

CHAPITRE 3

LE CADRE RADIOCHRONOLOGIQUE

A. STAMBOULI, F. MALEK, A. BOUZOUGGAR et M. OTTE

Le cadre radiochronologique de la région de Tanger est peu connu à l'exception des occupations néolithiques (Daugas et al., 1998). Cette carence est essentiellement la conséquence de la rareté des stratigraphies dilatées et l'action de l'érosion qui a considérablement perturbé les sites de plein air. Ainsi, en plus de la datation de la grotte C d'El Khil, nous avons effectué une série de datations sur le littoral marocain afin de placer les occupations holocènes de la région de Tanger dans leur contexte régional (fig. 1).

MÉTHODOLOGIE

Les datations ont été effectuées au laboratoire des recherches, d'analyses techniques et scientifiques de la Gendarmerie Royale à Rabat (LARATES).

La préparation chimique de l'échantillon débute par un prétraitement acide et/ou basique visant la suppression des contaminations. Le produit résultant est ensuite transformé en benzène selon quatre étapes distinctes (Noakes et al. 1963) :

- 1- libération du carbone de l'échantillon sous forme de gaz carbonique (CO_2), soit par combustion soit par attaque acide ;
- 2- conversion du CO_2 en carbure de lithium (Li_2C_2) à 700°C ;
- 3- hydrolyse du Li_2C_2 en acétylène (C_2H_2) ;
- 4- trimérisation en benzène de C_2H_2 par adsorption sur un catalyseur à base d'alumine. Le benzène issu de cette chaîne de transformations est par précaution conservé à froid (-4°C) et à l'abri de la lumière suffisamment longtemps pour permettre la dissipation de toute énergie (exemple Radon) préjudiciable à la mesure de la radioactivité du carbone. Une masse de 3.50 g du produit est pesée dans un flacon en verre de 7 ml à faible teneur en potassium 40, suivie de l'addition de 0.02 g de deux agents scintillants (0.01 g du butyl-PDB et 0.01 g du bis - MSB). Lorsque la quantité de 3.50 g de produit n'est pas disponible le complément est rajouté à partir de benzène inactif (Prolabo référence 21 803. 325).

L'activité de l'échantillon est ensuite mesurée à l'aide d'un compteur à scintillation liquide de haute sensibilité Packard Tri - Carb 2300. Le temps de comptage des échantillons est généralement 2 fois 1000 min.

Ultérieurement, un travail de calibration de la méthode de mesure de la radioactivité bêta du ^{14}C a été engagé. Il a fallu déterminer les fenêtres de comptage et le bruit de fond de l'appareil dans les conditions d'analyse des échantillons.

La calibration de l'appareil de comptage :

Compteur à scintillation liquide CSL - Packard 2300

Il s'agit de définir les conditions optimales d'analyse par la détermination du bruit de fond de l'appareil et de la zone de quenching. On en déduit la région d'intérêt où ces phénomènes se font le moins ressentir sur le spectre du carbone 14, améliorant ainsi l'efficacité du comptage.

RÉGION D'INTÉRÊT

L'étude menée pour la délimitation de la région d'intérêt a été réalisée dans les conditions décrites ci-dessus avec comme échantillon, le benzène issu du sucrose standard moderne ANU. Il est décrit dans la littérature par une activité bêta d'environ 155 %, correspondant à une valeur comprise entre 46.90 et 47.10 CPM.

L'intervalle ayant conduit aux meilleurs résultats est [12 - 70] KeV. Il a permis l'obtention d'une activité moyenne de 46.95 CPM (voir tableau). La limite inférieure de 12 KeV est choisie afin d'éliminer les effets de quenching dus à la luminescence (photo- et chimiluminescence) qui se trouvent dans les basses énergies (entre 00 et 12) et aux bruits de fond des photomultiplicateurs (effet quantique et Cerenkov). En revanche, la limite supérieure a été fixée à 70 KeV pour discriminer les impulsions du bruit de fond résiduel de l'appareil.

BRUIT DE FOND

Il est nécessaire d'évaluer les perturbations d'origine physico-chimique et instrumentale qui viennent interférer avec l'activité du ^{14}C . Pour ce faire, l'activité résultant du bruit de fond de l'appareil a été mesurée sur du benzène inactif (Prolabo ref.21 803.325) d'une part, et sur du benzène synthétisé à partir du sucrose standard moderne (ANU) d'autre part. Cette opération a été suivie suffisamment longtemps durant l'année 1997 pour s'assurer de la stabilité des réponses de l'appareil ainsi que de l'activité minimale mesurable dans les conditions de travail prédéfinies {région d'intérêt [12 - 70] ; flacon 7 ml en verre ; agents scintillants 0.01g de butyl-PDB et 0.01 g du bis - MSB}. Une distribution mensuelle des valeurs obtenues sur le benzène inactif, implique une légère variation de celles-ci de 1.82 à 2.01 CPMA. Ce résultat témoigne d'une stabilité relativement acceptable des conditions de comptage.

De même l'échantillon du standard moderne a donné une activité moyenne de 49,94 CPM correspondant à 155 % de la valeur réelle. Après correction du pour-

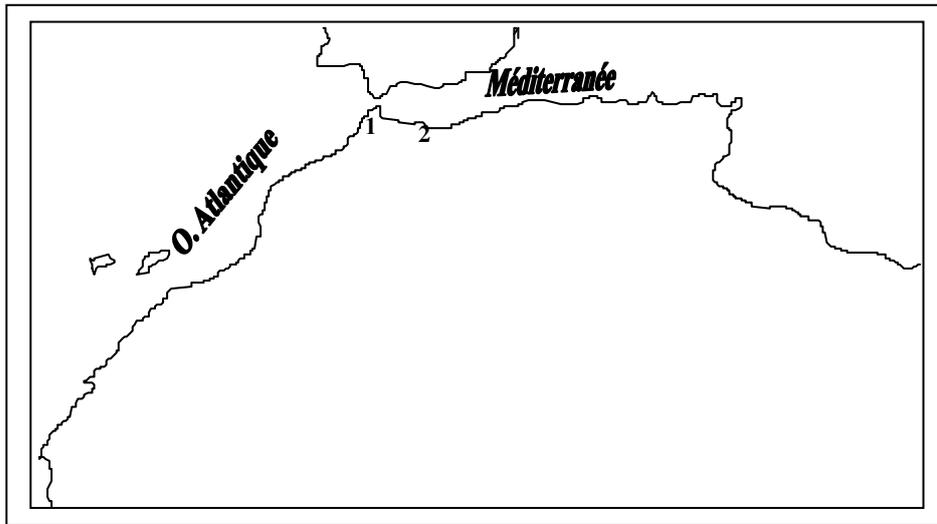


Figure 1. Localisation des sites datés sur littoral méditerranéen et atlantique. Tanger ; 2. Cap de l'Eau.

centage et du fractionnement isotopique (-10.8 ‰ PDB) cette valeur devient égale à 29.44 CPM.

RÉSULTATS DES ESSAIS DE VALIDATION DE LA MÉTHODE

Les standards d'inter-comparaison de l'AIEA ont été choisis pour valider les étapes de transformation chimique des échantillons en benzène et d'optimisation du comptage.

Ces échantillons sont composés de sucrose, de carbonates C1 et C2 et de bois. Leur transformation en benzène a été réalisée avec de bons rendements sans aucun prétraitement.

Les échantillons C1 et C4 présentant de faibles activités ont été comptés plus longtemps 4 à 5 fois 1000 min. Les activités indiquées correspondent à la moyenne des valeurs enregistrées. Il en ressort que pour des raisons de sensibilité de l'instrument de comptage et des conditions analytiques adoptées, la méthode sera appliquée pour des échantillons ayant une activité supérieure à celle obtenue à partir d'un benzène inactif : **1.9 CPM**.

Les âges sont exprimés en BP (Before Present : avant 1950), et donnés avec une marge statistique d'une déviation standard. Toutes les dates inférieures à 10.000 ans ont subi une correction dendrochronologique par le logiciel Pazdur et calib 3.03.

Depuis le début du XX^e siècle, plusieurs sites dans la région de Tanger ont fait l'objet de plusieurs opérations de fouilles et de prospections. En revanche, les publications relatives à ces travaux sont rares ou incomplètes.

Le nord marocain (régions de Tanger et Tétouan) est la région qui a bénéficié du plus grand nombre de recherches concernant le Néolithique (Koehler, 1931 ; Tarradell, 1954 et 1958 ; Jodin, 1958 et Howe, 1967 ; Daugas et *al.*, 1989 et 1998).

Des échantillons de charbons de bois et de tests d'œufs d'Austruche ont été datés et qui proviennent des sites suivants : la grotte C d'El Khil et le Cap de l'Eau. Les résultats se présentent comme dans le tableau 4.

Les grottes d'El Khil se trouvent dans la région du Cap Achakar à 15 km au Sud Ouest de la ville de Tanger. Le complexe de ces grottes (A, B et C) a été découvert par G. Buchet (1907). Mais ces cavités n'ont été fouillées qu'en 1947 par une équipe américaine. Des fouilles plus importantes y furent effectuées par A. Jodin (1958-1959), puis un sondage par l'ex mission préhistorique et paléontologique française au Maroc en 1984 (Daugas et *al.*, 1984).

Dans le cadre du programme actuel, les travaux ont été repris dans les grottes B et C en 2000. Des charbons de bois prélevés dans la couche IIb de A. Jodin (1958-1959) attribuée au Cardial ont donné un âge ¹⁴C de 5720±114 (Rabat 119) ce qui confirme son attribution à la culture cardiale.

Dans la Basse Vallée de la Moulouya, nous avons mis au jour dans des cordons dunaires dans la région du Cap de l'Eau (appelé localement Ras Kebdana ou Ras el Ma) un matériel lithique, de la céramique modelée et beaucoup de tests d'œufs d'Austruche. Ces derniers éléments ont été datés et ils ont donné une fourchette chronologique qui couvre le Néolithique ancien et moyen (El Camra et Ibouarfatsene) et des occupations très probablement en relation avec un commerce des Austruches et de leurs différents produits vers le V^e et

FENETRE DE COMPTAGE (KeV)		ACTIVITE DU SUCROSE EN - CPM -	VALEUR MOYENNE
[12 – 70]	1 ^{er} Comptage	46.90	46.95 CPM
	2 ^{ème} Comptage	47.01	
[12 – 72]	1 ^{er} Comptage	47.18	47.16 CPM
	2 ^{ème} Comptage	47.14	
[12 – 80]	1 ^{er} Comptage	48.25	48.10 CPM
	2 ^{ème} Comptage	47.95	

Tableau 1. Détermination de la Région d'Intérêt / Sucrose.

N° de flacon	Activité en CPM				
	1 ^{er} comptage	2 ^{ème} comptage	3 ^{ème} comptage	4 ^{ème} comptage	5 ^{ème} comptage
17	1,97	1,88	2,01	1,93	1,92
18	1,86	1,84	1,82	1,84	1,84
19	1,91	1,85	1,87	2,01	1,93
20	1,85	1,85	1,90	1,98	2,01

Tableau 2. Résultats des mesures du bruit de fond du CSL 2300.

Echantillon	masse traitée (g)	Masse C ₆ H ₆ (g)	Durée de comptage (mn)	Activité mesurée	CPM	Age (BP)
Sucrose	20	3,50	2 x 1000	155,50 %	46,94	--
Carbonate C1 N° 239	30	2,16	5 x 1000	000,88 %	2,16	≥ 39 600
Carbonate C2 N° 235	20	1,46	3 x 1000	041,46 %	3,11	--
Cellulose C3 N° 234	13	3,50	2 x 1000	123,27 %	38,07	--
Kauri wood C4 N° 218	10	3,50	4 x 1000	000,55 %	1,91	≥ 40 000
Two creeks wood C5	15	3,50	3 x 1000	023,73 %	8,71	13 070 +/- 215

Tableau 3. Résultats d'analyses des standards de l'AIEA.

Nom du site	Datation	Matériel daté	Référence du laboratoire
Grotte C d'El Khil	5720 ± 114	Charbon de bois	Rabat 119
El Camra	5516±146	Test d'œuf d'Austruche	Rabat 137
Ibouarfatsene	5146±143	Test d'œuf d'Austruche	Rabat 138
Ijertsal	2279±95	Test d'œuf d'Austruche	Rabat 139

Tableau 4. Datations radiométriques des sites néolithiques du Nord marocain entre Tanger et Cap de l'Eau.

VI^e siècle av. J.-C. à partir du Cap de l'Eau (site d'Ijertsal).

Il s'avère que de Tanger jusqu'au littoral méditerranéen de la région orientale du Maroc, les phases anciennes du Néolithique sont représentées. Leur développement à partir d'un substrat local correspondant au Paléolithique supérieur tardif (= « Ibéromaurusien ») n'est pas à exclure avec des connexions possibles avec la Péninsule ibérique.

L'ÉMERGENCE DU NÉOLITHIQUE

Lorsqu'on soulève le problème de l'origine du Néolithique au Maroc voire dans toute l'Afrique du Nord, faisons-nous référence à un nouvel arrivage de populations ou uniquement à de nouveaux modes de

vie apparus sous la pression du besoin et/ou d'adaptation (aux changements climatiques ?). En revanche, et à notre avis, toutes les hypothèses doivent être à la hauteur des données disponibles jusqu'à maintenant.

Il y a quelques années, le Néolithique de l'Afrique du Nord a été subdivisé en trois courants principaux (Camps, 1974) (fig. 2) et dont la validité est en cours de vérification par des recherches récentes¹.

Selon cet auteur, le Néolithique saharo-soudanais a connu le développement de cultures néolithiques à la

¹ « La Genèse du Néolithique au Maroc, GENMAR », projet dirigé par Fatima-Zohra SBIHI-ALAOUI (INSAP, Maroc) et Jean-Pierre DAUGAS (DRAC, Rhône-Alpes, France)

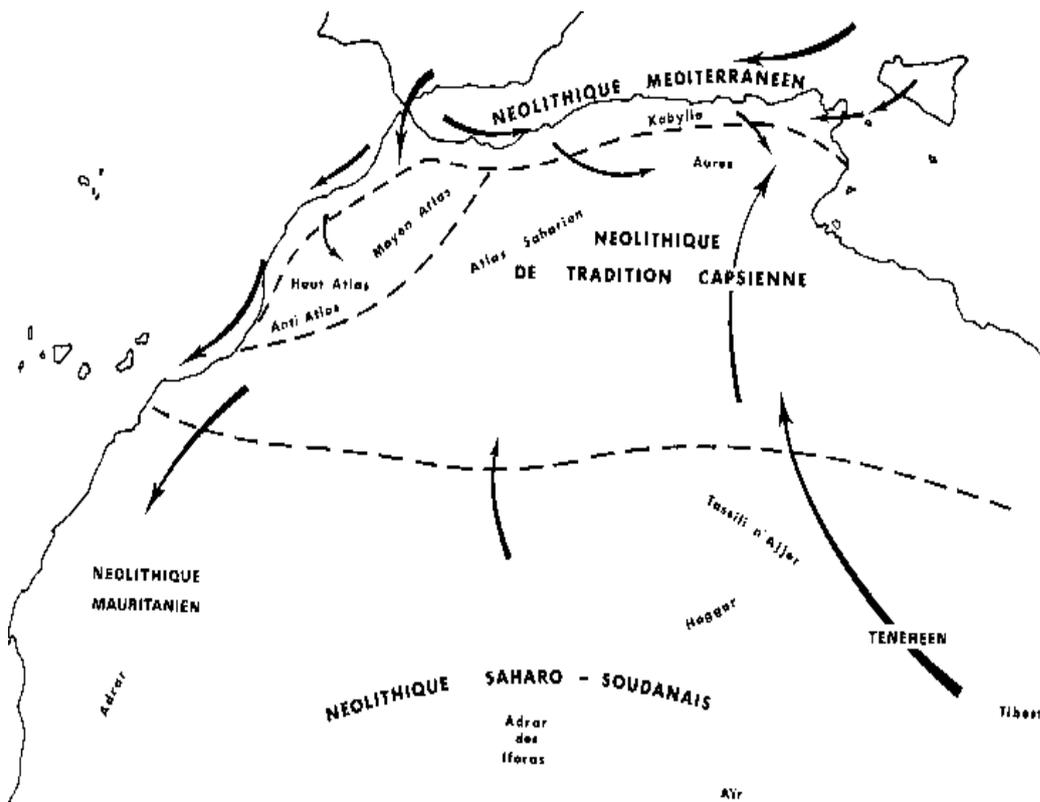


Figure 2. Les grandes familles néolithiques du Sahara et de l'Afrique du Nord (d'après Camps, 1974).

fin du VII^e millénaire av. J.-C., il a duré presque "cinq millénaires et, chose curieuse, l'évolution technique est peu apparente dans l'outillage lithique très souvent médiocre ; quant à la poterie, dès le début, apparaissent les formes dealebasse qui resteront inchangées dans la céramique africaine actuelle. Le décor lui même évolue faiblement. En revanche, les genres de vie seront appelés à changer" (Camps, 1974 : 225).

Le Néolithique méditerranéen s'inscrit dans le mouvement de néolithisation qu'a connu le bassin méditerranéen. Ainsi, les côtes marocaines, algériennes et tunisiennes ont vu l'arrivée de navigateurs de la Méditerranée occidentale vers la fin du VII millénaire (Camps, 1974 et 1976). C'est à cette période que remonterait l'introduction de la céramique cardiale en Afrique du Nord et qui serait présente uniquement dans les sites littoraux du nord marocain et dont la limite sud ne dépasserait pas les grottes d'Achakar (région de Tanger). En réalité cette limite est actuellement située au niveau de la grotte d'El Mnasra II (région de Témara au sud de Rabat) où a été trouvé un vase cardial (Lacombe et al., 1990).

Au cours du V^e millénaire, le Capsien supérieur a subi des transformations dans la production lithique correspondant essentiellement à la disparition de quelques types (les grandes pointes à dos rabattu et les burins d'angle) et à l'émergence de nouveaux outils (les

pointes de flèche, les haches polies, de minuscules tranchets, les pointes bifaces, les pointes foliacées et la poterie). Ceci a amené R. Vaufrey (1933) à qualifier les cultures qui succèdent au Capsien supérieur de Néolithique de tradition capsienne. Par ailleurs, il s'avère que ce néolithique présenterait des faciès régionaux : saharien occidental, saharien oriental, capsien et atlasique (Camps, 1974).

La néolithisation au Maroc aurait commencé au moins vers la fin de l'« Ibéromaurusien », période qui a connu les renversements des situations dans les modes de vie et l'exploitation des ressources du milieu naturel. Elle aurait commencé lorsque l'impact de l'Homme sur son environnement devient plus clair. Cette action anthropique va s'accroître au Néolithique, à l'Age des métaux et aux temps historiques.

BIBLIOGRAPHIE

- CAMPS G., 1974. *Les civilisations préhistoriques de l'Afrique du Nord et du Sahara*, Paris, Doin, 366 p.
- CAMPS G., (1976) - Navigations et relations interméditerranéennes préhistoriques, *Chronologie et synchronisme dans la Préhistoire circum-méditerranéenne*, U.I.S.P.P., Nice 13-18 septembre 1976, 168-179.
- COUVERT M. & ROCHE J., (1978) - L'environnement de la Grotte de Tatoralt durant la fin du paléolithique et

- l'épipaléolithique. Le tapis végétal et son interprétation climatique, *Bulletin d'archéologie marocaine*, t. XI, pp. 1- 8.
- DAUGAS J.-P., TEXIER J.-P., RAYNAL J.-P. & BALLOUCHE A., (1984) - Nouvelles données sur le Néolithique marocain et ses paléoenvironnements : l'habitat cardial des grottes d'El Khiril à Achakar (Province de Tanger) et la nécropole néolithique final de Rouazi à Skhirat (Province de Skhirat), *10è réunion annuelle des sciences de la terre*, Bordeaux, p. 167.
- DAUGAS J.-P., RAYNAL J.-P., BALLOUCHE A., OCHIETTI S., PICHET P., EVIN J., TEXIER J.-P. & DEBENATH A., (1989) - Le Néolithique nord-atlantique du Maroc : premier essai de chronologie par le radiocarbone, *Comptes rendus de l'Académie des Sciences*, Paris, 308, série II, 681-687.
- DAUGAS J.-P., RAYNAL J.-P., EL IDRISSE A., OUSMOI M., FAIN J., MIALLIER D., MONTRET M., SANZELLE S., PILLEYRE Th., OCHIETTI S. & RHODES E.-J., (1998) - Synthèse radiochronométrique concernant la séquence néolithique au Maroc, *14C et Archéologie*, pp. 349-353.
- HOWE B., 1967. The Palaeolithic of Tangier, Morocco. Excavations at Cape Ashkar, (1939-1947) - *American School of Prehistoric Research, Peabody Museum, Harvard University*, Bulletin n° 22, 200 p.
- JODIN A., (1958-1959) - Les grottes d'El Khil à Achakar, province de Tanger, *Bulletin d'archéologie marocaine*, T. III, pp 249-313
- KOEHLER R.P., (1931) - *La grotte d'Achakar au cap Spartel*, Publications de l'Institut d'Etudes des Religions de l'Evêché de Rabat (Maroc), n° 1, 44 p., 3 fig., 17 pl. h. t.
- LACOMBE J.-P., DAUGAS J.-P. & SBIHI-ALAOUI F.-Z., (1990) - La nécropole néolithique de Rouazi-Skhirat (Maroc). Présentation de l'étude des sépultures, *Bulletin et Mémoires de la Société d'Anthropologie de Paris*, n.s. T. 2, n°3-4, pp. 55-60.
- NOAKES J.E., ISBEL A.F., STIPP J.J. & HOOD D.W., (1963) - Benzene synthetis by low temperature catalysis for radiocarbon dating: *Geochim et Cosmochim Acta*, v 27, p 797 – 804.
- TARRADELL M.; (1954) - Noticia sobre la excavacion de Gae Cahal, *Tamuda*, 2, pp. 344-358
- TARRADELL M., (1958) - Caf Taht el Ghar, Cueva neolitica en la region de Tetuan (Marruecos). Ampurias, *Revista de Arqueologia, Prehistoria y Ethnologia*, 19-20, pp. 137-166.
- TISSOT C., (1878) - Recherches sur la géographie comparée de la Mauritanie tingitane, *Académie des Inscriptions et Belles Lettres de l'Institut de France*, Paris, vol. 9, pp. 139-322.
- VAUFREY R., (1933) - Notes sur le Capsien, *L'Anthropologie*, t. 43, pp. 457-483.

