

FR9705594

Section INIS  
no. enreg. le : 925/8/6  
no. TRN : E.R.9.30.55 94  
Destination : I.T.

Laboratoire de Physique Corpusculaire  
de Clermont-Ferrand

# Essais de datation par thermoluminescence du site de Menez-Dregan (Bretagne, France)

S. SANZELLE, M. MONTRET, T. PILLEYRE,  
D. MIALLIER, J. FAIN

*Laboratoire de Physique Corpusculaire  
de Clermont-Ferrand  
IN2P3/CNRS - Université Blaise Pascal  
63177 AUBIERE CEDEX France*

# ESSAIS DE DATATION PAR THERMOLUMINESCENCE DU SITE DE MENEZ - DREGAN ( BRETAGNE, France )

S. SANZELLE, M. MONTRET, Th. PILLEYRE, D. MIALLIER, J. FAÏN  
Laboratoire de Physique Corpusculaire  
Université Blaise Pascal - IN2P3 - CNRS 63177 Aubière Cedex France

## INTRODUCTION

Le site paléolithique de MENEZ DREGAN se trouve en France le long du littoral armoricain sur d'anciennes plages fossiles dans des abris rocheux (MONNIER *et al*, 1994). Le gisement est situé au sud de la Pointe du Raz (Plouhinec, Finistère). La stratigraphie comprend une série de trois plages fossiles sur le sommet desquelles on trouve trois niveaux archéologiques. Le niveau étudié est situé au sommet de la troisième plage (5e) c'est à dire la plus récente. Cette couche contient des foyers construits associés à une industrie colombanienne. La datation d'un tel niveau étant d'une très grande importance archéologique, une estimation de l'âge obtenu par thermoluminescence (TL), nous a été demandée par C. FALGUERES. Nous avons travaillé sur des échantillons de quartz qui proviennent du sédiment des foyers.

## PREPARATION DES ECHANTILLONS

La demande ayant été formulée en février 1996 à une période où le site archéologique était fermé, nous n'avons pas pu y accéder pour faire les prélèvements et les mesures de dosimétrie qui s'imposaient.

Malgré tout, devant l'intérêt d'une telle datation, et pour donner des résultats préliminaires, nous avons accepté d'étudier deux séries d'échantillons (MD1a et MD1b) qui ont été préparés pour une mesure RPE (MONNIER *et al*, 1994) par C. FALGUERES selon la procédure en usage dans son équipe.

Nous manquons d'informations sur les conditions de prélèvement, de stockage, de préparation et de granulométrie des échantillons. Pour MD1a les quartz ont été extraits de sables limoneux rouges, ils ont un aspect grisâtre alors que pour MD1b les quartz ont été extraits de sables brun-noir charbonneux, leur aspect est blanc. Un examen rapide à la loupe binoculaire permet de constater que l'échantillon MD1a (granulométrie  $>200\mu\text{m}$ ) contient plus d'impuretés que MD1b ( $100\mu\text{m} < \text{granulométrie} < 200\mu\text{m}$ ).

Ces échantillons ont reçu une dose allant de l'irradiation naturelle à des doses ajoutées de 6,8 kGy pour MD1a et à 10,5 kGy pour MD1b. Ensuite ils ont été mesurés par RPE, mais malheureusement après lecture, ils n'ont pas été stockés à l'abri de la lumière.

Pour la mesure RPE, la technique de la « deuxième lecture » n'a pas été utilisée. Or, dans notre équipe pour faire une mesure par thermoluminescence, nous utilisons systématiquement cette procédure. Dans cette technique, quand cela est possible, une fois l'échantillon préparé, celui-ci est divisé en 2 parties. La première reçoit des doses additives permettant d'obtenir la courbe TL de 1<sup>ère</sup> lecture, la deuxième est remise à zéro en la soumettant à une température de 400°C pendant une nuit suivie d'un refroidissement lent, puis elle reçoit des doses additives permettant d'obtenir la courbe de TL dite de 2<sup>ème</sup> lecture.

Dans le cas présent, la quantité d'échantillon obtenue après préparation était très faible et elle a été toute utilisée pour la lecture RPE. Nous avons donc été obligés d'une part d'utiliser les échantillons déjà lus en RPE et non pas des échantillons spécifiques et d'autre part nous avons dû préparer les échantillons pour la 2<sup>ème</sup> lecture en mélangeant les restes qui n'avaient pas été utilisés pour la 1<sup>ère</sup> lecture TL mais qui avaient été irradiés. Le mélange constitué de quartz plus ou moins irradiés a ensuite été porté à 400°C pendant une nuit puis refroidi lentement. (ceci ne constitue évidemment pas les conditions expérimentales idéales).

Pour la seconde lecture MD1a a reçu des doses s'étalant de 0 à 8,5 kGy et MD1b de 0 à 7,8 kGy.

# THERMOLUMINESCENCE

Etant donné l'ancienneté archéologique présumée du site, nous avons décidé d'utiliser la thermoluminescence du pic rouge du quartz ( MIALLIER *et al*, 1991 ) qui ne présente pas de fading dans un grand domaine chronologique.

## Technique de mesure

Pour éliminer les pics basses températures instables dus aux irradiations induites artificiellement et gênant la mesure du pic TL Rouge centré vers 370-380 °C, il a été procédé après irradiation et juste avant la mesure à un préchauffage systématique à 300°C pendant 10s.

La thermoluminescence a ensuite été mesurée à travers un filtre rouge (Schott 610FG) et enregistrée de 200°C à 500°C avec une vitesse de chauffage de 5°C/s.

## Résultats expérimentaux

Les courbes de TL en fonction de la température obtenues présentent un large pic d'environ 100°C dont le maximum est situé vers 360-370°C. La température de ce maximum évolue en fonction de la dose ajoutée et l'on s'aperçoit que la TL du quartz ne présente pas de saturation; ce qui nous laisse espérer qu'une datation est possible.

### ■ MD1a :

Les figures 1 et 2 montrent les courbes moyennes de TL en fonction de la température (moyenne d'environ 6 à 8 courbes individuelles), pour des doses ajoutées croissantes. On peut constater une différence de forme importante entre 1<sup>ère</sup> et 2<sup>ème</sup> lecture, le pic semble composite et ceci est très marqué sur le flanc haute température des pics obtenus en 1<sup>ère</sup> lecture. La figure 3 qui représente l'évolution de la température de pic (au maximum) en fonction de la dose ajoutée permet de constater un écart à peu près constant entre 1<sup>ère</sup> et 2<sup>ème</sup> lecture d'environ 10°C. Les différences d'évolution de la température du pic avec la dose entre 1<sup>ère</sup> et 2<sup>ème</sup> lecture sont difficilement exploitables compte tenu des dispersions sur les valeurs moyennes de chaque courbe et de l'allure aplatie du sommet des courbes de TL en particulier pour la 1<sup>ère</sup> lecture. Les tracés de la largeur du pic à mi-hauteur exprimée en degrés et du rapport de dissymétrie exprimé en % (largeur Gauche/largeur Droite, par rapport au sommet) en fonction de la dose ajoutée (figure 4 et 5) en 1<sup>ère</sup> et 2<sup>ème</sup> lecture mettent particulièrement en évidence cette différence de comportement et cette évolution de forme. Ainsi, la largeur et la dissymétrie sont constantes en 2<sup>ème</sup> lecture alors qu'elles évoluent fortement en 1<sup>ère</sup> lecture.

Les courbes de croissance TL (établies au maximum du pic) en fonction de la dose en 1<sup>ère</sup> et en 2<sup>ème</sup> lecture (figure 6), bien qu'apparemment peu compatibles, montrent que la TL naturelle n'est pas saturée; la TL en 1<sup>ère</sup> lecture augmente linéairement avec la dose jusqu'à environ 1500 Gy puis continue d'augmenter mais avec une pente beaucoup plus faible au delà. De plus, on constate une sensibilisation assez importante d'environ 3 de la 2<sup>ème</sup> lecture par rapport à la première.

Pour permettre une bonne évaluation de la paléodose il aurait été nécessaire que les courbes de TL et les courbes de croissance de TL obtenues en 1<sup>ère</sup> et 2<sup>ème</sup> lecture en fonction de la dose soient le plus homothétiques possible or ce n'est pas le cas, et ceci est très marqué en 1<sup>ère</sup> lecture au delà de 400°C. Leurs différences ne facilitent pas la détermination de la paléodose et l'on peut se demander dans le cas présent si l'utilisation de la 2<sup>ème</sup> lecture pour extrapoler la 1<sup>ère</sup> lecture a un sens.

Etant donné l'évolution des courbes de croissance on aurait pu envisager l'utilisation d'exponentielles saturantes ou d'exponentielle plus une droite pour la détermination de la paléodose et ceci aurait donné une valeur minimale, mais nous avons préféré utiliser pour ce travail 2 autres méthodes :

- a) La méthode LISA ( SANZELLE *et al*, 1996 ) que nous avons développée au laboratoire. Celle-ci utilise la 2<sup>ème</sup> lecture pour prédire la forme de la 1<sup>ère</sup> lecture à basse dose. Elle prend en compte la précision des mesures, une sensibilisation éventuelle mais légère de la 2<sup>ème</sup> lecture et permet d'obtenir la paléodose et de donner l'écart type de celle-ci.

Avec cette méthode, nous obtenons:

$$P = 1140 \pm 240 \text{ Gy avec Pond1}$$

ou  $P = 1030 \pm 160 \text{ Gy avec Pond2}$

Remarque : Etant donné la forme des courbes de croissance on peut se demander si l'utilisation de cette méthode est justifiée. En tout état de cause, le résultat obtenu représente certainement une limite minimale de la paléodose.

- b) Une extrapolation linéaire

Compte tenu des considérations d'homothétie des courbes de TL en 1<sup>ère</sup> lecture, il n'était pas question de prendre en compte des doses trop élevées ni d'utiliser la 2<sup>ème</sup> lecture pour faire une correction de paléodose. La courbe de croissance en 1<sup>ère</sup> lecture pour MD1a peut être analysée comme étant constituée de deux parties linéaires, l'une de 0 à environ 1,5 kGy et une autre au delà. L'extrapolation linéaire à basse dose de la courbe de 1<sup>ère</sup> lecture permet d'obtenir une paléodose de:

$$P = 2430 \pm 340 \text{ Gy avec Pond1}$$

ou  $P = 2430 \pm 350 \text{ Gy avec Pond2}$

Etant donné l'évolution et la précision des points à basse dose on peut considérer que c'est une limite maximale de la paléodose.

Les plateaux de paléodose calculés avec LISA et avec l'extrapolation linéaire sont montrés figure 7. On peut constater un écart important entre les deux méthodes d'obtention des paléodoses, (incompatible compte tenu des barres d'erreurs) mais quelque soit celles-ci, les résultats sont relativement constants entre -15°C et +15°C par rapport à la température de pic et ce quelque soit le type de pondération utilisée ( SANZELLE *et al*, 1993).

## ■ MD1b :

Les courbes de TL en fonction de la température pour des doses ajoutées croissantes (figures 8 et 9) montrent qu'il y a peu de différence de forme entre 1<sup>ère</sup> et 2<sup>ème</sup> lecture, le pic semble composé de la même façon. La température au maximum des pics est à peu près la même (l'écart est faible, environ 4 à 5°C); l'évolution avec la dose ajoutée (figure 10) est presque identique compte tenu des imprécisions de mesures. Les tracés de la largeur du pic à mi-hauteur et du rapport de dissymétrie en fonction de la dose ajoutée (figure 11 et 12) en 1<sup>ère</sup> et 2<sup>ème</sup> lecture montrent que la largeur décroît de façon semblable avec la dose mais que cette décroissance s'accompagne d'une forte augmentation du rapport de dissymétrie pour la seconde lecture suivie d'une décroissance alors que cette variation est plus faible en première lecture.

Les courbes de croissance TL (établies au pic) de 1<sup>ère</sup> et 2<sup>ème</sup> lecture (figure 13) ont des formes semblables, globalement linéaires à basse dose jusqu'à environ 1kGy. On ne constate pas de saturation, par contre on observe une sensibilisation très importante de l'ordre de 10 de la 2<sup>ème</sup> lecture ; ceci a déjà été constaté en particulier pour la datation de sites anciens ( PILLEYRE, 1991 ). Il semble donc là encore que la seconde lecture ne puisse beaucoup aider à l'extrapolation de la première lecture à basse dose. En particulier une extrapolation avec des exponentielles saturantes de type 2+1 ne peut pas être utilisée dans ce cas.

Pour obtenir la paléodose nous avons comme pour le cas précédent retenu la méthode LISA et l'extrapolation linéaire :

- a) avec LISA nous obtenons :

$$P = 3270 \pm 220 \text{ Gy avec Pond1}$$

ou  $P = 3430 \pm 230 \text{ Gy avec Pond2}$

mais compte tenu de l'évolution de la courbe de croissance, on peut considérer que c'est une limite maximale de la paléodose

- b) avec une extrapolation linéaire sur le bas de la courbe de 1<sup>ère</sup> lecture (jusqu'à 1000Gy) nous obtenons une paléodose comprise entre :
- P = 1740 ± 350 Gy avec Pond1
- ou P = 1780 ± 370 Gy avec Pond2
- compte tenu de l'évolution et de la précision des points à basse dose on peut considérer que c'est une limite minimale de la paléodose.

Les plateaux de paléodose calculés avec LISA et avec l'extrapolation linéaire sont montrés figure 14. Là encore on peut constater un écart important entre les deux méthodes d'obtention de paléodoses, mais quelque soient celles-ci, les résultats sont relativement constants entre -15°C et +15°C par rapport à la température de pic et pour tous les types de pondération utilisés.

## COMPARAISON DES PALEODOSES

**Les paléodoses que nous avons calculées peuvent être comparées avec celles déterminées par C. FALGUERES car elles ont été obtenues à partir des mêmes échantillons.**

Les doses annuelles disponibles (MONNIER *et al*) calculées à partir de mesures de dosimétrie réalisées sur le terrain, présentent des anomalies importantes que nous n'avons pas pu éclaircir. **Aussi, n'ayant pas eu accès au site pour reprendre ces mesures de doses annuelles qui sont indispensables, nous ne pourrons pas déterminer un âge.**

Echantillons	Dose Annuelle ( $\mu\text{Gy/a}$ )	Paléodose (Gy)		
	C. FALGUERES	RPE (C. FALGUERES)	TL (LISA)	TL (LINEAIRE)
<b>MD1a</b>	<b>8070 ± 810</b>	<b>2980 ± 240</b>	<b>1030 ± 160</b>	<b>2430 ± 350</b>
<b>MD1b</b>	<b>9230 ± 920</b>	<b>3650 ± 200</b>	<b>3430 ± 230</b>	<b>1780 ± 370</b>

Les paléodoses obtenues avec LISA et avec une extrapolation linéaire ne sont pas compatibles entre elles tant pour MD1a que pour MD1b. Ces difficultés de détermination de paléodose, nous conduisent à ne donner pour le site qu'une fourchette de **paléodoses entre 1 kGy et 3,5 kGy.**

## CONCLUSION

Nous pouvons constater que les échantillons MD1a et MD1b ont des comportements assez différents (notamment les courbes de croissance). Les paléodoses obtenues varient selon le choix de la méthode de détermination ce qui rend impossible l'obtention d'une valeur précise.

Il est à remarquer qu'avec des mesures RPE sur ces mêmes échantillons, C. FALGUERES trouve des valeurs de paléodoses difficilement compatibles avec nos résultats.

En l'état actuel, nous ne pouvons bien sûr tirer aucune conclusion sur cette comparaison. En effet, nos résultats sont bien loin d'être satisfaisants, mais étant donné le nombre de questions que nous nous sommes posées pendant ce travail sans apporter d'éléments de réponse, il ne fallait peut-être pas espérer mieux.

Le calcul de l'âge et de sa précision repose sur les déterminations de la paléodose et de la dose annuelle avec leurs précisions respectives.

\* L'obtention de la paléodose tient essentiellement à l'échantillon lui-même, mais aussi beaucoup à l'évolution des courbes de croissance TL et à la méthode d'extrapolation retenue. Bien que non saturées, ces courbes ont une évolution difficile à expliquer d'autant plus qu'il y a des effets que nous ne connaissons pas (lecture RPE préalable à une lecture TL sur le même échantillon) et d'autres

que nous n'avons pas évalués (effet éventuel sur le pic rouge d'une exposition plus ou moins prolongée à la lumière naturelle).

\* L'utilisation de la dose annuelle calculée pour la détermination de l'âge repose sur le fait qu'elle ait été constante dans le temps (donc pas de perturbation du milieu) et qu'il y ait eu équilibre radioactif dans le passé (donc pas de lessivage). Or la proximité du milieu marin et la localisation du site en bord de falaise nous recommandent d'être particulièrement attentif pour les mesures dosimétriques ; en effet il est très probable qu'il y ait des différences importantes ce qui est confirmé par les anomalies du rapport Th/U que nous avons constatées à partir des mesures disponibles (MONNIER *et al*, 1994).

Si l'on veut améliorer ces mesures et être capable de confirmer l'âge de ce site, il serait souhaitable que de nouveaux prélèvements et de nouvelles mesures soient réalisées sur le terrain en collaboration avec l'archéologue responsable du site, un pédologue et les physiciens concernés.

Compte tenu de l'importance du site, et de la complexité du problème posé, une intercomparaison des techniques de datation telles que RPE, TL silex, TL quartz est souhaitable. Celle-ci a été retenue dans le cadre du GDR 1033 sur les méthodes nucléaires en archéologie.

## BIBLIOGRAPHIE

- MIALLIER D., FAÏN J., MONTRET M., PILLEYRE Th., SANZELLE S., SOUMANA S. (1991) Properties of the red TL peak of quartz relevant to thermoluminescence dating. *Nucl. Tracks & Radiation. Meas. Vol. 18, No. 1/2, pp 89-94.*
- MONNIER JL., HALLEGOUËT B., HINGUANT S., LAURENT M., AUGUETE P., BAHAIN JJ., FALGUERES C., GEBHARDT A., MARGUERIE D., MOLINES N., MORZADEC H., and YOKOYAMA Y. (1994) A new regional group of the Lower Palaeolithic in Brittany (France), recently dated by Electron Spin Resonance *C.R.Acad. Sci. Paris, t.319, série II. P. 155-160*
- SANZELLE S., FAÏN J., MIALLIER D., MONTRET M., and PILLEYRE Th. (1993) Exponential regression for TL/ESR using regenerated dose response curves. *Ancient TL 11, 6-7.*
- SANZELLE S., MIALLIER D., PILLEYRE Th., FAÏN J., and MONTRET M. (1996) A new slide technique for regressing TL/ESR dose response curves—intercomparisons with other regression techniques. *Radiation Measurements, 26, 4, 631-638.*
- PILLEYRE Th. (1991) Datation par Thermoluminescence Application a la chronologie des retombées volcaniques. *Thèse Université Blaise Pascal, Clermont II, 164 p.*

figure 1 : Courbe de Thermoluminescence en 1<sup>ère</sup> lecture MD1a

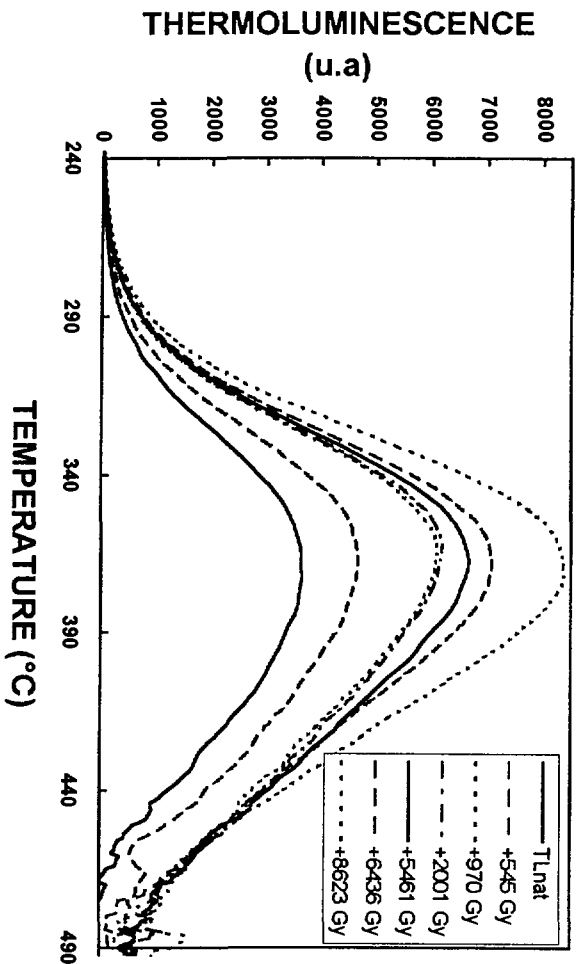


figure 2 : Courbe de Thermoluminescence en 2<sup>ème</sup> lecture MD1a

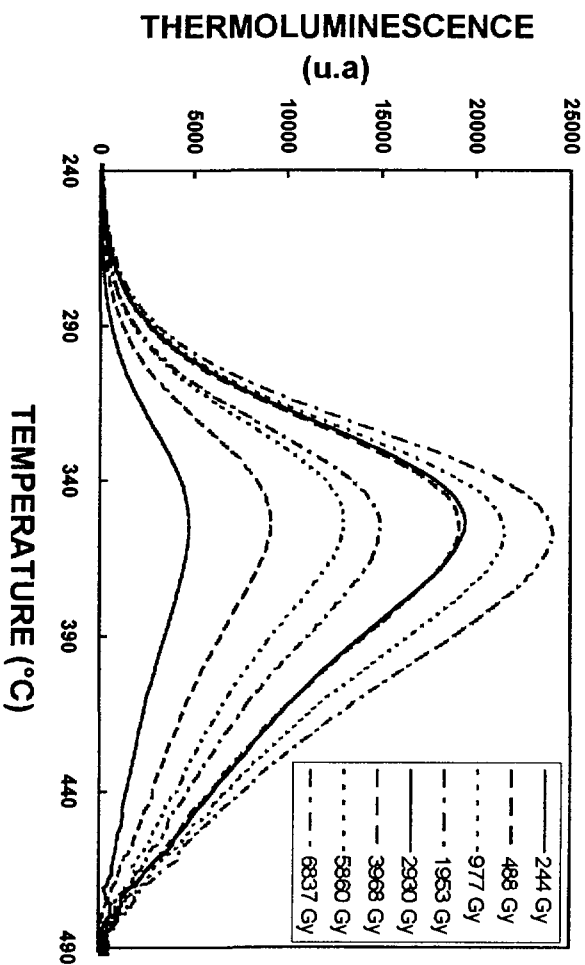


figure 4 : Largeur et Dissymétrie (G/D) du pic TL à mi-hauteur en 1<sup>ère</sup> lecture MD1a

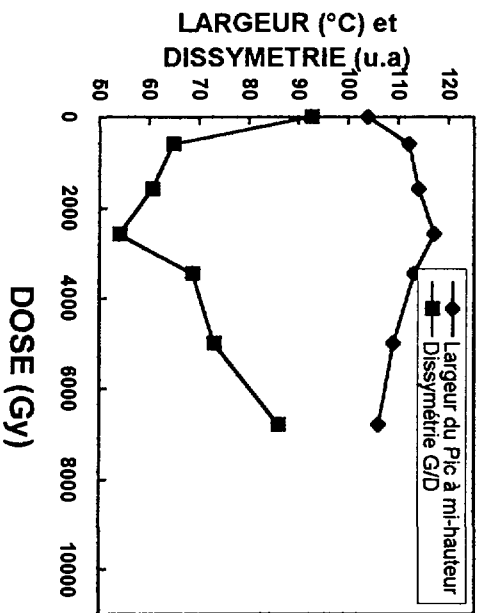


figure 3 : Décalage de la température du pic en fonction de la dose

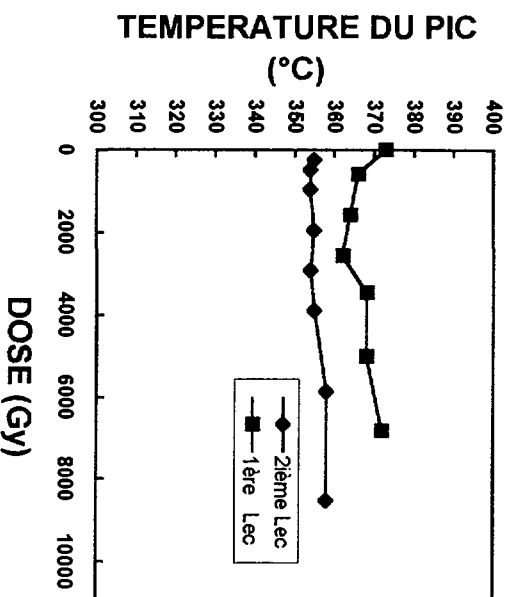


figure 5 : Largeur et Dissymétrie (G/D) du pic TL à mi-hauteur en 2<sup>ème</sup> lecture MD1a

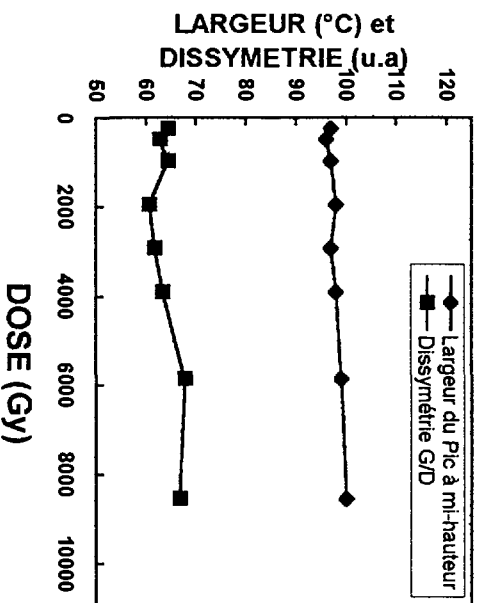


figure 6 : Courbes de croissance de Thermoluminescence pour MD1a

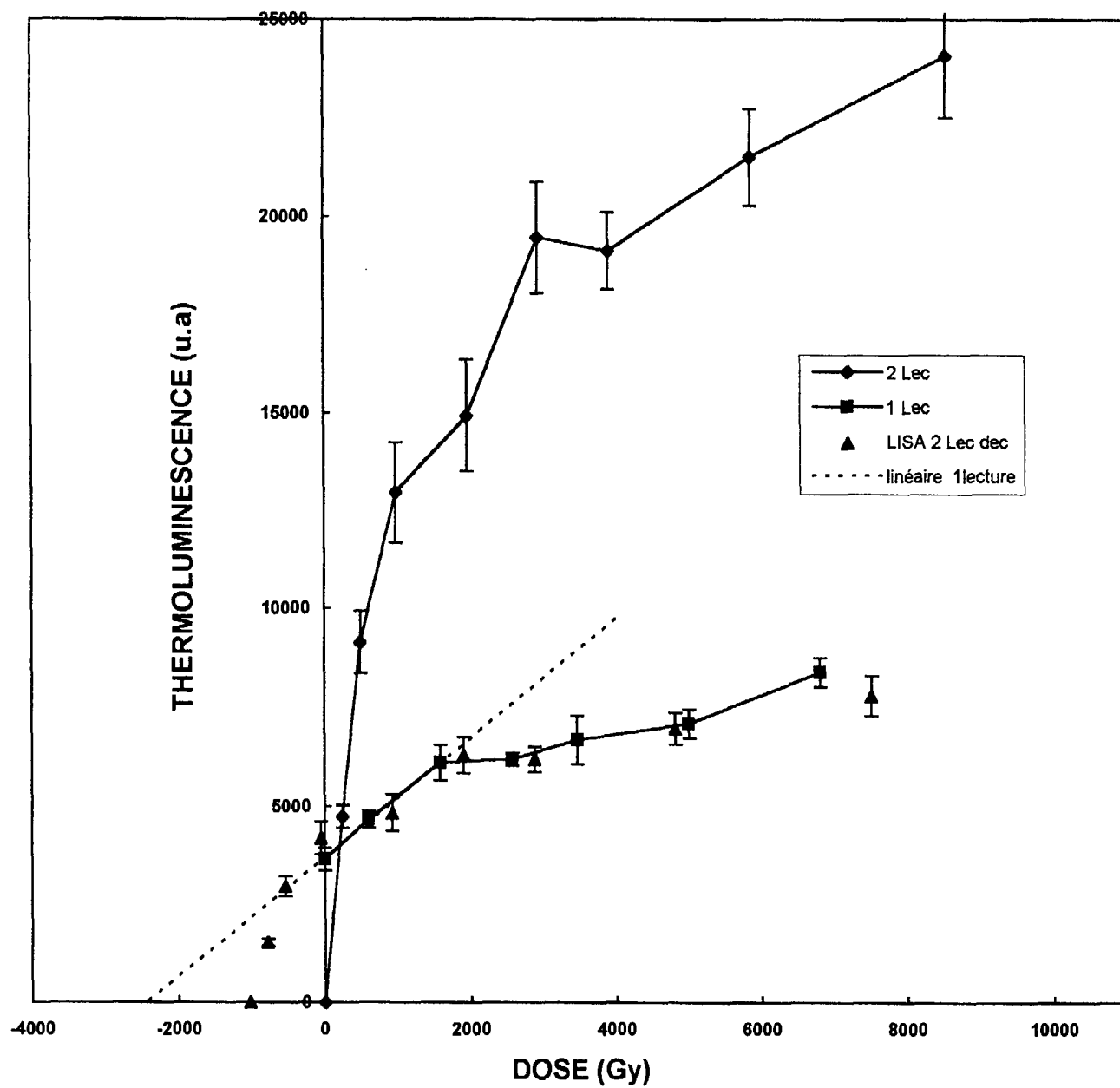


figure 7 : Plateau des paléodoses pour différents types de pondération MD1a

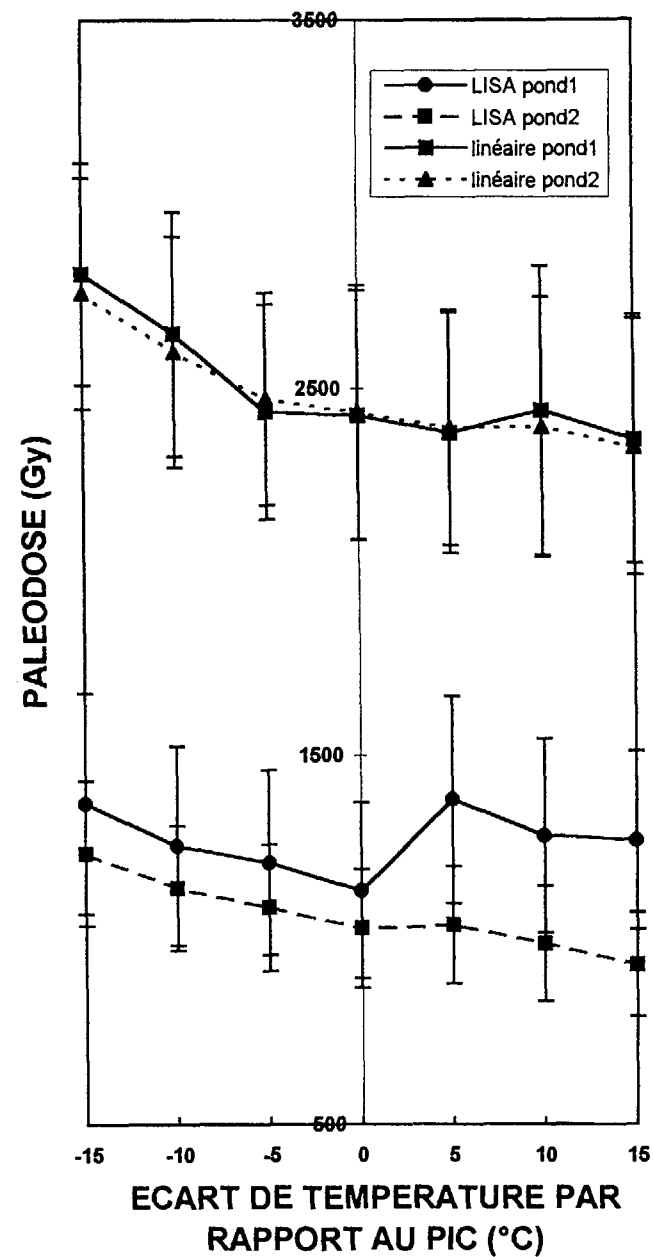




Figure 8 : Courbes de Thermoluminescence en 1<sup>ère</sup> lecture  
MD1b

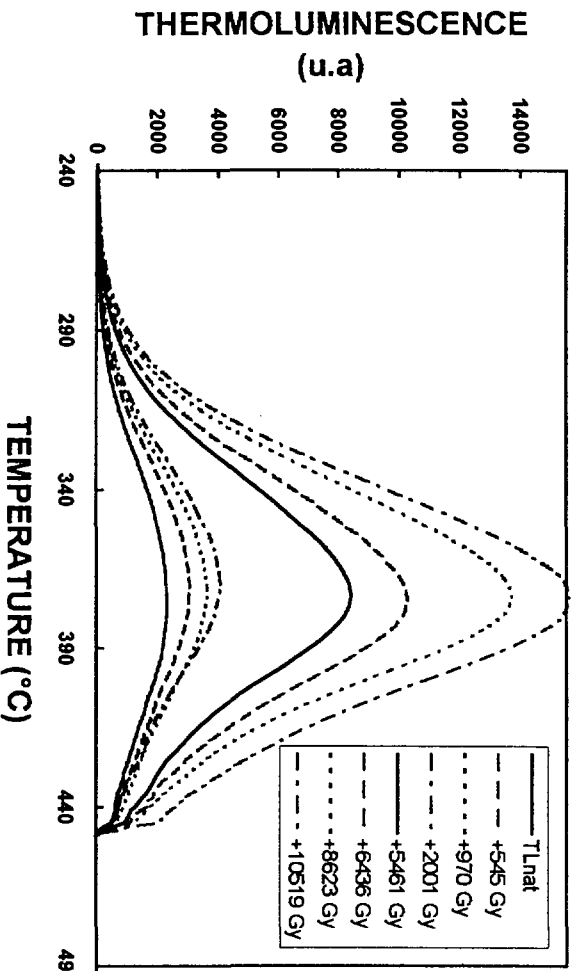


Figure 9 : Courbes de Thermoluminescence en 2<sup>ème</sup> lecture  
MD1b

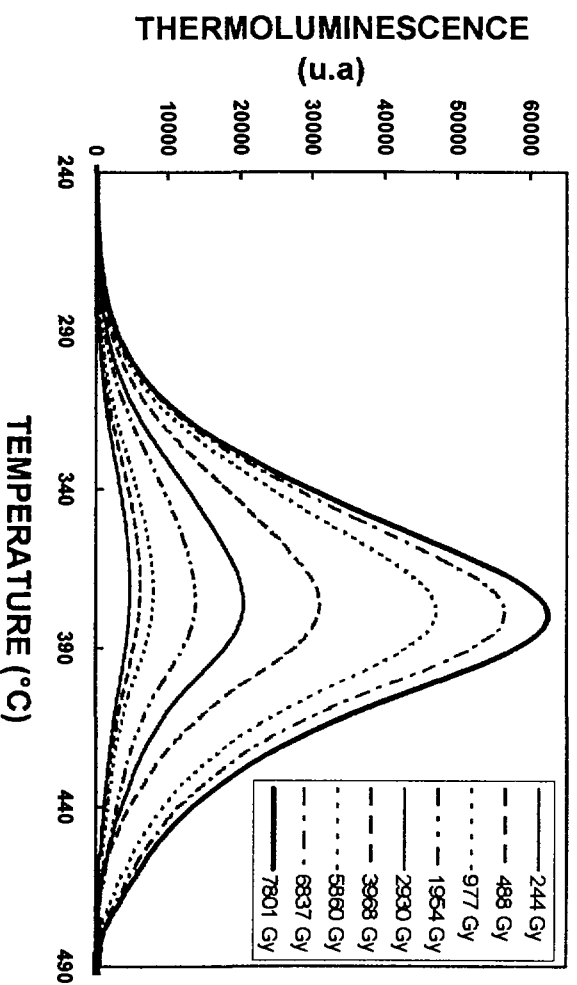


Figure 11 : Largeur et Dissymétrie (G/D) du pic TL à mi-hauteur en 1<sup>ère</sup> lecture  
MD1b

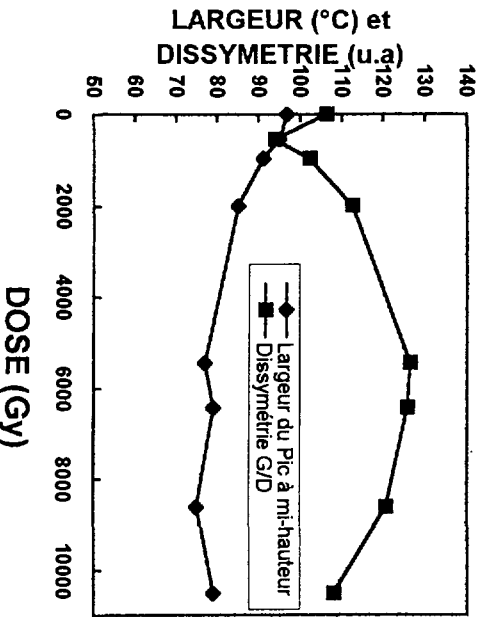


Figure 10 : Décalage de la température du pic en fonction de la dose  
MD1b

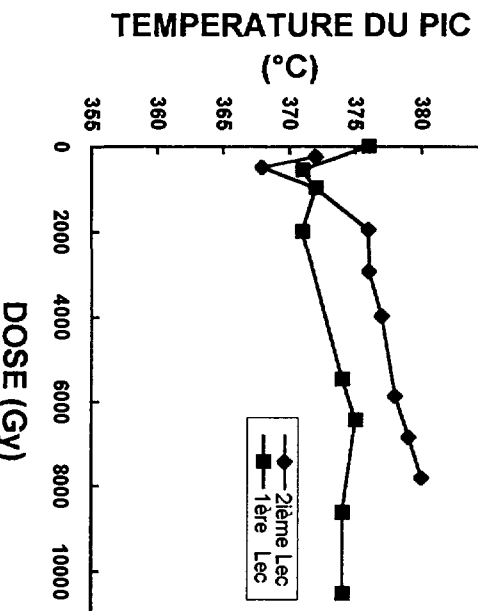


Figure 12 : Largeur et Dissymétrie (G/D) du pic TL à mi-hauteur en 2<sup>ème</sup> lecture  
MD1b

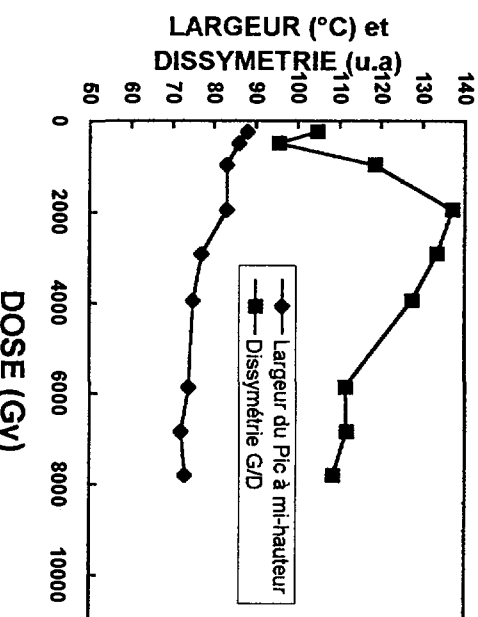


figure 13 : Courbes de croissance de Thermoluminescence pour MD1b

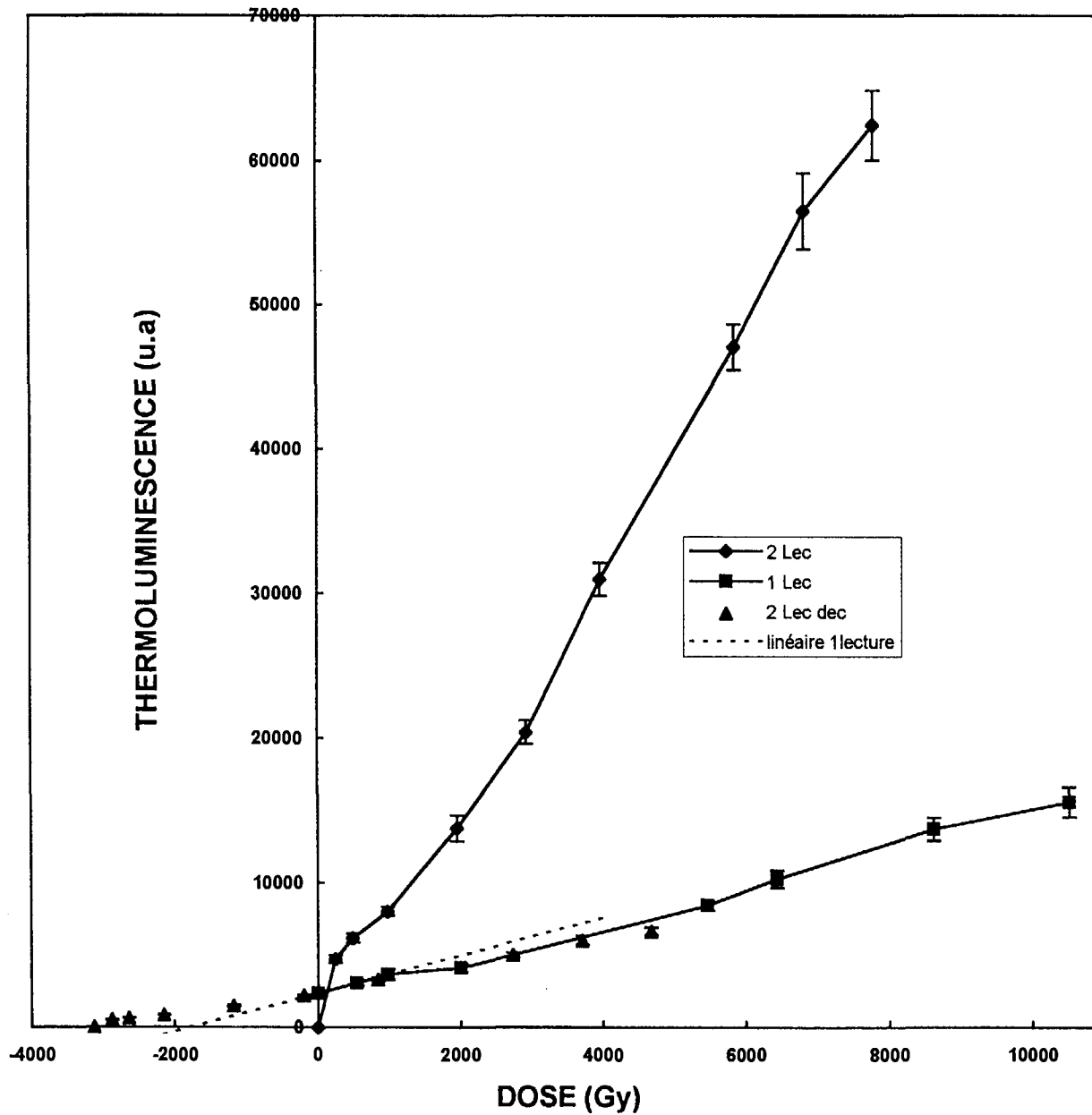


figure 14 : Plateau des paléodoses pour différents types de pondération MD1b

