

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

## Contexte général

Les méthodes de datation des matériaux de construction, en combinaison avec les données archéologiques et historiques, apportent des informations originales pour l'histoire du bâti et contribuent à une meilleure compréhension de son histoire et de son environnement. Les résultats des études pluridisciplinaires obtenus par le Groupe de Recherche Européen du CNRS *Ceramic Building Materials and New Dating Methods* déjà cité ont montré que le remploi des briques au Moyen Âge était une pratique assez fréquente. La datation des briques ne correspond donc pas toujours à l'édification de la maçonnerie, événement que nous cherchons à dater. En conséquence, le mortier, le matériau de construction omniprésent, non-périssable et surtout non-réutilisable, se trouve au centre des intérêts scientifiques actuels. Sa datation pourrait être appliquée à toutes les structures maçonnées, et en particulier celles, réalisées à partir d'éléments réemployés.

L'avantage de la datation du mortier par radiocarbone a été reconnu dans les années 1960. Il s'agit ici de la datation de la carbonatation du mortier, et non de la datation de charbons ou autres matières organiques incluses dans le mortier. Cependant, divers facteurs empêchaient sa mise en œuvre. Depuis les années 1980 la méthode est appliquée avec un succès mitigé car certaines difficultés persistent et ne rendent pas possible l'application universelle de cette méthode aux mortiers. La datation des mortiers par luminescence optiquement stimulée offre donc une alternative adaptée.

Les monuments datés dans ce travail forment un ensemble d'édifices de référence s'étendant de l'Antiquité gallo-romaine jusqu'à la fin du Moyen Âge, bien calés chronologiquement par les approches chronologiques indépendantes. L'objectif est de comparer la chronologie obtenue par OSL à celle connue et démontrer ainsi la validité de la méthode.

## Pourquoi peut-on dater des mortiers par OSL ?

En théorie, les mortiers de chaux, constitués d'un mélange de chaux et de sable, peuvent être datés par luminescence optiquement stimulée (OSL), la méthode qui permet de dater la dernière exposition des minéraux à la lumière. Dans le cas du mortier, cette méthode est appliquée aux grains de quartz contenus dans le granulat. Selon une hypothèse préalable, le granulat était exposé à la lumière pendant les opérations qui mènent à la préparation du mortier. Quelques secondes d'exposition en

plein soleil suffisent à blanchir les grains de quartz, et donc remettre à zéro le « chronomètre ». Le mortier est ensuite posé dans la maçonnerie pour lier des matériaux de construction et caché de toute lumière. A partir de ce moment, moment de la construction d'un bâtiment, le mortier accumule la radioactivité environnante et peut ainsi servir de dosimètre naturel. La datation de la dernière exposition du mortier à la lumière par OSL va ici permettre de dater directement l'érection de la maçonnerie.

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

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

## **Principe physique de la méthode OSL**

La méthode de datation par luminescence stimulée optiquement est basée sur l'existence de la radioactivité naturelle. Elle exploite les propriétés dosimétriques des minéraux se trouvant dans les sédiments et les matériaux provenant de l'activité anthropique comme les briques et les mortiers. Des radioéléments, potassium, uranium et thorium, présents naturellement dans ces matériaux subissent une désintégration spontanée en émettant des rayonnements ionisants ou des particules qui cèdent leur énergie dans le matériau. En conséquence, les minéraux irradiés stockent progressivement cette énergie. Cela se traduit, dans les minéraux cristallisés constitutifs de l'objet, tels que le quartz, à un transfert d'électrons entre des atomes et des centres attractifs dits centres-pièges. Le plus souvent, ces pièges sont des défauts naturels des cristaux à l'échelle atomique, comme par exemple des lacunes d'oxygène, ou des atomes d'impureté intégrés lors de la formation du cristal, par exemple des ions d'aluminium en lieu et place d'ions silicium dans le quartz. Les effets sont cumulatifs, c'est-à-dire que le nombre d'électrons capturés augmente avec la quantité d'irradiation reçue et donc avec l'âge de l'échantillon.

Quand ce matériau est exposé à la lumière, des électrons capturés se libèrent pour se recombiner au niveau d'atomes ou de groupes d'atomes appelés centres luminescents. Ce processus s'accompagne de luminescence qui est mesurée au laboratoire. L'exposition à la lumière a donc pour conséquence le « blanchiment » ou la remise à zéro du matériau concerné. Si ce matériau est ensuite caché de la lumière, le

processus d'accumulation d'électrons recommence et continue jusqu'à la remise à zéro suivante.

Si cette théorie est appliquée au mortier, l'élément clé pour la datation est la charge de mortier, le sable, qui a été extrait dans la sablière et transporté au chantier. Au moment de l'édification de la maçonnerie il a été ajouté dans le mélange de chaux et d'eau et devient ainsi un des composants du mortier. En théorie, il est donc possible de dater le mortier par OSL puisque pendant toutes ces opérations - l'extraction, le transport et le mélange avec la chaux - le sable a été exposé à la lumière naturelle, a été blanchi et remis à zéro. Ensuite, une fois prêt, le mortier contenant le sable blanchi a été posé dans la maçonnerie pour lier les éléments de construction et a été caché de la lumière : le moment à dater. La mesure de la luminescence, de la quantité d'énergie accumulée depuis la dernière exposition du mortier à la lumière est donc déterminante pour la datation.

Néanmoins, pour déterminer l'âge d'échantillon, il est nécessaire de calculer le rapport entre cette quantité totale de l'énergie accumulée appelée « dose archéologique » et la quantité d'énergie accumulée chaque année, dite « dose annuelle » selon l'équation suivante :

$$T = Q/A$$

où Q [exprimée en grays : Gy] correspond à la dose archéologique moyenne, A [gray par an : Gy/a] à la valeur de la dose annuelle et A [an] à l'âge obtenu. Dans le cas du mortier, la détermination de la dose annuelle suit une procédure bien établie. Par contre, la mesure de la dose archéologique est un vrai défi.

### **Particularités de l'OSL des mortiers**

Le problème de la datation de mortiers par OSL révèle certaines caractéristiques typiques des sédiments fluviatiles tels qu'une variabilité microdosimétrique et un blanchiment insuffisant. L'hétérogénéité microdosimétrique est un phénomène lié à la microstructure et à la composition du mortier et dépend de la répartition de certains minéraux radioactifs dans la matrice du mortier. Le mauvais blanchiment du mortier peut être causé par une exposition hétérogène des grains de sable à la lumière du jour. C'est-à-dire que certains grains ne sont pas exposés assez longtemps pour être bien blanchis, ils contiennent une dose résiduelle et ils donnent ainsi un signal plus important que celui qu'on attend pour la datation. Cela peut être la conséquence de nombreux facteurs indépendants liés à la technique de préparation du mortier et à la quantité du mortier préparée. Afin de saisir tous ces phénomènes indésirables et mieux comprendre le caractère du matériau, les grains de mortier dans ce travail sont analysés un par un, par une technique de monograin. Pour cela, des analyses sont faites à l'aide d'une technique spéciale de mono-grain utilisant des disques d'un centimètre de diamètre avec une centaine des trous dont chacun contient un grain unique. Le signal de chaque

grain est mesuré séparément. En général, on constate que très peu de grains de quartz donnent un signal en OSL. Pour les échantillons de mortier présentés, la proportion des grains luminescents se trouve autour de 4%. Il est donc nécessaire de multiplier les mesures au laboratoire afin d'obtenir une bonne représentativité statistique : on analyse plusieurs milliers de grains.

## Résultats

Le résultat de la mesure d'OSL se présente en forme d'une distribution des doses archéologiques pour les grains individuels de chaque échantillon. L'objectif est de calculer à partir de cet ensemble la dose archéologique qui sera utilisée dans l'équation d'âge. Deux cas principaux qui demandent l'approche différente peuvent être distingués.

Dans un premier groupe, on aura des distributions où toutes les doses archéologiques individuelles sont concentrées autour de la valeur centrale, la distribution est assez symétrique et ressemble à une population normale. La dose archéologique pour ce groupe d'échantillons sera calculée en utilisant le modèle d'OSL dit « *central age model* » et correspond, en principe, à la moyenne pondérée. Le caractère de ces distributions indique le blanchiment assez homogène de ces mortiers. La grande majorité des grains porte ici l'information chronologique. Il s'agit de mortiers facilement datables.

Dans un deuxième groupe, on aura des distributions qui révèlent une grande dispersion. Il devient difficile de déterminer la dose archéologique à partir d'un calcul simple et il faut employer des raisonnements plus complexes. Nous avons testé trois modèles de calcul d'âge utilisés en luminescence habituellement pour ce type d'échantillons qui sont tous basés sur l'hypothèse que la dispersion principale provient de mauvais blanchiment d'un échantillon et donc que des grains bien ou mieux blanchis se trouvent au début de la distribution parmi les doses les plus basses. En prenant en compte les doses du début de la distribution, on devrait obtenir l'âge correct. C'est à ce niveau de traitement de données où la problématique devient compliquée parce qu'il faut se demander : Comment identifier la limite entre les grains mal blanchis et bien blanchis et est-ce que cette limite existe ?

## Conclusion

Les différents travaux qui ont été conduits au cours de cette thèse apportent une démonstration de la méthode et prouvent donc de manière évidente la validité de celle-ci. Même si la méthode n'est pas utilisable pour tous les mortiers, on montre que dans de nombreux cas, elle peut produire des dates fiables. Cela présente un grand pas en avant dans les domaines de l'archéologie du bâti et de l'histoire de la construction dans les situations où d'autres méthodes de datation ont atteint leurs limites.