

CBPF-NF-048/84

LES DATATIONS PAR TRACES DE FISSION EN ARCHEOLOGIE.  
2. CARACTERISATION ET DATATION DES ARTEFACTS D'OBSIDIENNE

par

G. Poupeau<sup>1,2</sup> and E. Zuleta<sup>1,3</sup>

<sup>1</sup>Centro Brasileiro de Pesquisas Físicas - CNPq/CBPF  
Rua Dr. Xavier Sigaud, 150  
22290 - Rio de Janeiro, RJ - Brasil

<sup>2</sup>CNRS - Paris, France

<sup>3</sup>Universidade Federal Fluminense  
Departamento de Física  
24.210 - Niterói, RJ - Brasil

A paraître dans: Las Ciencias en la Arqueologia,  
Escuela Internacional "Multiciencias",  
Cuzco (Peru) 20-31 août 1984

LES DATATIONS PAR TRACES DE FISSION EN ARCHEOLOGIE.

2. CARACTERISATION ET DATATION DES ARTEFACTS  
D'OBSIDIENNE

G. Poupeau et E. Zuleta

## Résumé

Les obsidiennes ont souvent été utilisées comme matière première pour la réalisation d'artefacts. La grande variabilité de composition chimique de ces roches (en particulier pour les éléments en traces) ainsi que l'aspect quasi-ponctuel de leurs gisements géologiques en font un bon matériau pour les études d'origine et de diffusion spatiale des industries lithiques.

On présente les moyens de caractérisation des obsidiennes actuellement utilisés en archéologie. Les possibilités de la méthode des traces de fission sont plus spécialement discutées, avec deux exemples-types de travaux menés au Japon et sur quelques échantillons de l'Amérique andine.

Mots-clés: Archéométrie; Datations; Traces de fission; Obsidienne.

Les obsidiennes sont un matériau de choix pour l'industrie lithique, largement utilisé dans la Préhistoire et l'Antiquité. Du point de vue de la caractérisation, l'obsidienne représente aussi, pour l'expérimentateur moderne, un type de roche privilégié, car (i) la composition chimique d'une obsidienne est en général très homogène au sein d'une même coulée, (ii) les propriétés physico-chimiques des obsidiennes, comme par exemple leurs teneurs en éléments en traces (c'est-à-dire dont les teneurs sont  $\lesssim 1000$  ppm) sont suffisamment variables d'une coulée à une autre pour permettre une identification aisée, (iii) les gisements volcaniques d'obsidienne, à cause de la nature très visqueuse de ces magmas, sont toujours punctuels, formant soit des dômes, soit des coulées très courtes. Il s'agit donc de roches particulièrement intéressantes lorsqu'il s'agit d'étudier la diffusion d'un type de matériau lithique à partir d'un gîte géologique donné. Pour les obsidiennes, le gîte à considérer peut être le pointement volcanique lui-même, ou ses produits d'érosion (galets) trouvés à quelque distance. On parlera alors de gîtes d'obsidiennes "flottantes" ("Float obsidians").

Le chercheur dispose actuellement d'un vaste spectre de techniques pour caractériser des artefacts archéologiques d'obsidienne, dont certaines très sophistiquées (Table 1). La méthode des TF, par sa simplicité même (Poupeau et Zuleta 1984) apparaît comme spécialement attractive. Elle a été utilisée depuis près de 20 ans pour la caractérisation d'artefacts d'obsidienne, en particulier sur le pourtour méditerranéen (Durrani et al. 1971, Bigazzi et Bonnadonna 1973, Wagner et al., 1976 etc...) et au Japon (Suzuki 1973, etc.). Quelques résultats préliminaires pour l'Amérique latine ont été récemment publiés (Miller et Wagner 1981).

## - DATATION DES OBSIDIENNES PAR TF

Les obsidiennes sont des roches vitreuses pouvant renfermer en quantités variables des impuretés cristallines. La phase vitreuse est métastable et les obsidiennes âgées de plus de  $10^6$  à  $10^7$  ans sont plus ou moins dévitrifiées. Elles sont alors impropres à toute datation par TF (sauf éventuellement à partir de zircons ou d'autres phases enrichies en uranium comme sphènes et apatites, lorsqu'elles sont présentes). Les obsidiennes les plus recherchées pour l'industrie lithique sont celles qui donnent des cassures conchoïdales avec un tranchant acéré. Ces qualités sont typiques des obsidiennes les plus vitreuses, donc les plus récentes. En général les artefacts d'obsidienne proviennent de roches-mères d'âges  $\lesssim 5 \times 10^6$  ans, ce qui correspond à des densités de traces fossiles  $D_f$  (voir Poupeau et Zuleta 1984)  $< 10^4$  traces/cm<sup>2</sup> et fréquemment  $< 10^3$  traces/cm<sup>2</sup>. Dans ces conditions, les auteurs irradient en général les obsidiennes dans la colonne thermique d'un réacteur nucléaire sans effacer au préalable les traces fossiles par un recuit thermique (afin d'éviter une modification éventuelle de la structure du verre), avec une dose de neutrons suffisante pour obtenir une densité de traces induite  $D_i \gtrsim 20 D_f$ .

Les traces de fission sont comptées sur des surfaces internes de fragments d'obsidienne, obtenues par polissage. (Alternativement  $D_i$  peut être mesuré sur un "détecteur externe", voir Poupeau et Zuleta 1984). Il est important, lorsque les comptages sont effectués sur le verre lui-même, que traces fossiles ( $D_f$ ) et induites ( $D_i$ ) soient révélées dans les mêmes conditions. On utilise traditionnellement une attaque à la température ambiante par l'acide

fluorhydrique en concentration commerciale (de 40% à 50%, Fleisher et al. 1975) ou plus diluée (16%, Wagner et al. 1976). Cette dernière permet de démoduler la vitesse de révélation des traces de celle de défauts liés à la présence de cristallites ou de microtubules, et qui mimétisent parfois les traces de fission. L'utilisation, pour la mesure des densités de traces au microscope (grossissement  $\times 500$ ) d'une illumination par réflexion, permet d'obtenir une meilleure résolution et d'éviter de compter comme traces divers défauts internes (bulles par ex.) du verre (Durrani et al., 1971, Fig. 1).

Pour une obsidienne d'âge  $t$ , la distribution des diamètres de traces fossiles peut être extrêmement variable. La figure 1 présente 4 cas typiques: (i) distribution identique à celle des traces induites: pas d'effacement partiel des traces fossiles, l'échantillon a constamment été à une température  $< 30^{\circ}\text{C}$  depuis l'éruption, qui est ainsi directement datable, (ii) traces partiellement effacées récemment (par exemple si l'échantillon provient de la surface exposée au soleil d'une obsidienne, voir Naeser et al. 1980): la coulée est datable moyennant une correction (Poupeau et Zuleta 1984), (iii) distribution bimodale, avec une population de traces très courtes et une autre de traces plus récentes peu ou pas modifiées: distribution typique de celles observées par Suzuki (1973) dans des artefacts recueillis dans des foyers archéologiques (voir aussi plus bas, Fig. 4): les traces fossiles datant l'éruption ont été considérablement raccourcies lors du passage au feu et les traces longues permettent de dater le réchauffement archéologique, (iii) enfin si ce réchauffement a été suffisamment intense, toutes

les traces préexistantes sont recuites: on retrouve une distribution de type (i), qui permet de dater le foyer. Dans tous les cas, une interprétation correcte des distributions de diamètres de traces et d'âges TF ne peut être faite indépendamment du contexte archéologique.

#### - EXEMPLES D'APPLICATION

Japon. Le travail le plus complet qui existe à notre connaissance sur des obsidiennes archéologiques est celui de Suzuki (1973) au Japon, portant sur plus de 2000 artefacts prélevés dans 130 sites de la région de Tokyo. Suzuki a d'abord montré que la méthode des traces permettait, par la mesure de la teneur en uranium et la datation par TF, de caractériser les obsidiennes des différents gisements volcaniques de la région (Fig. 2). Suzuki a aussi mesuré en microscopie optique l'épaisseur  $x$  de la pellicule superficielle d'hydratation de 733 artefacts d'obsidienne provenant de 33 sites archéologiques précéramiques. On sait en effet que les obsidiennes s'hydratent superficiellement avec le temps  $t$  suivant une loi de type  $x^2 = kt$  où le paramètre  $k$  dépend à la fois de la composition chimique de la roche et des conditions d'environnement (température essentiellement, voir Friedman et Smith 1960, Friedman et Long 1976, Friedman et Obradovitch 1981, Michels et al. 1983). Suzuki a pu calibrer ce paramètre  $k$  pour les obsidiennes de l'industrie lithique du district de Kanto grâce à divers artefacts trouvés dans des foyers archéologiques et présentant des distributions de diamètres de traces de type (iii) de la figure 1. Il a ainsi pu déterminer l'âge de ces foyers et pour chaque type d'obsidienne.

Ainsi, avec une remarquable économie de moyens, puisqu'il ne s'agit que de mesures en microscopie optique, Suzuki

est parvenu 1) à établir une chronologie absolue des sites pré-céramiques de la région de Tokyo et 2) à mettre en évidence au long des  $\approx$  30.000 années de cette chronologie l'évolution de la diffusion des artefacts d'obsidienne à partir de gîtes géologiques clairement identifiés.

Amérique Andine. L'ensemble des résultats publiés par Miller et Wagner (1981) ont été regroupés dans la Table 2. En Equateur, les artefacts d'obsidienne ont été étudiés pour deux sites des "sierras", un site côtier, et deux sources géologiques. Les obsidiennes géologiques  $M_1$  et  $M_2$  supposées être à l'origine des artefacts de Palmar semblent avoir à la fois des teneurs en uranium et des âges apparents incompatibles avec ceux des deux types d'obsidiennes archéologiques rencontrées dans ce site (Table 2 et Fig. 3); par contre les caractéristiques des obsidiennes géologiques 041 et 042 de la région de Quito, présentent des caractéristiques suffisamment proches de certaines obsidiennes du site de El Inga pour ne pas exclure une relation d'origine. De ces données très partielles, il apparaît déjà que, comme au Japon, une analyse teneurs en U-datations TF pourrait se révéler très efficace pour la recherche des voies de diffusion archéologiques de l'obsidienne en Equateur.

En Colombie. Dans le site de Cerro la Tefa/Cali, Miller et Wagner ont observé un artefact avec une population de traces fossiles bimodale (Fig. 4), permettant de dater un réchauffement récent il y a 3.400 ans, interprété comme celui de l'utilisation archéologique de l'obsidienne et un âge-plateau de 2 millions d'années considéré comme celui de son éruption.

Les quelques obsidiennes andines analysées jusqu'à présent suggèrent donc que le type d'analyse très complète réalisé par exemple par Suzuki (1973) au Japon, pourrait se révéler très fructueux

pour l'Amérique andine, spécialement si la méthode des traces pouvait être utilisée conjointement à l'analyse de l'hydratation superficielle des obsidiennes archéologiques.

## LEGENDES DES FIGURES

- Fig. 1 : Quelques cas typiques de distribution de diamètres de traces fossiles dans des verres volcaniques. Les distributions de traces fossiles et induites sont respectivement tracées suivant une ligne continue ou en pointillé. Un exemple archéologique de distribution du type (iii) est donné dans la figure 4 (modifié d'après Wagner 1978).
- Fig. 2 : Teneurs en uranium et âges TF des obsidiennes géologiques du district de Kanto au Japon (d'après Suzuki 1973).
- Fig. 3 : Teneurs en uranium et âges TF de quelques obsidiennes d'Equateur (cercles) et de Colombie (carré). Les cercles sont des échantillons archéologiques et les points noirs des obsidiennes provenant de gîtes volcaniques.
- Fig. 4 : Histogramme des diamètres de traces fossiles (lignes continue) et induites (tirets) dans l'artefact d'obsidienne 080A du site de Cerro la Tofa/Cali en Colombie. Les traces fossiles présentent une distribution bimodale. La population de traces fossiles les plus récentes (traces longues, A) présente un âge apparent de 2 600 ans et un âge-plateau de 3 400 ans, qui tient compte d'un début d'effacement des traces. La population de traces anciennes, très courtes (B), fournit un âge TF apparent de 260 000 ans et un âge-plateau de 2 millions d'années (adapté, d'après Miller et Wagner, 1981).

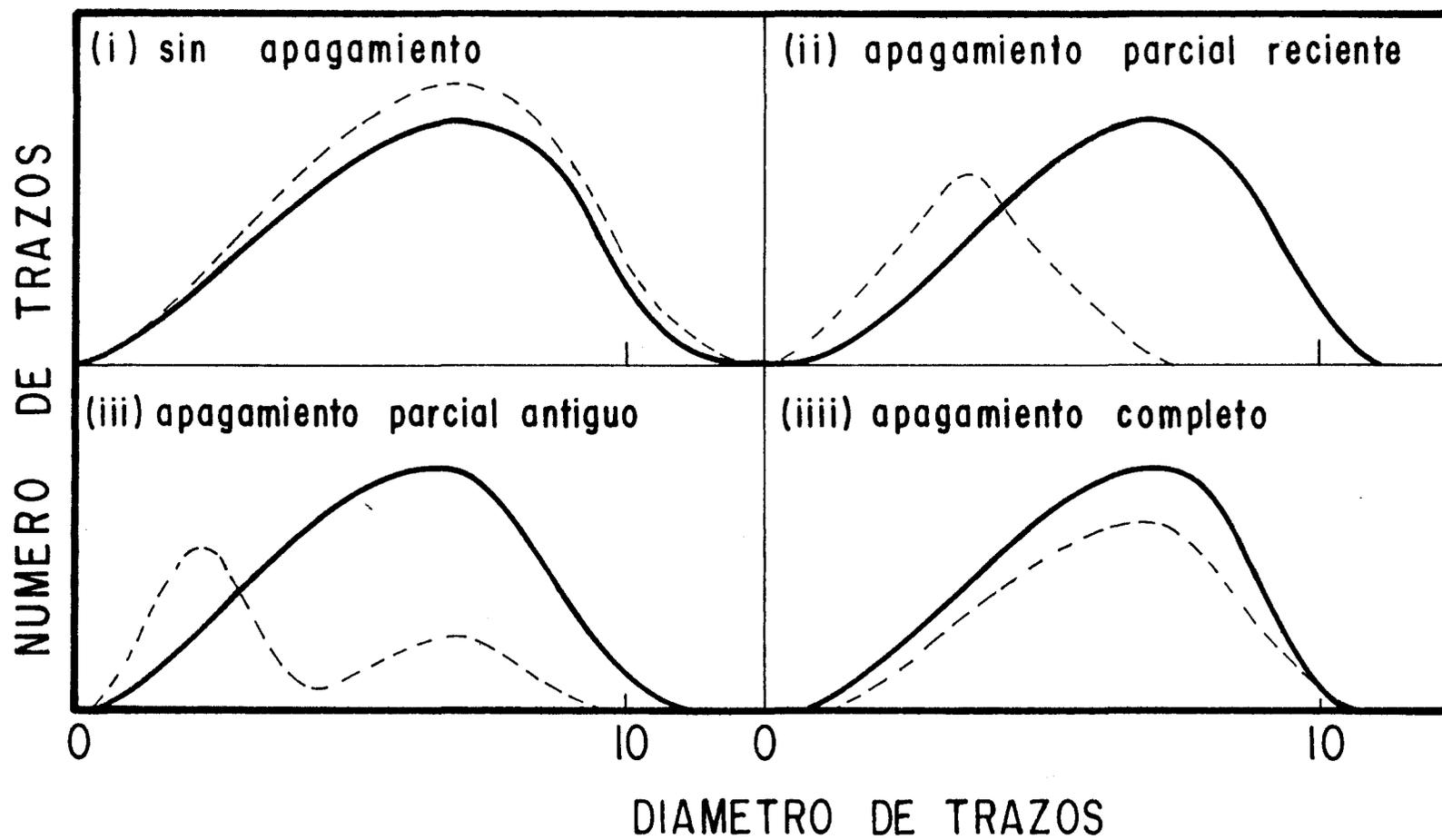


Fig. 1

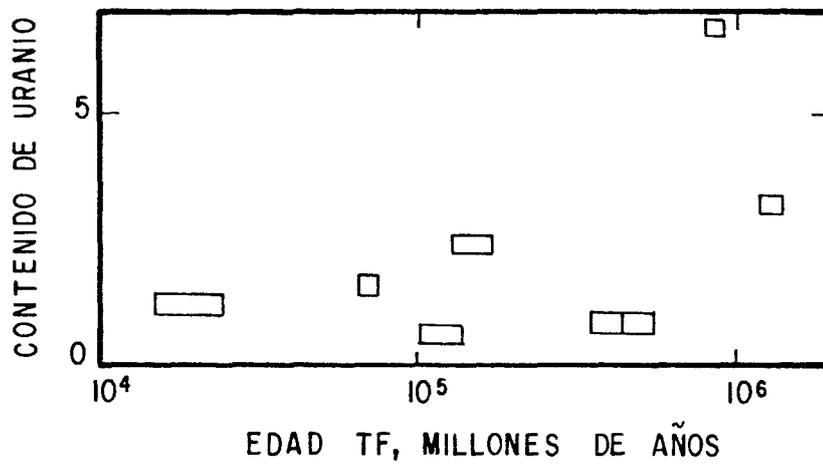


Fig. 2

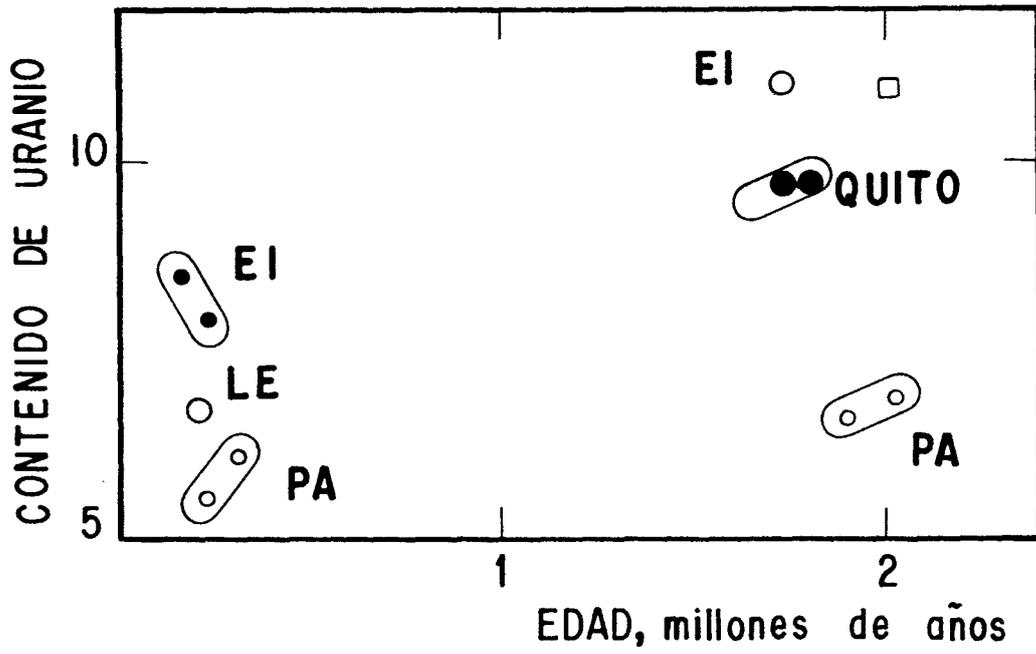


Fig. 3

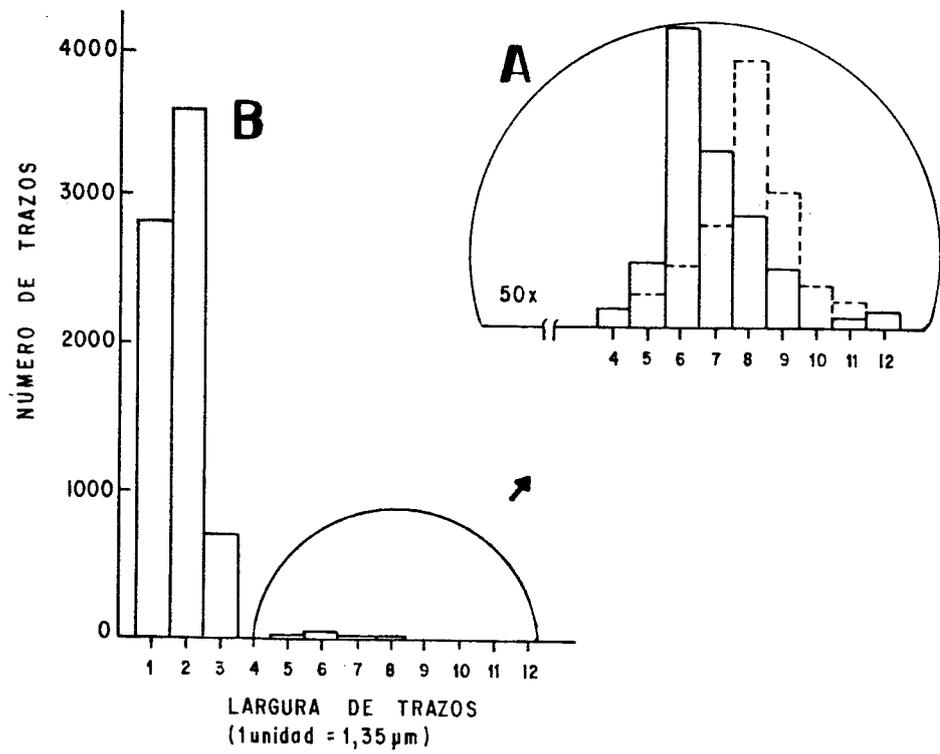


Fig. 4

TABLE 1

Méthodes de caractérisation des obsidiennes utilisées en  
archéologie (adapté, d'après Goffer, 1983)

Méthode	Références *
<u>Propriétés Physiques</u>	
Densité	(1)
Indice de réfraction	(2)
Thermoluminescence	(3)
Section mince pétrographique	(4)
Apparence visuelle	(5)
<u>Analyse chimique</u>	
Elements majeurs	(6)
Absorption atomique	(7)
Spectroscopie d'émission	(8)
Photométrie de flamme	(9)
Spectroscopie Mössbauer	(10)
Radioactivité Naturelle	(11)
Activation neutronique	(12)
Réactions nucléaires promptes	(13)
Emission de rayons X induite par protons	(14)
Emission de rayons $\gamma$ induite par protons	(15)
Diffraction de rayons X	(16)
Fluorescence de rayons X	(17)
Spectroscopie par X-ray photoelectrons	(18)
Traces de fission	(19)

\* (1) Proc. Symp. Ancient Chinese Bronzes and south-east Asian Metals and Other Archaeological Artefacts, N. Barnard Ed., Melbourne, National Gallery of Victoria, 351-378, 1976, (2) El Palacio, nov-déc. 1956, 333-345 (3) Archaeometry, 20, 159-170, 1978, (4) Atti della Soc. Ital. di Scienze Naturali, 109, 310-322, 1963, (5) Tell Shgimshara, P. Mortensen Ed., Copenhagen, 139-142, 1970, (6) Am. J. Archaeol., 11, 71, 1903, (7) Archaeometry, 19, 61-67, 1977, (8) Proc. Préhist. Soc., 30, 111, 1964, (9) Geochem. Intern., 40, 830-835, 1973, (10) J. Archaeol. Sci., 6, 179-193, 1980, (11) J. Archaeol. Sci., 5, 301-307, 1978, (12) Ann. Rev. Nucl. Sci., 22, 383-426, 1972, (13) Proc. Symp. Ancient Chinese Bronzes and south-east Asian Metal and other Archaeological Artefacts N. Barnard Ed., Melbourne National Gallery of Victoria, 317-336, 1976, (14) Anal. Chim., 50, 2082-2084, 1978, (15) Anal. Chem., 48, 1947, 1976, (16) Meteoritika, 35, 1976, (17) Archaeometry, 15, 123-127, 1973, (18) Archaeometry, 18, 169-180, 1976, (19) Nuclear Tracks, University of California Press, Berkeley, 604p, 1975.

TABLE 2

Âges FT d'obsidiennes archéologiques et géologiques de l'A  
Amérique andine (Miller et Wagner 1981)\*

PAYS Site Echantillons	C <sub>u</sub> ppm	D <sub>f</sub> /mm <sup>2</sup>	t <sub>apparent</sub> 10 <sup>6</sup> ans	t <sub>plateau</sub> 10 <sup>6</sup> ans
------------------------------	-----------------------	------------------------------------	--	---

I. Echantillons archéologiques (artefacts)

EQUATEUR

a) Sierra

El Inga

075C	11		1,1	1,72
075D			0,15	
075E			0,00206	

La Esperanza  
(au nord de El Inga)

0,78A	6,7		0,22	0,21
-------	-----	--	------	------

b) Coastal

Palmar

094 A	5,42	5,11	0,16	
B	-	3,9	0,16	
E	5,57	4,1	0,14	0,25
M	5,87	5,0	0,15	0,29
O	5,92	5,8	0,14	
094 D	6,91	51	1,31	2,01
L	6,54	34	0,98	
T	6,58	41	1,25	1,89

BOLIVIE

Alofa

079 A	11,2		3,5	6,4
-------	------	--	-----	-----

COLOMBIE

Cerro la Tefa/Cali

080 A	11,6		0,26	} Fig.4 2,0 0,034
			0,0026	
080 C			0,0037	

Continuation de la Table 2

II. Echantillons géologiques

EQUATEUR

Quito

041	9,7		0,68	1,81
042	9,7		0,68	1,78

Près de El Inga

Lower Mullumica M <sub>1</sub>	8,4	4,9	0,19	
Mullumica M <sub>2</sub>	8,0	5,5	0,21	

BOLIVIE

S. Lipez

046	9,7		2,7	5,09
	9,7		3,8	5,15

PERU

Macusani

03	15,2		3,4	6,15
----	------	--	-----	------

\*Cu=teneur en uranium, en ppm; D<sub>f</sub>=densité de traces de fission fossiles, en traces /mm<sup>2</sup>; t<sub>apparent</sub>=âge TF non corrigé des effets d'effacement partiel, t<sub>plateau</sub>=âge plateau (Storzer et Poupeau 1973); les âges sont exprimés en millions d'années.

## REFERENCES

- BIGAZZI S.G. et BONNADONNA F. (1973)  
Fission-track dating of the obsidian of Lipari island (Italy)  
Nature, 242, 322-323
- DURRANI S.A., KHAN H.A. et RENFREW C. (1971)  
Obsidian source identification by fission-track analysis  
Nature, 238, 242-245
- FLEISCHER R.L., PRICE P.B. et WALKER R.M. (1975)  
Nuclear tracks in Solids  
University of California Press, Berkeley, 604p
- FRIEDMAN I. et SMITH R.L. (1960)  
A new method using obsidian - Part I. The development of the method  
Amer. Antiquity, 25, 476-522
- FRIEDMAN I. et LONG W. (1976)  
Hydration rate of obsidian  
Science, 191, 347-352
- FRIEDMAN I. et OBRADOVITCH J. (1981)  
Obsidian hydration dating of volcanic events  
Quatern. Res., 16, 37-47
- GOFFER Z. (1983)  
Physical studies of archaeological materials  
Rep. Prog. Phys., 46, 1193-1234
- MICHELS J.W., TSONG I.S.T. et SMITH G.A. (1983)  
Experimentally derived hydration rates in obsidian dating  
Archaeometry, 25, 107-118
- MILLER D.S. et WAGNER G.A. (1981)  
Fission-track ages applied to obsidian artefacts from south America using the plateau annealing and the track-size correction techniques  
Nuclear Tracks, 5, 147-156
- NAESER C.W., IZETT G.A. et OBRADOVITCH J.D. (1980)  
Fission-track and K-Ar ages of natural glasses  
United States Geological Survey Bulletin, 1489, 31p
- POUPEAU G. et ZULETA E. (1984 )  
Les datations par traces de fission (TF) en archéologie, 1. Principes et méthodes expérimentales  
ce séminaire
- STORZER D. et POUPEAU G. (1973)  
Ages-plateaux de minéraux et verres par la méthode des traces de fission  
C.R.Acad.Sci.Paris, 276D, 137-139

SUZUKI M. (1973)

Chronology of Prehistoric human activity in Kanto, Japan  
J. Fac. Sci. Tokyo, sec. V, vol. IV, part 3, 241-318