

---

## Datation au radiocarbone d'ossements de l'horizon tardomoustérien de la grotte de Belvis (Aude)

Annexe de l'article « Le Moustérien tardif des Pyrénées méditerranéennes » de Julià Maroto, David Ortega et Dominique Sacchi

**James L. Bischoff et Austin Long**

---



### Édition électronique

URL : <http://journals.openedition.org/pm/291>

ISSN : 2105-2565

### Éditeur

Association pour la promotion de la préhistoire et de l'anthropologie méditerranéennes

### Édition imprimée

Date de publication : 1 septembre 2002

Pagination : 50-51

ISSN : 1167-492X

### Référence électronique

James L. Bischoff et Austin Long, « Datation au radiocarbone d'ossements de l'horizon tardomoustérien de la grotte de Belvis (Aude) », *Préhistoires Méditerranéennes* [En ligne], 10-11 | 2002, mis en ligne le 22 avril 2009, consulté le 19 avril 2019. URL : <http://journals.openedition.org/pm/291>

---

Ce document a été généré automatiquement le 19 avril 2019.

Tous droits réservés

---

# *Datation au radiocarbone d'ossements de l'horizon tardomoustérien de la grotte de Belvis (Aude)*

Annexe de l'article « Le Moustérien tardif des Pyrénées méditerranéennes » de Julià Maroto, David Ortega et Dominique Sacchi

James L. Bischoff et Austin Long

---

## **Introduction**

- 1 Les trois échantillons d'os qui nous ont été soumis par Dominique Sacchi, responsable des fouilles de la grotte de Belvis, ont été datés par spectrométrie de masse avec accélérateur (SMA). Selon cette méthode, le  $^{14}\text{C}$  des échantillons est directement mesuré par un spectromètre de masse couplé à un accélérateur de deux millions de volts, fournissant la source d'ions. Cette technique permet d'analyser des quantités beaucoup plus faibles de carbone (20 g à 1 mg) que la méthode traditionnelle par comptage, il est possible d'effectuer une purification, par chromatographie sur colonne, pour éliminer les agents de contamination des protéines dans les os fossiles à dater.

## **Protocole analytique**

- 2 Après élimination de la zone superficielle de chaque échantillon d'os à l'aide d'une fraiseuse électrique manuelle, un petit morceau (5 mg) d'os, ainsi nettoyé, est hydrolysé dans HCl 6M à 105°C durant une nuit. L'hydrolyse dissocie la protéine en ses composants acides aminés. Après adjonction d'une « pointe » de norleucine, on procède alors au dosage en acides aminés de la solution, 1,6 à 1,8 g d'os nettoyé ayant été prélevé aux fins de préparation à la datation. Le reste de chaque échantillon est mis en réserve au cas où il conviendrait de renouveler l'opération.

- 3 L'analyse des acides aminés donne de précieux renseignements. Premièrement, elle fournit une estimation quantitative du degré de conservation en protéine indigène de l'os par addition préalable d'une quantité connue d'acide aminé non biologique (norleucine). Deuxièmement, le spectre chromatographique des acides aminés montre s'il s'agit bien d'une protéine osseuse. Dans le cas d'une mauvaise conservation ou d'un chromatogramme différent de celui d'une protéine osseuse, l'échantillon est rejeté sans être daté.
- 4 Les prélèvements de 1,6 et 1,8 g sont ensuite broyés dans un mortier et réduits en particules de la taille de grain de sable fin ; une solution HCl 0,6M y est ajoutée afin d'éliminer les carbonates et autres substances solubles dans les acides et mise au repos une nuit. Tous les échantillons dégagèrent des quantités considérables de CO<sub>2</sub> au cours de cette phase. Le HCl à 0,6M fut changé à trois reprises au cours des 5 jours suivants, les échantillons étant à leur tour hydrolysés dans HCl 6M à 105°C pendant une nuit. On procède ensuite à l'évaporation de la solution par séchage sous vide, avant que de dissoudre le résidu sec d'acides aminés dans de l'eau distillée. La solution obtenue est alors passée dans une colonne d'échange d'ions XAD. On élue enfin les acides aminés avec une solution NH<sub>4</sub>OH 1,5M, séchée sous vide dans un appareil de congélation. Les échantillons d'acides aminés purifiés sont ainsi prêts pour le dosage du <sup>14</sup>C. Pour plus d'information le lecteur se reportera à Long *et al.* (1989).
- 5 Environ 15 mg de chaque échantillon furent transformés par combustion en CO<sub>2</sub>, pendant la nuit, dans des tubes scellés, en présence de CuO comme oxydant. Une partie du CO<sub>2</sub> servit à doser le rapport des isotopes stables (<sup>13</sup>C) par spectrométrie de masse. Le reste du CO<sub>2</sub> fut réduit en graphite en présence de Zn et Fe métalliques comme réducteurs (Slota *et al.*, 1987) et le graphite ainsi obtenu analysé pour le <sup>14</sup>C par la méthode AMS (Donahue *et al.*, 1984).

## Résultats et discussions

- 6 Les résultats obtenus sont figurés dans le tableau ci-dessous.

Référence Laboratoire	Référence archéologique	Age <sup>14</sup> C, BP	D <sup>13</sup> C
AA-7390	Belvis C7-E12-2	35 425 ± 1140	-19,5
AA-7391	Belvis C7-E12-3	24 840 ± 320	-19,5
AA-7392	Belvis C7-E12-4	28 840 ± 510	-20,1

- 7 Les analyses d'acides aminés indiquent, pour AA-7390 et AA-7391, un reste de 15 % de protéine d'origine et environ 4 % pour AA-7392. On peut admettre le bon état de conservation de AA-7390 et AA-7391, AA-7392 étant modérément conservé. Les agents de contamination sont vraisemblablement plus jeunes (ils contiennent plus de <sup>14</sup>C) que l'échantillon. Les échantillons plus anciens renferment moins de <sup>14</sup>C et sont ainsi plus sensibles aux modifications d'âge par les agents de contamination que les échantillons plus jeunes. Moins l'échantillon est bien conservé plus l'effet de la contamination influe sur son âge. Sur cette base on peut considérer que la datation de AA-7392 est moins fiable

que celle des deux autres échantillons. Une évaluation plus poussée de l'effet d'une éventuelle contamination demeure impossible<sup>1</sup>.

---

## BIBLIOGRAPHIE

Donahue D. J., Jull A. J. T., Zabel R. (1984) : Results of radioisotope measurements at the NSF-University of Arizona Tandem Accelerator Mass Spectrometer Facility, *Nuclear Instruments & Methods*, vol. 5B, p. 162-166.

Long A., Wilson A. T., Ernst R. D., Gore B. H. (1989) : AMS radiocarbon dating of bones at Arizona, *Radiocarbon*, vol. 31, 3, p. 231-238.

Slota P. J. Jr., Jull A. J. T., Linick T. W., Toolin L. J. (1987) : Preparation of small samples for <sup>14</sup>C accelerator targets by catalytic reduction of CO, *Radiocarbon*, VOL. 29, 2, p. 303-306.

## NOTES

1. Nous sommes redevables à Mme M.-Th. Dimon de la traduction de ce texte.

---

## AUTEURS

**JAMES L. BISCHOFF**

U.S. Geological Survey 345 Middlefield Road, MS 999 Menlo Park, California 94025

**AUSTIN LONG**

Department of Geosciences University of Arizona Tucson, AZ