

LES DATATIONS ^{14}C À MITOC-MALU GALBEN

Freddy DAMBLON & Paul HAESAERTS

Introduction: présentation du site

Le site de Mitoc-Malu Galben est situé en Roumanie, sur la rive occidentale du fleuve Prut qui délimite la frontière avec la République de Moldavie (fig. 1). Son intérêt réside dans une longue séquence pédosédimentaire de quelque 13 unités limono-lössiques de 14m de puissance, avec 7 horizons humifères, qui repose sur la terrasse II du fleuve. De nombreux niveaux d'occupations du Paléolithique supérieur y sont préservés, dont 3 ensembles aurignaciens et 4 gravettiens principaux qui encadrent plusieurs niveaux intercalaires (Chirica 1989, 2001 et ce volume). L'intérêt du site est fortement augmenté du fait que de nombreuses concentrations de charbons de bois et, dans une moindre mesure, de restes osseux, favorables aux datations radiocarbone, traversent toute la séquence. Cette abondance des restes charbonneux explique pourquoi le site paléolithique de Mitoc-Malu Galben figure parmi ceux qui ont été les plus datés en Europe centrale. Ainsi, la réunion de ces conditions a permis un enregistrement détaillé des oscillations climatiques au cours du pléniglaciaire moyen et supérieur (Haesaerts ce volume). Le but du présent travail est d'établir un encadrement chronologique fiable et le plus précis possible des événements

climatiques et archéologiques dans cette partie du domaine est-carpatique.

Les problèmes de datation sur le site

Les 68 dates ^{14}C présentées et discutées ci-après peuvent être classées en deux séries principales. La première reprend les 46 dates obtenues sur des échantillons collectés avant 1991 par V. Chirica (1986, 1989) et K. Honea (1993, 1994) tandis que la deuxième série de 22 dates provient d'échantillons collectés après 1991, d'une part par les présents auteurs et d'autre part, par V. Chirica et par l'équipe de M. Otte. Cette deuxième série de dates se distingue également de la première par la stratégie d'échantillonnage et par le mode de prétraitement au laboratoire de paléobotanique de l'IRSNB dont les détails seront exposés ci-dessous.

Malgré les 46 dates disponibles dans la première série avant 1991, dont 11 sur os et 35 sur charbons de bois, de sérieuses difficultés dans les attributions chronologiques des concentrations aurignaciennes et gravettiennes ont été rencontrées à partir des résultats de la série déjà publiés par V. Chirica et K. Honea (*op. cit.*), notamment à cause de la distribution chronologique très élargie des dates ^{14}C dans plusieurs ensembles archéologiques. Pour expliquer les discordances entre dates d'un même ensemble archéologique, ces auteurs ont évoqué des phénomènes de "géoturbation" (Chirica 1989; Honea 1994). En fait, il est apparu que ces incohérences trouvaient leur origine dans les échantillonnages hors contexte stratigraphique, les dates ^{14}C ayant été regroupées selon leur attribution typologique. Ainsi, un ensemble aurignacien et quatre ensembles gravettiens étaient distingués (Chirica 1986; Honea 1993, 1994) mais sans repère stratigraphique précis.

Dès lors, s'imposait une nouvelle approche de la chronologie ^{14}C fondée tout d'abord sur une étude stratigraphique détaillée du site à partir des sections réalisées depuis 1991 (Haesaerts ce volume). De plus, il devenait nécessaire de prélever et de dater de nouveaux échantillons bien positionnés en stratigraphie afin de compléter et de préciser la chronologie de la séquence pédosédimentaire ainsi que celle de la succession archéologique. Enfin, un examen critique de la validité des

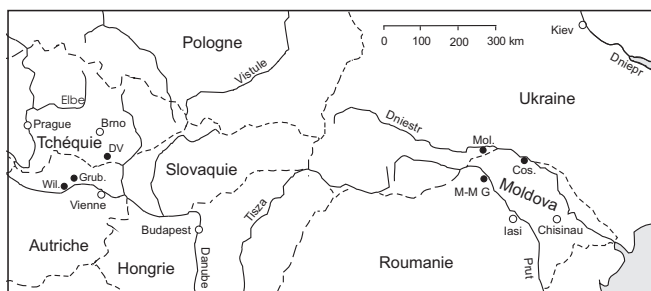


Figure 1. Situation du site de Mitoc-Malu Galben dans le bassin du Prut en Roumanie. 1: Willendorf et Schwallenbach, 2: Grubgraben (Autriche); 3: Dolní Vestonice et Pavlov (Tchéquie); 4: Molodova (Ukraine); 5: Mitoc-Malu Galben (Roumanie); 6: Cosăuți (Moldavie).

dates publiées devait être fait sur la base de critères sélectifs à la lumière des informations contenues dans les publications, les carnets de fouilles et la correspondance accessible auprès de V. Chirica. Ces critères reposent sur la nature et la qualité du matériel soumis à la datation, sur les commentaires fournis par les laboratoires de datation et sur la possibilité de restituer chaque échantillon prélevé et daté avant 1991 au sein de la séquence pédosédimentaire détaillée établie à partir de l'année 1991 (voir Haesaerts ce volume).

Matériel et méthodes

Collecte des échantillons sur le terrain

La collecte des échantillons à partir de 1992 visait à obtenir la plus large distribution possible des dates au sein des différentes unités stratigraphiques. Nous avons pu échantillonner à peu près toutes les unités, mais au cours des campagnes de 1992 et suivantes nous avons rencontré très peu de matériel datable dans les unités 7 et 9.

Nous avons systématiquement accordé notre préférence à la datation des charbons de bois, suivant ainsi les conclusions d'O. Soffer (1985) qui soulignent les inconvénients des datations sur ossements souvent contaminés. Les os brûlés ont aussi suscité notre méfiance à cause de leur faible teneur en collagène. D'une manière globale, et en dépit des succès rencontrés par certaines datations sur os, les radiophysiciens s'accordent sur la fiabilité des dates sur charbons de bois (Waterbolk 1971; Zagwijn 1983; Mook & Waterbolk 1985; Evin 1992; Lanting & van der Plicht 1993/94). Néanmoins, en milieu loessique, un risque théorique subsiste que certains débris de charbons aient été transportés par fluage et redéposés au sein de couches plus jeunes (Geyh 1990), ce qui pourrait expliquer l'ancienneté relative de certaines dates par rapport au contexte chronologique général enregistré dans certains sites. A Mitoc-Malu Galben, l'examen minutieux des coupes n'a pas révélé d'importants mouvements de matériel, y compris dans l'unité limoneuse n°11 qui a montré un déplacement limité sur une courte distance. Ce phénomène sera discuté plus loin.

Pendant les campagnes de 1992 à 2004, la totalité des échantillons a été collectée en cours de fouille (tabl. 1, C-O) et au sein de parois rafraîchies pour l'étude stratigraphique (tabl. 1, H-D). Ceux-ci concernent les 9 unités stratigraphiques réparties entre les unités 2 et 12 (tabl. 1). La répartition inégale de l'échantillonnage découle évidemment de celle des matériaux carbonisés découverts lors des fouilles et du temps limité des opérations. Ainsi, il n'était pas question de réaliser un échantillonnage exhaustif dans les couches étudiées mais plutôt d'extraire un matériel suffisant d'une part pour les datations ¹⁴C et d'autre part, pour obtenir une représentation qualitative de la flore ligneuse aux époques considérées. Selon l'importance des concentrations charbonneuses, les échantillons ont été collectés avec une matrice sédimentaire importante afin de récolter la totalité du matériel carbonisé. D'autres ont été prélevés avec un minimum de sédiment afin de mieux circonscrire les concentrations dans les parois. Il est important de souligner le fait que les échantillons de la série postérieure à 1991 ont été prélevés essentiellement sur paroi verticale ou sur banquette afin de

contrôler les détails de la stratigraphie. Au contraire de la fouille en surface, cette méthode permet d'éviter le passage progressif, et difficile à observer, d'une couche loessique à la suivante.

Méthode de prétraitement du matériel anthracologique

La préparation des échantillons a suivi la procédure suivante. Le matériel sédimentaire préalablement séché est d'abord dispersé avec précaution dans l'eau, ce qui entraîne la flottation des charbons les moins minéralisés. Cette manipulation peut provoquer le fractionnement de certaines pièces charbonneuses fragiles ou déjà fissurées mais en général, après un long processus taphonomique dans le loess, les débris demeurent durs et suffisamment solides pour résister aux divers traitements d'extraction et de nettoyage. Quand l'échantillon présente des concentrations argileuses, il est utile d'ajouter du pyrophosphate de sodium comme dispersant. Le mélange est ensuite tamisé dans l'eau sur des tamis successifs de mailles 1 mm, 0,5 mm et 0,25 mm. Dans la majorité des cas, plus de 75% des restes de charbons sont extraits avec les 2 premiers tamis.

Un premier examen des charbons dans l'eau est réalisé à la loupe binoculaire afin de séparer les charbons de bois des restes d'ossements, des mollusques, de divers cristaux et des principaux contaminants représentés par les débris de racines, de radicelles ou de mycélium. Il est parfois nécessaire de briser certaines pièces pour extraire les radicelles qui les traversent mais si des traces de périoderme radicellaire subsistent sur un charbon, celui-ci est enlevé du lot destiné à la datation radiométrique. Cette opération demeure délicate du fait que les restes les plus fins de radicelles ne sont pas toujours détectables, à moins d'un examen au microscope électronique à balayage. Mais il n'est pas possible d'examiner tous les fragments en microscopie électronique.

Souvent il est constaté que les charbons de bois sont enrobés d'une gangue de carbonates secondaires qui doit être éliminée pour l'observation microscopique. De l'acide chlorhydrique (5% ou 10% selon la nécessité) est alors ajouté progressivement au bain aqueux contenant les charbons afin de contrôler l'intensité de la réaction. Celle-ci libère souvent de fines particules charbonneuses qui proviennent des structures scellées dans la gangue carbonatée. Cette perte insignifiante conduit à l'obtention de pièces nettoyées et déterminables. Un autre type de minéralisation est provoqué par la silice cristallisant dans la lumière des cellules de bois. Les charbons sont alors traités à l'acide fluorhydrique (10%) de manière progressive afin de limiter la réaction exothermique. Après lavage à l'acide (HCl 10%), les charbons sont longuement rincés à l'eau déminéralisée.

Les charbons ainsi nettoyés sont enfin mis à sécher dans un four à 50°C pendant 24 h. Avant les identifications, un nouveau tri du matériel permet d'enlever les derniers restes de radicelles ou de mycélium et de mettre de côté les pièces charbonneuses douteuses et contaminées.

Identification des restes carbonisés

Tous les échantillons collectés après 1991 et soumis à la datation radiocarbone ont été analysés pour l'identification des

n° av. 91	n° apr. 91	unité sédim.	dates retenues	n° date	Dates avant 1991		Dates après 1991		H-D	C-O
					âge ¹⁴ C (BP) ± 1σ	mat. daté	âge ¹⁴ C (BP) ± 1σ	mat. daté		
1	-	2a	+	GrN-13765	20.150 ± 210	os	-	-	-	-
-	2 *	2b inf.	+	GrA-8399	-	-	17.460+140 -130	os	x	-
3	-	2b inf.	+	GrN-14031	20.300 ± 700	ch.b	-	-	-	-
-	4 *	3b	+	GrA-5000	-	-	20.540 ± 110	and.	-	x
-	5 *	3b inf.	-	GrN-23800	-	-	5.430 ± 80	carb.	x	-
-	6 *	3b inf.	+	GrA-8243	-	-	19.100 ± 120	os	x	-
-	7 *	4a inf.	+	GrA-14671	-	-	23.290 ± 100	ch.b	x	-
-	8 *	4a inf.	+	GrN-20438	-	-	23.390 ± 280	ch.b	-	x
-	9 *	4a inf.	+	GrA-1353	-	-	23.850 ± 100	ch.b	-	x
10	-	4c	+	OxA-1779	23.650 ± 400	os	-	-	-	-
11	-	4c	-	GX-9422	24.620 ± 810	ch.b	-	-	-	-
12	-	4c	-	GX-8723	> 27.500 à 2σ	ch.b	-	-	-	-
13	-	5a	-	GX-9424	> 21.000	ch.b	-	-	-	-
14	-	5a	-	GX-9425	24.820 ± 250	os br.	-	-	-	-
15	-	5a	+	GrN-14034	23.830 ± 330	ch.b	-	-	-	-
16	-	5a	+	GrN-12635	27.150 ± 750	ch.b	-	-	-	-
17	-	5a	+	OxA-1780	24.650 ± 450	os	-	-	-	-
-	18 *	5b sup.	+	GrA-14670	-	-	24.780 ± 120	ch.b	x	-
19	-	5b	-	GX-8724	19.910 ± 990	ch.b	-	-	-	-
20	-	5b	-	GrN-15448	> 23.000	ch.b	-	-	-	-
21	-	5b	-	GrN-15805	23.490 ± 280	os	-	-	-	-
-	22 *	5b inf.	+	GrN-20439	-	-	23.990 ± 250	ch.b	x	-
23	-	6a	-	GX-8725	> 23.100 à 2σ	ch.b	-	-	-	-
24	-	6b	-	GX-9423	17.300+2100 -1670	ch.b	-	-	-	-
25	-	6b	-	GX-9429	19.900+1050 -950	os br.	-	-	-	-
26	-	6b	-	GX-8503	20.945 ± 850	ch.b	-	-	-	-
27	-	6b	-	GX-9420	22.050 ± 1250	ch.b	-	-	-	-
28	-	6b	-	GrN-14036	25.140 ± 210	ch.b	-	-	-	-
29	-	6b	+	GrN-15450	25.610 ± 220	ch.b	-	-	-	-
30	-	6b	-	GrN-15449	26.100 ± 800	ch.b	-	-	-	-
31	-	6b	-	GrN-14035	26.750 ± 600	ch.b	-	-	-	-
-	32 *	6b inf.	-	GrA-1020	-	-	24.070 ± 180	ch.b	x	-
-	33 *	6b inf.	+	GrA-1354	-	-	26.450 ± 130	ch.b	x	-
-	34 *	6b inf.	+	GrA-13298	-	-	25.540 ± 210	ch.b	x	-
-	35 *	6b inf.	+	GrN-20440	-	-	25.610+500 -470	ch.b	x	-
36	-	6b inf.	+	GrN-18811	26.180 ± 290	ch.b	-	-	-	-
37	-	7a sup.	-	GX-9418	26.700 ± 1040	ch.b	-	-	-	-
38	-	7a	-	GrN-15808	25.840 ± 90	os	-	-	-	-
39	-	7b	-	GrN-13006	23.070 ± 180	os	-	-	-	-
40	-	7b	+	GrN-14913	25.330 ± 420	ch.b	-	-	-	-
41	-	7b	+	GrN-18880	26.020+650 -600	ch.b	-	-	-	-
42	-	7b	+	GrN-18881	26.380+600 -500	ch.b	-	-	-	-
43	-	7b	+	GrN-18815	26.500+460 -440	ch.b	-	-	-	-
44	-	7b	+	GrN-18882	25.080+500 -470	ch.b	-	-	-	-

n° av. 91	n° apr. 91	unité sédim.	dates retenues	n° date	Dates avant 1991		Dates après 1991		H-D	C-O
					âge ¹⁴ C (BP) ± 1σ	mat. daté	âge ¹⁴ C (BP) ± 1σ	mat. daté		
45	-	7b	+	GrN-18883	26.110 +1050 -930	ch.b	-	-	-	-
46	-	7b	+	GrN-18879	26.300 +450 -430	ch.b	-	-	-	-
47	-	7b	-	OxA-2033	24.800 ± 430	os	-	-	-	-
48	-	7b	+	OxA-1778	27.500 ± 600	os	-	-	-	-
49	-	7b	+	GrN-12636	28.910 ± 480	ch.b	-	-	-	-
50	-	8b	+	GrN-14914	27.410 ± 430	ch.b	-	-	-	-
51	-	8b	+	GrN-12637	31.850 ± 800	ch.b	-	-	-	-
52	-	8b inf.	+	GrN-15453	27.100 ± 1500	ch.b	-	-	-	-
-	53 *	8b inf.	+	GrA-27261	-	-	27.700 ± 180	ch.b	x	-
-	54 *	8b inf.	+	GrA-27268	-	-	27.750 ± 160	ch.b	x	-
55	-	9b sup.	-	GrN-13007	> 24.000	os	-	-	-	-
56	-	9b sup.	+	GrN-15451	26.530 ± 400	ch.b	-	-	-	-
57	-	9b sup.	+	GrN-15454	29.410 ± 310	ch.b	-	-	-	-
-	58*	9b inf.	-	GrA-1355	-	-	25.380 ± 120	ch.b	-	x
59	-	9b inf.	+	GrN-14037	26.910 ± 450	ch.b	-	-	-	-
60	-	10b inf.	-	GrN-15457	24.400 +2200 -1700	ch.b	-	-	-	-
61	-	10b inf.	+	OxA-1646	31.100 ± 900	ch.b	-	-	-	-
-	62*	10b inf.	+	GrA-1648	-	-	31.000 ± 330	ch.b	-	x
63	-	11 sup.	+	GrN-15456	25.930 ± 450	ch.b	-	-	-	-
-	64*	11 sup.	+	GrN-20443	-	-	30.240 +470 -440	ch.b	-	x
-	65*	11 sup.	+	GrN-20770	-	-	31.160 +570 -530	ch.b	x	-
-	66*	11 inf.	+	GrN-20442	-	-	30.920 ± 390	ch.b	-	x
-	67*	12a	+	GrN-20444	-	-	31.160 +550 -510	ch.b	-	x
-	68*	12b	+	GrA-1357	-	-	32.730 ± 220	ch.b	-	x

Tableau 1. Les dates ¹⁴C disponibles pour le site de Mitoc-Malu Galben. Les différentes colonnes reprennent successivement: le n° d'ordre des dates dans les graphes des figures 2 à 6 (n°); le n° des unités sédimentaires (unités sédim.); les dates retenues après sélection au sein des deux séries de dates; le n° donné par les différents laboratoires aux dates obtenues (n° date); la première série de dates ¹⁴C brutes en années B.P (âge ¹⁴C BP) fournie par les laboratoires et l'écart-type à 1 sigma; le matériel soumis à la datation (and.: andouiller; carb.: carbonates; ch.b: charbon de bois); la deuxième série de dates à partir des échantillons collectés après 1991; le matériel daté; les échantillons collectés respectivement par P. Haesaerts et F. Damblon (H-D) et par V. Chirica et l'équipe de Liège (C-O).

taxons. Les détails concernant ces déterminations sont fournis dans le chapitre Anthracologie (Damblon 1997 et ce volume).

D'une manière générale, les échantillons étaient homogènes du point de vue taxonomique au point que la plupart ne contenaient qu'un seul taxon. Étant donné la nette prédominance des charbons de conifères, en particulier de *Picea*, notre choix s'est porté sur ce taxon comme principal support des datations. Le grand avantage de ce système est d'augmenter la probabilité de travailler sur un échantillon homogène quant à son origine, résultat de la collecte anthropique. D'autres taxons ont été choisis (*Betula*, *Juniperus*) quand ils constituaient la part dominante d'un échantillon.

La dernière étape consiste à sélectionner, au sein d'un lot monospécifique, les fragments de la meilleure qualité sans trace visible de contaminant.

Analyse critique des dates disponibles

Le tableau 1 présente les 68 dates ¹⁴C ordonnées suivant les unités sédimentaires définies par P. Haesaerts et non par ensembles archéologiques. Ces dates sont regroupées suivant la période de prélèvement des échantillons (avant/après 1991) et les équipes de collecteurs, d'une part P. Haesaerts et F. Damblon (H-D) et, d'autre part, V. Chirica et M. Otte (C-O).

Ainsi, la première série (avant 1991) comprend l'ensemble des 46 dates ¹⁴C obtenues à partir d'échantillons prélevés entre 1979 et 1989 par V. Chirica et par K. Honea (1993, 1994) et datés par les laboratoires de Geochron (GX), Oxford (OxA) et Groningen (GrN). La position stratigraphique la plus probable de ces échantillons a été restituée, à partir des carnets de fouilles de V. Chirica, sur la base des levés détaillés qui

furent réalisés sur les trois parois du champ de fouille entre 1991 et 1993 (Haesaerts ce volume). Ces échantillons transmis aux laboratoires de mesure isotopique avant 1991 n'ont donc pas subi de prétraitement.

La deuxième série reprend les 22 dates obtenues au laboratoire de Groningen (GrN et GrA) après 1991 (tab. 1). Parmi ces dernières, il faut distinguer d'une part les 13 dates issues d'échantillons prélevés par nous-mêmes (H-D) entre 1993 et 2004 à l'occasion des levés stratigraphiques et, d'autre part, les 9 dates obtenues à partir des échantillons collectés par l'équipe des archéologues de Iasi et de Liège (C-O) (Dambon *et al.* 1996). Tous les échantillons de cette série ont été prétraités au laboratoire de paléobotanique de l'IRSNB.

L'analyse critique de ces résultats a été réalisée en trois étapes. Tout d'abord une analyse de la deuxième série de dates obtenues après 1991 suivant le protocole décrit ci-dessus a été réalisée afin d'établir un schéma chronologique solide et cohérent sur base de l'étude stratigraphique. Ensuite, la validité des dates de la première série (obtenues avant 1991) a été évaluée d'une part par rapport aux données retenues dans la deuxième série et d'autre part sur la base des critères définis plus haut, à savoir la nature et la qualité du matériel soumis à la datation, les commentaires fournis par les laboratoires de datation et, grâce à l'examen des carnets de fouilles de V. Chirica, la possibilité de restituer chaque échantillon prélevé au sein de la séquence pédosédimentaire établie à partir de l'année 1992 (voir Haesaerts ce volume). Enfin, la chronologie ¹⁴C du site a été établie à partir de l'analyse de l'ensemble des dates retenues par rapport à la cohérence générale du système.

Sélection des dates obtenues après 1991 (deuxième série)

Rappelons que les prises d'échantillons ont été réalisées sur parois et sur banquettes afin de contrôler constamment le contexte stratigraphique. Ainsi, les collectes de matériel, essentiellement du charbon de bois, ont concerné les sous-unités 4a, 5b, 6b, 8b, 9a, 10b, 11, 12a et 12b tandis que 2b et 3b ont livré uniquement des restes osseux.

L'examen du tableau 1, qui reprend l'ensemble des résultats, permet de mettre en évidence un certain nombre de données à discuter ou à écarter malgré le soin apporté à la collecte et au prétraitement des échantillons. Ainsi, dans la sous-unité stratigraphique 3b, la date n°5 (5.430 BP) provient de la fraction carbonates de l'ossement qui a fourni la date n°6 sur collagène (19.100 BP). Il s'agit bien de carbonates secondaires comme le suggère la courbe du dosage des carbonates dans l'ensemble de la séquence (voir Haesaerts ce volume, fig. 7). Il existe donc un risque de rajeunissement de la date n°6 sur collagène d'os par rapport à la date n°4 sur andouiller de renne (20.540 BP) issue de la même couche géologique.

Par ailleurs, dans l'unité 9, la date n°58 (25.380 BP) apparaît beaucoup trop rajeunie par rapport aux âges obtenus dans les unités adjacentes. Étant donné qu'un doute subsiste sur l'origine stratigraphique de l'échantillon n°58, qui fut collecté par un étudiant au cours de la campagne de 1993, il a été jugé nécessaire de l'écarter.

Les 20 dates utiles de la deuxième série ont été reportées sur la figure 2. Cette figure esquisse une évolution générale cohérente depuis la base (sous-unité 12b) jusqu'à l'unité 4, au-dessus de laquelle la tendance semble s'infléchir vers des âges plus récents.

La figure 2 montre aussi une discordance entre les dates AMS n°32 (24.070 BP) et n°33 (26.450 BP) obtenues à partir d'un même échantillonnage au sein d'un reste de foyer gravettien (ensemble "Gr II" dans la sous-unité 6b). En l'absence de toute trace racinaire carbonisée depuis les unités sus-jacentes, la seule explication de cette différence serait un rajeunissement de l'âge n°32 causé par la persistance de fines radicelles dans les petits fragments charbonneux, et que la datation par AMS aurait mis en exergue. Cette dernière date aberrante sera négligée dans la suite de la discussion.

Au terme de cette analyse, 19 dates de la deuxième série seront finalement retenues comme utilisables pour l'établissement d'une chronologie ¹⁴C pour la séquence stratigraphique locale à Mitoc-Malu Galben.

Sélection des dates obtenues avant 1991 (première série)

L'examen du tableau 1 montre la grande dispersion des résultats au sein de la plupart des unités sédimentaires. L'exemple de la sous-unité 6b illustre particulièrement bien cette dispersion, entre 26.750 et 17.300 BP, qui suggère un rajeunissement important de plusieurs dates. Il devenait donc nécessaire de contrôler la fiabilité des dates par un examen détaillé de l'origine des échantillons et par une évaluation de leur qualité notée dans la correspondance échangée entre les archéologues et les laboratoires de datation.

Cet examen a mis en évidence l'utilité d'une sélection des dates non discutables sur la base des critères suivants. Nous avons d'abord rejeté les dates issues d'échantillons trop petits ayant donné une activité ¹⁴C trop faible pour une datation conventionnelle. Ensuite les échantillons douteux dont l'origine stratigraphique était imprécise ou encore absente des carnets de fouilles de V. Chirica ont été mis à l'écart.

De cette manière, les dates conventionnelles du laboratoire Geochron (GX) ont été écartées (n°11, 12, 13, 14, 19, 23, 24, 25, 26, 27, 37) car les échantillons étaient généralement trop petits et présentaient une trop faible teneur en ¹⁴C. Ce reproche s'adresse surtout aux échantillons n°12, 13, 19 et 23, certains d'entre eux (n°12 et 23) ne présentant aucune activité ¹⁴C. Une des causes de ces faibles teneurs en carbone datable se trouve dans la méthode d'échantillonnage du matériel sur le terrain, ce matériel constitué de "charcoal mixed with soil" ayant nécessité une séparation des fragments charbonneux de la matrice sédimentaire, trop importante, au laboratoire de Geochron (ex: report 3/12/82, GX-8503, date n°26). De plus, K. Honea lui-même rejette l'ensemble des dates GX dans son travail de 1994 (p. 127) pour des raisons de contradiction avec son système. Ainsi, les échantillons n°24, 25, 26 et 27 sont catalogués comme rajeunis par K. Honea dans ses documents de travail.

Un certain nombre de dates conventionnelles issues de Groningen (GrN) seront également repoussées pour diverses rai-

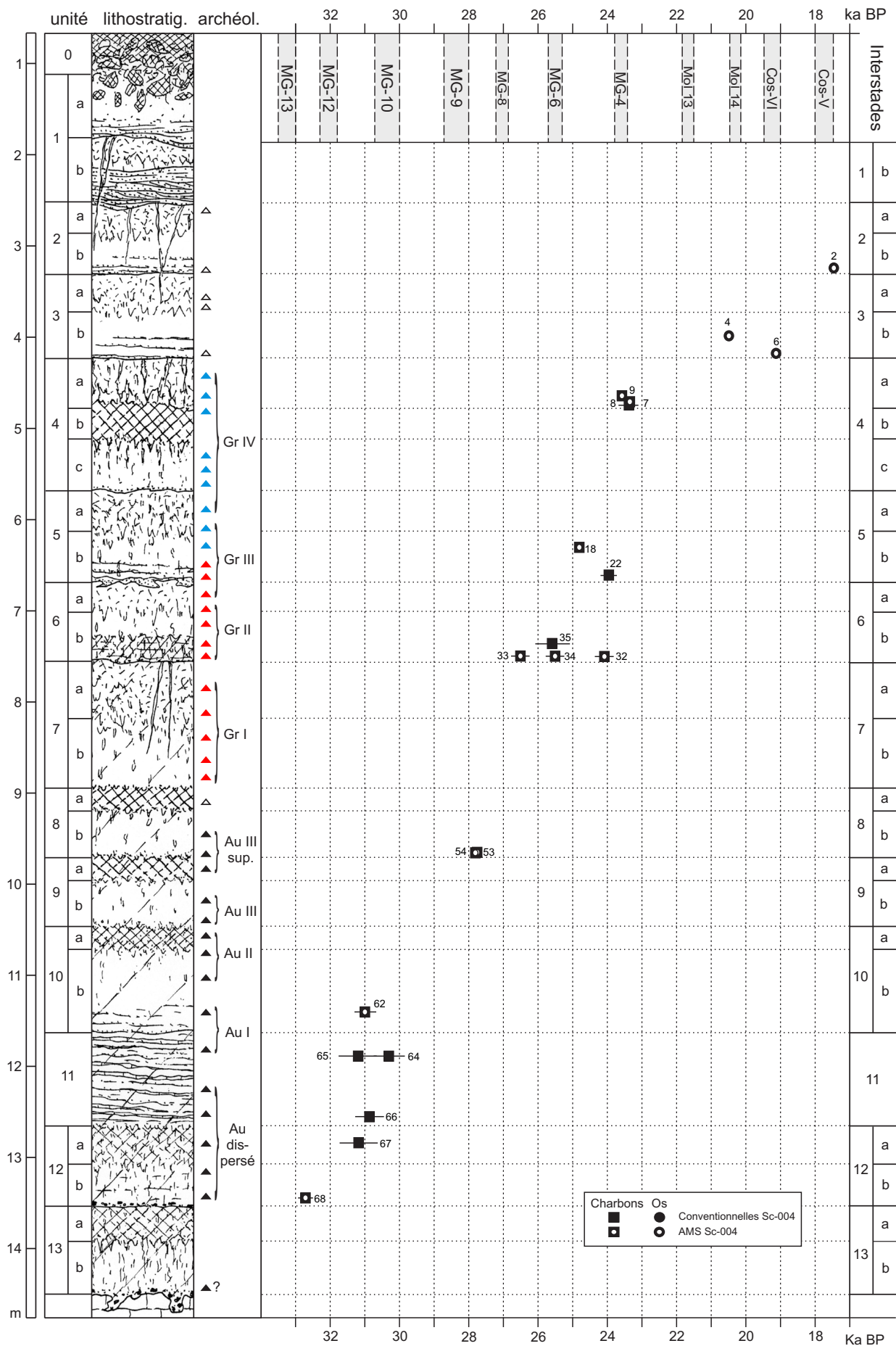


Figure 2. Mitoc-Malu Galben. Dates ¹⁴C de la deuxième série (après 1991). Distribution des dates ¹⁴C par unité sédimentaire. Mêmes conventions que sur la figure 3.

sons. Ainsi, il a été constaté qu'un doute planait sur l'origine stratigraphique de plusieurs échantillons qui ne sont pas mentionnés dans les carnets de fouilles de V. Chirica. Pour cette raison, les dates n°21, 28, 30, 31, 38, 55 et 60 ont été prudemment mises à l'écart. Une raison supplémentaire de rejeter la date n°60, avec son énorme sigma, et qui fut obtenue sur un sous-échantillon de matériel brut collecté dans la sous-unité 10b, mais non prétraité, réside dans le fait qu'un second sous-échantillon de charbon de bois, daté à Oxford, a donné la date n°61 qui est en moyenne 6.700 ans plus ancienne. Au contraire, cette dernière apparaît en assez bon accord avec la date n°62 dans la même sous-unité 10b. Il est aussi possible qu'une erreur de notation sur le premier sous-échantillon ait été à l'origine du résultat aberrant.

Par ailleurs, la date GrN minimale n°55 (> 24.000 BP) sur un reste osseux extrait en 9b est aussi rejetée pour cause de faible teneur en collagène (Mook in lit. 11/2/1986). De même, la date minimale n°20 (> 23.00 BP) sur charbon de bois extrait de la sous-unité 5b sera mise à l'écart du fait de sa pauvreté en carbone datable et de l'imprécision trop grande du résultat qui se révélera inutilisable dans la séquence locale. De plus, l'échantillon n°39 est susceptible d'avoir été permuté avec un autre (Honea in lit. Mook 11/2/1986).

Enfin, sept échantillons relativement pauvres en carbone (n°40, 50, 52, 56, 57, 63) auraient donné des résultats à la limite de fiabilité et pourraient être considérées comme *terminus ante quem* mais, à ce stade de l'analyse, il n'y a pas de raison objective de les rejeter (Mook in lit. 15/6/1988). Nous verrons plus loin comment affiner la sélection.

La validité d'à peu près toutes les dates AMS obtenues à Oxford (OxA) est reconnue bien que certains échantillons osseux fussent à la limite des teneurs en collagène acceptables pour le laboratoire à l'époque (12-15 mg/g). En particulier, les échantillons n°47 (24.800 BP) et n°48 (27.500 BP) de la sous-unité 7b proviennent d'une même mandibule d'herbivore (V. Chirica com. pers.) mais le n°47 contenait moins de collagène (7 mg/g) que le n°48 (10 mg/g) (Housley in lit. 5/8/1988). Or, une différence de 2.700 ans est constatée entre la date n°47 et la date n°48, la plus ancienne qui seule doit être retenue. Cet exemple illustre bien la variabilité des résultats de datation sur restes d'ossements suivant l'état de conservation et la partie de l'os soumise à l'analyse radiométrique.

Au terme de cette sélection, le graphe de la figure 3 présente les 25 dates de la série d'échantillons collectés avant 1991, de qualité acceptable, et pour lesquels aucun argument négatif quant à leur origine stratigraphique n'a été trouvé. L'examen de cette figure fait apparaître plusieurs phases pédosédimentaires mal ou non datées, surtout dans les parties inférieure et supérieure de la séquence (unités 3, 4, 11, 12), ainsi que diverses discordances dans les âges ^{14}C obtenus au sein plusieurs sous-unités sédimentaires (5a, 7b, 8b, 9b). Étant donné les conditions mal contrôlées des prélèvements effectués avant 1991, il était donc impératif de compléter l'échantillonnage par de nouveaux prélèvements à partir de la nouvelle séquence pédosédimentaire de P. Haesaerts (deuxième série, après 1991).

Discussion sur l'ensemble des dates retenues dans les deux séries

Afin d'affiner la discussion, les 44 dates retenues dans la première et la deuxième série (obtenues avant et après 1991) ont été réunies dans les figures 4 et 5 qui deviennent des documents de travail permettant une dernière analyse de la cohérence des dates ^{14}C et conduisent à préciser l'interprétation chronologique et chronostratigraphique du site.

L'examen de la figure 5 montre qu'une certaine dispersion des âges ^{14}C persiste si l'on considère le fait que certains résultats demeurent éloignés de la ligne évolutive générale, notamment les dates n°2 (en 2b), 6 (en 3b), 16 (en 5a), 49 (en 7b), 51 (en 8b) et 63 (en 11 sup.), ce qui pose à nouveau la question de leur signification. Celle-ci sera évaluée en fonction de la ligne chronologique générale du site dessinée par les dates jugées valides et de leur cohérence par rapport à la séquence stratigraphique, les dates retenues dans la deuxième série, réalisée après 1991, constituant un cadre de référence.

Dans la sous-unité 2b, la date n°2 (17.460 +140/-130 BP) provient d'un os dense de bonne qualité, et il demeure difficile de décider si la date obtenue est invalide. Étant d'origine stratigraphique contrôlée, elle sera considérée comme une date minimale par rapport à la date nettement plus ancienne n°1 (20.150±210 BP) obtenue sur un autre ossement et à la date n°3 (20.300±700 BP) obtenue sur charbon de bois.

Dans la sous-unité 3b, nous avons vu qu'un léger rajeunissement, notamment par des humates, pourrait avoir affecté la date du collagène de l'os n°6 (19.100±120 BP), date qui sera considérée comme minimale, tandis que la date n°4 sur andouiller de renne (20.540±110 BP) apparaît plus cohérente avec l'ensemble des dates n°3 et 1 dans les unités sus-jacentes.

Dans la sous-unité 5a, la date sur charbons de bois n°16 (27.150±750 BP) apparaît nettement trop ancienne par rapport au groupe des autres dates issues de l'unité 5 (entre 23.830 et 24.780 BP). Une explication plausible pour une différence de plus de 3000 ans par rapport à la date n°15 (23.830±330 BP) pourrait être que la date n°16 soit issue d'un reste carbonisé de bois mort collecté sur la rive du fleuve. De tels ramassages de bois - troncs, souches ou branches - remaniés de dépôts plus anciens en amont du site et transportés par le fleuve, devaient être courants au cours du Paléolithique, et surtout en période froide. La date n°16 sera donc rejetée.

En 5b, la date n°22 sur charbon de bois (23.990±250 BP) serait un peu trop jeune par rapport à la date n°18 (24.780±120 BP). D'infimes contaminations par des radicules peuvent expliquer ces phénomènes. Toutefois, à ce stade, il semble difficile de rejeter une telle date.

Dans la sous-unité 6b, la date AMS sur charbons de bois n°33 (26.450±130 BP), qui provient d'un reste de foyer gravettien, est la plus ancienne par rapport aux quatre autres dates obtenues dans la même sous-unité 6b (entre 25.540 et 26.180 BP). Toutefois, on remarquera que cette date se rapproche des

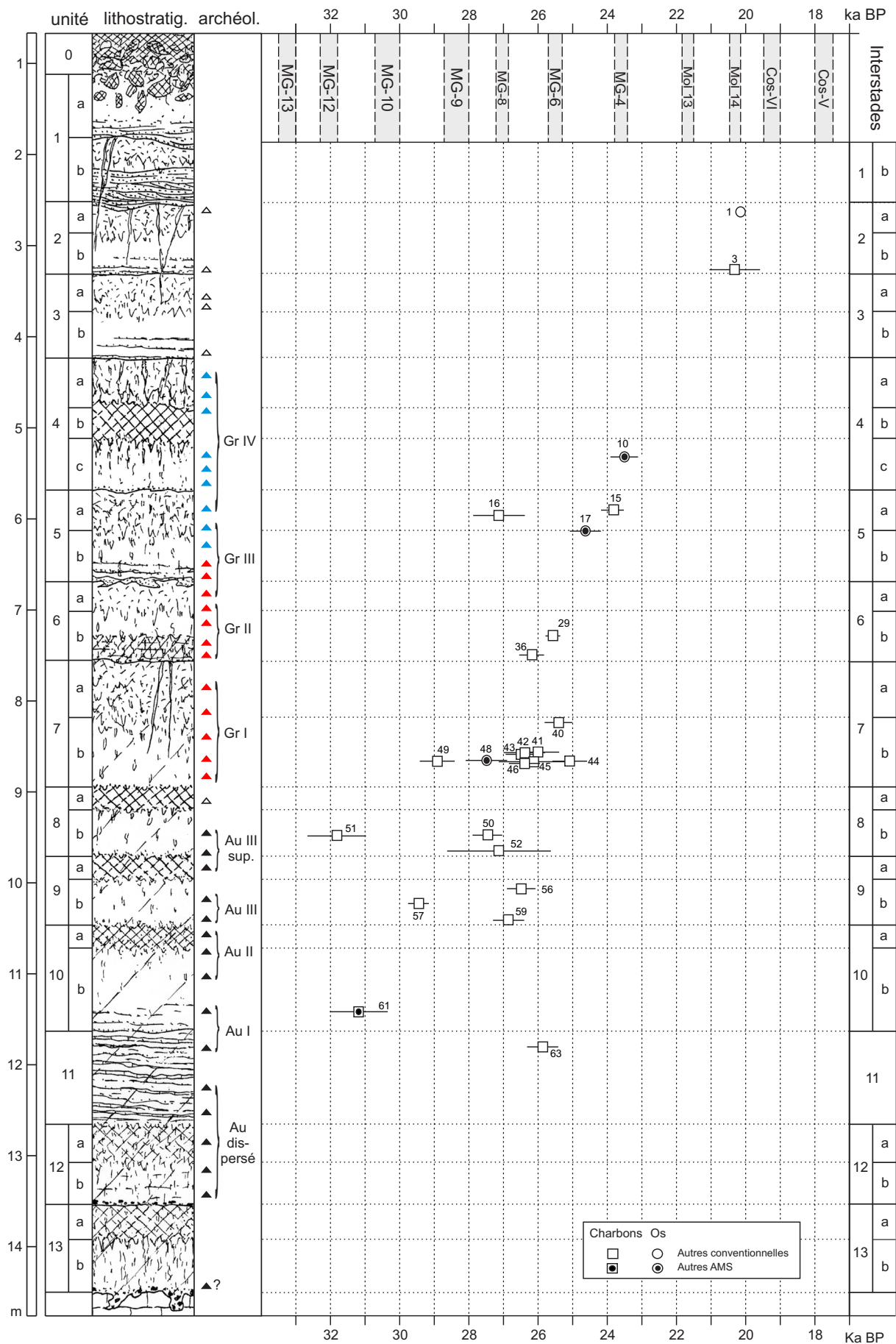
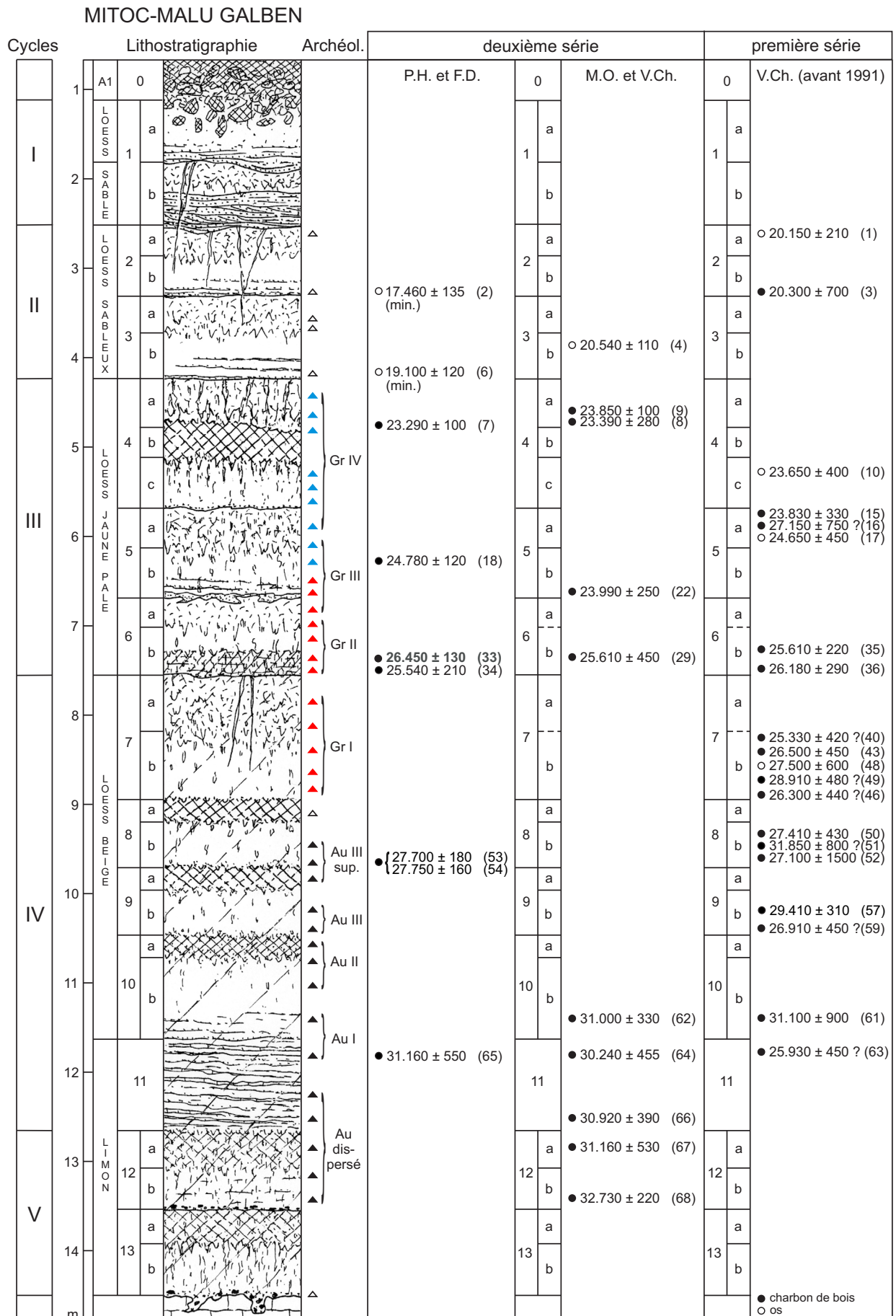


Figure 3. Mitoc-Malu Galben. Dates ¹⁴C de la première série (avant 1991). Distribution des dates ¹⁴C par unité sédimentaire. Les dates issues d'une même structure sont placées sur une même ligne. Des signes conventionnels différents ont été adoptés pour différencier les dates Sc-004 des dates antérieures ainsi que les matériaux utilisés et le type de datation.



P. Haesaerts & F. Dambon 05/2006

Figure 4. Mitoc-Malu Galben. Distribution des échantillonnages et des dates ¹⁴C dans la séquence du site. Les numéros entre parenthèses correspondent à ceux des dates dans le tableau 1 et les figures 2 à 6.

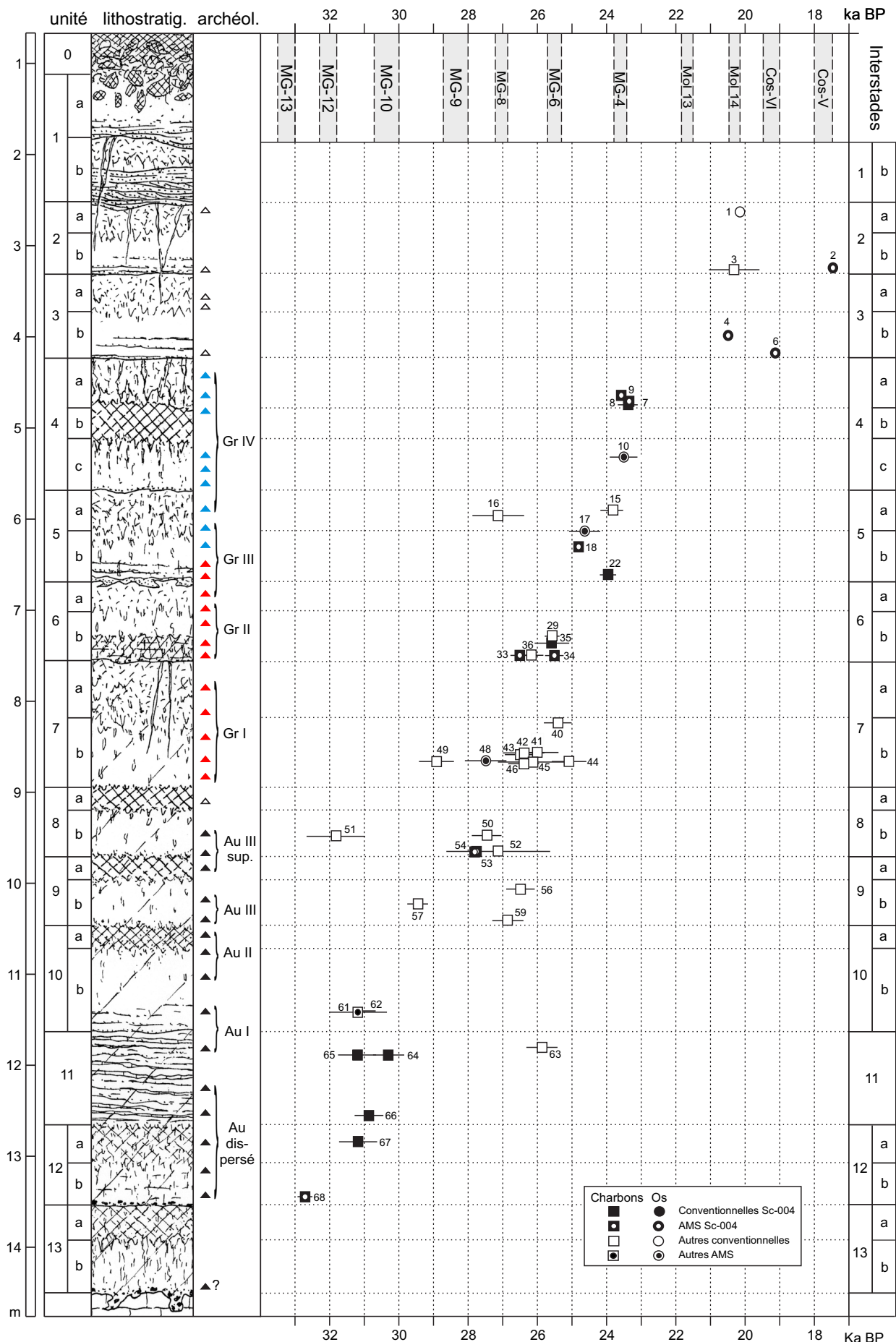


Figure 5. Mitoc-Malu Galben. Distribution des dates ¹⁴C retenues après sélection dans la première et la deuxième série, au sein de la séquence pédosédimentaire du site.

dates n°42, 43 et 46 (autour de 26.400 BP) dans la sous-unité 7b. Dans ce cas, l'âge de 26.450 BP en 6b reste plausible si l'on considère que l'occupation gravettienne a pu se poursuivre à la surface du gley de toundra en 7a, au cours de sa formation (Haesaerts ce volume). Ainsi, la distribution des dates reflète la complexité des occupations qui se sont poursuivies pendant des siècles.

Dans la sous-unité 7b, six dates sur charbons de bois sont regroupées en deux triplets (n°41, 42, 43 et 44, 45, 46) qui sont issus de deux échantillons très proches (n°MMGR 151 et 152 de V. Chirica) collectés dans la même sous-unité stratigraphique. Il semble raisonnable de retenir les âges les plus anciens de chacun des triplets (n°43: 26.500 +460/-440 BP et n°46: 26.300 +450/-430 BP). Les autres dates sont considérées comme légèrement rajeunies, sous l'influence de radicelles. En effet, il faut rappeler que les échantillons collectés avant 1991 n'ont pas subi de prétraitement, contrairement à ceux récoltés ultérieurement. Ainsi, la variabilité des résultats découle très probablement de pollutions minimales par des radicelles. Toutefois, considérant les écart-types, le recouvrement serré des six dates peut aussi découler en partie de la variabilité statistique des mesures au laboratoire. Par rapport à ces résultats et surtout par rapport aux dates en 6b, la date n°40 (25.330±420 BP) en 7b semble également quelque peu rajeunie.

La figure 5 montre encore à la base de 7b une dissociation de la date n°49 (28.910±480) sur charbon de bois, non seulement par rapport au groupe des dates précédentes en 7b, mais aussi par rapport au groupe des dates obtenues dans la sous-unité 8b sous-jacente. Il est très vraisemblable que la collecte de vieux bois par les Paléolithiques soit à l'origine du vieillissement de la date sur charbon de bois.

Dans la sous-unité 8b, les charbons de bois de l'échantillon n°51 (31.850±800 BP) ont fourni une date de 4.440 ans plus vieille que la date n°50 (27.410±430 BP) obtenue sur un autre échantillon de charbon de bois collecté dans le même carré, tandis que cette dernière date, qui se rapproche de la date n°52 (27.100±1.500 BP), semble présenter une valeur minimale. De plus les dates n°53 (27.700±180 BP) et n°54 (27.750±160 BP) issues d'un même échantillon collecté en 2004 et bien identifiées renforcent fortement cette tranche d'âges autour de 27.700-27.500 BP qui apparaît cohérente par rapport aux âges des unités adjacentes. Ici encore, la récolte de bois flottés comme source de combustible peut expliquer un apport de matériel plus ancien à l'origine de la date n°51, qui doit être rejetée. Toutefois, il ne faut pas exclure une erreur de notation de l'échantillon en cours de fouille.

Une discordance d'âges est également constatée entre les 3 dates obtenues avant 1991 pour la sous-unité 9b. Ainsi, les dates n°56 (26.530±400 BP) et 57 (29.410±310 BP) sont issues d'un même carré au même niveau inférieur de 9b tandis que la date n°59 (26.910±450 BP) provenant de la base de 9b se rapproche de la date n°56. L'examen du graphe de la figure 5 suggère que les dates n°56 et 59 ont été rajeunies par rapport aux dates de l'unité 8 sus-jacente et à la ligne chronologique qui recoupe la date n°57. Une telle différence provient

soit d'une pollution ancienne par des radicelles à partir d'un sol sus-jacent, soit d'une erreur de notation sur le terrain. Ici encore, le matériel n'a pas été soumis à la séquence de traitement mis en œuvre à l'IRSNB.

Au sein des unités inférieures 10 et 11, sept dates entre 30.240 et 32.730 BP présentent un ordonnancement relativement cohérent tandis que la date conventionnelle n°63 (25.930±450 BP) est nettement rajeunie par rapport à ce groupe et à la ligne chronologique générale. Il est clair que l'échantillon n°63, non prétraité, était contaminé par des restes radicellaires provenant de la végétation ayant colonisé l'un ou l'autre sol plus récent. Une erreur de notation sur le terrain est encore possible.

Au terme de cette analyse, il résulte que, sur les 44 dates retenues après élimination des échantillons d'origine ou de qualité douteuses, et sur le total des 68 dates réalisées, seules 33 dates sont considérées comme raisonnablement valides pour l'établissement d'une chronologie du site. Ainsi, la distribution des dates retenues au sein des unités stratigraphiques et leur succession dans la séquence de Mitoc-Malu Galben permettent d'esquisser la chronologie des dépôts lœssiques et de mieux situer dans le temps la position des principales phases d'occupations du site (fig. 6).

Discussion et conclusion

Les dates sur os et sur charbon de bois

Sur le site de Mitoc-Malu Galben, les dates sur os sont parfois décevantes à cause du mauvais état de conservation des restes d'ossements. Ainsi, les dates n°2 (en 2b) et 55 (en 9b) apparaissent nettement rajeunies par rapport aux dates n°3 et 57 obtenues sur charbon de bois dans les mêmes sous-unités (tabl. 1). D'autres dates sur os (n°6 et 10) se présentent comme quelque peu rajeunies dans le contexte chronologique général. En revanche, un résultat cohérent (24.650±450) a été obtenu sur l'ossement n°17 par rapport à la date n°18 (24.780±120) sur charbons de bois dans la sous-unité 5b supérieure, même si ceci ne préjuge pas de la validité de ces résultats dans la chronologie générale du site. Au total, les restes d'ossements ont fourni 5 dates cohérentes (n°1, 4, 10, 17, 48; fig. 7) sur les 11 obtenues (GX exceptés) et les 7 retenues après sélection (fig. 5).

Nous avons déjà mentionné la variabilité possible des résultats sur des parties plus ou moins bien conservées d'un même os (dates n°47 et 48 en 7b). Nous attribuons ce rajeunissement à la contamination du collagène des parties spongieuses des os par les humates qui ont percolé depuis les horizons sus-jacents.

Au contraire, certaines différences observées sur des lots équivalents de charbons de bois peuvent s'expliquer par la persistance dans les structures charbonneuses de restes invisibles de radicelles induisant un rajeunissement, comme il a été noté dans le reste du foyer gravettien de la sous-unité 6b inférieure (n°32 par rapport à 33). Il faut noter que, au sein de la sous-unité 9b, le rajeunissement des dates n°56 et 59

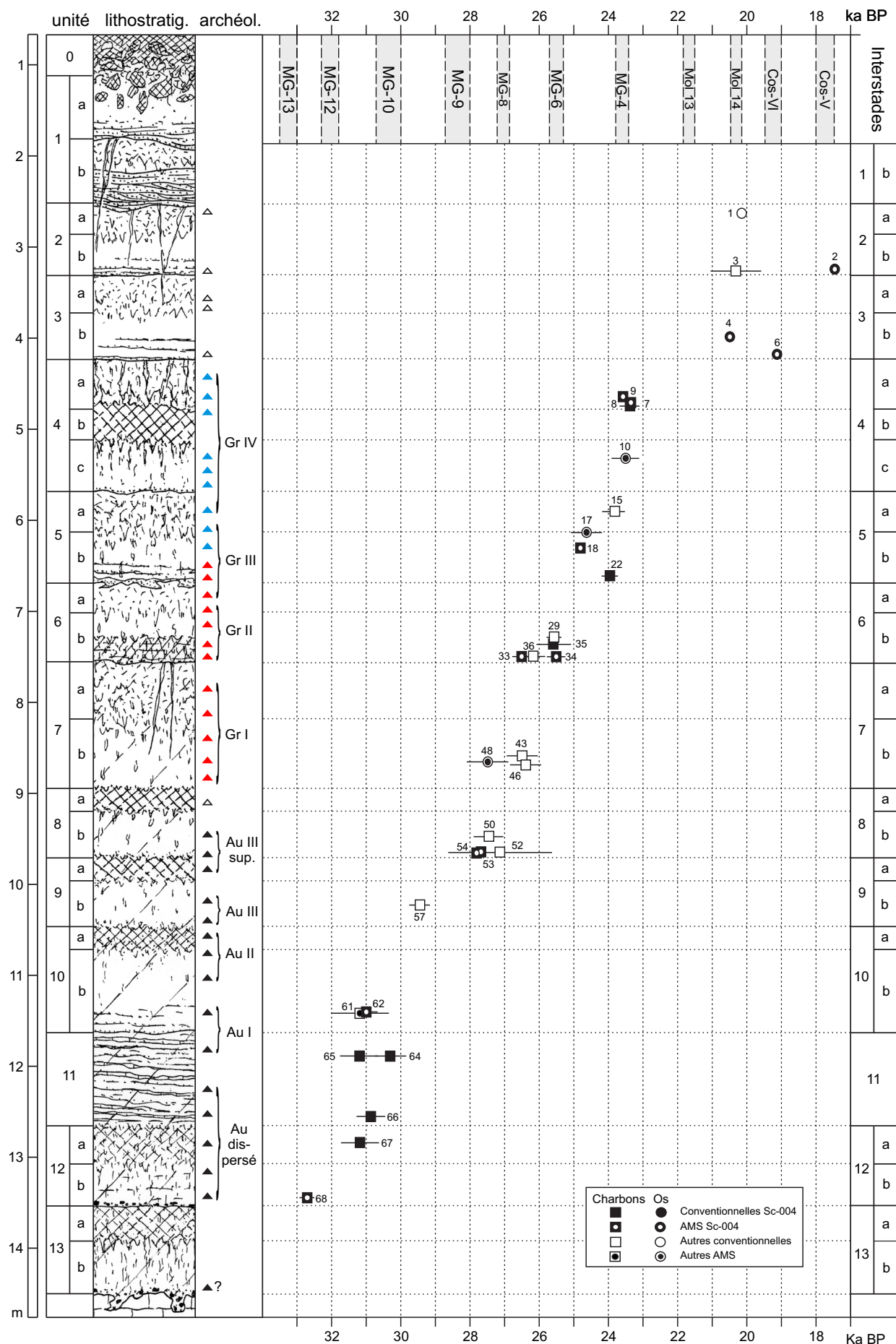


Figure 6. Mitoc-Malu Galben. Distribution des dates ¹⁴C retenues comme fiables pour l'établissement de la chronologie ¹⁴C de la séquence pédosédimentaire et des occupations paléolithiques.

est d'autant mieux marqué que les échantillons n'ont pas été soumis à un prétraitement.

Quant au vieillissement relatif des dates, observé essentiellement sur certains lots de charbons de bois, il est le plus probablement attribuable à l'utilisation par les paléolithiques de bois mort charrié par le fleuve et déposé sur la berge (dates n°16, 49, 51). La pratique de la collecte de bois flotté par les paléolithiques est un phénomène bien connu et permet parfois d'obtenir une image plus large du paléo environnement (Théry-Parisot 2001). Toutefois la prudence s'impose dans cette démarche si l'on tient compte du fait que des restes anciens de bois peuvent modifier le spectre anthracologique et l'âge ^{14}C du matériel conservé.

En conclusion de ce chapitre méthodologique, il faut insister un fois encore sur l'importance d'un contrôle strict de la qualité du matériel collecté dans un contexte stratigraphique précis. L'expérience sur le terrain et au laboratoire montre que la qualité des charbons de bois est plus aisée à vérifier grâce au nettoyage, à l'identification et à la sélection des fragments charbonneux les plus favorables aux datations. Le soin apporté au prétraitement du matériel au laboratoire est donc déterminant pour la qualité des résultats. De plus, les résultats obtenus sur charbons de bois bien identifiés et sélectionnés apparaissent nettement plus fiables que ceux obtenus sur os, à moins de disposer de restes osseux denses et homogènes. Finalement, la fiabilité du résultat doit être confrontée non seulement à d'autres dates issues d'une même couche mais aussi à celles obtenues dans les couches adjacentes, l'ensemble devant fournir une séquence chronologique cohérente. Sur une séquence de l'ampleur de celle de Mitoc-Malu Galben, cette cohérence ne peut être le fruit du hasard ou d'un concours de conditions trop favorables.

Dates AMS versus conventionnelles GPC

La question se pose de savoir si l'évaluation de la validité d'une date peut dépendre de la méthode de datation, AMS (Accelerator Mass Spectrometry) ou conventionnelle GPC (Gas Proportional Counting). Sur le site de Mitoc, rien n'indique la supériorité de l'une sur l'autre, à condition d'une part, que le matériel daté ait été bien contrôlé du point de vue

de son homogénéité et de sa qualité, et d'autre part, que les conditions de mesures au laboratoire ^{14}C aient été bien fixées et standardisées, comme c'est le cas dans les laboratoires de Groningen et d'Oxford.

Par exemple, dans la sous-unité 4a, les dates AMS GrA n°7 et 9 et la conventionnelle GrN n°8 sur charbons de bois bien sélectionnés ont fourni des résultats équivalents (entre 23.290 ± 100 et 23.850 ± 100 BP) dans la limite de leurs écarts-types (σ).

Par ailleurs, la sécurité d'une mesure en AMS peut être testée par une deuxième mesure sur le même échantillon. Ainsi, dans la sous-unité 8b inférieure, les dates AMS n°53 et 54, réalisées sur des taxons différents (*Juniperus* et *Betula*) d'un même échantillon, sont très proches (27.700 ± 180 et 27.750 ± 160 BP). La sécurité de ces dates apparaît donc très grande du fait de leur positionnement stratigraphique précis et de la qualité du matériel carbonisé bien identifié.

Ces comparaisons suggèrent que les datations AMS, très utiles pour estimer l'âge des petits échantillons, peuvent être très sensibles à la moindre contamination par du matériel organique issu de couches sus-jacentes. En d'autres termes, le risque de perturbation d'une date AMS par une contamination existe dans deux cas, d'une part la dispersion des fragments charbonneux dans une couche, une situation qui obère la possibilité de contrôle de l'homogénéité de l'échantillonnage, et d'autre part, la prise de petits échantillons hétérogènes au sein de ce qui peut apparaître comme une concentration intéressante. Dans ce cas, seul le résultat révèle une contamination.

La datation conventionnelle (en GPC) demeure donc intéressante sur des échantillons issus de concentrations homogènes telles qu'un reste de foyer (échantillon n°65 issu du foyer aurignacien dans l'unité 11) ou qu'un cluster bien délimité (échantillon n°8 en 4a). Ainsi, sur des échantillons peu pollués, la mise en jeu d'une masse plus importante de matériel carboné pour une datation conventionnelle semble plus favorable à l'obtention d'un résultat fiable suite à une diminution relative de l'influence d'éventuels contaminants sur du matériel soigneusement nettoyé et sélectionné.

Figure 1 - Situation map of the site Mitoc-Malu Galben in the Prut Basin, Romania.

Figure 2 - Mitoc-Malu Galben. Radiocarbon dates of the second series (after 1991). Distribution of the ^{14}C dates per sedimentary unit.

Figure 3 - Mitoc-Malu Galben. Radiocarbon dates of the first series (before 1991). Distribution of the ^{14}C dates per sedimentary unit. The dates from a same structure are drawn on a same line. Conventional signs different from figure 2 are used to make the difference between the Sc-004 dates and the older ones as well as in the material used and the dating process.

Figure 4 - Mitoc-Malu Galben. Distribution of sampling and of the radiocarbon dates in the sequence of the site. The numbers in brackets correspond to the dates in table 1 and figures 2 to 6.

Figure 5 - Mitoc-Malu Galben. Distribution of the radiocarbon dates selected in the first and second series from the pedosedimentary sequence of the site.

Figure 6 - Mitoc-Malu Galben. Distribution of the radiocarbon dates selected as accurate for setting up the radiocarbon chronology of the pedosedimentary sequence and the Palaeolithic occupations.