



INSTITUT ROYAL DU PATRIMOINE ARTISTIQUE

KONINKLIJK INSTITUUT VOOR HET KUNSTPATRIMONIUM

LE RADIOCARBONE

Une mesure du passé

MARK J. Y. VAN STRYDONCK

traduction MICHEL DUPAS



Bruxelles
1995

KIKIRPA 1995

LE RADIOCARBONE
une mesure du passé

Mark J. Y. Van Strydonck
traduction Michel Dupas



ENTRÉ
INGEV.

Toute une salle d'un tel laboratoire semble n'être constituée que de cortèges de tubes en verre et en métal, de cornues, de ballons et de conduites qui se tordent les unes dans les autres dans les courbures les plus bizarres. Et dans ces tubes, cela siffle, bouillonne et mijote, des liquides et des gaz montent et descendent, des aiguilles d'instruments de mesure vibrent et tremblent sous l'action de forces invisibles - bref, le profane pense qu'il est le témoin de ce qui se brasse dans des marmites de sorcières et le plus mystérieux en outre c'est encore la grande caisse à trésors, en acier, paraissant peser des tonnes, qui détient en elle l'âme véritable de ce laboratoire et que nous ne voyons pas: un assemblage de compteurs pour mesurer la radioactivité.

(C.W. Ceram dans " Le premier Américain")

pour Hans et Eva



INTRODUCTION

Les techniques de datation en général, et la datation par le radio-carbone (appelée aussi en abrégé datation ^{14}C) en particulier, sont des sciences auxiliaires importantes pour l'archéologie, la géologie et les disciplines apparentées. Sans chronologie, pas d'histoire, pas d'évolution, seulement une image statique du monde.

L'exploration du temps comme cadre de référence auquel on peut accrocher les événements historiques n'est pas nouvelle. Elle est étroitement liée à la recherche d'une juste mesure du temps et à l'établissement d'un calendrier aussi précis que possible. Cette recherche remonte au début de notre civilisation. La plupart des examens les plus anciens sont cependant basés sur des considérations plus religieuses que scientifiques. Une des affirmations les plus remarquables sur l'âge de notre planète dans la pensée pré-scientifique vient du Dr. John Lightfoot, Vice-chancelier de l'Université de Cambridge, qui déclara que *"l'homme fut créé par la Trinité le 23 octobre de l'année 4004 avant le Christ, le matin à 9 heures"*.

Ce n'est qu'à partir du XVIII^e siècle qu'on va traiter les notions "temps" et "durée" d'une manière plus scientifique. Les méthodes resteront cependant des méthodes relatives pendant une bonne partie du vingtième siècle, se basant sur la comparaison de témoignages du passé (ex.: particularités de style des terres cuites en archéologie, stratigraphie de couches terrestres en géologie).

Depuis le développement des méthodes de datations absolues nous savons que la terre date d'environ 4,6 milliards d'années. Seuls les 50.000 dernières années peuvent être mesurées par la méthode du radiocarbone. Cette période n'est sûrement pas la plus longue mais bien la plus examinée de l'histoire de la terre. C'est pourquoi annuellement quelques milliers de datations sont produites par plus de cent laboratoires répartis dans le monde entier. A juste titre le Dr Willard "Bill" Libby a reçu en 1960, environ 12 ans après avoir pour la première fois mesuré du ^{14}C naturel, le Prix Nobel de chimie pour sa contribution au développement de cette technique.

La raison pour laquelle, à l'occasion du quarantième anniversaire de cette technique, j'ai conçu l'idée d'écrire une brochure générale sur la méthode ^{14}C est double. D'une part on devrait s'attendre à ce

qu'une technique qui existe déjà depuis plusieurs décennies soit vraiment bien connue, aussi bien par un public plus vaste que dans le milieu scientifique. D'autre part on pourrait penser que la technologie et le traitement des données sont des choses qui sont déjà depuis longtemps au point et qui ne subissent plus d'évolution. Les deux suppositions sont erronées.

Selon des contacts avec des utilisateurs de datations il semble que beaucoup ne savent pas en quoi consiste au juste une datation par le radiocarbone et comment on doit l'interpréter. La cause principale en est le caractère multidisciplinaire de la méthode. Les données de bases: processus de formation du ^{14}C dans la nature et technologie des mesures, ressortent de la biochimie et de la physique. Le développement des techniques de traitement de l'échantillon sont réalisées par un chimiste. L'interprétation des résultats fait appel au statisticien. Et finalement c'est un archéologue ou un géologue du quaternaire qui utilise les résultats. Les contacts entre ces différents groupes ne sont pas toujours évidents, sûrement pas lorsqu'un pont doit être établi entre les sciences positives et humaines. Les grandes différences de formation font qu'il est parfois difficile de parler le même langage, à fortiori de se comprendre tout à fait l'un l'autre.

La méthode a aussi fortement évolué ces dernières années. Des courbes de calibration précises permettent de mieux établir le lien entre l'âge ^{14}C et l'âge calendrier, tandis que la technologie à l'aide d'accélérateurs permet d'effectuer des datations sur de très petits échantillons. En outre il y a bon espoir de transposer l'âge maximal mesurable à environ 100.000 BP. A quarante ans, la datation par le radiocarbone paraît plus vivace que jamais. Ce sont des raisons suffisantes de mieux faire connaître la méthode.

La brochure est conçue de façon à présenter en première partie les aspects généraux de la méthode et à traiter en seconde partie des exemples typiques de nos régions. Les formules mathématiques mentionnées dans certains chapitres sont purement illustratives. Le lecteur non averti peut les passer sans gros problèmes. Certains paragraphes sont disposés en "intermède". Ces paragraphes donnent des informations complémentaires sur des sujets mentionnés dans le texte.

Par souci de simplification, aucune bibliographie détaillée n'est

reprise ici. Seules quelques références de standards sont citées, elles doivent aider le lecteur lors d'une étude ultérieure.

Enfin, je tiens à remercier tous ceux qui grâce à leurs conseils et leurs actions ont aidé à l'élaboration de cette brochure.

Chapitre I

BASES PHYSIQUES DE LA TECHNIQUE DE DATATION

1 La radioactivité

1.1 L'atome

Par la théorie atomique classique nous savons qu'un atome est constitué d'un noyau, composé de protons et de neutrons, et d'un nuage d'électrons. A l'état normal il y a autant de protons que d'électrons et la particule est électriquement neutre. Les propriétés chimiques de chaque atome sont déterminées par le nombre et le contenu énergétique des électrons qui se trouvent autour du noyau à divers niveaux d'énergie. Le noyau lui-même ne joue aucun rôle dans les processus chimiques. Il est même possible que des matières chimiquement identiques diffèrent dans la composition du noyau. Le carbone par exemple a 6 électrons (e^-) et par conséquent 6 protons (p) dans le noyau. Le nombre de neutrons (n) peut cependant varier. Dans la nature on rencontre environ 98,89 % de carbone avec 6 neutrons et une masse atomique de 12 pour 1,11 % de carbone avec 7 neutrons, ce qui porte sa masse atomique à 13. On les appelle des ISOTOPES.

Plus simplement on peut dire que des isotopes d'un atome déterminé diffèrent uniquement par leur masse (tableau 1). Leurs propriétés chimiques sont identiques et leurs propriétés physiques le sont aussi au niveau du comportement qu'on observe en général (paragraphe II 2.1).

Remarque:

la présentation normale des éléments est la suivante: ${}^{14}_6\text{C}$

14 nombre de nucléons
 C symbole du carbone
 6 nombre de protons dans le noyau

Dans cette brochure on s'en tiendra généralement à une présentation simplifiée comme au tableau 1.

Tableau 1

Quelques isotopes stables, rencontrés dans la nature, avec leur abondance.

carbone ^{12}C		98,89 %
	^{13}C	1,11 %
oxygène ^{16}O		99,76 %
	^{17}O	0,04 %
	^{18}O	0,20 %
hydrogène	^1H	99,985 %
	^2H	0,015 %

1.2 La désintégration radioactive

On appelle atome radioactif un atome dont le noyau subit à un certain moment une transformation ou désintégration soudaine et spontanée, s'accompagnant d'une libération d'énergie et de matière sous forme de rayonnement. Pour un élément déterminé on ne peut pas distinguer chimiquement un atome radioactif d'un atome non radioactif. Ils réagiront donc chimiquement de manière semblable. La seule différence est que dans un cas le noyau n'est pas stable et dans l'autre bien. Cette instabilité est causée par le nombre de neutrons dans le noyau. Pour des atomes à faible masse atomique il est clair que cette instabilité augmente à mesure que le rapport protons-neutrons s'écarte de 1 (voir tableau 2).

Selon la nature du rayonnement on peut distinguer trois groupes: les émetteurs α qui libèrent des noyaux He positifs; les β qui émettent des électrons négatifs et un troisième groupe qui émet un rayonnement électro-magnétique appelé rayons γ . Des émetteurs typiques de chaque groupe sont respectivement: le Radium-226, le Carbone-14 et le Cobalt-60.

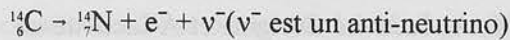
Par la force des choses c'est le

Tableau 2

La demi-vie de quelques isotopes du carbone.

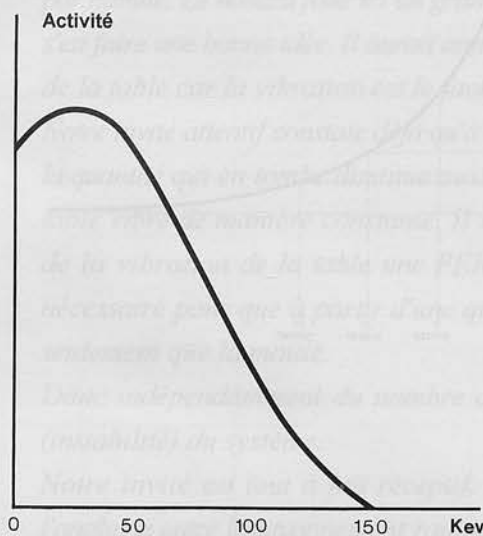
^{10}C	19,0 sec.
^{11}C	20,5 min.
^{12}C	stable
^{13}C	stable
^{14}C	5730 ans
^{15}C	2,25 sec.
^{16}C	0,74 sec.

carbone-14 ou radiocarbone qui nous intéresse le plus dans le cadre de cette brochure. C'est pourquoi nous discuterons plus loin uniquement de la désintégration radioactive de cet élément. Le radiocarbone se désintègre selon la réaction:



jusqu'à l'atome d'azote ${}^{14}_7\text{N}$.

Fig.1 Le spectre du ${}^{14}\text{C}$



L'énergie des électrons libérés est franchement basse. La figure 1 reproduit le spectre énergétique du radiocarbone. L'énergie maximale de la particule β s'élève à 156 KeV ($1\text{KeV} = 1,6 \cdot 10^{-12}\text{J}$) avec une moyenne de 45 KeV. Ce sont des valeurs propres à la désintégration d'un élément déterminé.

Pour le tritium par exemple (${}^3_1\text{H}$) ce maximum se situe à 18 KeV.

La désintégration radioactive est maintenant déterminée qualitativement mais pas encore quantitativement. Plus haut on a déjà mentionné que des atomes se désintègrent plus rapidement à mesure qu'ils s'écartent de leur état stable.

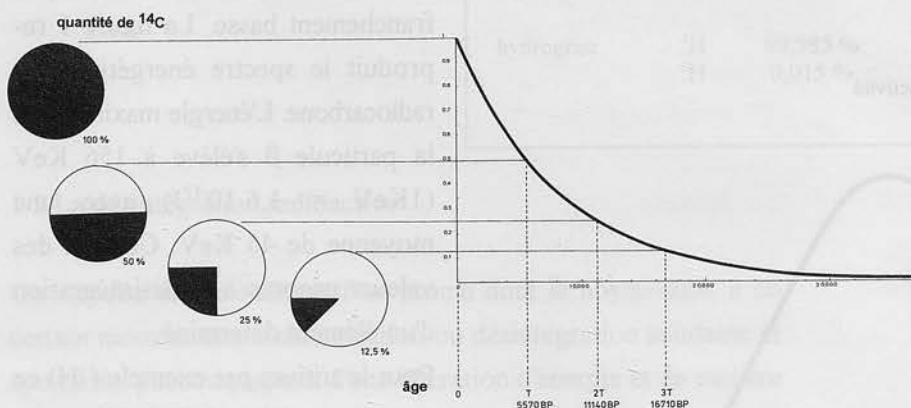
Ceci est correct. Cependant il est à vrai dire impossible d'évaluer à quel moment un atome bien déterminé de ${}^{14}\text{C}$ va se désintégrer. La désintégration radioactive a en effet un caractère statistique. La seule possibilité de décrire le comportement de ces particules est de travailler avec de grandes quantités auxquelles les principes du calcul des probabilités peuvent être appliqués. Une première notion qui doit être définie est la DEMI-VIE (T). C'est le temps nécessaire à la désintégration de la moitié d'une quantité déterminée de particules radioactives. Pour le ${}^{14}\text{C}$ celle-ci se chiffre à 5730 ± 40 ans. Cela veut dire que d'une quantité donnée de ${}^{14}\text{C}$ il en reste encore la moitié après 5730 ans, 1/4 après 11460 ans et 1/8 après 17190 ans (figure 2). Ceci nous conduit à la loi générale de la

désintégration:

$$A = A_0 e^{-\lambda t} \quad (\text{formule 1})$$

dans laquelle: $\lambda = \ln 2/T$, A_0 l'activité d'origine et A l'activité au moment t .

Fig.2 Désintégration radioactive du ^{14}C en fonction du temps



INTERMÈDE

La table vibrante (partie 1)

La désintégration radioactive est un phénomène qui dépasse complètement notre cadre journalier. Elle est aussi franchement difficile à décrire et c'est pourquoi nous avons recours à une comparaison.

Imaginons une séance de spiritisme chez Madame Blanche où un médium a le pouvoir de faire vibrer une table. Sur la table se trouve une série de billes en verre. Au début de la séance tout est au repos et les billes sont immobiles sur la table. Lorsque celle-ci commence à vibrer, les billes bougent; quelques-unes tombent du bord de la table et se brisent sur le sol. Un des invités à la séance est cependant plus attiré par les billes en verre que par l'appel des esprits et remarque déjà rapidement l'analogie entre cette situation spirite et la désintégration radioactive.

Les atomes stables sont les billes en verre qui se trouvent sur une table au repos et elles

resteront là à longueur de jours.

Les atomes radioactifs sont des billes semblables mais ils ont quelque chose d'instable qui est représenté par la vibration de la table. Ils sont d'autant plus instables que la table vibre fort. Il est clair que lorsqu'une bille en verre tombe de la table elle libère son énergie pendant la chute avant de se briser sur le sol. A ce moment-là ce n'est plus la même bille. Vivement le invité conclut que le nombre de billes en verre qui tombent de la table par unité de temps est déterminé par deux facteurs: le nombre de billes sur la table et la force avec laquelle la table vibre. Le premier est déterminé uniquement par la quantité de billes en verre placées sur la table, le second par la table elle-même (instabilité). Néanmoins lorsque la table vibre d'une manière constante il ne tombe pas le même nombre de billes par minute. Le hasard joue ici un grand rôle. Cependant après quelques comptages il peut s'en faire une bonne idée. Il aurait aimé savoir comment donner une mesure à la vibration de la table car la vibration est le facteur déterminant du système.

Notre invité attentif constate déjà qu'à mesure que le nombre de billes diminue sur la table, la quantité qui en tombe diminue aussi et ce proportionnellement au nombre restant si la table vibre de manière constante. Il va maintenant définir comme valeur caractéristique de la vibration de la table une PERIODE ou DEMI-VIE, c'est-à-dire le temps qui est nécessaire pour que à partir d'une quantité déterminée de billes sur la table il n'en reste seulement que la moitié.

Donc indépendamment du nombre de billes sur la table il a une idée de la vibration (instabilité) du système.

Notre invité est tout à fait réceptif, sans même s'en apercevoir, il prend conscience de l'analogie entre le rayonnement radioactif et l'énergie libérée pendant la chute de la bille en verre et voit clairement que les fragments sur le sol ne sont pas les mêmes que les billes sur la table; qu'elles vibrent ou pas, tant qu'elles sont sur la table elles présentent les mêmes propriétés (p.ex. leur forme).

2 LE RADIOCARBONE DANS LA NATURE

2.1 La production du radiocarbone dans la nature

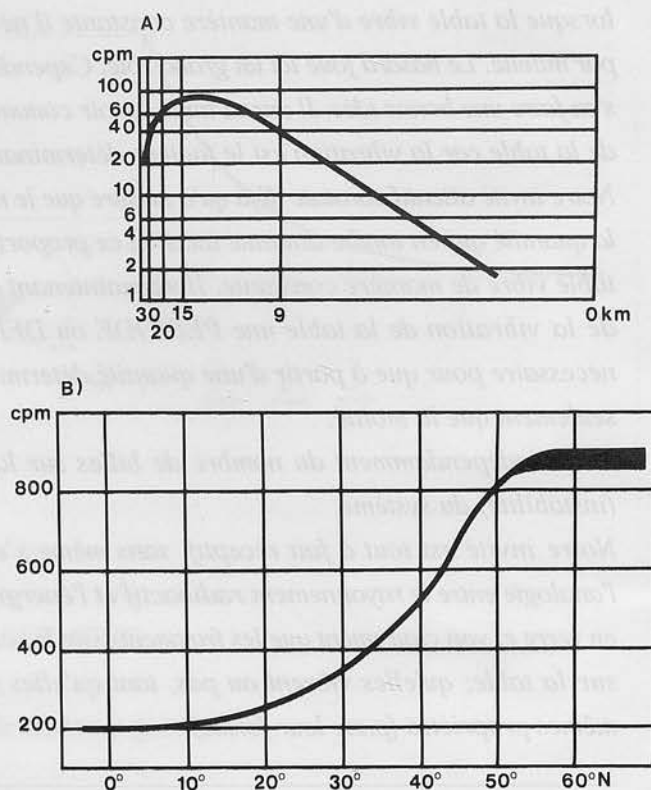
La demi-vie du ^{14}C est très courte en comparaison de l'âge de la terre. Cela signifie que si on trouve dans la nature du radiocarbone, celui-ci doit être produit récemment. Déjà dans les années trente on avait constaté par calcul comme en laboratoire que les noyaux d'azote peuvent avoir une interaction avec des neutrons lents (thermiques) suivant la réaction:

$^{14}\text{N} + n \rightarrow ^{14}\text{C} + p$, par laquelle le radiocarbone est formé et un proton libéré.

L'azote est suffisamment présent dans l'atmosphère (environ 78% de l'atmosphère au niveau de la mer) et les neutrons pouvaient être aussi mis en évidence. Leur présence dans l'atmosphère terrestre est la résultante d'un processus complexe. Les couches les plus élevées de l'atmosphère sont bombardées de façon continue par des particules provenant de l'espace interstellaire. Ce rayonnement cosmique se compose principalement de protons hautement énergétiques. Des interactions avec des molécules de l'atmosphère font naître toutes sortes de particules parmi lesquelles des neutrons thermiques qui garantiront la production d'atomes de ^{14}C . La densité des neutrons n'est cependant pas uniforme dans toute l'atmosphère. Cela influence par la force des choses la production de ^{14}C .

A partir des mesures il apparaît que 60% environ de la totalité du ^{14}C sont produits dans la stratosphère avec un maximum qui se situe à environ 12 km au-dessus du niveau de la mer. Il se forme aux pôles plus de ^{14}C qu'à l'équateur. Les 40% restants sont produits uniformément dans la troposphère. Le transfert vers la troposphère du ^{14}C formé dans la stratosphère n'est pas continu. C'est seulement

Fig.3 A) Densité des neutrons (cpm = coups par minute) en fonction de la hauteur (km)
B) Densité des neutrons (cpm) en fonction du degré de latitude



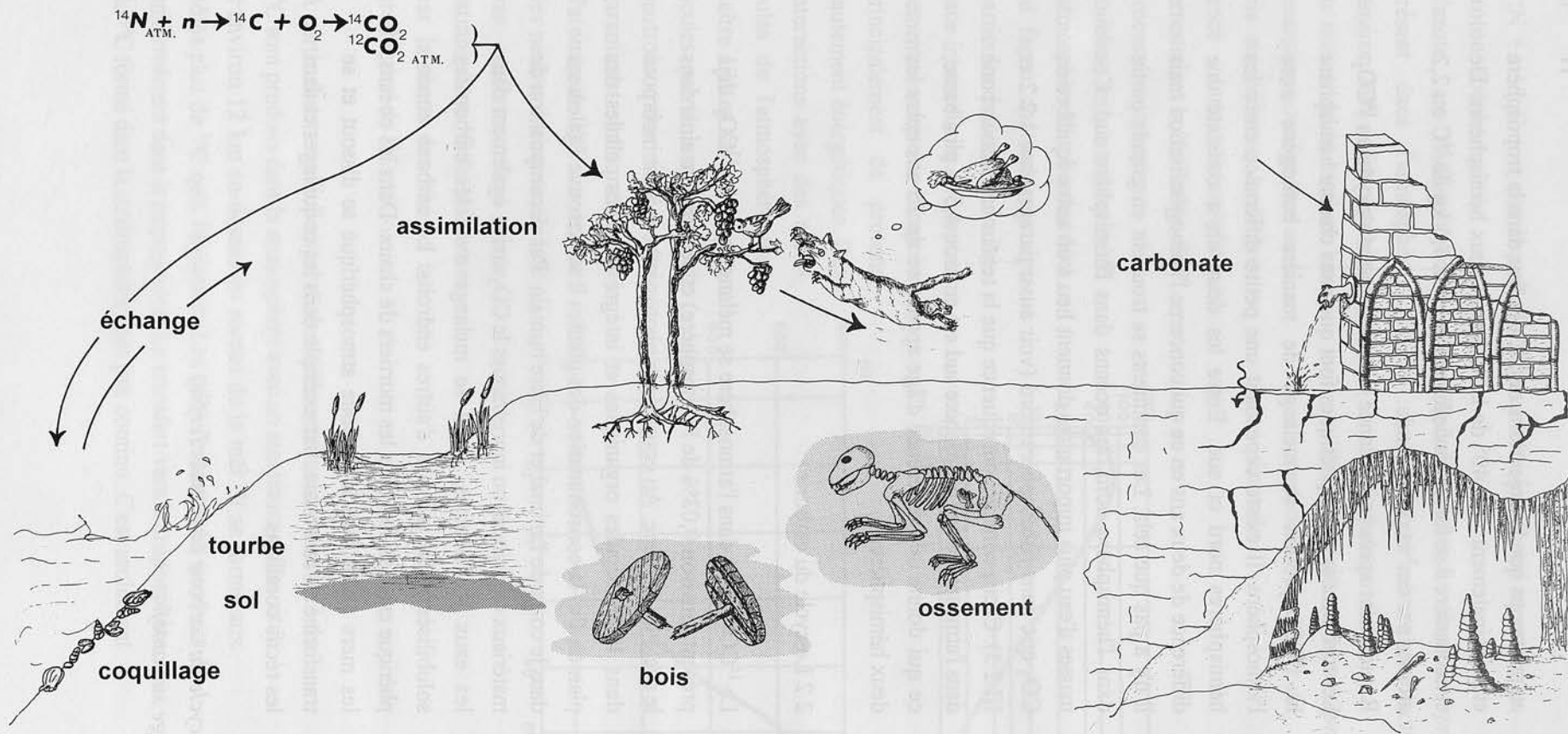
au printemps que les injections de ^{14}C ont lieu dans la troposphère et principalement vers 40° de latitude aux deux hémisphères. De cette manière il se forme annuellement environ 7,5 kg de ^{14}C ou 2,2 atomes par cm^2 et par seconde.

Rapidement après sa naissance le radiocarbone s'oxyde en $^{14}\text{CO}_2$. Les turbulences atmosphériques font que dans chaque hémisphère le $^{14}\text{CO}_2$ produit se mélange de manière homogène avec l'atmosphère. Il existe cependant une petite différence entre les hémisphères nord et sud. Entre les deux on a constaté une différence de deux ans en ce qui concerne l'homogénéisation mais il n'y a pas que cela. Les continents se trouvent en grande partie dans l'hémisphère nord, les océans dans l'hémisphère sud. Ces masses d'eau plus importantes donnent lieu à un autre équilibre en CO_2 que dans l'hémisphère nord (voir aussi paragraphes 1.2.2 et III.2.3). Ceci a comme conséquence que la teneur en radiocarbone dans l'atmosphère de l'hémisphère sud est environ 4,5‰ plus basse, ce qui donne une différence d'âge apparente de 35 ans entre les deux hémisphères.

2.2 Le cycle du carbone

Le $^{14}\text{CO}_2$ formé dans l'atmosphère se mélange avec le $^{12}\text{CO}_2$ déjà présent (environ 0,03% de l'atmosphère) et se retrouve ainsi dans le cycle du carbone. Au cours de la photosynthèse il est incorporé dans les molécules organiques et intégré dans les cellules des plantes. Par la consommation des plantes il se retrouve également dans le corps de l'animal et de l'être humain. Par décomposition de matériaux organiques ou inorganiques le CO_2 arrive également dans les eaux souterraines, où il se mélange avec les carbonates solubilisés et se fixe à d'autres endroits. Le carbone atmosphérique est aussi fixé dans les mortiers de chaux. Dans les océans, les mers et les lacs le carbone atmosphérique se dissout et se transforme en carbonate, par exemple dans les coquillages et dans les récifs coralliens.

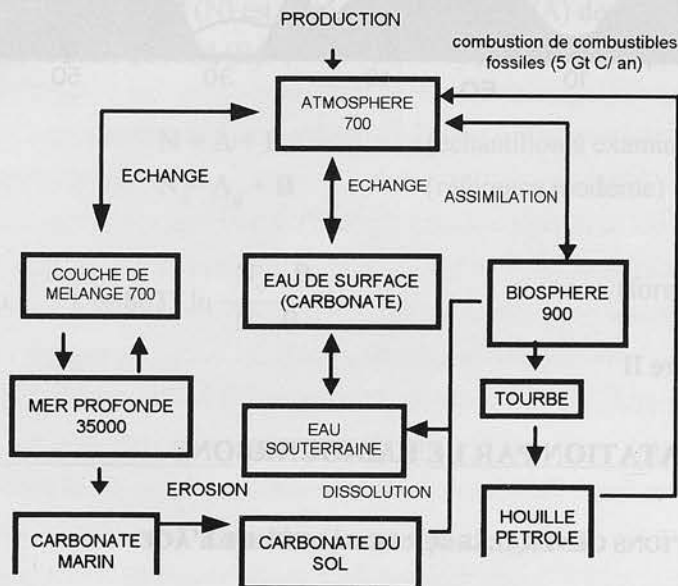
Fig.4 *Le cycle du carbone (dessin A. Terfve)*
(page suivante)



La figure 4 est une impression artistique du trajet que le carbone atmosphérique parcourt pour finalement être déposé sous la forme d'un matériau géologique ou archéologique datable. L'équilibre dynamique dans le cycle du carbone, les mécanismes biologiques d'échange de matière et un équilibre supposé dans la production et la consommation (désintégration) du radiocarbone, font que la teneur en ^{14}C est constante dans les organismes vivants malgré la désintégration radioactive. Chaque être vivant a donc en lui une certaine quantité de matériau radioactif. Pour un corps humain moyen il en résulte que 200.000 désintégrations environ s'y produisent par minute en raison du ^{14}C présent, sans tenir compte des autres éléments radioactifs qui peuvent aussi s'y trouver.

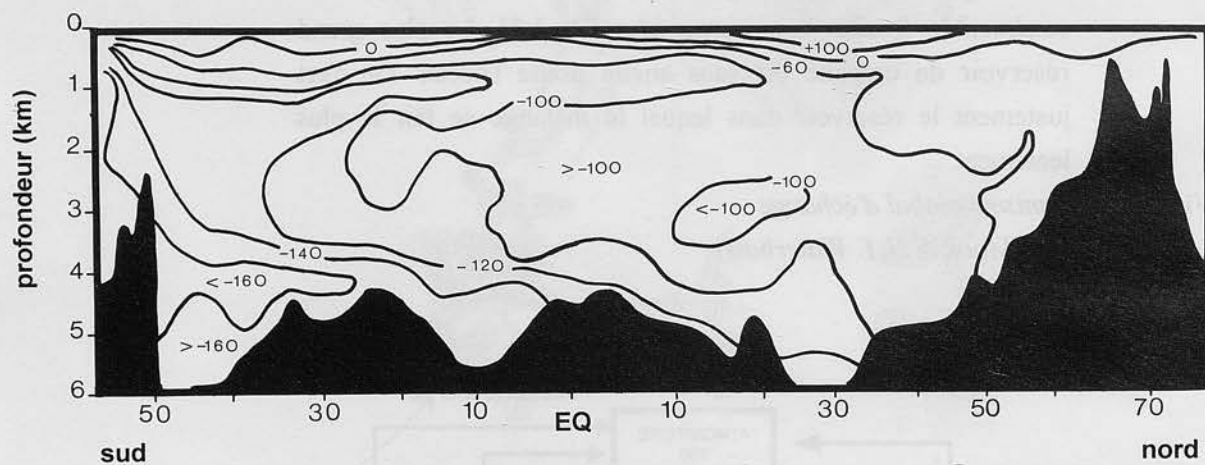
Bien qu'à l'intérieur d'un réservoir déterminé de carbone la teneur en ^{14}C soit constante il existe de grandes différences entre les réservoirs. La figure 5 présente le mécanisme global d'échange. Sur cette figure on reprend également l'influence de l'emploi de combustible fossile (voir paragraphe III, 1.3). Le plus grand réservoir de carbone est sans aucun doute l'océan. Or c'est justement le réservoir dans lequel le mélange se fait le plus lentement.

Fig.5 Le mécanisme global d'échange
(d'après W. Mook & H.T. Waterbolk)



C'est pourquoi on considère la mer profonde et la couche de mélange (les premiers 100 m) comme deux réservoirs distincts. Il est bien connu qu'il y a des courants dans les océans et que de l'eau bouillonne à certains endroits à partir de la mer profonde. Ceci fait que la teneur en ^{14}C dans les océans change à chaque endroit. Sur la figure 6, qui reproduit la coupe de la partie occidentale de l'océan atlantique, on peut observer que la teneur en ^{14}C dans l'hémisphère sud est nettement plus basse que dans l'hémisphère nord. Généralement le CO_2 dissous dans les océans a un âge apparent par rapport au CO_2 de l'atmosphère. Cette différence est cependant liée à l'endroit (voir paragraphe III, 2.3).

Fig.6 Teneur en ^{14}C de la partie occidentale de l'océan Atlantique en fonction de la profondeur, en $\Delta^{14}\text{C}$ (‰ déviation du standard normalisé) (d'après M. Stuiver & H.G. Östlund)



Chapitre II

LA DATATION PAR LE RADIOCARBONE

1 NOTIONS GÉNÉRALES SUR LE CALCUL DE L'ÂGE

1.1 La formule de la datation

De la loi générale de la désintégration on peut conclure que l'âge (t) peut être calculé si la radioactivité résiduelle d'un échantillon (A) peut être mesurée et si l'activité à l'origine (A_0) du matériau est connue.

$$A = A_0 e^{-\lambda t} \quad (\text{formule 1})$$

ou: $t = (1/\lambda) \cdot \ln (A_0/A)$

$$1/\lambda = T/\ln 2 = 8033$$

(T = demi-vie: voir paragraphe II, 2.2)

$$t = 8033 \cdot \ln (A_0/A) \quad (\text{formule 2})$$

Cette formule de base sera développée au cours de ce chapitre selon le nombre de paramètres introduits. D'abord et surtout il y a le bruit de fond. Chaque système de comptage a un bruit de fond. Il s'agit d'un nombre de désintégrations apparentes qui sont enregistrées malgré le fait que la mesure est effectuée sur un échantillon qui ne contient pas de ^{14}C . Ces comptages proviennent, soit du courant constant de rayons cosmiques qui pénètrent dans le compteur, soit de l'électronique et des composants du compteur (voir paragraphe IV,2).

La valeur mesurée (N) est donc égale à l'activité (A) de l'échantillon plus le bruit de fond (B).

$$N = A + B \quad (\text{échantillon à examiner})$$

$$N_0 = A_0 + B \quad (\text{référence moderne})$$

ou: $t = 8033 \cdot \ln \frac{N_0 - B}{N - B}$ (formule 3)

INTERMÈDE

La table vibrante (partie 2)

Dans le premier chapitre nous avons fait la connaissance de Madame Blanche et de sa

table vibrante. Notre invité aurait voulu savoir depuis combien de temps la table de Madame Blanche vibrait. Comme il est arrivé en retard il ne sait pas quand cela a commencé. Il sait cependant bien l'intensité avec laquelle la table vibre (demi-vie) et il sait aussi combien il y avait de billes en verre sur la table au début de la séance (standard moderne). Il peut maintenant faire deux choses: il peut compter le nombre de billes qui se trouvent encore sur la table et à l'aide des deux autres données calculer combien de temps la table a vibré (s'il ne reste plus que la moitié de la quantité initiale sur la table, alors Madame Blanche est déjà occupée pendant le temps d'une demi-vie, etc.). A première vue, une façon simple de mesurer. Mais, Madame Blanche l'a rendue difficile, en diminuant presque complètement l'éclairage de la chambre de sorte que le comptage devient une épreuve très ardue. C'est pourquoi notre invité, qui a déjà complètement oublié la séance, décide de bien écouter et noter chaque fois qu'il entend une bille qui s'écrase au sol. En comptant le nombre MOYEN de billes qui tombent par unité de temps, il peut calculer depuis combien de temps la séance a commencé. Cela prend davantage de temps avant qu'il ait une idée précise du nombre de billes qui sont restées sur la table, mais il s'en sort très bien.

De retour chez lui il raconte cette expérience enrichissante au cours de laquelle l'appel des esprits lui a révélé le secret de la désintégration radioactive.

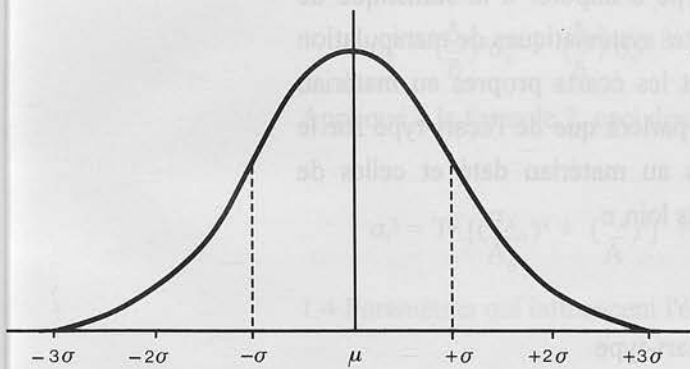
1.2 L'écart-type

Dans le chapitre précédent on a déjà signalé le caractère statistique de la désintégration radioactive. Ceci veut dire en d'autres mots que plusieurs mesures d'un même échantillon donneront toujours un résultat légèrement différent. Les résultats se groupent autour d'une valeur moyenne selon une courbe "normale" ou de "Gauss". Cette courbe est en forme de cloche (figure 7). L'axe horizontal reproduit les différents résultats possibles, la surface sous la courbe représente la probabilité avec laquelle la valeur mesurée est la vraie. La surface totale entre la ligne de base et la courbe représente 100 % de probabilité. Le maximum correspond à la valeur moyenne (μ). Il est clair que la forme de cette courbe est déterminée par la reproductibilité des mesures. Dans le cas de la figure 8B la courbe est fort étroite. Ceci signifie que la dispersion des résultats reste limitée à un petit domaine autour de la valeur moyenne. Dans le cas A la courbe est étalée largement ce qui représente une grande

dispersion des résultats.

Fig.7 Courbe de Gauss avec la moyenne (μ) et l'écart-type (σ).

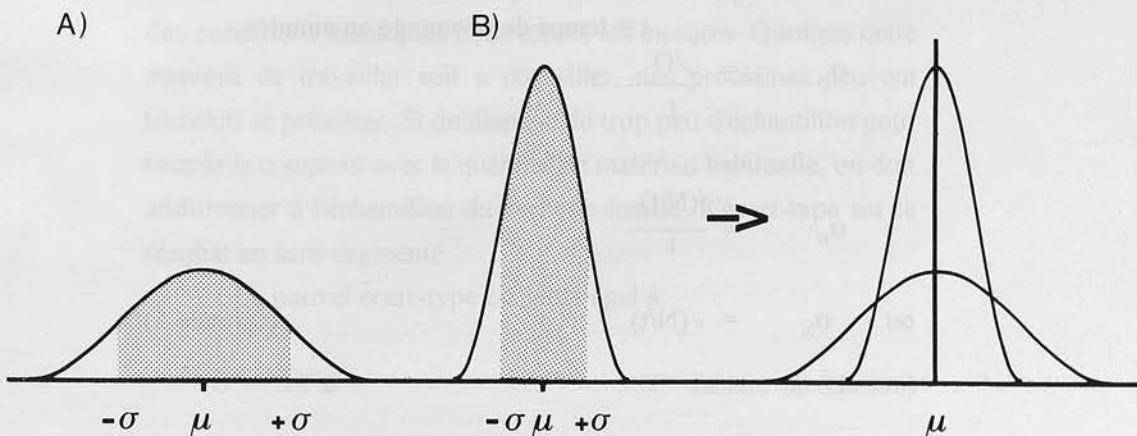
Lors d'une mesure μ est assimilé au résultat mesuré A



Un même raisonnement peut aussi être appliqué à une seule mesure et on peut se demander quelle est la probabilité avec laquelle cette mesure approche le résultat réel. Ici aussi on peut utiliser la distribution normale pour exprimer que la probabilité est plus grande de trouver la valeur réelle autour de la valeur mesurée que dans un domaine qui s'en éloigne. Une mesure de la dispersion est donnée par l'écart-type ($\sigma =$ sigma).

Il est défini de façon qu'il existe 68,3 % de probabilité avec laquelle le résultat réel de la mesure A se situe dans la fourchette $A \pm \sigma$, 95,4 % dans la fourchette $A \pm 2\sigma$ et 99,7 % dans $A \pm 3\sigma$.

Fig.8 Courbe Gaussienne étroite et large



L'écart-type n'a pas de signification physique et est uniquement choisi pour des raisons mathématiques. La valeur de + et - 1σ correspond exactement aux endroits où la courbe passe de concave à convexe c'est à dire les points d'inflexion. Ces points d'inflexion sont mathématiquement très faciles à calculer. C'est la dérivée seconde de la fonction qui décrit la courbe de Gauss.

L'importance de l'erreur finale sur la mesure, ou l'écart du résultat mesuré par rapport à la valeur réelle, peut avoir des causes diverses. En premier lieu il y a l'écart-type à imputer à la statistique de comptage, mais il y a aussi les fautes systématiques de manipulation et de traitement du matériau et les écarts propres au matériau même. Dans ce chapitre on ne parlera que de l'écart-type sur le comptage. Les erreurs propres au matériau daté et celles de laboratoire seront examinées plus loin.

1.3 Aspect mathématique de l'écart-type

Par la statistique nous savons que l'écart-type sur une seule mesure de la radioactivité ayant pour résultat Q désintégrations est égal à:

$$\sigma_Q = \sqrt{Q} \quad (\text{formule 4})$$

Si nous exprimons les grandeurs par unité de temps (cpm = coups par minute) la formule 4 devient alors:

$$Q = N.t \quad \begin{array}{l} N = \text{nombre de coups par minute} \\ t = \text{temps de comptage en minutes} \end{array}$$

$$\sigma_N = \frac{\sqrt{Q}}{t}$$

$$\sigma_N = \frac{\sqrt{(N.t)}}{t}$$

$$\text{ou: } \sigma_N = \sqrt{(N/t)} \quad (\text{formule 5})$$

C'est cette dernière formule qui est utilisée en pratique. L'écart-type sur la mesure nette (A) est alors égale à la racine carrée de la

somme des σ carrés sur les comptages bruts (N) et le bruit de fond (B).

$$\text{ou: } \sigma_A = \sqrt{(\sigma_N^2 + \sigma_B^2)} \quad (\text{formule 6})$$

Maintenant que les divers écarts-types sont connus on peut calculer l'écart-type global sur l'âge. Sous sa forme la plus générale il se présente comme suit:

$$\sigma_z^2 = \left(\frac{\partial f}{\partial x}\right)^2 \sigma_x^2 + \left(\frac{\partial f}{\partial y}\right)^2 \sigma_y^2 + \dots \quad \text{si } z = f(x, y, \dots) \quad (\text{formule 7})$$

Appliqué à la formule 2, ceci donne:

$$\sigma_t^2 = T^2 \left[\left(\frac{\sigma_{A_0}}{A_0}\right)^2 + \left(\frac{\sigma_A}{A}\right)^2 \right] + \left(\frac{\sigma_T}{T}\right)^2 t^2 \quad (\text{formule 8})$$

1.4 Paramètres qui influencent l'écart-type

Il découle des formules 5 et 8 que l'on peut diminuer l'écart-type en mesurant plus longtemps ou en utilisant plus d'échantillon (augmenter le nombre de désintégrations). En règle générale on admet que doubler le temps de comptage ou la quantité d'échantillon diminue l'écart-type d'un facteur $\sqrt{2}$. La maîtrise du bruit de fond améliore également l'écart-type sur la mesure. La plupart de ces paramètres sont cependant déterminés par l'appareillage et les conditions opératoires. Vu le nombre de variables dont il faut tenir compte on travaille de préférence dans des conditions identiques pour toutes les mesures. Quoique cette manière de travailler soit à conseiller, des problèmes peuvent toutefois se présenter. Si on dispose de trop peu d'échantillon pour remplir le compteur avec la quantité de matériau habituelle, on doit additionner à l'échantillon du carbone fossile. L'écart-type sur le résultat en sera augmenté.

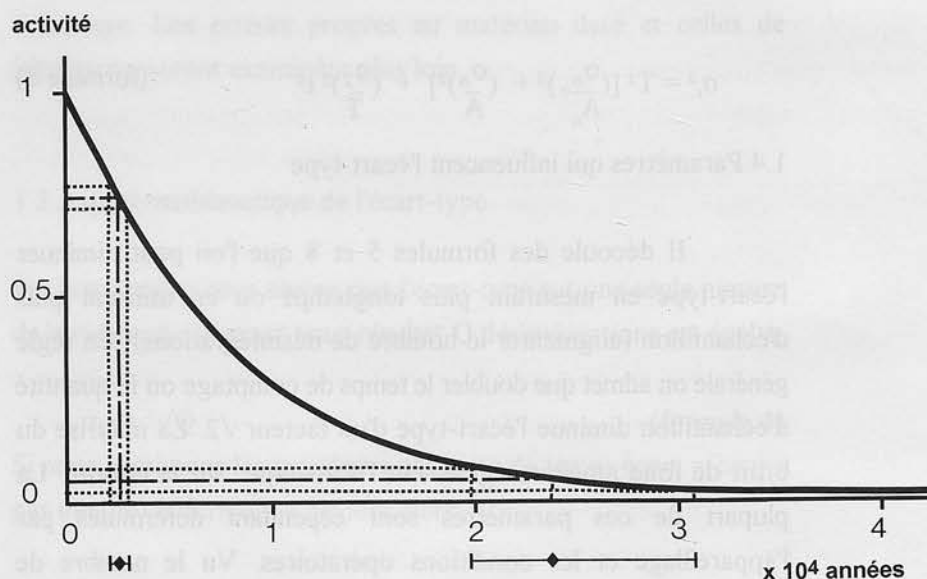
Le nouvel écart-type est alors égal à:

$$\sigma' = \sqrt{F} \cdot \sigma \quad (F = \text{facteur de dilution})$$

Ainsi quand on dilue l'échantillon d'une quantité égale de carbone fossile, l'écart-type augmentera de $\sqrt{2}$.

Bien que l'écart-type sur la mesure soit le même dans le sens positif ou négatif il n'en est pas de même pour l'âge. Pour des échantillons relativement jeunes, la différence est négligeable. Pour de plus vieux échantillons qui ont un écart-type relativement grand, l'allure logarithmique de la formule de l'âge joue un rôle. Ceci se voit sur la figure 9 où pour plus de clarté l'échelle et l'écart-type sont artificiellement agrandis.

Fig.9 Influence de l'allure logarithmique de la fonction de l'âge sur l'écart-type



Finalement il faut aussi mentionner que l'écart-type des appareils de mesure de la nouvelle génération, les machines-AMS (voir paragraphe IV, 2.4), est davantage défini par la stabilité de la mesure que par les phénomènes décrits ci-dessus.

1.5 Age maximum mesurable

Le problème qui se pose ici est: quelle peut être la radioactivité minimum d'un échantillon pour qu'on puisse encore la distinguer avec une précision suffisante du bruit de fond. Par convention internationale cette limite a été fixée à $A_{\min} = 2\sigma_A$. Si la radioactivité est plus grande que deux fois l'écart-type sur la mesure, la

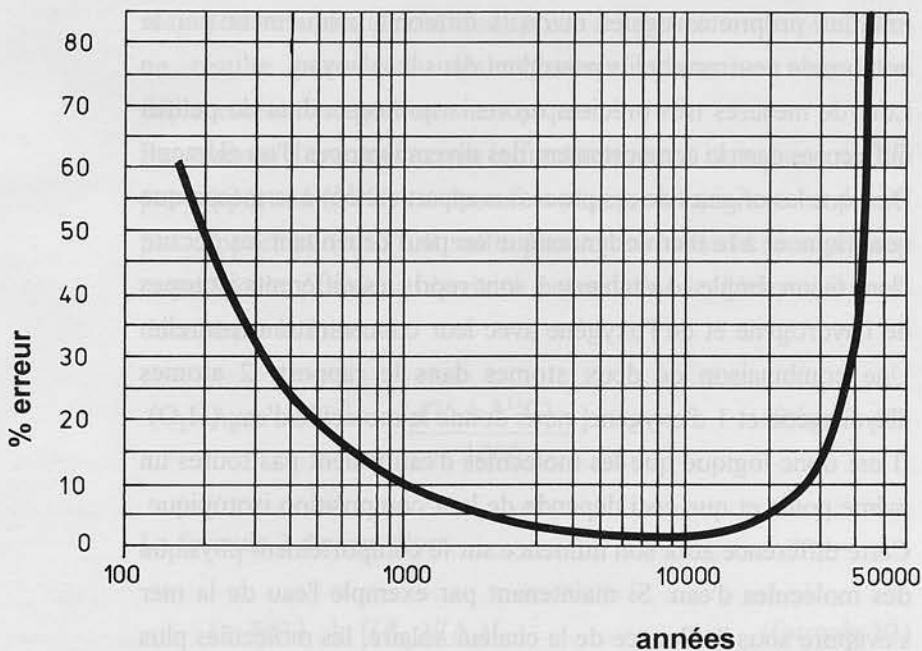
probabilité que l'activité réelle soit nulle est plus petite que 2,5%. Si la radioactivité est plus petite que 2 sigma, le résultat est alors exprimé par: " plus vieux que t";

$$\text{avec } t = 8033 \cdot \ln [A_0 / (A + 2\sigma_A)] \quad (\text{formule 9})$$

Il est possible de déplacer cette limite par enrichissement isotopique. Cette méthode est cependant peu appliquée. Il faut en effet beaucoup de matière, ce qui est la plupart du temps un problème pour les vieux échantillons. L'influence de la moindre contamination a de grandes répercussions sur le résultat et le procédé est très compliqué. Pour donner un exemple: l'enrichissement de 200 l de gaz pour en obtenir finalement 6 l augmente l'âge maximum datable de 18.500 ans. Une contamination de 0,2 mg de carbone moderne par gramme d'échantillon entraîne une erreur de 5.000 ans sur un âge de 70.000. Il est évident que cette méthode de travail n'est pas adaptée à un traitement de routine.

1.6 En résumé: le graphique de précision théorique

Fig.10 Graphique de précision



La figure 10 décrit la précision relative d'une datation par le radiocarbone. Bien que l'erreur sur la mesure soit toujours plus petite à mesure que l'échantillon est plus jeune, elle devient relativement très importante. On ne peut obtenir une bonne image de la précision réelle d'une datation par le radiocarbone qu'après calibration (chapitre III); néanmoins on peut dire que la méthode s'adapte le mieux à des matériaux dont l'âge se situe entre 2.000 et 30.000 ans.

2 CORRECTIONS

Quand on commença à employer la technique de datation par le radiocarbone il y a de cela quatre décennies, quelques suppositions ont été émises qui étaient fautives ou plus exactement à moitié valables. La conséquence est que nous devons apprendre à travailler avec un système qui parle d' "années radiocarbone conventionnelles", "% moderne", "années calendrier", "âge calibré", "BP", etc.

2.1 Fractionnement isotopique

Au premier chapitre nous avons vu que les isotopes d'un élément ont des propriétés égales et qu'ils diffèrent uniquement par le nombre de neutrons qu'ils possèdent dans leur noyau.

Lors de mesures très précises on remarque cependant de petites différences dans le comportement des divers isotopes d'un élément. Bien que les origines de ces processus appartiennent à la mécanique quantique et à la thermodynamique on peut cependant les décrire d'une façon simple. Au tableau 1 sont repris les différents isotopes de l'hydrogène et de l'oxygène avec leur concentration naturelle. Une combinaison de deux atomes dans le rapport: 2 atomes d'hydrogène et 1 d'oxygène, nous donne la molécule d'eau (H_2O). Il est donc logique que les molécules d'eau n'aient pas toutes un même poids et que ceci dépende de leur composition isotopique. Cette différence aura son influence sur le comportement physique des molécules d'eau. Si maintenant par exemple l'eau de la mer s'évapore sous l'influence de la chaleur solaire, les molécules plus

légères vont s'évaporer plus facilement que les plus lourdes. Cette eau évaporée forme des nuages qui à leur tour provoqueront des précipitations. L'eau des précipitations va peser moins que l'eau (pure) de la mer. Dans les nuages mêmes, les molécules les plus lourdes vont se condenser plus vite que les plus légères, avec pour conséquence que l'eau de pluie à l'équateur est plus lourde que l'eau de précipitation polaire. Un même phénomène se présente lors de la photosynthèse. Si nous examinons le rapport des isotopes du carbone dans le CO_2 atmosphérique et dans les plantes nous constatons un enrichissement en atomes de carbone plus légers dans la plante.

On appelle fractionnement isotopique le changement de rapport des isotopes entre deux milieux. Pour des raisons pratiques on l'exprime par rapport à un standard:

$$\delta^{13}\text{C} (\text{‰}) = \frac{(^{13}\text{C}/^{12}\text{C})_{\text{échantillon}} - (^{13}\text{C}/^{12}\text{C})_{\text{standard}}}{(^{13}\text{C}/^{12}\text{C})_{\text{standard}}} \times 1000 \quad (\text{formule 10})$$

Toutes les corrections dans la méthode de datation par le radiocarbone sont rapportées à une valeur de base de -25‰. C'est le fractionnement isotopique du bois par rapport à un standard international utilisé (PDB). Si le fractionnement du matériau à dater s'écarte de ces -25‰ la teneur en ^{14}C mesurée doit alors être réajustée ou normalisée du fait qu'elle a subi une modification qui ne résulte pas de la désintégration radioactive mais d'un déplacement des équilibres isotopiques.

Par examen il est apparu que le fractionnement isotopique du ^{14}C par rapport au ($\delta^{14}\text{C}$) est deux fois plus grand que le celui du ^{13}C par rapport au ($\delta^{13}\text{C}$). Il suffit donc de mesurer le second pour connaître le premier. L'activité normalisée de l'échantillon est donnée par la formule:

$$A_n = A \cdot \left[1 - \frac{2 \cdot (25 + \delta^{13}\text{C})}{1000} \right] \quad (\text{formule 11})$$

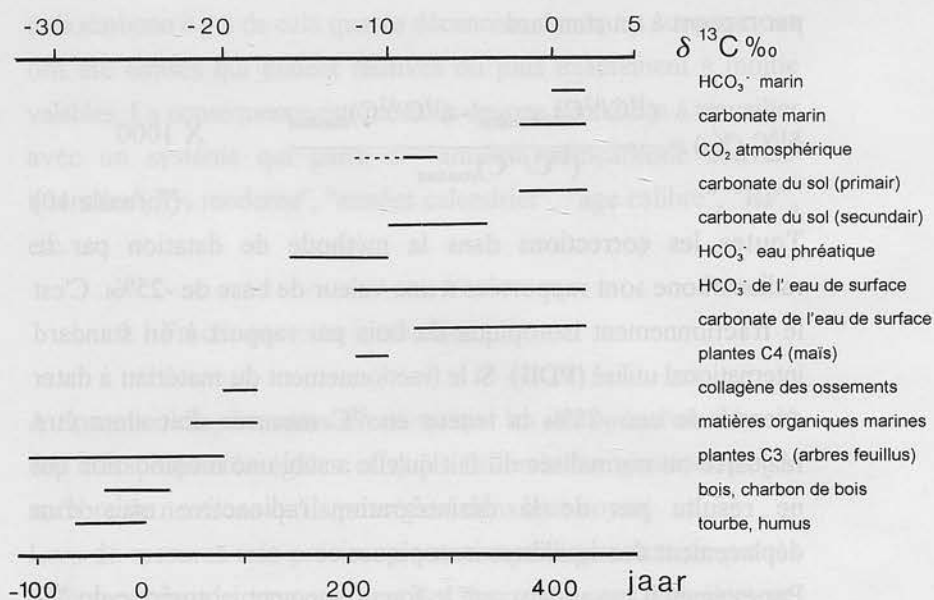
La formule 2 devient alors:

$$t = 8033 \cdot \ln \left[\frac{(A_{on})}{(A_n)} \right] \quad (\text{formule 12})$$

La figure 11 reproduit le fractionnement isotopique de la plupart des réservoirs de carbone qui se présentent dans la nature. La différence importante entre le fractionnement isotopique du bois et celui par exemple du papyrus et de la paille surprend immédiatement. Si on n'effectue pas de correction pour de tels matériaux, l'erreur s'élève alors à près de 200 ans, ce qui est considérable. Mise en formule, cette correction devient:

$$t = (\delta^{13}\text{C} + 25) \times 16 \text{ ans} \quad (\text{formule 13})$$

Fig.11 $\delta^{13}\text{C}$ de diverses matières



INTERMÈDE

Les habitudes alimentaires et le fractionnement isotopique

La différence dans le mécanisme d'absorption du CO_2 entre les océans et la biosphère continentale a des répercussions dans le rapport des isotopes dans les deux réservoirs de carbone.

Les valeurs $\delta^{13}\text{C}$ du collagène des os d'animaux marins seront par exemple différentes de celles d'animaux terrestres parce qu'ils tirent leur carbone d'un réservoir différent avec un

rapport d'isotopes différent. On peut extrapoler ce raisonnement et mesurer le rapport des isotopes dans le collagène des os d'animaux terrestres qui puisent leur nourriture principalement dans la mer (ours blanc) et comparer ce résultat avec les animaux qui trouvent leur nourriture sur terre (renne). Lors d'une étude il est apparu que les os d'animaux de la première catégorie présentent des valeurs $\delta^{13}\text{C}$ voisines de $-13,7\%$, tandis que celles de la deuxième catégorie sont voisines de $-20,1\%$. Une différence évidente de $6,4\%$. Sachant cela, on a étudié des ossements humains des temps préhistoriques, entre autres au Danemark. On a conclu qu'au Mésolithique le régime alimentaire des habitants du Groenland et du Danemark était constitué principalement de nourriture marine. Au Néolithique et plus tard les principales sources de nourriture se trouvaient sur terre. Tous les matériaux examinés provenaient d'endroits tout proches de la mer de sorte que le facteur distance ne compte pas et il s'agissait réellement d'un changement dans le mode de vie.

2.2 Demi-vie

Il a fallu longtemps avant que les scientifiques soient d'accord sur la demi-vie du ^{14}C . Actuellement on sait avec une grande certitude qu'elle se chiffre à 5730 ans. Il y a quelques décennies on acceptait généralement la valeur 5568. Vu que de nombreuses datations avaient été publiées avec la demi-vie incorrecte on se trouva devant un problème énorme. L'adaptation de toutes ces datations publiées était quasi impossible. L'adaptation de la formule à partir d'un certain moment ne paraissait pas non plus être la bonne solution. Après un laps de temps, il deviendrait difficile de savoir avec quelle demi-vie un échantillon déterminé avait été daté. Finalement on a décidé de conserver l'ancienne "demi-vie Libby", sachant qu'elle s'écarte de 3% de la vraie.

2.3 Standard moderne et dénomination "Before Present"

Si on veut étudier des âges il faut un repère objectif qui a reçu la valeur "zéro". Dans notre culture occidentale c'est l'année présumée de la naissance de Jésus-Christ. 1000 AD (Anno Domini) veut donc dire 1000 ans après la naissance du Christ. Sans ce point de repère il est impossible d'exprimer un laps de temps. Les datations ^{14}C

conventionnelles sont toujours suivies de "BP" qui signifie "Before Present" (avant maintenant). En soi c'est un terme à double sens. On entend par cela: avant l'année de référence 1950 AD, "l'an zéro" pour la datation par le radiocarbone.

2.4 Age ^{14}C conventionnel

En résumé on peut établir qu'une datation conventionnelle par le radiocarbone donne un âge radiométrique par lequel la teneur en ^{14}C d'un échantillon est comparée à celle du standard d'acide oxalique NBS, les deux étant normalisées pour un $\delta^{13}\text{C} = -25\%$. Comme demi-vie on utilise la "demi-vie Libby". Le résultat est exprimé en années BP, c'est-à-dire avant 1950 AD.

Dans le chapitre suivant on verra que c'était à vrai dire une erreur historique d'exprimer le résultat d'une analyse de radiocarbone en années, en raison des différences entre l'âge ^{14}C conventionnel et l'âge réel. Il est donc tout à fait incorrect de retrancher l'âge ^{14}C conventionnel de 1950 pour obtenir l'âge en années calendrier, même si on tient compte de la déviation de 3% de la demi-vie.

Chapitre III

CALIBRATION DES DATES RADIOCARBONE

1 Variations de la teneur en radiocarbone dans l'atmosphère au cours des temps

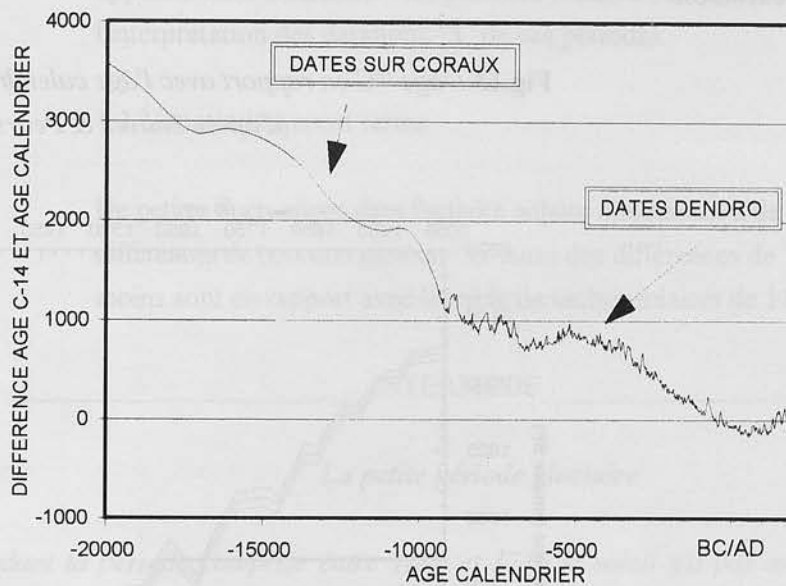
Dans le premier chapitre on a décrit comment les atomes de radiocarbone se forment dans l'atmosphère. Le facteur externe dans cette réaction est le flux de rayons cosmiques (densité). Quand celui-ci change, la vitesse de production de ^{14}C change également.

1.1 Variations à long terme

La figure 12 reproduit la différence entre l'âge réel et l'âge radiocarbone en fonction du temps. La partie jusqu'à environ 10.000 BC est établie à l'aide de la dendrochronologie tandis que

la partie plus ancienne est basée sur des datations de coraux. On peut remarquer que vers 20.000 ans avant le Christ il existe une déviation d'environ 3.500 ans entre l'âge ^{14}C et l'âge réel. A partir de mesures récentes on peut supposer que cette déviation continue dans le temps. De plus l'examen de coraux des îles Barbades a montré que pendant la dernière période glaciaire la teneur en ^{14}C de l'atmosphère était probablement 1,5 fois celle d'aujourd'hui, avant de redescendre à nouveau. Une image précise de cette évolution n'est pas encore disponible pour la période antérieure d'environ 20.000 BP. On sait par contre que ce changement continu est causé par des variations du champ magnétique terrestre qui protège l'atmosphère des rayons cosmiques.

Fig.12 Différence entre âge réel et âge ^{14}C en fonction du temps
(d'après le programme de calibration de M. Stuiver & P. Reimer)



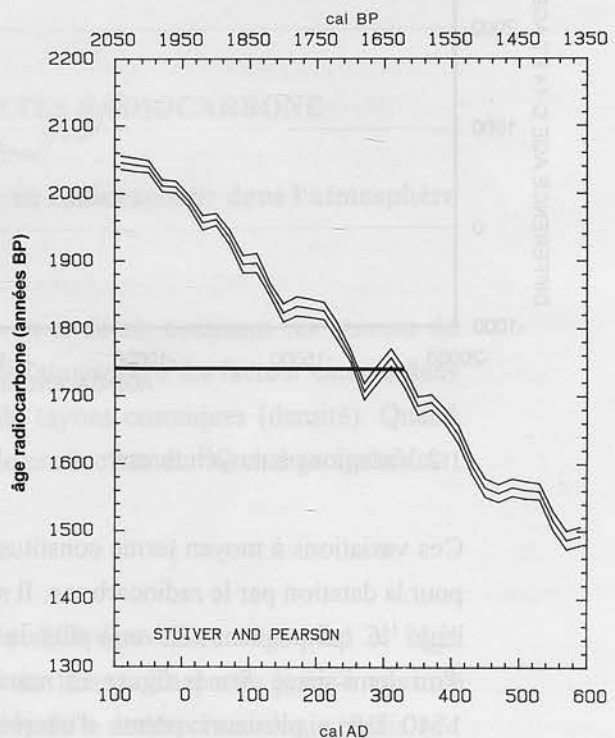
1.2 Variations à moyen terme

Ces variations à moyen terme constituent le plus grand problème pour la datation par le radiocarbone. Il s'agit de changements dans l'âge ^{14}C qui peuvent s'élever à plus de cent ans dans une période d'un demi-siècle. Sur la figure 13 nous voyons qu'un âge ^{14}C de 1740 BP a plusieurs points d'intersection avec la courbe de

calibration et correspond donc à plusieurs âges calendrier. De telles fluctuations de la teneur en ^{14}C de l'atmosphère sont appelées "Suess-wiggles". Ces "wiggles" sont causées par des changements d'activité solaire et tirent leur nom du savant germano-américain Hans Suess. Pendant les périodes d'activité solaire plus intense (c'est une période où il y a eu de nombreuses taches solaires) le champ magnétique interplanétaire change avec comme conséquence que la pénétration des rayons cosmiques dans l'atmosphère change aussi et que la production de ^{14}C est modifiée.

Un changement dans l'activité solaire va également avoir une influence sur le climat qui à son tour va influencer la teneur en radiocarbone dans l'atmosphère. S'il y a moins de croissance de plantes à cause d'une grande sécheresse ou d'un froid intense, il y aura aussi moins de CO_2 de l'atmosphère qui sera fixé par la photosynthèse. L'atmosphère semble vieillir car le dioxyde de carbone reste plus longtemps dans l'atmosphère avant d'être fixé par la photosynthèse.

Fig.13 L'âge ^{14}C en rapport avec l'âge calendrier
(d'après Stuiver & Pearson)



Une modification de température va également influencer l'équilibre du CO_2 entre les océans et l'atmosphère. En d'autres mots le pouvoir dissolvant des océans change. Tout ceci montre clairement que le mécanisme d'échange n'est pas facile à interpréter. D'autant plus que des effets peuvent agir entre eux. Du point de vue astronomique cela se passe à vrai dire sur de très courtes périodes et il semble évident par l'actualité journalière qu'une grande sécheresse à un endroit sur terre peut aller de pair avec une période très humide à un autre endroit.

A partir de mesures et de modèles mathématiques il semble quand même que ces effets soient secondaires par rapport aux changements de la production. L'activité solaire semble être le facteur déterminant dans la production du ^{14}C .

Des mesures effectuées récemment font supposer qu'au début de l'holocène il y a eu des fluctuations importantes dans la teneur en ^{14}C de l'atmosphère qui font qu'il y a des périodes où elle est restée apparemment constante. Ces plateaux rendent très problématique l'interprétation des datations ^{14}C de ces périodes.

1.3 Variations à court terme

De petites fluctuations dans l'activité solaire conduisent à de petites différences de concentration en ^{14}C . Ainsi des différences de 3‰ ou moins sont en rapport avec le cycle de taches solaires de 11 ans.

INTERMÈDE

La petite période glaciaire

Pendant la période comprise entre 1640 et 1715 le soleil n'a pas manifesté de taches solaires. Cette période est appelée le Maunder Minimum selon l'astronome anglais E. Walter Maunder. Cette faible activité solaire a son influence sur le climat. Les anneaux annuels des arbres de cette période sont plus étroits, conséquence d'une croissance plus difficile, qui se traduit le plus souvent dans nos régions par un climat plus mauvais. A partir de documents historiques nous savons aussi qu'à cette période il y a eu des hivers rigoureux. Un pamphlet datant de 1709 (atlas de Stolk, Rotterdam) fournit même des données lugubres sur "Tous les malheurs qui se sont produits pendant ce gel important et aussi une liste de gens gelés à mort dans notre port de mer". C'est pourquoi on appelle

cette période la "petite période glaciaire". Ce n'est peut-être pas par hasard que juste à ce moment Fahrenheit expose son thermomètre à l'extérieur et qu'il compta 61 jours de gel pendant l'hiver 1708-1709: le début de la météorologie moderne. Des données historiques font supposer que cette période plus froide remonte même plus loin dans le temps et débute déjà au XVI^{ème} siècle. Ce n'est qu'à ce moment-là que le mauvais temps apparaît dans nos oeuvres d'art (figure 14). Dans les poèmes épiques du moyen âge et aussi dans les oeuvres picturales le soleil brille toujours, mais chez Breughel il gèle à pierre fendre. Par la force des choses, ces données iconographiques ne sont pas une preuve concluante. Le changement peut également être causé par un intérêt modifié et doit alors être interprété comme une pure particularité de mode. Au stade actuel de la science on ne connaît pas encore tout à fait clairement comment les changements d'activité solaire influent le climat. Nous ne pouvons pas oublier ici qu'à l'échelle astronomique, la période des observations scientifiques est très courte.

Le scientifique néerlandais De Vries a découvert que les matériaux organiques de cette période de basse activité solaire présentent une teneur plus élevée en radiocarbone. En d'autres mots, le Maunder Minimum se répercute dans la teneur en ¹⁴C incorporée dans les anneaux annuels de cette période.

Fig.14 St.-Jorispoort, Anvers.

Gravure d'après Pierre Breugel, le Vieux (copyright IRPA-KIK)

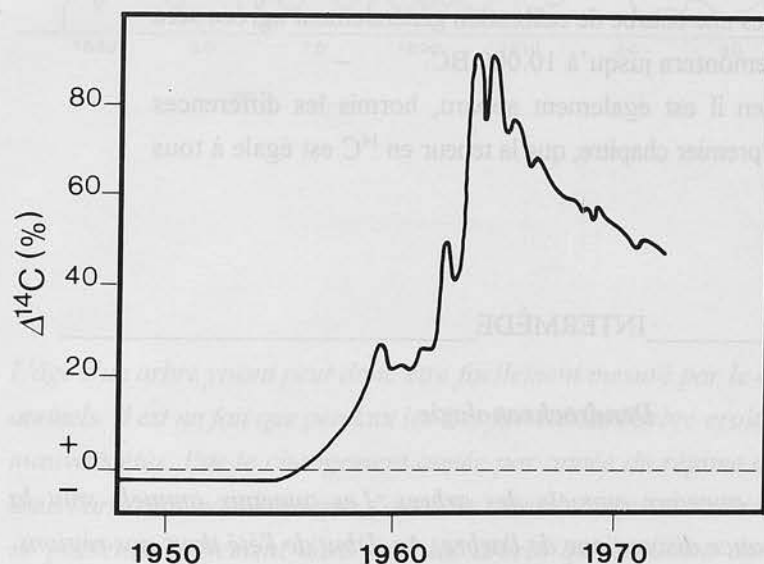


Vu les longues séries de mesures que nous avons obtenues grâce à la dendrochronologie, nous commençons à avoir une meilleure connaissance de la relation qui existe entre l'activité solaire et la production de ^{14}C dans l'atmosphère terrestre.

1.4 Variations causées par l'Homme

A partir du XIX^{ème} siècle la teneur en ^{14}C de l'atmosphère a commencé à baisser. Cette baisse n'était pas causée par un phénomène naturel mais bien par l'Homme. La révolution industrielle avec une demande toujours accrue en énergie a fait grimper la consommation de combustibles fossiles (houille, pétrole et gaz naturel) jusqu'à des limites incroyables. Cette combustion allait naturellement de pair avec une augmentation de CO_2 dans l'atmosphère.

Fig.15 *Changement de la teneur en ^{14}C de l'atmosphère sous l'influence humaine*



La source de carbone est cependant fossile et ne contient plus de carbone radioactif. Ceci a pour conséquence que le dioxyde de carbone atmosphérique est mélangé à du dioxyde de carbone fossile ce qui produit une baisse de radioactivité.

A partir de la seconde guerre mondiale un changement s'est présenté. Les essais d'armes nucléaires dans l'atmosphère surtout dans les années soixante ont fait fortement augmenter la radioactivité de l'atmosphère. A un moment donné la teneur en ^{14}C dans l'atmosphère était le double de la normale (figure 15).

2 LA CALIBRATION DES DATES ^{14}C

2.1 La courbe de calibration

La différence entre l'âge radiocarbone et l'âge calendrier nous est connue grâce à la dendrochronologie. Par la comparaison de l'âge ^{14}C des anneaux annuels avec leur âge dendro-chronologique, on peut dresser des courbes de conversion ou de calibration.

Il est clair qu'on ne peut dresser des courbes de calibration que si on peut trouver les arbres fossiles nécessaires. Actuellement on peut calibrer jusqu'à 7.000 BC, mais il n'y a qu'une courbe internationale agréée jusqu'à 2.500 BC. La mise au point et l'amélioration de cette courbe constituent un des derniers grands défis de la recherche sur le radiocarbone. Il y a bon espoir que dans quelques années une courbe de calibration généralement agréée sera publiée, qui remontera jusqu'à 10.000 BC.

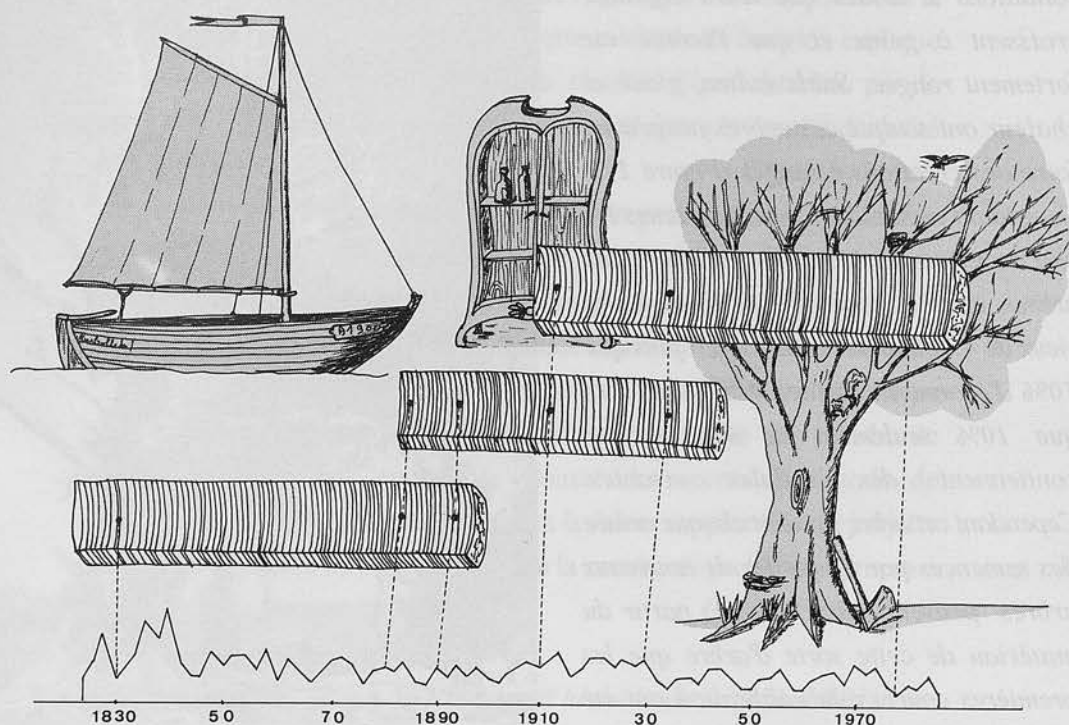
De cet examen il est également apparu, hormis les différences énumérées au premier chapitre, que la teneur en ^{14}C est égale à tous les endroits.

INTERMÈDE

Dendrochronologie

Cette science étudie les anneaux annuels des arbres. Les anneaux annuels sont la conséquence de la croissance discontinue de l'arbre. Au début de l'été dans nos régions, ou au début de la saison des pluies dans les régions sèches, de grandes cellules à parois minces commencent à croître à partir du cambium (cellules qui se trouvent entre le bois et l'écorce); à mesure que la saison avance ces cellules deviennent plus sombres et plus petites pour cesser de croître au début de l'automne ou à la fin de la saison des pluies.

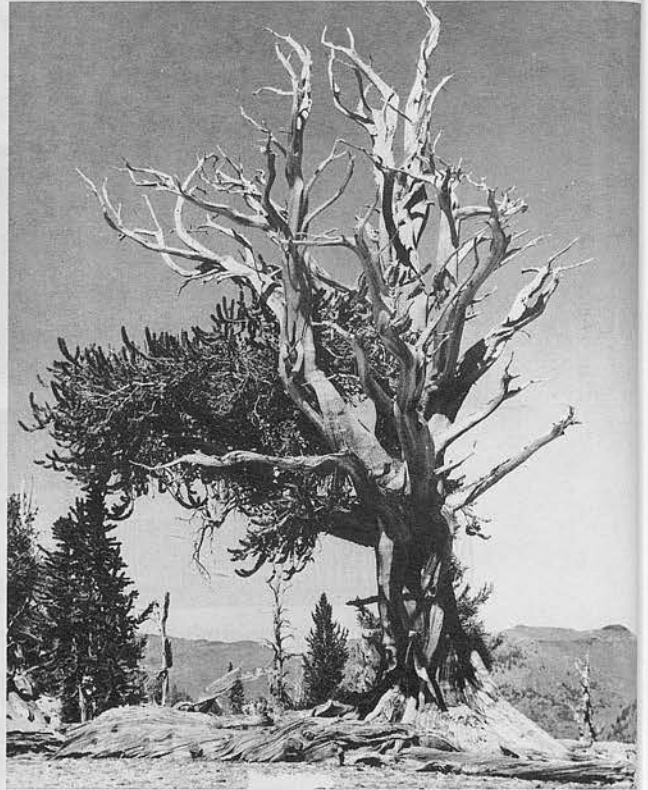
Fig.16 Largeur d'anneau relative de trois arbres
qui ont grandi entre 1823 et 1980 (dessin A. Terfve)



L'âge d'un arbre vivant peut donc être facilement mesuré par le comptage de ses anneaux annuels. Il est un fait que pendant les étés favorables l'arbre croîtra mieux que pendant les mauvais étés. Par le changement année par année du régime climatologique il s'établit dans l'arbre un modèle unique d'anneaux annuels larges et étroits. Relativement ce modèle se présente également dans tous les arbres qui croissent dans les mêmes conditions climatologiques. Il est donc possible d'élaborer de longues séries de façon très précise si on peut trouver le matériau nécessaire (figure 16). Le sapin Bristlecone (*Pinus longaeva*), qui croît sur les White Mountains dans la réserve Inyo National Forest, Californie est important pour la datation par le radiocarbone. Ces arbres croissent dans des conditions climatologiques mauvaises et arides, ce qu'on appelle aussi stress climatologique.

Fig.17 Sapin Bristlecone (Copyright Laboratory of treering research, University of Arizona).

Ceci fait que le modèle d'anneaux annuels est très prononcé. Ils vivent dans des conditions si arides que leurs aiguilles croissent à peine et que l'écorce est fortement rongée. Sable éolien, glace et chaleur ont sculpté ces arbres jusqu'à en faire des créations étranges (Figure 17). Cependant ce sont les espèces vivantes les plus anciennes sur terre. Un des plus vieux arbres encore vivant est le Pine-Alpha vieux de 4.300 ans. Cet arbre n'a plus que 10% d'écorce en surface. Cela veut dire que 10% seulement de son contour contiennent des cellules vivantes. Cependant cet arbre produit chaque année des semences par lesquelles de nouveaux arbres peuvent naître. C'est à partir du matériau de cette sorte d'arbre que les premières courbes de calibration ont été établies.



2.2 Le calcul

On dispose de deux procédés pour convertir un âge radiocarbone en années calendrier. La première méthode est vraiment simple (figure 13). L'intersection de l'âge ^{14}C avec la courbe de calibration est calculée. L'écart-type sur le résultat est alors égal à:

$$\sigma_{\text{calibration}} = [(\sigma_{\text{mesure}})^2 + (\sigma_{\text{courbe}})^2] \quad (\text{formule 14})$$

Un âge ^{14}C de 1740 ± 40 BP correspond à une période de 237-344 cal AD (courbe de Stuiver et Pearson). L'âge calibré est traduit en une longueur de temps, une période, et pas en une valeur avec un

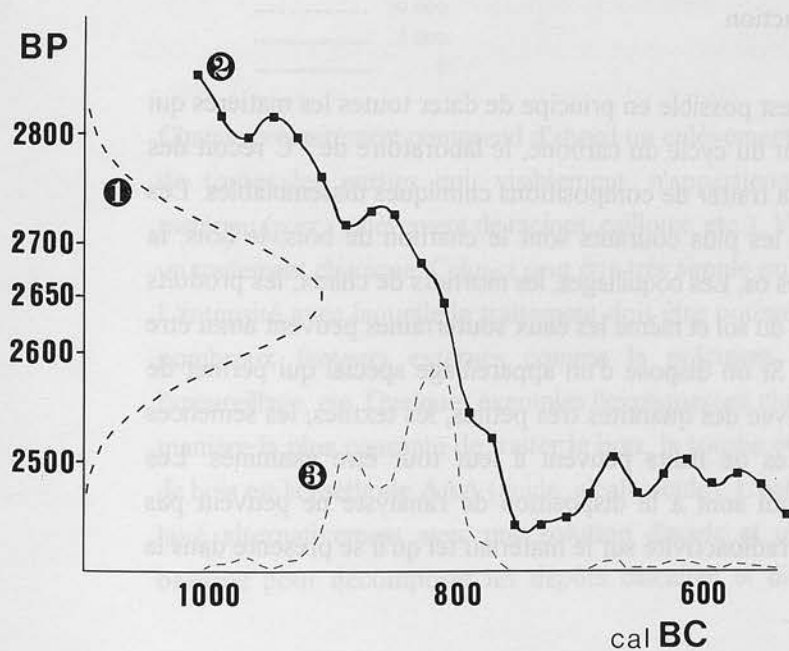
écart-type. La justification est facile à déduire d'un exemple. La valeur 1740 coupe la courbe de calibration en trois points: à savoir 257, 296 et 321 cal AD et ne peut donc pas être exprimée sous forme d'une valeur unique avec une marge.

On remarque en même temps que l'âge calibré est exprimé sous la forme "cal BC" ou "cal AD". Cette méthode de notation explique à l'utilisateur que l'âge est le résultat d'une datation par le radiocarbone calibrée. On mentionne toujours la courbe qui a été utilisée.

La seconde méthode est à vrai dire une reproduction beaucoup plus exacte, mais elle est très difficile à exprimer numériquement de façon simple. Au deuxième chapitre (paragraphe II, 1.2), lors de la description du caractère statistique d'une mesure de radioactivité, on a déjà attiré l'attention sur le fait que la moyenne et l'écart-type sont deux valeurs par lesquelles on caractérise une courbe de probabilité ou "courbe de Gauss". La seconde méthode de calibration transpose non seulement la valeur moyenne mais projette sur la courbe de calibration toute la courbe de probabilité propre à chaque datation.

Fig.18 Calibration de 2650 ± 50 BP suivant la méthode de probabilité

- 1) le résultat en BP
- 2) la courbe de calibration
- 3) la date calibrée



Le résultat est une courbe de probabilité plus ou moins déformée selon la forme de la courbe de calibration à cette période (figure 18). Cette méthode est appelée méthode de probabilité.

2.3 La courbe marine

Un matériau qui puise du carbone des océans ne peut pas être calibré de la même manière qu'un matériau terrestre. L'équilibre en CO_2 océan/atmosphère réagit plus lentement aux fluctuations dans l'atmosphère que la photosynthèse dans les plantes. C'est pourquoi la courbe d'un matériau océanique (coquillages entre autres) présente des variations moins prononcées que celle d'un matériau terrestre. Il arrive en outre que le mélange avec l'eau de la mer profonde entraîne un vieillissement artificiel de l'eau de surface (voir aussi figure 6). Cela s'appelle un "âge du réservoir". Cet âge du réservoir diffère à chaque endroit sur terre. Pour la Mer du Nord on tient compte d'un âge du réservoir d'environ 400 ± 40 années.

Chapitre IV

LE TRAITEMENT DES ECHANTILLONS ET LES METHODES DE MESURE

1 LE TRAITEMENT DES MATÉRIAUX

1.1 Introduction

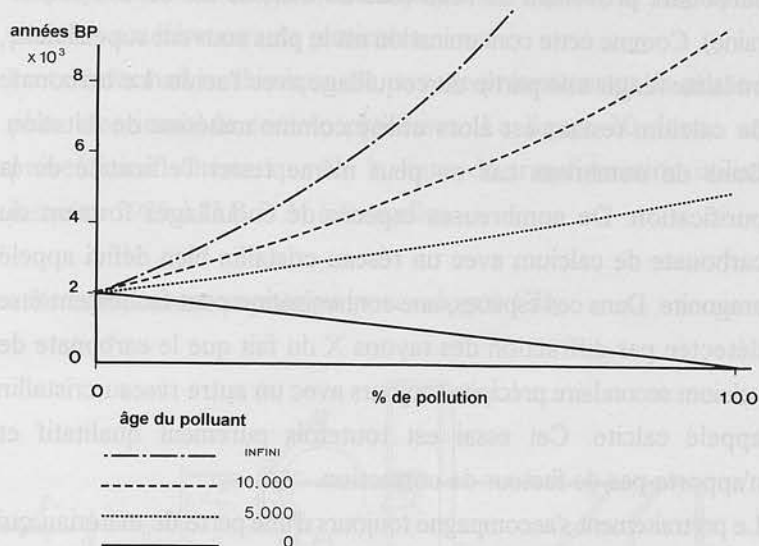
Comme il est possible en principe de dater toutes les matières qui proviennent du cycle du carbone, le laboratoire de ^{14}C reçoit des matériaux à traiter de compositions chimiques dissemblables. Les matériaux les plus courants sont le charbon de bois, le bois, la tourbe et les os. Les coquillages, les mortiers de chaux, les produits organiques du sol et même les eaux souterraines peuvent aussi être examinés. Si on dispose d'un appareillage spécial qui permet de travailler avec des quantités très petites, les textiles, les semences et les restes de fruits peuvent à leur tour être examinés. Les appareils qui sont à la disposition de l'analyste ne peuvent pas mesurer la radioactivité sur le matériau tel qu'il se présente dans la

nature. Il doit être transformé chimiquement et épuré de toutes les souillures que l'échantillon a recueillies au cours des ans.

1.2 Prétraitement

Le prétraitement a pour but d'épurer le matériau de tout carbone contaminant. Ce traitement est très important. La figure 19 montre l'influence du carbone contaminant sur l'âge d'un échantillon. Il est clair que les matériaux infiniment vieux (p.ex.: un dépôt de carbonates fossiles) ou modernes (p.ex.: interpénétration de racines) influenceront le plus sur l'âge.

Fig.19 Influence de matériau contaminant sur l'âge apparent d'un échantillon vieux de 2000 ans



Chaque prétraitement comprend d'abord un enlèvement mécanique de toutes les parties qui, visiblement, n'appartiennent pas au matériau (p.ex.: enlèvement de racines, cailloux, etc.). Vient ensuite un traitement chimique. Celui-ci peut être très simple ou compliqué. L'intensité avec laquelle le traitement doit être poussé dépend de nombreux facteurs externes comme la précision, le budget, l'appareillage, etc. Quelques exemples l'expliqueront clairement. La manière la plus courante de traiter le bois, la tourbe et le charbon de bois est la méthode AAA (acide, alcali, acide). L'échantillon est lavé alternativement avec une solution d'acide et une solution basique pour décomposer les dépôts calcaires et dissoudre les

acides humiques, plus jeunes, qui ont été absorbés. Dans la plupart des cas ce traitement suffit. Cependant si on désire uniquement dater la cellulose du bois, du fait qu'elle est la phase la plus stable du matériau, il faudra compléter le prétraitement par un blanchiment supplémentaire.

Pour dater des ossements il faut extraire de l'os la protéine soluble, le collagène. Dans la plupart des cas le traitement décrit ci-dessus suffit. Cependant des actions à la fois chimiques et bactériologiques peuvent altérer et rajeunir le collagène. C'est pourquoi il est préférable d'extraire un seul acide aminé: l'hydroxy-proline, en utilisant un accélérateur. On sait que cette matière appartient à l'os d'origine et n'est pas altérée par action biologique ou chimique.

Les coquillages constituent encore un exemple typique. Les coquillages peuvent être contaminés par le dépôt secondaire de carbonate provenant de l'eau (eau de mer, de lac ou eau souterraine). Comme cette contamination est le plus souvent superficielle, on laisse réagir une partie du coquillage avec l'acide. Le carbonate de calcium restant est alors utilisé comme matériau de datation. Dans de nombreux cas on peut même tester l'efficacité de la purification. De nombreuses espèces de coquillages forment du carbonate de calcium avec un réseau cristallin bien défini appelé aragonite. Dans ces espèces, une contamination peut facilement être détectée par diffraction des rayons X du fait que le carbonate de calcium secondaire précipite toujours avec un autre réseau cristallin appelé calcite. Cet essai est toutefois purement qualitatif et n'apporte pas de facteur de correction.

Le prétraitement s'accompagne toujours d'une perte de matériau qui dépend de son état de conservation. Parfois le matériau est si peu résistant qu'il n'est plus possible d'enlever complètement le polluant sans que le matériau même réagisse et se dissolve complètement. Le bois fortement pourri et les tourbes oxydées constituent des exemples typiques.

1.3 Transformation

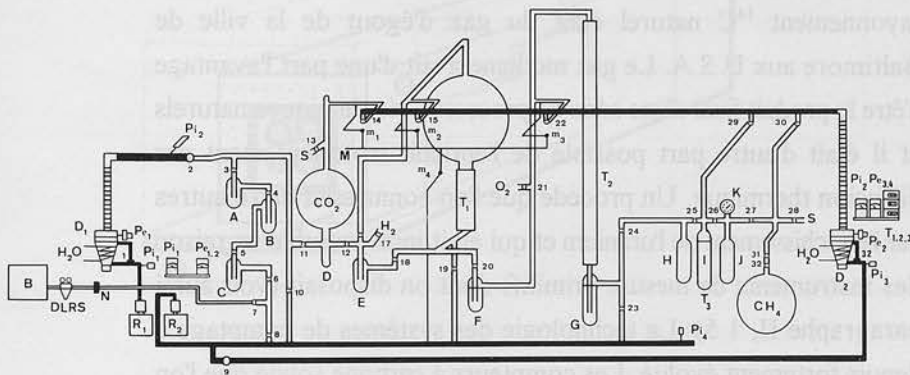
Les transformations chimiques que l'échantillon doit subir dépendent du système de comptage utilisé (voir paragraphe IV,2). Toutefois la première étape est toujours une transformation en CO_2 .

Pour le matériau organique cela se réalise par combustion; pour des matériaux contenant des carbonates (coquillages, mortier de chaux), c'est le plus souvent par réaction acide. La combustion est effectuée, soit dans un tube en quartz dans lequel un courant continu d'oxygène fait brûler l'échantillon chauffé extérieurement, soit dans une bombe à combustion. La bombe à combustion est une technique moderne par laquelle l'échantillon, placé sous haute pression d'oxygène dans une chambre fermée, est brûlé au moyen d'un fil incandescent.

Après purification des anhydrides acides ce gaz peut être employé comme gaz de comptage ou ensuite être transformé chimiquement jusqu'au produit final désiré. Les combinaisons les plus utilisées sont: le méthane (CH_4), qui, comme le dioxyde de carbone, est utilisé dans les compteurs proportionnels, le benzène (C_6H_6) qui est employé dans les compteurs à scintillation liquide, et le graphite pour les accélérateurs de particules.

La transformation chimique est, avec le prétraitement, la phase la plus laborieuse de tout le processus. La figure 20 donne une présentation schématique de la ligne de transformation utilisée jusqu'en 1993 à l'I.R.P.A. à Bruxelles.

Fig.20 Ligne de transformation pour préparer du gaz CH_4



1.4 Erreurs de laboratoire

Par erreurs de laboratoire, on entend toutes les erreurs sur le

résultat qui ne découlent ni de la statistique de comptage ni du matériau même. C'est pourquoi nous allons en parler ici. Il est souvent très difficile de saisir l'origine d'une telle erreur. Quelques-unes des plus connues sont: la contamination des installations (effet de mémoire), un prétraitement erroné ou insuffisant, un rendement insuffisant lors de transformations chimiques et des erreurs dans le système de comptage. Ces erreurs peuvent parfois agir indifféremment sur le résultat. Il est aussi fort possible qu'une série de résultats cohérents soit obtenue à partir d'un même échantillon mais que la moyenne dévie cependant de l'âge réel. La seule façon de découvrir ces erreurs est de faire parcourir plusieurs fois, à un échantillon de radioactivité connue, l'ensemble de la procédure ou de faire dater un échantillon d'âge inconnu par plusieurs laboratoires, de traiter statistiquement les résultats et de comparer avec la valeur réelle ou moyenne (voir paragraphe V,7).

2 MÉTHODES DE MESURE

2.1 Introduction

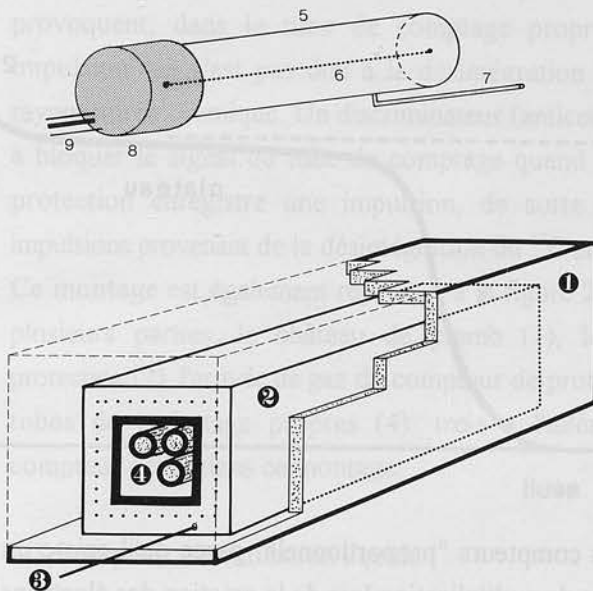
La détection du radiocarbone dans la nature n'était pas évidente au temps des pionniers de la méthode ^{14}C , juste après la seconde guerre mondiale. Le premier échantillon dont on a mesuré le rayonnement ^{14}C naturel était du gaz d'égout de la ville de Baltimore aux U.S.A. Le gaz méthane avait d'une part l'avantage d'être le produit final d'une série de processus biochimiques naturels et il était d'autre part possible de l'enrichir isotopiquement par diffusion thermique. Un procédé que l'on connaissait entre autres par l'enrichissement de l'uranium et qui était indispensable en raison des instruments de mesure primitifs dont on disposait (voir aussi paragraphe II, 1.5). La technologie des systèmes de comptage a depuis fortement évolué. Les compteurs à carbone solide que l'on utilisait pendant les premières années, ont été remplacés par les compteurs à gaz proportionnels: une technologie qui est toujours d'application. Plus tard on est passé en partie à l'emploi de compteurs à scintillation liquide. Initialement parce qu'ils étaient disponibles commercialement contrairement aux compteurs à gaz, ensuite parce qu'ils imposent moins d'exigences techniques à

l'installation de transformation et qu'ils se sont fortement améliorés en qualité. Les deux méthodes sont employées l'une et l'autre.

Le développement du spectromètre de masse avec accélérateur (AMS) est récent. Par cette technique de mesure on ne détermine pas la radioactivité mais directement le rapport du nombre d'atomes $^{14}\text{C}/^{12}\text{C}$ (voir: table vibrante). Cette méthode permet de dater des échantillons d'un ordre de grandeur de quelques milligrammes, tandis que la méthode classique nécessite un à quelques grammes de carbone.

2.2 Compteurs à gaz proportionnels

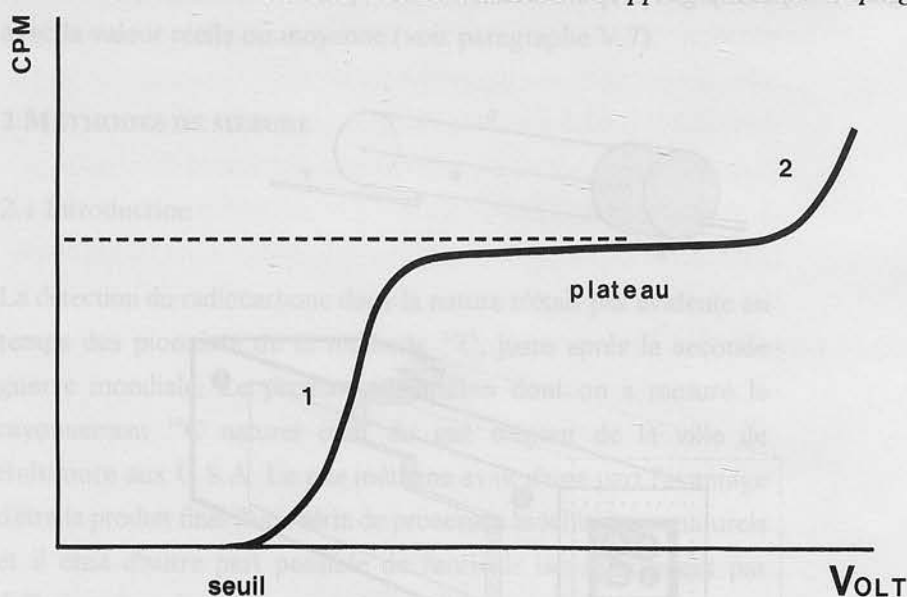
Fig.21 Compteur à gaz proportionnel



L'essentiel d'un compteur à gaz est un tube en cuivre, fermé aux deux extrémités (figure 21) (5) à l'intérieur duquel on amène le gaz à mesurer (7). Au centre de ce tube se trouve un fil tendu, très fin (6). Entre la paroi et le fil central (qui fait fonction d'anode) on applique une tension électrique (9). Lors de la désintégration d'un atome ^{14}C dans le tube, un électron chargé négativement (particule

β) est libéré. Suite à la différence de tension dans le tube, il est accéléré vers le fil central. Chemin faisant cette particule subit de nombreuses collisions avec les molécules gazeuses dans le tube. Si ces collisions sont assez violentes, les molécules se scindent en un ion moléculaire positif et un électron. L'électron produit va également se mouvoir vers l'anode tandis que l'ion est attiré par le tube en cuivre (cathode). La vitesse des électrons et des ions est toutefois différente, de sorte qu'il se produit une perturbation courte et temporaire de l'équilibre électrique, ce qui conduit à une impulsion électrique qui, via le préamplificateur (8), est envoyée vers l'instrument de mesure.

Fig.22 Vitesse de comptage (cpm) en fonction de la tension (V) entre le tube central et l'enveloppe du tube de comptage



On appelle ces compteurs "proportionnels" parce qu'il existe un facteur constant de multiplication lors de la création des électrons secondaires. Pendant la mise en service du compteur on doit ajuster la différence de potentiel exacte entre la paroi et le fil central. Si la différence de potentiel est trop faible, les ions et électrons produits peuvent se recombiner avant de tomber sur l'anode ou la cathode (figure 22:1). Si la tension est trop élevée, le compteur s'emballe (figure 22:2). Le domaine intermédiaire, zone de travail du compteur, est appelé "plateau".

La radioactivité naturelle d'un échantillon moderne se chiffre

seulement à 13,6 dpm/gC (désintégrations par minute et par gramme de carbone); pour un matériau vieux, elle est évidemment moindre. Ces valeurs extrêmement basses nécessitent la protection du compteur d'influences de l'extérieur. On distingue entre autres des mésons hautement énergétiques (rayonnements cosmiques), des neutrons, des rayons X, etc. Un premier facteur de protection consiste déjà à utiliser un matériau exempt de rayonnement lors de la fabrication du compteur même. Un deuxième facteur de protection consiste à placer le compteur dans une enveloppe de fer, plomb et de paraffine qui doit arrêter le rayonnement extérieur. Ce montage est appelé "château de plomb". Un blindage mécanique supplémentaire peut être obtenu en plaçant le dispositif de mesure sous terre, dans une cave ou sous un mont. En dernier lieu, on construit un compteur de protection autour de l'appareil mais à l'intérieur du château de plomb. Celui-ci mesure les rayons cosmiques (mésons) qui traversent tout le système. Ces particules provoquent, dans le tube de comptage proprement dit, une impulsion qui n'est pas due à la désintégration de ^{14}C mais au rayonnement cosmique. Un discriminateur (anticoïncidence) veille à bloquer le signal du tube de comptage quand le compteur de protection enregistre une impulsion, de sorte que seules les impulsions provenant de la désintégration du ^{14}C sont enregistrées. Ce montage est également reproduit à la figure 21. On distingue plusieurs parties: le château de plomb (1), le compteur de protection (2), l'arrivée de gaz du compteur de protection (3) et les tubes de comptage propres (4): trois à l'intérieur du même compteur écran dans ce montage.

2.3 Compteur à scintillation liquide

Le benzène est le produit final des transformations chimiques quand on utilise cette méthode de comptage. C'est un liquide et donc il est facilement maniable. C'est aussi le liquide à la plus haute teneur en carbone, ce qui réduit le volume. Le benzène est très toxique et par conséquent il doit être manipulé avec grande précaution.

On lui ajoute des scintillateurs (scintillation = éclairs de lumière). Ce sont des produits qui absorbent de l'énergie à une longueur d'onde déterminée et la réémettent à une plus basse longueur

d'onde, le plus souvent dans le domaine du proche UV ou sous forme de lumière visible. Le mélange est transféré dans un flacon de comptage spécial et bien fermé pour empêcher l'évaporation (figure 23).

Lors de la désintégration d'un atome de ^{14}C une particule β est libérée. Cette particule est freinée par les molécules de liquide environnantes qui absorbent l'énergie de la particule β . Une partie de cette énergie est restituée et recueillie par le premier scintillateur. La molécule connue sous le nom PPO constitue un scintillateur classique. Cette matière émet de la lumière (photons) avec un maximum à une longueur d'onde voisine de 365 nm. Le système de détection qui est constitué de tubes photomultiplicateurs (tubes P.M.) présente le plus souvent un rendement maximum à une plus grande longueur d'onde. C'est pourquoi on ajoute à l'échantillon un deuxième liquide de scintillation (comme POPOP) qui émet à 420 nm l'énergie absorbée.

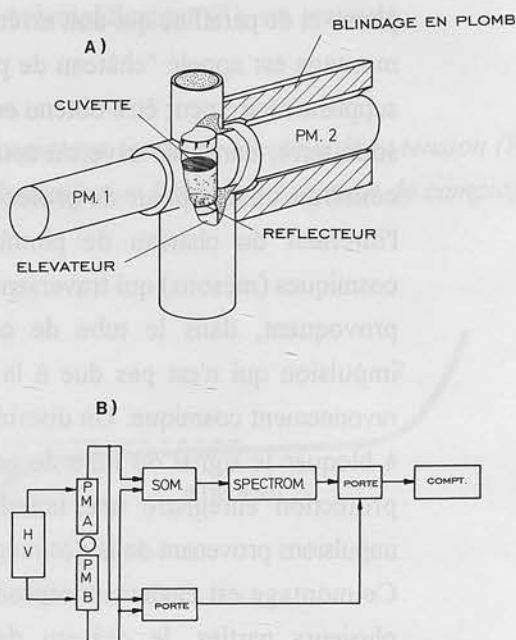
Bien qu'on perde beaucoup d'énergie à cause de toutes ces transitions, on obtient néanmoins un bon nombre de photons du fait qu'une particule β excite plusieurs molécules de liquide. Dans le tube P.M. les photons sont convertis en une impulsion électrique qui est enregistrée après amplification. Dans les nouvelles machines le système de deux scintillateurs est remplacé par un dispositif à scintillateur unique (p.ex. le butyl-PDB).

Ici aussi les facteurs de protection décrits au paragraphe précédent restent valables. Le compteur de protection est remplacé par deux tubes P.M. qui coïncident. La désintégration d'un atome ^{14}C conduit à la formation de plusieurs

Fig.23 Compteur à scintillation liquide

A) chambre de comptage

B) schéma de montage

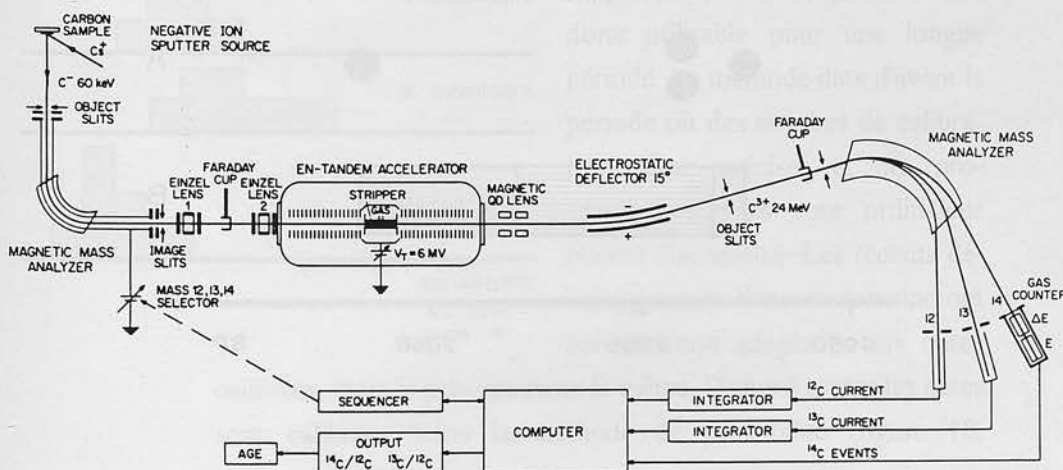


photons qui seront enregistrés dans deux tubes P.M. Chaque photon accidentel, causé par d'autres pro-céssus, sera enregistré seulement dans un des deux tubes, provoquant ainsi la fermeture de la porte. Dans certains appareils on place encore autour de l'ensemble un compteur supplémentaire de protection. Des électroniques modernes et des logiciels appropriés garantiront ensuite une analyse poussée du signal de mesure qui ne sera plus enregistré sous forme d'une impulsion mais d'un spectre d'énergie.

2.4 Spectromètre de masse avec accélérateur (AMS)

Un mg de carbone suffit pour cette méthode de datation. Il est clair que le traitement de très petits échantillons se passe tout à fait autrement que pour la technique classique. Les réactions de base sont toutefois semblables: combustion en CO_2 suivie d'une réduction en graphite. Le graphite est précipité sur un support. On appelle cet ensemble "cible". Cette "cible" est placée dans l'appareil et bombardée avec des ions césium (figure 24). La collision de ces ions avec le graphite génère des ions négatifs qui subissent une accélération. Dans l'accélérateur les électrons de l'ion carbone sont enlevés et il se forme du C^{3+} . Les ions accélérés sont amenés dans un champ magnétique où ils dévient de leur chemin. Les atomes ^{12}C qui sont plus légers dévient plus fortement que les atomes ^{13}C et ^{14}C plus lourds. Les deux isotopes stables ^{12}C et ^{13}C sont mesurés comme en spectrométrie de masse, l'isotope ^{14}C est mesuré dans un compteur proportionnel.

Fig.24 Appareil AMS. Présentation de l'appareil de l'école supérieure technique de Zurich



De plus amples explications sur le traitement statistique des résultats de mesures nous conduiraient trop loin. On peut seulement remarquer encore qu'un temps de comptage minimum de 2000 min est nécessaire par échantillon pour obtenir un résultat acceptable statistiquement avec les systèmes conventionnels. Avec l'AMS et avec une précision comparable à celle de la technique traditionnelle, le temps de mesure est réduit à 15 min pour des échantillons très jeunes et 2 heures pour des échantillons vieux.

Chapitre V

EXEMPLES

1 INTRODUCTION

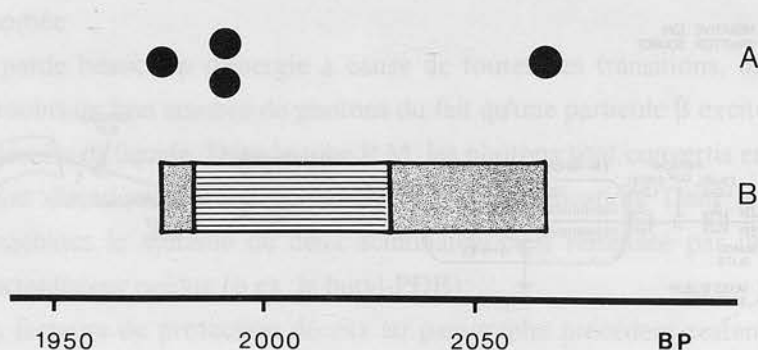
Dans ce chapitre on commente quelques exemples typiques. Les études pour lesquelles les mesures de ^{14}C ont été réalisées ne sont pas toujours traitées in extenso. Cette brochure est surtout consacrée aux possibilités offertes par la technique de datation.

2 DONK (HERK-DE-STAD)

2.1. Introduction: le "floruit"

Fig.25 Diagramme de dispersion avec

- A) 4 datations ^{14}C conventionnelles
B) "floruit", "lower" et "upper-quartile"



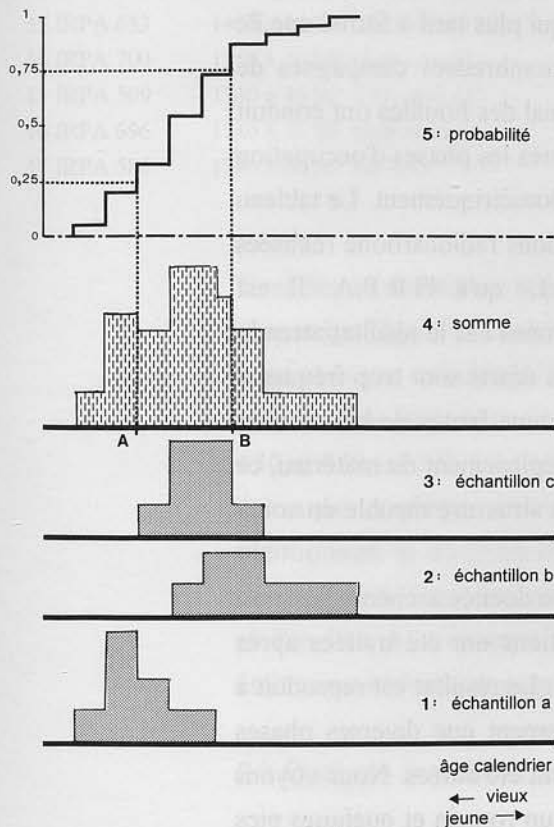
Si on dispose d'assez de datations il est possible de faire une estimation de la durée d'un phénomène archéologique. Bien qu'il n'existe encore aucun consensus général sur la manière avec laquelle de grandes séries de datations doivent être traitées, il semble que la méthode esquissée par Barbara Ottaway soit la plus judicieuse. Sous sa forme la plus simple celle-ci consiste à construire un diagramme de dispersion (figure 25).

Toutes les datations ^{14}C conventionnelles d'une même phase culturelle sont rangées de la plus vieille à la plus récente. On appelle "lower-quartile" les premiers 25% de toutes les datations en partant du résultat le plus ancien; les derniers 25% représentent le "upper-quartile", et la période intermédiaire le "floruit" ou la période entre "quartiles". Les avantages de cette méthode sont légion. La représentation est plus simple que celle des datations individuelles.

Ceci permet de comparer facilement différentes cultures. A partir des données statistiques il semble que, si le floruit de deux séries de mesures ne se chevauchent pas, la probabilité que les échantillons proviennent d'une autre population est très grande (population dans le sens statistique du mot). Le fait que la forme du diagramme de dispersion ne change pas fortement si on ajoute un ou quelques résultats à une série de datations constitue un avantage supplémentaire. Le diagramme reste donc utilisable pour une longue période. La méthode date d'avant la période où des courbes de calibration assez précises et des programmes conçus pour ordinateur étaient disponibles. Les récents développements dans ce domaine ont nécessité son adaptation aux dates

calibrées, mais le principe reste le même. D'abord toutes les dates sont calibrées selon la méthode de probabilité (figure 18,

Fig.26 Diagramme de dispersion avec datations calibrées



paragraphe III, 2.2). Ensuite l'addition des différents résultats est effectuée. La figure 26 reproduit ceci schématiquement: 1, 2 et 3 sont les courbes de répartition de la probabilité des échantillons A, B et C. La répartition globale de la probabilité est reproduite en 4. La probabilité globale est donnée par la courbe 5 (l'intégrale de la courbe 4). Sur cette courbe, qui va de 0 à 1 (= 100% de probabilité) il est très facile de déduire le "floruit", c'est-à-dire la partie entre 25 et 75 % de probabilité. La période qui y correspond (A-B) est déduite sur l'axe du temps.

2.2 Le site de Donk

Le site de "Donk" dans la commune limbourgeoise de Herk-de-Stad comprend de nombreuses phases d'occupation, qui vont du Paléolithique moyen jusqu'au moyen âge. L'occupation se situe le long de la rive sud de la vallée et sur une dune qui s'est élevée durant la dernière période glaciaire et qui plus tard a formé une île entre différents bras de rivière. De nombreuses campagnes de fouilles effectuées par le Service National des Fouilles ont conduit à une grande série de datations ^{14}C . Toutes les phases d'occupation ne sont malheureusement pas datées radiométriquement. Le tableau 3 donne un aperçu de toutes les datations radiocarbone réalisées aussi bien au laboratoire de l'U.C.L. qu'à l'I.R.P.A. Il est remarquable de constater que dans certains cas le résultat attendu s'écarte fortement de celui mesuré. Les écarts sont trop fréquents et importants pour être considérés comme fautes de laboratoire. Cela ressemble plus à un remploi ou déplacement du matériau, ce qui est le plus probable en raison de la structure meuble du sous-sol.

Pour venir à bout de ce problème, aucune donnée archéologique n'a été prise en considération et les datations ont été traitées après calibration comme décrit à la figure 26. Le résultat est reproduit à la figure 27. On remarque immédiatement que diverses phases d'occupation, séparées l'une de l'autre, ont été datées. Nous voyons un pic du moyen âge bien déterminé, un romain et quelques pics préhistoriques. La hauteur absolue du pic n'est pas toujours significative. Il est clair que, même pour une occupation d'une

intensité comparable, la probabilité est plus grande de retrouver du matériau du moyen âge que de l'âge du bronze vu les processus de décomposition que le matériau organique a subis.

Tableau 3 Ensemble des datations ^{14}C de Donk

Nr Labo	âge ^{14}C	attendu	Nr Labo	âge ^{14}C	attendu
1 Lv 1016	350 ± 55 BP	La Tène	18 IRPA 697	1800 ± 60 BP	puits romain
2 IRPA 798	1010 ± 55 BP	750 AD ou plus tard	19 IRPA 703	1830 ± 90 BP	romain
3 IRPA 507	1010 ± 50 BP	450-250 BC	20 IRPA 698	1840 ± 60 BP	puits romain
4 IRPA 701	1110 ± 50 BP	puits médiéval	21 IRPA 699	1980 ± 60 BP	puits romain
5 IRPA 799	1180 ± 55 BP	700 - 750 AD	22 Lv 1019	2240 ± 70 BP	La Tène
6 IRPA 800	1180 ± 50 BP	700 - 750 AD	23 Lv 1017	2270 ± 60 BP	La Tène
7 IRPA 508	1220 ± 75 BP	2000 - 1550 BC	24 Lv 1020	2300 ± 80 BP	La Tène
8 IRPA 796	1290 ± 55 BP	650 - 750 AD	25 IRPA 690	2320 ± 60 BP	âge du fer
9 IRPA 801	1330 ± 50 BP	650 - 750 AD	26 IRPA 689	2350 ± 50 BP	âge du fer
10 IRPA 795	1360 ± 55 BP	700 - 750 AD	27 IRPA 688	2410 ± 70 BP	âge du fer
11 IRPA 797	1380 ± 55 BP	650 - 750 AD	28 IRPA 693	2480 ± 60 BP	âge du fer
12 IRPA 510	1445 ± 55 BP	700 BC - 400 AD	29 IRPA 691	2490 ± 60 BP	âge du fer
13 IRPA 653	1450 ± 80 BP	2300 - 8500 BP	30 IRPA 694	2590 ± 60 BP	âge du fer
14 IRPA 700	1550 ± 50 BP	puits romain	31 Lv 1018D	2760 ± 140 BP	La Tène
15 IRPA 509	1740 ± 45 BP	250 - 400 AD	32 IRPA 511	3110 ± 55 BP	700 - 400 BC
16 IRPA 696	1740 ± 50 BP	puits romain	33 IRPA 692	3400 ± 90 BP	âge du fer
17 IRPA 586	1780 ± 60 BP	La Tène	34 IRPA 702	3670 ± 80 BP	romain

Considérons maintenant la période romaine (figure 28a) et celle du moyen âge (figure 28b) en détail. Par la méthode décrite ci-dessus nous pouvons calculer le "floruit" pour les deux périodes. Pour la première il se situe entre 125 et 285 cal AD, pour la seconde entre 630 et 890 cal AD. L'espace entre les deux phases d'occupation a été aussi confirmé archéologiquement. Les textes historiques mentionnent la donation d'une petite église consacrée aux saints Marie, Pierre, Jean, Servais et Lambert à l'abbaye de Saint-Trond en l'an 741. A ce moment il y avait donc déjà une occupation qui était assez importante pour posséder une église.

2.3 Quelques considérations critiques

La méthode a uniquement une signification si les échantillons sont choisis au hasard. Ceci peut poser parfois des problèmes quand une

certaine période archéologique ne livre pas de matériaux datables ou si l'archéologue a fait dater uniquement un matériau sélectif. Dans le cas de la fouille de Donk on sait que des quantités importantes de matériaux ont été trouvées qui, sur base de données archéologiques, doivent se situer à une période voisine de 1000 cal BC. Dans le cas d'un prélèvement au hasard la continuation du champ d'urnes se serait manifestée à la figure 28 à partir de l'âge du bronze tardif jusqu'au début de l'âge du fer. Le matériau trouvé n'a cependant jamais été daté.

Fig.27 Donk: datations calibrées

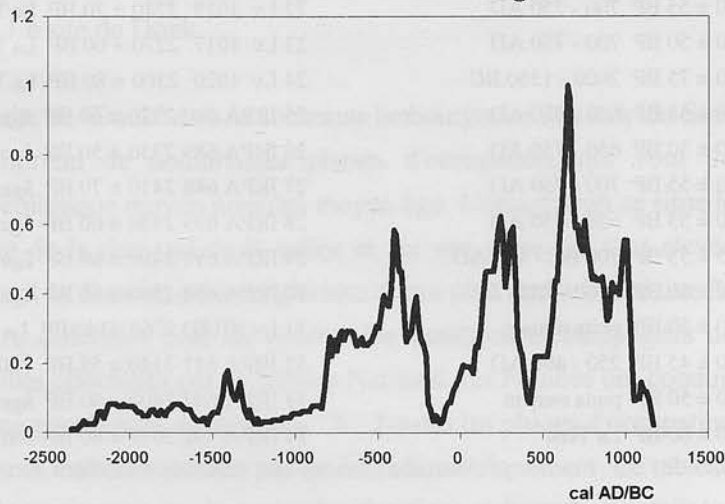


Fig.28a Floruit de la période romaine

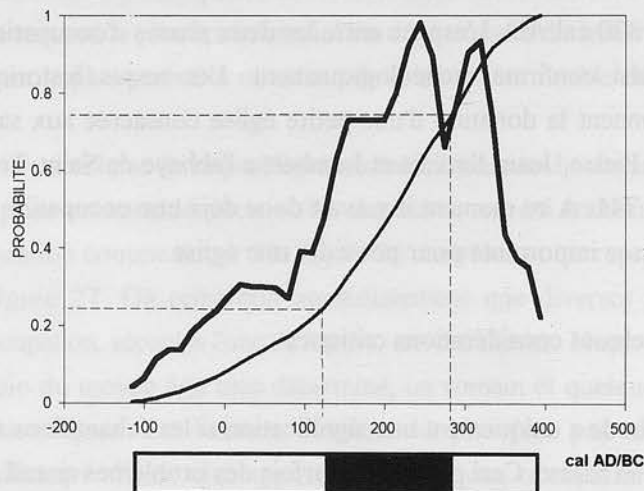
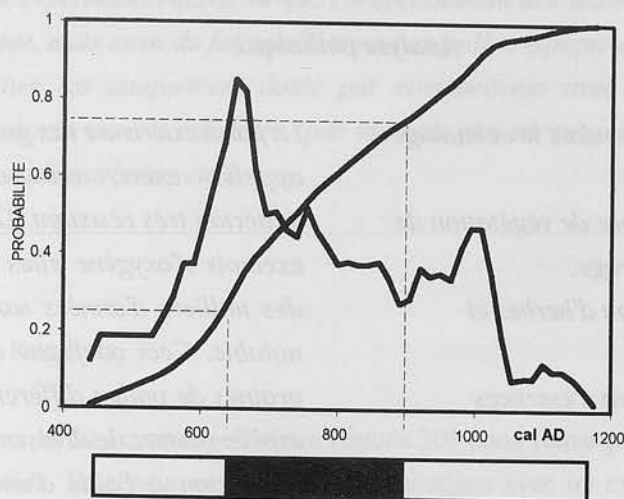


Fig.28b Floruit de la période médiévale

Même lorsque des échantillons sont pris au hasard il n'est jamais certain que la période mesurée couvre la période réelle. Autrement dit: combien de datations doit-on exécuter pour que le diagramme de dispersion puisse concorder avec la réalité? Des études, basées sur des modèles statistiques ont montré que déjà à partir de cinq datations une estimation peut être faite, mais qu'une dizaine de datations au moins sont nécessaires pour obtenir une correspondance entre échantillonnage et population. Pour être complet il faut mentionner que cette manière de concevoir n'est qu'une parmi beaucoup d'autres et qu'aucun consensus n'a encore été tout à fait atteint pour la représentation de séries de dates.

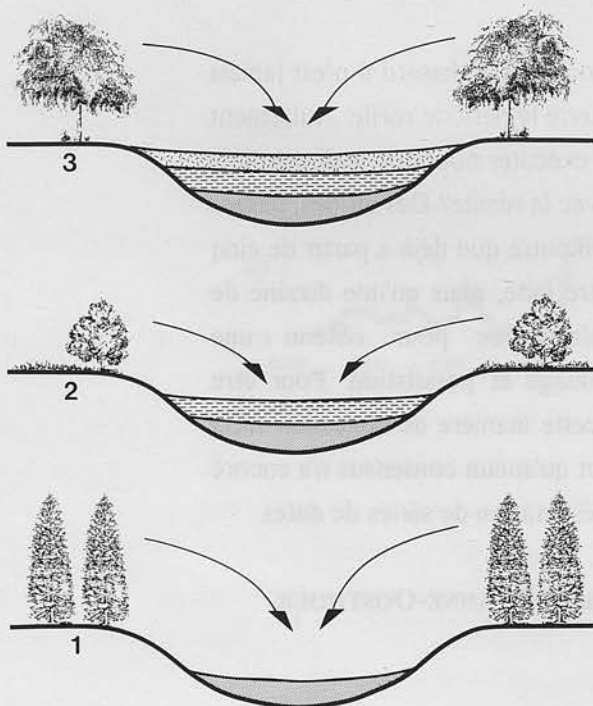
3 LE DIAGRAMME POLLINIQUE DE DE PANNE-OOSTHOEK

3.1 Introduction

L'examen avait pour but d'étudier l'histoire de la végétation de ce domaine soumis à l'influence marine. Il s'intégrait dans une étude multidisciplinaire archéologique et d'histoire naturelle sur l'occupation romaine le long de la côte flamande. Les informations sur le milieu et la végétation dans le passé sont obtenues par une analyse pollinique effectuée sur un échantillon provenant du sous-sol. Généralement cet échantillon est obtenu par forage.

*Analyse pollinique***Fig.29** *Trois phases pendant le colmatage d'une mare:*

- 1) *avec une dominance de végétation de pins dans l'entourage;*
- 2) *avec une végétation d'herbes et d'arbustes;*
- 3) *avec une végétation d'essences feuillues*



La paroi extérieure des graines de pollen, appelée *exine*, est constituée d'un matériau très résistant. Dans des dépôts exempts d'oxygène elles peuvent rester des milliers d'années sans dégradation notable. Ceci conjugué au fait que les graines de pollen diffèrent pour chaque espèce permet de dresser l'histoire de la végétation à l'aide d'une analyse pollinique pour des domaines étendus.

La figure 29 montre le colmatage d'une mare ou d'un étang. La mare se remplit de restes de végétation, de plantes aquatiques, mais aussi par la chute des feuilles, branches, etc. Avec ces débris organiques, du pollen provenant du voisinage des arbres tombe dans l'eau. Dans ce colmatage, le roseau, la laïche, le marais et l'aunaie se succèdent. Bien que l'apport de pollen local soit dominant, le vent se charge d'amener dans les sédiments une panoplie complète de la végétation de l'entourage tout entier. En effectuant une analyse pollinique centimètre par centimètre sur les sédiments et en l'exprimant en pourcent de pollen

d'une certaine variété par rapport à la quantité totale de pollen à un niveau défini, on obtient une image de l'évolution de la flore dans l'entourage du prélèvement. A partir des données on peut donc déduire une foule d'enseignements sur l'évolution du climat et autres considérations du même type. L'analyse pollinique est aussi utilisée comme technique de datation puisque les changements typiques sont causés par des phénomènes connus. Ainsi, par exemple, l'amélioration du climat à la fin de la période glaciaire correspond à une augmentation du pollen des arbres et à une diminution du pollen des herbes. L'augmentation importante des activités agricoles au moyen âge correspond d'autre part

à une diminution du pollen des arbres et à une augmentation des plantes cultivées. La datation reste cependant relative, vu que l'accroissement des sédiments ne se passe pas à vitesse constante, mais aussi du fait que la teneur en pollen typique qui correspond à une phase déterminée est uniquement datée par comparaison avec une autre situation semblable qui, à son tour, a été datée (par exemple par un tesson dans la tourbe, une datation par le radiocarbone, etc.).

3.2 Résultats

Dans le diagramme pollinique (figure 30) nous remarquons trois parties. La teneur en pollen en combinaison avec un examen de diatomées de la partie la plus basse (5,81 m jusque 5,65 m) montre que la tourbe argileuse a été déposée dans un marais, se transformant en tourbe de roseau saumâtre. Le sommet de la tourbe est partiellement terreux et contient du sable éolien, ce qui indique un dessèchement du milieu. Dans la deuxième partie (5,65 m jusque 5,42 m) les plantes qui affectionnent le sel gagnent en importance. La tourbe de roseau a ensuite été inondée par la mer. Cette phase est assimilée à la transgression Dunkerque-2 (seconde moitié du III^{ème} siècle).

Dans la partie supérieure la tourbe de roseau saumâtre se reforme de nouveau. En deux endroits du diagramme des datations ^{14}C ont été effectuées. La détermination la plus basse (IRPA 582: 2080 \pm 55 BP) donne après calibration une date comprise entre le I^{er} et le II^{ème} siècle avant J-C. Le commencement de la deuxième croissance de la tourbe se situe d'après la datation (IRPA 581: 1630 \pm 55 BP) entre le 5^{ème} et le 6^{ème} siècle.

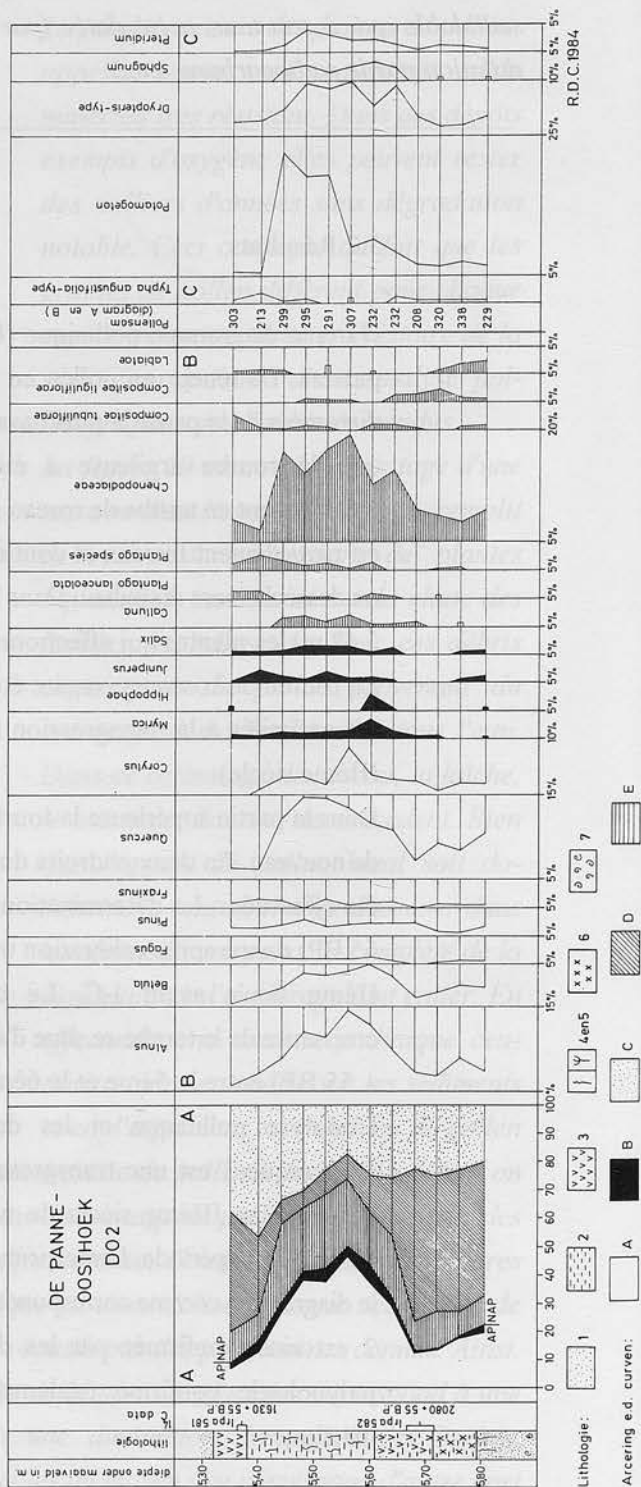
L'analyse pollinique et les datations ^{14}C se complètent. La Dunkerque-2 est une transgression marine bien connue qui s'est déroulée au III^{ème} siècle de notre ère. Les deux datations ^{14}C cernent cette période. L'interprétation de la phase plus marine dans le diagramme comme correspondant à la transgression Dunkerque-2 est ainsi confirmée par les datations ^{14}C . Réciproquement la palynologie confirme également la validité des dates radiométriques.

3.3. Discussion

Il est évident que la datation par le radiocarbone peut dater uniquement des sédiments organiques ou des coquillages et encore à condition qu'il n'y ait pas eu de migration dans le dépôt. Le meilleur matériau est sans aucun doute la tourbe. Les fragments de plantes macroscopiques (dont les différentes espèces sont encore reconnaissables) forment une phase organique stationnaire dans le dépôt. Dans d'autres formes de dépôts organiques comme les sols, il y a toujours migration de matières organiques qui à un certain niveau se mettent en solution et se déposent à un autre niveau. La datation de tels matériaux ne permet pas de mesurer un âge de façon précise.

La tourbe est assez résistante et peut être prétraitée chimiquement pour extraire les acides humiques plus jeunes éventuellement absorbés. Dans des tourbes oxydées (tourbes qui sont mal conservées du fait qu'elles ont été en contact avec l'air) le prétraitement cause déjà des problèmes. Ceci provoque

Fig.30 Diagramme pollinique (analyse R. De Ceunynck)



une déviation dans le résultat qui se traduit le plus souvent par une datation trop jeune. Ceci est également valable pour toutes les formes intermédiaires comme les sols tourbeux et apparentés.

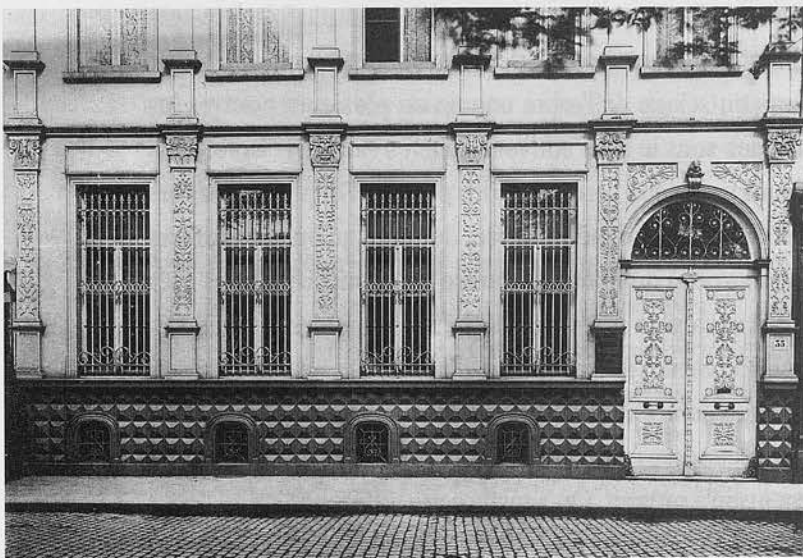
La précision du résultat est aussi influencée par la vitesse de croissance de la tourbe. Lors d'une croissance lente la quantité d'échantillon prélevée pour la datation va couvrir une période plus grande que dans le cas d'une croissance rapide. On ne peut pas oublier que la datation donne l'âge moyen de l'échantillon. Dans le cas de tourbes à croissance rapide, cet âge moyen couvre une courte période et dans l'autre cas on obtient le phénomène inverse.

4 LE "KARBONKELHUIS" À ANVERS

4.1 Données historiques

Le "Karbonkelhuis" situé Place Verte à Anvers est l'ancienne Maison du Chapitre de l'église Notre-Dame. Il est représenté entre autres sur une peinture qui date de 1597. Il doit son nom étrange à la plinthe de façade remarquable travaillée sous la forme de têtes de diamants (karbonkels) (figure 31). Cette plinthe a disparu en 1911 lors de transformations.

Fig.31 La maison en 1907 avec les têtes de diamants encore présentes comme décoration de la plinthe (photo musée Vleeshuis, Anvers)



Ce bâtiment est généralement reconnu comme un des rares exemples d'architecture du début de la Renaissance en Flandre. Il a été classé monument historique par arrêté royal du 12.11.1975. L'examen a été réalisé du fait que le propriétaire de cette époque doutait de l'authenticité du bâtiment. Des transformations drastiques au XIXème ou au début XXème siècle auraient conservé peu de chose du bâtiment d'origine.

4.2 L'examen ^{14}C

4.2.1 Datation de la charpente

Pendant une première phase d'examen on a prélevé 30 g de bois d'une poutre du deuxième grenier. L'échantillon ne présentait que 3 cernes. Il a été prétraité par la méthode AAA selon le procédé habituel. L'âge ^{14}C de cet échantillon se chiffrait à 610 ± 50 BP (IRPA 606). Après calibration ceci donne avec 95% de probabilité une période comprise entre 1282 et 1408 cal AD (Stuiver et Pearson, méthode de probabilité).

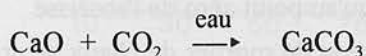
La datation de cet échantillon est un exemple typique de la distinction qui se produit parfois entre le phénomène que l'archéologue ou l'historien veut dater et l'échantillon qui est daté. L'examen historique ne porte pas sur l'âge du morceau de bois dont la poutre est faite mais bien sur l'année à laquelle il a été utilisé dans le bâtiment. Cette différence entre ce que la méthode radiométrique mesure et ce que le demandeur veut savoir peut parfois être très grande. L'exemple dont nous discutons ici est à ce sujet très typique. Lors du sciage de l'arbre en une ou plusieurs poutres les cernes extrêmes sont le plus souvent enlevés (aubier). Lors de la coupe quelques morceaux seront encore perdus. De plus, plusieurs poutres sont débitées d'un même arbre, de sorte qu'on a pu utiliser aussi bien un morceau du coeur de l'arbre qu'un morceau plus près de l'écorce. S'il n'y a plus d'écorce visible sur le matériau on ne sait pas exactement combien de cernes ont disparu. On ne sait rien non plus sur le temps de séchage du bois. Souvent des poutres de bois sont même récupérées de vieux bâtiments. Ce qui se passe couramment jusqu'à présent. On appelle cette différence d'âge "effet de vieux bois". Pour éviter ceci l'archéologue recherchera de la

matière dont la relation avec le phénomène à dater est aussi incontestable que possible. Les pépins de fruits et les coquilles de noix en sont un très bel exemple. Ces matériaux n'ont atteint leur croissance que durant une saison; leur teneur en ^{14}C reflète donc une très courte période. Leur consommation est attendue également pendant une assez courte période après la récolte. Si on retrouve ce matériau dans un dépotoir, on est alors certain que la datation du matériau est représentative de l'usage du dépotoir.

En ce qui concerne IRPA 606 le emploi paraît tout à fait invraisemblable et le résultat doit alors être interprété comme une donnée *terminus post quem* (indique qu'une donnée est plus récente qu'une date bien définie). Dans le cas de poutres de construction une différence de 100 à 200 ans est considérée comme normale.

4.2.2 Datation du mortier de façade

Certains procédés de carbonatation peuvent être datés par la méthode ^{14}C à condition que la formation de carbonate soit conjuguée avec l'absorption de l'anhydride carbonique atmosphérique (CO_2). C'est le cas des mortiers de chaux. La préparation du mortier de chaux s'effectue essentiellement selon les phases suivantes: la pierre calcaire (CaCO_3) est calcinée dans un four à une température d'environ 1000°C . A cette haute température la pierre calcaire est décomposée et il se forme du CaO , généralement connu sous le nom de chaux vive, et du CO_2 qui disparaît dans l'atmosphère. Au moment de l'emploi la chaux vive est mélangée avec de l'eau, du sable et des charges additionnelles. Cette pâte de mortier durcit par captation du CO_2 de l'air.



Après absorption il n'y a plus d'échange avec l'atmosphère et la teneur en ^{14}C dans le mortier correspond avec la période de la construction du bâtiment. Ce CO_2 atmosphérique est libéré de nouveau au laboratoire par une réaction acide.



Des essais ont montré que les choses sont bien plus compliquées. Les charges et le sable peuvent contenir du carbonate fossile. Ceci donne naturellement un âge artificiel à l'échantillon. Il est aussi possible que le produit de base n'ait pas été suffisamment calciné de sorte qu'il reste en partie du carbonate fossile dans le mortier. Heureusement il existe une différence de dureté entre le carbonate du mortier qu'on désire dater et le carbonate de la roche qui fausse le résultat: le premier est poudreux, plus doux et poreux et de ce fait réagit plus rapidement avec l'acide que le second. Le premier gaz CO_2 qui est libéré est donc le moins contaminé, le dernier le plus.

Tableau 4 Analyse du mortier de façade du "Karbonkelhuis"
(résultats en %).

	IRPA 625	IRPA 626
Insoluble dans HCl 1:4	67,0	67,6
CaCO_3	26,8	26,7
MgCO_3	0,58	0,50
CaO lié aux silicates et matières organiques	1,33	1,11
Non dosé	2,58	2,02

En pratique on date des fractions successives et on les met en graphique. La pente de cette droite est une mesure de la quantité de carbonate contaminant. Le meilleur résultat s'obtient par extrapolation de la droite jusqu'au point zéro de l'abscisse.

Comme le procédé de formation du mortier de chaux se produit dans des circonstances tout à fait autres que celui de la roche calcaire, ils ont tous les deux un rapport isotopique totalement différent. La valeur du $\delta^{13}\text{C}$ pour la roche calcaire varie autour de 0‰, tandis que celle du mortier atteint environ -21‰. On supposait que cette donnée pouvait aider à calculer la quantité de carbonate fossile dans l'échantillon. A partir de récentes études il est cependant apparu que ce -21‰ s'obtient seulement dans le cas de petites quantités à l'échelle du laboratoire. En pratique le CO_2 de

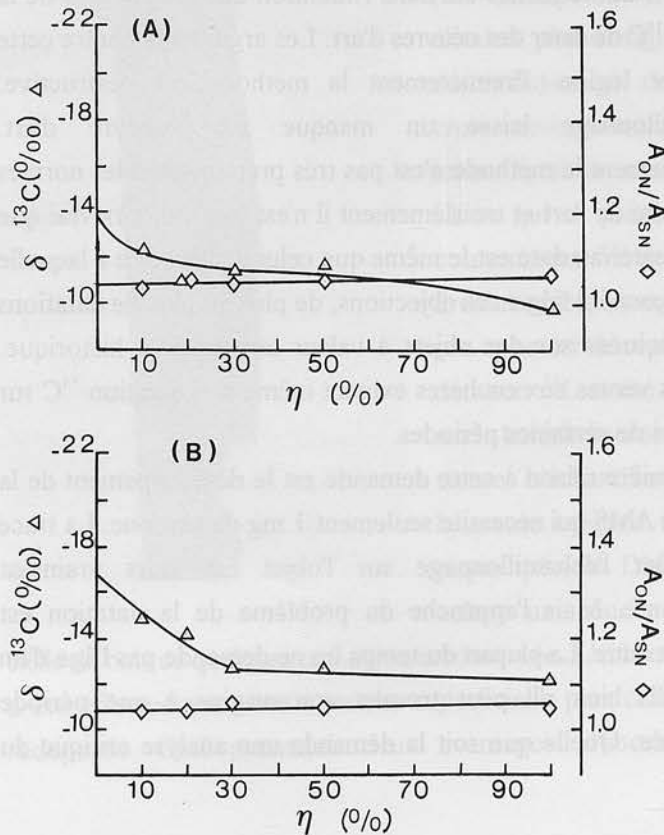
l'atmosphère doit diffuser au travers de la couche de mortier jusqu'au lieu de réaction. Cette diffusion est conjuguée à une déviation isotopique.

Tout ceci a pour conséquence que des mortiers peuvent être datés uniquement s'il n'y a pas ou presque de carbonate fossile présent et s'ils n'ont pas été exposés à une recarbonatation (ex.: sous l'influence d'eau souterraine).

Deux échantillons du "Karbonkelhuis" ont été datés. Le premier (IRPA 625) a été prélevé à l'extérieur de la façade à hauteur du premier étage, le second (IRPA 626) à la même hauteur et à l'intérieur. Une analyse chimique des deux échantillons a donné les résultats suivants (en %).

Les analyses radiométriques sont reproduites à la figure 32a (IRPA 625) et 32b (IRPA 626). Des deux figures on peut conclure qu'il n'y a presque pas de carbonate fossile présent (la pente de la droite d'activité est presque horizontale).

Fig. 32 a) IRPA 625
b) IRPA 626



Les variations du fractionnement isotopique sont ici uniquement causées par l'effet de diffusion. L'âge le plus probable se chiffre à 315 ± 50 BP pour le mur extérieur et à 340 ± 50 BP pour le mur intérieur. Calibrés selon Stuiver et Pearson (méthode de probabilité) ils se chiffrent respectivement à 1459-1657 cal AD et 1453-1644 cal AD et ceci avec 95% de probabilité. Les deux échantillons sont en d'autres mots identiques, ce que l'analyse chimique confirme. Les datations fixent l'origine du bâtiment au XVIème siècle. Cette période tombe cependant en dehors du domaine optimal de mesure de sorte que relativement parlant il existe une grande marge d'erreur. Comme la question posée n'offrait que les possibilités XVIème siècle ou plus jeune que 1800, on ne peut retenir que la première date. Malgré ce résultat positif qui pouvait s'ajouter aux nombreuses données historiques, il a fallu encore attendre presque dix ans avant le début de la restauration.

5 LA DATATION DES OEUVRES D'ART

5.1 Introduction

Il n'a sans doute jamais été dans l'intention des précurseurs de la méthode ^{14}C de dater des oeuvres d'art. Les arguments contre cette idée sont légion. Premièrement la méthode est destructive. L'échantillonnage laisse un manque sur l'oeuvre d'art. Deuxièmement la méthode n'est pas très précise selon les normes de l'histoire de l'art et troisièmement il n'est pas toujours vrai que l'âge du matériau daté est le même que celui de l'époque à laquelle il a été façonné. Malgré ces objections, de plus en plus de datations sont effectuées sur des objets à valeur artistique et historique. Certaines ventes aux enchères exigent même une datation ^{14}C sur des objets de certaines périodes.

Une première raison à cette demande est le développement de la technique AMS qui nécessite seulement 1 mg de carbone. La trace laissée par l'échantillonnage sur l'objet est alors vraiment insignifiante. Mais l'approche du problème de la datation est également autre. La plupart du temps on ne demande pas l'âge d'un objet mais bien s'il peut trouver son origine à une période déterminée. Quelle que soit la demande une analyse critique du

résultat est obligatoire.

5.2 Le Vieux Bon Dieu de Tancremont

Sur une colline entre Pepinster et Theux se dresse une chapelle avec un des plus vieux crucifix de Belgique (figure 33). La statue a été découverte au XIX^{ème} siècle, après être restée dans l'oubli pendant un temps assez long, probablement depuis la Révolution française. Iconographiquement la statue appartient au groupe des figures du Christ qui sont représentées avec une longue tunique, appelée *colobium*. Jusqu'avant la restauration on la datait au plus tôt aux environs de 1100.

Fig.33 *Le Vieux Bon Dieu de Tancremont*
(copyright IRPA-KIK)



La restauration à l'I.R.P.A. nous a permis de dater aussi bien le Christ que la croix. On avait déjà constaté que certaines parties de la sculpture (les mains entre autres) n'étaient plus d'origine. Aussi s'attendait-on à ce que la croix soit beaucoup plus jeune que la statue. Une chose qui se présente assez couramment. Vu que la dendrochronologie ne pouvait pas apporter de réponse, une datation ^{14}C a été effectuée sur le bois de la croix et sur la statue. L'échantillonnage sur la statue exigeait une technique spéciale. D'abord on a enlevé une couche superficielle

de bois de quelques cm^2 qu'on a conservée. L'échantillonnage a été effectué sous cette couche superficielle puis celle-ci a été redéposée. Ceci présentait deux avantages: d'abord l'échan-

tillonnage est pratiquement invisible, ensuite on évite la contamination par un éventuel traitement de surface du bois.

Résultat:

IRPA 787: croix 570 ± 50 BP

IRPA 788: statue 1160 ± 50 BP

En années calendriers la statue peut se situer au IXème - Xème siècle, tandis que la croix trouve son origine au plus tôt au XIIIème siècle. La différence est significative et ne peut pas s'expliquer uniquement par l'effet de vieux bois. Mais la différence entre l'âge ^{14}C calibré et celui présumé était grande elle aussi, deux siècles à vrai dire. La technique de datation radiométrique n'est cependant pas assez précise pour confirmer ceci avec exactitude, d'autant plus que nous devons tenir compte d'un effet de vieux bois d'au moins quelques dizaines d'années. La supposition que le Christ était antérieur au XIIème siècle fut confirmée historiquement. Les données reçues pendant la restauration le situent en principe vers l'an 1000. Une datation que seulement le laboratoire de radiocarbone pouvait confirmer.

5.3 Le bâton de sainte Ode d'Amay

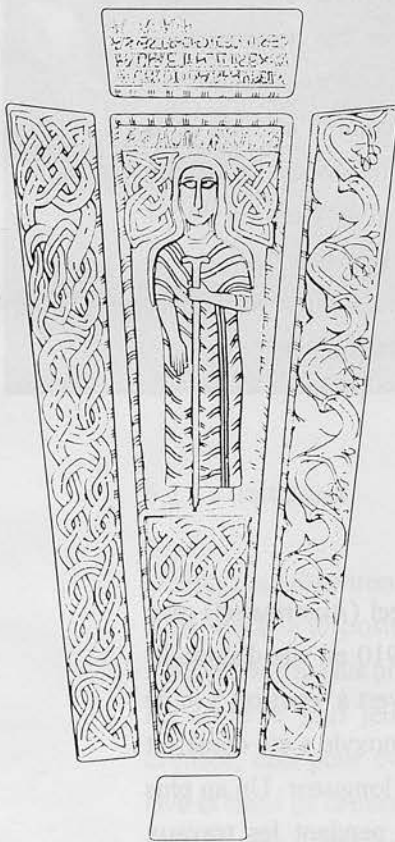
5.3.1 De la légende à l'archéologie

Une légende populaire raconte comment sainte Ode, chassée par les tribulations politiques à la cour d'Aquitaine, se retrouve dans la vallée de la Meuse. Arrivée sur une colline à Ombret, sur la rive droite de la Meuse, elle exprime le souhait qu'une chapelle soit construite là où le bâton qu'elle va jeter retombera. L'église d'Amay (Liège), construite à environ deux kilomètres plus loin sur l'autre rive, y doit son origine.

Pendant une campagne archéologique au cours des années 1976-1977 on a trouvé dans l'église Saint-Georges à Amay un sarcophage en pierre qui jadis contenait les restes d'une femme qui selon les inscriptions s'appelait "*Sta. Chrodoara*" (figure 34). La représentation sur le couvercle montre une femme avec un bâton en

main. Ce bâton est un symbole de la dignité ecclésiastique et peut être interprété ici comme étant l'attribut de la fondatrice d'un couvent. A l'appui d'autres données, entre autres un texte de l'année 634, ceci indique que la personne pour qui le sarcophage a été destiné et la légendaire sainte Ode sont probablement identiques. Le sarcophage mis au jour était cependant pratiquement vide. Ce n'était pas étonnant car depuis le XIIème - XIIIème siècle s'établissait la coutume de placer des reliques dans des reliquaires. Dans l'église d'Amay se trouve encore maintenant le reliquaire des "saints Ode et Georges".

Fig.34 *Croquis développé du sarcophage*
(dessin R. Thirion-Ninave)



5.3.2 La datation

Dans le reliquaire on trouve aussi, à côté des ossements, des textiles et des morceaux de bois. Ces derniers proviendraient du bâton de la sainte. En se basant sur ses caractéristiques stylistiques, le textile datait du XIIIème siècle. La datation des morceaux de bois ne pouvait être faite que radiométriquement. L'échantillonnage posait ici un problème. On ne disposait pas de plus de 8 g de matière. Une datation conventionnelle n'aurait presque rien laissé de cette relique. C'est pourquoi la mesure a été effectuée par AMS. Comme l'échantillon avait été conservé dans des conditions idéales et qu'on ne devait pas tenir compte de polluants, le prétraitement a

pu être réduit au minimum. Un traitement aux ultrasons pour éliminer la poussière suivi d'un léger traitement AAA a été suffisant. 9,85 mg de matière (c.-à.-d. environ un facteur 1000 fois plus petit que pour une datation conventionnelle) ont été brûlés et transformés en graphite.

L'âge ^{14}C conventionnel se chiffre à 1330 ± 130 BP (KIK-4/UtC-1004)*.

Recalculé en années calendrier ceci donne, avec une probabilité de 1 écart-type, un âge qui est compris entre 600 et 860 calAD.

* La mesure a été effectuée en collaboration entre l'Institut royal du Patrimoine artistique et l'Université d'Etat d'Utrecht.

5.3.3 Conclusion

La datation de ces restes a pu être effectuée uniquement grâce à la technique AMS car elle permet de travailler sur de très petits échantillons. L'écart-type sur le résultat est dans cet exemple encore assez important. Il est possible de ramener celui-ci au tiers de la valeur donnée plus haut. La précision dans ce cas n'est pas nécessaire et peut même être trompeuse car la datation par le radiocarbone ne pourra jamais dire si le bois provient du bâton de sainte Ode. On peut seulement dire que la datation concorde avec la période escomptée. Ceci est déjà assez remarquable.

6 LES PIROGUES D'OOSTERWEEL

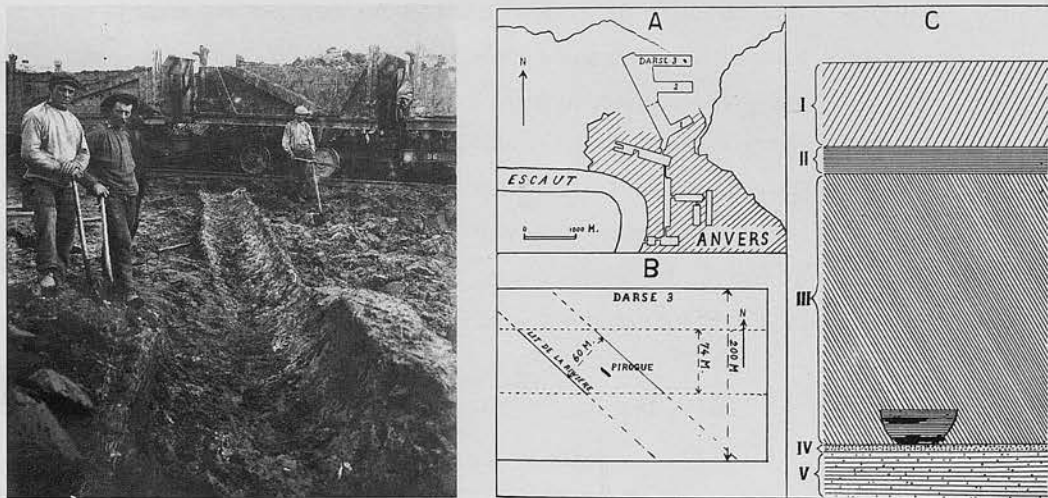
6.1 Les données archéologiques

Sur le territoire de la commune d'Oosterweel (Austruweel) près d'Anvers, des travaux ont été entrepris en 1910 en vue d'agrandir le port d'Anvers. Un bateau en bois fut découvert à environ 5 m de profondeur (figure 35). Ce bateau simple monoxyle a été construit à partir d'un tronc de chêne d'environ 11 m de longueur. Un an plus tard un bateau semblable a été découvert pendant les travaux d'élargissement.

Il semblait impossible de dater ces bateaux à partir des données stratigraphiques, bien qu'on les situât dans une période comprise

entre le Néolithique et la période romaine. Le rapport de fouilles laissait supposer que ces bateaux dataient de l'âge du fer. Dans une publication résumée de 1928 sur les activités du "Service des Fouilles de l'Etat" cette supposition est acceptée comme vraie sans preuve complémentaire. De cette époque on parle toujours de ces bateaux comme étant de l'âge du fer ou de la période romaine. Cette hypothèse est tellement ancrée que dans les années septante on prétendait même qu'ils auraient été les prototypes des "Oberländers", bateaux cargos du moyen âge qui navigaient sur le Rhin.

Fig.35 Photo pendant la fouille et schéma de situation (copyright IRPA-KIK)



6.2 Le traitement

Un morceau d'environ 70 grammes et d'une épaisseur de 25 cernes a été mis à la disposition du laboratoire de datation. L'échantillon a été prélevé le plus près possible de la surface, c.-à.-d. le plus près du cerne le plus jeune de l'arbre dans lequel la pirogue a été creusée, ceci pour éviter l'effet de vieux bois. L'échantillon a été lavé et traité de la manière habituelle. On a en outre eu recours à la spectrométrie IR en vue d'identifier des produits de conservation éventuels. Il n'y en avait heureusement pas.

Comme on disposait d'assez de matière, l'échantillon a été daté plusieurs fois. Ceci nous permet, grâce à un traitement statistique,

de diminuer l'erreur de mesure. Les résultats des mesures étaient les suivants:

IRPA 453	âge ^{14}C conventionnel (BP)
1	870 ± 50
2	980 ± 50
3	860 ± 50
4	1010 ± 50
5	970 ± 50

En premier lieu il fallait vérifier si on avait mesuré cinq fois la même chose. Il se pourrait, à cause d'une erreur dans le traitement ou la présence d'un polluant, que certains résultats s'écartent fortement de la moyenne et ne puissent être considérés comme identiques aux autres. Vu le caractère statistique de la mesure, ceci ne peut être contrôlé que si on fait appel à une analyse statistique, dans ce cas-ci la distribution Ψ^2 . Appliquée à cet exemple, nous pouvons dire avec 95% de probabilité que les résultats mentionnés ci-dessus ont la même moyenne vraie. Le test nous donne en outre la moyenne pondérée des cinq mesures, moyenne qui tient compte de l'erreur sur chaque mesure (un résultat avec un petit σ a plus de valeur qu'un résultat avec un grand σ = grande dispersion).

IRPA 453: âge ^{14}C conventionnel

941 ± 22 BP

Après calibration de ce résultat on peut dire avec 95% de probabilité que l'âge réel est compris entre 1025 et 1159 calAD.

6.3 Discussion

On n'a pas tenu compte du nombre de cernes utilisés dans l'échantillon. Comme ce nombre est limité, l'influence sur le résultat définitif reste faible. Nous ne savons pas non plus combien de cernes ont été enlevés entre l'écorce et la surface actuelle du bateau. Mais également dans ce cas l'erreur est inexistante ou très faible. Le rassemblement des résultats des datations jusqu'à une moyenne ne peut se faire que s'il s'agit d'échantillons identiques comme dans

ce cas. Partout ailleurs on court le risque de réunir des échantillons non contemporains. Le résultat s'écarte clairement de ce qu'on pensait. Ceci n'est pas étonnant du tout. On a utilisé aussi les pirogues après la préhistoire. En Europe, même jusqu'au début de ce siècle.

7 CALIBRATION INTERLABORATOIRES

7.1 Introduction

Dans le courant de 1985 l'IRPA a participé à un test limité de calibration interlaboratoires mis au point par l'Université de Washington. Une quantité de cellulose de teneur en ^{14}C inconnue a été partagée entre divers laboratoires. Après les mesures les résultats ont été envoyés à Washington. Il s'agissait donc clairement d'un test aveugle.

Après traitement statistique des résultats chaque laboratoire recevait les résultats des autres participants mais de façon anonyme.

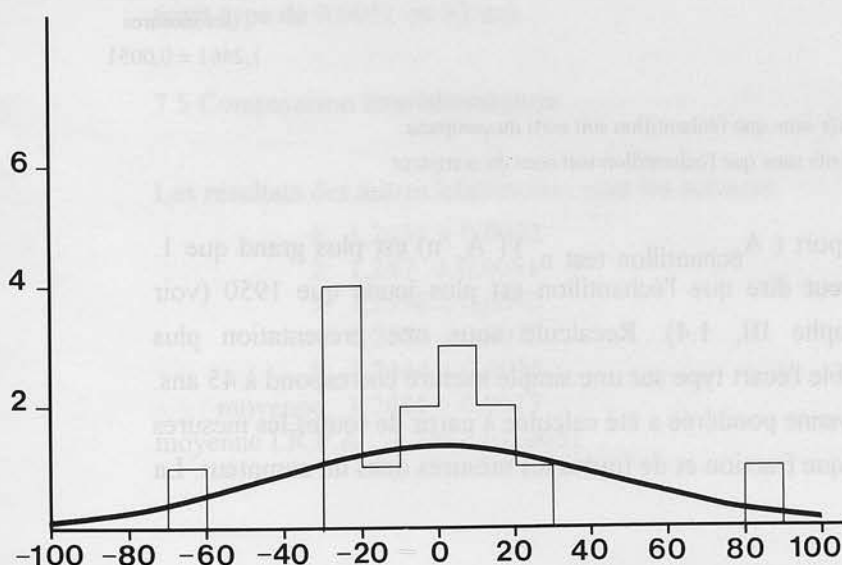
Ce test était en même temps le commencement d'un contrôle approfondi de l'ensemble du procédé.

7.2 Procédé

Fig.36 Histogramme des résultats de mesures

Verticalement: nombre de mesures

Horizontalement: écart en années par rapport à la moyenne



L'échantillon a été partagé en 3 fractions. Chacune a été transformée en méthane et mesurée une ou plusieurs fois dans chacun des trois compteurs (appelés: vert, bleu et rouge). Les mesures répétées dans un même compteur ont été exécutées parfois sans que l'échantillon soit sorti du compteur entre les mesures et parfois avec évacuation complète du compteur. Les paramètres qui peuvent donc être étudiés sont:

- les fautes dans la préparation chimique
- les fautes dans le remplissage du compteur
- les déviations par rapport à d'autres laboratoires
- les différences entre les trois compteurs.

7.3 Résultats

Tableau 5: Résultats de mesures ($A_{\text{échantillon test n}} / (A_{\text{o n}})$) (voir formule 12)

COMPTEUR	ECHAN. 1	ECHAN. 2	ECHAN. 3	moyenne pondérée
vert	1	1,2497 ± 0,0069	1,2453 ± 0,0066	1,2435 ± 0,0069
	2	1,2419 ± 0,0069		1,2498 ± 0,0068**
	3	1,2492 ± 0,0074		1,2324 ± 0,0071**
bleu	1	1,2453 ± 0,0066	1,2461 ± 0,0074*	1,2483 ± 0,0068
	2	1,2489 ± 0,0077*		1,2488 ± 0,0032
	3	1,2558 ± 0,0071*		
rouge 1	1,2441 ± 0,0063	1,2460 ± 0,0076	1,2452 ± 0,0068	1,2450 ± 0,0032
moyenne pondérée	1,2464 ± 0,0028	1,2484 ± 0,0032	1,2440 ± 0,0031	moyenne de toutes les mesures 1,2461 ± 0,0051

*: 3 comptages successifs sans que l'échantillon soit sorti du compteur.

** : 2 comptages successifs sans que l'échantillon soit sorti du compteur.

Le rapport ($A_{\text{échantillon test n}} / (A_{\text{o n}})$) est plus grand que 1. Cela veut dire que l'échantillon est plus jeune que 1950 (voir paragraphe III, 1.4). Recalculé sous une présentation plus accessible l'écart type sur une simple mesure correspond à 45 ans. La moyenne pondérée a été calculée à partir de toutes les mesures sur chaque fraction et de toutes les mesures dans un compteur. La

figure 36 représente un histogramme dans lequel toutes les mesures sont reprises avec leur écart par rapport à la moyenne. La courbe de Gauss représente la distribution théorique de toutes les mesures si on suppose un écart-type de 45 ans sur chaque échantillon.

7.4 Discussion

Il est clair qu'il n'y a pas d'écart significatif entre les moyennes des 3 fractions. On peut dire la même chose à propos des moyennes pour les 3 compteurs. En d'autres mots: on mesure toujours la même chose indépendamment du compteur dans lequel la mesure est effectuée, mais aussi sans écarts qui pourraient être causés par des erreurs accidentelles dans la préparation chimique de l'échantillon. Il semble aussi que le remplissage des compteurs n'apporte pas d'erreur supplémentaire.

Cependant, deux mesures tombent tout à fait en dehors des prévisions. Cet écart est déterminé entièrement par le caractère statistique de la méthode. La courbe de Gauss de la figure 36 nous donne la répartition théorique de toutes les mesures possibles autour de la moyenne avec un écart-type de 45 ans (écart-type calculé sur chaque mesure). La correspondance entre cette courbe et l'histogramme avec les mesures réelles n'aurait absolument aucune signification sans les deux résultats qui s'écartent à gauche et à droite sur l'histogramme. Si ces deux résultats étaient exclus l'écart-type se réduirait à 16 ans. Même en tenant compte des deux résultats divergents, l'écart-type sur une simple mesure est encore un peu exagéré vu que la moyenne de toutes les mesures donne un écart-type de 0,0051 ou 33 ans.

7.5 Comparaison interlaboratoires

Les résultats des autres laboratoires sont les suivants:

- 1: $1,2454 \pm 0,0022$
- 2: $1,247 \pm 0,0051$
- 3: $1,2538 \pm 0,0040$
- 4: $1,2506 \pm 0,0019$
- 5: $1,2444 \pm 0,0056$
- moyenne: $1,2485 \pm 0,0013$
- moyenne I.R.P.A.: $1,2461 \pm 0,0051$

Ceci signifie que le résultat obtenu à l'IRPA s'écarte de 15 ans de la moyenne des autres laboratoires. Cette différence n'est pas significative. Il y a plus de 95% de probabilité qu'il n'existe pas de différence appréciable entre le résultat de l'IRPA et celui des autres laboratoires.

7.6 Contrôle permanent

Des tests comme ceux décrits ci-dessus ont montré la nécessité d'un contrôle permanent des systèmes de mesures. Pour cette raison on a fortement mis l'accent ces dernières années sur un contrôle de qualité. Celui-ci consiste d'une part dans l'organisation de tests aveugles à grande échelle (l'Université de Glasgow principalement a accompli dans ce domaine d'importants travaux), d'autre part dans la mise à disposition par le I.A.E.A. (International Atomic Energy Agency à Vienne) d'une série d'échantillons de contrôle d'âge connu.

8 ^{14}C COMME TRACEUR

8.1 Introduction

A côté de l'emploi du radiocarbone comme moyen de datation on peut aussi utiliser cet isotope radioactif, comme d'autres, pour l'examen des procédés cycliques naturels, le contrôle de l'origine des matières organiques, etc.

Les applications qui ont attiré pleinement l'attention ces dernières années ont été entre autres: les changements dans la concentration en ^{14}C dans les plantes autour des centrales nucléaires, les changements liés aux saisons de la teneur en ^{14}C de l'atmosphère sous l'influence de l'utilisation de combustible fossile et la dynamique des réservoirs d'eau souterrains.

8.2 Vinaigre de fruits contre vinaigre de pétrole

L'IRPA a été à l'occasion engagé comme expert dans un conflit entre deux "marchands de vinaigre". Le premier prétendait que son concurrent utilisait abusivement l'étiquette "vinaigre de fruit"

(vinaigre de fructose) et que son produit était extrait du pétrole. Chimiquement cette distinction n'est pas possible. Une solution pure d'acide acétique ne donne pas d'information sur l'origine de la matière. La seule différence repose sur le rapport des isotopes du carbone. Le produit naturel est extrait de fruits qui possèdent une radioactivité naturelle. Le produit de synthèse ne possède pas cette radioactivité car le produit de base, le pétrole, ne contient plus de ^{14}C .

Tableau 6 Teneur en ^{14}C d'échantillons de vinaigre

référence vinaigre de fructose (cpm)	échantillon (cpm)	% de vinaigre de fructose	
11,97 ± 0,22	IRPA-98:	11,92 ± 0,28	99,5 ± 3,8
11,97 ± 0,22	IRPA-100:	11,35 ± 0,24	94,8 ± 3,8
11,97 ± 0,22	IRPA-101:	5,22 ± 0,21	52,0 ± 2,8
11,72 ± 0,30	IRPA-102:	11,13 ± 0,31	95,0 ± 5,1
11,72 ± 0,30	IRPA-103:	12,37 ± 0,27	105,3 ± 5,0
11,72 ± 0,30	IRPA-104:	11,95 ± 0,32	101,9 ± 5,4
11,97 ± 0,22	IRPA-105:	11,95 ± 0,27	99,8 ± 4,2
11,97 ± 0,22	IRPA-109:	12,01 ± 0,26	100,3 ± 4,0
12,90 ± 0,25	IRPA-112:	6,25 ± 0,24	48,5 ± 2,0

8.3 Résultats et conclusion

La dernière colonne du tableau 6 montre clairement que les échantillons IRPA-101 et IRPA-112 sont des mélanges de vinaigre de fructose et de pétrole. La radioactivité mesurée est environ 50% de la valeur naturelle.

EPILOGUE: ^{14}C SUR LE TERRAIN

1 INTRODUCTION

En appendice nous voudrions terminer par quelques petites remarques sur les problèmes d'échantillonnage et de traitement du matériau avant que l'échantillon parvienne au laboratoire. Ce

paragraphe ne contient pas de règles absolues, seulement des suggestions. Consultez le laboratoire où le travail sera exécuté avant de commencer l'échantillonnage. Ceci non seulement pour donner au laboratoire la possibilité d'aider le demandeur lors de la prise de l'échantillon, mais aussi pour contrôler si on peut répondre à la demande de datation. Beaucoup de laboratoires ont des domaines de recherches spécifiques et ne sont pas toujours en mesure de traiter des échantillons d'autres recherches.

2 SUR LE TERRAIN

2.1 Le matériau

Lors de l'échantillonnage on doit d'abord s'assurer que le matériau organique trouvé livrera une datation de l'événement que l'on veut examiner. Ce problème a déjà été traité maintes fois dans les exemples (paragraphe V, 4.2.1).

En outre on se pose immédiatement la question de l'origine des atomes de carbone dans l'échantillon. Certains matériaux, comme les coquillages d'eau douce ou des tourbes tardiglacières, tirent le carbone de différents réservoirs. Ceci doit être contrôlé sur le terrain et peut conduire jusqu'au rejet de l'échantillon. De petites particules doivent, si possible, être rejetées à cause de migrations. Ce phénomène se produit davantage dans des sols sablonneux et naturellement à cause de la bioturbation. Il est en outre évident que des échantillons provenant de tranchées sont plus appropriés que ceux provenant de forages.

Sur le terrain on s'efforce de se faire déjà une idée de la contamination possible des échantillons (croissance de racines, dépôt de carbonates, etc.) et de l'état de conservation (couvert d'une couche d'argile, oxydé, etc.). Les échantillons peuvent être lavés avec de l'eau si c'est nécessaire, mais mentionnez-le bien au laboratoire. Un traitement avec des produits organiques est hors de question. Des échantillons spéciaux, comme des échantillons d'air et d'eau souterraine, doivent être prélevés d'une façon particulière. En principe le CO_2 , le bicarbonate et le carbonate sont liés chimiquement et récoltés sous forme de matière solide. Au laboratoire le CO_2 est libéré à nouveau.

Vu l'imprécision statistique de la mesure, les incertitudes sur l'accumulation de carbone, les migrations et la conservation, il est toujours indiqué de dater un événement déterminé au moyen de plusieurs échantillons, ou en tout cas de garder en réserve de la matière pour une deuxième analyse. L'échantillon et l'échantillon de contrôle seront de préférence de composition chimique et d'origine différentes (par exemple des ossements et du charbon de bois). Si on veut des résultats très précis, une double datation s'avère alors nécessaire.

2.2 Le stockage

Conservez le matériau de préférence dans un sac ou un autre récipient en polyéthylène. Le verre est aussi très approprié mais fragile. Evitez l'emploi de papier et plastique avec adoucisseurs (PVC, PVA). L'étiquetage est extrêmement important, car trop souvent les gens ne retrouvent plus leurs endroits d'échantillonnage à cause d'une description et d'un étiquetage défectueux. Les étiquettes ne peuvent toutefois être placées avec l'échantillon. La meilleure manière est soit de placer l'étiquette dans un sac en plastique fermé avec l'échantillon soit de mettre le sac avec l'échantillon et l'étiquette dans un deuxième sachet. Le collage de l'étiquette sur le sachet est fortement déconseillé. Généralement elle se détache lors de la conservation. Les échantillons peuvent être conservés de deux façons: soit complètement secs, soit dans un congélateur. Il faut surtout éviter le dépôt de poussières, le développement de moisissures et le carbonate secondaire.

3 AU MUSÉE

3.1 Le matériau

Même pour des objets de musée, il est utile de vérifier si le matériau et sa manipulation permettent une datation. Dans le cas de grandes statues on doit certainement tenir compte de l'effet du "vieux bois". La contamination possible va prendre cependant un tout autre caractère. Les questions qui doivent être posées ici sont: 1) Cet objet a-t-il été restauré et dans l'affirmation, quel a été le

traitement? 2) Cet objet a-t-il été traité avec des produits organiques? Généralement un bon restaurateur peut facilement donner une réponse à la première question, mais la seconde question soulève plusieurs problèmes. Assez souvent les matériaux qu'on utilise lors d'un traitement sont de même nature que l'objet proprement dit (par exemple la colle d'os) ce qui rend la différenciation presque impossible. Comme le traitement et la pollution des objets d'art restent généralement limités à la surface, il suffit de récolter des échantillons en profondeur. Dans certains cas, cette manière de travailler permet au restaurateur de masquer complètement l'échantillonnage. Sur une statue en bois il suffit souvent d'enlever une couche superficielle, de prendre l'échantillon en dessous et, après échantillonnage, de remettre la surface dans sa position d'origine.

3.2 Le stockage

Si des objets doivent être déplacés, on les dispose au mieux dans un emballage non organique comme la laine de verre. Cela occasionne parfois des situations embarrassantes. Les textiles par exemple sont conservés dans du papier de soie ou cousus sur un support. Pendant l'échantillonnage on doit travailler méticuleusement, éventuellement à l'aide d'un binoculaire.

3.3 Le questionnaire

Pour les objets d'art il s'agit souvent d'un test d'authenticité et la demande de datation est posée autrement (voir aussi paragraphes V.4 et V.5). Le laboratoire doit en être informé.

4 LA TAILLE DE L'ÉCHANTILLON

Il est presque impossible de déterminer d'avance combien on aura besoin de matière pour une datation. Cela dépend surtout de l'état de conservation. Au tableau 7 figurent quelques directives. Celles-ci doivent cependant être utilisés avec la plus grande prudence.

Tableau 7 Taille moyenne de l'échantillon (à l'état sec)

Nature du matériau	conventionnel (gramme)	AMS (milligramme)
charbon de bois	6 - 10	10 - 100 ♦
bois sec	10 - 20	50 - 100
tourbe (*)	50 - 100	100 - 200
ossements	100 - 500	500 - 5000
coquillages	50 - 100	50 - 100
carbonate (**)	100 - 200	100 - 200
textile	10 - 20	10 - 50

(*) non oxydé

(**) carbonate formé géologiquement

(♦) 3 mg suffisent après prétraitement

5. BULLETIN D'INFORMATION

Tous les laboratoires de radiocarbone demandent une information très détaillée sur chaque échantillon destiné à être daté. Le but de ces données est triple. D'abord et surtout cette information doit aider le laboratoire à traiter et nettoyer l'échantillon de la meilleure façon. Ensuite les données offrent à l'analyste la possibilité de trouver des relations entre les échantillons et de les interpréter. Enfin les données sont utilisées pour des banques internationales de données et des listes de datations de sorte que la datation puisse être utilisée par d'autres chercheurs.

BIBLIOGRAPHIE

1 GÉNÉRALE

Radiocarbon.

Revue éditée par "The American Journal of Science". Publie aussi bien des listes de datations que des articles scientifiques. Editeur responsable: Renee Kra, Department of Geosciences, University of Arizona, Tucson, AZ 85721, U.S.A.

W. DIETHORN, *A Methane Counter System for Natural Radiocarbon Measurements*, Pittsburgh, 1956.

Carnegie Institute of Technology, Pittsburgh 13, Pennsylvania, U.S.A.

R. GILLESPIE, *Radiocarbon User's Handbook*, Oxford University, 1986.

Oxford University Committee for Archaeology.

Distributed by Oxbow Books, Park End Place, Oxford, OX1 1HN, GB.

R. KLÉBER & J. HEYLEN, *Datage C-14: préparation du gaz de comptage*, Travaux/werken 1, K.I.K., 1966.

I.R.P.A., Parc du Cinquantenaire 1, B-1040 Bruxelles

W. F. LIBBY, *Radiocarbon*, The University of Chicago Press, 1955.

Liquid Scintillation Workshop, ICN Tracerlab, 1971.

W.G. Mook & H.T. Waterbolk (ÉDITEURS), *Proceedings of the First International Symposium on ¹⁴C and Archaeology*, Groningen, PACT, 8, Strasbourg 1983.

T. Hackens, 28a, av. Léopold, B-1330 Rixensart.

W.G. MOOK & H.T. WATERBOLK, *Radiocarbon Dating. Handbooks for archaeologists*, 3, European Science Foundation, 1985.

IREG, 35-37, rue du Fossé-des-Treize, F-67000 Strasbourg.

J. SURUGUE, *Techniques générales du laboratoire de physique*, Parijs, 1962.

Centre national de la recherche scientifique, 15, Quai Anatole-France, Paris.

R.E. TAYLOR, A. LONG & R.S. KRA (éditeurs), *Radiocarbon after Four Decades. An Interdisciplinary Perspective*. Springer Verlag, 1992.

K. VAN DER BORG, C. ALDERLIESTEN, H. HAITJEMA, G. HUT & N.A. VAN ZWOL, *The Utrecht Accelerator Facility for Precision Dating with Radionuclides*, *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research B5*, 1984, Amsterdam, 150-154.

M. VAN STRYDONCK, *Calibrenen van ¹⁴C-dateringen*, *Archaeologia Belgica* [n.s.], III, 1987, 281-288.

2. EN RAPPORT AVEC LES EXEMPLES

L. VAN IMPE, Tussen pot en ...mens. *Archeologisch puzzelen tussen Gete en Herk*. Exposition Herk-de-Stad, 7-22 février 1987.

L. VAN IMPE, Het oudheidkundig bodemonderzoek in Donk (gem. Herk-de-Stad) 1977-1982, *Miscellanea Archaeologica in honorem H. Roosens (Archaeologia Belgica, 255)*, Brussel, 1983, 65-94.

H. THOEN (éditeur), *De Romeinen langs de Vlaamse kust*, Edition Crédit Communal, Avenue Pacheco 44, 1000 Bruxelles, 1987. Avec des contributions de: C. BAETEMAN, E. COOLS, G. DE BOE, R. DE CEUNYNCK, P. DE PAEPE, B. HILLEWAERT, Y. HOLLEVOET, J. MERTENS, F. MOSTAERT, J. PETERS, K. SOERS, J. TERMOTE, H. THOEN & M. VAN STRYDONCK.

C.R. JANSSEN, *Verkenning in de palynologie*, Oosthoek, Scheltema & Holkema, Utrecht, 1974.

R. DE CEUNYNCK, The Evolution of the Coastal Dunes in the Western Belgian Coastal Plain, *Eiszeitalter u. Gegenwart*, 35, 1985, 33-41.

M. MANDERYCK & M. VAN STRYDONCK, Een toepassing van de radiokoolstofdateringstechniek: het Karbonkelhuis in Antwerpen, *M & L*, 5/1, 1986, 23-29.

M. SERCK-DEWAIDE, L. KOCKAERT, M. VAN STRYDONCK, S. VERFAILLE, Le Vieux Bon Dieu de Tancrémont, *Bulletin de l'I.R.P.A.*, XXIII, 1990/91, 80-100.

M. VAN STRYDONCK, M. DAUCHOT-DEHON & J. HEYLEN. Radiokoolstofdatering van de boomstamkano's van Austruweel, *Bulletin de l'I.R.P.A.*, XIX, 1982/83, 172-177.

R. VAN HOVE (éditeur), *Verklarende woordenlijst: bijvoegsel bij Bijdragen van de Archeologische dienst van het Waasland*, Annexe à: *Buitengewone uitgaven van de Koninklijke Oudheidkundige Kring van het Land van Waas*, 19, 1988. Avec les contributions de: J. BOURGEOIS, P. DE PAEPE, A. GAUTIER, P. KIDEN, H. THOEN, P. VAN DER PLAETSEN, R. VAN HOVE, J.-P. VAN ROEYEN, M. VAN STRYDONCK & C. VERBRUGGEN.

T. DELARUE & E. THIRION, De Sancta Chrodoara à Sainte Ode, *Dossiers du Musée Communal d'Archéologie et d'Art religieux d'Amay*, 1, 1988, 1-35.

PH. GEORGE, Saints particulièrement vénérés à Amay, *Trésors de la collégiale d'Amay*, Amay, 1989, 115-126.

TABLE DES MATIERES**Chapitre I. BASES PHYSIQUES DE LA TECHNIQUE DE DATATION.**

1. RADIOACTIVITE.
 - 1.1. L'atome.
 - 1.2. La désintégration radioactive.
2. LE RADIOCARBONE DANS LA NATURE.
 - 2.1. La production du radiocarbonate dans la nature.
 - 2.2. Le cycle du carbone.

Chapitre II. LA DATATION PAR LE RADIOCARBONE.

1. NOTIONS GENERALES SUR LE CALCUL DE L'AGE.
 - 1.1. La formule de la datation.
 - 1.2. L'écart-type.
 - 1.3. Aspect mathématique de l'écart-type.
 - 1.4. Paramètres qui influencent l'écart-type.
 - 1.5. Age maximum mesurable.
 - 1.6. En résumé: le graphique de précision théorique.
2. CORRECTIONS.
 - 2.1. Fractionnement isotopique.
 - 2.2. Demi-vie.
 - 2.3. Standard moderne et dénomination "Before Present".
 - 2.4. Age ^{14}C conventionnel.

Chapitre III. CALIBRATION DES DATES RADIOCARBONE.

1. VARIATIONS DE LA TENEUR EN RADIOCARBONE DANS L'ATMOSPHERE AU COURS DES TEMPS.
 - 1.1. Variations à long terme.
 - 1.2. Variations à moyen terme.
 - 1.3. Variations à court terme.
 - 1.4. Variations causées par l'homme.
2. LA CALIBRATION DES DATES ^{14}C .
 - 2.1. La courbe de calibration.
 - 2.2. Le calcul.
 - 2.3. La courbe marine.

Chapitre IV. LE TRAITEMENT DES ECHANTILLONS ET LES METHODES DE MESURE.

1. LE TRAITEMENT DES MATERIAUX.
 - 1.1. Introduction.

- 1.2. Prétraitement.
- 1.3. Transformation.
- 1.4. Erreurs de laboratoire

2. METHODES DE MESURE.

- 2.1. Introduction.
- 2.2. Compteur à gaz proportionnel.
- 2.3. Compteur à scintillation liquide.
- 2.4. Spectromètre de masse avec accélérateur (AMS).

Chapitre V. EXEMPLES.

1. INTRODUCTION

2. DONK, HERK-DE-STAD.

- 2.1. Introduction: le "floruit".
- 2.2. Le site de Donk.
- 2.3. Quelques considérations critiques.

3. LE DIAGRAMME POLLINIQUE DE DE PANNE-OOSTHOEK.

- 3.1. Introduction.
- 3.2. Résultats.
- 3.3. Discussion.

4. LE KARBONKELHUIS A ANVERS.

- 4.1. Données historiques.
- 4.2. L'examen ^{14}C .
 - 4.2.1. Datation de la charpente.
 - 4.2.2. Datation du mortier de façade.

5. LA DATATION DES OEUVRES D'ART.

- 5.1. Introduction.
- 5.2. Le Vieux Bon Dieu de Tancremont.
- 5.3. Le bâton de sainte Ode d'Amay.
 - 5.3.1. De la légende à l'archéologie.
 - 5.3.2. La datation.
 - 5.3.3. Conclusion.

6. LES PIROGUES D'OOSTERWEEL.

- 6.1. Les données archéologiques
- 6.2. Le traitement.
- 6.3. Discussion.

7. CALIBRATION INTERLABORATOIRES.

- 7.1. Introduction.
- 7.2. Procédé.
- 7.3. Résultats.
- 7.4. Discussion.
- 7.5. Comparaison interlaboratoires.
- 7.6. Contrôle permanent.

8. ¹⁴C COMME TRACEUR.

- 8.1. Introduction.
- 8.2. Vinaigre de fruits contre vinaigre de pétrole
- 8.3. Résultats et conclusion.

EPILOGUE: ¹⁴C SUR LE TERRAIN

1. INTRODUCTION.

2. SUR LE TERRAIN.

- 1.1. Le matériau.
- 1.2. Le stockage.

3. AU MUSEE.

- 1.1. Le matériau.
- 1.4. Le stockage.
- 1.5. Le questionnaire.

4. LA TAILLE DE L'ECHANTILLON.

5. BULLETIN D'INFORMATION.

BIBLIOGRAPHIE

TABLES DES MATIÈRES

