit de minéraux relativement petits n'excédant pas un diamètre de 500 μm . La quantité minoritaire de feldspaths des petites dimensions explique partiellement la faible radioactivité de ces mortiers et l'homogénéité apparente des irradiations beta, comme constaté ci-dessus.

Les mortiers d'Antibes (BDX 16049) et de Chassenon (BDX 15636) montrent une quantité abondante de feldspaths potassiques dont la répartition correspond globalement à la distribution des émetteurs beta à travers la matrice. L'échantillon de Chassenon contient également des zircons. Dans les mortiers d'Antibes, une présence sporadique d'apatites a été constatée. La présence abondante de tous ces différents minéraux implique des fortes émissions beta visibles par l'autoradiographie.

VIII. CHAPITRE - Potentialités de la datation des mortiers archéologiques par OSL

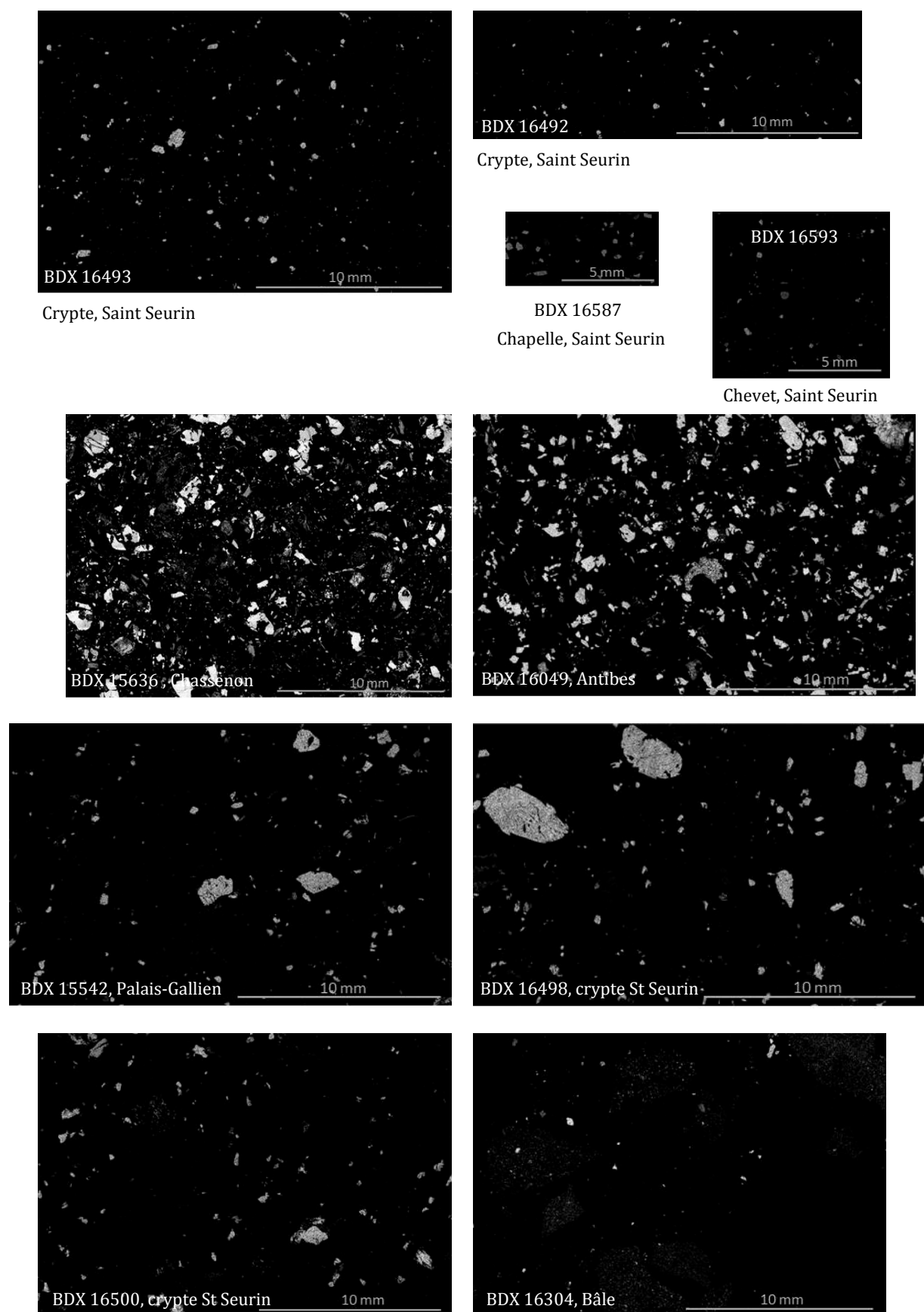


Figure VIII-2 : Images de la répartition du potassium pour les mortiers choisis (cartographie EDX-MEB)

La quantité de feldspaths dans les mortiers de Palais-Gallien (BDX 15542) et dans les mortiers de tuileau BDX 16496, BDX 16498 et BDX 16500 de la crypte de Saint Seurin est plus basse par rapport aux échantillons d'Antibes et de Chassenon. Il semble qu'il y a une relation entre la teneur en potassium et la contribution des émissions beta à la variabilité de la dose annuelle. Les dimensions de certains feldspaths présents dans les mortiers de Palais-Gallien et dans les mortiers BDX 16496 et BDX 16498 de la crypte de Saint Seurin peuvent atteindre plusieurs millimètres en diamètre. L'intensité des irradiations beta provenant de ces minéraux sera plus importante que si les feldspaths étaient plus petits, ce qui renforce l'hypothèse que la variabilité microdosimétrique sera plus significative pour ces mortiers. En revanche, certaines zones de ces échantillons contiennent exclusivement des grands quartz. La radioactivité de ces endroits est donc faible. Aussi, un ou deux zircons (diamètre inférieur à 100 μm) par échantillon (lame épaisse de 8 cm^2 environ) ont été identifiés dans la matrice de mortiers de Palais-Gallien. Vue leur apparition exceptionnelle, l'effet de ces minéraux sur la variabilité des doses annuelles beta sera négligeable par rapport à celle de feldspaths. Néanmoins, nous n'avons pas d'information sur la répartition de l'uranium et du thorium ni dans les mortiers du Palais-Gallien, ni dans les mortiers de la crypte de Saint Seurin.

Dans la matrice de l'échantillon BDX 16304, on reconnaît très bien des fragments de terre cuite beaucoup plus riches en potassium que le reste du mortier, et en revanche des zones sans potassium. Ces différences impliquent des effets microdosimétriques plus prononcés.

A part la visualisation spatiale EDX-MEB, la distribution de potassium a été quantifiée en mesurant la teneur en K sur des lames épaisses dans les zones de rayon de 2 mm autour des grains de quartz analysés en OSL. Les résultats sont présentés dans la Figure VIII-3 et dans le Tableau VIII-2 complété par des notes explicatives.

VIII. CHAPITRE - Potentialités de la datation des mortiers archéologiques par OSL

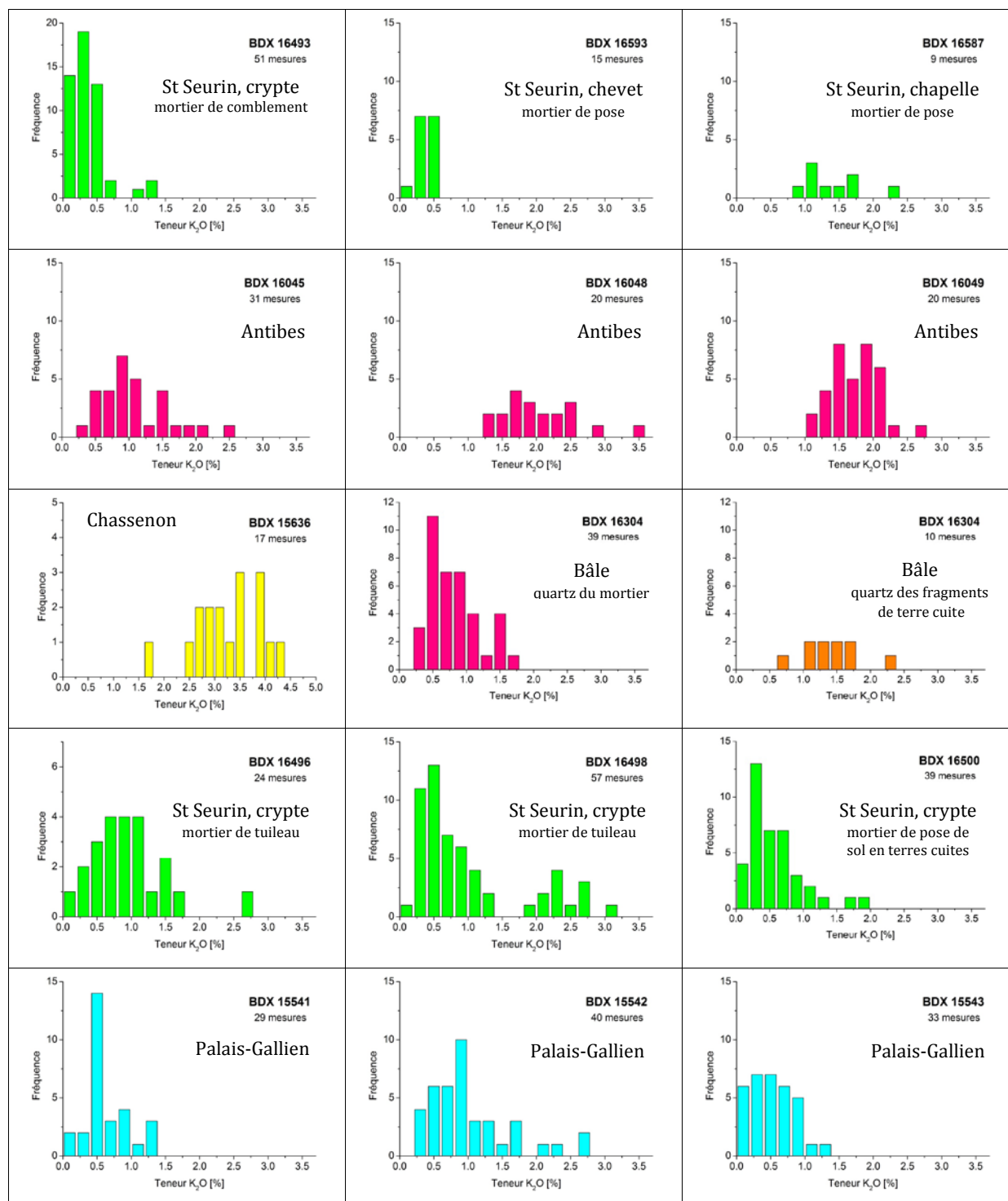


Figure VIII-3 : Histogrammes de distribution du potassium dans les mortiers choisis basés sur les mesures ponctuelles du rayon de 2 millimètres réalisées autour des grains de quartz utilisés pour la datation.

Echantillon	<i>N</i>	<i>K</i> _{min} [%]	<i>K</i> _{max} [%]	<i>K</i> _{moyenne} [%]	<i>s</i> _K [%]	<i>σ</i> _{rel}	<i>K</i> _{gamma} [%]	<i>CaO</i> [%]	<i>I</i> _{βK} [mGy/an]	<i>I</i> _{βK} / <i>I</i> _β	<i>I</i> _{totale} [mGy/an]	<i>I</i> _{βK} / <i>I</i> _{totale}
<i>Antibes</i>												
BDX 16045	31	0.33	3.64	0.98	0.64	0.65	1.43	30	0.74	0.60	1.83	0.41
BDX 16046	-	-	-	-	-	-	1.44	-	-	-	1.75	-
BDX 16047	-	-	-	-	-	-	1.88	-	-	-	2.32	-
BDX 16048	22	1.13	2.86	1.69	0.44	0.26	1.94	-	0.40	0.25	2.12	0.19
BDX 16049	35	0.84	2.30	1.44	0.32	0.22	1.74	26	0.31	0.22	1.92	0.16
<i>Chassenon</i>												
BDX 15636	17	1.48	3.56	2.71	0.55	0.20	2.86	33	0.46	0.12	6.76	0.07
<i>Palais-Gallien</i>												
BDX 15541	29	0.12	1.10	0.53	0.27	0.50	0.85	26	0.34	0.40	1.51	0.22
BDX 15542	40	1.17	2.26	0.85	0.51	0.60	1.13	-	0.54	0.48	1.73	0.31
BDX 15543	33	0.04	1.09	0.43	0.27	0.62	0.80	29	0.39	0.49	1.42	0.28
BDX 15544	-	-	-	-	-	-	0.67	25	-	-	1.31	-
<i>Saint Seurin</i>												
BDX 16492	13	0.11	1.11	0.59	0.41	0.58	0.43	22	0.20	0.39	1.24	0.16
BDX 16493	51	0.03	1.11	0.30	0.23	0.78	0.47	26	0.29	0.49	1.21	0.24
BDX 16496	24	0.12	2.24	0.80	0.46	0.57	0.90	27	0.41	0.32	2.56	0.16
BDX 16498	56	0.07	2.58	0.83	0.66	0.80	0.87	23	0.56	0.38	2.99	0.19
BDX 16500	39	0.09	1.54	0.47	0.33	0.70	0.49	24	0.27	0.34	1.68	0.16
BDX 16592	-	-	-	-	-	-	0.60	54	-	-	1.29	-
BDX 16593	15	0.12	0.46	0.32	0.11	0.33	0.30	62	0.08	0.16	1.00	0.08
BDX 16594	-	-	-	-	-	-	0.30	56	-	-	0.98	-
BDX 16586	-	-	-	-	-	-	1.05	69	-	-	1.76	-
BDX 16587	9	0.68	1.93	1.17	0.38	0.33	1.03	62	0.27	0.26	1.61	0.17
<i>Bâle</i>												
BDX 16304	38	0.27	1.39	0.68	0.31	0.45	0.44	61	0.16	0.28	1.20	0.13
BDX 16293	-	-	-	-	-	-	0.44	79	-	-	1.07	-
BDX 16299	-	-	-	-	-	-	0.55	63	-	-	1.28	-

Tableau VIII-2 : Résultats des mesures de la distribution de la teneur en potassium dans les lames épaisses des mortiers étudiés dans ce travail, effectuées par EDX-MEB. On introduit :

- *n* : nombre de mesures ponctuelles de la teneur en potassium par EDX-MEB
- *K*_{min} : teneur en K la plus basse
- *K*_{max} : teneur en K la plus élevée
- *K*_{moyenne} : moyenne arithmétique de la teneur en K pour le nombre de mesures *n* par EDX-MEB
- *s*_K : écart-type sur la moyenne arithmétique pour le nombre de mesures *n* par EDX-MEB
- *σ*_{rel} : écart-type relatif calculé comme le rapport entre *s*_K et *K*_{moyenne}
- *K*_{gamma} : teneur en K mesurée par spectrométrie gamma
- *CaO* : teneur moyenne en CaO mesurée par EDX-MEB
- *I*_{βK} : variabilité de la dose annuelle β provenant de K en mGy/an calculée d'après $I_{\beta K} = \sigma_{rel} * K_{gamma} * i_K$;
valeur *i*_K égale à 0.7982 (coefficient teneur/dose annuelle ; Guérin *et al.*, 2011)
- *I*_{βK}/*I*_β : variabilité relative de la dose annuelle β provenant de K par rapport à la dose annuelle β totale
- *I*_{totale} : dose annuelle totale
- *I*_{βK}/*I*_{totale} : variabilité relative de la dose annuelle β provenant de K par rapport à la dose annuelle totale

Etant donné que la valeur de la teneur en potassium obtenue par le spectromètre EDX ne comprend pas la correction de la teneur en carbone (respectivement CO₂) et que le spectromètre gamma à bas bruit de fond est plus sensible que le spectromètre EDX en termes de limites de détection, la teneur en potassium (K) déterminée par spectrométrie

VIII. CHAPITRE - Potentialités de la datation des mortiers archéologiques par OSL

gamma est considérée plus juste. En comparant les valeurs moyennes de la teneur en K obtenues par EDX et par spectrométrie gamma (Figure VIII-4), on constate que les teneurs déterminées varient dans le même sens ; l'écart systématique de ces mesures est constant. Nous supposons donc que les teneurs en K mesurées par EDX représentent un indice fiable de la variabilité du potassium dans les mortiers étudiés.

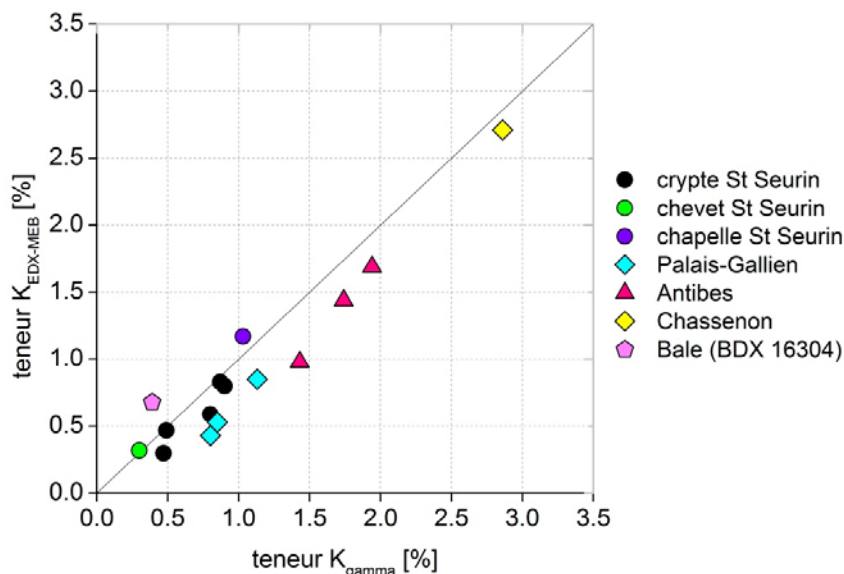


Figure VIII-4 : La teneur en potassium (K) déterminée par spectrométrie gamma en fonction de la teneur en potassium mesurée par EDX-MEB.

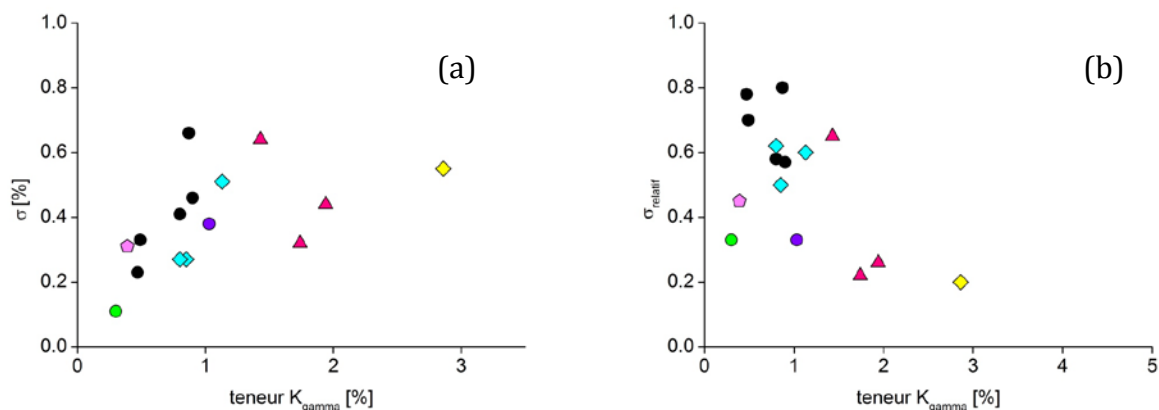


Figure VIII-5 : La teneur en potassium (K) déterminée par spectrométrie gamma en fonction de la variabilité absolue (a - écart-type sur la moyenne arithmétique pour le nombre de mesures n par EDX-MEB) et relatif du potassium (b - écart-type relatif calculé comme le rapport entre s_K et $K_{moyenne}$).

On constate une tendance croissante de l'écart-type de la teneur en K en fonction de la teneur moyenne en K (Figure VIII-5a). L'écart-type relatif de K décroît pour les

teneurs en K plus élevées (Figure VIII-5b). C'est-à-dire que la variabilité relative de K est plus importante pour les mortiers dont la teneur en K est plus faible (par exemple les mortiers du Palais-Gallien - BDX 15541, BDX 15542 et BDX 15543). En revanche, les échantillons particulièrement riches en feldspaths potassiques tels que le mortier de Chassenon BDX 15636 ou les mortiers d'Antibes BDX 16048 et BDX 16049 montrent les écarts-types relatifs en K moins importants. Il faut ici souligner qu'il ne s'agit pas d'une tendance générale. La teneur en K de l'échantillon BDX 16587 est similaire à celle des mortiers du Palais-Gallien, mais l'écart-type relatif en K pour ce mortier est plutôt bas. La différence entre BDX 16587 et les mortiers du Palais-Gallien est dans les dimensions des minéraux portant du potassium. Les échantillons du Palais-Gallien peuvent contenir des feldspaths potassiques de plusieurs millimètres de diamètre, tandis que le diamètre des feldspaths présents dans le mortier BDX 16587 n'excède pas 500 μm . Le potassium est donc réparti de la façon plus homogène dans le mortier BDX 16587.

Le Tableau VIII-2 présente aussi la variabilité relative de la dose annuelle β provenant de K par rapport à la dose annuelle β totale ($I_{\beta K}/I_{\beta}$) et par rapport à la dose annuelle totale ($I_{\beta K}/I_{\text{totale}}$). On va détailler quelques exemples. Les rapports $I_{\beta K}/I_{\beta}$ et $I_{\beta K}/I_{\text{totale}}$ sont basses pour les échantillons BDX 16593 et BDX 16587, ce qui est cohérent avec le fait que ces mortiers semblent homogènes selon l'imagerie beta. Les teneurs en uranium et en thorium pour ces échantillons sont relativement faibles. Les observations renforcent ici notre hypothèse soulevée grâce à l'imagerie beta que ces mortiers de caractère homogène et à grain fin ne sont probablement pas trop affectés par les effets microdosimétriques.

Pour les mortiers BDX 16492 et BDX 16493 la situation est plus compliquée. Mêmes si ces mortiers, aussi à grain fin, semblent homogènes en ce qui concerne la microstructure et la répartition des émetteurs beta⁷, les rapports $I_{\beta K}/I_{\beta}$ et $I_{\beta K}/I_{\text{totale}}$ sont légèrement plus élevés que ceux correspondant selon de nombreux indices aux mortiers grossiers et hétérogènes (BDX 16496, BDX 16498 et BDX 16500). Si la « distinction » entre les mortiers à grain fin et grossier est correcte, un autre facteur important (autre que la variabilité de la teneur en K) qui contribue à la variabilité microdosimétrique des mortiers BDX 16496, BDX 16498 et BDX 16500 est probablement présent. Etant donné que les teneurs en uranium pour ces trois mortiers sont extrêmement élevées, on peut

⁷ BDX 16493 semble homogène selon l'imagerie beta (Figure VIII-1). Pour BDX 16492 on ne dispose pas de ce type d'analyse.

VIII. CHAPITRE - Potentialités de la datation des mortiers archéologiques par OSL

supposer que la répartition de l'uranium va ici avoir un effet significatif sur la variabilité microdosimétrique, qui sera au finale donc plus importante pour BDX 16496, BDX 16498 et BDX 16500 que pour BDX 16492 et BDX 16493.

Pour les mortiers du Palais-Gallien les rapports $I_{\beta K}/I_{\beta}$ et $I_{\beta K}/I_{totale}$ sont relativement élevées. Les teneurs en uranium et en thorium ne sont pas particulièrement hautes. Il est donc possible que pour ces mortiers, la variabilité microdosimétrique est provoquée plutôt par les variations de la teneur en potassium, porté ici essentiellement par des feldspaths potassiques.

Les rapports $I_{\beta K}/I_{\beta}$ et $I_{\beta K}/I_{totale}$ pour le mortier BDX 15636 de Chassenon est assez faible ce qui est expliqué par deux faits. L'impact des variations de la teneur en potassium est moins grand, parce que la dose annuelle environnementale pour cet échantillon est très élevée. En plus, ce mortier est extrêmement riche en uranium, ce qui est aussi un initiateur important de la variabilité microdosimétrique. La même hypothèse peut être soulevée pour les mortiers d'Antibes, sachant qu'en valeurs absolues la dose annuelle et la teneur en uranium sont moins élevées que pour le mortier de Chassenon.

Pour les mortiers d'Antibes, on constate une différence significative entre les rapports $I_{\beta K}/I_{\beta}$ et $I_{\beta K}/I_{totale}$ de l'échantillon BDX 16045 et les deux autres (BDX 16048 et BDX 16049). Cette observation doit être liée à la présence d'un point très radioactif dans l'échantillon BDX 16045 comme constaté dans le sous-chapitre III.2.3.2.

Pour le mortier BDX 16304, les fragments de terre cuite sont visiblement plus riches en potassium (Figure VIII-2) ce qui se reflète dans les teneurs en K_2O généralement plus élevées (Figure VIII-3). Néanmoins, les rapports $I_{\beta K}/I_{\beta}$ et $I_{\beta K}/I_{totale}$ ne semblent pas très importants.

Etant donné que la cartographie par EDX-MEB fournit des informations sur la répartition de la teneur en potassium mais ne permet pas de quantifier des variations des teneurs en uranium et en thorium, il est très difficile d'en tirer des conclusions concernant la variabilité microdosimétrique globale. Cette mesure donne donc seulement une idée de la variabilité minimale de la dose annuelle beta, sachant que l'uranium et le thorium peuvent varier indépendamment. Pour avoir une information plus complète, il faudrait soit mesurer la répartition de l'uranium et du thorium, soit distinguer entre les différents émetteurs beta détectés par l'imagerie beta.

A la différence du potassium, le thorium et l'uranium émettent non seulement du rayonnement beta, mais aussi les particules alpha. Dans les perspectives, une distribution de ces deux radioéléments pourrait être évaluée en utilisant des détecteurs de traces nucléaires à état solide (SSNTD) comme testé par quelques auteurs (Sanzelle *et al.*, 1986 ; Wagner *et al.*, 2005 ; Grainger, 2009). Cela pourrait permettre, par la suite, reconnaître quelles émissions beta correspondent à potassium et si la variabilité microdosimétrique provient principalement du potassium ou aussi des autres radioéléments.

Une autre possibilité est de réaliser une cartographie des lames minces par ICP-MS et obtenir ainsi des informations sur la répartition de tous les trois radioéléments. Ni la première, ni la deuxième variante n'est possible au sein de notre laboratoire au moment où nous écrivons ces lignes, néanmoins il s'agit d'aspects méthodologiques importants et envisageables pour la suite.

VIII.2.4. Dispersion de doses annuelles beta à l'échelle du grain :

IMPLICATIONS POUR LA DATATION

Comparons un exemple d'échantillons facilement datables comme les mortiers d'Antibes et de Chassenon et un exemple de mortiers difficiles à dater comme ceux du Palais-Gallien. Nous constatons que pour les mortiers du Palais-Gallien, les teneurs en K sont moins élevées ($\cong 1$ % contre 2-3 % de K) en raison de la quantité de feldspaths potassiques moins importante. Seulement quelques grains de quartz seront donc localisés proches de minéraux potassiques émettant le rayonnement beta, pendant que le reste de grains restera éloigné. Aussi, les valeurs de la dose annuelle totale sont plus faibles pour le Palais-Gallien (autour de 1.5 mGy/an contre 2 et 6 mGy/an) et ainsi, la contribution relative de la dose annuelle beta provenant de feldspaths potassiques à la dose annuelle totale est plus significative. Par ailleurs, les mortiers du Palais-Gallien sont nettement plus grossiers. Cela implique une distance croissante parmi les grains ou bien une distance plus importante entre la source radioactive et le grain irradié.

Les observations tirées de nos expériences semblent cohérentes avec les conclusions de Guérin (Guérin *et al.*, 2015 ; Maya *et al.*, 2006) qui étudie les effets de la présence de feldspaths potassiques dans les sédiments à la dispersion de doses annuelles beta pour les grains individuels. Il conclut que les variations

VIII. CHAPITRE - Potentialités de la datation des mortiers archéologiques par OSL

microdosimétries sont particulièrement significatives pour des sédiments avec des grains grossiers, lorsque la teneur en potassium est inférieure à 1 % et quand les valeurs de la dose annuelle se trouvent autour de 1 mGy/an ou moins.

Guérin constate aussi que les distributions des doses annuelles beta provenant du potassium sont caractérisées par une asymétrie vers les valeurs élevées et peut être mieux décrite par une fonction log-normale. Cela semble logique car seulement quelques grains sont placés proches des feldspaths, ce qui implique une irradiation importante, alors que la majorité de grains est plus éloignée et par conséquent moins irradiée. La fonction log-normale décrit relativement bien les distributions des doses archéologiques individuelles des mortiers BDX 16045 d'Antibes et BDX 15636 de Chassenon (Figure VIII-6), si on considère que la variabilité microdosimétrique provoquée par le potassium est une seule source de dispersion des doses archéologiques individuelles. Néanmoins, il faut être conscient qu'on ne dispose pas des connaissances concernant la répartition de l'uranium et du thorium pour ces échantillons.

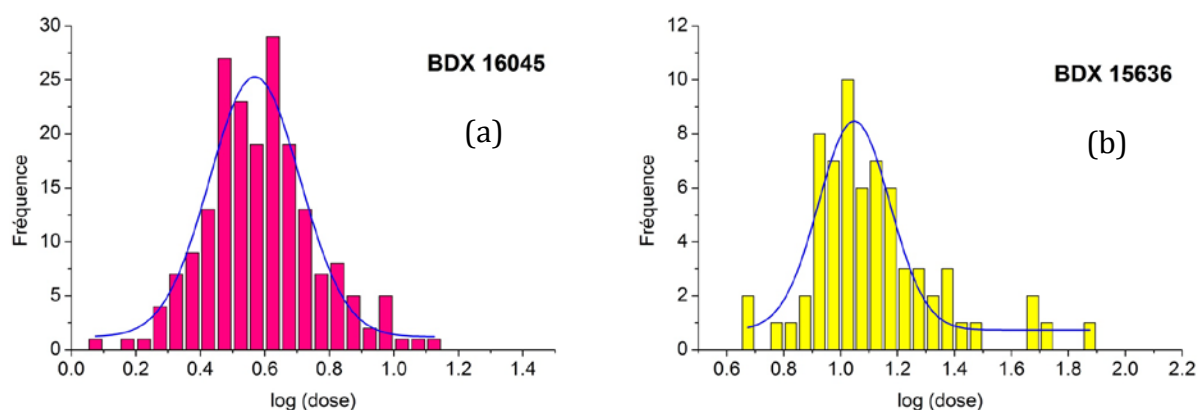


Figure VIII-6 : Représentation des distributions des doses archéologiques individuelles des mortiers d'Antibes (a, BDX 16045) et de Chassenon (b, BDX 15636) après la transformation logarithmique.

Il est aussi possible que même des échantillons globalement bien blanchis contiennent sporadiquement quelques grains mal blanchis. Si on exclut ces grains avec des doses archéologiques élevées, la fonction gaussienne décrit aussi relativement bien les distributions des doses archéologiques individuelles des mortiers mentionnés ci-dessus (Figure VIII-7a et b). Un autre exemple montre que la distribution des doses archéologiques individuelles du mortier BDX 16048 (provenant aussi d'Antibes, Figure VIII-7d) est bien décrite par une fonction gaussienne ainsi que celle du mortier BDX 16304 (Figure VIII-7c).

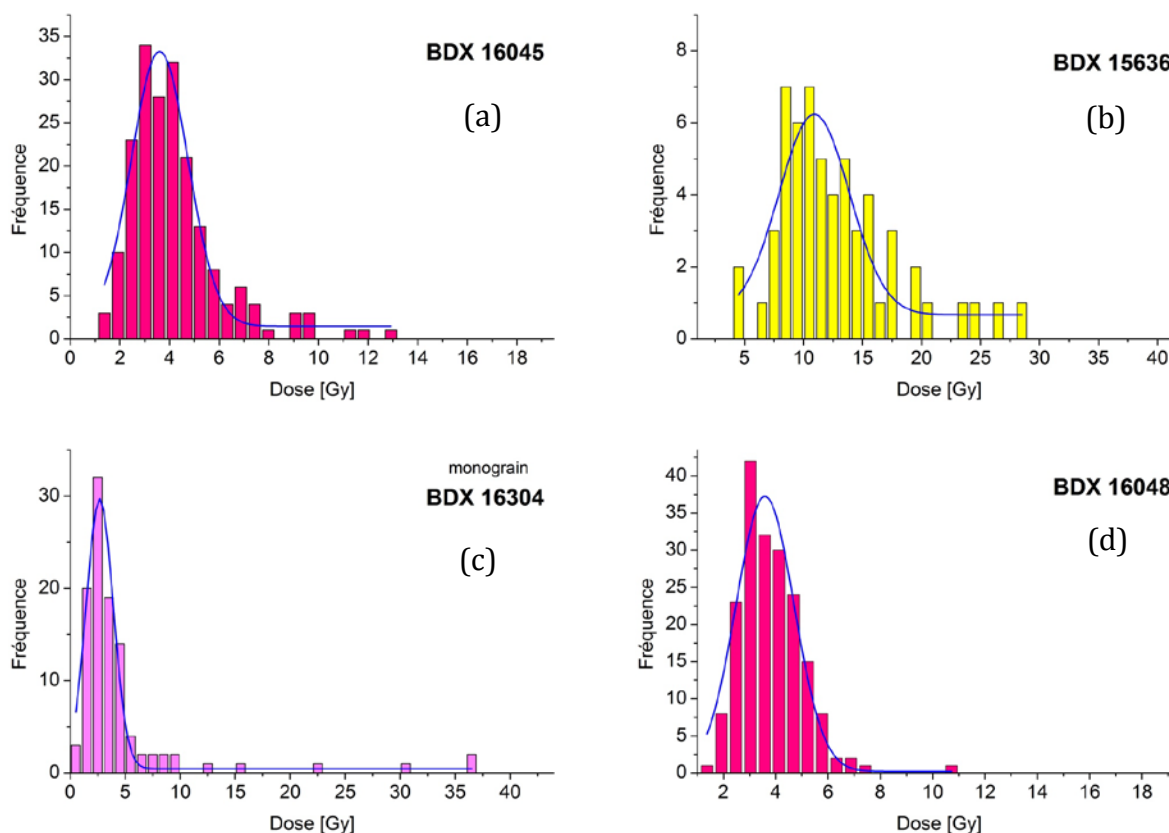


Figure VIII-7 : Représentation des distributions des doses archéologiques individuelles des mortiers d'Antibes (a et d, BDX 16045 et BDX 16048), de Chassenon (b, BDX 15636) et de Bale (c, BDX 16304).

Une discussion concernant la forme des distributions des doses archéologiques individuelles a été abordé par nombreux auteurs (Arnold *et al.*, 2009 ; Thomsen *et al.*, 2012 ; Guérin *et al.*, 2015). Thomsen (Thomsen *et al.*, 2012) examine l'influence des sources de dispersion intrinsèques sur une forme des distributions et déclare que leur résultats ne sont pas dépendant de l'hypothèse concernant une forme des distributions. Guérin (Guérin *et al.*, 2015) constate que les distributions des doses annuelles beta provenant de potassium peuvent être décrit au mieux par une fonction log-normale. Si la variabilité du potassium est la source principale de la dispersion des doses archéologiques, la distribution des doses archéologiques serait donc bien décrite par la fonction log-normale. Mais pour les échantillons bien blanchis dans cet étude, cette tendance n'est pas systématique, probablement parce que le potassium n'est pas le seul radioélément qui contribue à la variabilité des doses annuelles beta.

Pour les échantillons mal blanchis, ce phénomène est encore plus difficile à évaluer car les effets de la microdosimétrie et du mauvais blanchiment se superposent.

VIII. CHAPITRE - Potentialités de la datation des mortiers archéologiques par OSL

L'asymétrie provoquée par le mauvais blanchiment est toujours plus importante que celle induite par la variabilité microdosimétrique. De plus, le faible nombre de grains bien blanchis implique des distributions qui peuvent être décrites par la fonction normale (gaussienne) aussi bien que par la fonction log-normale. Certains modèles de calcul d'âge utilisent une transformation logarithmique avant le traitement des données (CAM, MAM), les autres travaillent directement avec des valeurs des doses archéologiques mesurées (CAM_{unlogged} , MAM_{unlogged} , IEU). Dans ce travail, nous travaillons avec les versions originales des modèles, c'est-à-dire le CAM, le MAM et le critère d'IEU, comme discuté dans le sous-chapitre II.7.

Mortiers bien blanchis

Guérin discute aussi les conséquences de la dispersion de doses annuelles individuelles pour la détermination de la dose archéologique, particulièrement pour les échantillons bien blanchis qui sont affectés par la variabilité microdosimétrique. Tous les modèles d'âge existants appliquent une pondération lors de l'estimation de la dose archéologique afin de saisir la variabilité des incertitudes de mesure des doses archéologiques individuelles. Toutefois, assez souvent (comme documenté par Guérin *et al.*, 2015), la contribution de l'incertitude de mesure à la dispersion des doses archéologiques individuelles est faible à côté de la contribution provenant des variations des doses annuelles beta. Dans le modèle d'âge central, la contribution de la variabilité microdosimétrique est aussi incluse dans le facteur de l'*over-dispersion* et fait donc partie de la pondération. Pourtant, cette dernière ne devrait pas être considérée comme une incertitude, car il s'agit d'une caractéristique naturelle du matériau.

Aussi, dans l'équation d'âge (nous citons toujours Guérin *et al.*, 2015) la dose archéologique est habituellement calculée par une moyenne pondérée des doses archéologiques individuelles, tandis que la dose annuelle résulte de l'application des doses spécifiques annuelles à une mesure physique macroscopique des concentrations en différents radioéléments. Cette mesure physique est équivalente à une moyenne arithmétique de la radioactivité de différents éléments de volume qui décrivent l'échantillon mesuré. Sachant que la moyenne pondérée représentant la moyenne géométrique est plus basse que la moyenne arithmétique, on peut risquer de sous-estimer l'âge de l'échantillon daté. C'est pourquoi Guérin propose d'utiliser la moyenne

arithmétique pour la détermination de la dose archéologique lorsque les effets de la microdosimétrie sont les sources prédominantes de la dispersion des doses archéologiques individuelles dans les échantillons bien blanchis. Dans ce cas-là, des doses archéologiques individuelles doivent avoir des incertitudes voisines et assez faibles, c'est-à-dire que l'incertitude de la mesure doit être inférieure à la variabilité microdosimétrique. Par exemple, si la variabilité microdosimétrique est environ 20 %, il faut limiter les incertitudes des doses archéologiques individuelles à 20 %. Sinon, on affecte trop de poids à des mesures très imprécises qui risquent d'être fausses.

Si on applique cette théorie aux mortiers d'Antibes et de Chassenon qui sont bien blanchis, on constate bien évidemment que les doses archéologiques calculées selon le CAM sont plus basses que celles calculées par la moyenne arithmétique en utilisant la même série des données. En revanche, les âges tombent dans l'intervalle attendu seulement quand la dose archéologique est calculée en utilisant le CAM (Figure VIII-8). Dans les chapitres III-VII, nous avons constaté la croissance des incertitudes absolues en fonction de la dose pour tous les échantillons. Cela explique la surestimation de la dose archéologique en appliquant la moyenne arithmétique. Les incertitudes de mesures pour ces échantillons semblent donc significatives et la contribution provenant des variations des doses annuelles beta ne représente pas la source principale de la dispersion des doses archéologiques individuelles.

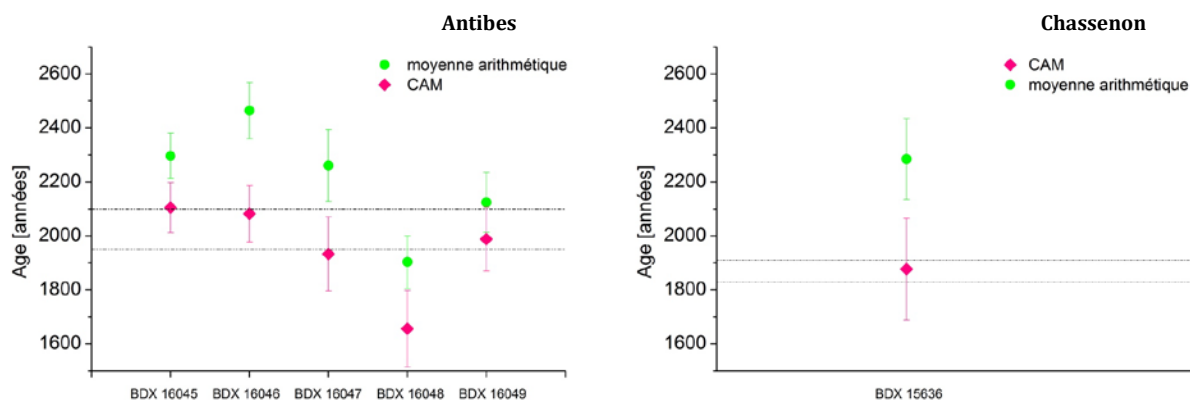


Figure VIII-8 : Comparaison des calculs de la dose archéologique en utilisant la moyenne arithmétique et le modèle d'âge central pour la même série des données. Les limites de l'intervalle de l'âge attendu sont marquées par les lignes pointillées.

Mortiers mal blanchis

Pour les échantillons avec des distributions très dispersées, considérés comme mal blanchis, l'influence des effets microdosimétriques à la détermination de la dose archéologique est nettement plus compliquée à évaluer parce que les effets se combinent avec un problème d'un mauvais blanchiment (et n'oublions pas la variabilité additionnelle). Très peu d'études de datation discutent la variabilité des doses annuelles beta et l'intégration de ce phénomène dans la détermination de la dose archéologique. Cependant, avec l'utilisation de la technique de monograin de plus en plus récurrente, la tendance au cours de dernières années se dirige vers la recherche plus approfondie de ces problématiques (par exemple Martin *et al.*, 2015 ; Guérin *et al.*, 2015 ; Lebrun *et al.*, 2015). Etant donné l'impossibilité de mesurer chacun des grains individuels dans son environnement d'origine et de déterminer rétrospectivement le degré de blanchiment du matériau, la seule alternative reste de s'orienter vers la quantification des effets microdosimétriques. Ici, on peut mentionner par exemple la caractérisation approfondie du matériau par le logiciel DosiVox dont le développement est très récent (Martin *et al.*, 2014 ; Martin *et al.*, 2015), soit la recherche focalisée sur l'utilisation avancée de l'autoradiographie beta avec le traitement d'image obtenue par cette technique (Lebrun *et al.*, 2015). Toutefois, du fait du caractère récent de cette étude, celle-ci n'a malheureusement pas pu profiter de ces implémentations. Les raisonnements concernant la variabilité microdosimétrique restent donc ici qualitatifs, avec la perspective de pouvoir avancer plus loin dans les prochaines années.

VIII.3. Variabilité additionnelle

Le facteur de la variabilité additionnelle σ_a est important parce qu'il permet d'estimer une variabilité minimale attendue parmi les grains au-delà de l'incertitude de mesure. Elle est déterminée par des tests de *recovery* sur les échantillons blanchis artificiellement. Ces échantillons ne sont donc pas affectés ni par le mauvais blanchiment ($\sigma_x = 0$) ni par des effets microdosimétriques ($\sigma_m = 0$). Le concept est basé sur l'hypothèse que les propriétés observées des grains blanchis artificiellement peuvent être transmises aux grains dont on mesure le signal naturel, les deux groupes de grains provenant du même échantillon. La méthode de blanchiment artificiel doit donc simuler le processus de blanchiment naturel.

Dans ce travail, deux méthodes de blanchiment artificiel, comme décrit dans le sous-chapitre II.5.4.1, ont été utilisées. Nous avons constaté l'incohérence dans les résultats des tests de *recovery*, liée à un type de blanchiment artificiel utilisé. Pour trois sites, les tests de *recovery* ont été effectués sur deux groupes de grains blanchis de façon différente. Le quartz des mortiers de Chassenon, du Palais-Gallien et de Saint Seurin a été blanchi artificiellement à la fois au simulateur solaire et aussi dans le lecteur de luminescence. Les rapports de *dose recovery* ont été systématiquement plus élevées quand le blanchiment artificiel a été réalisé au simulateur solaire (sous-chapitre IV.3.1, V.3.1 et VII.3.1). Dans certains cas, le *dose recovery ratio* ne rentrait pas dans l'intervalle 0.9-1.1 considérée habituellement comme la limite de reproductibilité satisfaisante de la mesure. Cependant, pour les grains provenant de mêmes échantillons, mais blanchis artificiellement dans le lecteur de luminescence, la *dose recovery* a été correctement reproduite.

Les différences se reflètent bien dans les valeurs de l'*over-dispersion*. Par exemple pour l'échantillon BDX 15541 (Palais-Gallien) l'*over-dispersion* de tests de *recovery* obtenue est de 23 % pour le blanchiment au simulateur solaire et de 19 pour le lecteur de luminescence, respectivement. Pour l'échantillon BDX 15636 (Chassenon), l'*over-dispersion* est égale à 18 et 5 %. Il peut s'agir donc de différences assez importantes.

En cherchant l'explication de ces différences de comportement, on a dû constater que très peu d'études qui comparent des différentes méthodes de blanchiment artificiel appliquées au même échantillon ont été réalisées ou publiées. Une publication qui teste la dépendance des résultats de tests *recovery* aux conditions de blanchiment est celle de

Choi (Choi *et al.*, 2009). Il faut noter qu'à la différence de Choi, nos expériences ont été réalisées en monograin. Les valeurs de l'*over-dispersion* sont ainsi plus importantes. Choi constate qu'après le blanchiment par les diodes bleues dans le lecteur de luminescence, la dose *recovery* donnée aux échantillons testés était bien reproduite. Au contraire, il observe quelques disparités entre la dose donnée et la dose mesurée après le blanchiment au simulateur solaire. Cette incohérence est, selon son expérience, liée aux changements de sensibilité de quartz provoqués lors de blanchiment dans le simulateur. Même si Choi n'arrive pas à expliquer avec certitude l'origine de ce comportement, il l'attribue à l'action d'une composante ultraviolette du simulateur solaire dont l'effet à courte distance (distance entre le simulateur solaire et l'échantillon étant 40 cm) peut conduire à une intensité d'irradiation plus forte et à l'échauffement du matériau blanchi. Il est possible que la composante ultraviolette de la source du simulateur solaire puisse provoquer le vidage des pièges très profonds. Pendant les tests *recovery*, les électrons provenant de ces pièges peuvent contribuer au signal mesuré, par photo-transfert dans les pièges optiques, et induire donc une augmentation de la dose *recovery*. Néanmoins, une recherche plus approfondie focalisée sur cette problématique serait nécessaire.

Pour résumer, on constate que pour les tests de *recovery* effectués sur des disques de monograin blanchis dans le lecteur de luminescence, le *dose recovery ratio* rentre dans l'intervalle 0.9-1.1 pour la grande majorité des mortiers étudiés. Néanmoins, les observations liées au blanchiment dans le simulateur solaire posent la question de la pertinence du blanchiment artificiel par rapport au blanchiment naturel de nos échantillons. Elles posent également la question de la validité de l'hypothèse de la transmission aux grains naturellement blanchis des dispersions mesurées avec l'éclairage artificiel.

VIII.4. Degré de blanchiment

BIEN OU MAL BLANCHIS ?

Le degré de blanchiment peut contribuer significativement à la dispersion des doses archéologiques individuelles. La question qu'il faut se poser est quelle dispersion indique le bon ou le mauvais blanchiment du mortier, la réponse étant cruciale pour choisir le modèle de calcul d'âge approprié.

L'évaluation visuelle de l'histogramme des doses archéologiques individuelles (aussi par exemple Sim, 2013), bien que ce soit empirique, permet d'en déduire une conclusion immédiatement. En termes généraux, l'asymétrie d'une distribution est positive si la queue de droite (pour les valeurs hautes) est significativement plus longue que celle à gauche. Olley (Olley *et al.*, 1999) propose que la forme de la distribution et le degré de l'asymétrie peuvent être utilisés pour estimer le degré de blanchiment des échantillons. Goedicke (Goedicke, 2002) discute également la relation entre la forme de la distribution et le degré de blanchiment. Il se base sur l'utilisation du coefficient de dissymétrie c qui décrit la déviation de la distribution Gaussienne. Cependant, cette approche ne fonctionne pas bien comme un indice pour l'évaluation des résultats dans son étude. Goedicke l'explique par une faible représentativité statistique de ces données liée au nombre restreint de valeurs dans les distributions. Il faut aussi mentionner que Goedicke analyse ses échantillons en multigrain, et pas en monograin. La forme de ses distributions est donc biaisée.

Bailey et Arnold (Bailey & Arnold, 2006) examinent la même approche statistique pour mesurer l'asymétrie de la distribution. Selon eux, la distribution est « significativement » dissymétrique, si le coefficient de dissymétrie c pondéré est supérieur à 2 écart-types σ_c de zéro, supposant que :

$$c = \sum_i \left\{ w_i \left(\frac{D_{ei} - \bar{D}_e}{s_{De}} \right)^3 \right\} \left(\frac{1}{\sum_i w_i} \right) \quad (\text{Équation 19}) \quad \text{où} \quad w_i = \frac{1}{\frac{\sigma_{Dei}}{D_{ei}}} \quad (\text{Équation 20})$$

σ_{Dei} étant un écart-type de la dose archéologique individuelle et s_{De} un écart-type de la distribution des doses archéologiques individuelles. Si $-2\sigma_c \leq c \leq 2\sigma_c$ pour :

VIII. CHAPITRE - Potentialités de la datation des mortiers archéologiques par OSL

où $\sigma_c = \sqrt{\left(\frac{6}{n}\right)}$ (Équation 21)

où n est égale à nombre de mesures, l'échantillon est considéré bien blanchi et la dose archéologique peut être calculée selon le modèle d'âge central. Thomsen constate que la valeur calculée du coefficient de dissymétrie pondéré c est très dépendante de la pondération utilisée. Quand la pondération par l'inverse de la variance est utilisée, le coefficient de dissymétrie c pondéré calculé rentre presque toujours dans la limite. En utilisant ce type de pondération, la majorité des échantillons serait donc considérée bien blanchis. Selon nos expériences, l'utilisation de ce critère et de la pondération proposée par Bailey et Arnold n'a pas été en accord avec nos conclusions. Selon les résultats suivant cette procédure (Tableau VIII-3, 3^e colonne), les mortiers d'Antibes n'ont pas été considérés bien blanchis. Pourtant, l'ensemble des cinq mortiers d'Antibes a donné des résultats très cohérents avec la chronologie de référence en utilisant le modèle d'âge central.

Site	Echantillon	C	$\pm 2\sigma_c$	Dose attendue [Gy]	Min [Gy]	Max [Gy]	R_{\min}	R_{\max}	R_{\max}/R_{\min}	OD [%]
Antibes	BDX 16045	0.77	0.34	3.70	1.14	8.46	3	2	0.7	31
	BDX 16046	0.50	0.36	3.55	1.00	10.88	4	3	0.9	31
	BDX 16047	8.83	0.38	4.70	1.18	11.84	4	3	0.6	43
	BDX 16048	0.33	0.38	4.30	1.65	9.76	3	2	1.9	27
	BDX 16049	5.46	0.40	3.85	1.69	12.74	2	3	1.5	36
Chassenon	BDX 15636	2.42	0.30	12.65	4.74	28.38	3	2	0.8	45
Palais-Gallien	BDX 15541	1.74	0.22	2.87	1.78	187.20	2	65	40	121
	BDX 15542	1.05	0.28	3.29	1.60	163.27	2	50	24	129
	BDX 15543	1.37	0.23	2.70	1.84	270.51	1	100	68	148
	BDX 15544	-0.04	0.18	2.49	1.35	267.46	2	107	58	144
St Seurin	BDX 16492	4.20	3.76	1.26-1.94	1.09	79.62	1-2	32-54	14	129
	BDX 16493	0.40	0.36	1.09-1.82	1.06	91.92	1-2	51-84	29	128
	BDX 16496	1.56	0.66	4.09	3.57	179.62	1	44	38	96
	BDX 16498	1.31	0.50	4.78	2.90	188.61	2	39	24	106
	BDX 16500	2.13	0.50	1.51-2.52	1.27	108.33	1-2	43-72	22	117
	BDX 16592	-0.02	0.32	0.90	0.79	147.66	1	164	144	136
	BDX 16593	1.14	0.40	0.74	0.65	151.03	1	204	179	148
	BDX 16594	1.25	1.12	0.69	0.64	140.94	1	204	189	134
	BDX 16586	1.18	0.56	0.88-1.06	1.07	194.89	1	184-221	186	157
BDX 16587	1.16	0.56	0.81-0.97	1.05	161.81	1	167-200	181	148	
Bale	BDX 16304	4.27	0.24	2.00-2.09	0.55	15.97	4	8	2	48
	BDX 16293	1.76	0.45	1.30-1.84	0.41	4.71	3-4	3	0.6	49
	BDX 16299	0.56	0.43	1.56-2.20	1.06	6.21	1-2	3	1.4	47

Tableau VIII-3 : Différentes approches d'évaluation d'un degré du blanchiment du mortier. On introduit la valeur du coefficient de dissymétrie c , la valeur limite du coefficient c (σ_c), la valeur de la dose archéologique attendue, la valeur minimale (min) et maximale (max) mesurée de la distribution des doses archéologiques individuelles, le rapport entre les valeurs attendues et min (R_{\min}) et entre les valeurs max (R_{\max}) et attendues, et enfin la valeur de l'*over-dispersion* OD en % obtenue en utilisant le CAM.

Dans les distributions des doses archéologiques individuelles correspondant aux échantillons blanchis (Tableau VIII-3 ; Antibes, Chassenon et Bâle), les valeurs les plus élevées varient d'un facteur 2-3 par rapport aux valeurs de la dose archéologique attendue. Le rapport entre la dose archéologique attendue et la valeur la plus petite est entre 1 et 4 pour les mêmes mortiers. En revanche, dans les distributions des doses archéologiques individuelles correspondant aux échantillons mal blanchis (Tableau VIII-3 ; Saint Seurin et Palais-Gallien), les valeurs les plus élevées varient de facteur moyen de 39 à 221 par rapport aux valeurs de la dose archéologique attendue. Ce facteur est égal à 44 pour BDX 16496 et à 39 pour BDX 15543.

Autrement dit, pour les mortiers considérés mal blanchis, on attend une dissymétrie importante et le rapport R_{\min}/R_{\max} se trouve entre 14 et 189 pour les échantillons étudiés. En revanche, ce rapport se trouve autour de 1 à 2 pour les mortiers considérés bien blanchis. Paradoxalement, les distributions des mortiers BDX 16496 et BDX 16498 dont le blanchiment a été absolument insuffisant (sous-chapitre VI.3.2) paraissent moins asymétriques que les autres échantillons mal blanchis en raison d'un mauvais blanchiment qui décale la moyenne vers les doses plus élevées.

Il a été proposé que la valeur de l'*over-dispersion* puisse être utilisée pour évaluer le degré de blanchiment. Les valeurs de l'*over-dispersion* obtenues à partir de CAM sont également résumées dans le Tableau VIII-3. Olley (par exemple Olley *et al.*, 2004) propose de fixer la valeur de 20 % comme le critère de distinction entre les échantillons bien blanchis et mal blanchis. Dans ce travail, les valeurs de l'*over-dispersion* des mortiers considérés bien blanchis pour lesquels le CAM a donné des résultats satisfaisants, étaient comprises entre 27 et 49 % (Tableau VIII-3). Le critère proposé par Olley ne peut pas donc être accepté comme pertinent. Bailey et Arnold (Bailey & Arnold, 2006) constatent également que la valeur de l'*over-dispersion* toute seule ne suffit pas pour distinguer les échantillons bien et mal blanchis. Néanmoins, ils ne refusent pas résolument l'*over-dispersion* comme un indice. Ils constatent que pour les échantillons bien blanchis, la valeur de l'*over-dispersion* n'excède pas (selon des nombreuses simulations réalisées) 50 %, ce qui est en accord avec nos résultats (Tableau VIII-3). Ces 50 % intègrent la variabilité provenant des incertitudes de mesure, la variabilité additionnelle et la variabilité de la dose annuelle. Plus de détails de ces simulations peuvent être trouvés dans leur article de 2006 (Bailey & Arnold, 2006).

VIII. CHAPITRE - Potentialités de la datation des mortiers archéologiques par OSL

Au contraire, pour les mortiers mal blanchis étudiés dans ce travail, la valeur de l'*over-dispersion* est toujours supérieure à 100 % (Tableau VIII-3). L'*over-dispersion* des échantillons naturels est la combinaison des effets d'un mauvais blanchiment et de la microdosimétrie, sachant que même si pour cette dernière, a priori il n'existe pas de limite évidente comme déclaré par Guérin (Guérin *et al.*, 2015), les différences de 100 Gy entre deux valeurs archéologiques individuelles de même échantillon (comme constaté pour les mortiers de Palais-Gallien et de Saint-Seurin) peuvent difficilement être provoquées par les variations des doses annuelles beta dans le cas de mortier dont l'âge n'excède pas 2000 ans et dont la granulométrie est limitée par sa nature.

VIII.5. Détermination de la dose archéologique

CHOIX DES APPROCHES PERTINENTES

VIII.5.1. Mortiers bien blanchis

Les mortiers bien blanchis proviennent de château Grimaldi d'Antibes, de thermes *Longeas* de Chassenon et des différentes structures de la crypte de la cathédrale de Bâle. Il s'agit de mortiers de l'époque gallo-romaine et de l'Antiquité tardive. La dose archéologique de ces échantillons a été déterminée en utilisant le modèle d'âge central et les résultats obtenus sont en très bon accord avec les dates de référence pour sept parmi les neuf mortiers datés.

Pour ces sept échantillons analysés en monograin, la valeur de l'*over-dispersion* atteint les valeurs de 27 à 45 % (Figure VIII-4). Considérons la variabilité microdosimétrique σ_m comme un seul facteur extrinsèque qui contribue à la dispersion de doses, la variabilité liée au mauvais blanchiment σ_x étant zéro. Ainsi : $\sigma^2 = \sigma_m^2 + \sigma_a^2$

Site	Nom	<i>Over-dispersion</i> [%] (échantillon naturel)		<i>Over-dispersion</i> [%] (échantillon blanchi artificiellement)		<i>Over-dispersion</i> [%] (Contribution de la variabilité microdosimétrique)	
		Tous les grains	< 10 Gy	Simulateur solaire	Lecteur de luminescence	Tous les grains	< 10 Gy
Chassenon	BDX 15636	45	-	18	5	40/27	-
	BDX 16045	31	29	14	-	27	25
Antibes	BDX 16046	31	29	12	-	28	26
	BDX 16047	44	23	8	-	43	21
	BDX 16048	27	26	7	-	26	25
	BDX 16049	32	28	5	-	31	27

Tableau VIII-4 : Valeurs de l'*over-dispersion* obtenues en utilisant le modèle d'âge centrale pour les échantillons naturels et pour les mêmes échantillons blanchis, mais artificiellement.

La différence entre la valeur de l'*over-dispersion* de l'échantillon naturel et de l'échantillon blanchi artificiellement au laboratoire correspondra donc à la contribution de la variabilité microdosimétrique qui se trouvera en moyenne autour de 31 %. Si on exclut 2-4 grains par échantillon qui fournissent des doses élevées (détachés par rapport

VIII. CHAPITRE - Potentialités de la datation des mortiers archéologiques par OSL

au reste de la distribution et probablement correspondant aux grains mal blanchis), la variabilité microdosimétrique pour les échantillons d'Antibes atteint la valeur moyenne de 25 %. Disons donc que la contribution moyenne de la variabilité microdosimétrique à la dispersion des doses archéologiques individuelles pour les mortiers d'Antibes est environ 25 %.

Pour les mortiers de Bâle, l'âge de l'échantillon BDX 16299 qui est censé être contemporain à BDX 16293 est probablement surestimé à cause des effets de moyennage résultant de l'utilisation de la technique de multigrain.

La datation de l'échantillon BDX 16304 (Bâle) conduit aussi à un résultat surestimé. Ici, la surestimation de l'âge est liée au caractère particulier du mortier qui contient des fragments de terre cuite. Il est possible que plus grande proportion de grains luminescents proviennent probablement de la terre cuite (à cause de la chauffe). Si les grains qui donnent le signal d'OSL proviennent de la terre cuite, leur dose annuelle risque d'être supérieure à celle déduite de la spectrométrie gamma, car les terres cuites, selon l'image beta, sont plus radioactives que le reste du mortier et contiennent, selon les observations en EDX-MEB plus de potassium. Cette incohérence conduit à une surestimation de la dose archéologique pour le mortier BDX 16304. Cet échantillon montre l'importance de caractérisation préalable de mortier pour l'interprétation des résultats.

VIII.5.2. Mortiers mal blanchis

Les mortiers mal blanchis proviennent de l'amphithéâtre Palais-Gallien et de différentes structures de la basilique Saint Seurin. La dose archéologique de ces échantillons a été calculée en utilisant les modèles d'âge minimal MAM-3 et MAM-4 et le critère d'IEU.

Quand la distribution des doses archéologiques individuelles indique un mauvais degré de blanchiment de mortier, la difficulté principale est la sélection de grains bien blanchis. Afin d'estimer la variabilité attendue parmi les grains bien blanchis, on s'est basé sur des estimations de la variabilité additionnelle et de la variabilité microdosimétrique décrits précédemment (sous-chapitre VIII.2 et VIII.3). Pour les échantillons qui ne montraient aucune hétérogénéité des émissions beta selon les résultats de l'autoradiographie, la valeur attendue parmi les grains bien blanchis a été prise égale à la variabilité additionnelle déterminée par des tests de *recovery* (entre 7

et 14 %). Pour les mortiers hétérogènes, il n'est pas actuellement possible de quantifier la contribution de la variabilité microdosimétrique (comme discuté dans le sous-chapitre VIII.2). On soulève donc une hypothèse que pour ces mortiers, la variabilité attendue entre les grains bien blanchis sera plus élevée que l'*over-dispersion* déterminée par des tests de *recovery*.

Les solutions trouvées pour les modèles MAM-3 et MAM-4 n'ont pas donné des résultats satisfaisants avec nos échantillons. Les doses archéologiques obtenues à partir de MAM-3 et de MAM-4 sont plus élevées que celles de critère d'IEU pour les valeurs de σ_b entre 0 et 20 % et entre 0 et 30 %, respectivement. Une tendance de MAM-3 de surestimer des doses archéologiques pour les échantillons jeunes et peu sensibles (faible proportion de grains donne le signal), même si elle est légère, a été déjà observée (Sim *et al.*, 2013 ; Medialdea *et al.*, 2014). Dans certains cas, nous avons constaté l'impossibilité d'ajuster correctement les données analysés. Il s'agissait surtout du paramètre p , le pourcentage de grains bien blanchis. Ainsi, la dose archéologique n'a pas pu être calculée en utilisant ces modèles, comme constaté aussi par d'autres auteurs (par exemple Sim *et al.*, 2013).

Le critère d'IEU s'est montré beaucoup plus convaincant pour les échantillons homogènes au niveau de la microdosimétrie, c'est-à-dire pour les valeurs de σ_b entre 0 et 15 %. Sim (Sim *et al.*, 2013) et Medialdea (Medialdea *et al.*, 2014) ont également constaté une bonne cohérence des résultats obtenus en utilisant de critère d'IEU avec des données de référence pour les séries d'échantillons jeunes d'âge maximal des centaines d'années. Pour les valeurs de σ_b supérieures à 20 % et à 30 %, le critère d'IEU fournit des doses archéologiques plus élevées que le MAM-3 et le MAM-4, respectivement. Le résultat de calcul de la dose archéologique suivant ce critère est, bien évidemment, dépendent de la valeur choisie pour la variabilité attendue parmi les grains bien blanchis σ_b comme il a été constaté dans les sous-chapitres V.3.2 et VII.3.2. La dose archéologique attendue se trouve autour de 1 Gy pour les mortiers du chevet et de la chapelle de Saint Seurin, entre 2 et 5 Gy pour les mortiers de la crypte de Saint Seurin et entre 2.5 et 3 Gy pour ceux du Palais-Gallien.

Pour les échantillons du chevet et de la chapelle de Saint Seurin, la différence maximale entre la dose archéologique calculée pour σ_b la plus basse ($\sigma_b = 0$ %) et la plus élevée ($\sigma_b = 50$ %) pour la même série de données est 1.1 Gy (c'est-à-dire 100 % de la

VIII. CHAPITRE - Potentialités de la datation des mortiers archéologiques par OSL

dose archéologique attendue). Pour les mortiers de la crypte de Saint Seurin et du Palais-Gallien, cette différence est égale à environ 1-1.7 Gy (c'est-à-dire entre 25 et 50 % de la dose archéologique attendue). L'estimation correcte de la variabilité attendue parmi les grains bien blanchis est donc cruciale. La discussion suivante est donc basée sur les résultats du calcul de la dose archéologique en utilisant le critère d'IEU.

Les mortiers de la chapelle Notre-Dame de la Rose de Saint Seurin ne montrent pas de variabilité microdosimétrique importante, ce qui est renforcé par le fait qu'il s'agit de mortiers à grains très fins. En utilisant le critère d'IEU et la variabilité attendue parmi les grains bien blanchis égale à l'*over-dispersion* obtenue à partir de tests de *recovery*, on obtient des doses archéologiques surestimées de 10 à 30 %, ce qui produit une surestimation des âges attendus d'environ de 150 années. Seulement 4 et 5 grains ont été pris en compte pour le calcul de la dose archéologique. Ici, la surestimation d'âge est donc clairement liée au mauvais blanchiment du matériau où environ 90 % de grains ne portent pas l'information chronologique recherchée.

Les mortiers BDX 16492 et BDX 16493 de la crypte de Saint Seurin et les mortiers du chevet (BDX 16592, BDX 16593 et BDX 16594) ne sont pas non plus affectés par une variabilité microdosimétrique importante et la procédure de la détermination de la dose archéologique est donc identique avec celle décrite ci-dessus. Pour BDX 16492 et BDX 16493, même s'il s'agit de mortiers mal blanchis avec des distributions de doses archéologiques individuelles dispersées, 50 % de grains donnent des doses archéologiques inférieures à 5 Gy et entre 30 et 40 % de grains sont pris en compte dans le calcul de la dose archéologique suivant le critère d'IEU. Les résultats obtenus pour ces deux mortiers en utilisant le MAM-3 sont aussi très cohérents avec ceux du critère d'IEU. Les dates obtenues pour ces échantillons sont donc considérées comme fiables.

Les mortiers du chevet sont moins bien blanchis et la proportion de grains prise en compte pour le calcul de la dose archéologique s'étend entre 10 et 20 %. Les résultats suivant le critère d'IEU sont satisfaisants pour le échantillon BDX 16592 et légèrement surestimés pour BDX 16593 et BDX 16594.

Les mortiers de la crypte de Saint Seurin BDX 16496 et BDX 16498 sont très mal blanchis. Il s'agit de mortiers grossiers et hétérogènes du point de vue de la microdosimétrie. En prenant en compte la variabilité attendue parmi les grains bien blanchis égale à 50 %, on obtient une dose archéologique surestimée.

Le mortier de la crypte de Saint Seurin BDX 16500 est aussi affecté par des variations microdosimétriques importantes, mais le degré de blanchiment semble assez bon, similaire aux BDX 16492 et BDX 16493. En utilisant la variabilité attendue parmi les grains bien blanchis égale à 30 %, on obtient une dose archéologique ou respectivement l'âge cohérent avec la construction du mausolée antique.

Les mortiers de Palais-Gallien sont affectés également par le mauvais blanchiment et par les effets microdosimétriques. En prenant la variabilité attendue parmi les grains bien blanchis de 20 %, on obtient une dose archéologique surestimée. Quand cette valeur est prise égale à 15 %, les doses archéologiques et donc, les âges, sont assez proches des valeurs attendues. Les résultats impliquent la nécessité de quantifier la variabilité microdosimétrique.

Dans le cas du Palais-Gallien, on constate une disparité. Les mortiers sont affectés par les effets microdosimétriques illustrés par l'autoradiographie beta. On peut donc supposer que la variabilité attendue parmi les grains bien blanchis pour les échantillons naturels sera plus élevée que la variabilité additionnelle déterminée par des tests de *recovery*. Mais, cela n'est pas le cas puisque l'*over-dispersion* obtenue à partir des tests de *recovery* effectués sur les grains blanchis au simulateur solaire se trouve autour de 20 %. On aborde ici encore les incohérences provenant de différentes méthodes de blanchiment, déjà constatés précédemment. Par exemple pour l'échantillon BDX 15541 (Palais-Gallien) l'*over-dispersion* de tests de *recovery* obtenue est de 23 % pour le blanchiment au simulateur solaire et de 19 pour le lecteur de luminescence, respectivement. Pour l'échantillon BDX 15636 (Chassenon), l'*over-dispersion* est égale à 18 et 5 %. Il peut s'agir donc de différences assez importantes et il est possible que l'*over-dispersion* de tests de *recovery* obtenue pour les grains blanchis dans le lecteur de luminescence pour les échantillons du Palais-Gallien serait moins élevée que ce qu'on a obtenu. La variabilité attendue parmi les grains bien blanchis pourrait ainsi être égale à 15 %, ce qui correspondrait aux doses archéologiques ou bien aux âges attendus, comme il a été déjà mentionné. Dans ce cas-là, les variations des doses annuelles beta à cause des effets microdosimétriques seraient moins importantes pour les mortiers du Palais-Gallien que par exemple pour le mortier BDX 16500 de la crypte de Saint Seurin. Cela est possible, étant donné que la teneur en uranium pour le mortier BDX 16500 est beaucoup plus élevée que celle des mortiers du Palais-Gallien. Comme on a proposé précédemment, la variabilité de l'uranium contribue donc probablement plus à la

VIII. CHAPITRE - Potentialités de la datation des mortiers archéologiques par OSL

variabilité microdosimétrique dans le cas des mortiers de tuileau. Alternativement, il est possible que la variabilité attendue parmi les grains bien blanchis pour les mortiers du Palais-Gallien soit tout simplement plus élevée que la valeur de 20 % proposée. Dans ce cas-là, on surestime la dose archéologique ou bien l'âge des mortiers du Palais-Gallien, parce que ces mortiers sont mal blanchis. Néanmoins, comme il a été déjà évoqué, les raisonnements concernant la variabilité microdosimétrique restent ici qualitatifs, avec la perspective de pouvoir avancer plus loin dans les prochaines années.

Pour compléter notre discours, on mentionne les autres approches proposées dans des différents contextes pour la détermination de la dose archéologique des échantillons mal blanchis. Parmi les méthodes moins sophistiquées, on aborde *the lowest 5 %* (Olley *et al.*, 1998), *the leading edge method* (Lepper *et al.*, 2002) et *the probability plot* (Thomsen, 2004). Aucune de ces approches ne prend pas directement en compte des incertitudes des doses archéologiques individuelles. Ensuite, on discute la fiabilité de *the decision tree* le processus de choix parmi différents modèles proposé par Bailey (Bailey & Arnolds, 2006).

La méthode *the lowest 5 %* (Olley *et al.*, 1998) conduit à des résultats sous-estimés pour la majorité des échantillons (Thomsen, 2004). Comme constaté par Bailey (Bailey & Arnolds, 2006), seulement dans quelques situations très spécifiques concernant des échantillons très jeunes et très mal blanchis, cette approche peut donner des doses archéologiques correctes.

Leading-edge méthode (Lepper *et al.*, 2002) consiste à une détermination de la dose archéologique à partir d'un histogramme où la largeur de l'intervalle correspond au médian de la distribution des incertitudes des doses archéologiques individuelles. Bien évidemment, cette approche peut être appliquée, à la limite, aux données de multigrain où la dispersion des incertitudes n'est pas très importante, mais rien ne justifie l'utilisation de cette méthode aux séries des données de monograin où les incertitudes des doses archéologiques individuelles sont très hétérogènes.

La procédure connue comme *the decision tree* (Bailey & Arnolds, 2006), désignée pour choisir parmi le CAM, le MAM-3, le MAM-4 et « *the lowest 5 %* » le modèle qui va fournir une meilleure estimation de la dose archéologique, n'a pas bien fonctionné pour les échantillons étudiés dans ce travail. Comme il a été déjà évoqué, le premier critère déterminant de la procédure, le coefficient d'asymétrie classe presque tous les échantillons comme mal blanchis malgré le fait que pour certains entre eux l'utilisation

de CAM a conduit aux doses archéologiques très cohérentes avec des données de référence. Selon le deuxième critère, si la valeur de l'*over-dispersion* est supérieure à 100 %, la meilleure estimation de la dose archéologique est obtenue en utilisant « the lowest 5 % ». Comme on a vu précédemment, cela ne correspond pas aux résultats obtenus.

Parmi les nombreuses procédures de calcul de la dose archéologique, on constate qu'on obtient les meilleurs résultats en appliquant le critère d'IEU. Le critère d'IEU s'est montré d'être le plus adapté pour les échantillons étudiés dans ce travail.

Une approche alternative de l'analyse des distributions des doses archéologiques individuelles est en cours de test par Guibert (Guibert *et al.*, 2014). Elle a été présentée publiquement pour la première fois au colloque LED 2014 à Montréal (Guibert *et al.*, 2014). L'idée est de partir des phénomènes physiques de base et de remonter à la distribution des doses archéologiques individuelles. Selon Guibert, un grain individuel i possède une dose D_i qui est la somme de la dose acquise depuis la fabrication du mortier et de la dose résiduelle à l'issue de l'opération R_i selon :

$$D_i = A_i \cdot t + R_i \quad (\text{Équation 22})$$

où A_i représente la dose annuelle du grain i et t l'âge archéologique du mortier.

La question la plus délicate est de modéliser la distribution des doses résiduelles R_i de la collection de grains extraits du mortier qui ont donc subi les différentes étapes anthropiques d'extraction des sables de la source sédimentaire, transport, éventuellement stockage, brassage et mélange avec la chaux et l'eau, pose du mortier dans la maçonnerie. Pour cela, il s'agit de modéliser l'exposition à la lumière d'un ensemble de grains à partir d'une analyse de dénombrement. Ainsi, on peut assimiler le processus de mélange des composantes du mortier par une action probabiliste élémentaire. Elle consiste pour chaque événement élémentaire à exposer un grain de sable à une exposition infinitésimale et de le remettre par la pensée dans le stock de grains et ainsi de suite. Au bout du compte à l'issue d'un processus de durée finie, on propose de déterminer quelle est la loi de distribution des grains en fonction de l'exposition globale à laquelle ils ont été soumis. Pour le moment, il s'agit d'une conjecture, mais en l'attente d'une démonstration mathématique plus poussée, Guibert part de l'hypothèse que la distribution suit une loi exponentielle décroissante en

VIII. CHAPITRE - Potentialités de la datation des mortiers archéologiques par OSL

fonction de l'exposition (la distribution $dN/d\phi$ est proportionnelle à $\exp(-k\phi)$). La dose résiduelle dépend de l'éclairement global et de l'état initial du sédiment (c'est-à-dire de la dose géologique accumulée au moment de l'extraction du sédiment par les bâtisseurs), ainsi que de la loi de croissance de l'OSL avec la dose, que Guibert a assimilée pour le moment à une exponentielle saturante, avec une dose de saturation constante pour tous les grains.

Pour que la reconstruction soit complète il faut par la suite modéliser la dose annuelle individuelle, ce que Guibert obtient actuellement en considérant que la distribution de la dose annuelle est log-normale et est alors caractérisée par sa valeur moyenne (celui de la dose annuelle mesurée selon les méthodes usuelles) et un écart-type relatif de distribution ajustable.

Cette approche, par un jeu de paramètres au nombre limité et ajustables par l'opérateur (dose géologique initiale, facteur de flux, dose annuelle, dispersion relative de la dose annuelle et âge) permet de reconstruire les distributions observées avec un bon degré de fidélité et également de corriger les doses archéologiques de la dose résiduelle. Un prototype de calcul a été élaboré. Celui-ci, testé sur les distributions de doses obtenues avec les échantillons étudiés dans ce travail permet une approche affinée et les âges recalculés concordent avec les valeurs attendues, aux incertitudes près liées à la précision des mesures et bien entendu aux choix effectués. Une publication est en préparation.

Par rapport aux autres approches (MAM, IEU etc.) Guibert (Guibert *et al.*, 2014) ne fait pas l'hypothèse qu'il existe un groupe de grains bien blanchis, mélangés à des grains mal blanchis qui seraient venus polluer la bonne distribution. Selon lui, c'est le processus de brassage des grains qui génère une distribution continue de grains plus ou moins bien blanchis. L'accord global que nous observons doit évidemment être confirmé par une confrontation plus vaste aux données expérimentales.

Conclusion & perspectives

Conclusion & perspectives

L'intérêt de cette étude était d'examiner s'il est possible de dater des mortiers archéologiques par luminescence optiquement stimulée (OSL). C'est-à-dire, de tester, si les grains de sable utilisés comme la charge peuvent être blanchis pendant les opérations qui conduisent à une préparation du mortier de construction et à sa pose dans la maçonnerie. Les différents travaux qui ont été conduits au cours de cette thèse apportent une démonstration de la méthode et prouvent donc de manière évidente la validité de celle-ci. Même si la méthode n'est pas utilisable pour tous les mortiers, on montre que dans de nombreux cas, elle peut produire des dates fiables.

Etant donné le caractère relativement innovant de l'application d'OSL aux mortiers, les besoins de développements méthodologiques nécessitaient de commencer la recherche en datant des édifices de référence dont la chronologie est connue. Leur choix consistait à varier leur ancienneté et leur position géographique.

On a obtenu des résultats très satisfaisants particulièrement pour les soubassements du château Grimaldi à Antibes et pour les thermes de Chassenon. Les datations sont aussi prometteuses pour le Palais-Gallien à Bordeaux en faisant des hypothèses qui devront être validées par la suite. La datation de monuments gallo-romains est donc plutôt réussie.

Dans le cas d'Antibes, les conclusions archéologiques sont basées sur des considérations hypothétiques en raison d'un nombre restreint de données. Grâce à la cohérence des dates d'OSL des mortiers et des dates de l'archéomagnétisme des briques, les conclusions archéologiques sur l'ancienneté de la maçonnerie ont été validées.

Toutefois, on est conscient du fait que dans la majorité des cas, la chronologie des monuments gallo-romains s'établit souvent à partir de données assez exactes, plus précises que l'intervalle chronologique déterminé par luminescence. L'intérêt principal de la présence de ces monuments dans le corpus des édifices étudiés est méthodologique. L'ancienneté des structures gallo-romaines d'environ 2000 ans permet d'obtenir des signaux d'OSL plus intenses que s'il s'agissait des maçonneries médiévales. La datation des structures gallo-romaines permet donc d'acquérir la première expérience méthodologique qui est ensuite applicable aux datations des maçonneries plus récentes. Aussi, la chronologie bien établie pour ces édifices a permis d'évaluer la fiabilité de nos résultats.

Cependant, les apports considérables de la datation de mortiers par OSL pour l'archéologie du bâti vont concerner des monuments pour lesquels aucune source écrite

n'existe ou dont la chronologie peut difficilement être établie à partir des observations basées sur les comparaisons des formes architecturales et des éléments décoratifs. Il va donc s'agir essentiellement de monuments construits au Haut Moyen Âge, dans une période d'instabilité et hétérogénéité des tendances culturelles ce qui se reflète non seulement dans la diversité de l'architecture, contrairement à l'arrivée d'un style roman et gothique, mais aussi, les structures du Haut Moyen Age sont souvent modifiées par une reconstruction. Dans ce contexte, le potentiel de la méthode a été démontré pour la première fois dans le cas de la crypte Saint Seurin surtout par les datations des échantillons BDX 16492 et BDX 16493. Les recherches autour de ces vestiges soulignent l'importance des approches interdisciplinaires pour aboutir à une meilleure compréhension de l'histoire et des transformations du monument à travers les siècles.

La contribution est moins marquante pour les échantillons de Bâle, où le monument se trouve dans la région dont les ressources géologiques ne semblent pas être adaptées pour jouer un rôle des dosimètres naturels. Indépendamment du fait que trois de cinq types de mortiers testés n'ont pas donné de signal en OSL, un échantillon BDX 16293 a pu être daté au début du Haut Moyen Âge. Mais, en raison d'une faible intensité de signal et l'impossibilité d'analyser cet échantillon en monograin, l'incertitude associée à l'âge est assez élevée impliquant un intervalle chronologique assez large.

Le cas des cinq types de mortier de la cathédrale de Bâle indique qu'il y a un lien entre l'origine géologique du sédiment servant de la charge pour préparer le mortier et ses capacités à être daté par OSL. La qualité des résultats semble être dépendante de la composition minérale du granulat. De ce point de vue, on envisage pour la suite, la recherche concernant les propriétés du sédiment initial utilisé pour la préparation du mortier ce qui permettrait d'estimer les apports potentiels de la datation des mortiers par OSL pour le monument concret ou pour les monuments provenant de la même ville où région. La recherche de l'origine du sable ajouté à la chaux suppose de prospecter les zones potentielles d'extraction et d'échantillonner le sédiment naturel afin de le comparer à celui que l'on retrouve dans le mortier du point de vue de la pétrochimie et des propriétés d'OSL. Au-delà des aspects purement méthodologiques de la datation, caractériser les ressources anciennes contribue directement à la connaissance de l'économie d'un chantier antique ou médiéval.

Conclusion & perspectives

Les dates obtenues sont relativement satisfaisant aussi pour les mortiers du chevet de Saint Seurin. Les mortiers de la chapelle de Notre-Dame de la Rose de Saint Seurin représentent le cas où le matériau ne contient pas l'information chronologique recherchée par OSL, au contraire des mortiers gallo-romains étudiés dans ce travail. Mais ici, il s'agit de mortiers de la même ville ou aussi du même monument et qui donnent cependant un signal en OSL. Le problème n'est donc pas lié à un manque de sensibilité du matériau à une stimulation optique, mais à un degré de blanchiment insuffisant. Cela fait penser aux différences des techniques de préparation de mortiers dans les différentes périodes de la même région et leur relation avec la probabilité que les mortiers soient bien blanchis. Le nombre d'échantillons testés dans ce travail est insuffisant pour en tirer des conclusions plus générales et seulement une analyse d'un nombre de mortiers plus important couplée à une étude plus profonde des techniques de construction pourrait en révéler davantage. Dans ce contexte, il serait intéressant d'envisager une expérimentation archéologique sur la préparation de mortier en utilisant le sédiment d'une même source géologique mais en employant des différentes procédures de préparation imitant les techniques historiques.

On pourrait aussi se poser la question si la probabilité que le mortier soit bien blanchi ne serait pas augmentée en prélevant en préférence la partie du mortier à l'interface de la pierre où de la brique, c'est-à-dire à l'endroit qui a certainement été exposé à la lumière quand le mortier a été posé en couches dans la maçonnerie, avant d'avoir été couvert par l'arase des éléments de construction. Evidemment, cela implique une situation compliquée du point de vue de la dose annuelle à la limite de deux environnements avec de radioactivité différente.

Etant donné qu'il peut y avoir des mortiers non datables par OSL, on proposerait donc la stratégie suivante : avant envisager une grande campagne de prélèvements, il est préférable de réaliser un sondage plus petit afin de tester le comportement du matériau en OSL. Si le quartz extrait du mortier donne un signal en OSL, les prélèvements plus importants peuvent être envisagés, en respectant les conditions d'obscurité pendant l'opération de prélèvement. Des lames minces et épaisses de mortier devraient être systématiquement étudiées par la microscopie polarisante, par la microscopie électronique à balayage afin de regarder la répartition du potassium dans un matériau et

par l'autoradiographie beta pour évaluer l'hétérogénéité des irradiations beta à travers l'échantillon. L'ensemble de ces analyses permet de soulever des hypothèses concernant la variabilité microdosimétrique et son effet à la dispersion des doses archéologiques individuelles. Il serait aussi intéressant d'envisager une analyse de lames épaisses des mortiers par la cartographie ICP-MS ou par des détecteurs de traces nucléaires à état solide (SSNTD) et évaluer un apport potentiel de ces méthodes à la méthodologie générale. Ensuite, des grains de quartz peuvent être analysés par OSL monograin.

L'analyse d'OSL de grains individuels est un perfectionnement assez récent des techniques de luminescence qui améliore considérablement les capacités de celles-ci et qui révèle plus de la vraie nature des matériaux analysés auparavant uniquement par la technique de multigrain. Des dispositifs expérimentaux actuels rendent possible une analyse de monograin complètement automatisée, néanmoins, le temps d'analyse et de dépouillement des données reste assez long. Des tendances actuelles consistent à développer des systèmes d'analyses par l'imagerie ce qui permettrait de mesurer des dizaines de grains ensemble avec la possibilité d'obtenir des caractéristiques luminescents du chaque grain séparément. Tel type de procédure pourrait accélérer considérablement la durée d'analyse. Ainsi, un nombre plus important de mortiers serait étudié de manière plus systématique. Un de ces systèmes est mise en place en ce moment au sein du laboratoire IRAMAT-CRPAA, ce qui ouvre des perspectives encourageantes pour le futur.

Une des problématiques principales de ce travail est la détermination de la dose archéologique pour les matériaux mal blanchis. Actuellement, de nombreuses procédures sur la façon d'aborder ce calcul existent, dont le plus adapté semble être le critère d'IEU, proposé pour la première fois par Kristina Thomsen en 2003 (Thomsen *et al.*, 2003). Toutefois, toutes ces approches ont pour objectif de sélectionner des grains bien blanchis. Cette théorie est simplifiée par rapport à la réalité. Est-ce qu'on ne s'approcherait pas plus de la réalité en supposant l'existence d'un seul groupe des grains avec différents degrés de blanchiment ? Il s'agit de l'hypothèse autour laquelle tournent nos raisonnements actuellement.

La détermination de la dose annuelle dans ce travail a suivi la procédure standard, néanmoins, on peut espérer que des approches plus sophistiquées qui se focalisent sur la quantification des effets microdosimétriques (Martin *et al.*, 2015) et qui sont en cours du développement, seront utilisables prochainement.

Grâce à un caractère très exploratoire de ce travail, on a pu constater que l'approche introduite est prometteuse et présente des enjeux considérables pour l'archéologie du bâti, particulièrement pour les périodes du Haut Moyen Âge, ou dans un sens plus large, pour les structures maçonnées où les méthodes plus classiques tels que une étude d'archives et des approches typo-chronologiques ne peuvent pas être employées. Les avancées technologiques actuelles rendent possible l'usage de nouvelles techniques qui élargissent les potentialités de la méthode OSL. Il nous semble donc qu'il est profitable d'investir du temps et de l'énergie dans cette problématique par la suite.

Bibliographie

Adam J. P., 1995. « La construction romaine : matériaux et techniques » 3^{ème} édition. Grands manuels Picard, éditions A. et J. Picard.

Aitken M. J., Tite M. S., Reid J., 1964. « Thermoluminescence dating of ancient ceramics » *Nature*, 202, 1032-1033.

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.

Assoud A., Bel O., Boy J., Leblois T., 2007. « Chemical controlled dissolution of LGS Samples: Comparison with Quartz and GaPO₄ » *Proceedings of Frequency Control Symposium*, 2007 joint with *the 21st European Frequency and Time Forum*, 29/5-1/6/2007, IEEE International , 724 - 728. DOI: 10.1109/FREQ.2007.4319170.

Bailey R. M., Arnold L. J., 2006. « Statistical modelling of single grain quartz De distributions and an assessment of procedures for estimating burial dose » *Quaternary Science Reviews*, 25, 2475-2502.

Bailey R. M., 2001. « Towards a general kinetic model for optically and thermally stimulated luminescence of quartz » *Radiation Measurements*, 33, 17-45.

Bailiff I., Holland A., 1999. « Dating bricks of the last two millennia from Newcastle upon Tyne: a preliminary study » *Radiation Measurements*, 32, 615-619.

Banerjee D., Bøtter-Jensen L., Murray, A., 2000. « Retrospective dosimetry: estimation of the dose to quartz using the single-aliquot regenerative-dose protocol » *Applied Radiation and Isotopes*, 52, 831-844.

Basel L., 2012. « Databilité des mortiers par luminescence optiquement stimulée : une étude du Palais-Gallien à Bordeaux » *Mémoire de maîtrise*, Université Bordeaux Montaigne, France.

Baxter M. S., Walton A., 1970. « Radiocarbon dating of mortars » *Nature*, 225/5236, 937-938.

Berger G. W., 2010. « Estimating the error in equivalent dose values obtained from SAR » *Ancient TL*, 28/2, 55-66.

Berger R., 1992. « ¹⁴C dating mortar in Ireland » *Radiocarbon*, 34/3, 880-889.

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.

Blain S., 2009. « Les terres cuites architecturales du haut Moyen Âge dans le nord-ouest de la France et le sud-est de l'Angleterre » *Thèse de doctorat*, Université Bordeaux Montaigne, France et University of Durham, Royaume Uni.

Blain S., Guibert P., Bouvier A., Vieilleveigne E., Bechtel F., Sapin C., Baylé M., 2007. « TL-dating applied to building archaeology : The case of the medieval church Notre-Dame-sous-Terre (Mont-Saint-Michel, France) », *Radiation Measurements*, 42, 2007, 1483-1491.

Bouvier A., 2011. « Production et utilisation des terres cuites architecturales au début du Haut Moyen Age: apport de la chronologie par luminescence » *Thèse de doctorat*, Université Bordeaux Montaigne, France.

Bøtter-Jensen L., Solongo S., Murray A. S., Banerjee D. and Jungner H., 2000a. « Using OSL single-aliquot regenerative-dose protocol with quartz extracted from building materials in retrospective dosimetry » *Radiation Measurements*, 32/5-6, 841-845.

Brennan B. J., Lyons R. G., Phillips S. W., 1991. « Attenuation of alpha particle track dose for spherical grains » *Radiation Measurements*, 18, 249-253.

Bulur E., Duller G. A. T., Solongo S., Bøtter-Jensen L., Murray A., 2001. « LM-OSL from single grains of quartz: a preliminary study » *Radiation Measurements*, 35, 79-85.

Burbridge C. I., Dias M. I., Prudencio M. I., Rebelo L. P., Cardoso G., Brito P., 2009. « Internal α activity: localisation, compositional associations and effects on OSL signals in quartz approaching β saturation » *Radiation Measurements*, 44, 494-500.

Büttner S., 2014. « L'analyse des liant de maçonnerie et son apport à la compréhension chronologique et technique de la construction. » 103-114 In : Bolle C., Coura C., Léotard J. M. (dir.), *L'archéologie des bâtiments en question. Un outil pour les connaître, les conserver et les restaurer, Actes du colloque international, Liège, 9-10/11/2010, Namur (études et documents, Archéologie, 35)*, 390p.

Büttner S., Prigent D., 2007. « Archéologie des liants de maçonneries : entre traités et réalité » *Médiévale Europe Paris, 4^{ème} congrès international d'Archéologie Médiévale et Moderne*.

Canonge P., Autric F., Nourissier G., 1998. « Techniques et pratique de la chaux » Ecole d'Avignon. Editions Eyrolles. 211 p.

Carò F., Riccardi M. P., Mazzilli Savini M. T., 2008. « Characterization of plasters and mortars as a tool in archaeological studies: the case of Lardirago castle in Pavia, Northern Italy » *Archaeometry* 50, 85-100.

Chiarelli N., Miriello D., Bianchi G., Fichera G., Giamello M., Turbanti Memmia I., 2015. « Characterisation of ancient mortars from the S. Niccolò archaeological complex in Montieri (Tuscany – Italy) » *Construction and Building Materials*, 96, 442-460.

Choi J. H., Murray A. S., Cheong C.-S., Hong S.-C., 2009. « The dependence of dose recovery experiments on the bleaching of natural quartz OSL using different light sources) » *Radiation Measurements*, 44, 600-605.

Chu V., Regev L., Weiner S., Boaretto E., 2008. « Differentiating between anthropogenic calcite in plaster, ash and natural calcite using infrared spectroscopy: implications in archaeology » *Journal of Archaeological Science* 35(4), 905-911.

Coutelas A., 2004. « Les mortiers de chaux des thermes de *Longeas*, Chassenon » *Rapport d'étude post-doctorale*.

Coutelas A., 2003. « Petroarchéologie du mortier de chaux gallo-romain essai de reconstitution et d'interprétation des chaînes opératoires : du matériau au métier antique » *Thèse de doctorat*, Université Bordeaux Montaigne, France.

Cunningham A. C., De Vries D.J., Schaart D.R., 2012. « Experimental and computational simulation of beta-dose heterogeneity in sediment » *Radiation Measurements*, 47,1060-1067.

De Luca R., Cau Ontiveros M.A., Miriello D., Pecci A., Le Pera E., 2013. « Archaeometric study of mortars and plasters from the Roman City of Pollentia (Mallorca-Balearic Islands) », *Periodico di Mineralogia*, 82/3, 353-379.

Doulan C., Laüt L., Coutelas A., Hourcade D., Rocque G., Sicard S. (coord.), 2012. « Cassinomagus : l'agglomération et ses thermes. Résultats des recherches récentes (2003-2010) à Chassenon (Charente) » *Aquitania*, 28, 99-298.

Doulan C., Hourcade D., Laüt L., Rocque G., 2015. « Du sanctuaire rural à l'agglomération : relecture des vestiges de Cassinomagus (Chassenon, Charente) » In : *Agglomérations et sanctuaires: Réflexions à partir de l'exemple de Grand, Actes du colloque de Domremy-la-Pucelle*, 20-23/10/2011.

Duller G. A. T, 2008. « Single-grain optical dating of Quaternary sediments: why aliquot size matters in luminescence dating » *Boreas*, 37, 589-612. 10.1111/j.1502-3885.2008.00051.x. ISSN 0300-9483.

Duller G., Murray A. S., 2000. « Luminescence dating of sediments using individual mineral grains » *Geologos*, 5, 87-106.

Duttine M., 2005. « Recherche de provenance de quartz et d'obsidiennes préhistoriques en Europe occidentale : apports de la résonance paramagnétique électronique (RPE). » *Thèse de doctorat*. Université Michel de Montaigne.

Evin J., Oberlin C., 2000. « Les développements récents en datation par le radiocarbone pour l'archéologie » 93-112 In : Barrandon J. N., Guibert P., Michel V. (dir.) « *Datation, Actes des XXIe rencontres internationales d'archéologie et d'histoire d'Antibes*, 19-21/10/2000, ISBN 2-904110-33-X 2001, 438 p.

Evin J., Oberlin C., 1998. « La méthode de datation par le radiocarbone » 75-118 In : Ferdière A. (dir.), *Les méthodes de datation en laboratoire*, Collections « Archéologiques », Edition Errance, Paris.

Fischer A., 2008. « Archäologie in Basel », *Unter Uns*, s. 255, Basel.

Folk R. L., Valastro S. Jr., 1976. « Successful technique for dating of lime mortar by carbon-14 » *Journal of Field Archaeology*, 3, 203-208.

Frizot M., 1975. « Mortiers et enduits peints antiques. Etude technique et archéologique » Centre des recherches sur les techniques gréco-romains, Université Dijon.

Furlan V., Bissenger P., 1975. « Les mortiers anciens, histoire et essais d'analyse scientifique » *Revue suisse d'Art et d'Archéologie*, 166-178.

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.

Galbraith R., 2002. « A note on the variance of a background-corrected OSL count » *Ancient TL*, 20, 49-51.

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.

Gallo N., Fieni L., Martini M., Sibillia E., 1999. « Building archaeology, 14C and thermoluminescence : two examples comparison » *Actes du Colloque « C14 et Archéologie », III^{ème} Congrès International, Lyon, 6-10/4/ 1998*, Mémoire de Société préhistorique Française, XXVI et Supplément de la revue d'Archéométrie, 425-431.

Gill P. E., Murray W., Wright M. H., 1981. « Practical optimization » Academic Press, London.

Giozzo E., Memmi Turbanti I., 2006. « La catodoluminescenza e l'analisi di immagine per lo studio delle malte » *Proceedings of the IV Congresso Nazionale di Archeometria - Scienza e Beni Culturali*, Pisa (Italie), 2/2006.

Goedicke C., 2011. « Dating mortar by optically stimulated luminescence: a feasibility study » *Geochronometria*, 38/1, 42-49.

Goedicke C., 2003. « Dating historical calcite mortar by blue OSL: results from known age samples » *Radiation Measurements*, 37, 409-415.

Goins E., 2000. « A new protocol for the analysis of historic cementitious materials : interim report » 71-79 In: Bartos P., Groot C., Hughes J. J. (ed.) *Historic mortars : characteristics and tests, Proceedings (PRO 12) of the International RILEM Workshop*, Paisley (Scotland), 12-14/5/1999.

Götze J., Plötze M., Habermann D., 2001. « Origin, spectral characteristics and practical applications of the cathodoluminescence (CL) of quartz - a review » *Mineralogy & Petrology*, 71, 225-250.

Grainger S., 2009. « Development of techniques for high-resolution spatially resolved elemental analysis in materials of interest in luminescence dating » Durham thesis, Durham university, Grand-Bretagne.

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 cemento*, 125 B.

Guérin G., Combès B., Lahaye C., Thomsen K., Tribolo C., Urbanova P., Guibert P., Mercier N., Valladas H., 2015. « Testing the accuracy of a Bayesian central-dose model for single-grain OSL, using known-age samples » *Radiation Measurements*, 74, 1-9.

Guérin G., Myank J., Thomsen K., Murray A., Mercier N., 2015. « Modelling dose rate to single grains of quartz in well-sorted sand samples: The dispersion arising from the presence of potassium feldspars and implications for single grain OSL dating » *Quaternary Geochronology*, 27, 52-65.

Guérin G., Mercier N., Adamiec G., 2011. « Dose-rate conversion factors: update. » *Ancient TL*, 29, 5-8.

Guibert P., Urbanova P., Blain S., Martini M., Galli A., Panzeri L., Sibilgia E., 2014. « Single Grain OSL analysis of quartz from archaeological mortars: numerical reconstruction of individual ED distribution. » *Poster. Luminescence and Electron Spin Resonance conference 2014*, Montréal, Canada, Université de Québec à Montréal, 7-11/7/2014.

Guibert P., Bailiff I., Baylé M., Blain S., Bouvier A., Büttner S., Chauvin A., Dufresne P., Gueli A., Lanos P., Martini M., Prigent D., Sapin C., Sibilgia E., Stella G., Troja O., 2012. « The use of dating methods for the study of building materials and constructions: state of the art and current challenges. » *Proceedings of the 4th Congress on Construction History Paris* 3-7July 2012, 469-480

Guibert P., Bailiff I., Baylé M., Blain S., Bouvier A., Büttner S., Chauvin A., Dufresne P., Gueli A., Lanos P., Martini M., Prigent D., Sapin C., Sibilgia E., Troja O., 2014. « L'apport des méthodes de datation physique à la caractérisation et à la datation de matériaux de

construction et de structures architecturales : un bilan et des perspectives. » 115-125
In : Bolle C., Coura C., Léotard J.-M. (dir.), *L'archéologie des bâtiments en question. Un outil pour les connaître, les conserver et les restaurer, Actes du colloque international*, Liège, 9-10/11/2010, Namur (études et documents, Archéologie, 35), 390p.

Guibert P., Lahaye C., 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.

Guibert P., Bailiff I. K., Blain S., Gueli A. M., Martini M., Sibilila E., Stella G., Troja S., 2009a. « Luminescence dating of architectural ceramics from an early medieval abbey: the St-Philbert intercomparison (Loire Atlantique, France) » *Radiation Measurements*, 44, 488-493.

Guibert P., Ney C., Bechtel F., Schvoerer M., Araguas P., 1998. « Datation par thermoluminescence d'éléments architecturaux en terre cuite de la Seo del Salvador, cathédrale de Saragosse (Espagne) », *Revue d'Archéométrie* 22, 125-135.

Guibert, P. & Schvoerer, M. (1991). « TL-dating: Low background gamma spectrometry as a tool for the determination of the annual dose » *Nuclear Tracks and Radiation Measurements*, 14, 155-161.

Heinemeier J., Ringbom A., Lindroos A., Sveinbjornsdottir A. E., 2010. « Successful AMS - C14 dating of non-hydraulic lime mortars from the medieval churches of the Aland Islands, Finland » *Radiocarbon*, 52/1, 171-204.

Heinemeier J., Jungner H., Lindroos A., Ringbom Å., von Konow T., Rud N., 1997. « AMS ¹⁴C dating of lime mortar » *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research B*, 123(1-4), 487-95.

Hourcade D., Maurin L., 2013. « Mars Grannus à Cassinomagus (Chassenon, Charente) » *Aquitania*, 29, 137-153.

Hourcade D., Bernard K., Bost J. P., Coutelas A., Doulan C., Espinasse L., Guibert P., Jean-Courret E., Maleret S., Meunier C., Michel C., Mora P., Morin T., Piot A., Régaldo P., Sanchez C., Sireix C., Soulas S., 2011. « *Le Palais-Gallien de Bordeaux. Histoire et architecture (2010-2012). Rapport 2011* », 3 vol., SRA Aquitaine, 900 p.

Hourcade D., Bernard K., Bost J. P., Cambra P., Charpentier X., Espinasse L., Jean-Courret E., Labatut I., Maleret S., Meunier C., Morin T., Piot A., Puig A., Sanchez C., Sireix C., Soulas S., Vivier A., 2010. « *Le Palais-Gallien de Bordeaux, Histoire et Architecture (2010-2012). Rapport 2010* », 2 vol., SRA Aquitaine, 400 p.

Hourcade D., Calamy L., Méaudre J. C., Morin T., Robert B., Soulas S., 2010. « *Thermes de Longeas : Le rez de chaussée des thermes. Cour de chauffe et systèmes de soutènement des thermes de Chassenon* » *Rapport 2010*, SRA Pointou-Charentes.

Hourcade D., Aupert, P., Bost J. P., Bujard S., Coutelas A., Sicard S., Soulas S., 2005. « *Thermes de Longeas : Réseau hydraulique interne et architecture des Thermes* » *Rapport 2005*, SRA Pointou-Charentes.

Hourcade D., 2013. « Amphithéâtre du Palais-Gallien » 80-88 In : C. Doulan (dir.), *Bordeaux, Carte archéologique de la Gaule*, 33/2, Paris.

Hueglin S., 2011. Medieval Mortar Mixers Revisited. Basle and Beyond. *Zeitschrift für Archäologie des Mittelalters*, 39, 189-212

Jacobs Z., Hayes E. E., Roberts G. R., Galbraith R. F., Henshilwood C. S., 2013. « An improved OSL chronology for the Still Bay layers at Blombos Cave, South Africa: further tests of single-grain dating procedures and a re-evaluation of the timing of the Still Bay industry across southern Africa » *Journal of archaeological science*, 40, 579-594.

Jacobs Z., Duller G., Wintle A., 2006. « Interpretation of single grain D_e distributions and calculation of D_e » *Radiation Measurements*, 41, 264-277.

Jain M., Thomsen K. J., Bøtter-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, DOI 10.1016/j.radmeas.2003.07.002.

Jain M., Bøtter-Jensen L., Murray A. S., Jungner H., 2002. « Retrospective dosimetry: dose evaluation using unheated and heated quartz from a radioactive waste storage building » *Radiation Protection Dosimetry*, 101/1-4, 525-530.

Krbetschek M. R., Göetze J., Dietrich A., Trautmann T., 1998. « Spectral information from minerals relevant for luminescence dating » *Radiation Measurements*, 27, 695-748.

Labeyrie J., Delibrias G., 1964. « Dating of old mortars by the carbon-14 method » *Nature*, 201, 742.

Lambert G. N., 1998. « La dendrochronologie, mémoire de l'arbre » 13-69 In : Ferdière A. (dir), *Les méthodes de datation en laboratoire*, Collection « Archéologiques », Edition Errance, Paris.

Lanos P., Philippe A., Lanos H., Dufresne P., 2015. Chronomodel : Chronological Modelling of Archaeological Data using Bayesian Statistics. (Version 1.1). Available from <http://www.chromodel.fr>.

Lanos P., Dufresne P. 2013. « *Chassenon (Charente) Thermes de Cassinmagus, Cave 10. Analyse archéomagnétique* » *Rapport 2013*.

Lanos P., Dufresne P., 2013. « *Antibes (Alpes-Maritimes), Château Grimaldi, Mur MR 10003. Analyse archéomagnétique* » *Rapport 2013*.

Lanos P., Dufresne P. 2013. « *Palais-Gallien (Bordeaux). Analyse archéomagnétique* » *Rapport 2013*.

Lanos P., 1998. « L'archéomagnétisme » 166-184 In : Ferdière A. (dir.), *Les méthodes de datation en laboratoire*, Collections « Archéologiques », Edition Errance, Paris.

Lebrun B., Mercier N., Tribolo C., Guérin G., Lefrais Y., 2015. « Investigation toward equivalent dose over-dispersion using high resolution autoradiography image processing of resin-consolidated sediments » *Poster. UK Luminescence and ESR Meeting 2015*, SUERC, University of Glasgow, 8-10/7/2015.

Lebrun B. « Définition du cadre chronologique des gisements préhistoriques de la vallée de la Falémé (Sénégal) par les méthodes de datation la luminescence ; apport des techniques de l'imagerie » *Thèse de doctorat*. Université Michel Montaigne, Bordeaux, France, en préparation.

Lepper K., Agersnap-Larsen N., Mc Keever S. W. S., 2000. « Equivalent dose distribution analysis of Holocene eolian and fluvial quartz sands from central Oklahoma » *Radiation Measurements*, 32, 603-608.

Li B., 2007. « A note on estimating the error when subtracting background counts from weak OSL signals » *Ancient TL*, 25/1, 9-14.

Lindroos A., Heinemeier J., Ringbom Å., Braskén M., Sveinbjörnsdóttir Á., 2007. « Mortar dating using AMS ^{14}C and sequential dissolution: examples from medieval, nonhydraulic lime mortars from the Åland Islands, SW Finland » *Radiocarbon*, 49/1, 47-67.

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.

Martin L., Mercier N., Incerti S., Lefrais Y., Pecheyran C., Guérin G., Jarry M., Bruxelles L., Bon F., Pallier C., in press. « Dosimetric study of sediments at the beta dose rate scale: Characterization and modelization with the DosiVox software » *Radiation Measurements*, <http://dx.doi.org/10.1016/j.radmeas.2015.02.008>.

Marzaioli F., Lubritto C., Nonni S., Passariello S., Capano M., Terrasi F., 2011. « Mortar Radiocarbon Dating: Preliminary Accuracy Evaluation of a Novel Methodology » *Analytical Chemistry*, 83/6, 2038-2045.

Mayya Y. S., Mortheka, P., Murari M. K., Singhvi A. K., 2006. « Towards quantifying beta microdosimetric effects in single-grain quartz dose distribution » *Radiation Measurements*, 41, 1032-1039.

Mc Keever S. W., Chen R., 1997. « Luminescence models » *Radiation Measurements*, 27, 635-661, PII: S1350-4487(97)00203-5.

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.

Mejdhdal V., 1979. « Thermoluminescence dating: beta-dose attenuation in quartz grains » *Archaeometry* 21, 61-72.

Mejdhdal V., 1969. « Thermoluminescence dating of ancient danish ceramics » *Archaeometry*, 11, 99-104.

Mellinand P., Bats M., D'Ovidio A.-M., Pellegrino E., 2007. « Antibes (Alpes Maritimes), Place Mariéjol. Rapport final d'opération de diagnostic archéologique.» Inrap, Nîmes, France.

Michel A., 2014. « La crypte de la basilique Saint-Seurin, commune de Bordeaux » *Rapport d'opération archéologique* (relevés stratigraphiques effectuées du 12 au 18/5, du 16 au 20/6 et les 1/7 et 3/7/2014).

Michel A., 2012. « Autour de l'identification des mausolées: le cas de Saint-Seurin de Bordeaux », *Mausolées & Églises, IV^e-VIII^e siècle, Hortus Artium Medievalium*, 18/2, 2012.

Miriello D., Barca D., Bloise A., Ciarallo A., Crisci G. M., 2010. « Characterization of archaeological mortars from Pompeii (Campania, Italy) and identification of construction phases by compositional data analysis » *Journal of Archaeological Science*, 37, 2207-2223.

Murray A., Wintle A. G., 2003. « The single aliquot regenerative dose protocol: potential for improvements in reliability » *Radiation Measurements*, 37, 377-381.

Murray A. S., Olley J. M., 2002. « Precision and accuracy in the optically stimulated luminescence dating of sedimentary quartz: a status review » *Geochronometria*, 21, 1-16.

Murray A. S., Clemmensen L., 2001. « Luminescence dating of Holocene aeolian sand movement, Thy, Denmark » *Quaternary Science Reviews*, 20, 751-754.

Murray A. S., Wintle A., 2000. « Luminescence dating of quartz using an improved single-aliquot regenerative dose protocol » *Radiation Measurements*, 32, 523-538.

Nathan R. P., Thomas P. J. Jain M., Murray, A. S., Rhodes E. J., 2003. « Environmental dose rate heterogeneity of beta radiation and its implications for luminescence dating: Monte Carlo modelling and experimental validation » *Radiation Measurements*, 37, 305-313.

Nawrocka D., Michniewicz J., Pawlyta J., Pazdue A., 2005. « Application of radiocarbon method for dating of lime mortars » *Geochronometria*, 24, 109-115.

Oberlin C., 2009. « La datation par le carbone 14 des lortiers de chaux » 145-146 In : Coutelas A. (dir.), *Le mortier de chaux*, Paris, France, Errance (collections « Archéologiques »).

Olley J. M., Caitcheon G. G., Roberts R., 1999. « The origin of dose distributions in fluvial sediments, and the prospect of dating single grains from fluvial deposits using optically stimulated luminescence » *Radiation Measurements*, 30/2, 207-217.

Olley J. M., Pietsch T., Roberts R. G., 2004. « Optical dating of Holocene sediments from a variety of geomorphic settings using single grains of quartz » *Geomorphology*, 60/3-4, 337-358.

Olley J., Citcheon G., Murray A. S., 1998. « The distribution of apparent dose as determined by Optically Stimulated Luminescence in small aliquots of fluvial quartz:

Implications for dating young sediments » *Quaternary Science Reviews*, 17/11, 1033-1040.

Ortega L. A., Cruz Zuluaga M., Alonso-Olazabal A., Insausti M., Murelaga X., Ibañez A., 2012. « Improved Sample Preparation Methodology on Lime Mortar for Reliable ¹⁴C Dating » In: *Radiometric Dating*, Dr. Danuta Michalska Nawrocka (Ed.), ISBN: 978-953-51-0596-1.

Pachiaudi C., Marechal J., Van Strydonck M., Dupas M., Dauchot-Dehon M., 1986. Isotopic fractionation of carbon during CO₂ absorption by mortar. » *Radiocarbon*, 28/2A, 691-697.

Panzeri, L., 2013. « Mortar and surface dating with optically stimulated luminescence (OSL): innovative techniques for the age determination of buildings » *Nuovo Cimento della Soc. Ital. Fis.*, 36/4, 205-216.

Pesce G., Quarta G., Calcagnile L., D'Elia M., Cavaciocchi P., Lastrico C., Guastella R., 2009. « Radiocarbon dating of lumps from aerial lime mortars and plasters: methodological issues and results from the S. Nicolò of Capodimonte Church (Camogli, Genoa – Italy) » *Radiocarbon*, 51,/2, 867-872.

Pesce G., Ball R. J., 2000a. « Dating of Old Lime Based Mixtures with the Pure Lime Lumps Technique » 21-39 In: Nawrocka D. M. (ed.) *Radiometric Dating*, InTech, 2012.

Philippe B., 2011. « Bâtir au Moyen Âge » CNRS éditions.

Pietzch T. J., Olley J. M., Nanson G. C., 2008. « Fluvial transport as a natural luminescence sensitiser of quartz » *Quaternary Geochronology*, 3, 365-376.

Prescott J. R., Hutton J. T., 1994. « Cosmic ray contribution to dose rates for luminescence and ESR dating: large depths and long-term time variations » *Radiation Measurements*, 23, 497-500.

Preusser F., Ramsayer K., Schluchter C., 2006. « Characterisation of low OSL intensity quartz from the New Zealand Alps » *Radiation Measurements*, 41, 2006, 871-877.

Prigent D., 2009. « La granulométrie » 139-144 In : Coutelas A. (dir.) *Le mortier de chaux*, Paris, Errance (collections « Archéologiques »).

Rhodes E. J., 2000. « Observations of thermal transfer OSL signals in glacial quartz » *Radiation Measurements*, 32, 595-602.

Rice J. A., 1988. « *Mathematical statistics and data analysis* », Wadsworth and Brookscole, Pacific Grove, California.

Ruffer D., Preusser F., 2009. « Potential of autoradiography to detect spatially resolved radiation patterns in the context of trapped charge dating » *Geochronometria*, 34, 1-13.

Sanjurjo-Sánchez J., Trindade M.J., Blanco-Rotea R., Benavides Garcia R., Fernández Mosquera D., Burbidge C., Prudêncio M.I., Dias M.I., 2010. « Chemical and mineralogical characterization of historic mortars from the Santa Eulalia de Bóveda temple, NW Spain. » *Journal of Archaeological Science*, 37, 2346-2351.

Sanzelle S., Fain J., Mailler D., 1986. « Theoretical and experimental study of alpha counting efficiency using LR-115 Kodak SSTND applied to dosimetry in the field of thermoluminescence dating » *International Journal of Radiation Applications and Instrumentation. Part D. Nuclear Tracks and Radiation Measurements*, 12, 913-916.

Sapin C., Baylé M., Büttner S., Guibert P., Blain S., Lanos P., Chauvin A., Dufresne P., Oberlin C., 2008. « Archéologie du bâti et archéométrie au Mont-Saint-Michel, nouvelles approches de Notre-Dame-sous-Terre » *Archéologie Médiévale*, 38, 71-122.

Sapin C. (dir.), 1991. « Enduits et mortiers. Archéologie médiévale et moderne » Paris, CNRS, Dossier de documentation archéologique, 15.

Sim A. K., Thomsen K. J., Murray A. S., Jacobsen G., Drysdale R., Erskine W., 2013. « Dating recent floodplain sediments in the Hawkesbury-Nepean river system using single grain quartz OSL » *Boreas*, 43/1, 1-21.

Smedley R. K., 2015; « A new R function for the internal/external uncertainty (IEU) model » *Ancient TL*, 33/1, 16-21.

Stevens-Kalceff M. A., Phillips M. R., 1995. « Cathodoluminescence microcharacterization of the defect structure of quartz » *Physical Reviews B*, 52, 3122-3134.

Sumera F., Veyrat E., 1997. « Les fours à chaux gallo-romains de “Brétinoust”, commune de SivryCourty (Seine et Marne) » *Revue archéologique du Centre de la France*, 36, 99-130.

Thomsen K., Murray A., Jain M., 2012 « The dose dependency of the over-dispersion of quartz OSL single grain dose distributions » *Radiation Measurements*, 47, 732-739.

Thomsen K. J., Murray A. S., Bøtter-Jensen L., Kinahan J., 2007. « Determination of burial dose in incompletely bleached fluvial samples using single grains of quartz » *Radiation Measurements*, 42/3, 370-379.

Thomsen K., Murray A., Bøtter-Jensen L., 2005 « Sources of variability in OSL dose measurements using single grains of quartz » *Radiation Measurements*, 39, 47-61.

Thomsen K., 2004. « Optically Stimulated Luminescence Techniques in Retrospective Dosimetry using Single Grains of Quartz extracted from Unheated Materials » *PhD. Thesis*, Risø National Laboratory, Roskilde, Denmark.

Thomsen K. J., Jain M., Bøtter-Jensen L., Murray A. S., Jungner H., 2003. « Variation with depth of dose distributions in single grains of quartz extracted from an irradiated concrete block » *Radiation Measurements*, 37, 315-321.

Tubbs L. E., Kinder T. N., 1990. « The use of AMS for the dating of lime mortars » *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research Section B: Beam Interactions with Materials and Atoms*, 52/3-4, 438.

Urbanova P., Guibert P., in press. « Datation des mortiers de chaux par luminescence optiquement stimulée (OSL): une nouvelle approche de la chronologie de construction » *In: Le temps de la construction - Proceedings of Deuxième Congrès Francophone d'Histoire de la Construction*, Lyon, 29-31/1/2014, 1149-1158, ISBN: 978-2-7084-1005-3.

Urbanova P., Hourcade D., Ney C., Guibert P. 2015. « Sources of uncertainties in OSL dating of archaeological mortars: the case study of the Roman amphitheatre *Palais-Gallien* in Bordeaux » *Radiation Measurements*, 72, 100-110.

Van der Touw J. W., Galbraith R. F., Laslett G. M., 1997. « A logistic truncated normal mixture model for overdispersed binomial data » *Journal of Statistical Computation and Simulation*, 59, 349-373.

Van Strydonck M., Dupas M., Dauchot-Dehon M., Pachiaudi Ch., Maréchal, J., 1986. « The influence of contaminating (fossil) carbonate and the variations of $\delta^{13}\text{C}$ in mortar dating » *Radiocarbon*, 28/2A, 702-10.

Vendrell-Saz M., Alarcon S., Molera J., Garcia-Valles M., 1996. « Dating ancient lime mortars by geochemical and mineralogical analysis » *Archaeometry* 38 (1), 143-149.

Wagner G. A., Glasmacher U. A., Greilich S., 2005. « Spatially resolved dose-rate determination in rocks and ceramics by neutron-induced fission tracks : fundamentals » *Radiation Measurements*, 40, 26-31.

Wintle A. G., Murray A. S., 2006. « A review of quartz optically stimulated luminescence characteristics and their relevance in single-aliquot regeneration dating protocols » *Radiation Measurements*, 41/4, 369-391.

Yang X. H., McKeever S. W. S., 1990. « The pre-dose effect in crystalline quartz » *Journal of Physics D*, 23, 237-244.

Zacharias N., Mauz B., Michael C. T., 2002. « Luminescence quartz dating of lime mortars. A first research approach » *Radiation Protection Dosimetry*, 101, 379-382.

Zimmermann D. V., 1971. « Thermoluminescence dating using fine grains from pottery » *Archaeometry*, 13, 29-52.

Annexes

Annexe 1: Valorisation scientifique

Articles

Urbanova P., Hourcade D., Ney C., Guibert P., 2015. « Sources of uncertainties in OSL dating of archaeological mortars: the case study of the Roman amphitheatre Palais-Gallien in Bordeaux. » *Radiation Measurements*, 72, 100-110.

Guérin G., Combès B., Lahaye C., Thomsen K., Tribolo C., Urbanova P., Guibert P., Mercier N., Valladas H., 2015. « Testing the accuracy of a Bayesian central-dose model for single-grain OSL, using known-age samples » *Radiation Measurements*, 74, 1-9.

Actes de colloques

Urbanova P., Guibert P., in press. « Datation des mortiers de chaux par luminescence optiquement stimulée (OSL): une nouvelle approche de la chronologie de construction. » *Proceedings of Deuxième Congrès Francophone d'Histoire de la Construction*, Lyon, France, 29-31/1/2014.

Urbanova P., Guibert P., in press. « New insights towards the dating of Roman and medieval mortars by Optically Stimulated Luminescence (OSL): comparison of case studies » *Proceedings of the 5th International Congress on Construction History*, Chicago, Etats-Unis, 3-7/6/2015.

Présentations orales

Urbanova P., Guibert P. « New insights towards dating of Roman and medieval mortars by Optically Stimulated Luminescence: comparison of case sites » *5th International Congress on Construction History*, Construction Society of America, Chicago, Etats-Unis, 2-7/6/2015.

Urbanova P., Guibert P. « New insights towards dating of Roman and medieval mortars by Optically Stimulated Luminescence: comparison of case sites » *Archéométrie Besançon 2015, XX^e. Colloque du GMPCA*, Besançon, France, 27-30/4/2015.

Urbanova P., Guibert P. « Promising perspectives towards dating of mortars by Optically Stimulated Luminescence: comparison of 3 sites » *Luminescence and Electron Spin Resonance conference 2014*, Montréal, Canada, Université de Québec à Montréal, 7-11/7/2015.

Urbanova P., Guibert P., Blain S. « Datation des mortiers de chaux par luminescence optiquement stimulée : une nouvelle approche de la chronologie de construction » *Journées d'étude & Table Ronde Au Pied de Mur*, Bordeaux, France, IRAMAT-CRPAA, CNRS-Université Bordeaux-Montaigne, 4-6/6/2014.

Urbanova P., Guibert P. « Promising perspectives towards the Dating of archaeological mortars by Optically Stimulated Luminescence » *3rd international mortar dating workshop 2014*, Padova, Italy, Università degli Studi di Padova, 14-16/4/2014.

Urbanova P., Guibert P., Blain S. « Datation des mortiers de chaux par luminescence optiquement stimulée : une nouvelle approche de la chronologie de construction » *2^e congrès francophone d'histoire de la construction*, Lyon 2014, France, Ecole nationale supérieure d'architecture de Lyon, 29-31/1/2014.

Urbanova P., Guibert P., Blain S. « Dating historical constructions by optically stimulated luminescence and archaeomagnetism: a comparison of bricks and mortars » *European meeting of ancient ceramics 2013*, Padova, Italy, Department of Geosciences - University of Padova, 19-21/9/2013.

Urbanova P., Guibert P. « Researches on direct dating of constructions: Investigations of the potentials of Optically Stimulated Luminescence to date archaeological mortars » *UK luminescence and electron spin resonance meeting 2013*, St Andrews, Écosse, Department of earth & environmental sciences, University of St Andrews, 27-30/8/2013.

Urbanova P., Guibert P., Blain S. « Vers la datation direct du bâti: Potentiel et limites de la datation par OSL des mortiers de chaux » *Archéométrie Caen 2013, XIX^e. Colloque du GMPCA*, Caen, France, Université de Caen Basse-Normandie, 22-26/4/2013.

Posters

Urbanova P., Guibert P. « Datation des mortiers de chaux par luminescence optiquement stimulée : une nouvelle approche de la chronologie de construction » *Journée 2014 du Réseau CAI-RN*, Paris, France, 22/9/2014.

Urbanova P., Guibert P., Lanos P., Dufresne P., Ney C., Moineau V., Bassel L., Hourcade D. « Étude chronologique multiméthode de l'amphithéâtre gallo-romain du Palais-Gallien de Bordeaux » *Archéométrie Caen 2013, XIX^e. Colloque du GMPCA*, Caen, France Université de Caen Basse-Normandie, 22-26/4/2013.

Guibert P., Urbanova P., Blain S., Martini M., Galli A., Panzeri L., Sibilina E. « Single Grain OSL analysis of quartz from archaeological mortars: numerical reconstruction of individual ED distribution » *Luminescence and Electron Spin Resonance conference 2014*, Montréal, Canada, Université de Québec à Montréal, 7-11/7/2015.

Annexe 2: Calibration des appareils

Spectrométrie gamma à bas bruit de fond

Le système a été calibré en utilisant un standard K_2SO_4 (pureté : $99.9\pm 0.1\%$) et un échantillon de roche de référence, granite GS-N ($3.85\pm 0.03\%$ K, 42.2 ± 0.5 ppm Th, 8.05 ± 0.05 ppm U en équilibre). L'incertitude sur les mesures de concentration des radioéléments est une combinaison de l'incertitude statistique de comptage et des incertitudes de calibration. Une incertitude relative totale (95 % de probabilité) est d'environ 5 % pour chaque radioélément K, U(^{238}U), U(^{226}Ra) et Th, elle est un peu plus élevée pour U(^{210}Pb) en raison de l'intensité de l'émission de ^{210}Pb à 46 keV plus faible que les autres émissions gamma des séries de l'uranium. Le système de la spectrométrie gamma à bas de bruit de fond utilisé à Bordeaux est insensible aux conditions externes de la radioactivité atmosphérique (plus de détails dans les publications suivantes : Guibert & Schvoerer, 1991; Guibert *et al.*, 2009b).

Lecteur de luminescence Risø type TL/OSL DA20

Les datations par OSL sont basées sur la comparaison des signaux naturels des doses archéologiques avec des signaux des doses régénérées connues mesurées sur les mêmes grains. Une calibration correcte de la source radioactive est donc fondamentale pour la détermination fiable de la dose archéologique.

A Bordeaux, pour la calibration de sources beta de ^{90}Sr pour le quartz de la granulométrie de 200 μm , plusieurs types de quartz de calibration ont été utilisés :

- A partir de l'année 2015 : le quartz de calibration avec une dose gamma connue vendu par le laboratoire Risø (Risø DTU/RRD, batch 90)
- Avant l'année 2015 : quartz provenant d'un sédiment d'un site archéologique d'Éthiopie blanchi puis irradié par une source gamma calibrée du laboratoire LSCE (Laboratoire des Sciences du Climat et de l'Environnement) de Gif-sur-Yvette

Les mesures de calibration, effectuées par une technique de monograin en utilisant le protocole SAR (Murray & Wintle, 2000) dans des intervalles de 6 à 12 mois ont été cohérentes, le ratio dose mesurée/dose de référence (quartz Risø) se trouvant entre 0.99 et 1.02.

L'évolution du débit de dose de l'appareil utilisé dans ce travail est résumée ci-dessus, liée à la décroissance radioactive de la source de ^{90}Sr :

- 1/12/2012 : 0.150 mGy/s
- 1/12/2013 : 0.147 mGy/s
- 1/12/2014 : 0.143 mGy/s

Les mesures de la reproductibilité de l'appareil (incertitude de mesure OSL) ont été réalisées selon la procédure décrite par Thomsen et al. (2005). D'abord, les grains ont été chauffés à 850°C pendant 1 h afin de vider toute les charges piégées et de les sensibiliser. Un cycle de mesure comprenait une irradiation par une dose connue L_i , une chauffe, une stimulation avec le laser vert (mesure de monograin) et une mesure de dose test égale à la dose d'irradiation T_i . Les mesures de L_i et T_i ont été répétées 24 fois. La mesure de la reproductibilité σ_R pour chaque mesure de luminescence (L_i ou T_i) est déterminée à partir de la variance globale du rapport L/T de laquelle on soustrait les incertitudes analytiques des mesures de luminescence (en pratique cela revient à calculer l'overdispersion des mesures à l'aide du CAM). Cette variance résiduelle est donc celle liée à la reproductibilité de la mesure (variations de la stimulation par le laser). Sa racine carrée, divisée par la racine carrée de 2 (puisque on estime la variance des rapports L/T) fournit la valeur de σ_R : elle vaut 2.7% pour l'appareil utilisé à Bordeaux.