

Application de la méthode de la thermoluminescence à la datation des occupations paléolithiques de la Vallée du Côa

■ NORBERT MERCIER* ■ HÉLÈNE VALLADAS* ■ LAURENCE FROGE** ■ JEAN-LOUIS JORON ■
■ JEAN-LOUIS REYSS ■ THIERRY AUBRY*** ■

I. Introduction

Depuis 1995, les gravures rupestres découvertes dans la vallée du Côa ont fait l'objet de plusieurs tentatives de datation, entre autres par la méthode du carbone 14 en spectrométrie de masse par accélérateur (SMA) sur des débris organiques piégés dans des anfractuosités de la roche (Dorn, 1996) ou par l'étude de la micro-érosion de la surface gravée (Bednarik, 1997). Ces datations, fortement dépendantes des conditions environnementales à proximité des parois, ont abouti à des résultats dispersés et contradictoires, inexploitable pour retracer la chronologie des gravures considérées (Zilhão, 1997).

Devant l'impossibilité actuelle de dater directement les parois ornées par une méthode physico-chimique, un programme de datation des vestiges archéologiques découverts lors des fouilles faites le long de la vallée a été établi dans le cadre d'une collaboration entre l'IP-PAR, le laboratoire de l'ITN (Lisbonne) et le LSCE (Gif-sur-Yvette).

Dans un premier temps, nous avons tenté d'appliquer la méthode du carbone 14 . Malheureusement, les vestiges organiques trouvés dans les niveaux paléolithiques sont très

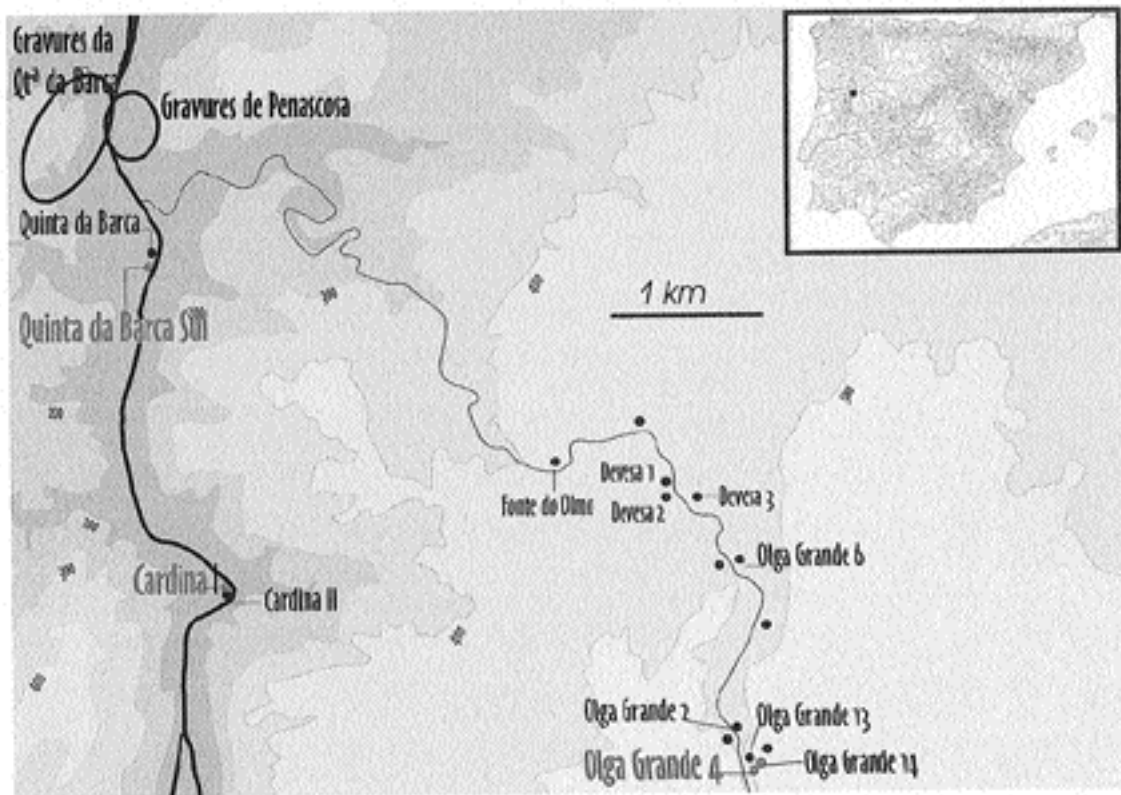


FIG. 1 – Carte de la vallée de Côa, avec la localisation des trois sites étudiés.

rare du fait de la nature acide des sédiments qui n'a pas permis leur conservation. Jusqu'à présent, seul le site de Salto do Boi a livré de petits fragments d'os brûlé qui ont été datés en SMA de 1550 ± 60 ans BP (GifA 96810) et 1590 ± 70 ans BP (GifA 97010), d'où les intervalles calendaires 405- 645 et 263- 641 ans AD (à deux sigma), après calibration. On peut donc conclure que ces deux échantillons correspondent à une occupation historique et qu'ils sont intrusifs dans la couche paléolithique.

La datation par la thermoluminescence est alors apparue comme la méthode la mieux adaptée pour établir la chronologie des occupations préhistoriques dans la vallée du Côa. En effet, de nombreux fragments de quartzite chauffés ont été récoltés dans les niveaux paléolithiques mis à jour à proximité des gravures. Jusqu'à présent, trois gisements ont été étudiés (Figure 1) : Cardina I et Olga Grande 4 où les échantillons proviennent des niveaux attribués à la période gravettienne et Quinta da Barca où une couche magdalénienne a été découverte. Les autres niveaux paléolithiques (solutréen...) de ces trois sites n'ont pas encore livré d'échantillons datables par la TL.

2. Présentation de la méthode de datation par la thermoluminescence

En chauffant progressivement, de la température ambiante jusqu'à 500°C , quelques milligrammes d'une roche comme la quartzite, on enregistre en fonction de la température une faible émission lumineuse. L'ampleur de cette émission de «thermoluminescence» (TL) au delà de 300°C environ permet de déduire la dose totale de rayonnement déposée dans la quartzite depuis sa dernière chauffe à haute température: c'est la paléodose (D). Si, de plus, on connaît la dose (da) libérée annuellement par les radioéléments (familles de l'uranium et du thorium et potassium 40) contenus dans cet échantillon et le sol environnant, on peut calculer son âge:

$$\text{Age} = D/\text{da}$$

Cet âge représente le temps écoulé depuis la dernière chauffe à haute température de l'échantillon (Aitken, 1985). Cela suppose évidemment que cette roche a subi dans le foyer préhistorique une température suffisante (supérieure à 450°C) pour que l'effet des doses de rayonnement reçues avant cette chauffe ait été effacé. Si ce n'était pas le cas, l'âge de l'échantillon serait surestimé; de même, toute chauffe ultérieure se traduirait par un rajeu-nissement.

3. Les échantillons

Avant de sélectionner les échantillons à dater, un foyer expérimental alimenté par des branchettes de bois a été confectionné en plein air. Plusieurs galets de quartzite provenant de la rivière et ressemblant à ceux découverts dans les sites archéologiques y ont été déposés avant l'allumage. Des expériences antérieures ont montré que, dans ces conditions, des pierres de quelques centaines de grammes atteignent généralement des températures supérieures à 450°C (Valladas, 1981). A la fin de la combustion qui a duré deux heures environ, la plupart des galets étaient fendus ou fracturés et leur surface, qui à l'origine était gris-beige..., s'était colorée en noir ou en rouge violacé plus ou moins soutenu. Ces observations ont été utilisées pour choisir, parmi les vestiges paléolithiques des trois sites étudiés, une

vingtaine de fragments de quartzite (masse comprise entre 50 et 200 grammes) qui présentaient le même aspect que ceux chauffés expérimentalement. L'étude des lames minces a révélé que le quartz était le principal composant de ces roches et que d'autres minéraux tels que des biotites, zircons, apatites... pouvaient aussi être présents. La granulométrie moyenne des grains de quartz varie, selon les échantillons, entre 50 et 200 µm et la contribution du ciment siliceux est généralement inférieure à 5%.

4. Application de la datation TL aux sites de Cardina, Olga Grande et Quinta da Barca

Sur les 25 échantillons testés, seulement 15 avaient été suffisamment chauffés pour être datés (colonne 1, tableau 1). Sept d'entre eux proviennent de Cardina I (couche 4), cinq, de Olga Grande 4 (couche 3) et 3, de Quinta da Barca (couche 2).

Pour les mesures de TL, les quartzites ont été sciées et leur partie centrale, broyée et tamisée à la granulométrie 100-160 µm. La paléodose de chaque échantillon (colonne 9, tableau 1) a alors été obtenue selon le protocole de «normalisation» décrit par Mercier [et al.] (1992), en comparant les courbes de croissance de la TL en fonction de la dose de rayonnement, obtenues respectivement à la première (TL1) et à la seconde chauffe (TL2).

TABLEAU 1

Données utilisées pour le calcul de l'âge des fragments de quartzite chauffés des sites de Cardina, Olga Grande et Quinta da Barca.

N.° Inventaire Carré, couche N.° décapage	Echantillon N.° Lab.	U* (ppm)	Th* (ppm)	K* (%)	Dose interne ° (µGy/a)	Dose externe ° (µGy/a)	Dose annuelle ° (µGy/a)	Paléodose (Gy)	AGE (ka)
Cardina I, C4 base									
Q15a, c.4, d9	3	1,112	6,574	0,193	522,8 ± 19	1756,6 ± 107,0	2279,4 ± 108,6	63,3 ± 2	27,8 ± 1,5
Q15c, c.4, d8	4	1,528	10,641	0,227	728,3 ± 29	1765,2 ± 107,0	2493,5 ± 110,8	69,8 ± 4	28,0 ± 2,1
Q15c, c.4, d8	5	0,674	2,287	0,260	364,4 ± 39	1868,1 ± 107,0	2232,5 ± 113,7	46,3 ± 2	20,7 ± 1,3
Q15c, c.4, d8	7	1,475	12,086	0,530	964,0 ± 49	1765,2 ± 107,0	2729,2 ± 117,5	82,1 ± 2	30,1 ± 1,5
Q15a, c.4, d9	8	1,066	4,474	0,142	387,8 ± 59	1765,2 ± 107,0	2153,0 ± 122,0	50,3 ± 2	23,4 ± 1,5
Q16a, c.4, d9	9	0,621	1,461	0,592	450,3 ± 69	1779,3 ± 107,0	2229,6 ± 127,1	60,1 ± 2	27,0 ± 1,8
Q16c, c.4, d9	10	1,911	9,086	0,432	831,0 ± 79	1712,5 ± 107,0	2543,5 ± 132,8	67,3 ± 3	26,5 ± 1,8
Olga Grande 4, C3 base									
W16, c.3, d4	1	0,310	1,644	0,116	218,4 ± 99	1998,2 ± 128,1	2216,6 ± 161,7	60,4 ± 2	27,2 ± 2,3
W16, c.3, d4	2	0,254	1,536	0,132	214,6 ± 109	2059,4 ± 128,1	2274,0 ± 167,9	68,2 ± 2	30,0 ± 2,4
W16, c.3, d4	3	0,867	4,378	0,180	439,3 ± 119	2161,4 ± 128,1	2600,7 ± 174,6	74,0 ± 3	28,5 ± 2,3
W16, c.3, d4	5	1,117	5,726	0,187	741,5 ± 139	2100,2 ± 128,1	2841,7 ± 188,7	88,2 ± 4	31,0 ± 2,5
V13, c.3, d4	4	0,472	3,353	0,063	217,1 ± 129	2018,6 ± 128,1	2235,7 ± 181,5	59,9 ± 2	26,8 ± 2,3
Quinta da Barca Sul, C3									
S10, c.3,d8	4	1,006	5,086	0,153	443,2 ± 169	1791,3 ± 97,6	2234,4 ± 194,8	26,7 ± 1	11,9 ± 1,1
S10, c.3,d7	3	0,523	2,591	0,275	392,0 ± 179	1682,7 ± 97,6	2074,7 ± 203,5	24,0 ± 1	11,6 ± 1,2
S7, c.3, d5	2	1,851	4,364	1,017	1108,7 ± 189	1766,2 ± 97,6	2874,9 ± 212,4	36,4 ± 1	12,7 ± 1,0

Pour connaître l'âge des galets chauffés, *i. e.* le temps écoulé depuis leur chauffe pré-historique, nous avons aussi déterminé la dose annuelle reçue par chacun d'eux. La dose interne (rayonnements alpha et bêta) a été déduite des teneurs en radioéléments présents dans l'échantillon, mesurées par activation neutronique (Joron, 1974) au Laboratoire Pierre Süe (CEN, Saclay). Les teneurs en U (colonne 3, tableau 1) sont généralement comprises

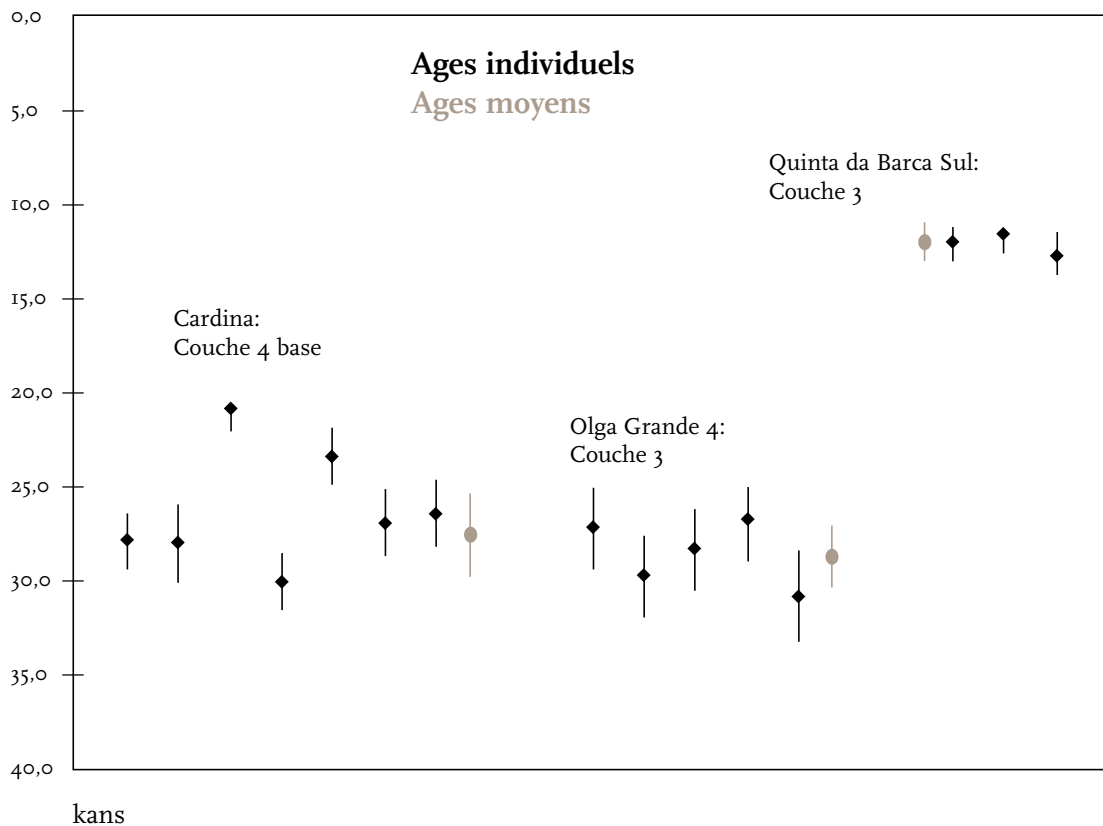


FIG. 2 – Ages TL obtenus sur les fragments de quartzite chauffés de Cardina, Olga Grande et Quinta da Barca. Les âges moyens déduits sont donnés en gras.

entre 0,5 et 1,5 ppm et celles en Th (colonne 4), varient entre 1,4 et 12 ppm. Quant aux teneurs en K (colonne 5), elles sont inférieures à 0,5%. Pour calculer la dose interne (colonne 6), nous avons considéré que les radioéléments étaient distribués uniformément à l'extérieur des grains de quartz. Selon les échantillons, cette dose s'élève entre 10 et 40% de la dose annuelle totale.

La dose externe annuelle (rayonnements gamma et cosmique) a été mesurée à l'aide de 13 dosimètres thermoluminescents, enfouis pendant un an environ dans les coupes en place, en différents points des couches archéologiques. Pour chacun des trois sites étudiés, les doses enregistrées étaient stationnaires à mieux de 10% près, suggérant que la distribution des radioéléments étaient relativement uniforme dans les sédiments concernés. Dans les niveaux gravettiens de Cardina et d'Olga Grande 4, les doses gamma s'élèvent respectivement à 1657 ± 87 (moyenne de six dosimètres) et $1670 \pm 65 \mu\text{Gy/a}$ (3 dosimètres) et à Quinta da Barca, elle est de $2040 \pm 110 \mu\text{Gy/a}$ (4 dosimètres). Pour calculer la dose externe annuelle (colonne 7, tableau 1), nous avons aussi estimé la dose cosmique moyenne reçue par les échantillons en utilisant les données archéologiques et géologiques obtenues lors de la fouille. En effet, comme les sédiments se sont déposés progressivement sur les niveaux étudiés, la profondeur de ces derniers a sensiblement augmenté au cours du temps; la dose cosmique a donc été calculée en intégrant ses variations (Prescott et Hutton, 1994).

Parallèlement à la dosimétrie de terrain, des mesures en spectrométrie gamma ont été faites au laboratoire sur des échantillons de sédiment récoltés lors des fouilles pour connaître leur teneur respective en radioéléments et obtenir ainsi une estimation indé-

pendante de la dose gamma annuelle. Celles-ci se sont avérées être en bon accord avec les doses mesurées *in situ*. Ces analyses ont aussi permis de vérifier que les familles de l'uranium et du thorium étaient à l'équilibre séculaire. Cet état d'équilibre suggère que les radioéléments n'ont pas migré dans le sédiment et que la dose gamma n'a pas varié dans le temps. Dans ces conditions favorables, les dosimètres fournissent une bonne estimation de la dose moyenne reçue par les échantillons.

Les doses annuelles totales reçues par les échantillons sont données dans la colonne 8 et, les âges déduits, dans la colonne 10. Ces âges sont reportés site par site dans la Fig.2.

5. Résultats et discussion

Pour le site de Cardina, cinq échantillons sur 7 donnent des résultats compatibles, compris entre $26,5 \pm 1,8$ et $30,1 \pm 1,5$ d'où un âge moyen de $27,9 \pm 1,4$ kans (à un sigma). Les deux autres échantillons (CAR 5 et 8), sensiblement plus jeunes, sont datés de $20,7 \pm 1,3$ et $23,4 \pm 1,5$ kans respectivement. Les données expérimentales disponibles ne permettent pas d'expliquer l'écart entre ces deux séries de résultats et il est donc possible d'envisager que ces deux échantillons témoignent d'une occupation ultérieure du site, pouvant correspondre à la période solutréenne. En effet, la fouille a révélé la présence d'un fragment de feuille de laurier en contact avec la couche gravettienne (Aubry, ce volume).

Pour le site de Olga Grande, les cinq dates obtenues sont cohérentes (entre $26,8 \pm 2,3$ et $30,0 \pm 2,4$ kans) et donnent en moyenne $28,7 \pm 1,8$ kans (à un sigma). Ce résultat est proche de celui obtenu à Cardina et laisse penser que ces deux sites ont été occupés pendant des périodes voisines.

Ces datations TL peuvent être comparées aux résultats du carbone 14 obtenus pour d'autres niveaux attribués au Gravettien final de la même région, si l'on tient compte de l'erreur de calibration. Ainsi pour le site de Buraca Escura, qui a livré une industrie lithique ressemblant à celle de Cardina I, des dates C-14 comprises pour la plupart entre 22,7 et 23,0 kans environ ont été obtenues (Aubry, ce volume). Pour cette gamme d'âge, les données disponibles (Voelker et al., 1998; Kitagawa et Van der Plicht, 1998) suggèrent que les datations carbone 14 sous-estiment l'âge réel de 3,5 à 4 kans environ (en tenant compte de l'erreur sur la période du C-14). Une fois les dates C-14 corrigées, l'industrie gravettienne de Bucara Escura daterait donc de 27 kans BP environ. Ce résultat se place dans la limite supérieure des intervalles de temps proposés par la TL à Cardina (26,5 - 29,3 kans) et à Olga Grande (26,9 - 30,5 kans). Il est donc possible que les niveaux gravettiens de ces sites soient sensiblement plus anciens que celui de Bucara Escura.

Quant au niveau Tardiglaciaire de Quinta da Barca, les âges obtenus sur trois galets chauffés sont compris entre $11,6 \pm 1,2$ et $12,7 \pm 1,0$ kans, d'où un âge moyen de $12,1 \pm 0,6$ kans. Ce résultat, qui correspond au Magdalénien final, est voisin des dates C-14 calibrées (entre 11 et 12,5 kans) obtenues pour des industries similaires de l'Estremadura portugaise (Aubry, ce volume).

6. Conclusion

La méthode de la thermoluminescence a permis d'obtenir une série de datations cohérentes pour chacun des trois sites étudiés. En accord avec les données archéologiques, elles viennent confirmer l'existence d'implantations paléolithiques pendant le Gravettien,

à Cardina et Olga Grande, et le Magdalénien final, à Quinta da Barca. Ces premiers résultats montrent que les gisements de la Vallée du Côa se prêtent bien à la mise en oeuvre de cette méthode de datation et qu'elle pourra donc contribuer à préciser la chronologie des autres niveaux paléolithiques découverts lors des fouilles. Il sera alors possible de mieux connaître l'évolution du peuplement paléolithique dans le Nord du Portugal et de la comparer aux autres régions de la péninsule ibérique pour appréhender la dynamique du peuplement préhistorique à la fin du Pléistocène supérieur.

Remerciements

Nous exprimons notre reconnaissance à M. Arnold, N. Tisnerat et E. Katnecker du LSCE pour les datations des échantillons de Salto do Boi, réalisées sur le Tandétron.

* Laboratoire des Sciences du Climat et de l'Environnement • Unité Mixte de Recherche CNRS-CEA • Domaine du CNRS • Avenue de la Terrasse • 91198 Gif-sur-Yvette • France.

** Groupe des Sciences de la Terre • Laboratoire Pierre Süe • CEN Saclay • 91191 Gif-sur-Yvette • France.

*** Parque Arqueológico do Vale do Côa • Av. Gago Coutinho, n.º 19 • 5150 Vila Nova de Foz Côa.

REFERENCES

- AITKEN, M. J. (1985) - *Thermoluminescence dating*. London: Academic Press.
- AUBRY, T. (ce volume) - L'occupation de la basse vallée du Côa pendant le Paléolithique supérieur.
- BEDNARIK, R. (1997) - The Côa petroglyphs: an obituary to the stylistic dating of Paleolithic rock-art. In J. ZILHÃO (coord.) - *Arte Rupestre e Pré-Historia do Vale do Coa, Trabalhos de 1995-1996*. Lisboa: Ministério da Cultura, p. 411-417.
- DORN, R. (1997) - Constraining the age of the Côa Valley (Portugal) engravings with radiocarbon dating. In J. ZILHÃO (coord.) - *Arte Rupestre e Pré-Historia do Vale do Coa, Trabalhos de 1995-1996*. Lisboa: Ministério da Cultura, p. 441-454.
- JORON, J. L. (1974) - *Contribution à l'analyse par activation neutronique des éléments en traces dans les roches et les minéraux par activation neutronique. Application à la caractérisation d'objets archéologiques*. Thèse de 3ème cycle. Paris: Université Paris-Sud.
- KITAGAWA, H.; VAN DER PLICHT, J. (1998) - A 40,000 Year Varve Chronology from the Lake Suigetsu, Japan: extension of the ¹⁴C Calibration Curve. *Radiocarbon*. 40:1, p. 505-517.
- MERCIER, N.; VALLADAS, H.; VALLADAS, G. (1992) - Observations on palaeodose determination with burnt flints. *Ancient TL*. 10:28-32.
- MERCIER, N.; VALLADAS, H.; VALLADAS, G. (1995) - Flint thermoluminescence dates from the CFR Laboratory at Gif: Contribution to the study of the chronology of the Middle Palaeolithic. *Quaternary Science Review*. 14, p. 351-364.
- PRESCOTT, J.R.; HUTTON, J. T. (1994) - Cosmic ray contributions to dose rates for Luminescence and ESR Dating: Large depths and long-term time. *Radiation Measurements*. 23:2/3, p. 497-500.
- VALLADAS, H. (1981) - Étude de la thermoluminescence de grès de foyers préhistoriques. Estimation de leur température de chauffe. *Archaeometry*. 23, p. 221-229.
- VOELKER, A.H.L.; STARNHEIN, M.; GROOTES, P.M.; ERLLENKEUSER, H.; LAJ, C.; MAZAUD, A.; NADEAU, M.J.; SCHLEICHER, M. (1998) - Correlation of marine ¹⁴C Ages from the Nordic Seas with the GISP2 Record: Implications for ¹⁴C Calibration Beyond 25 ka BP. *Radiocarbon*. 40:1, p. 517-535.
- ZILHÃO, J. (1997) - The age of the Côa valley (Portugal) rock art: validation of archaeological dating to the Paleolithic and refutation of «scientific» dating to historic or proto-historic times. In J. ZILHÃO (coord.) *Arte Rupestre e Pré-Historia do Vale do Coa, Trabalhos de 1995-1996*. Lisboa: Ministério da Cultura, p. 417-436.