

UNIVERSITÉ DU QUÉBEC À MONTRÉAL

**THÈSE PRÉSENTÉE À
L'UNIVERSITÉ DU QUÉBEC À CHICOUTIMI
COMME EXIGENCE PARTIELLE
DU DOCTORAT EN RESSOURCES MINÉRALES
OFFERT À
L'UNIVERSITÉ DU QUÉBEC À MONTRÉAL
EN VERTU D'UN PROTOCOLE D'ENTENTE
AVEC L'UNIVERSITÉ DU QUÉBEC À CHICOUTIMI**

PAR

NAWAL BOUAB

**APPLICATION DES MÉTHODES DE DATATION
PAR LUMINESCENCE OPTIQUE
À L'ÉVOLUTION DES ENVIRONNEMENTS DÉSERTIQUES - SAHARA
OCCIDENTAL (MAROC) ET ILES CANARIES ORIENTALES (ESPAGNE)**

DÉCEMBRE 2001



Mise en garde/Advice

Afin de rendre accessible au plus grand nombre le résultat des travaux de recherche menés par ses étudiants gradués et dans l'esprit des règles qui régissent le dépôt et la diffusion des mémoires et thèses produits dans cette Institution, **l'Université du Québec à Chicoutimi (UQAC)** est fière de rendre accessible une version complète et gratuite de cette œuvre.

Motivated by a desire to make the results of its graduate students' research accessible to all, and in accordance with the rules governing the acceptance and diffusion of dissertations and theses in this Institution, the **Université du Québec à Chicoutimi (UQAC)** is proud to make a complete version of this work available at no cost to the reader.

L'auteur conserve néanmoins la propriété du droit d'auteur qui protège ce mémoire ou cette thèse. Ni le mémoire ou la thèse ni des extraits substantiels de ceux-ci ne peuvent être imprimés ou autrement reproduits sans son autorisation.

The author retains ownership of the copyright of this dissertation or thesis. Neither the dissertation or thesis, nor substantial extracts from it, may be printed or otherwise reproduced without the author's permission.

- Le désert est beau, ajouta-t-il... (Le Petit Prince)

*Et c'était vrai. J'ai toujours aimé le désert. On s'assoit sur une dune de sable.
On ne voit rien. On n'entend rien. Et cependant quelque chose rayonne en silence...*

Antoine de Saint-Exupéry

A la mémoire de mon grand-père, Haj Tahar Bouab, autodidacte à 30 ans, devenu érudit, grand philosophe, qui a poussé tous ses enfants et petits- enfants vers les études...

A mes parents, Jamila et Abdellatif Bouab, pour leur amour et leur soutien sans limite...

A mes trois bébés Yassine, Chama et Fdéla qui sont entrés dans mon cœur au cours de ce travail qu'ils ont certes ralenti, mais qui m'ont aussi donné la force de le finir...

RÉSUMÉ

Ce travail a été effectué dans le but paléoenvironnemental de dresser un cadre géochronologique aux alternances des phases arides et humides au Sahara Occidental et aux Îles Canaries Orientales. Il s'intégrait dans une étude multidisciplinaire sur les changements globaux (EPGC, Earth Processes in Global Change) menée dans le cadre du projet CLIP (Climate of the Past) sous l'égide de l'UNESCO (United Nations Educational, Scientific and Cultural Organization) et de l'IUGS (International Union of Geological Sciences).

La datation par luminescence stimulée optiquement a été appliquée aux feldspaths et aux quartz (quand ce fut possible) d'échantillons représentant les phases humides de trois coupes: Tah au Sahara Occidental, la Rosa Negra à Fuerteventura et Mala à Lanzarote. Une correction du *fading* a été appliquée aux feldspaths. Différentes méthodes inhérentes à l'OSL (additive, régénération, *Australian slide method*, SAR, SAAD et grains individuels) ont été utilisées afin de comparer les résultats pour pouvoir valider les âges obtenus en toute confiance, vu l'absence totale de contrôle chronologique.

Au Sahara Occidental, au niveau de la coupe Tah, les différentes méthodes appliquées aux feldspaths aboutissent aux mêmes âges après correction pour le *fading* et ce, pour tous les échantillons. Ces âges correspondent également à ceux obtenus sur les quartz des échantillons non saturés. On peut ainsi affirmer que la coupe Tah couvre les 110 derniers milliers d'années avec une phase humide prononcée à 105 ± 9 , 109 ± 11 ka, puis 3 autres autour de 50 ± 5 , 31 ± 3 puis 13 ± 1 ka, la dernière étant datée par ^{14}C .

Aux Îles Canaries Orientales, des difficultés d'ordre minéralogique, dues aux très fortes teneurs en carbonates et aux faibles quantités de quartz et de feldspaths, ont restreint l'application des différentes techniques. Les minéraux présents montrent des changements de sensibilité marqués, probablement à cause de leur origine volcanique récente. Seule la méthode SAR, qui a l'avantage de s'appliquer à des aliquotes uniques en corrigeant les changements de sensibilité, aboutit à des résultats fiables. Les quartz n'ont pu être datés car ils sont saturés dans les niveaux les plus anciens et absents dans les niveaux sommitaux. Une fois la correction pour le *fading* appliquée, la coupe de la Rosa Negra à Fuerteventura montre l'existence de phases humides autour de 253 ± 27 , 190 ± 30 et 147 ± 25 ka. Au niveau de la coupe Mala à Lanzarote, les échantillons de base n'ont malheureusement pu être datés car les aliquotes émettent très peu en OSL ou sont très peu reproductibles. Cependant, deux phases humides sommitales autour de 191 ± 55 et de 130 ± 11 ka se corrélaient avec les niveaux sommitaux de la coupe de la Rosa Negra ce qui suggère que les lacunes observées à la Rosa Negra ont une signification régionale.

La séquence, composée de la superposition des coupes la Rosa Negra et Mala, apparemment contemporaines, et de la coupe Tah, témoigne des variations climatiques au Sahara depuis 250 000 ans. Les différentes phases humides qui y sont représentées coïncident avec les limites des périodes interglaciaires ou interstadias déterminées par les variations des isotopes stables ($\delta^{18}\text{O}$) de carottes marines du Bassin Canarien, similaires à celles de la courbe SPECMAP. D'autre part, ces phases humides correspondent à celles enregistrées dans les travertins ou sous forme de hauts niveaux lacustres épars dans le reste du Sahara et au Sahel. A l'exception de l'épisode humide autour de 80 ka, correspondant au stade isotopique 5a dans le domaine marin, probablement érodé par la déflation éolienne, cette séquence est l'unique séquence continentale pratiquement continue couvrant plusieurs cycles climatiques dans l'environnement aride saharien.

REMERCIEMENTS

Mes premières pensées vont vers mon directeur de recherche, Monsieur Michel Lamothe, ce grand passionné de luminescence qui m'a toujours éclairée, soutenue et encouragée. Je lui reconnaitrai toujours son sens humain et sa grande patience envers une étudiante maman.

Mes remerciements s'adressent aussi aux membres du jury qui ont accepté de lire et d'évaluer ce travail: Monsieur Claude Hillaire-Marcel de l'Université du Québec à Montréal (Canada), Monsieur Didier Miallier de l'Université Blaise-Pascal (Clermont-Ferrand, France) et Madame Nicole Petit-Maire du Laboratoire de Géologie du Quaternaire (CNRS Luminy, Marseille, France).

Un grand merci à Madame Nicole Petit-Maire qui a proposé ce sujet passionnant, et à Monsieur Joaquin Meco (Universidad Las Palmas de Gran Canaria, Espagne) qui nous a fait découvrir avec tant de gentillesse ces merveilleuses coupes de son beau pays.

Je remercie Monsieur Geoffrey A.T. Duller et Madame Ann G. Wintle de l'University of Wales à Aberystwyth (UK) pour l'accès à leur appareillage de mesure OSL.

Je ne trouverai jamais les mots pour exprimer adéquatement ma gratitude envers Madame Marie Auclair pour son assistance tout au long de ces années et sa gentillesse sans borne.

J'ai grandement apprécié l'aide de Monsieur Sébastien Huot qui avec sa passion pour l'informatique a créé les macros qui ont permis de traiter les données de SAR au cours de cette dernière année, chose difficilement réalisable autrement en si peu de temps. Je le remercie pour son aide et sa gentillesse.

Je tiens à remercier Madame Michelle Laithier, géocartographe, pour tout le travail de dessin qu'elle a effectué avec tant de talent et pour sa gentillesse.

J'ai grandement apprécié l'aide logistique des autorités provinciales et municipales de Laayoune et Tarfaya ainsi que des responsables du Centre Régional de Géologie de Laayoune (Maroc). Monsieur Henry Schwarcz de l'Université McMaster (Canada) nous a prêté son spectromètre gamma de terrain. Qu'ils trouvent ici mes sincères remerciements.

Cette thèse a bénéficié de l'aide financière allouée à Monsieur Michel Lamothe par le CRSNG et de nombreux appuis financiers ponctuels (PAFARC de l'UQAM, UNESCO pour le projet CLIP, CIGAM, et bourses de l'ACDI et du Gouvernement marocain)

Mes remerciements s'adressent aussi à tout le personnel du secrétariat du Département des Sciences de la Terre et de l'Atmosphère.

Je ne pourrais clore sans remercier Amine, mon frère, pour toute son aide ainsi que Anasse mon mari, mes famille et belle famille et tous mes amis pour leur soutien et leurs encouragements tout au long de ces années.

TABLE DES MATIÈRES

RÉSUMÉ.....	iv
REMERCIEMENTS.....	vi
TABLE DES MATIÈRES.....	viii
LISTE DES FIGURES.....	xii
LISTE DES TABLEAUX.....	xix
INTRODUCTION GÉNÉRALE	1
1. Problématique.....	1
2. Objectifs spécifiques et cadre général de cette thèse	10
CHAPITRE 1 : ASPECTS MÉTHODOLOGIQUES DE CE TRAVAIL	14
1.1. Définition et principes de la méthode de luminescence optique.....	14
1.2. Préparation des échantillons	17
1.2.1. Terrain.....	17
1.2.2. Laboratoire	17
1.3. Détermination des doses annuelles	20
1.4. Appareillage utilisé.....	24
1.5. Détermination des doses équivalentes aux paléodoses	26
1.5.1. Méthode des doses additives	34
1.5.2. Techniques de la régénération et de la <i>slide</i>	37
1.5.3. Essai de grains individuels	40
1.5.4. La méthode des <i>Single Aliquot Additive Dose</i> (SAAD)	41
1.5.5. Régénération d'aliquote unique (<i>SAR=Single Aliquot Regeneration</i>)	45
1.6. Autres mesures.....	50

CHAPITRE 2: DATATION PAR LES MÉTHODES DE LUMINESCENCE OPTIQUE DE SÉDIMENTS QUATERNAIRES DE LA BORDURE DE LA SEBKHA TAH , BASSIN DE TARFAYA , SAHARA OCCIDENTAL , MAROC.....	51
2.1. Introduction.....	51
2.2. Cadre géologique.....	53
2.2.1. Situation géologique de cette séquence.....	53
2.2.2. Description de la coupe Tah.....	57
2.2.3. Échantillons destinés à la datation par luminescence optique.....	57
2.3. Méthodes de luminescence.....	58
2.3.1. Définition et principes.....	58
2.3.2. Préparation des échantillons.....	60
2.3.3. Détermination des doses annuelles.....	60
2.3.4. Appareillage utilisé.....	61
2.3.5. Détermination des doses équivalentes aux paléodoses.....	62
Méthode des doses additives.....	63
<i>Australian slide method</i>	64
Méthode des grains individuels.....	65
Régénération pour aliquote unique (SAR= <i>Single Aliquot Regeneration</i>).....	66
2.4. Résultats et discussion.....	67
2.4.1. Test de préchauffe.....	68
2.4.2. Test de <i>fading</i>	68
2.4.3. Doses annuelles.....	70
2.4.4. Doses équivalentes aux paléodoses et âges.....	70
Méthode des doses additives.....	74
<i>Australian slide method</i>	76
Méthode des grains individuels.....	80
SAR.....	80
2.5. Conclusion.....	89

CHAPITRE 3 : APPLICATION DES MÉTHODES DE LUMINESCENCE OPTIQUE À DES SÉQUENCES QUATERNAIRES CONTINENTALES DES ILES CANARIES ORIENTALES, FUERTEVENTURA ET LANZAROTE, ESPAGNE	90
3.1. Introduction.....	90
3.2. Cadre géologique.....	95
3.2.1. Cadre général.....	95
3.2.2. Description des coupes de la Rosa Negra et Mala.....	96
Coupe de la Rosa Negra.: présentation des échantillons destinés à l'OSL	99
Coupe Mala: présentation des échantillons destinés à l'OSL	101
3.3. Méthodes de luminescence	103
3.3.1. Définition et principes de la méthode de luminescence optique	103
3.3.2. Préparation des échantillons.....	105
3.3.3. Détermination des doses annuelles	106
3.3.4. Appareillage utilisé.....	107
3.3.5. Détermination des doses équivalentes aux paléodoses.....	109
Méthode des doses additives	110
Régénération pour aliquote unique (SAR= <i>Single Aliquot Regeneration</i>)	111
3.4. Résultats et discussion.....	112
3.4.1. Difficultés lors de la préparation des échantillons.....	112
3.4.2. Doses annuelles	113
3.4.3. Détermination des doses équivalentes	113
Feldspaths.....	113
Quartz.....	130
3.5. Conclusion	133

CHAPITRE 4: LES PLUVIAUX DEPUIS 250 000 ANS ENREGISTRÉS DANS DES SÉQUENCES CONTINENTALES DU SAHARA OCCIDENTAL ET DES ÎLES CANARIES ORIENTALES	135
4.1. Introduction	135
4.2. Contexte géologique et climatique	137
4.3. Méthodologie et résultats d'OSL	142
4.4. Interprétation paléoclimatique.....	144
4.5. Conclusion.....	149
CONCLUSION GÉNÉRALE	151
RÉFÉRENCES	155
ANNEXE 1	164
ANNEXE 2	195
ANNEXE 3	211
ANNEXE 4	229

LISTE DES FIGURES

INTRODUCTION

- Figure 1: Région côtière étudiée influencée par le Courant des Canaries (Canary Current - flèche noire), les *upwelling*, les alizés (*trade winds*), ainsi que les vents sahariens (tiré de Moreno *et al.*, 2001)3
- Figure 2: Géologie de Lanzarote et Fuerteventura, Iles Canaries, Espagne (tiré de Meco *et al.*, 1997) 11
- Figure 3: Les grandes unités structurales du Maroc (modifié de Piqué, 1988) 12

CHAPITRE 1

- Figure 1.1: Principes de la datation par luminescence optique. L'horloge OSL est remise à zéro par l'exposition à la lumière solaire. Dans l'environnement, le nombre d'électrons piégés croît proportionnellement à la quantité d'irradiation reçue et donc au temps qui s'écoule depuis l'enfouissement. En laboratoire, lors de la stimulation optique, la comparaison du signal naturel à celui généré par des doses artificielles connues permet de déterminer la dose équivalente (D_e) à la paléodose 16
- Figure 1.2: Protocole de traitement des échantillons pour l'obtention d'une date par luminescence optique. Toutes les étapes de préparation et de mesure de la paléodose se font dans l'obscurité afin de ne pas altérer le signal OSL 18
- Figure 1.3: Décroissance du signal IRSI de minéraux de feldspath lors de stimulations de différentes durées. Le pourcentage d'érosion correspond au pourcentage d'OSL érodé entre les 5 premiers et les 5 derniers canaux. Exemple de TH827
- Figure 1.4: Décroissance du signal GSI de minéraux de quartz lors de stimulations de différentes durées. Le pourcentage d'érosion correspond au pourcentage d'OSL érodé entre les 5 premiers et les 5 derniers canaux. Les courbes du bas sont les mêmes, présentées à une échelle différente. Exemple de TH828

Figure 1.5 : Exemples de mesures pour un test de *fading* sur l'échantillon TH8.

Le taux de décroissance du signal IRSL mesuré par décade permet de corriger les âges IRSL selon la méthode de Huntley et Lamothe (2001)30

Figure 1.6: Synthèse des différentes méthodes de détermination de la dose équivalente utilisées dans le cadre de cette étude. Les doubles encadrés représentent celles qui ont abouti à des résultats fiables33

Figure 1.7: (a) Luminescence émise par des aliquotes naturelles et irradiées lors d'une stimulation optique de 99 sec et (b) courbe de croissance qui en résulte par la méthode des doses additives (exemple des feldspaths de TH5).35

Figure 1.8: *Australian slide method*. Deux courbes de croissance sont construites, une additive (ronds) et une régénérée (losanges). La première est déplacée le long de l'axe des abscisses afin de se superposer à la courbe régénérée. La dose équivalente (D_e) correspond à la valeur de cette translation sur l'axe des abscisses. Exemple des feldspaths de TH539

Figure 1.9: Principes de la *fadia* : (A) Décroissance du rapport $L_{N+\gamma}/L_N$ (R_I) en fonction du temps écoulé depuis l'irradiation. (B) Représentation de ces mêmes rapports mesurés peu de temps après l'irradiation (t_1) en fonction de ceux mesurés en délai (t_2). Si il y a du *fading*, les rapports diminuent et les points vont s'aligner sur une droite nommée *fadia*. L'intersection de cette droite avec la ligne médiane (1:1) donnera la valeur R_I pour laquelle il n'y aurait pas de *fading* (R_I^0). Tiré de Lamothe et Auclair (1999)42

Figure 1.10: Principes de la méthode SAAD (modifié de Duller, 1991; tiré de Lamothe, 1996). Les carrés représentent les intensités IRSL mesurées après chaque cycle d'irradiation et de préchauffe. Les croix présentent un exemple de la perte du signal naturel pour chaque cycle de préchauffe. Les losanges représentent les intensités IRSL corrigées d'après l'observation de l'érosion du signal pour chaque cycle de préchauffe. La paléodose est extrapolée à partir des valeurs corrigées43

Figure 1.11: Protocole de mesures pour la méthode de régénération pour aliquote unique (SAR)	46
--	----

Figure 1.12: Comparaison de l'intensité du signal IRSL d'une aliquote naturelle de feldspath avec celles obtenues après différents lessivages (bleach) de la même aliquote. Les courbes du bas sont présentées à une échelle différente et montrent l'efficacité des deux types de lessivage.....	47
---	----

CHAPITRE 2

Figure 2.1 : Carte de localisation de la coupe Tah (modifié de Ballouche <i>et al.</i> , 1995).....	54
---	----

Figure 2.2: Coupe Tah. Les lettres et chiffres correspondent aux échantillons destinés à la datation par luminescence optique (exemple: TH6).	56
---	----

Figure 2.3: Résultats d'un test de préchauffe montrant la décroissance et la stabilisation du rapport $L_{(N+Gamma)}/L_N$ en fonction des heures de préchauffe à 160°C; exemple de l'échantillon TH4. Ce rapport pour une préchauffe à 220°C 10 minutes du même échantillon est aussi indiqué pour comparaison	69
--	----

Figure 2.4: Courbe de croissance de feldspaths de la dune vive TH0. Méthode des doses additives. La dose équivalente nulle confirme la bonne remise à zéro	75
--	----

Figure 2.5: Courbe de croissance de quartz. Méthode des doses additives montrant une mauvaise reproductibilité. Les aliquotes naturelles et irradiées, lessivées sous la lampe solaire 24 heures puis préchauffées (carrés) ne montrent pas de transfert thermique significatif. Exemple de TH5	77
---	----

Figure 2.6: Courbe de croissance de feldspaths. Méthode des doses additives. Les aliquotes naturelles et irradiées, lessivées sous la lampe solaire 23 heures puis préchauffées (carrés) ne montrent pas de transfert thermique significatif. Exemple de TH8	78
--	----

Figure 2.7: Courbe de croissance représentant la bonne reproductibilité obtenue par l'*Australian slide method*. (Exemple de coupelles de 5 mg de feldspaths de TH3₀). La courbe additive (ronds) a été déplacée le long de l'axe des abscisses selon la valeur de la dose équivalente afin de se superposer à la courbe régénérée (losanges). Le lessivage est de 72 heures. La courbure initiale de la dose additive (inférieure à la naturelle) est ajustée si nécessaire à celle de la dose régénérée 79

Figure 2.8: Méthode des grains individuels. (a) Histogramme des valeurs des rapports Naturel / Régénéré (Échantillons TH8 et TH3₀) (b) Graphe de *fadia* (R_I en délai vs R_I prompt). La ligne *fadia* ne peut être tracée en raison de la dispersion des points..... 81

Figure 2.9: Exemples de courbes de croissance obtenues lors des SAR de feldspaths pour une aliquote de chaque échantillon (Les valeurs moyennes des doses équivalentes de toutes les aliquotes ($n=16$ ou $n=4$) se retrouvent dans le tableau 2.2). Le rapport de la luminescence émise après une dose (L_D) sur la luminescence émise après la dose test de 10 Gy (L_{Dt}) du même cycle est représenté en fonction de la dose régénérée..... 82

Figure 2.10: Histogrammes de fréquence représentant les doses équivalentes obtenues sur les SAR des différentes aliquotes ($n=16$ - Exemple de TH8 et de TH3₀) 84

Figure 2.11: Histogrammes de fréquence représentant les rapports $(L_D/L_{Dt})_{\text{premier recyclage}} / (L_D/L_{Dt})_{\text{première lecture}}$ pour les 16 aliquotes des SAR des échantillons TH8 et TH3₀..... 85

Figure 2.12: SAR sur les quartz de l'échantillon TH8. Tests de plateau montrant la variation des doses équivalentes obtenues en fonction des températures de préchauffe. Deux durées de préchauffe ont été utilisées, les données du 60 secondes sont décalées vers la droite pour plus de clarté..... 86

Figure 2.13: Coupe Tah et âges OSL correspondants..... 88

CHAPITRE 3

Figure 3.1: Localisation des coupes la Rosa Negra et Mala, Iles Canaries orientales, Espagne.....	94
Figure 3.2: Coupe la Rosa Negra montrant la position des échantillons OSL (cette étude), la faune et les âges ^{14}C (Meco <i>et al.</i> , 1997), et les pourcentages en carbonates, la granulométrie et la composition des argiles (d'après Damnati <i>et al.</i> , 1996). (G : <i>Theba geminata</i> , M : <i>Monilearia lancerottensis</i> , A : <i>Theba pisana cf arietina</i> , R : <i>Rumina decollata</i> , S : <i>Hemicycla sarcostoma</i> et n : nid d'hyménoptères).....	97
Figure 3.3: Coupe Mala montrant la position des échantillons OSL (cette étude), les pourcentages en carbonates, la granulométrie et la composition des argiles (d'après Damnati, 1997)et la faune (Meco <i>et al.</i> , 1997). (G : <i>Theba geminata</i> , R : <i>Rumina decollata</i> , S : <i>Hemicycla sarcostoma</i> , L : <i>Pomatias laevigatum</i> , I : <i>Theba impugnata</i> et n : nid d'hyménoptères)	98
Figure 3.4: Succession stratigraphique de la coupe la Rosa Negra, Fuerteventura, Iles Canaries. Les lettres et chiffres correspondent aux échantillons destinés à la datation par luminescence optique (exemple: RNE5). Les unités sont discutées dans le texte	100
Figure 3.5 : Succession stratigraphique de la Coupe Mala, Lanzarote, Iles Canaries. Les lettres et chiffres correspondent aux échantillons destinés à la datation par luminescence optique (exemple: LMC4)	102
Figure 3.6: Représentation des deux facteurs de normalisation obtenus pour chaque aliquote de l'échantillon RND4. Les aliquotes dont les facteurs de normalisation divergent seraient ceux pour qui il y a eu des changements de sensibilité. Quelques exemples sont montrés par les flèches	116

- Figure 3.7: Courbe de croissance par la méthode des doses additives de feldspaths de l'échantillon RND4 illustrant les problèmes de sensibilité et la mauvaise reproductibilité. Normalisation au naturel. Les aliquotes montrant un changement de sensibilité (cf fig. 3.6) ont été éliminés..... 117
- Figure 3.8: Courbes de croissance par la méthode des doses additives de feldspaths de l'échantillon RNB1. (a) Normalisation au naturel, (b) normalisation après dose..... 118
- Figure 3.9: Courbe de croissance par la méthode des doses additives de feldspaths de l'échantillon RNC3. Normalisation au naturel..... 119
- Figure 3.10: Courbe de croissance par la méthode des doses additives de feldspaths de l'échantillon LMA1. Normalisation après dose. 120
- Figure 3.11 : Méthode des doses additives appliquée à la fraction de densité supérieure à 2.58 g/cm^3 de l'échantillon LMB3. Stimulation infrarouge et détection dans le bleu (a, b, c; 325–470 nm) et dans le vert (d; 425–700 nm). Les doses équivalentes sont inscrites à titre indicatif seulement 121
- Figure 3.12: Méthode des doses additives appliquée à la fraction de densité supérieure à 2.58 g/cm^3 de l'échantillon LMB3. Stimulation au xénon (GSL). Les doses équivalentes sont inscrites à titre indicatif seulement. 123
- Figure 3.13: Exemples de courbes de croissance obtenues lors des SAR de feldspaths pour une aliquote de chaque échantillon de la coupe la Rosa Negra. Les valeurs moyennes des doses équivalentes de toutes les aliquotes ($n=16$) se retrouvent dans le tableau 3.2)..... 124
- Figure 3.14: Exemples de courbes de croissance obtenues lors des SAR de feldspaths pour une aliquote des échantillons de la coupe Mala. Les valeurs moyennes des doses équivalentes de toutes les aliquotes (LMC4 $n=16$, LMB3 $n=14$) se retrouvent dans le tableau 3.2. Les cercles creux représentent un recyclage mesuré 1000 heures après l'irradiation et ne sont pas considérés lors de la détermination de la dose équivalente..... 125

Figure 3.15: Histogrammes de fréquence représentant les rapports $(L_D/L_{Dt})_{\text{premier recyclage}} / (L_D/L_{Dt})_{\text{première lecture}}$ pour les différentes aliquotes des SAR des échantillons des coupes de La Rosa Negra et Mala	126
Figure 3.16: Histogrammes de fréquence représentant les doses équivalentes obtenues sur les SAR des différentes aliquotes des échantillons de la coupe La Rosa Negra.....	128
Figure 3.17: Histogrammes de fréquence représentant les doses équivalentes obtenues sur les SAR des différentes aliquotes des échantillons de la coupe Mala.....	129
Figure 3.18: Coupe La Rosa Negra et âges OSL correspondants.....	131
Figure 3.19: Coupe Mala et âges OSL correspondants.....	132

CHAPITRE 4

Figure 4.1: Localisation des coupes étudiées (Tah au Maroc, Mala à Lanzarote et la Rosa Negra à Fuerteventura, Iles Canaries orientales).....	138
Figure 4.2: Corrélations des séquences étudiées avec des données stratigraphiques marines et continentales régionales.....	146

LISTE DES TABLEAUX

CHAPITRE 1

Tableau 1.1: Exemple d'application de la correction pour le fading selon la méthode élaborée par Huntley et Lamothe (2001) pour l'échantillon TH8	32
---	----

CHAPITRE 2

Tableau 2.1: Paramètres dosimétriques et doses annuelles des échantillons de la coupe Tah, Maroc	71
--	----

Tableau 2.2: Synthèse des doses annuelles, des paléodoses obtenues par les différentes méthodes en luminescence et des âges pour les échantillons de la coupe Tah, Maroc	72
--	----

Tableau 2.3: Tableau récapitulatif des âges OSL mesurés et corrigés sur les feldspath et les quartz de la coupe Tah	73
---	----

CHAPITRE 3

Tableau 3.1: Paramètres dosimétriques et doses annuelles des échantillons des coupes la Rosa Negra (RN) et Mala (LM), Iles Canaries, Espagne	114
--	-----

Tableau 3.2: Synthèse des âges OSL mesurés par la méthode SAR sur les échantillons de feldspath des Iles Canaries et âges corrigés pour le <i>fading</i>	127
--	-----

CHAPITRE 4

Tableau 4.1: Tableau récapitulatif des âges OSL mesurés et corrigés pour le <i>fading</i> , des coupes de Tah (Maroc), la Rosa Negra et Mala (Iles Canaries)	143
--	-----

INTRODUCTION GÉNÉRALE

1. Problématique

D'après une reconstitution générale à l'échelle du globe (Sarnthein, 1978), la ceinture du Tropique du Cancer a enregistré au Quaternaire récent des périodes très arides pendant lesquelles la couverture en sables éoliens mobiles atteignait de grandes superficies. Depuis le dernier maximum glaciaire, il semblerait que la partie africaine, c'est à dire le Sahara, soit celle qui ait connu les plus grandes expansions. Ces changements environnementaux en zone continentale subtropicale sont le résultat de variations climatiques régionales qui pourraient être liées à des changements plus globaux. Il semblerait qu'il y ait un lien, peut-être sans synchronisme parfait, entre ce qui se passe dans les régions polaires et ce qui se passe en zone tropicale.

De nombreuses études paléoclimatiques et paléohydrologiques ont été entreprises au Sahara. Contrairement au domaine marin, où les enregistrements sont en majorité continus, le domaine continental présente des discontinuités aussi bien spatiales que temporelles ce qui constitue une grande difficulté d'interprétation et de corrélation. La grande majorité des études paléoclimatiques ont eu lieu dans les régions du Sahara Oriental et Central ainsi que dans les zones méridionales, en bordure du Sahel. Au Sahara Occidental, certains dépôts de

lacs du Sud algérien (e.g. Causse *et al.*, 1988) ou du Nord du Mali (e.g. Hillaire-Marcel *et al.*, 1983) ont été datés par la méthode des déséquilibres uranium/thorium (U/Th) dans un but de reconstitution paléoclimatique mais la partie d'extrême Nord-Ouest, soit le Bassin de Tarfaya, n'a pas été étudiée dans cette optique. Les géographes Choubert *et al.* (1966) et Lecoître (1966) ont effectué un travail descriptif du Bassin côtier de Tarfaya (27-28°N ; 12-13°O). Les formations plio-quaternaires du littoral ont été étudiées par Ortlieb (1975). Quelques tentatives de reconstitution paléoclimatique continentale ont été proposées mais les limites d'utilisation du radiocarbone ont restreint les travaux (Petit-Maire, 1987). Les variations climatiques continentales du Sud marocain sont en fait inconnues et non déductibles par simple analogie, puisqu'on remarque que les enregistrements sahariens des différents cycles climatiques, bien que concordants, ne sont pas tout à fait synchrones d'Est en Ouest (Lézine et Casanova, 1991; Petit-Maire, 1992). Ils répondent non seulement à des phénomènes globaux mais également à des conditions altitudinales ou latitudinales sans oublier la possibilité d'une forte influence côtière. Or, le bassin de Tarfaya est particulièrement intéressant car cette zone côtière atlantique est très certainement influencée par les changements des circulations océaniques dont celles du Courant des Canaries qui a fluctué au cours du Quaternaire (Petit-Maire, 1980; Meco *et al.*, 1992 ; Zazo *et al.*, 1993) et celles des remontées d'eaux profondes ou *upwelling* (Van Zinderen Bakker, 1982 ; Rognon *et al.*, 1989 ; Marret, 1994 ; Marret et Turon, 1994). Cette zone côtière est d'ailleurs soumise à de fortes variations de régimes éoliens (Sarnthein, 1981). Ceci donne un caractère particulier à cette région qui se distinguerait du reste du Sahara (Figure 1).

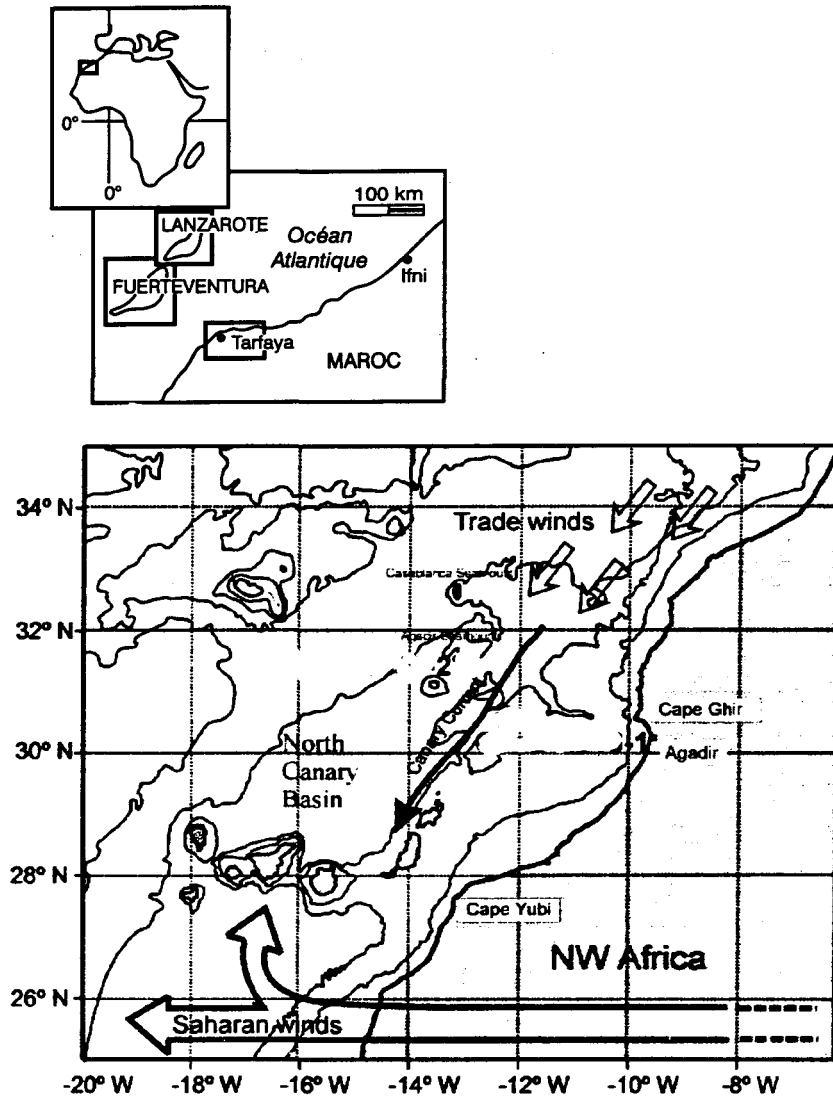


Figure 1: Région côtière étudiée influencée par le Courant des Canaries (Canary Current - flèche noire), les *upwelling*, les alizés (*trade winds*), ainsi que les vents sahariens (tiré de Moreno *et al.*, 2001)

De plus, elle est à la limite des zones saharienne et méditerranéenne marocaines (White, 1983). Sa position à la frontière d'une zone phytobioclimatique la rend témoin de toute fluctuation de cette limite. Ceci nourrit l'espoir qu'il puisse exister un enregistrement des moindres variations climatiques qui ont eu lieu dans cette région.

À peu près à la même latitude, à une centaine de kilomètres à l'Ouest des côtes du Sahara, les Iles Canaries Orientales, soit les îles de Fuerteventura et Lanzarote, présentent également des caractéristiques sahariennes avec des précipitations ne dépassant pas les 100 mm/an.

Cette étude a pour objectif initial la reconstitution paléoclimatique comparée de ces deux régions, l'une franchement saharienne et l'autre déjà de transition.

Le bassin de Tarfaya, à substratum marneux crétacé, est recouvert par une série carbonatée subhorizontale en majorité biodétritique, épaisse de 10 à 15 mètres, et qui s'étend sur des dizaines de kilomètres carrés. A sa partie sommitale, le développement d'une calcrète lui confère le nom de « Dalle Moghrébienne ». Cette attribution au Moghrébien (Plio-Pléistocène) est basée sur des comparaisons lithologiques et paléontologiques (Choubert *et al.*, 1966 ; Lecoître, 1966, Riser, 1995) et quelques déterminations palynologiques (Ballouche, 1987). Cette « horizontalité » à perte de vue n'est qu'une impression car un ensemble de sebkhas de différentes tailles (quelques centaines de mètres à plusieurs kilomètres) est creusé dans cette dalle carbonatée. Ce sont de grandes dépressions à fond plat et à bordures abruptes dont la profondeur peut atteindre 100 mètres. On observe des sebkhas littorales ainsi que des sebkhas continentales. La plus grande de ces dernières est la Sebkha Tah qui mesure environ 40 sur 13 km.

La région semble avoir été toujours fortement soumise aux vents (Sarnthein, 1981), notamment les actuels alizés (NNE-SSO). Ainsi, la dalle moghrébienne est pratiquement entièrement dénudée. À l'exception de quelques ensembles dunaires modernes, essentiellement côtiers, de même direction que les alizés, aucun dépôt quaternaire n'est maintenu à sa surface. Cependant les sebkhas servent de pièges à sédiments. Ainsi, la Sebkha Lahmira relativement de petite taille et située non loin de la côte, est pratiquement comblée de sables modernes. Quelques langues de cordons dunaires actuels plongent à la bordure nord de la Sebkha Tah.

Dans les sebkhas Lahmira et Tisfourine, des replats à sédimentation relativement grossière, qui semblent être des paléo-plages ont été observés. Des sites archéologiques existent en bordure de plusieurs de ces sebkhas. Ce sont des témoins de périodes plus humides pendant lesquelles ces sebkhas auraient inondées. Ces conditions plus clémentes auraient ainsi permis l'occupation humaine.

La sebkha Tah est particulièrement intéressante car, en sa bordure ouest, une série de dépôts sableux essentiellement dunaires plus anciens y a été piégée. Bien que ces accumulations aient été ravinées par des écoulements de chenaux et fortement soumises à la déflation éolienne, des lambeaux préservés montrent une intercalation de paléosols peu développés. Leur léger encroûtement, la présence de coquilles de gastéropodes (e.g. *Rumina decollata*) plus ou moins préservées et quelques racines encroûtées, témoignent de périodes d'immobilisation de ces sables. Ces gastéropodes terrestres, bien que xérophiles, sont associés à des périodes relativement humides pendant lesquelles une faible végétation aurait pu fixer ces dunes de sable. La datation de ces cycles d'aggradation et

d'immobilisation permettrait d'établir un cadre chronologique, pour la succession des cycles aride-humide de cette région du Sahara Occidental. Des coquilles de gastéropodes des paléosols de Tah ont été datés au ^{14}C . À l'exception d'un niveau de 12.5-13.5 ka B.P. (Petit-Maire, 1987; Petit-Maire, 1992), toutes les datations ont donné un âge radiocarbone autour de 30 ka B.P. (N. Petit-Maire, communication personnelle, Ballouche *et al.*, 1995). La limite du ^{14}C semble avoir été atteinte et aucune attribution géochronologique de ces dépôts n'a été faite. De plus, aucune datation U/Th n'a été effectuée. D'ailleurs, dans ce type d'environnement, l'ouverture du système radioactif pose souvent des problèmes avec cette méthode (Ghaleb *et al.*, 1990 ; Hillaire-Marcel *et al.*, 1990). L'application des déséquilibres U/Th sur les coquilles de gastéropodes terrestres ne pouvant être effectuée en raison de leur piteux état de conservation, l'utilisation d'une autre méthode de datation s'est révélée nécessaire.

Dans l'île de Lanzarote, un essai de reconstitution paléoclimatique continentale a été fait par Hillaire-Marcel *et al.* en 1995. À Fuerteventura, quelques études paléoclimatiques faites à partir de l'étude de dépôts continentaux ont été entreprises depuis un peu plus d'une décennie. Par exemple, les datations au radiocarbone de coquilles de paléosols ont donné un âge de 9800 ± 140 BP à Jandia dans le Sud de Fuerteventura, un autre de 15000 ± 200 BP à Corralejo au Nord-Est de l'île et deux autres de 23000 ± 550 et ≥ 30000 BP sur des coupes des Oueds Pozo Negro et El Quemado (Petit-Maire *et al.*, 1986). Le niveau fossilifère d'environ 23 ka d'El Quemado surmonterait, d'après ces mêmes auteurs, une coulée datée de 51 ka par thermoluminescence d'un sable rouge recueilli sous la lave, au contact thermométamorphisé (Pomel *et al.*, 1985). Rognon *et al.* (1989) ont daté des restes

biologiques du Massif de Jandia. Ils concluent qu'une période aride, froide et venteuse existait vers 18-20 ka et que la présence de nombreux ossements d'espèces d'oiseaux marins suggérerait un milieu marin poissonneux lié à une plus grande intensité des *upwelling*. Des conditions plus humides seraient apparues vers 13-14 ka et se seraient maintenues durant tout l'Holocène. Tous ces âges ont été obtenus sur des paléosols isolés et non sur des coupes enregistrant plusieurs cycles climatiques. Il est connu que les corrélations continentales sont très difficiles à valider et la confirmation d'un âge par telle ou telle coulée volcanique pourrait être hasardeuse étant donné les nombreuses éruptions qui ont eu lieu dans ces îles et la difficulté de suivre chaque coulée sur toute son étendue. Les paléosols les plus anciens sont datés de 30 ka ou plus ce qui leur donne évidemment une attribution géochronologique non significative.

Des carrières creusées dans des dunes de sable des deux îles ont révélé des alternances d'éolianites et d'au moins 4 à 5 niveaux riches en coquilles de gastéropodes avec entre autres *Rumina decollata* et des *Helicidae*. On observe à ces mêmes niveaux des concentrations parfois spectaculaires de concrétions carbonatées qui ont été identifiées comme étant des nids calcifiés d'Hyménoptères (*Anthophora*), abeilles se regroupant en colonies mais à nids solitaires (Baccalado Aranega *et al.*, 1984 cité dans Petit-Maire *et al.*, 1986). Comme à Tah, ces paléosols ne sont pas extrêmement développés mais ces vestiges d'êtres vivants témoignent de périodes plus humides tandis que les éolianites reflètent des périodes plus arides. Dans un but paléoclimatique, une étude multidisciplinaire sur les changements globaux (EPGC, Earth Processes in Global Change) menée dans le cadre du projet CLIP (Climate of the Past) sous l'égide de l'UNESCO (United Nations

Educational, Scientific and Cultural Organization) et de l'IUGS (International Union of Geological Sciences) a été entreprise sur plusieurs successions de ce type.

Aux Iles Canaries, l'intérêt porte surtout sur deux coupes, l'une à Fuerteventura non loin de Lajarès, dans la carrière de la Rosa Negra (puissance = 9 m) et l'autre à Lanzarote dans une carrière près de Mala (puissance = 22 m). Quelques résultats ont été publiés, notamment des reconstitutions paléoclimatiques basées sur les assemblages de minéraux argileux dans les sols de la Rosa Negra avec 3 dates ^{14}C classiques de 32.5 ± 1.2 , > 33.8 et 28.4 ± 0.6 ka BP (Damnati *et al.*, 1996) ainsi que ceux de Mala (Damnati, 1997) qui outrepassent les limites du radiocarbone classique.

La datation au radiocarbone est souvent limitée par sa durée de recouvrement ainsi que par le fait que les coquilles sont souvent mal préservées et friables. Le risque de contamination des carbonates par addition de carbone récent est présent.

A Lanzarote, Hillaire-Marcel *et al.* (1995) ont daté des escargots terrestres de 7 paléosols superposés affleurant sur la rive escarpée d'un ruisseau sec situé à environ 10 km au Nord de Arrecife. Ils ont essentiellement employé la méthode de datation par les déséquilibres U/Th en utilisant la technique de spectrométrie de masse par ionisation thermique (TIMS). Les méthodes des acides aminés et du ^{14}C ont également été utilisées. D'après les rapports d'allo/isleucine, ils concluent que la majorité de ces paléosols correspondent à l'épisode pluvial du Würm Moyen. Des âges apparents ^{14}C (AMS) confirment cette interprétation puisque les 6 paléosols inférieurs varient de 41 à 34 ka BP ; le septième a été daté de 27 ka BP. Avec la méthode U/Th, les trois paléosols inférieurs donnent un âge de 40 ka tandis que les autres donnent un âge de 30 ka. Ces âges similaires

à ceux obtenus par les acides aminés et le radiocarbone sont soutenus par le fait que des conditions arides subséquentes au Würm Moyen, auraient permis la fermeture du système radioactif et par conséquent l'obtention d'âges fiables. Le risque est que ces paléosols soient en fait plus anciens et que des conditions humides, entre autres celles du Würm Moyen, aient engendré des âges similaires aux coquilles des différents paléosols par une ouverture du système.

Ainsi, à l'exception de certains paléosols récents (environ 9, 15, 23 et 28 ka), tous les paléosols de ces îles ont datés entre 30 et 40 ka. Il nous semble étrange que des séries éoliennes de 10 mètres ou plus, avec 5 à 7 paléosols appartiennent entièrement à un même épisode climatique. Les dépôts côtiers de ces îles ont enregistré des périodes à faune chaude équatoriale (e.g. *Strombus bubonius* au stade 5; Meco *et al.*, 1992 ; Zazo *et al.*, 1993). Bien qu'une très forte érosion ou un manque de source de matériel puissent être une explication du manque d'enregistrements climatiques continentaux, il semblerait que les phénomènes côtiers auraient pu affecter la séquence continentale de ces îles, somme toute de faible superficie.

L'utilisation d'une autre technique de datation de ces cycles d'aggradation et d'immobilisation éolienne était nécessaire pour préciser le cadre chronologique des variations climatiques enregistrées dans ces puissantes séries continentales des Iles Canaries.

2. Objectifs spécifiques et cadre général de cette thèse

Pour pallier ces problèmes de datations des enregistrements climatiques continentaux du Quaternaire de la région de Tarfaya et pour préciser les datations effectuées aux Iles Canaries, notamment celles des dépôts plus anciens que 25 ka BP, on s'est proposé, dans le cadre de cette thèse, de dater les cycles aride-humide observés par la méthode de luminescence optique (OSL : Optically Stimulated Luminescence) qui s'applique directement aux grains détritiques ubiquistes tels que les quartz et les feldspaths. Les objectifs initiaux de ce doctorat étaient donc d'établir un cadre géochronologique des variations climatiques quaternaires de cette région.

De nombreuses difficultés ont été cependant rencontrées, entre autres des problèmes de rareté de matériel datable extrait des échantillons, et surtout de problèmes de mauvaise reproductibilité des résultats surtout pour les échantillons des Iles Canaries. En effet, les Iles Canaries sont des îles à substratum essentiellement volcanique basaltique, pauvre en quartz et en feldspaths potassiques (Figure 2). Hormis leurs hautes teneurs en carbonates, les sédiments du Bassin Côtier de Tarfaya situés non loin de la chaîne atlasique et des roches précambriennes du Craton ouest-africain (Figure 3), sont plus riches en quartz et en feldspaths potassiques. N'ayant pas de contrôle géochronologique sûr pour les sites datés, il s'est avéré nécessaire d'utiliser plusieurs méthodes de luminescence et de les appliquer à la fois aux quartz et aux feldspaths pour que nos datations soient fiables. Les aspects méthodologiques de ce travail sont tout d'abord présentés au chapitre 1. Une revue

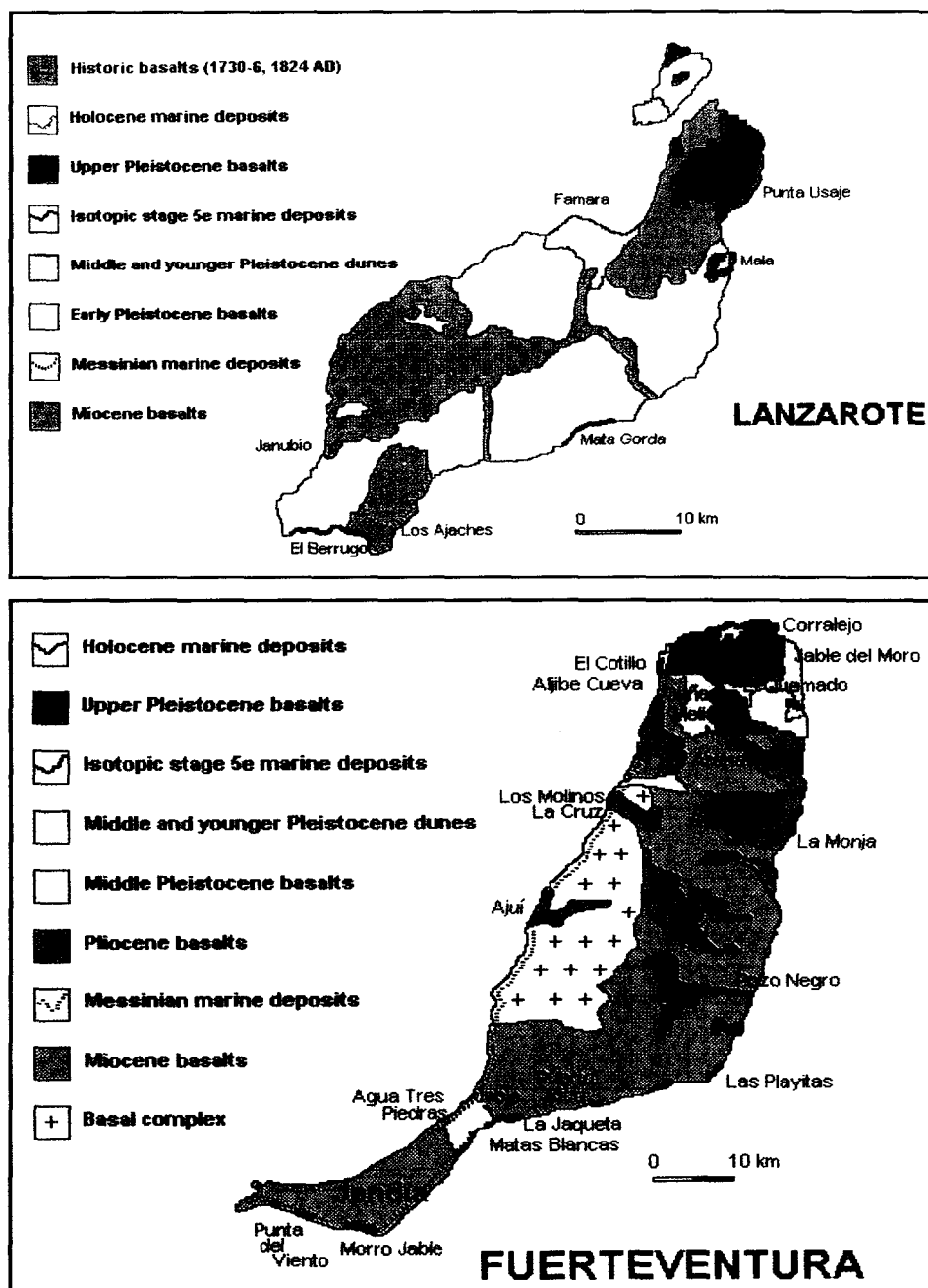


Figure 2: Géologie de Lanzarote et Fuerteventura, Îles Canaries, Espagne (tiré de Meco *et al.*, 1997).

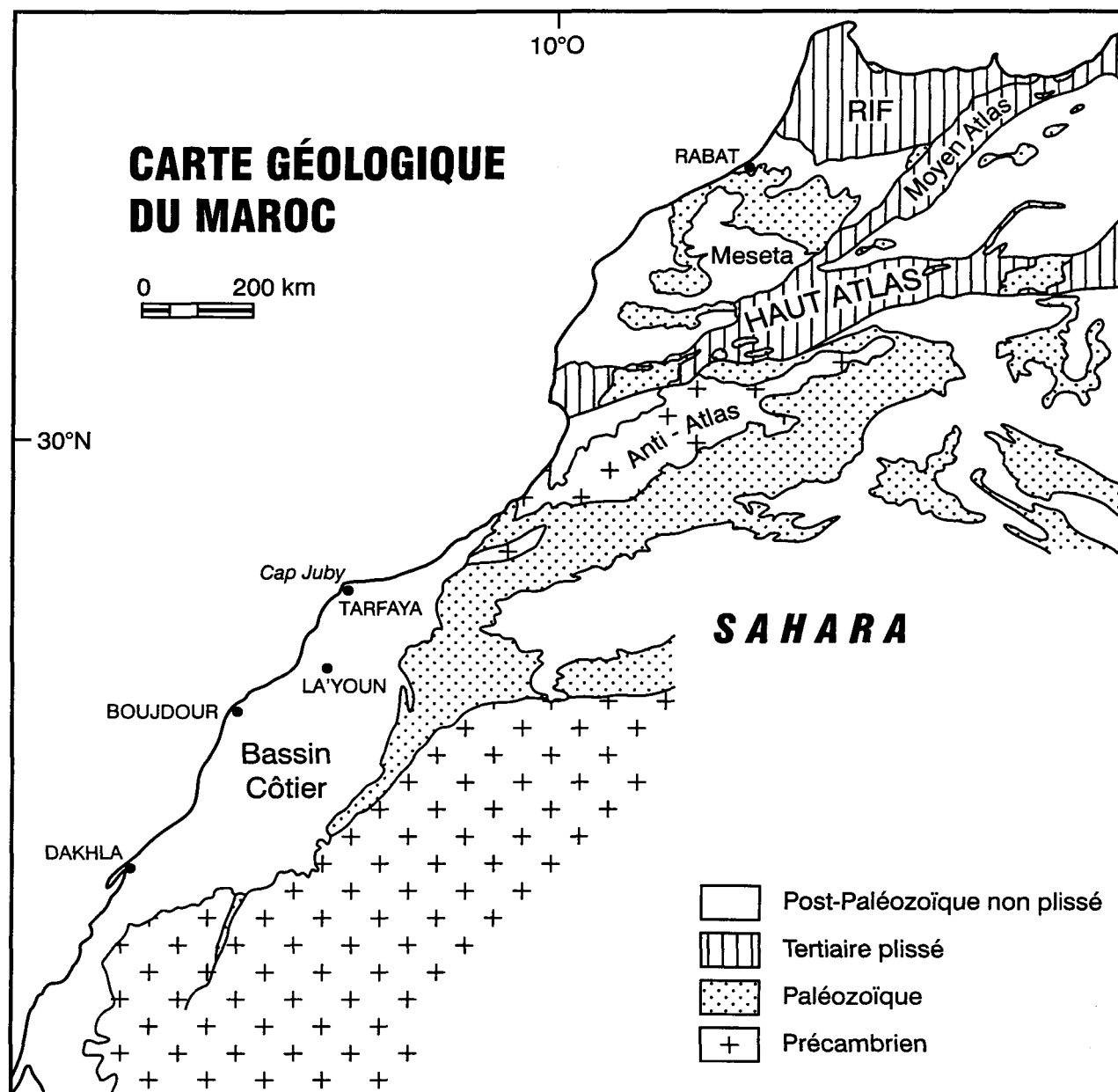


Figure 3: Les grandes unités structurales du Maroc (modifié de Piqué, 1988).

exhaustive des méthodes utilisées y est présentée. Ensuite, le deuxième chapitre est consacré exclusivement à la coupe de la sebkha Tah. Les différents résultats obtenus y sont regroupés et des comparaisons sont effectuées. De manière similaire, le troisième chapitre est consacré aux îles Lanzarote et Fuerteventura. Devant les difficultés rencontrées dans les mesures de luminescence, une recherche des résultats les plus reproductibles est présentée. Dans un quatrième chapitre, les âges obtenus dans ces deux régions voisines sont comparés et un essai de reconstitution paléoclimatique régional est tenté. Enfin, une conclusion générale est présentée qui évalue le potentiel général d'application de la méthode de luminescence sur les sédiments quaternaires de la région.

Il s'agit d'une thèse sous forme d'articles qui seront soumis sous peu en anglais. Un premier chapitre précède ces articles (ou « thèmes ») et explique de façon relativement exhaustive les principes de l'OSL et les manipulations nécessaires à l'obtention d'une datation. Ce type de thèse implique des redondances au niveau des paragraphes d'introduction et des méthodes et nous nous excusons auprès des lecteurs et des lectrices du manuscrit. Pour alléger la forme, les remerciements et les références des trois articles (chapitre 2, 3 et 4) sont regroupés au début et à la fin du manuscrit respectivement. Les annexes regroupent tous les travaux inhérents à une thèse qui ne sont pas publiables.

CHAPITRE 1

ASPECTS MÉTHODOLOGIQUES DE CE TRAVAIL

1.1. Définition et principes de la méthode de luminescence optique

La luminescence optique représente le phénomène d'émission de lumière d'un corps lors de sa stimulation par une énergie lumineuse. Depuis la découverte de cette méthode de datation par Huntley et ses collaborateurs en 1985, plusieurs synthèses ont été publiées (Aitken, 1992 ; Wintle, 1993; Berger, 1995; Huntley et Lian, 1999 et Aitken, 1998).

Des minéraux détritiques tels que le quartz et le feldspath, peuvent piéger dans des pièges cristallins les électrons libérés lors d'une exposition à une radiation ionisante issue de la décroissance radioactive de l'uranium, du thorium, du potassium et de leurs descendants présents dans le sédiment et son milieu environnant. Une faible contribution de cette radiation ionisante provient du rayonnement cosmique. Ces électrons restent dans ces pièges tant qu'ils n'ont pas reçu l'énergie suffisante pour s'en échapper. Dans notre cas, cette énergie est un rayonnement électromagnétique. Certains des électrons alors libérés se recombinent à des défauts cristallins appelés « centres luminescents ». La différence d'énergie est alors émise sous forme de photons ce qui ramène à la définition de la luminescence optique ou OSL (Optically Stimulated Luminescence).

Cette luminescence est proportionnelle à la quantité d'irradiation que le minéral a reçue. En effet, plus la radiation ionisante environnementale est importante plus le nombre d'électrons piégés est grand et plus la luminescence émise lors de la stimulation optique en laboratoire est élevée (Figure 1.1). Si l'on considère que le taux de radioactivité du milieu environnant est constant au cours du temps, il découle une relation directe entre la luminescence émise et la quantité totale de radiation reçue donc du temps écoulé depuis l'événement à dater. Cela peut être soit la création du minéral, soit sa chauffe dans le cas de matériel archéologique, soit son transport dans l'environnement. En effet, tout transport dans l'environnement aquatique ou éolien met le grain détritique en contact avec l'énergie lumineuse solaire qui expulse les électrons piégés antérieurement. On parle du phénomène de « remise à zéro » de l'échantillon, soit une remise à zéro de l'horloge OSL. De ceci découle l'équation d'âge qui est comme suit :

$$\text{Age OSL (an)} = \text{Paléodose (gray)} / \text{Dose annuelle (gray/an)}$$

- L'âge correspond alors au temps écoulé depuis l'enfouissement du sédiment, soit depuis sa dernière exposition à la lumière solaire.
- La paléodose est la dose totale reçue depuis l'âge zéro. Pour la mesurer, la luminescence naturelle est comparée à celle induite par des doses de radiation artificielle connues, administrées en laboratoire avec une source bêta ou gamma. La dose artificielle nécessaire pour donner un signal égalant le signal naturel est appelée « dose équivalente » (De).

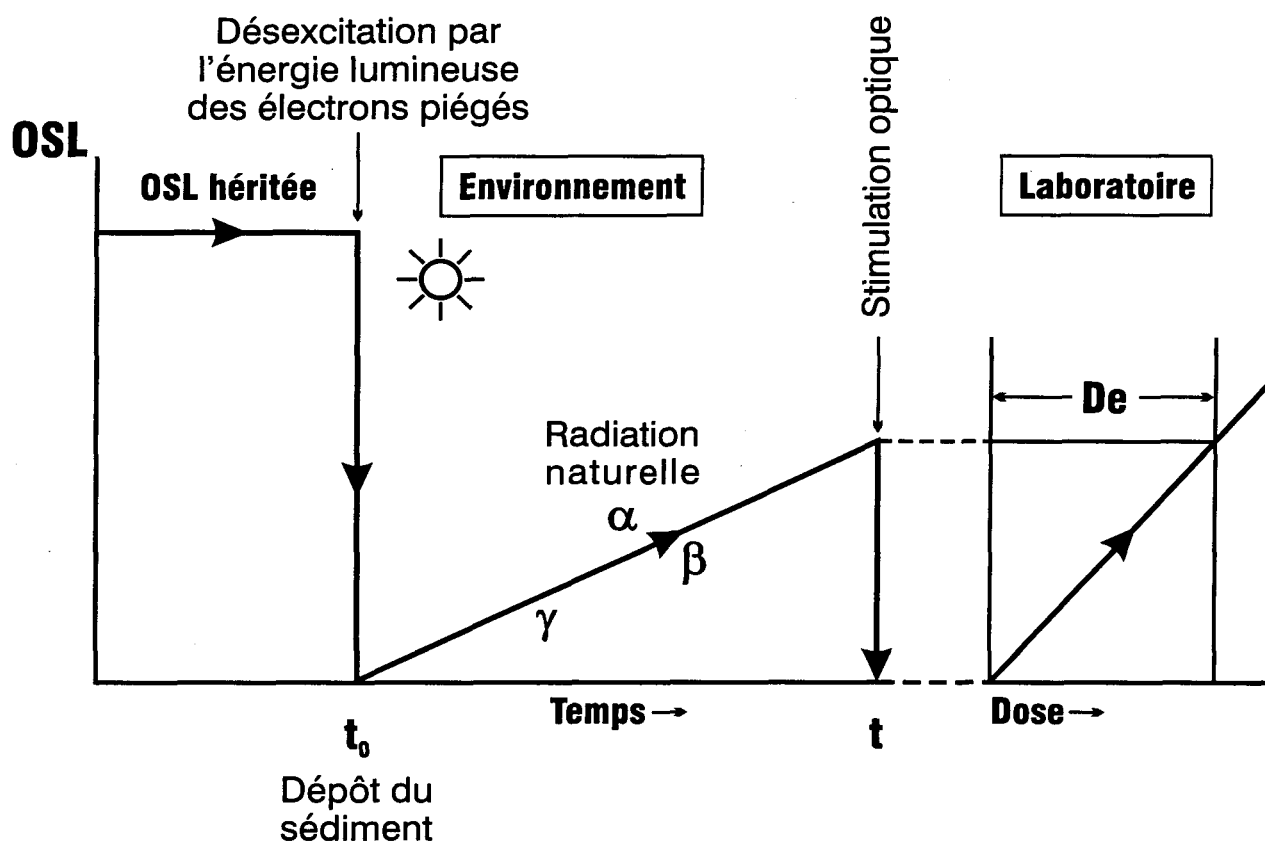


Figure 1.1: Principes de la datation par luminescence optique. L'horloge OSL est remise à zéro par l'exposition à la lumière solaire. Dans l'environnement, le nombre d'électrons piégés croît proportionnellement à la quantité d'irradiation reçue et donc au temps qui s'écoule depuis l'enfouissement. En laboratoire, lors de la stimulation optique, la comparaison du signal naturel à celui généré par des doses artificielles connues permet de déterminer la dose équivalente (De) à la paléodose.

- La dose annuelle (Da) est issue de la radioactivité naturelle du milieu environnant et représente son débit durant une année.

L'unité internationale de dose absorbée est le gray (Gy) qui correspond à un joule par kilogramme (J/kg).

1.2. Préparation des échantillons

1.2.1. Terrain

Les échantillons sont récoltés sur le terrain en évitant tout contact avec la lumière solaire. Des tubes noirs opaques sont utilisés quand le sédiment est meuble. Pour les sédiments plus ou moins indurés, des blocs sont échantillonnés et leur partie externe est enlevée en laboratoire dans l'obscurité. C'est dans une telle ambiance que toute la préparation et les lectures sont effectuées afin d'éviter toute altération de l'âge (Smith, 1988 ; Lamothe, 1995). Des tubes de cuivre hermétiques servent à l'échantillonnage du sédiment pour la détermination des teneurs en eau. De petites quantités des matériaux adjacents sont échantillonnés à des fins d'analyses géochimiques du milieu environnant.

1.2.2. Laboratoire

Le protocole utilisé pour traiter les échantillons est schématisé dans l'organigramme de la figure 1.2. Dans l'obscurité, les sédiments sont tout d'abord tamisés afin de séparer les fractions granulométriques désirées. Dans le cas de cette étude, les fractions très fines (4-11 μ m) sont évitées à cause du risque de leur percolation verticale (Lamothe, 1994).

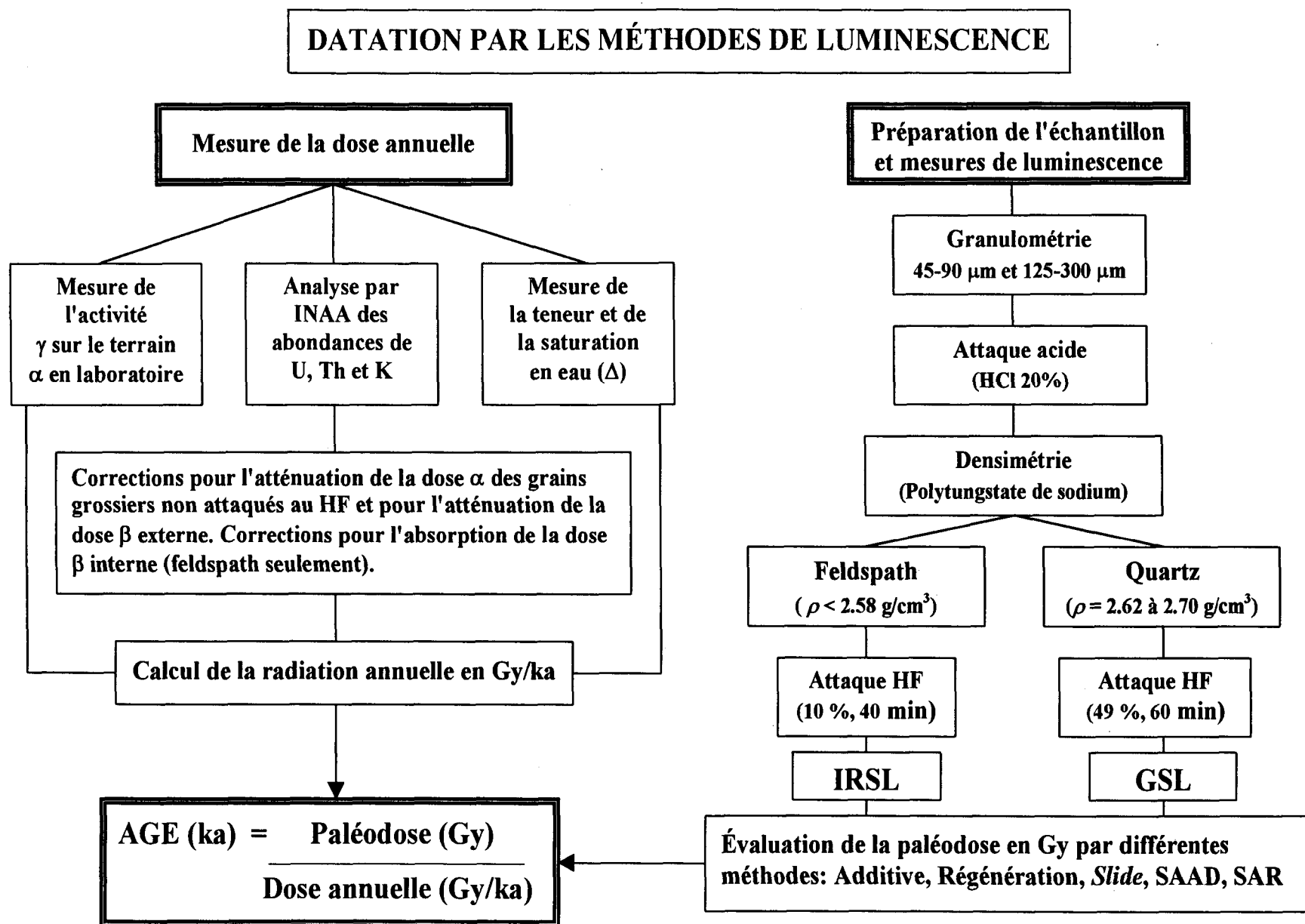


Figure 1.2: Protocole de traitement des échantillons pour l'obtention d'une date par luminescence optique. Toutes les étapes de préparation et de mesure de la paléodose se font dans l'obscurité afin de ne pas altérer le signal OSL.

Pour toutes les mesures de la coupe Tah, la fraction 125-150 μm est celle qui a été utilisée à l'exception de la méthode des grains individuels (voir plus loin) pour laquelle des grains plus grossiers de 150 à 300 μm ont été isolés. Pour les coupes des Îles Canaries, une fraction granulométrique plus étendue de 125 à 300 μm ou une autre carrément plus fine (45 à 90 μm) ont été isolées. Après ce tamisage, les fractions sont attaquées par de l'acide chlorhydrique (HCl 20 %) afin d'éliminer tous les carbonates. A la coupe de la Rosa Negra, plusieurs kilogrammes d'échantillons n'ont donné dans la fraction entre 125 et 300 μm que quelques milligrammes de matériel grossier noirâtre non luminescent. Seule la fraction moyenne de 45 à 90 μm a été utilisée. A la coupe Mala, la plus fine fraction étant rarissime, ce sont les granulométries plus grossières qui ont servi aux datations. Cependant, ces résidus sont essentiellement constitués de fragments rocheux noirâtres et de minéraux lourds non datables. Après plusieurs rinçages et le séchage des échantillons, une séparation densimétrique au polytungstate de sodium ($3\text{Na}_2\text{WO}_4 \cdot 9\text{WO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$) permet d'isoler les feldspaths (densité $\rho < 2.58 \text{ g/cm}^3$), des quartz ($\rho = 2.62\text{-}2.7 \text{ g/cm}^3$), des minéraux lourds ($\rho > 2.7 \text{ g/cm}^3$). Une plus grande purification des minéraux peut être effectuée par des attaques à l'acide fluorhydrique (HF) ou encore mécaniquement sous la loupe binoculaire à l'aide d'un pinceau. La portion externe des grains, soumise aux rayonnements alpha est éliminée par attaque HF (40 minutes à 10% pour les feldspaths et 1 heure concentré à 49 % pour les quartz). Cela a été fait pour les échantillons de Tah mais pas pour ceux des Îles Canaries car les trop faibles quantités de matériel disparaissaient à l'attaque HF ou génèrent des gels inutilisables.

Les grains monominéraliques ainsi préparés sont disposés dans des coupelles en aluminium d'un centimètre de diamètre (10 mg/coupelle) et fixés grâce une huile silicone. Dans le cas des méthodes de grains individuels ou de la SAR (voir plus loin), les grains sont montés de manière individuelle ou en fine monocouche respectivement et ce, sur des disques en aluminium d'un centimètre de diamètre vaporisés de silicone (*silkospray*).

La mesure de la dose équivalente à partir de ces fractions est décrite plus loin.

1.3. Détermination des doses annuelles

Une des composantes de l'équation d'âge est la dose annuelle (D_a). C'est la somme des doses d'irradiation dûes aux rayonnements α (D_α), β (D_β) et γ (D_γ). A cette dernière s'ajoute le rayonnement cosmique (D_c). Les différents rayonnements α , β , et γ pénètrent les cristaux jusqu'à des profondeurs respectives d'environ 20 μm , 2 mm et 30 cm. Les trois contributions effectives à la dose annuelle sont les suivantes:

$$D'_\alpha = D_\alpha / (1 + H_\alpha \Delta) \text{ avec } D_\alpha = (d_{\alpha U} * W_U + d_{\alpha Th} * W_{Th}) * b * \text{facteur d'atténuation}$$

$$D'_\beta = D_\beta / (1 + H_\beta \Delta) \text{ avec } D_\beta = (d_{\beta K} * W_K + d_{\beta U} * W_U + d_{\beta Th} * W_{Th})$$

$$D'_\gamma = D_\gamma = [D_\gamma \text{ spectromètre gamma} + D_\gamma \text{ comptage alpha} / (1 + H_\gamma \Delta) + (d_{\gamma K} * W_K + d_{\gamma U} * W_U + d_{\gamma Th} * W_{Th}) / (1 + H_\gamma \Delta)] / 3 + D_c.$$

En effet, la dose γ a été évaluée de trois façons : avec un spectromètre gamma de terrain, par comptage alpha et par analyses INAA aux Iles Canaries. Au Sahara, seule la moyenne des analyses INAA et du comptage alpha a été considérée.

Avec :

- Δ = masse du liquide /masse du sédiment sec. La teneur considérée correspond à une évaluation se situant à $\frac{1}{4}$ de la différence entre la teneur en eau in situ et la saturation de l'échantillon. Cette teneur en eau est une variable importante car l'eau absorbe partiellement la radiation. L'intensité de cette absorption dépend du type de radiation et s'exprime en coefficients H.
- Les coefficients H empruntés à Aitken (1985) : $H\alpha = 1.49$; $H\beta = 1.25$; $H\gamma = 1.14$.
- W_U et W_{Th} les concentrations en ppm d'uranium et de thorium.
- W_K le pourcentage en masse de K_2O .
- b le facteur d'efficacité de la dose α . Cette valeur reflète la capacité pour une dose α unitaire d'induire de la luminescence par rapport à la même dose de rayonnement β ou γ .
- Les facteurs spécifiques d'activité « d » définis par Aitken (1985) et mis à jour par Nambi et Aitken (1986) puis Adamiec et Aitken (1998) pour un milieu où il n'y a pas de fuite de radon ($d_{\alpha U} = 2.78$; $d_{\alpha Th} = 0.732$; $d_{\beta K} = 0.782$; $d_{\beta U} = 0.146$; $d_{\beta Th} = 0.0273$; $d_{\gamma K} = 0.243$; $d_{\gamma U} = 0.113$; $d_{\gamma Th} = 0.0476$).
- La contribution au rayonnement cosmique D_c est déterminée par les mesures effectuées sur le terrain à l'aide d'un spectromètre gamma portable lorsque cela était possible. Sinon, il est estimé à 0.11 Gy/ka.
- Pour la coupe Tah, une attaque HF étant faite systématiquement, la contribution du rayonnement α externe n'est pas considérée. Pour les Îles Canaries, on considère le coefficient d'atténuation α défini par Bell (1980). Il dépend de la taille granulométrique des grains.

Les concentrations en uranium, thorium et potassium du milieu environnant sont déterminées sur trois échantillons très finement broyés KUT₁, KUT₂, KUT_{moyen} afin d'obtenir des valeurs moyennes. Ils correspondent respectivement au sédiment échantillonné 20 cm en dessous, 20 cm au dessus de l'échantillon à dater et une portion moyenne de ce dernier. Ces concentrations sont déterminées par des analyses par activation neutronique (INAA : Instrumental Neutron Activation Analysis) dont le principe et la précision sont décrits dans Gibson et Jagam (1980). L'échantillon est exposé à un flux de neutrons dans un réacteur nucléaire afin d'engendrer une radioactivité artificielle des éléments qui le constituent. Ensuite, l'analyse par spectrométrie γ à haute résolution du spectre des rayons γ résultants, donne les concentrations d'éléments incluant l'uranium, le thorium et le potassium. Seules les concentrations des parents des séries radioactives sont déterminées (^{239}Np , ^{233}Pa et ^{40}K respectivement).

La concentration des constituants des chaînes de l'uranium-235, 238 et du thorium-232 peuvent ainsi être déterminées par des comptages par scintillation alpha à source épaisse (*thick source*). En effet, plusieurs constituants de ces chaînes radioactives sont émetteurs de rayonnement α . Cette méthode est décrite par Huntley et Wintle (1981). En plaçant un échantillon finement broyé sur une feuille de sulfure de zinc (ZnS), toute émission α crée une scintillation du sulfure de zinc qui peut être enregistrée par un tube photomultiplicateur. On peut ainsi obtenir trois types de renseignements : i) le comptage des émissions α totales (*total alpha count*), ii) le comptage des émissions de particules α qui se font à 0.4s l'une de l'autre; ceci correspond aux paires lentes (*slow pairs*) qui représentent la chaîne du Th-232, iii) le comptage des émissions de particules α qui se font

à 4 ms l'une de l'autre ; ceci correspond aux paires rapides (*fast pairs*) qui représentent la chaîne de l'U-235 par l'intermédiaire de son fils le protactinium (Pa-231). Grâce à des tables, on peut passer de ces comptes aux concentrations de ces éléments.

Sur le terrain, la mesure de la composante γ de la dose annuelle a été mesurée à l'aide d'un spectromètre gamma portable. Ce dernier donnait également la mesure directe du rayonnement cosmique (Hutton et Prescott, 1992).

Dans cette étude, les trois méthodes de détermination de la dose γ aboutissent à la même valeur en tenant compte des marges d'erreur.

Les différentes manières de mesurer les composantes de la dose annuelle permettent d'avoir un contrôle sur la validité des valeurs. Cependant, il s'agit de la dose annuelle actuelle. Il est évident que l'un des postulats de la méthode est que le système radioactif est resté inchangé et en équilibre au cours du temps. Par exemple, si des éléments gazeux tels que le radon diffusent à travers le sédiment, les dernières désintégrations des chaînes ne se feront pas au niveau du sédiment daté. Au moment du comptage, une vérification des fuites de radon se fait par les comparaisons des comptages de l'échantillon ouvert et fermé. Il semblerait que même si il y a une fuite de radon, des âges de thermoluminescence convenables soient obtenus (Murray *et al.*, 1992).

La mesure de la dose annuelle du milieu environnant constitue la source principale d'incertitude sur les âges OSL. Cependant, les résultats des datations effectuées sur les feldspaths lorsqu'ils sont potassiques peuvent atteindre une bonne précision en raison de la dose de radioactivité interne engendrée par le potassium. Cette dose interne réduit

l'importance de la dose externe. Les analyses du potassium interne sont effectuées par INAA sur la fraction feldspathique.

1.4. Appareillage utilisé

La majorité des mesures OSL ont été effectuées à l'aide d'un lecteur TL Daybreak 1100 doté d'un tube photomultiplicateur EMI 9635QA. Depuis les premiers travaux de Huntley *et al.* (1985), les quartz sont en général stimulés par un faisceau laser de longueur d'onde de 514 nm. Cette stimulation dans le vert donne à cette méthode d'OSL le nom de GSL (Green light Stimulated Luminescence). Dans cette étude, la stimulation se fait par un système de lampe à xénon émettant de 480 à 700 nm à la sortie duquel un filtre 510BP20 (460-560 nm) est inséré. Le pic de stimulation est donc à 520 nm, un ampérage de 17 A et une puissance atteignant l'échantillon d'environ 31 mW/cm^2 . Pour la mesure de l'émission, une combinaison de filtres transmettant entre 325 et 390 nm (U-340/Schott BG39) est placée à l'entrée du tube photomultiplicateur. Les mesures de SAR sur les quartz de TH6 et TH8 (voir plus loin) ont été effectuées à l'Université du Pays de Galles à Aberystwyth (UK) par M.Lamothe avec une stimulation de diodes bleues ($470 \pm 30 \text{ nm}$) de haute puissance couplées au système de lecture automatique Risø TL-OSL. Le U-340 est utilisé comme filtre de détection.

Il a été démontré que les longueurs d'onde des infra-rouges obtenues par un laser à Krypton stimulent l'OSL des feldspaths qui émettent majoritairement dans le bleu (400 nm) (Hütt *et al.*, 1988 ; Godfrey-Smith *et al.*, 1988). On parle alors d'IRSL (Infra Red Stimulated Luminescence). Dans cette étude, la stimulation se fait comme l'ont montré

Spooner et Franks en 1990 à l'aide de diodes émettrices d'infrarouge. Il s'agit de 30 diodes avec un pic de transmission à 880 nm, un ampérage de 20 mA et une puissance atteignant l'échantillon de 35mW/cm^2 . Pour la mesure de l'émission, une combinaison de filtres transmettant cette fois entre 325 et 470 nm (Corning 7-59/Schott BG39) est utilisée. La lumière stimulatrice IR est ainsi bloquée ainsi que l'émission UV instable des feldspaths. Pour des mesures de certains feldspaths (e.g LMB3), une combinaison émettant majoritairement dans le vert entre 425 et 700 nm a aussi été utilisée (VG10/BG39).

Les irradiations sont effectuées à l'aide d'une source gamma (Co-60/ $t_{1/2}=5.27$ a) dont le débit de dose pour les premières mesures était de 1.7 Gy/min et pour les mesures finales de 0.7 Gy/min. Deux sources d'irradiation β ont été utilisées pour les SAR des quartz de TH8 et ceux de TH6 au Pays de Galles. Elles ont respectivement des débits de dose de 2.63 Gy/min et de 1.204 Gy/min.

Pour certaines mesures, un lessivage, c'est à dire un vidage des électrons piégés, se fait en laboratoire afin d'étudier la régénération de la luminescence. Ceci est réalisé sous une lampe solaire avec une ampoule aux halogénures de métal qui émet une lumière de 300 à 750 nm avec un maximum entre 550 et 600 nm. Elle est additionnée d'un filtre laissant passer des longueurs d'ondes supérieures à 460 nm. On simule ainsi une exposition solaire prolongée qui devrait avoir eu lieu dans l'environnement éolien, bien que les conditions exactes de longueurs d'onde, d'intensité et de durée d'exposition ne peuvent être parfaitement reconstituées. Pour la méthode de la SAR appliquée aux feldspaths (voir plus loin), on prolonge parfois la stimulation IR à l'aide d'une lampe halogène à tungstène

additionnée d'un filtre Kodak Wratten no 87c ne laissant passer que les longueurs d'ondes supérieures à 830 nm.

1.5. Détermination des doses équivalentes aux paléodoses

Les stimulations optiques donnent donc lieu au vidage d'électrons des pièges cristallins les plus sensibles d'abord puis des moins en moins sensibles ensuite. Cela se traduit par une émission de photons (OSL) dont l'intensité décroît progressivement durant la stimulation (Figure 1.3. et 1.4). Cette dernière peut être de courte durée (e.g. 1 seconde « *short shine* ») ou de longue durée (e.g 100 secondes voire même 1000 secondes « *shine down* »). Ceci est la mesure de base d'OSL qui s'applique à des aliquotes naturelles ou à des aliquotes irradiées artificiellement. A partir de cela il existe plusieurs techniques de détermination des doses équivalentes, paramètre essentiel de l'équation d'âge. Elles consistent en la détermination de la dose de radiation nécessaire à la génération du signal de luminescence naturelle. Cependant, il existe une instabilité appelée « *fading* » observée pour la thermoluminescence des feldspaths par Wintle en 1973 mais qui existe aussi en luminescence optique (Spooner, 1992). La luminescence des feldspaths irradiés « se fane » (ou s'affaiblit) avec le temps par fuite spontanée d'électrons des pièges cinétiquement stables et ce, à température ambiante. Cette décroissance anormale montre une relation linéaire avec le logarithme du temps écoulé depuis l'irradiation et serait liée au phénomène de l'effet tunnel (Aitken, 1985; Visocekas, 1985). Une lecture trop rapide de la luminescence des feldspaths après leur irradiation peut être artificiellement trop élevée et engendre une sous-estimation des âges.

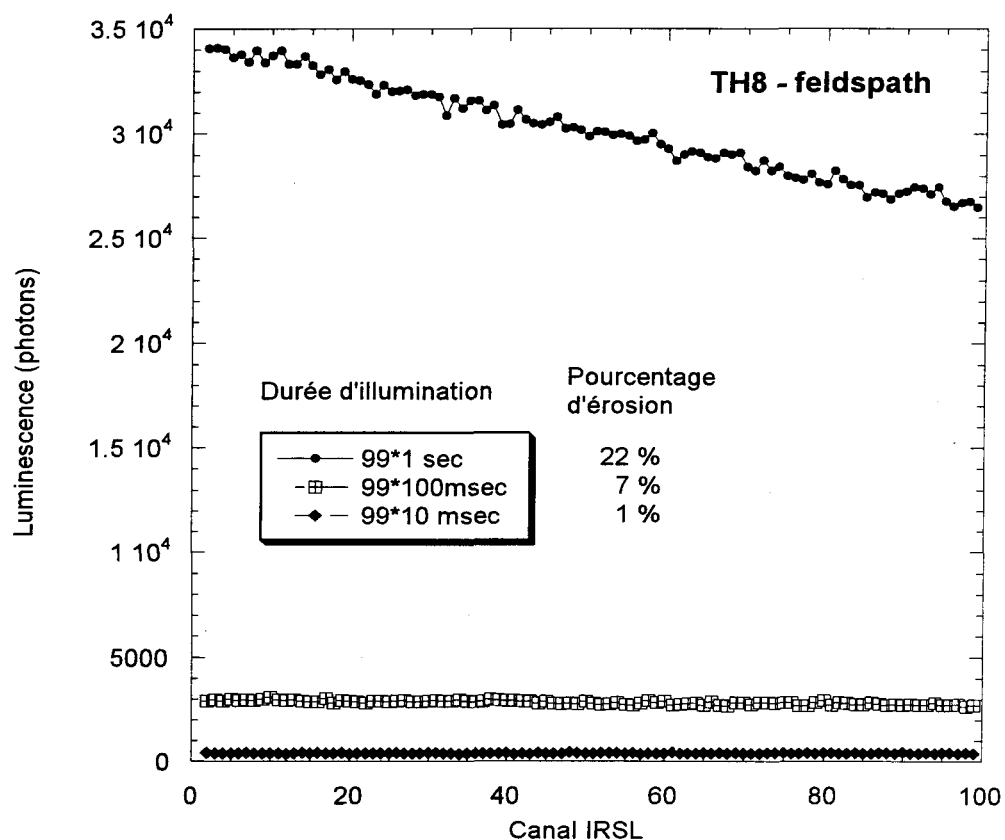


Figure 1.3 : Décroissance du signal IRSL de minéraux de feldspath lors de stimulations de différentes durées. Le pourcentage d'érosion correspond au pourcentage d'OSL érodé entre les 5 premiers et les 5 derniers canaux. Exemple de TH8.

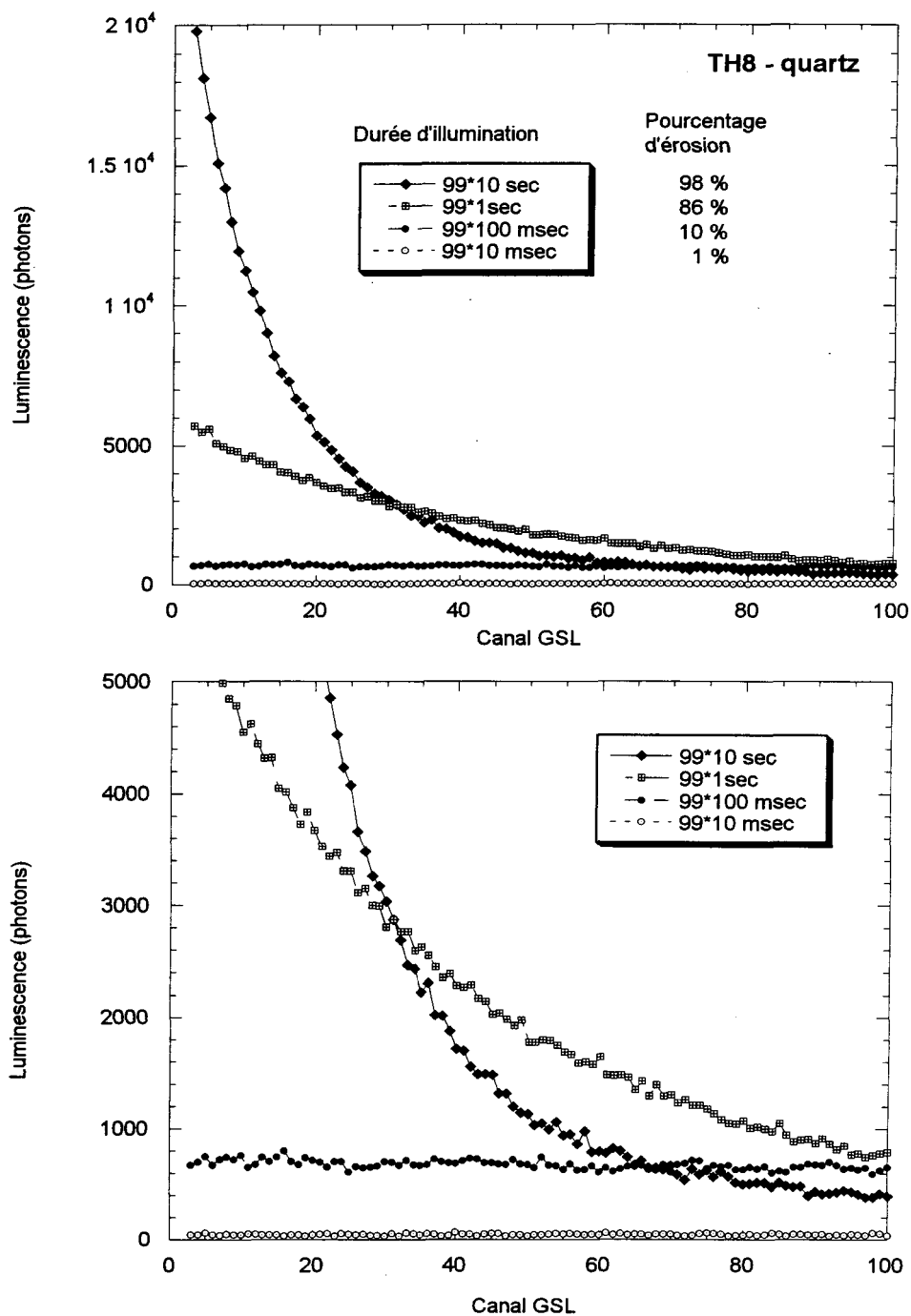


Figure 1.4 : Décroissance du signal GSL de minéraux de quartz lors de stimulations de différentes durées. Le pourcentage d'érosion correspond au pourcentage d'OSL érodé entre les 5 premiers et les 5 derniers canaux. Les courbes du bas sont les mêmes, présentées à une échelle différente. Exemple de TH8.

La proportion de cette sous-estimation varie selon les feldspaths des régions du monde (Huntley et Lamothe, 2001). Il est donc nécessaire d'évaluer l'ampleur de ce phénomène pour les échantillons de la région à l'étude. Un test classique consiste à lire la luminescence d'aliquotes naturelles et irradiées à des intervalles allant de quelques minutes à plusieurs mois voire années après l'irradiation et la préchauffe. On peut ainsi en faisant les rapports des intensités mesurées ($R_1 = L_{N+\gamma}/L_N$) voir si il y a une stabilisation du signal à un moment donné par extrapolation de la tendance. On détermine alors un pourcentage de fading pour une durée déterminée. En représentant le temps écoulé entre la fin de l'irradiation et les lectures en délai sur une échelle logarithmique, chaque échelle de temps correspond à ce qu'on appelle une décade. Par exemple, une première lecture se faisant une heure après l'irradiation, une lecture après un délai de 1000 heures est en fait effectuée après 3 décades (1 à 10 h / 10 à 100h / 100 à 1000 h). La décroissance de l'intensité IRSL peut être exprimée par l'équation suivante (Huntley et Lamothe, 2001) :

$$I = I_c \left[1 - \frac{g}{100} \log_{10} \left(\frac{t}{t_c} \right) \right]$$

où I_c est l'intensité IRSL mesurée à un temps t_c arbitraire et g est le pourcentage de décroissance du signal par décade. Un exemple de test de fading et de mesure du g est présenté à la figure 1.5. Huntley et Lamothe (2001) ont présenté une nouvelle méthode de correction basée sur le fait que le taux de fading mesuré peut être extrapolé sur une période de 4 décades de temps supplémentaires. Cette méthode de correction a été appliquée avec succès sur les âges OSL de feldspaths de plusieurs échantillons de diverses provenances.

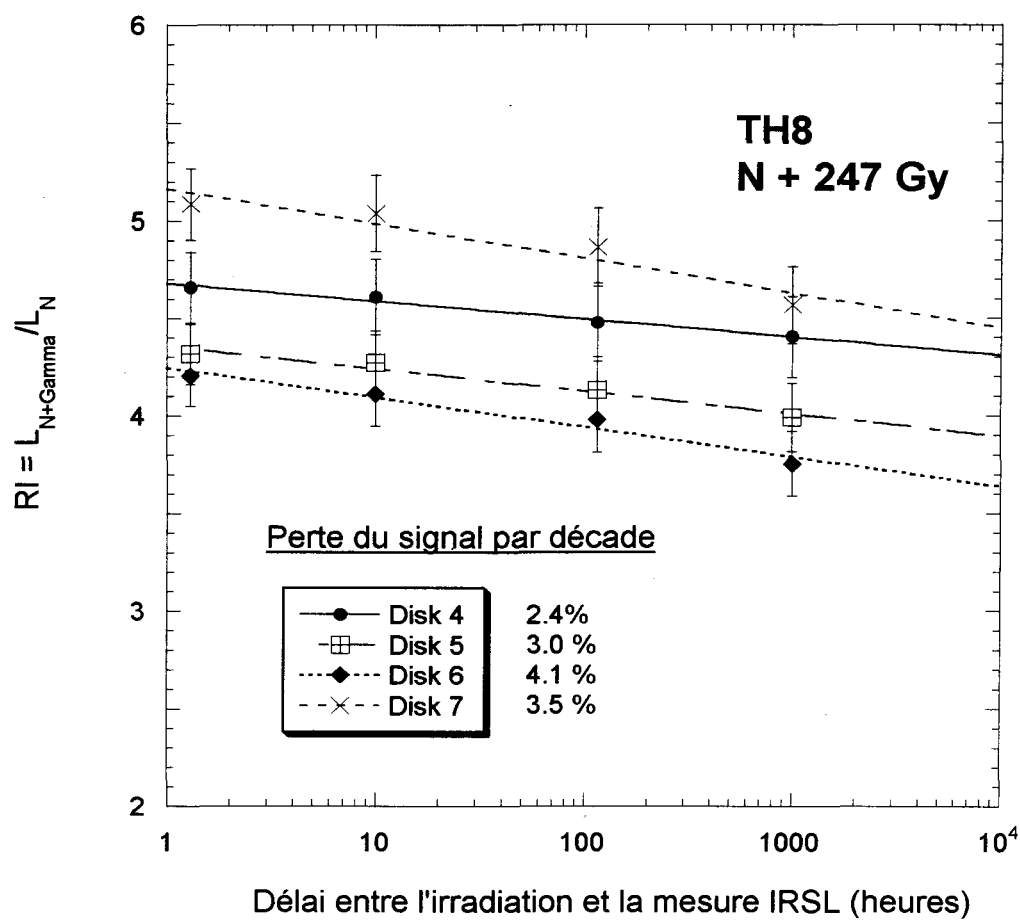


Figure 1.5: Exemples de mesures pour un test de *fading* sur l'échantillon TH8. Le taux de décroissance du signal IRSL mesuré par décade permet de corriger les âges IRSL selon la méthode de Huntley et Lamothe (2001).

Le taux de fading en % par décade de temps (g) est mesuré pour l'échantillon et l'âge obtenu pour une dose équivalente mesurée à un temps donné peut être corrigé pour le fading en appliquant de façon itérative l'équation suivante :

$$\frac{T_f}{T} = \frac{D_{ef}}{D_e} = \frac{I_f}{I_0} = 1 - \kappa \left[\ln \left(\frac{T}{t_c} \right) - 1 \right]$$

où T est l'âge corrigé pour le *fading* et D_e et I_0 sont respectivement la dose équivalente et l'intensité IRSI obtenues si il n'y avait pas de fading. Le f en indice représente une valeur affectée par le *fading*. κ est une constante caractéristique de l'échantillon et il dépend du choix du temps t_c . La relation entre κ et g est la suivante:

$$g = 100\kappa \ln(10)$$

Un exemple de l'application de cette correction sur l'échantillon TH8 est présenté au tableau 1.1. Selon les auteurs, cette méthode de correction ne s'appliquerait qu'à la portion linéaire des courbes de croissance.

Les différentes méthodes de détermination de la dose équivalente ont été utilisées en totalité ou en partie pour chacune des coupes étudiées dans ce travail. Seulement certaines d'entre elles ont abouti à des résultats fiables intégrés dans les reconstitutions paléoclimatiques. Au fil de cette description des méthodes, les développements fructueux ou infructueux seront cités. Ceci est schématisé dans l'organigramme de la figure 1.6.

Tableau 1.1 : Exemple d'application de la correction pour le fading selon la méthode élaborée par Huntley et Lamothe (2001) pour l'échantillon TH8. L'âge mesuré (Tf) est de 48 ka. La première série d'itérations indique un âge corrigé (T) entre 59 et 60 ka, la deuxième série d'itérations donne le détail entre ces 2 valeurs.

T	tc	Tf	κ
55000	0.0329	44300	0.0146
56000	0.0329	45091	0.0146
57000	0.0329	45881	0.0146
58000	0.0329	46671	0.0146
59000	0.0329	47461	0.0146
60000	0.0329	48251	0.0146
61000	0.0329	49040	0.0146
62000	0.0329	49830	0.0146
63000	0.0329	50619	0.0146
64000	0.0329	51407	0.0146
65000	0.0329	52196	0.0146
59000	0.0329	47461	0.0146
59100	0.0329	47540	0.0146
59200	0.0329	47619	0.0146
59300	0.0329	47698	0.0146
59400	0.0329	47777	0.0146
59500	0.0329	47856	0.0146
59600	0.0329	47935	0.0146
59700	0.0329	48014	0.0146
59800	0.0329	48093	0.0146
59900	0.0329	48172	0.0146
60000	0.0329	48251	0.0146

T = âge corrigé (années)

tc = délai entre l'irradiation et la mesure de la dose équivalente (année)

Tf = âge non corrigé et affecté par le fading (années)

κ = constante pour l'échantillon choisi calculé à partir d'un taux de fading par décade mesuré de 3.11 %

Tf est calculé d'après l'équation A5 de Huntley et Lamothe (2001) pour des valeurs de T fixées par l'utilisateur

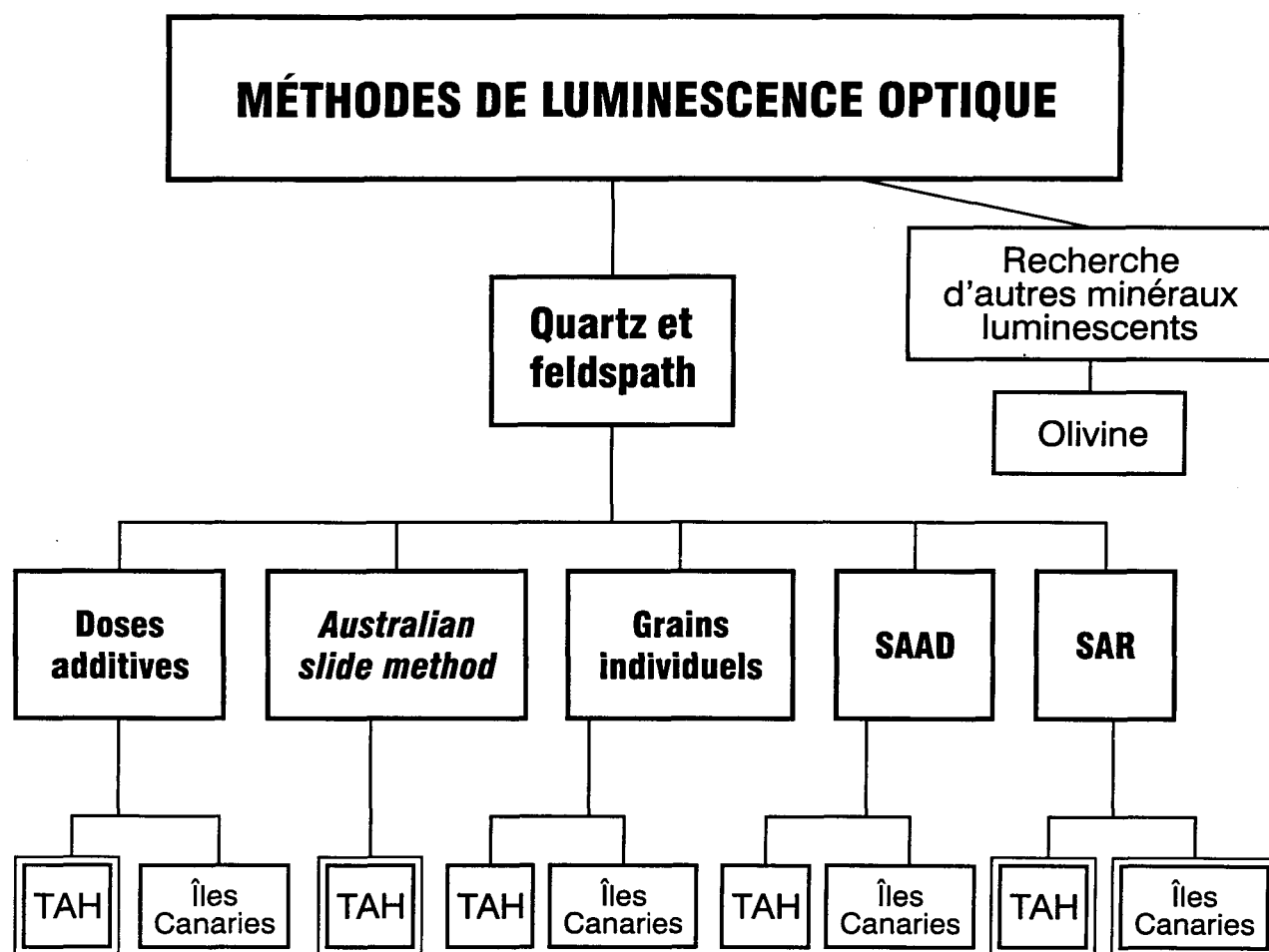


Figure 1.6: Synthèse des différentes méthodes de détermination de la dose équivalente utilisées dans le cadre de cette étude. Les doubles encadrés représentent celles qui ont abouti à des résultats fiables.

1.5.1. Méthode des doses additives

Cette méthode consiste à dresser une courbe de croissance à partir de l'intégration de l'intensité lumineuse émise par des aliquotes naturelles de l'échantillon monominéralique et d'autres aliquotes naturelles ayant subi des irradiations artificielles croissantes (Aitken, 1974). La dose équivalente est obtenue grâce à l'extrapolation de la courbe de croissance (intensité OSL vs dose) sur l'axe des abscisses (Figure 1.7). Cette courbe est construite en utilisant l'algorithme défini par Berger *et al.* (1987) et Berger et Huntley (1989). Il en est de même pour toutes les courbes de croissance construites avec les autres méthodes de détermination de la dose équivalente (voir plus loin). Avant les lectures OSL, les échantillons doivent être préchauffés afin d'éliminer le signal de luminescence instable engendré par les irradiations artificielles (Rhodes, 1988 ; Bailiff et Poolton, 1991 ; Aitken, 1992). Des tests de préchauffe sont effectués et consistent en la construction d'une courbe du rapport $L_{N+\gamma}/L_N$ en fonction des durées de préchauffe qui varient de 1 heure à 14 heures à 160°C pour les feldspaths. Pour chaque échantillon, la durée à partir de laquelle ce rapport est constant est retenue. Les feldspaths ont été préchauffés entre 5 et 10 heures à 160°C dans une étuve et les quartz 5 minutes à 220°C sur le système Daybreak. Pour certaines mesures sur les feldspaths, la préchauffe conventionnelle de 10 minutes à 220°C est appliquée (Li, 1991). Pour ces mesures, il faut vérifier qu'aucun phénomène de récupération n'a lieu (Aitken et Smith, 1988 ; Aitken, 1992). Pour un quartz de 100 Gy, une dose récidive de 1 Gy peut être enregistrée après le lessivage. Il s'agit d'un transfert

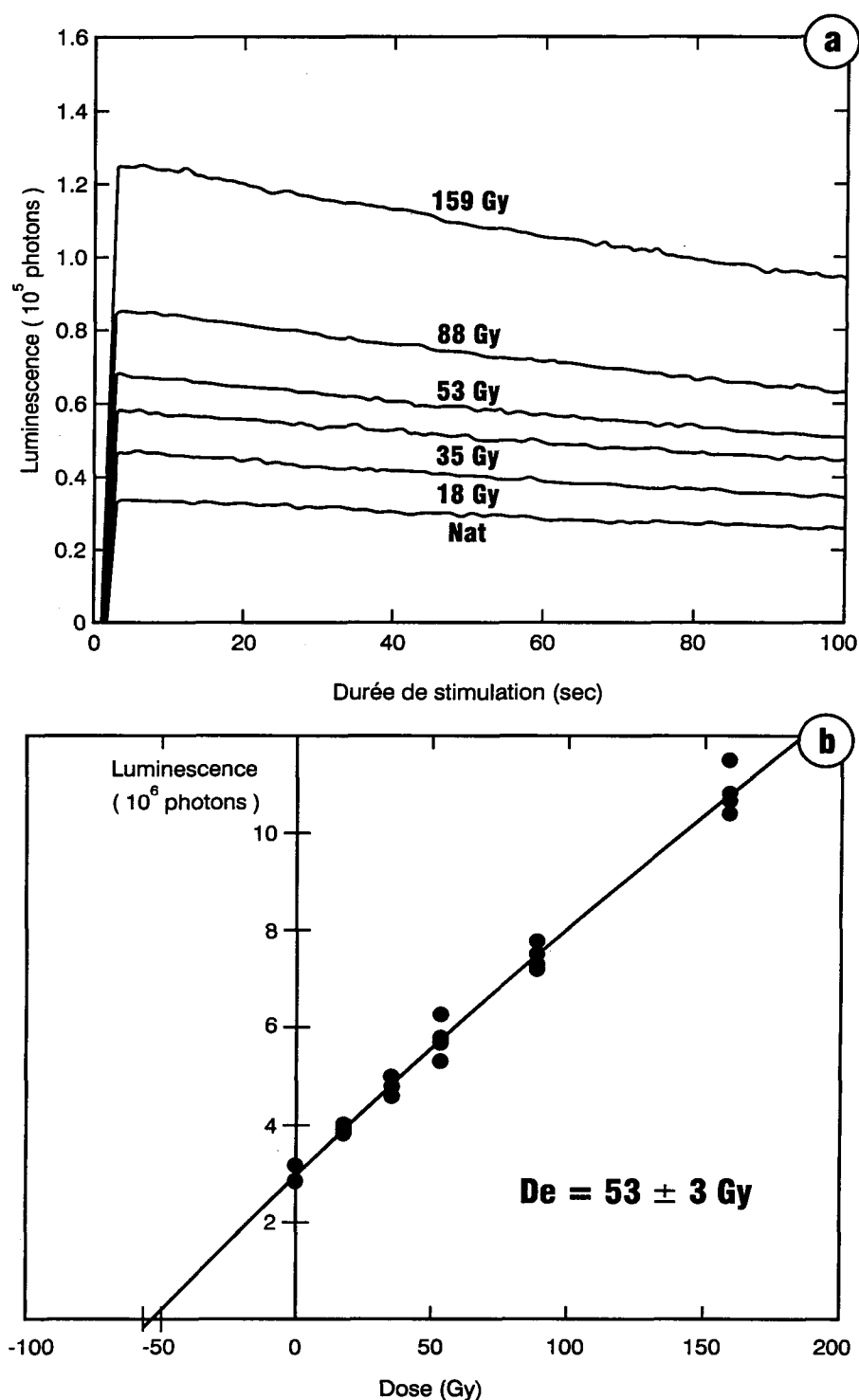


Figure 1.7: (a) Luminescence émise par des aliquotes naturelles et irradiées lors d'une stimulation optique de 99 sec et (b) courbe de croissance qui en résulte par la méthode des doses additives (exemple des feldspaths de TH5).

d'électrons de pièges insensibles à la lumière et thermiquement instables vers des pièges sensibles à la lumière et thermiquement stables. Ceci est contrôlable par des tests et n'a de l'importance que pour les échantillons extrêmement récents (Aitken et Xie, 1992). Le test consiste à lire l'OSL d'aliquotes naturelles et irradiées comme pour la courbe de croissance mais une étape de lessivage optique complet de l'échantillon est introduite avant la préchauffe. Si la luminescence des aliquotes irradiées et lessivées n'est pas nulle, cela veut dire qu'il y a eu transfert thermique. Le report de l'intersection des courbes de croissance et de récupération sur l'axe des abscisses donne la valeur de la dose équivalente corrigée pour le transfert thermique.

Pour chaque échantillon monominéralique (multigrains), 39 coupelles de 10 mg (ou parfois de 5 mg pour les îles) sont montées. Cinq d'entre elles servent à un test de dose pour évaluer sommairement la valeur de la dose naturelle de l'échantillon et choisir ainsi les doses d'irradiation adéquates. Dix coupelles sont utilisées pour des tests de transfert thermique et les 24 restantes sont utilisées pour la courbe de croissance (4 naturelles; 4 pour 5 temps d'irradiation croissants afin d'atteindre au moins 3 fois la valeur de la dose équivalente). Ces coupelles, montées le plus similairement possible en terme de masse et de composition, peuvent néanmoins avoir des petites différences initiales qui peuvent affecter la reproductibilité. Pour pouvoir corriger ceci, une très brève stimulation d'une seconde appelée « *short shine* » (SS) est effectuée sur toutes les aliquotes encore vierges afin de normaliser les résultats. C'est la «normalisation au naturel». Cette méthode a été utilisée pour tous les échantillons sur les feldspaths ainsi que sur les quartz. Pour certains échantillons de quartz notamment, une « normalisation après dose » a été tentée. Elle l'a

aussi été sur certains échantillons de feldspaths des Îles Canaries. Le manque de reproductibilité est alors corrigé après la lecture principale. Un lessivage total est effectué sur toutes les coupelles y compris les naturelles. Une dose standard leur est appliquée et ainsi les coupelles sont supposées émettre la même réponse IRS_L. Cette réponse est utilisée pour normaliser la courbe de croissance précédente. Les quartz peuvent garder en mémoire les irradiations passées. Dans ce cas, avant tout lessivage, on égalise les doses reçues en ajoutant à chaque coupelle la différence d'intensité de dose entre elle et l'aliquote la plus fortement irradiée.

Deux séries de mesures par cette méthode additive se retrouvent dans le chapitre 2 sur la coupe Tah. Les courbes de croissance de chaque échantillon se trouvent dans l'annexe 1.

La petite quantité des feldspaths restante ne permettant pas de refaire une autre série, les travaux ont été continués exclusivement avec les méthodes n'exigeant pas beaucoup de matériel (e.g. SAR).

Le grand problème de reproductibilité de cette méthode au niveau des échantillons des Îles Canaries rend les dates non fiables. Quelques exemples de courbes de croissance se retrouvent dans le chapitre 3 sur les Îles Canaries.

1.5.2. Techniques de la régénération et de la *slide*

La méthode de régénération consiste aussi à monter une courbe de croissance mais à partir d'aliquotes préalablement exposées à une lampe solaire, lessivées au maximum (remise à zéro) puis irradiées avec des doses croissantes. Des aliquotes sont maintenues naturelles et la dose équivalente est obtenue par interpolation de ces dernières sur la courbe

de croissance régénérée. Cette méthode a l'avantage sur la précédente d'éviter l'extrapolation qui dans le cas de courbes non linéaires est parfois peu précise. Cependant, la régénération peut être la cause de changement de sensibilité.

Une technique jumelant ces deux méthodes est utilisée. On dresse simultanément deux courbes de croissance, une régénérée et une additive et on fait glisser l'additive sur la régénérée pour donner à la portion extrapolée de l'additive la même courbure que la régénérée. Cette technique de glissement appelée *Australian slide method* et mise au point par Prescott *et al.* en 1993 corrige donc la courbure initiale de la courbe et diminue de beaucoup la marge d'erreur due à l'extrapolation. La dose équivalente correspond au déplacement sur l'axe des abscisses qui permet la juxtaposition des deux courbes (Figure 1.8). Un programme mis au point par Huntley (1998) est utilisé pour faire adéquatement cette translation. Cette méthode n'a été appliquée qu'à la coupe Tah (Chapitre 2).

Cinquante coupelles de 5 mg sont utilisées, 24 pour la courbe additive (naturel et 5 temps gamma) et 26 pour la régénérée (naturel lessivé et 6 temps gamma lessivés). Trois coupelles de l'échantillon de dune vive TH0 sont utilisées pour vérifier si le lessivage artificiel de l'échantillon ramène la luminescence au même point que l'échantillon moderne. Une normalisation au naturel a été appliquée. Cette méthode a été appliquée aux feldspaths des échantillons TH3₀ et TH5 ainsi qu'aux quartz de TH8.

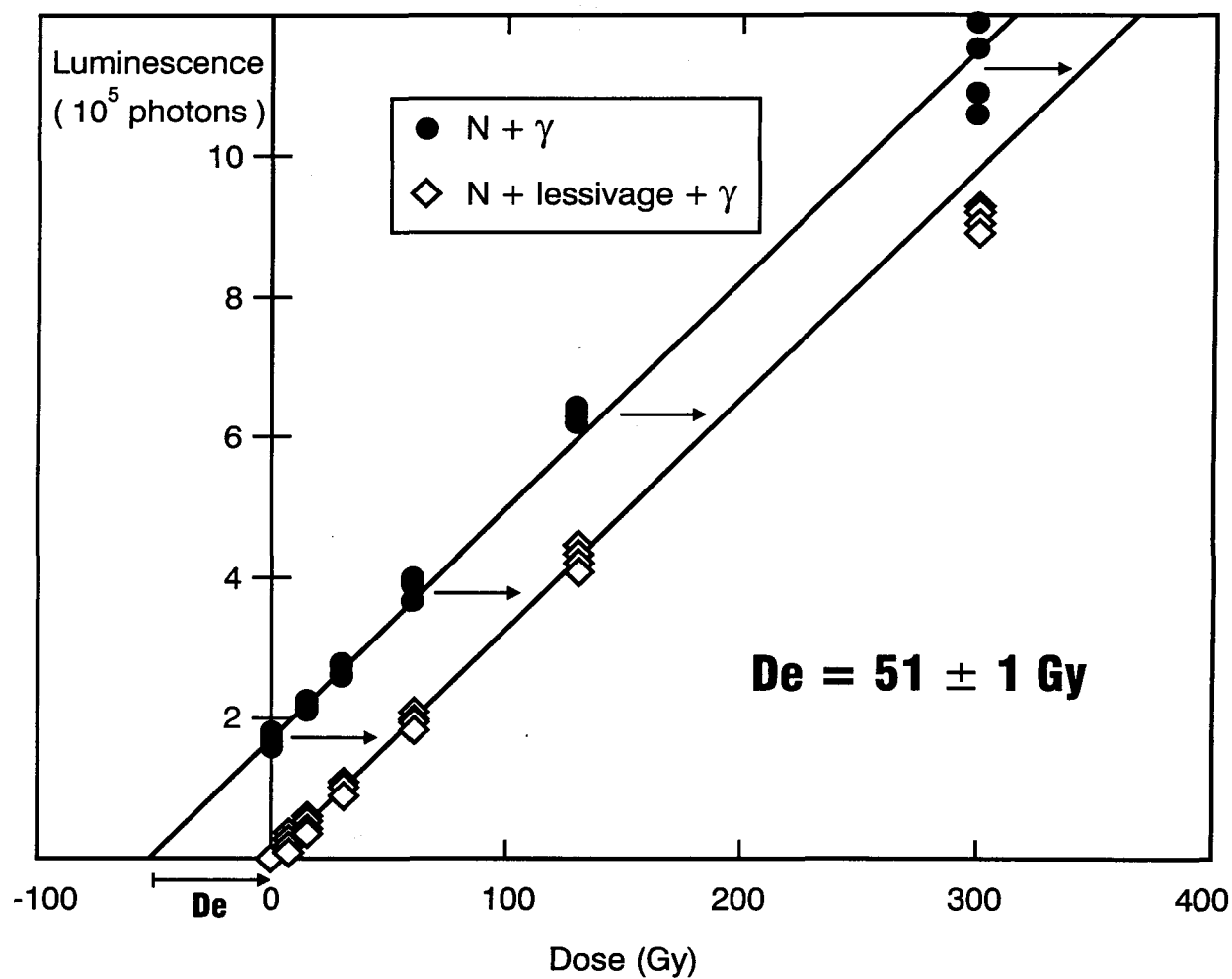


Figure 1.8: *Australian slide method*. Deux courbes de croissance sont construites, une additive (ronds) et une régénérée (losanges). La première est déplacée le long de l'axe des abscisses afin de se superposer à la courbe régénérée. La dose équivalente (De) correspond à la valeur de cette translation sur l'axe des abscisses. Exemple des feldspaths de TH5.

1.5.3. Essai de grains individuels

Les méthodes ci-dessus sont donc appliquées en utilisant des coupelles monominérales de 5 ou 10 mg. Bien qu'il s'agisse d'environnement éolien à très forte insolation, la population de grains de chaque aliquote peut être hétérogène quant à sa minéralogie, ses inclusions ou encore à la durée de son transport (degré de remise à zéro). Ceci engendre une dispersion plus ou moins marquée entre les fractions. Les âges apparents ne correspondent pas à l'âge réel de l'ensevelissement du sédiment. La meilleure manière de vérifier l'homogénéité du sédiment est l'utilisation de la méthode des grains individuels mise au point par Lamothe et ses collaborateurs (1994) et Lamothe (1996). Elle a le grand avantage, comme son nom l'indique, de s'appliquer à un seul grain et par conséquent de décomposer le signal global afin de l'analyser et de ne tenir compte que des grains correspondant à ce que l'on désire dater. Hormis cet objectif d'analyse des populations de grains (si il y a lieu), une extension de cette méthode permet de déterminer si les feldspaths étudiés sont affectés par le phénomène de *fading* (Lamothe et Auclair, 1999; Lamothe et Auclair, 2000). Une population significativement statistique de grains de feldspaths (N=48) montés solitairement sur un disque d'aluminium est préchauffée à 250°C pendant une minute puis stimulée par infrarouge pendant 1 seconde quelques minutes après la préchauffe. Elle est ensuite irradiée, préchauffée et restimulée optiquement dans les plus brefs délais. Il s'agit de la lecture *prompt*. Dix jours plus tard, une nouvelle lecture IRSL est faite. C'est la lecture *délai*. Après un lessivage prolongé sous la lampe solaire, la dose est

régénérée. Après une autre préchauffe, les deux lectures *prompt* et *délai* sont à nouveau effectuées. Le rapport des intensités R_I est un paramètre introduit par cette méthode. Il correspond au rapport de la luminescence du grain irradié sur naturel ($R_I = L_{N+\gamma}/L_N$). Tout d'abord, une aliquote, soit un grain de feldspath non remis à zéro ne voit pas sa luminescence augmenter significativement lors de son irradiation. R_I avoisine donc l'unité. Par contre, si le grain a bien été remis à zéro, sa luminescence augmente considérablement lors de l'irradiation. Le rapport R_I est supérieur à 1. Un histogramme de fréquence des valeurs R_I visualise bien la population des grains. La deuxième utilité de ce rapport est la détection du *fading* et l'évaluation du pourcentage de la luminescence instable due à ce phénomène. Pour ce faire, on représente R_I *prompt* vs R_I *délai* (Figure 1.9). Si l'échantillon n'est pas affecté par le *fading* tous les points vont se retrouver sur la ligne médiane (1 :1). S'il l'est, les points vont s'aligner sur une droite plus basse nommée *fadia* et l'intersection des deux droites donne la valeur R_I pour laquelle il n'y aurait pas de *fading*, R_I^0 . Ce rapport trouvé permet de faire une correction au niveau des courbes de croissance afin de déterminer la dose équivalente corrigée. Dans cette étude, seuls les feldspaths des échantillons de Tah (TH8 et TH30) de grosse granulométrie (150-300 μ m) ont servi à l'application de cette méthode.

1.5.4. La méthode des *Single Aliquot Additive Dose* (SAAD)

Cette méthode mise au point par Duller (1991, 1992) fut la première à utiliser l'aliquote unique et ce, dans le but de diminuer la marge d'erreur des méthodes à aliquotes multiples. Le principe est de construire une courbe de croissance (figure 1.10) avec une

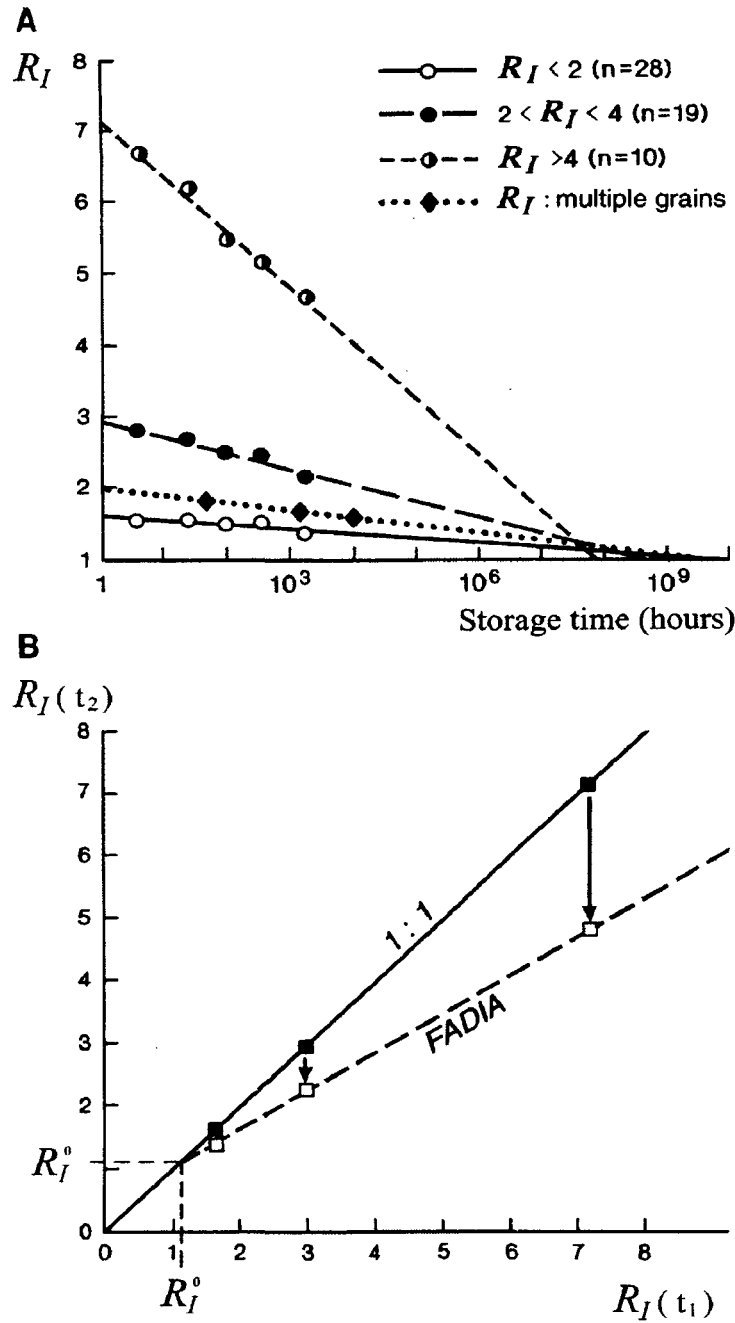


Figure 1.9: Principes de la *fadia* : (A) Décroissance du rapport $L_{N+\gamma}/L_N$ (R_I) en fonction du temps écoulé depuis l'irradiation. (B) Représentation de ces mêmes rapports mesurés peu de temps après l'irradiation (t_1) en fonction de ceux mesurés en délai (t_2). Si il y a du fading, les rapports diminuent et les points vont s'aligner sur une droite nommée *fadia*. L'intersection de cette droite avec la ligne médiane (1:1) donnera la valeur R_I pour laquelle il n'y aurait pas de *fading* (R_I^0). Tiré de Lamothe et Auclair (1999).

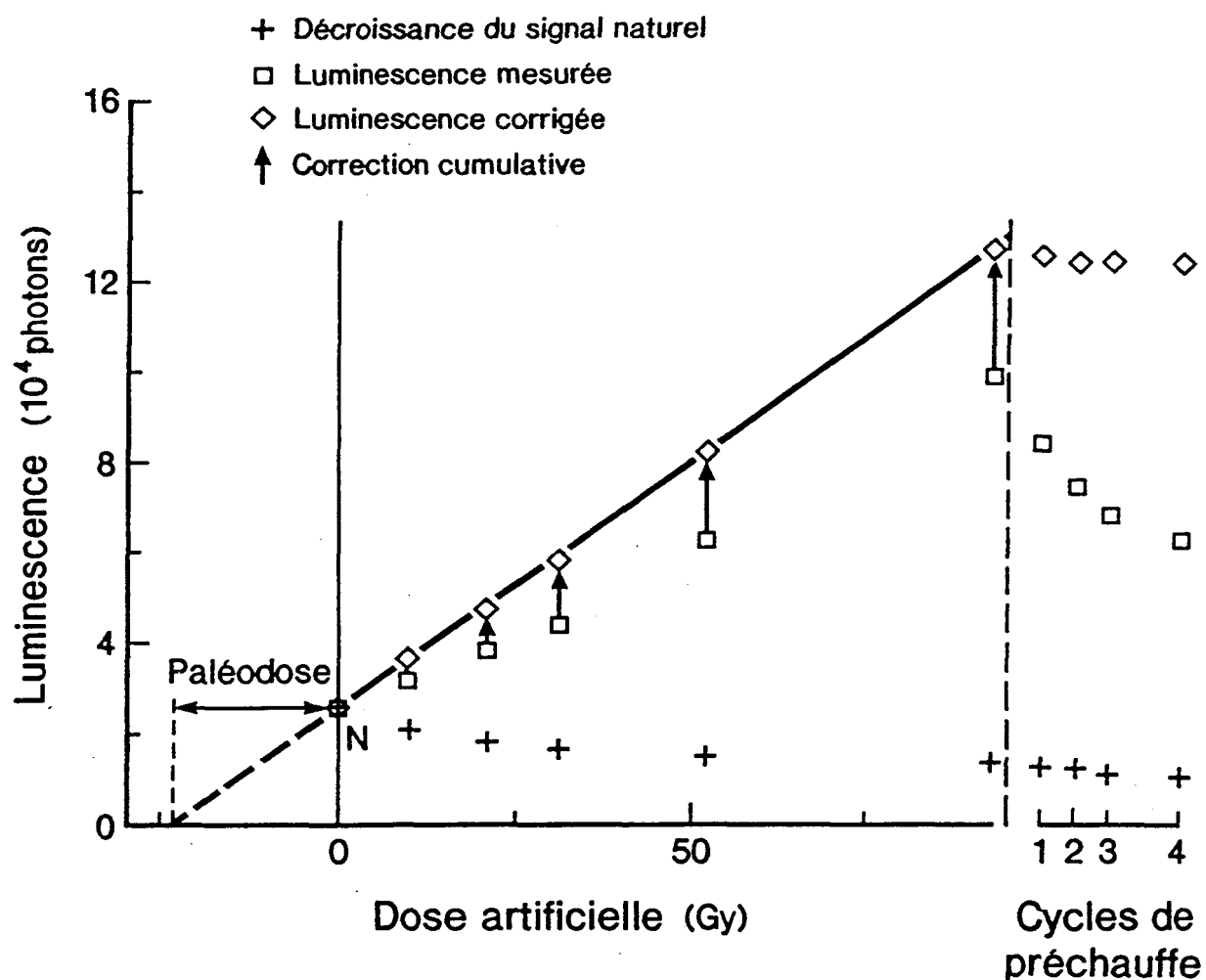


Figure 1.10: Principes de la méthode SAAD (modifié de Duller, 1991; tiré de Lamothe, 1996). Les carrés représentent les intensités IRSI mesurées après chaque cycle d'irradiation et de préchauffe. Les croix présentent un exemple de la perte du signal naturel pour chaque cycle de préchauffe. Les losanges représentent les intensités IRSI corrigées d'après l'observation de l'érosion du signal pour chaque cycle de préchauffe. La paléodose est extrapolée à partir des valeurs corrigées.

seule aliquote naturelle à laquelle on ajoute progressivement des doses et qu'on stimule faiblement afin de ne pas éroder le signal (*short shine*). Chaque portion ajoutée a une composante thermiquement instable. L'aliquote doit donc être préchauffée à chaque cycle d'irradiation de la construction de la courbe additive. Ces préchauffes successives risquent par contre d'altérer le signal. Une correction est donc faite pour rétablir la portion érodée.

A chaque cycle, des aliquotes naturelles sont préchauffées puis stimulées et leur érosion sert à cette correction. Pour vérifier si la correction est valable, à la fin du dernier cycle, plusieurs cycles de préchauffe et lecture sont effectués sans ajout de dose. La correction leur est appliquée et si elle est correcte le signal luminescent doit rester constant. De plus des changements de sensibilité du système de lecture sont évalués par une lecture successive d'aliquotes témoins indépendants qui ont déjà subi un *shine down* et qui sont supposés être dans une portion de signal stable parfaitement reproductible. C'est une forme de normalisation.

Des essais de détermination de doses équivalentes par cette méthode ont été effectués. Au niveau de la coupe Tah, au Sahara occidental, la méthode aboutit à des résultats sous-estimés d'au moins 25 % (e.g TH5 –Annexe 2). Pour les Iles Canaries, la SAAD n'a pas résolu les problèmes de mauvaise reproductibilité et de changement de sensibilité comme le montrent les exemples des échantillons de la Rosa Negra (RND4, RNB1) et de Mala (LMB3) – (Annexe 2).

1.5.5. Régénération d'aliquote unique (SAR = *Single Aliquot Regeneration*)

Cette méthode s'applique à une aliquote monominérale. La même aliquote est lue par luminescence à son état naturel puis elle est lessivée et irradiée à plusieurs reprises. On régénère ainsi plusieurs temps d'irradiation afin de construire une courbe de croissance. Le principe et la méthodologie détaillée sont décrits dans l'article de base de Murray et Wintle (2000) pour les quartz et Wallinga *et al.* (2000) pour les feldspaths. De légères modifications quant au lessivage, à la préchauffe et aux durées de stimulation des aliquotes sont appliquées dans ce travail (Figure 1.11).

Pour les feldspaths, une stimulation de 100 secondes est appliquée à l'échantillon naturel préalablement préchauffé à 250°C pendant une minute. L'érosion du signal IRSL est ensuite poursuivie pendant une heure sous une lampe halogène additionnée d'un filtre ne laissant passer que les ondes supérieures à 830 nm. Une vérification de l'efficacité du lessivage est contrôlée par une lecture IRSL qui servira aussi mesure de fond ou *background* (Figure 1.12). Une dose test (de 10 Gy pour Tah et 30 Gy pour les Îles Canaries) est alors donnée, suivie d'une rapide augmentation de température jusqu'à 150 °C appelée *cut heat*. La luminescence engendrée par cette dose test est ensuite mesurée. Après chacun de ces cycles, un lessivage sous une lampe solaire est effectué pendant une nuit. Plusieurs doses de régénération sont données à chaque aliquote de manière à monter une courbe de croissance. Cette méthode s'inspire de la méthode de l'aliquote individuelle mise au point par Duller (1991;1992) à la différence que les doses sont régénérées et la correction des changements de sensibilité dûs aux lessivages, irradiations et préchauffes successifs se fait grâce à la lecture après chaque régénération, d'un même temps

Protocole de mesure des SAR	
1-	Préchauffe (250°C/1 min) des échantillons naturels
2-	Mesure du signal IRSL naturel (L_N)
3-	Lessivage sous lampe halogène avec filtre infrarouge pour 1 heure
4-	Mesure du signal IRSL résiduel
5-	Irradiation gamma d'une dose test fixe
6-	Chauffe rapide (<i>cut heat</i>) à 150°C/1 sec
7-	Mesure du signal IRSL de la dose test (L_{Dt})
8-	Lessivage sous lampe solaire pour une nuit
9-	Mesure du signal IRSL résiduel
10-	Irradiation gamma d'une dose de régénération
11-	Préchauffe (250°C/1 min) des échantillons irradiés
12-	Mesure du signal IRSL régénéré (L_D)
13-	Lessivage sous lampe halogène avec filtre infrarouge pour 1 heure
14-	Mesure du signal IRSL résiduel
15-	Irradiation gamma de la dose test
16-	Chauffe rapide (<i>cut heat</i>) à 150°C/1 sec
17-	Mesure du signal IRSL de la dose test (L_{Dt})
18-	Reprendre les étapes 8 à 17 pour différentes doses de régénération incluant une dose zéro et une dose répétée (recyclage)
19-	Reprendre les étapes 8 à 17 en répétant une dose et en ajoutant un délai entre les étapes 10 et 11, afin d'estimer le <i>fading</i>

Figure 1.11: Protocole de mesures pour la méthode de régénération pour aliquote unique (SAR).

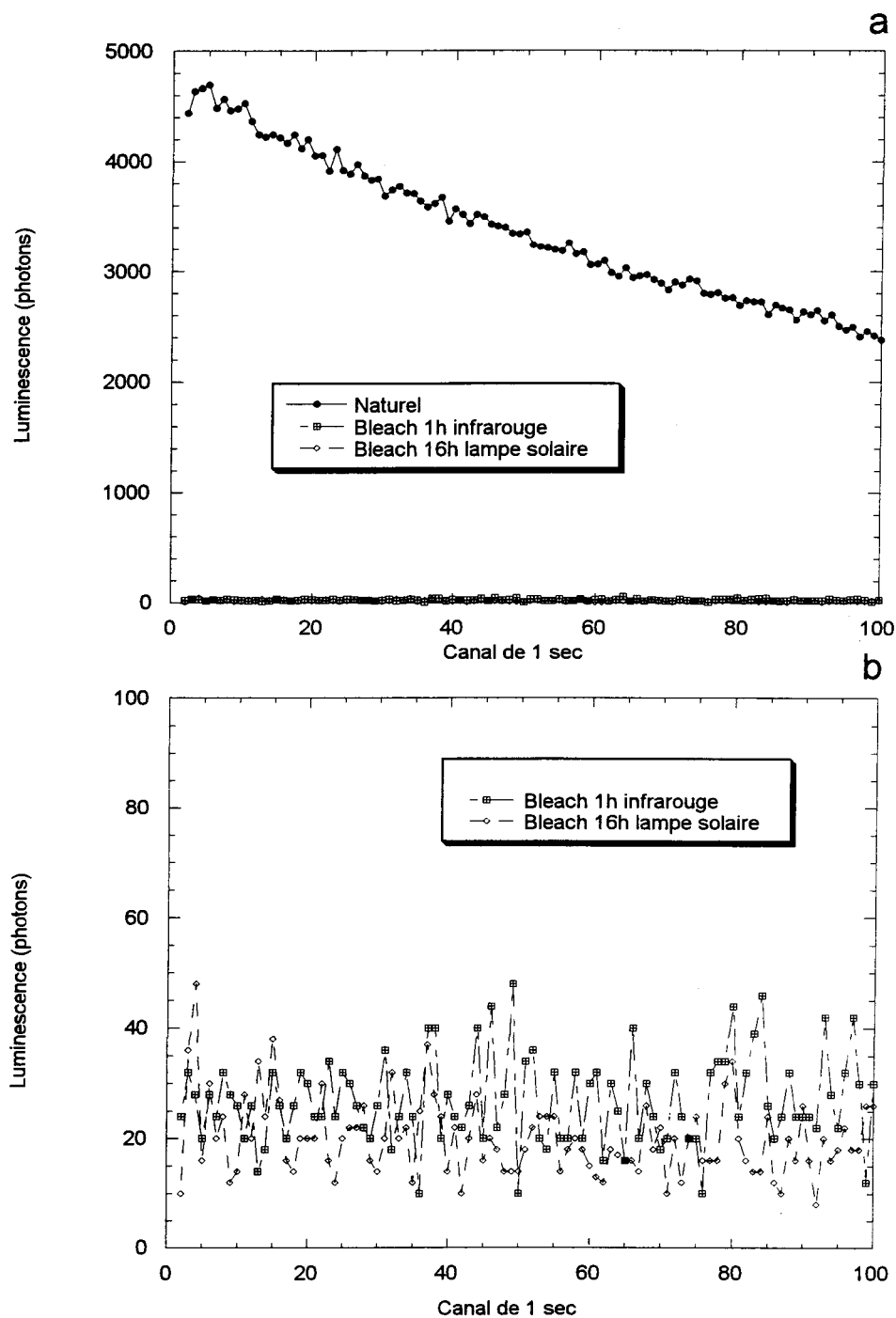


Figure 1.12 : Comparaison de l'intensité du signal IRSL d'une aliquote naturelle de feldspath avec celles obtenues après différents lessivages (bleach) de la même aliquote. Les courbes du bas sont présentées à une échelle différente et montrent l'efficacité des deux types de lessivage.

d'irradiation. C'est ce qu'on appelle la dose test ou *test dose*. Celle-ci est supposée donner toujours la même OSL. Toute modification de cette valeur due à des changements de sensibilité est utilisée pour corriger la valeur régénérée. C'est une forme de normalisation qui se fait à chaque étape de la courbe de croissance. Le rapport de l'intensité du signal régénéré sur l'intensité du signal généré par la dose test (L_D/L_{Dt}) est représenté en fonction des doses d'irradiation. Ceci donne par interpolation la valeur correspondant au rapport de l'aliquote naturelle, soit la dose équivalente à la paléodose. Une vérification de la validité de cette correction se fait par un "recyclage" d'une dose régénérée. En effet, une même dose est supposée donner le même rapport (L_D/L_{Dt}). Pour les échantillons pour lesquels on a une idée de la dose équivalente, au lieu de monter une courbe de croissance, on donne des doses cernant le plus possible la valeur de la dose équivalente pour resserrer l'intervalle autour de l'intensité naturelle afin d'avoir une plus grande précision par interpolation linéaire. Cette méthode de la SAR a été appliquée aux feldspaths de tous les échantillons des trois coupes.

Au laboratoire Lux, des essais de SAR ont été effectués avec le xénon sur l'échantillon de quartz de TH8. La différence par rapport aux feldspaths est bien sûr la stimulation qui se fait dans le vert mais aussi, elle est plus longue (1000 sec). Il n'est pas nécessaire de lessiver avec une lampe solaire avant la dose test. La préchauffe est de 220°C pendant 5 minutes ou pendant 10 secondes et le *cut heat* correspond à une augmentation de la température jusqu'à 160°C avec un taux de chauffe de 10°C/seconde. Un lessivage d'une nuit est effectué entre deux régénérations afin de distinguer deux cycles successifs bien que des tests de lessivage aient montré un lessivage complet après une demi heure

d'exposition à la lampe solaire. La fin de chaque *shine down* est utilisée comme background du *shine* suivant. La stimulation des quartz devrait se faire à 125°C afin d'éviter le recombement des pièges correspondant au pic TL à 110°C. Cependant, l'appareillage dont on dispose ne permet pas d'atteindre les 125 °C. Des mesures ont été effectuées à 100 °C mais vu l'instabilité de la température, un essai de mesures SAR a été fait à 20 °C. Aucun de ces résultats n'a été considéré.

Au laboratoire de luminescence de l'Université du Pays de Galles, avec une stimulation de diodes bleues (470 ± 30 nm) de haute puissance couplées au système de lecture automatique Risø TL-OSL, des mesures SAR ont été effectuées par Michel Lamothe sur les quartz de TH8 et de TH6. Le U-340 est utilisé comme filtre de détection. La stimulation des quartz se fait à 125°C afin d'éviter le recombement des pièges correspondant au pic TL à 110°C. Elle est de 100 sec. Deux types de préchauffe ont été utilisés (160 à 300°C pendant 10 secondes et 250°C pendant 60 secondes). La variation de la dose équivalente avec la température de préchauffe livre un plateau à partir duquel l'intervalle de température est utilisé pour la détermination de la dose équivalente. Le background considéré correspond aux dernières secondes de stimulation de chaque courbe elle-même. La dose test est de 4 Gy. Elle est suivie d'un *cut heat* amenant la température à 160°C avec un taux de chauffe de 5 °C/sec. Un lessivage a été effectué entre chaque cycle pour la SAR de TH6 mais pas pour TH8. Deux sources d'irradiation β ont été utilisées pour les quartz de TH6 et ceux de TH8. Elles ont respectivement des débits de dose de 1.204 Gy/min et de 2.63 Gy/min.

1.6. Autres mesures

Pour certains échantillons des Iles Canaries, les densités usuelles des quartz et des feldspaths ne fournissant pas de matériel, une recherche d'autres minéraux luminescents a été entreprise. Dans les hautes densités, un minéral vert pâle et translucide a été isolé à la loupe et il s'est avéré luminescent. Il s'agit de l'olivine. L'annexe 3 regroupe les résultats des différents tests effectués sur ce minéral.

CHAPITRE 2

DATATION PAR LES MÉTHODES DE LUMINESCENCE OPTIQUE DE SÉDIMENTS QUATERNAIRES DE LA BORDURE DE LA SEBKHA TAH, BASSIN DE TARFAYA, SAHARA OCCIDENTAL, MAROC

2.1. Introduction

Le Sahara est l'une des régions les plus arides du monde. Les problèmes d'augmentation du phénomène de désertification (par aridité accrue ou action anthropique) inquiètent et ont stimulé depuis toujours la curiosité des chercheurs. Pour essayer de comprendre le fonctionnement actuel de l'évolution des climats, les recherches ont porté sur les climats du passé pour éventuellement essayer de comprendre le fonctionnement actuel voire futur. La grande majorité des études paléoclimatiques portent sur le domaine océanique car il a le grand avantage de fournir des carottes marines pouvant couvrir plusieurs cycles climatiques de manière relativement continue. Le deuxième avantage est bien sûr la stratigraphie isotopique qui permet de placer les phénomènes paléoclimatiques dans un cadre chronologique. Par contre le domaine continental présente par définition des dépôts discontinus dans l'espace et dans le temps. Les reconstitutions paléoclimatiques sont donc en général faites sur la base de corrélations de phénomènes régionaux isolés. Ainsi, au Sahara, on a essentiellement établi une paléoreconstitution des périodes humides, sur la base de vestiges de paléolacs et de plusieurs autres évidences paléoclimatiques (végétation, faune ...) datés par les déséquilibres uranium-thorium (U/Th) ou le radiocarbone. La

grande majorité des études ont été faites au Sahara Oriental et Central ainsi qu'en bordure du Sahel. Peu d'études ont été faites sur la partie occidentale et elles se localisent au niveau de paléolacs dans le désert algérien (e.g. Causse *et al.*, 1988) ou au Nord du Mali (e.g. Hillaire Marcel *et al.*, 1983). A part certaines études de géographie descriptive (Choubert *et al.*, 1966; Lecoître, 1966), et une étude sur les falaises côtières effectuée par Ortlieb (1975), aucune étude n'a été faite dans la partie la plus occidentale du Sahara, le bassin côtier de Tarfaya. Elle porte cependant un intérêt particulier car c'est une zone sous influence atlantique en raison de la proximité du Courant froid des Canaries et des *upwelling*.

Dans la partie nord-occidentale, dans le bassin côtier de Tarfaya, des grandes dépressions ou «sebkhas» piègent des sables éoliens. Les cordons dunaires actuels orientés parallèlement aux alizés NNE-SSO plongent dans ces sebkhas et certaines d'entre elles, de petite taille, sont complètement remplies de sables actuels. Cette zone se trouve à la limite phytoclimatique des domaines saharien et méditerranéen tels que définis par White en 1983. Ceci nourrit l'espoir que toute fluctuation de cette limite soit enregistrée dans des sédiments quaternaires. La forte déflation éolienne de cette région donne un paysage plat de roches superficielles consolidées du plio-pléistocène (Moghrébien). Apparemment seules ces dunes actuelles sont plus récentes. En bordure de certaines de ces sebkhas, des sables éoliens plus anciens relativement consolidés avec un paléosol en leur surface, certains sites archéologiques et des replats de plages, tous témoins de périodes climatiques plus clémentes ont été trouvés. Au niveau d'une de ces sebkhas, une succession de sables et de paléosols plus ou moins développés est préservée. Ces cycles d'aggradation et d'immobilisation de sables éoliens témoignent d'une succession de périodes arides et relativement plus humides. Cette séquence continentale est intéressante car à un même

endroit, on enregistre plusieurs cycles climatiques. Lesquels ? Les quelques vestiges biologiques ne permettent pas d'obtenir des datations au radiocarbone et le peu qui a été fait donne des âges supérieurs à 25 ka BP à l'exception d'un paléosol daté à 12.5-13.5 ka BP (Petit-Maire, 1987). Vu l'ouverture du système radioactif, il est impossible de faire des datations par U/Th dans ce type de contexte (Ghaleb *et al.*, 1990; Hillaire-Marcel *et al.*, 1990). Cette méthode ne peut être appliquée aux coquilles de gastéropodes puisqu'elles sont très mal conservées. La méthode de choix pour donner un cadre géochronologique à ces variations climatiques est la méthode de datation par luminescence optique mise au point en 1985 par Huntley *et al.*. Dans cette étude, on se propose donc d'appliquer cette méthode de datation à cette séquence apparemment continue.

2.2. Cadre géologique

2.2.1. Situation géologique de cette séquence

L'étude actuelle se situe dans le bassin côtier de Tarfaya dans le Sud du Maroc (27-28°N ; 12-13°O; Figure 2.1). Le substratum de ce secteur à l'extrémité Nord Occidentale du Sahara est constitué de marnes crétacées, recouvertes par endroit de marnes tortoniennes sur lesquelles repose une plateforme grésocalcaire marine plio-pléistocène nommée Dalle Moghrébienne. Ce substratum est creusé par de larges dépressions à fond plat et à bordures abruptes appelées « sebkhas ».

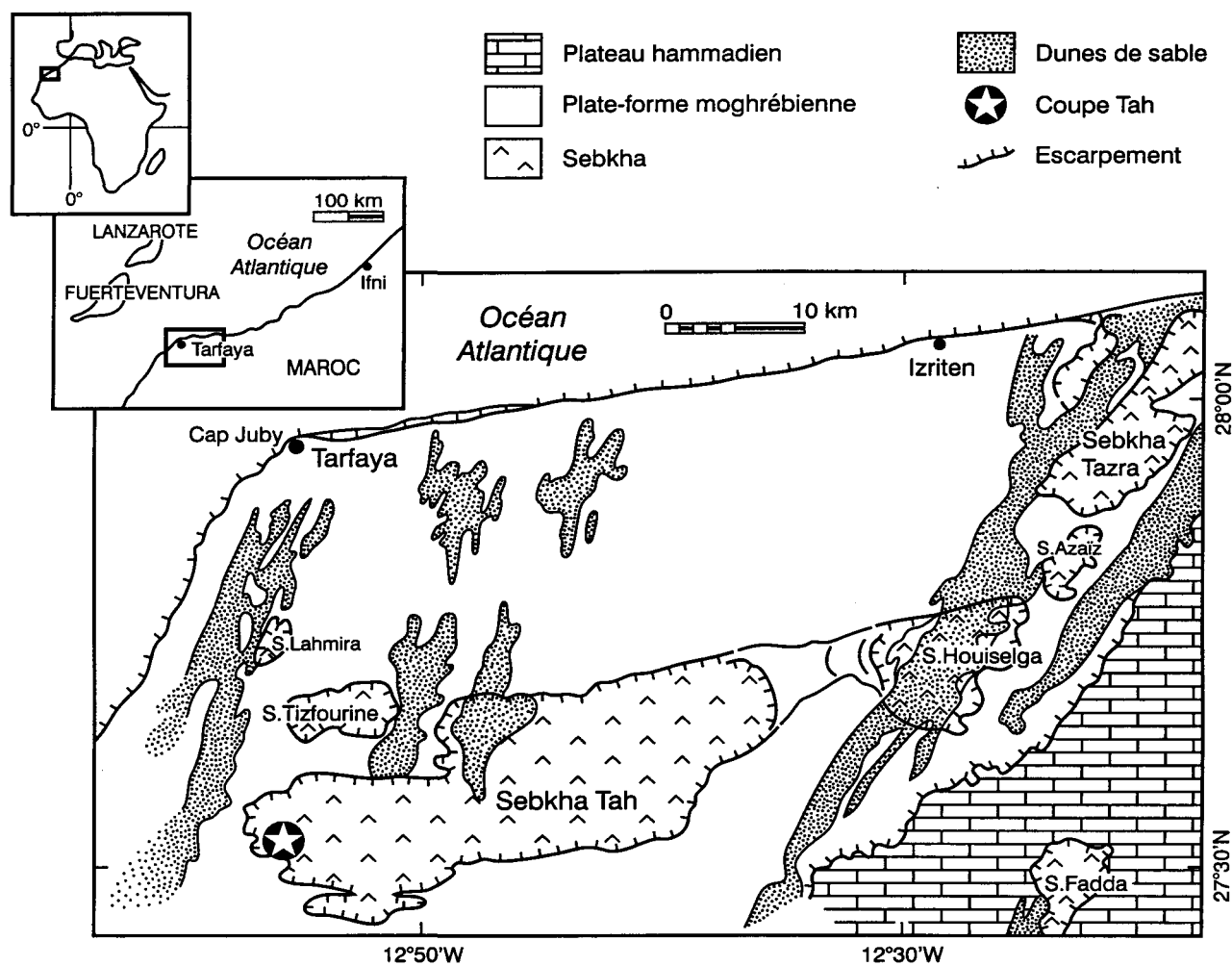


Figure 2.1: Carte de localisation de la coupe Tah (modifié de Ballouche *et al.*, 1995).

Ces sebkhas n'étant pas sujettes à des écoulements, leur formation serait due à l'action jumelée de phénomènes karstiques superficiels et de corrosion par les sels présents dans les roches secondaires.

La forte action éolienne de la région serait le seul agent qui aurait mobilisé et vidé les sebkhas de leur matériel rendu au préalable friable. Leur taille est variable et peut atteindre des dimensions assez spectaculaires. Dans le cas de la sebkha Tah qui est la plus grande du secteur (40 km sur 13), l'altitude du sommet des bordures est autour de 30 m tandis que le fond atteint des altitudes négatives de -55 m. Ceci correspond à un creusement total atteignant les 80 m par endroits. Le fond de ces sebkhas est souvent recouvert d'une couche de sel, dans certains cas exploitable. Malgré ces altitudes négatives, les sebkhas ne sont pas inondées par l'eau de mer qui demeure à proximité. Elles forment cependant des pièges à sédiments. Des cordons dunaires actuels de direction NNE-SSO les recoupent. Certaines petites sebkhas sont complètement remplies par ces dunes (ex : sebkha Lahmira). Dans d'autres cas, seules des extrémités de ces cordons dunaires plongent à l'intérieur des sebkhas, comme c'est le cas pour la falaise nord de la sebkha Tah. (Photo 1: annexe 4) Sur sa bordure occidentale, un système de sables éoliens plus ou moins consolidés dans lesquels s'intercalent des paléosols peu développés a été observé (Nicole Petit-Maire, communication personnelle). A cause des ruissellements de surface et de la forte déflation éolienne seuls quelques lambeaux de ce système subsistent. Cependant, cinq unités superposées sont préservées. Un peu plus haut, se trouve l'équivalent d'une sixième unité. C'est ce qui constitue ce que l'on a appelé la Coupe Tah (Figure 2.2; Photo 2: annexe 4).

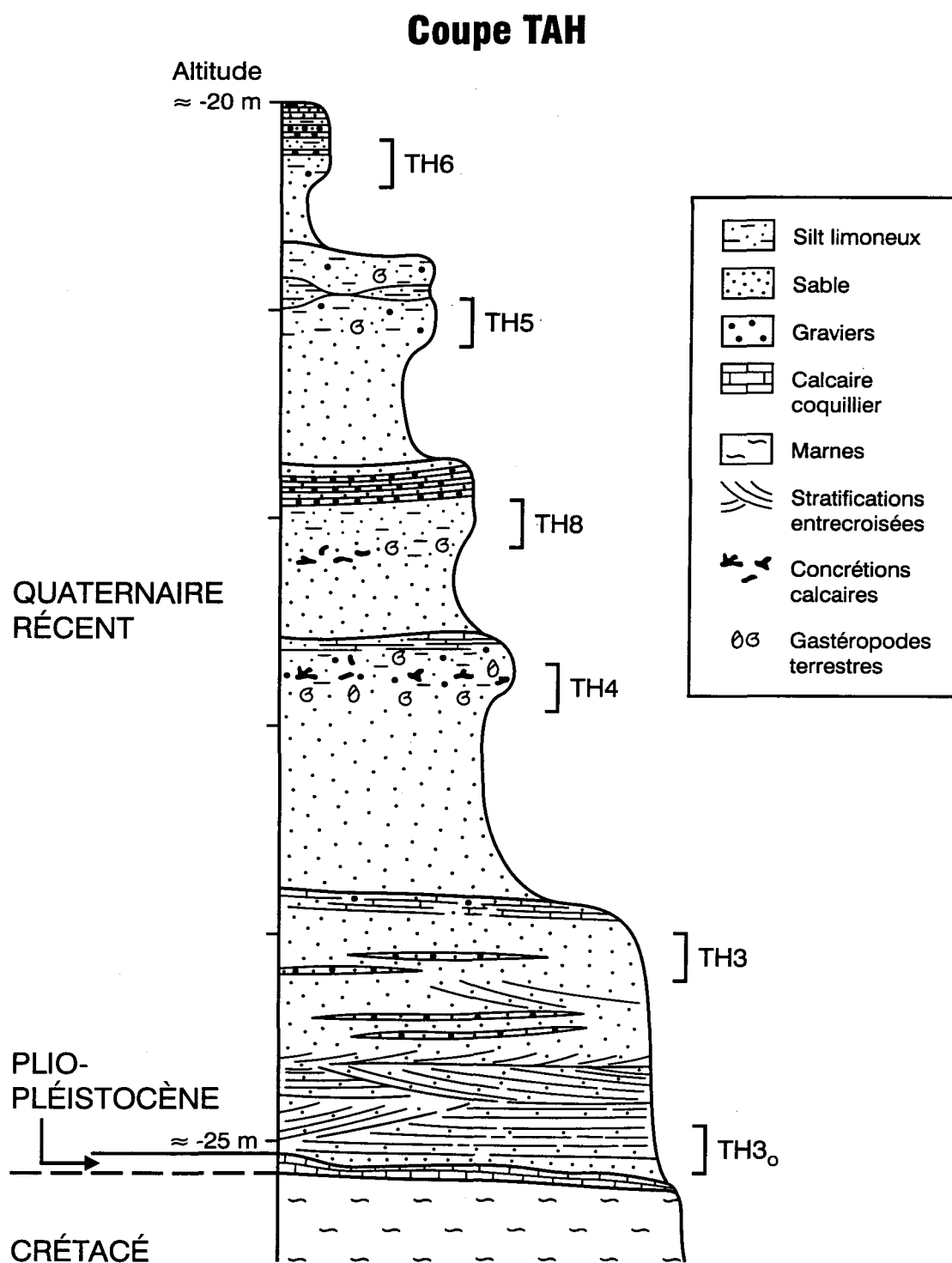


Figure 2.2: Coupe Tah. Les lettres et chiffres correspondent aux échantillons destinés à la datation par luminescence optique (exemple: TH6).

2.2.2. Description de la coupe Tah

Sur les marnes et des grès calcaires consolidés repose une unité sableuse à stratifications entrecroisées qui se termine par des sables plus grossiers à passées gravillonnaires. Il semble qu'il s'agisse de sables de plage car un replat d'érosion se poursuit au même niveau dans les marnes adjacentes à la coupe. Ils correspondraient à une phase humide pendant laquelle la sebkha Tah aurait été inondée, formant temporairement un lac. Sur ces sables se trouvent quatre cycles de sables éoliens surmontés par des paléosols. Bien que ces derniers soient peu développés, ils sont légèrement rougeâtres et la présence de coquilles de gastéropodes continentaux et de racines calcifiées témoigne de conditions relativement plus humides qui auraient permis le développement d'êtres vivants. Ces cycles d'aggradation et d'immobilisation de sables pourraient correspondre à une cyclicité climatique de périodes arides et de périodes relativement plus humides. Des coquilles et des concrétions calcaires se sont concentrées en surface dans un limon rougeâtre quelques mètres plus loin. Cela semble être un vestige d'un autre paléosol plus récent daté au radiocarbone à 12.5-13.5 ka BP (Petit-Maire, 1987; Damnati *et al.*, 1995).

2.2.3. Échantillons destinés à la datation par luminescence optique

Deux échantillons ont été pris au niveau de l'unité de plage lacustre : un à la base contre le grès calcaire (TH3₀) et le second à sa partie sommitale (TH3). Ensuite, les parties sommitales des quatre cycles subjacents ont été échantillonnées (de la base vers le sommet : TH4, TH8, TH5 et TH6). Il était impossible de faire un échantillonnage plus serré car cela aurait impliqué des échantillons de petite taille. Or, dans ce cas là, la coupe étant très carbonatée et assez consolidée, des blocs ont été échantillonnés pour qu'après la

décarbonatation au HCl, il reste suffisamment de minéraux datables. Pour cette raison, le paléosol en surface daté à 12.5 ka au radiocarbone n'a pu être échantillonné. Par contre, des sables actuels ont été pris de la dune vive plongeant au Nord de la sebkha (TH0).

Hormis l'échantillon de dune vive, tous les échantillons correspondent aux phases d'immobilisation dunaires plus humides que l'on essaye de dater par luminescence.

2.3. Méthodes de luminescence

2.3.1. Définition et principes

La luminescence optique représente le phénomène d'émission de lumière d'un corps lors de sa stimulation par une énergie lumineuse. Depuis la découverte de cette méthode de datation par Huntley et ses collaborateurs en 1985, plusieurs synthèses ont été publiées (Aitken, 1992; Wintle, 1993; Berger, 1995, Huntley et Lian, 1997 et Aitken, 1998).

Des minéraux détritiques tels que le quartz et le feldspath, peuvent piéger dans des défauts cristallins les électrons libérés lors d'une exposition à une radiation ionisante issue de la décroissance radioactive de l'uranium, du thorium, du potassium et de leurs descendants présents dans le sédiment et son milieu environnant. Une faible contribution de cette radiation ionisante provient du rayonnement cosmique. Ces électrons restent dans ces pièges tant qu'ils n'ont pas reçu l'énergie suffisante pour s'en échapper. Dans notre cas, cette énergie est lumineuse. Certains des électrons alors libérés se recombinent à des défauts cristallins appelés « centres luminescents ». La différence d'énergie est alors émise sous forme de photons ce qui ramène à la définition de la luminescence optique ou OSL (Optically Stimulated Luminescence).

Cette luminescence est proportionnelle à la quantité d'irradiation que le minéral a reçue et donc, si l'on considère que le taux de radioactivité du milieu environnant est constant au cours du temps, proportionnel au temps écoulé depuis l'événement à dater (cristallisation du minéral, chauffe archéologique ou transport dans l'environnement). De ceci découle l'équation d'âge qui est comme suit :

$$\text{Age OSL (an)} = \text{Paléodose (gray)} / \text{Dose annuelle (gray/an)}$$

- L'âge correspond alors au temps écoulé depuis l'enfouissement du sédiment, soit depuis sa dernière exposition à la lumière solaire.
- La paléodose est la dose totale reçue depuis l'âge zéro. Pour la mesurer, la luminescence naturelle est comparée à celle induite par des doses de radiation artificielle connues, administrées en laboratoire avec une source bêta ou gamma. La dose artificielle nécessaire pour donner un signal égalant le signal naturel est appelée « dose équivalente » (De).
- La dose annuelle (Da) est issue de la radioactivité naturelle du milieu environnant et représente son débit durant une année.

L'unité internationale de dose absorbée est le gray (Gy) qui correspond à un joule par kilogramme (J/kg).

2.3.2. Préparation des échantillons

Les échantillons sont récoltés sur le terrain en évitant tout contact avec la lumière solaire. Au laboratoire, dans l'obscurité (Smith, 1988 ; Lamothe, 1995), les sédiments sont tamisés (125-150 μm et 150-300 μm pour la méthode des grains individuels, voir plus loin), attaqués à l'acide chlorhydrique (HCl 20 %) afin d'éliminer tous les carbonates puis ils sont séparés densimétriquement au polytungstate de sodium ($3\text{Na}_2\text{WO}_4 \cdot 9\text{WO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$) afin d'isoler les feldspaths (densité $\rho < 2.58 \text{ g/cm}^3$) et les quartz ($\rho = 2.62\text{-}2.7 \text{ g/cm}^3$). La portion externe des grains, soumise aux rayonnements alpha est éliminée par attaque HF (40 minutes à 10% pour les feldspaths et 1 heure à 49 % pour les quartz). Les grains monominéraliques ainsi préparés sont montés sur disque ou dans des coupelles en aluminium et fixés avec du silicone.

2.3.3. Détermination des doses annuelles

La dose annuelle (Da) est la somme des doses d'irradiation dûes aux rayonnements α , β et γ dans l'environnement naturel. A cette dernière s'ajoute le rayonnement cosmique (Dc) qui est estimé ici à 0,11 Gy/ka. Une attaque HF étant faite systématiquement, la contribution du rayonnement α externe n'est pas considérée. Les doses annuelles sont calculées à partir d'équations dont les paramètres sont définis par Aitken (1985) et mis à jour par Nambi et Aitken (1986) puis Adamiec et Aitken (1998). Ces équations font intervenir les concentrations en uranium, thorium et potassium déterminées par des analyses par activation neutronique (INAA) dont le principe et la précision sont décrits dans Gibson et Jagam (1980) ou par des comptages par scintillation alpha à source épaisse ou *thick source* (Huntley et Wintle, 1981). Le calcul de la dose annuelle tient compte de la

teneur en eau estimée à 25% entre la teneur en eau *in situ* et la saturation en eau. La mesure de la dose annuelle du milieu environnant constitue la source principale d'incertitude sur les âges OSL. Cependant, les résultats des datations effectuées sur les feldspaths potassiques peuvent atteindre une meilleure précision en raison de la dose de radioactivité interne engendrée par le potassium. Cette dose interne réduit l'importance de la dose externe. Les analyses du potassium interne sont effectuées par INAA sur la fraction feldspathique.

2.3.4. Appareillage utilisé

La majorité des mesures OSL ont été effectuées à l'aide d'un lecteur TL Daybreak 1100 doté d'un tube photomultiplicateur EMI 9635QA.

Les quartz sont stimulés dans le vert (GSL, Green light Stimulated Luminescence; Huntley *et al.*, 1985) par un système de lampe à xénon. Le pic de stimulation est centré à 520 nm avec un ampérage de 17 A et une puissance atteignant l'échantillon d'environ 31mW/cm^2 . La mesure de l'émission se fait par une combinaison de filtres transmettant entre 325 et 390 nm (U-340/Schott BG39). Les mesures de SAR sur les quartz de TH6 et TH8 (voir plus loin) ont été effectuées à l'Université du Pays de Galles à Aberystwyth (UK) par M.Lamothe avec une stimulation de diodes bleues (470 ± 30 nm) de haute puissance couplées au système de lecture automatique Risø TL-OSL. Le U-340 est utilisé comme filtre de détection.

La stimulation infra rouge des feldspaths (IRSL=Infra Red Stimulated Luminescence; Hütt *et al.*, 1988) à l'aide de diodes ayant un pic de transmission à 880 nm, un ampérage de 20 mA et une puissance atteignant l'échantillon de 35mW/cm^2 . Pour la

mesure de l'émission, une combinaison de filtres transmettant entre 325 et 470 nm (Corning 7-59/Schott BG39) est utilisée.

Les irradiations sont effectuées à l'aide d'une source gamma (Co-60/ $t_{1/2}=5.27$ a) dont le débit de dose pour les premières mesures était de 1.7 Gy/min et pour les mesures finales de 0.7 Gy/min. Deux sources d'irradiation β ont été utilisées pour les SAR des quartz de TH8 et ceux de TH6 à l'Université du Pays de Galles. Elles ont respectivement des débits de dose de 2.63 Gy/min et de 1.204 Gy/min.

Pour certaines mesures, un lessivage se fait en laboratoire afin d'étudier la régénération de la luminescence. Ceci est réalisé sous une lampe additionnée d'un filtre simulant l'exposition solaire prolongée qui devrait avoir eu lieu dans l'environnement éolien ($\lambda > 460$ nm). Pour la méthode de la SAR appliquée aux feldspaths (voir plus loin), on prolonge parfois la stimulation IR à l'aide d'une lampe halogène à tungstène additionnée d'un filtre Kodak Wratten no 87c ($\lambda > 830$ nm).

2.3.5. Détermination des doses équivalentes aux paléodoses

Les stimulations optiques donnent donc lieu au vidage d'électrons des pièges cristallins. Cela se traduit par une émission de photons (OSL) dont l'intensité décroît progressivement durant la stimulation qui peut être de durée variable (e.g. 1 seconde « *short shine* », 10, 100 ou 1000 secondes « *shine down* »). Ceci est la mesure de base d'OSL qui s'applique à des aliquotes naturelles ou à des aliquotes irradiées artificiellement. Plusieurs techniques de détermination des doses équivalentes consistent en la détermination de la dose de radiation nécessaire à la génération du signal de luminescence naturelle. Cependant, il existe une instabilité appelée « *fading* » (Wintle, 1973) : la luminescence des feldspaths irradiés «se fane» avec le temps par fuite spontanée d'électrons des pièges à

électrons cinétiquement stables et ce, à température ambiante. Une lecture trop rapide de la luminescence des feldspaths après leur irradiation peut être artificiellement trop élevée et engendrer une sous-estimation des âges. L'ampleur de ce phénomène, variant suivant les zones étudiées, est évaluée par un test classique qui consiste à lire la luminescence d'aliqotes naturelles et irradiées à des intervalles allant de quelques minutes à plusieurs mois voire années après l'irradiation et la préchauffe. On détermine alors un pourcentage de fading par unité de temps ou par décade (g) sur une échelle logarithmique (Aitken, 1985). Ce dernier est utilisé dans la correction de l'âge suivant la méthode élaborée par Huntley et Lamothe (2001).

Méthode des doses additives

Cette méthode consiste à dresser une courbe de croissance à partir de l'intégration de l'intensité lumineuse émise par des aliqotes naturelles de l'échantillon monominéralique et d'autres aliqotes naturelles ayant subi des irradiations artificielles croissantes (Aitken, 1974). La dose équivalente est obtenue grâce à l'extrapolation de la courbe de croissance (intensité OSL vs dose) sur l'axe des abscisses. Cette courbe est construite en utilisant l'algorithme défini par Berger *et al.* (1987) et Berger et Huntley (1989). Il en est d'ailleurs de même pour toutes les courbes de croissance construites avec les autres méthodes de détermination de la dose équivalente (voir plus loin). Avant les lectures OSL, les feldspaths sont préchauffés 8-10 heures à 160°C ou 10 minutes à 220°C (Li, 1991) et les quartz 5 minutes à 220°C et ce, afin d'éliminer le signal de luminescence instable engendré par les irradiations artificielles (Rhodes, 1988 ; Bailiff et Poolton, 1991 ; Aitken, 1992). Le transfert indésirable d'électrons de pièges insensibles à la lumière et thermiquement instables vers des pièges sensibles à la lumière et thermiquement stables (Aitken et Smith, 1988 ;

Aitken, 1992) est contrôlé par des tests qui consistent à lire l'OSL d'aliquotes naturelles et irradiées comme pour la courbe de croissance mais une étape de lessivage optique complet de l'échantillon est introduite avant la préchauffe. Si la luminescence des aliquotes irradiées et lessivées n'est pas nulle, cela veut dire qu'il y a eu transfert thermique. Le report de l'intersection de la courbe de croissance et celle du test de transfert sur l'axe des abscisses donne la valeur de la dose équivalente corrigée pour le transfert thermique.

Des coupelles montées le plus similairement possible en terme de masse et de composition, peuvent néanmoins avoir des petites différences initiales qui peuvent affecter la reproductibilité. Une « normalisation au naturel » et/ou une « normalisation après dose » sont appliquées (Aitken, 1985).

Australian slide method

Une technique jumelant les méthodes additive et de régénération est utilisée. On dresse simultanément deux courbes de croissance, une régénérée et une additive et on fait glisser l'additive sur la régénérée pour donner à la portion extrapolée de l'additive la même courbure que la régénérée. Cette technique de glissement appelée *Australian slide method* et mise au point par Prescott *et al.* en 1993 corrige la courbure initiale de la courbe et diminue de beaucoup la marge d'erreur due à l'extrapolation. La dose équivalente correspond au déplacement sur l'axe des abscisses qui permet la juxtaposition des deux courbes. Un programme mis au point par Huntley (1998) est utilisé pour faire adéquatement cette translation. Cette méthode a été appliquée aux feldspaths des échantillons TH3₀ et TH5 ainsi qu'aux quartz de TH8.

Méthode des grains individuels

La méthode des grains individuels mise au point par Lamothe et ses collaborateurs (1994) et Lamothe (1996) a le grand avantage, comme son nom l'indique, de s'appliquer à un seul grain et par conséquent de décomposer le signal global afin de l'analyser et de ne tenir compte que des grains correspondant à ce que l'on désire dater. Hormis cet objectif d'analyse des populations de grains (si il y a lieu), une extension de cette méthode permet de déterminer si les feldspaths étudiés sont affectés par le phénomène de *fading* (Lamothe et Auclair, 1999; Lamothe et Auclair, 2000). Une population significativement statistique de grains de feldspaths ($n=48$) montés solitairement sur un disque d'aluminium est préchauffée à 250°C pendant une minute puis stimulée par infrarouge pendant 1 seconde quelques minutes après la préchauffe. Elle est ensuite irradiée, préchauffée et restimulée optiquement dans les plus brefs délais. Il s'agit de la lecture *prompt*. Dix jours plus tard, une nouvelle lecture IRSL est faite. C'est la lecture en *délai*. Après un lessivage prolongé sous la lampe solaire, la dose est régénérée. Après une autre préchauffe, les deux lectures *prompt* et *délai* sont à nouveau effectuées. Le rapport des intensités R_I est un paramètre introduit par cette méthode. Il correspond au rapport de la luminescence du grain irradié sur naturel ($R_I = L_{N+\gamma}/L_N$). Tout d'abord, une aliquote, soit un grain de feldspath non remis à zéro ne voit pas sa luminescence augmenter significativement lors de son irradiation. R_I avoisine donc l'unité. Par contre, si le grain a bien été remis à zéro, sa luminescence augmente considérablement lors de l'irradiation. Le rapport R_I est supérieur à 1. Un histogramme de fréquence des valeurs R_I visualise bien la population des grains. La deuxième utilité de ce rapport est la détection du *fading* et l'évaluation du pourcentage de la luminescence instable due à ce phénomène. Pour ce faire, on représente R_I *prompt* vs R_I

délai. Si l'échantillon n'est pas affecté par le *fading* tous les points vont se retrouver sur la ligne médiane (1 :1). S'il l'est, les points vont s'aligner sur une droite plus basse nommée *fadia* et l'intersection des deux droites donne la valeur R_I pour laquelle il n'y aurait pas de *fading*, R_I^0 . Ce rapport trouvé permet de faire une correction au niveau des courbes de croissance afin de déterminer la dose équivalente corrigée. Dans cette étude, les feldspaths des échantillons TH8 et TH3₀ de grosse granulométrie (150-300 μm) ont servi à l'application de cette méthode.

Régénération pour aliquote unique (SAR=Single Aliquot Regeneration)

Cette méthode s'applique à une aliquote monocouche monominéralique stimulée optiquement à son état naturel puis lessivée et irradiée à plusieurs reprises. On régénère ainsi plusieurs temps d'irradiation. Le principe et la méthodologie détaillée sont décrits dans l'article de base de Murray et Wintle (2000) pour les quartz et Wallinga *et al.* (2000) pour les feldspaths. De légères modifications quant au lessivage, à la préchauffe et aux durées de stimulation des aliquotes sont appliquées dans ce travail.

Les feldspaths naturels sont préchauffés (250°C, 1 minute), puis stimulés 100 secondes. L'érosion du signal IRSL est ensuite poursuivie pendant une heure sous une lampe halogène additionnée d'un filtre ne laissant passer que les ondes supérieures à 830 nm. Une vérification de l'efficacité du lessivage est contrôlée par une lecture IRSL qui servira aussi de *background* (mesure de fond) à la mesure suivante. Une dose test de 10 Gy est alors donnée, suivie d'une rapide augmentation de température jusqu'à 150°C appelée *cut heat*. La luminescence engendrée par cette dose test est ensuite mesurée. Après chacun de ces cycles, un lessivage sous une lampe solaire est effectué pendant une nuit. Cette méthode s'inspire de la méthode sur aliquote individuelle (SAAD) mise au point par Duller

(1991, 1992) à la différence que les doses sont régénérées et la correction des changements de sensibilité dûs aux lessivages, irradiations et préchauffes successifs se fait grâce à la lecture après chaque régénération, du signal généré par une irradiation standard. C'est une forme de normalisation qui se fait à chaque étape de la courbe de croissance. Le rapport de l'intensité du signal régénéré sur l'intensité du signal généré par la dose test (L_D/L_{Dt}) est représenté en fonction des doses d'irradiation. Ceci donne par interpolation la valeur correspondant au rapport de l'aliquote naturelle, soit la dose équivalente à la paléodose. Une vérification de la validité de cette correction se fait par un "recyclage" d'une dose régénérée. Cette méthode de la SAR a été appliquée aux feldspaths de tous les échantillons de la coupe.

Les quartz de TH8 et de TH6 ont été stimulés 100 sec à 125°C afin d'éviter le recombement des pièges correspondant au pic TL à 110°C. Le *background* considéré correspond aux dernières secondes de stimulation de chaque courbe elle-même. La dose test est de 4 Gy. Elle est suivie d'un *cut heat* à 160°C avec un taux de chauffe de 5°C/sec. Un lessivage a été effectué entre chaque cycle pour la SAR de TH6 mais pas pour TH8.

2.4. Résultats et discussion

La préparation des échantillons de cette coupe était laborieuse en raison du pourcentage élevé en carbonates. Il a fallu utiliser de grandes quantités d'échantillons, les tamiser puis faire de très longues attaques au HCl parfois durant plusieurs semaines pour obtenir une petite quantité de feldspaths ne dépassant pas parfois quelques milligrammes. Rappelons que pour l'échantillon TH8, le bloc a directement été attaqué avant le tamisage.

2.4.1. Test de préchauffe

Des tests de préchauffe ont été effectués sur trois échantillons de feldspath de cette coupe Tah (TH3, TH4 et TH8). Des aliquotes irradiées et naturelles ont subi des stimulations optiques de courte durée ou « short shine » après différents temps de préchauffe à 160°C. On a reporté sur un graphe le rapport de la moyenne des intensités des aliquotes irradiées sur celle des naturelles en fonction de la durée de préchauffe en heures (Figure 2.3). Sur ce même graphe, on reporte le rapport $L_{N+\gamma}/L_N$ obtenu avec la préchauffe conventionnelle 220°C 10 minutes (Li., 1991). Après 5 heures de préchauffe, le rapport reste constant. Le rapport $N+\gamma/N$ obtenu avec une préchauffe de 220°C pendant 10 minutes s'intègre très bien dans le plateau.

2.4.2. Test de *fading*

Un test de fading a été effectué sur des disques monocouches de TH8 stimulées 10 sec sur 3 décades sur une échelle logarithmique (1h à 1000 h). Ce test a montré un fading de 3.15 % par décade. Les monocouches sur disques devraient minimiser au mieux les mouvements de grains lors des manipulations au cours du temps; la stimulation de 10 secondes, en plus du fait d'être plus reproductible que le *short shine*, se rapproche de la majorité des mesures de détermination de la dose équivalente donc on devrait échantillonner les mêmes pièges à électrons; ce test s'étale sur 3 décades et est réalisable en 1000 h soit environ 42 jours. Pour ces trois raisons, le pourcentage de fading par décade obtenu de 3.15 % a été appliqué sur toutes les doses additives pour avoir une estimation des âges réels corrigés pour le fading selon la méthode de Huntley et Lamothe (2001). La mesure des SAR pour chacun des échantillons sur 3 décades (1 à 1000h) fournit des

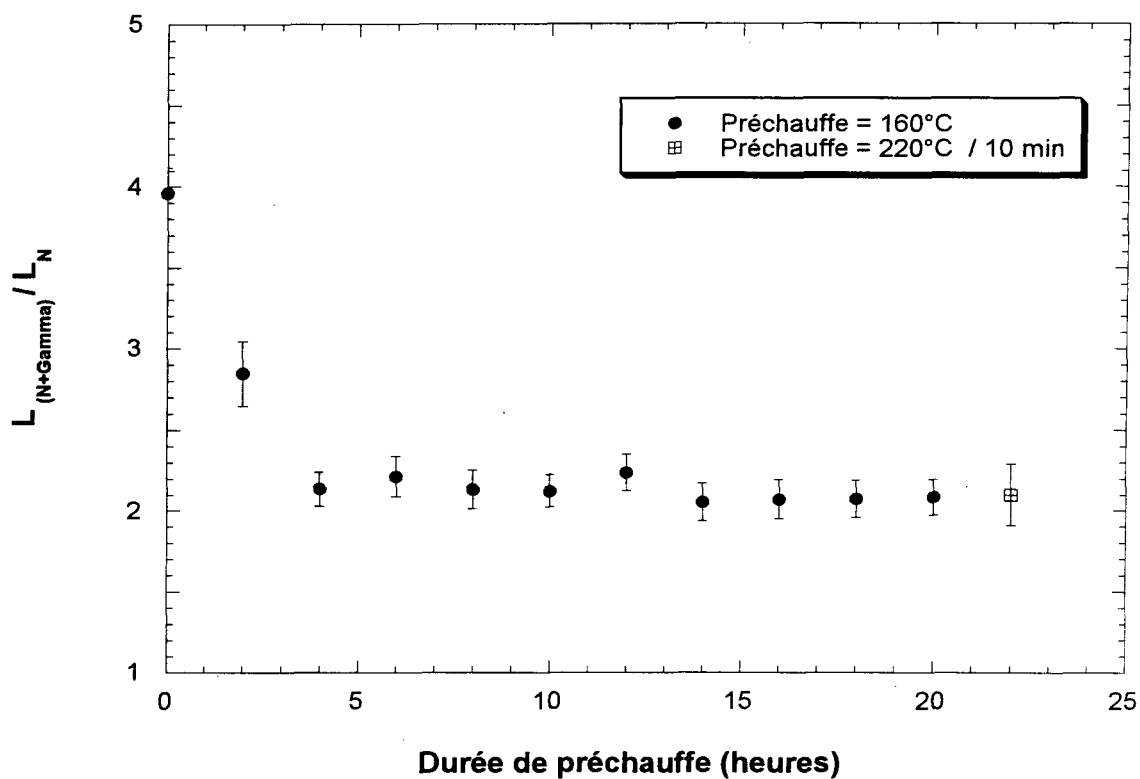


Figure 2.3 : Résultats d'un test de préchauffe montrant la décroissance et la stabilisation du rapport $L_{(N+Gamma)}/L_N$ en fonction des heures de préchauffe à 160°C; exemple de l'échantillon TH4. Ce rapport pour une préchauffe à 220°C 10 minutes du même échantillon est aussi indiqué pour comparaison.

pourcentages de perte par décade variant de 1.6 à 2.9 % ce qui permet d'utiliser avec confiance sans risquer des sous-estimations, la valeur de 3.15 % obtenue pour TH8 sur toutes les additives de la coupe.

La méthode de correction des âges due au fading a été appliquée également aux âges de feldspaths obtenus par les autres méthodes de détermination de la dose équivalente en utilisant des pourcentages de fading par décade calculés après des lectures délais de 362 jours pour certaines *slides* et de 1000 h pour la SAR de chaque échantillon. Cette méthode de correction des âges n'est supposée être utilisée que pour les échantillons dont la courbe de croissance est linéaire, soit les échantillons les plus jeunes. Son application à tous les échantillons, notamment les plus anciens, devrait fournir une estimation de l'âge minimum. Cette correction de fading aboutit à une convergence des âges obtenus par toutes les méthodes ce qui rassure sur la crédibilité des résultats.

2.4.3. Doses annuelles

Les composantes de la dose annuelle sont regroupées dans le tableau 2.1. La dose annuelle varie de 1.53 à 2.20 Gy/ka pour les feldspaths et de 1.13 à 1.75 Gy/ka pour les quartz.

2.4.4. Doses équivalentes aux paléodoses et âges

Tous les résultats de doses annuelles, paléodoses et âges non corrigés pour le *fading* sont regroupés dans le tableau 2.2. Le tableau 2.3 donne les âges corrigés pour le *fading* grâce à la méthode de Huntley et Lamothe (2001). Pour chaque âge corrigé, la marge d'erreur correspond au même pourcentage de l'âge que celle obtenue pour l'âge mesuré.

Tableau 2.1 : Paramètres dosimétriques et doses annuelles des échantillons de la coupe Tah, Maroc

Échantillon	Abondances			Teneur en eau (Δ) (%)	Dose β externe (Gy/ka)	Dose β interne (Gy/ka)	Dose γ (Gy/ka)	Dose annuelle	
	U (ppm)	Th (ppm)	K (%)					Feldpath (Gy/ka)	Quartz (Gy/ka)
TH0	1.2	1.6	1.24	14.0	0.94 ± 0.03	0.43 ± 0.01	0.44 ± 0.03	1.92 ± 0.05	1.49 ± 0.05
TH6	2.4	1.6	0.50	10.0	0.62 ± 0.03	0.41 ± 0.01	0.40 ± 0.05	1.53 ± 0.07	1.13 ± 0.07
TH5	3.2	1.7	0.52	14.0	0.69 ± 0.05	0.44 ± 0.01	0.50 ± 0.07	1.75 ± 0.09	1.31 ± 0.09
TH8	3.2	2.0	0.54	14.1	0.71 ± 0.05	0.43 ± 0.01	0.50 ± 0.07	1.74 ± 0.09	1.31 ± 0.09
TH4	3.4	2.6	0.78	6.4	0.98 ± 0.05	0.45 ± 0.01	0.66 ± 0.08	2.20 ± 0.10	1.75 ± 0.10
TH3	4.2	2.0	0.70	14.8	0.92 ± 0.06	0.42 ± 0.01	0.64 ± 0.09	2.09 ± 0.11	1.67 ± 0.11
TH3-0	3.6	1.5	0.74	14.0	0.86 ± 0.05	0.43 ± 0.01	0.59 ± 0.08	2.00 ± 0.10	1.57 ± 0.10

Notes :

La taille des grains est de 125-250 μ m

Les abondances U, Th et K sont obtenues par activation neutronique (INAA)

La valeur a est estimée à 0.10 ± 0.01 et la dose cosmique à 0.11 ± 0.03 Gy/ka

La dose β est corrigée pour l'atténuation et l'absorption

La dose γ est la moyenne des doses γ obtenues par analyse d'activation neutronique et comptage α

Les marges d'erreur sur les analyses sont les suivantes : U (10%), Th (6%), K (3.2%) et Δ (10%)

La marge d'erreur sur les comptages α est obtenue par la racine carrée des comptes

Tableau 2.2 : Synthèse des doses annuelles, des paléodoses mesurées par les différentes méthodes en luminescence et des âges calculés pour les échantillons de la coupe Tah, Maroc

Échantillon	Doses annuelles (Gy/ka)		Paléodoses (Gy)			Méthodologie	Ages IRSL (ka)		Ages GSL (ka)
	Feldspath	Quartz	Feldspath Prompt	Feldspath Délai	Quartz		Feldspath Prompt	Feldspath Délai	Quartz
TH0	1.92 ± 0.05	1.49 ± 0.05	0.013 ± 0.004 [#]	0.183 ± 0.009 [']	---	additive (nd)	0.006 ± 0.002	0.095 ± 0.005	---
TH6	1.53 ± 0.07	1.13 ± 0.07	34 ± 3 [#]	38 ± 4 [']	60 ± 7	additive (nn)	22.1 ± 2.4	25.1 ± 3.1	53.6 ± 6.8
			---	---	41 ± 9	additive (nd)	---	---	36.5 ± 8.3
			36 ± 2	---	35 ± 4	SAR (Fd =4, Qz =9)	23.5 ± 1.7	---	31.1 ± 4.0
TH5	1.75 ± 0.09	1.31 ± 0.09	52 ± 3 [#]	53 ± 3 [']	67 ± 9	additive (nn)	29.7 ± 2.2	30.3 ± 2.4	51.4 ± 8.1
			51 ± 1	54 ± 2 [*]	---	slide	29.4 ± 1.7	31.0 ± 2.0	---
			50 ± 3	---	---	SAR (n=4)	28.6 ± 2.3	---	---
TH8	1.74 ± 0.09	1.31 ± 0.09	63 ± 4 [#]	83 ± 4 ["]	88 ± 12	additive (nn)	36 ± 3	48 ± 8	67 ± 10
			---	---	76 ± 9	additive (nd)	---	---	58 ± 8
			---	---	70 ± 7	additive de la slide	---	---	53 ± 6
			---	---	53 ± 3	slide	---	---	41 ± 3
			69 ± 4	---	55 ± 9	SAR (Fd =16, Qz =14)	40 ± 3	---	42 ± 7
TH4	2.20 ± 0.10	1.75 ± 0.10	100 ± 7 [#]	91 ± 7 [']	130 ± 27	additive (nn)	45 ± 4	41 ± 4	74 ± 16
			---	---	90 ± 19	additive (nd)	---	---	51 ± 11
			89 ± 4	---	---	SAR (n=4)	41 ± 3	---	---
TH3	2.09 ± 0.11	1.67 ± 0.11	153 ± 13 [#]	181 ± 12 ["]	---	additive (nn)	73 ± 7	87 ± 7	---
			165 ± 12	---	---	SAR (n=4)	79 ± 7	---	---
TH3-0	2.00 ± 0.10	1.57 ± 0.10	172 ± 13 [#]	---	---	additive (nn)	86 ± 8	---	---
			165 ± 14	163 ± 21 [*]	---	additive de la slide	83 ± 8	82 ± 11	---
			178 ± 5	189 ± 6 [*]	---	slide	89 ± 9	95 ± 6	---
			180 ± 9	---	---	SAR (n=16)	89 ± 11	---	---

Notes : Taille des grains = 125-150 µm avant l'attaque au HF
 La préchauffe des feldspaths est de 10h à 160°C ou de 220°C/10min pour les paléodoses marquées du symbole #
 La préchauffe des quartz est de 220°C pour 5 min
 Les mesures promptes sont de quelques minutes à quelques heures après l'irradiation et la préchauffe
 Mesures de délai: (*) 362 jours, (') 20-23 jours, (") 12 jours, ("") 4 jours.

Tableau 2.3 : Tableau récapitulatif des âges OSL mesurés et corrigés sur les feldspaths et les quartz de la coupe Tah.

Échantillon	Âges OSL obtenus par différentes méthodes (ka)							
	Feldspaths						Quartz	
			<i>Australian slide method</i>		SAR		additive nd	SAR
	âge mesuré	âge corrigé*(1)	âge mesuré	âge corrigé*(2)	âge mesuré	âge corrigé*(3)		
TH6	25.1 ± 3.1	30.6 ± 3.8	----	----	23.5 ± 1.7	30.4 ± 2.2	36.5 ± 8.3	31.1 ± 4.0
TH5	30.3 ± 2.4	37 ± 2.9	29.4 ± 1.7	34.5 ± 2.9	28.6 ± 2.3	32.9 ± 2.6	-----	----
TH8	48 ± 8	60 ± 10	-----	-----	40 ± 3	50 ± 4	58 ± 8	42 ± 7
TH4	41 ± 4	51 ± 5	-----	-----	41 ± 3	49 ± 4	51 ± 11	----
TH3	87 ± 7	111 ± 9	-----	-----	79 ± 7	105 ± 9	-----	-----
TH30	83 ± 8	108 ± 10	89 ± 9	109 ± 11	89 ± 11	108 ± 13	-----	-----

Note:

* d'après la méthode de Huntley et Lamothe (2001) en utilisant comme pourcentage de fading par décade :

(1) le test de fading effectué sur des coupelles de TH8

(2) le délai après 362 jours de l'*Australian slide method*

(3) les valeurs obtenues lors des SAR de chaque échantillon

Les marges d'erreur des âges correspondent à 1 σ . Ces âges représentent un subéchantillon de l'unité d'un volume de plusieurs litres présumé être fortement représentatif.

Les marges d'erreur des âges corrigés correspondent au même pourcentage d'erreur que les âges mesurés respectifs.

nd: normalisation après dose. Les autres mesures par additive et *slide* sont normalisées au naturel

Cette dernière est la racine carrée de la somme des carrés des erreurs relatives. Ces marges d'erreur sur les âges de feldspaths varient de 6 à 16 %. Celles des quartz sont plus importantes (8 à 22 %).

Méthode des doses additives

La méthode des doses additives a été appliquée aux feldspaths des échantillons de cette coupe y compris l'échantillon de dune vive. Des lectures IRSL de 10 sec ont été effectuées après 6 heures de préchauffe à 160°C puis 8 heures, puis 10 heures. Une stimulation de 100 secondes suit alors. Un délai de plusieurs jours est maintenu entre l'irradiation artificielle et la préchauffe. Une quasi constance de la valeur de la dose équivalente entre les trois durées de préchauffe est notée. Pour TH3₀, la reproductibilité en utilisant des coupelles est très mauvaise. Cette méthode n'a donc pas été considérée sauf la partie additive de la slide effectuée sur des disques monocouches. Pour TH4, à cause d'un problème à la préchauffe de 10 heures, la dose équivalente considérée est celle obtenue avec 8 heures de préchauffe et une stimulation de 10 secondes. L'échantillon de dune vive TH0 donne bel et bien un âge zéro ce qui confirme l'excellente remise à zéro dans ce type d'environnement (Figure 2.4). Les résultats montrent une cohérence stratigraphique. Cependant, l'échantillon TH8 montre un arrêt dans cette succession stratigraphique probablement dû à des dissolutions d'agglomérats contenant des grains plus anciens mal ou non remis à zéro puisque cet échantillon a été attaqué avant le tamisage. Ceci le vieillirait quelque peu. Une deuxième série de tous les échantillons de feldspaths a été lue par IRSL après une préchauffe de 220°C 10 minutes.

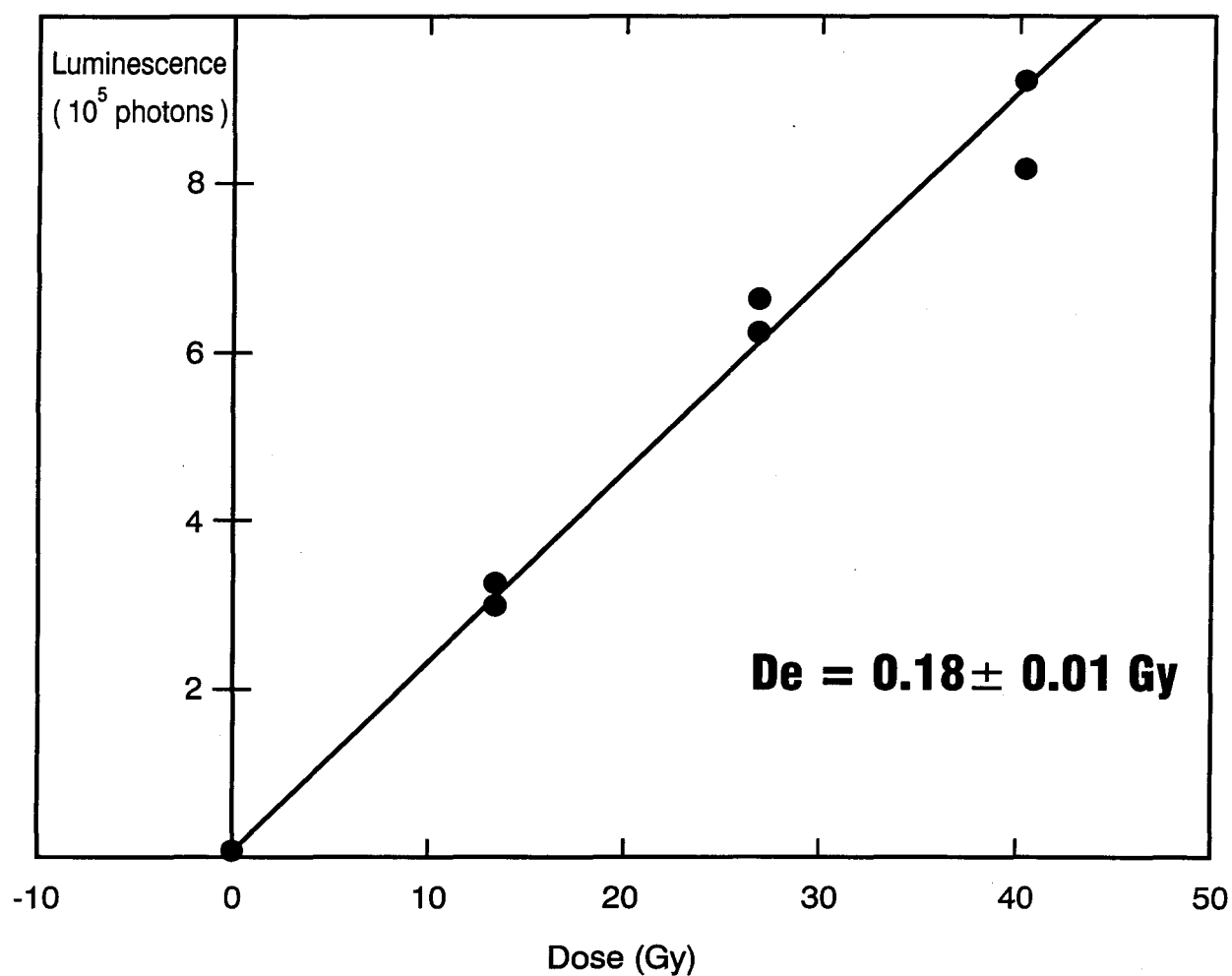


Figure 2.4: Courbe de croissance de feldspaths de la dune vive TH0. Méthode des doses additives. La dose équivalente nulle confirme la bonne remise à zéro.

Cette méthode a également été appliquée à tous les quartz de cette coupe. Ces derniers ont été préchauffés à 220°C pendant 5 minutes. Toutes les courbes de croissance ont une mauvaise reproductibilité (Figure 2.5) et les grosses marges d'erreur en sont une conséquence. Les normalisations effectuées sont soit « au naturel » soit « après dose ». Cette dernière correspond à une égalisation des doses, une remise à zéro puis une irradiation identique pour toutes les aliquotes qui sont alors supposées donner la même réponse OSL qui sert à la normalisation. Les aliquotes naturelles sont mieux regroupées lors d'une normalisation après dose ce qui rend la mesure plus fiable.

Les tests de transfert thermique après lessivage effectués sur tous les échantillons ne montrent pas la présence de ce phénomène (Figure 2.5 et Figure 2.6).

Australian slide method

Elle a été appliquée aux feldspaths de TH3₀ et TH5 ainsi qu'aux quartz de TH8. Pour les feldspaths, deux lectures ont été effectuées. La première juste après l'irradiation et la préchauffe et la seconde un an après (362 jours). Les résultats ont une meilleure reproductibilité et donc une plus grande précision que la méthode additive (Figure 2.7). Ces deux mesures (prompte et en délai) ont permis de faire une correction des âges en fonction du fading. Pour les quartz de TH8, on note une valeur plus faible de la dose équivalente mesurée par la *slide* par rapport à celle mesurée par l'additive.

Les doses équivalentes obtenues en ne considérant que la partie additive de cette technique sont aussi considérées (Tableaux 2.2 et 2.3: « additive de la slide »). Elles sont plus précises probablement à cause du fait que les premières mesures sont faites tellement rapidement que le fading n'a pas commencé à affecter de manière différenciée les

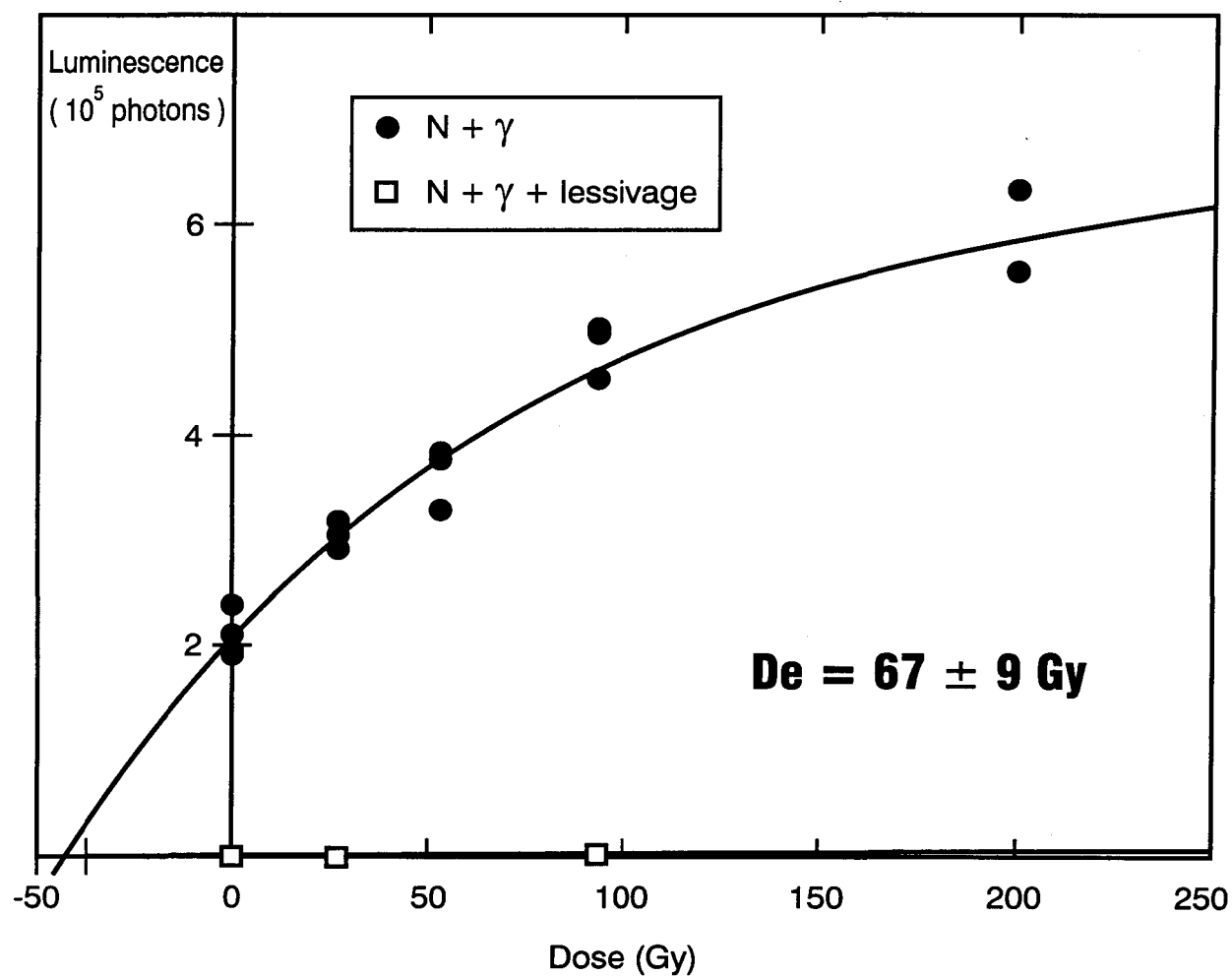


Figure 2.5: Courbe de croissance de quartz. Méthode des doses additives montrant une mauvaise reproductibilité. Les aliquotes naturelles et irradiées, lessivées sous la lampe solaire 24 heures puis préchauffées (carrés) ne montrent pas de transfert thermique significatif. Exemple de TH5.

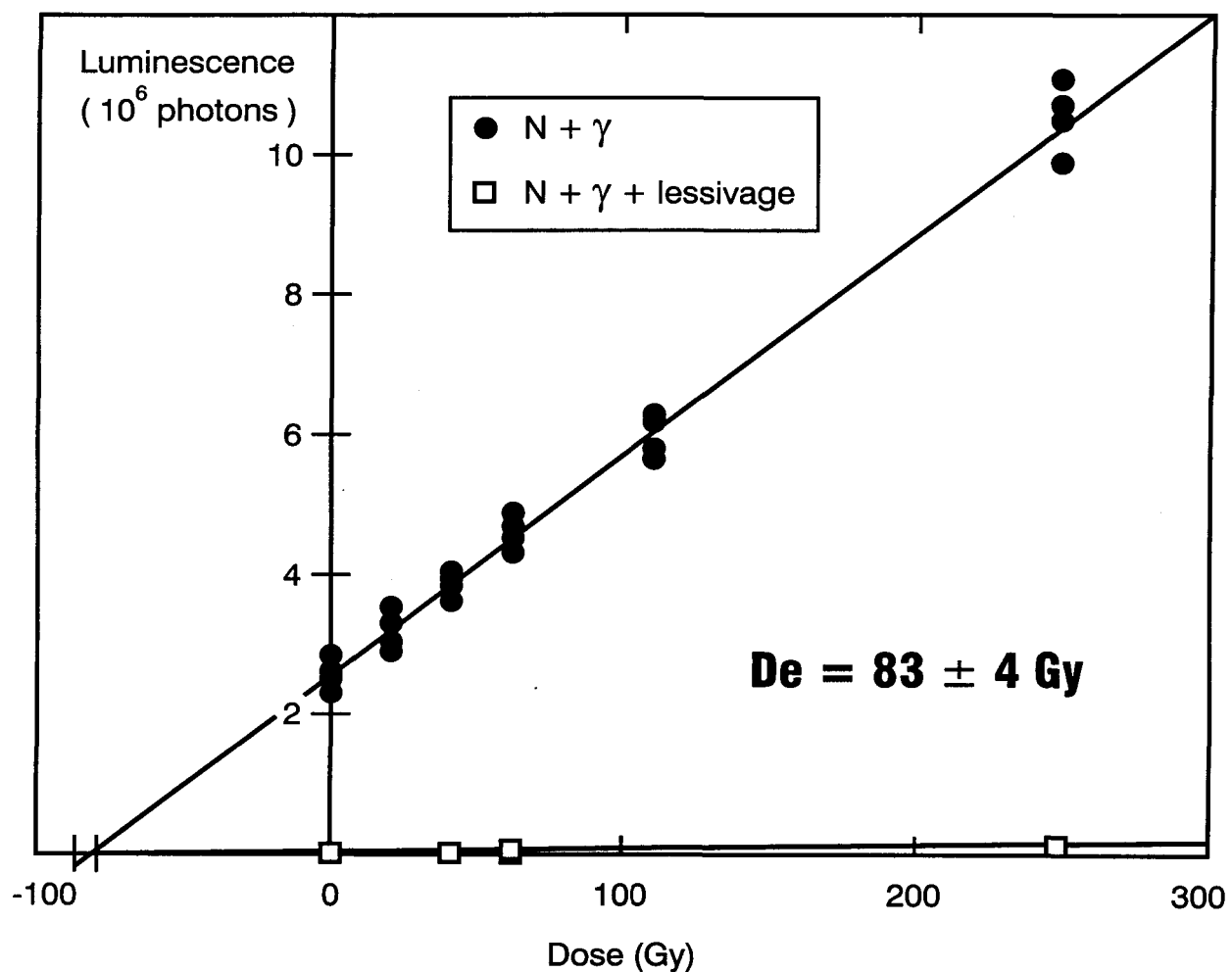


Figure 2.6: Courbe de croissance de feldspaths. Méthode des doses additives. Les aliquotes naturelles et irradiées, lessivées sous la lampe solaire 23 heures, puis préchauffées (carrés) ne montrent pas de transfert thermique significatif. Exemple de TH8.

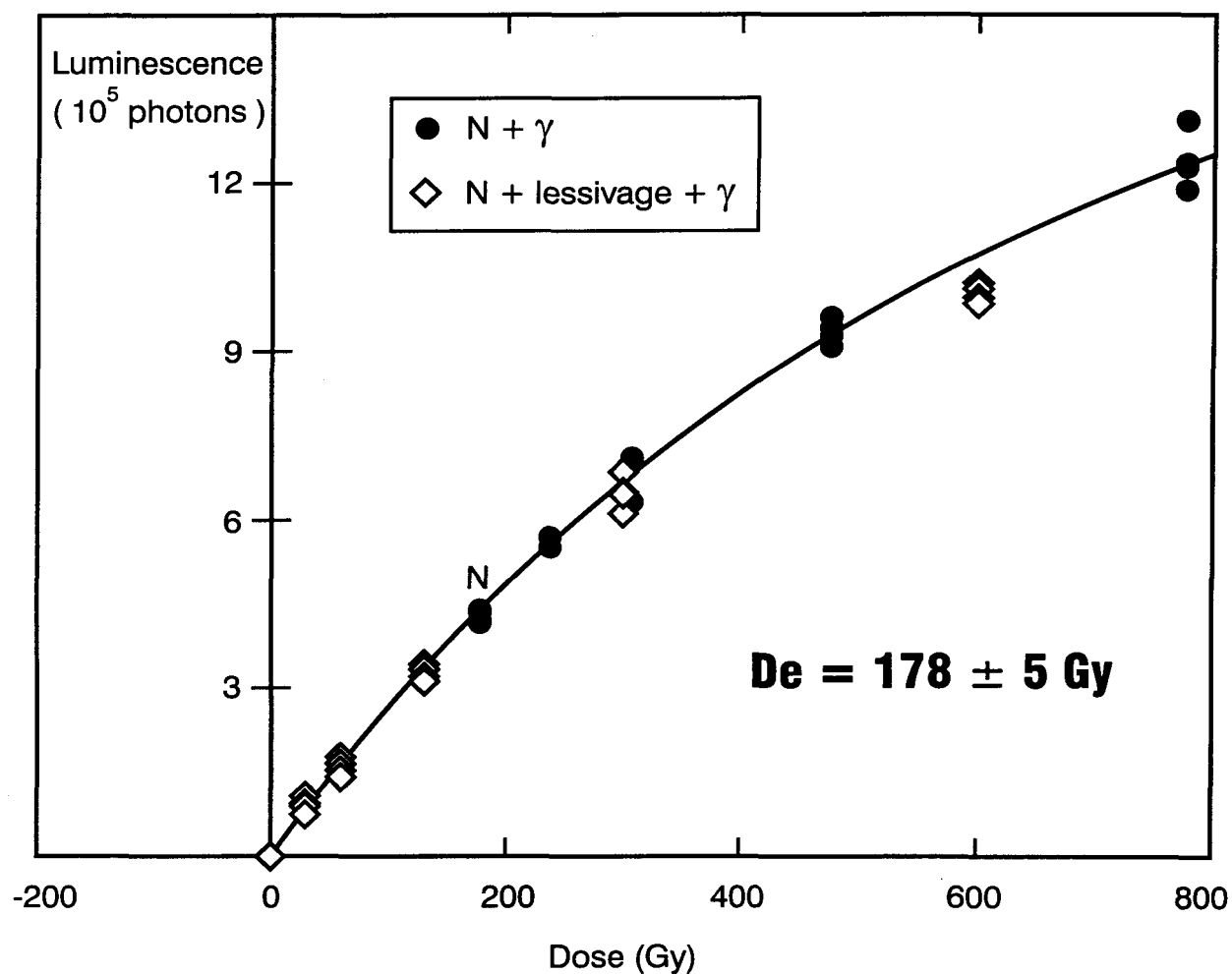


Figure 2.7: Courbe de croissance représentant la bonne reproductibilité obtenue par l'*Australian slide method*. (Exemple de coupelles de 5 mg de feldspaths de Th₃₀). La courbe additive (ronds) a été déplacée le long de l'axe des abscisses selon la valeur de la dose équivalente afin de se superposer à la courbe régénérée (losanges). Le lessivage est de 72 heures. La courbure initiale de la dose additive (inférieure à la naturelle) est ajustée si nécessaire à celle de la dose régénérée.

populations de grains des coupelles.

Méthode des grains individuels

La méthode de la *fadia* a été appliquée aux échantillons grossiers de TH3₀ et de TH8 auxquels une dose de 300 et 112 Gy a été administrée respectivement. Pour TH3₀, l'histogramme du rapport Naturel / Régénéré montre une homogénéité des grains tandis que celui de TH8 fait apparaître quelques grains mal remis à zéro (Figure 2.8). Deux des quatre grains non remis à zéro ont des intensités largement au dessus de celles des 44 autres tandis que les deux autres sont comparables à la population à intensité la plus élevée des grains remis à zéro. Vu la très forte insolation du milieu, la seule explication serait l'attaque à l'HCl de la totalité de l'échantillon TH8 avant tamisage, qui aurait pu libérer quelques grains plus anciens agglomérés ou pris à l'intérieur d'une concrétion, d'une calcification de coquille ou autre. La détermination du rapport R_I^0 pour les doses administrées ne donne pas un résultat concluant vu la concentration des points très près de la droite d'équation $y = x$.

SAR

La méthode de la SAR quelque peu modifiée dans ce travail, donne des résultats précis concordants avec les autres méthodes déjà utilisées. Seul l'échantillon TH8 montre une légère sous-estimation bien que cela reste à l'intérieur de la marge d'erreur.

Les feldspaths étant assez difficiles à « bleacher », le lessivage effectué sur les SAR des feldspaths est à chaque fois contrôlé par des lectures après lessivage qui sont d'ailleurs utilisées comme *background* de la lecture suivante. Les feldspaths de tous les échantillons donnent des courbes de croissance subrectilignes (Figure 2.9). Les doses équivalentes

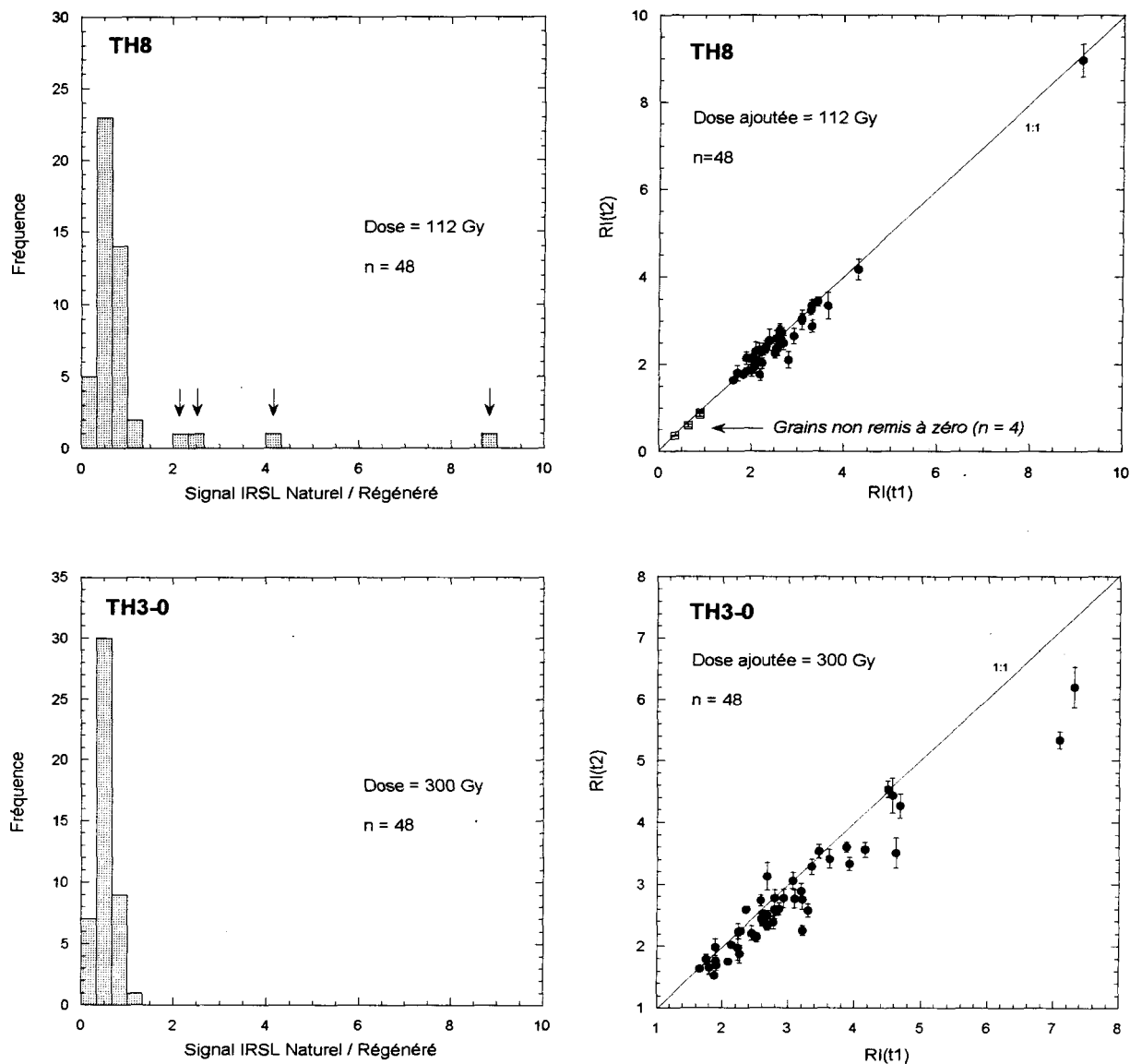


Figure 2.8: Méthode des grains individuels. Histogramme des valeurs des rapports Naturel / Régénéré (Échantillons TH8 et TH3₀) Graphe de *fadia* (R_I en délai vs R_I prompt). La ligne *fadia* ne peut être tracée en raison de la dispersion des points.

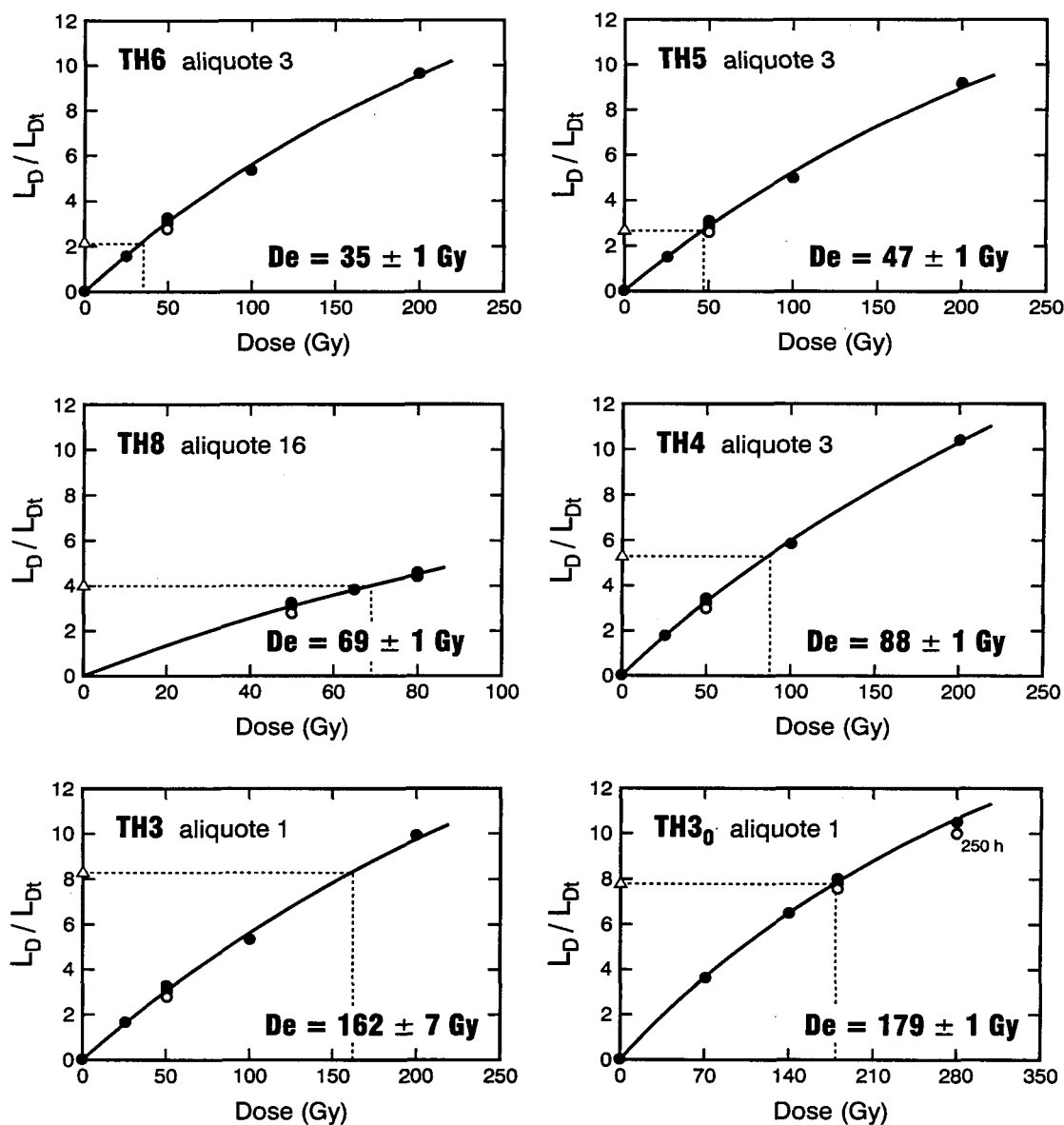


Figure 2.9: Exemples de courbes de croissance obtenues lors des SAR de feldspaths pour une aliquote de chaque échantillon (les valeurs moyennes des doses équivalentes de toutes les aliquotes ($n=16$ ou $n=4$) se retrouvent dans le tableau 2.2). Le rapport de la luminescence émise après une dose (L_D) sur la luminescence émise après la dose test de 10 Gy (L_{Dt}) du même cycle est représenté en fonction de la dose régénérée. Le triangle sur l'axe des ordonnées représente ce rapport pour la naturelle qui donne par interpolation la valeur de la dose équivalente (De). Chaque dose est régénérée une fois, à l'exception d'une dose recyclée en plus 3 fois (180 Gy pour TH3₀ et 50 Gy pour tous les autres échantillons). Le deuxième recyclage mesuré après un délai de 1000 heures après l'irradiation est représenté par les cercles creux mais n'est pas considéré lors de la détermination de la dose équivalente. Pour TH3₀, un recyclage de la dose de 280 Gy est aussi mesuré après un délai de 250 heures.

obtenues pour chacune des aliquotes d'un même échantillon se regroupent dans un histogramme de fréquence de manière unimodale autour de la valeur moyenne (Figure 2.10).

Une bonne reproductibilité est obtenue lors des recyclages d'une même dose. En effet, les rapports $(L_D / L_{Dt})_{\text{recyclage}} / (L_D / L_{Dt})_{\text{première fois}}$ se regroupent autour de la valeur 1 ce qui confirme que la correction est bonne. Les histogrammes de fréquence de la figure 2.11 montrent l'exemple de TH8 et TH3₀.

Sur les quartz de TH8, un plateau des doses équivalentes en fonction des températures de préchauffe a été obtenu (Figure 2.12). Il est bien défini en particulier pour les hautes températures (220 à 260°C). Quelle que soit la durée de préchauffe, les doses équivalentes sont du même ordre. La moyenne des doses équivalentes obtenues sur 15 aliquotes de quartz de TH8 avec une préchauffe allant de 160 à 200 °C pendant 10 secondes est de 57 ± 13 Gy. En utilisant des préchauffes allant de 200 à 260 °C pendant 10 secondes, cette moyenne est de 55 ± 9 Gy ; le *scatter* s'atténue. Avec ces mêmes températures élevées pendant 60 secondes, la moyenne est de 55 ± 20 Gy ; cette forte marge d'erreur étant due à une aliquote à comportement bizarre. La valeur de 55 ± 9 Gy est celle qui est retenue.

Pour les quartz de TH6, les températures de préchauffe choisies sont de 250°C-60 sec ou de 220°C-10sec. Avec la première préchauffe, la moyenne sur 6 aliquotes donne une valeur de dose équivalente de 35 ± 3 Gy. Avec la seconde préchauffe, la moyenne sur 9 aliquotes donne une valeur de dose équivalente de 34 ± 3 Gy. La valeur retenue est de 35 ± 4 Gy englobant les deux types de préchauffe.

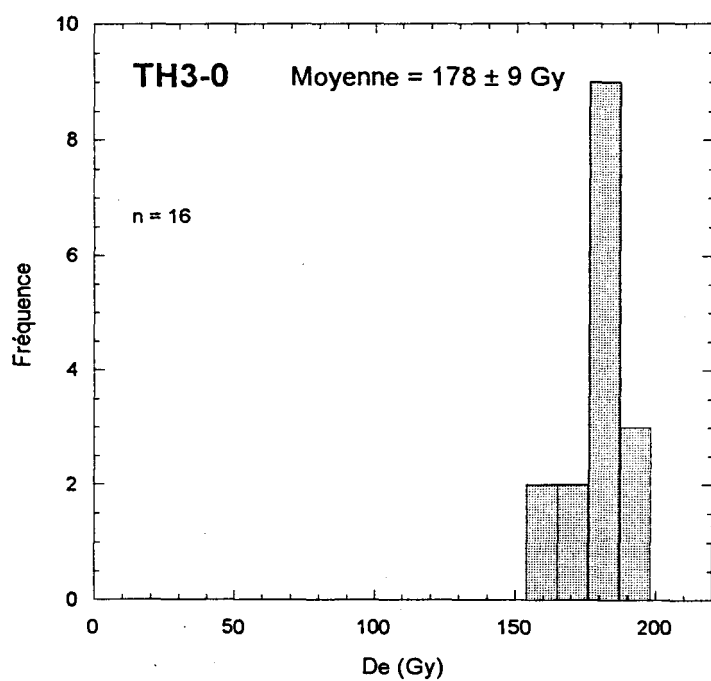
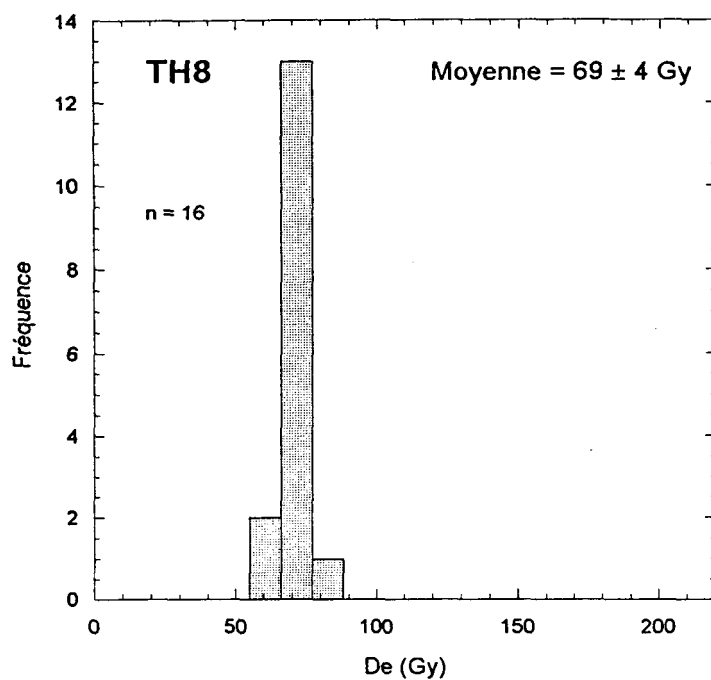


Figure 2.10: Histogrammes de fréquence représentant les doses équivalentes obtenues sur les SAR des différentes aliquotes ($n=16$ - Exemple de TH8 et de TH3₀).

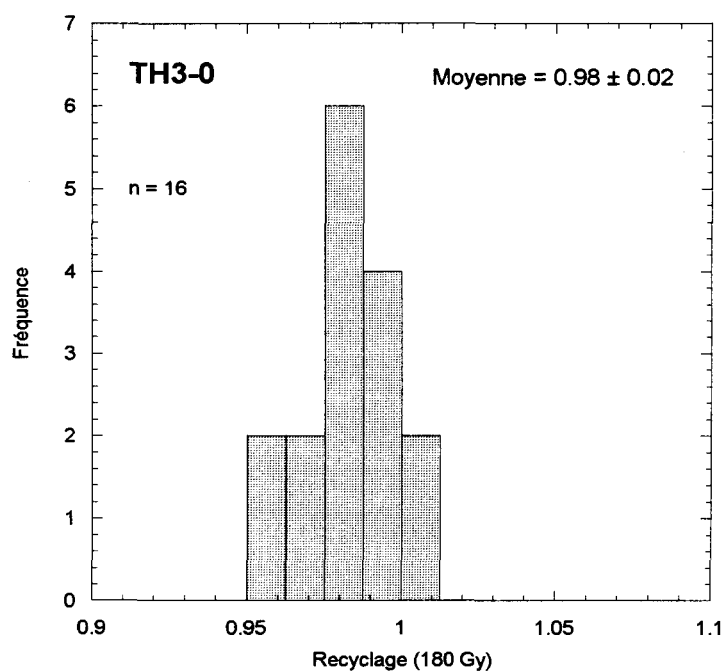
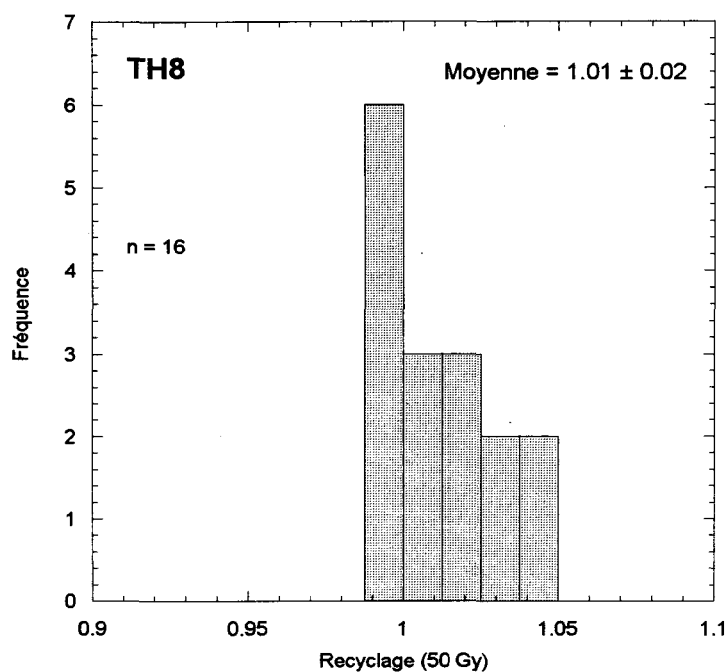


Figure 2.11: Histogrammes de fréquence représentant les rapports $(L_D/L_{Dt})_{\text{premier recyclage}} / (L_D/L_{Dt})_{\text{première lecture}}$ pour les 16 aliquotes des SAR des échantillons TH8 et TH3₀

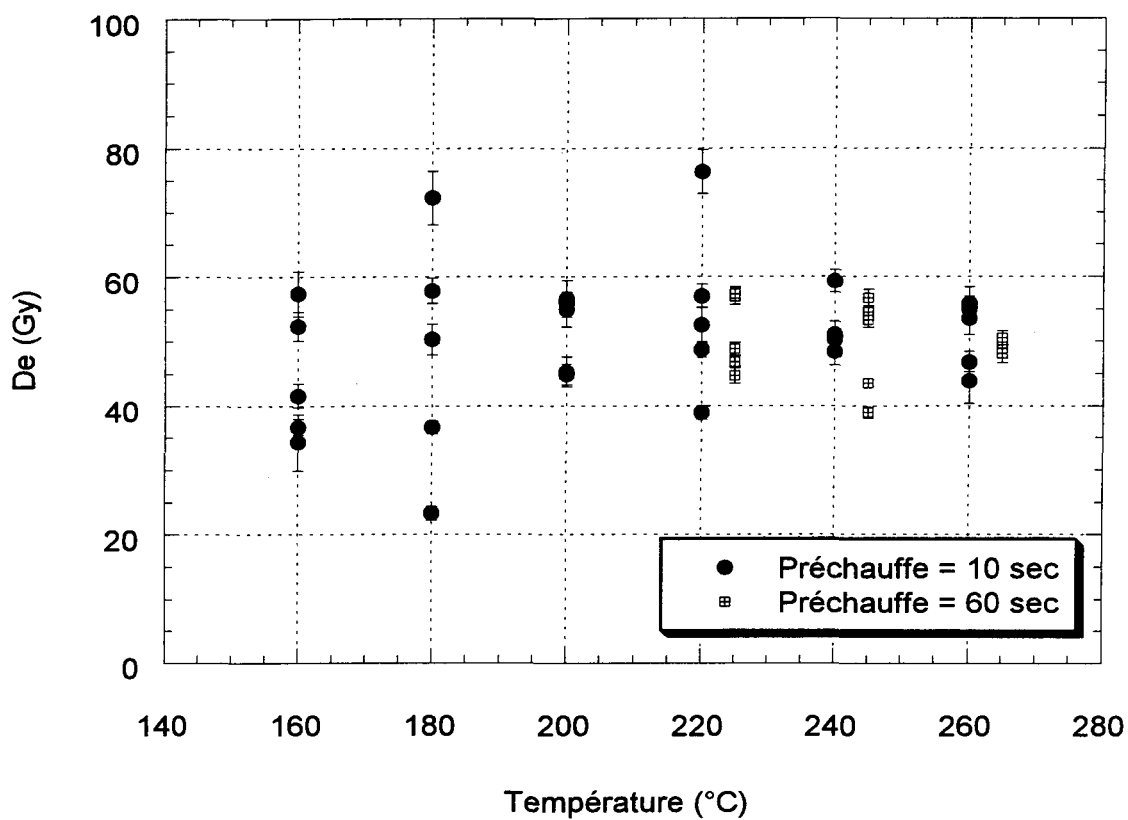


Figure 2.12: SAR sur les quartz de l'échantillon TH8. Tests de plateau montrant la variation des doses équivalentes obtenues en fonction des températures de préchauffe. Deux durées de préchauffe ont été utilisées, les données du 60 secondes sont décalées vers la droite pour plus de clarté.

Ces différentes techniques donnent des âges similaires bien que les préchauffes diffèrent, que certaines portent sur la portion régénérée du signal OSL alors que d'autres sur la portion ajoutée. Des petites différences persistant, la correction du fading selon la méthode de Huntley et Lamothe (2001) amène aux mêmes résultats. Cette correction augmente la valeur de l'âge de 20 à 26 % pour l'additive à l'exception de TH3₀ dont l'âge augmente de 31 %, de 17 et 22% pour la *slide* et de 18 à 32 % pour la SAR (La valeur la plus élevée correspondant aux échantillons TH6 et TH3). Après la correction, les âges sur les feldspaths correspondent en majorité avec les âges quartz existants.

L'unique mesure sur l'additive des quartz de TH5 est normalisée au naturel, très peu reproductible, et ne correspond pas à l'âge des feldspaths. La SAR effectuée sur les quartz de TH8 donne un âge inférieur à celui obtenu avec les autres méthodes sur feldspaths et quartz. Ceci serait dû au fait que les aliquotes n'ont pas été lessivés entre deux cycles SAR (Lamothe, communication personnelle). Les intensités étant élevées, ceci engendre une sous-estimation des âges.

Les âges retenus sont de la base au sommet de 109 ka pour TH3₀, 105 ka pour TH3, 50 ka pour TH4 et TH8, 35 ka pour TH5 et 30 ka pour TH6 sans oublier l'échantillon de dune vive qui donne bel et bien un âge zéro (Figure 2.13).

Coupe TAH

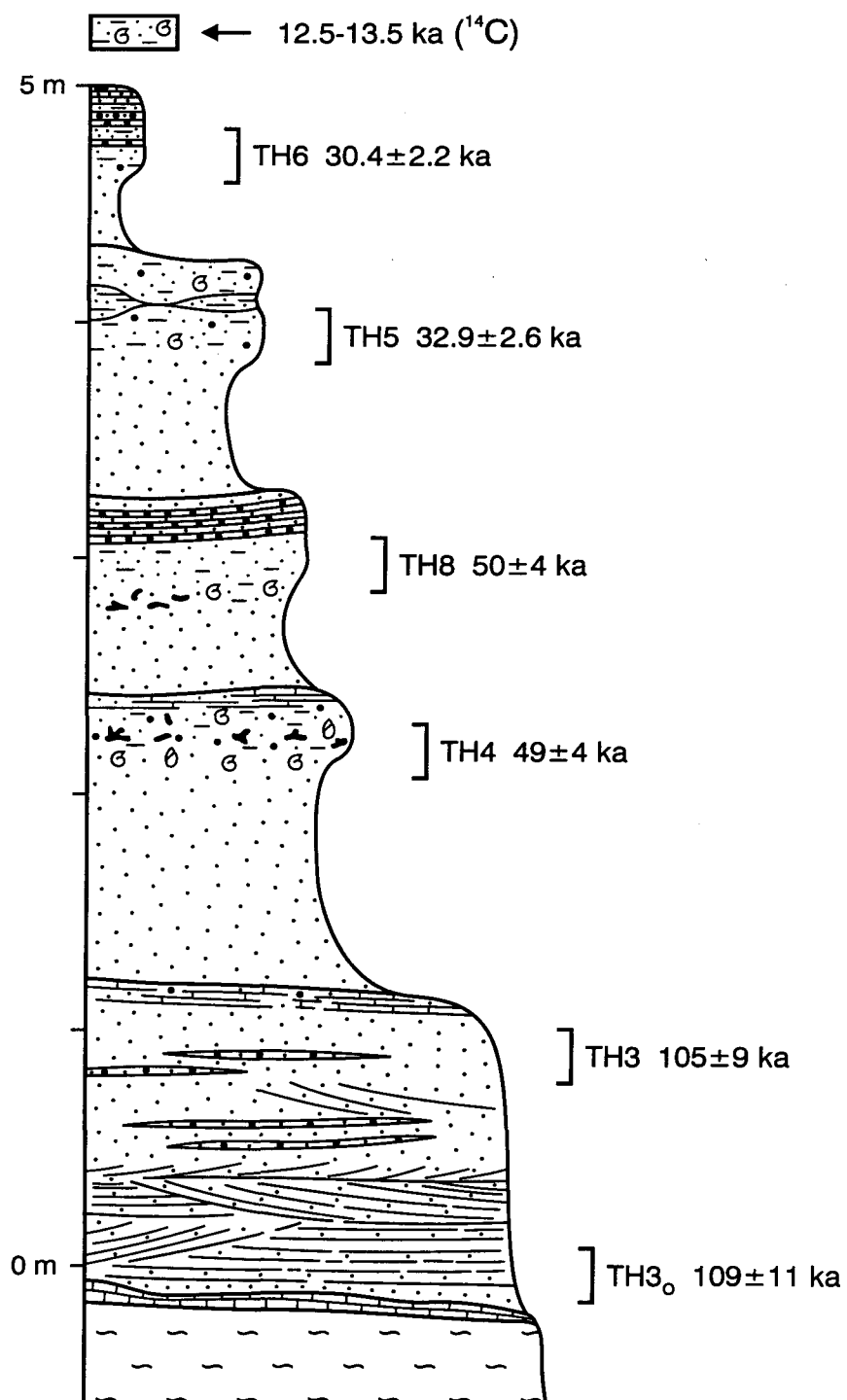


Figure 2.13: Coupe Tah et âges OSL correspondants.

2.5. Conclusion

Les échantillons de cette coupe Tah appartiennent à des unités difficiles à dater et le seul espoir était axé sur la méthode de luminescence optique. En jumelant la plupart des méthodes intrinsèques à la luminescence optique, on arrive avec confiance à une série de dates qui, malgré quelques marges d'erreur significatives, fournissent un cadre géochronologique à la coupe Tah. Il existe tout d'abord une succession stratigraphique logique. De plus, les résultats sont concordants d'une méthode à l'autre. Nous avons montré que la luminescence optique pouvait donner à elle seule, sans contrôle par une autre méthode de datation, une concordance entre des dates obtenues sur les feldspaths et les quartz. En effet, ces coordinations permettent de dire avec confiance que ces dépôts sédimentaires terrestres correspondent à une succession s'échelonnant de 110 ka à 30 ka voire même 12.5 ka si on ajoute l'unique datation au radiocarbonate déjà existante. (Figure 2.13). Ceci constitue un pas encourageant vers une datation fiable de ces environnements désertiques difficilement datables.

CHAPITRE 3

APPLICATION DES MÉTHODES DE LUMINESCENCE OPTIQUE À DES SÉQUENCES QUATERNAIRES CONTINENTALES DES ILES CANARIES ORIENTALES, FUERTEVENTURA ET LANZAROTE (ESPAGNE)

3.1. Introduction

Les enregistrements des variations climatiques continentales quaternaires sont le plus souvent, contrairement aux marins, des phénomènes isolés et discontinus. Leur attribution à un épisode climatostratigraphique, outre les corrélations de faciès, est restreinte par les méthodes de datation applicables. En effet, les altérations des sédiments ou des restes biologiques, les ouvertures du milieu géochimique et souvent la tranche d'âges couverte par la méthode, sont toutes des limites à la datation.

Les Îles Canaries Orientales (Fuerteventura et Lanzarote) ont suscité l'intérêt de nombreux paléoclimatologues car ces îles, sous influence marine, ont les caractéristiques continentales du Sahara Occidental .

À Fuerteventura, quelques études paléoclimatiques faites à partir de l'étude de dépôts continentaux ont été entreprises depuis un peu plus qu'une décennie. Par exemple, Petit-Maire *et al.* (1986) ont obtenu par datation au radiocarbonate un âge de paléosol de 9800 ± 140 BP à Jandia dans le Sud de Fuerteventura, un autre de 15000 ± 200 BP à Corralejo au Nord-Est de l'île et deux autres de 23000 ± 550 et ≥ 30000 BP sur des coupes

des Oueds El Quemado et Pozo Negro. Le niveau fossilifère d'environ 23 ka d'El Quemado surmonterait, d'après ces mêmes auteurs, une coulée datée de 51 ka par la thermoluminescence d'un sable rouge recueilli sous la lave, au contact thermométamorphisé (Pomel *et al.*, 1985). Rognon *et al.* (1989) ont daté des restes biologiques du Massif de Jandia. Ils concluent qu'une période aride, froide et venteuse existait vers 18-20 ka et que la présence de nombreux ossements d'espèces d'oiseaux marins suggérerait un milieu marin poissonneux lié à une plus grande intensité des *upwelling*. Des conditions plus humides seraient apparues vers 13-14 ka et se seraient maintenues durant tout l'Holocène. Tous ces âges ont été obtenus sur des paléosols isolés et non sur des coupes enregistrant plusieurs cycles climatiques. Seule la datation au ^{14}C de coquilles de gastéropodes terrestres correspondant à deux phases humides à 16830 ± 900 a BP et 9280 ± 370 a BP a été effectuée dans un même site dans un comblement de tube volcanique (Coello *et al.*, 1999). Les corrélations continentales sont très difficiles à effectuer et la confirmation d'un âge par telle ou telle coulée volcanique pourrait être hasardeuse étant donné les nombreuses éruptions qui ont eu lieu dans ces îles et la difficulté de suivre chaque coulée sur toute son étendue. Les paléosols les plus anciens sont datés sur des coquilles à 30 ka ou plus ce qui leur donne évidemment une attribution géochronologique non significative.

Dans l'île de Lanzarote, Hillaire-Marcel *et al.* (1995) ont daté des escargots terrestres de 7 paléosols superposés affleurant sur la rive escarpée d'un ruisseau asséché situé à environ 10 km au Nord de Arrecife. Ils ont essentiellement employé la méthode de datation par les déséquilibres U/Th en utilisant la technique de spectrométrie de masse par ionisation

thermique (TIMS). Les méthodes des acides aminés et du ^{14}C ont également été utilisées. D'après les rapports d'allo/isleucine, ils concluent que la majorité de ces paléosols correspondent à l'épisode pluvial du Würm Moyen. Des âges apparents ^{14}C (AMS) confirment cette interprétation puisque les 6 paléosols inférieurs varient de 41 à 34 ka BP ; le septième a été daté à 27 ka BP. Avec la méthode U/Th, les trois paléosols inférieurs donnent un âge de 40 ka tandis que les autres donnent un âge de 30 ka. Ces âges similaires à ceux obtenus par les acides aminés et le radiocarbone sont soutenus par le fait que des conditions arides subséquentes au Würm Moyen, auraient permis la fermeture du système radioactif et par conséquent l'obtention d'âges fiables. Par ailleurs, des coquilles continentales de la coupe Mala ont été datées par U/Th à environ 95, 130, 230 et >350 ka (Meco *et al.*, 1997).

Des carrières creusées dans des dunes de sable des deux îles ont révélé des alternances d'éolianites et d'au moins 4 à 5 niveaux riches en coquilles de gastéropodes. On observe à certains de ces niveaux des concentrations parfois spectaculaires de concrétions carbonatées qui ont été identifiées comme étant des nids calcifiés d'Hyménoptères (*Anthophora*), abeilles se regroupant en colonies mais à nids solitaires (Bacalado Aranega *et al.*, 1984 cité dans Petit-Maire *et al.*, 1986). Ces paléosols ne sont pas extrêmement développés mais ces vestiges d'êtres vivants représentés parfois par plusieurs espèces témoignent de périodes plus humides (Meco *et al.*, 1997) tandis que les éolianites stériles reflètent des périodes plus arides.

Une étude multidisciplinaire menée dans le cadre du projet CLIP (Climates of the Past) dirigé par Nicole Petit-Maire sous l'égide de l'UNESCO (United Nations

Educational, Scientific and Cultural Organization) et de l'IUGS (International Union of Geological Sciences) a été entreprise sur plusieurs successions de ce type (Bouab et Lamothe, 1993, 1995, 1996, 1997; Damnati *et al.*, 1993, 1996; Damnati, 1997; Meco *et al.*, 1997). L'intérêt porte surtout sur deux coupes, l'une à Fuerteventura non loin de Lajarès, dans la carrière de la Rosa Negra, et l'autre à Lanzarote dans une carrière près de Mala (Figure 3.1). Les résultats de reconstitutions paléoclimatiques basées sur les assemblages de minéraux argileux dans les sols de la Rosa Negra avec 3 dates ^{14}C classiques de 32.5, 33.8 et 28.4 ka BP (Damnati *et al.*, 1996) et ceux de Mala (Damnati, 1997) ont été publiés.

La datation au radiocarbone est limitée par sa durée de recouvrement ainsi que par le fait que les coquilles sont souvent mal préservées et sont friables. Le risque de la contamination des carbonates et/ou d'addition de carbone récent est également présent. Ainsi, à l'exception de certains paléosols récents (environ 9, 15, 23 et 28 ka), tous les paléosols de ces îles ont été datés entre 30 et 40 ka. Il semble étrange que des séries éoliennes de 10 mètres ou plus, avec 5 à 7 paléosols appartiennent entièrement à un même épisode climatique. A titre comparatif, les dépôts côtiers de ces îles ont enregistré des périodes à faune chaude équatoriale (e.g. *Strombus bubonius*). L'attribution au stade 5 découle de datations U/Th (Meco *et al.*, 1992 ; Zazo *et al.*, 1993, 2001) et d'Electrospin Résonance (ESR) (Radke, 1985). Une récapitulation des dates se retrouve dans Meco *et al.* (1997). Elles se regroupent en trois familles : 100-110 ka, 130-140 ka et environ 180 ka. Bien qu'une très forte érosion ou un manque de source de matériel puissent être une explication du manque d'enregistrements climatiques continentaux, on peut penser que les

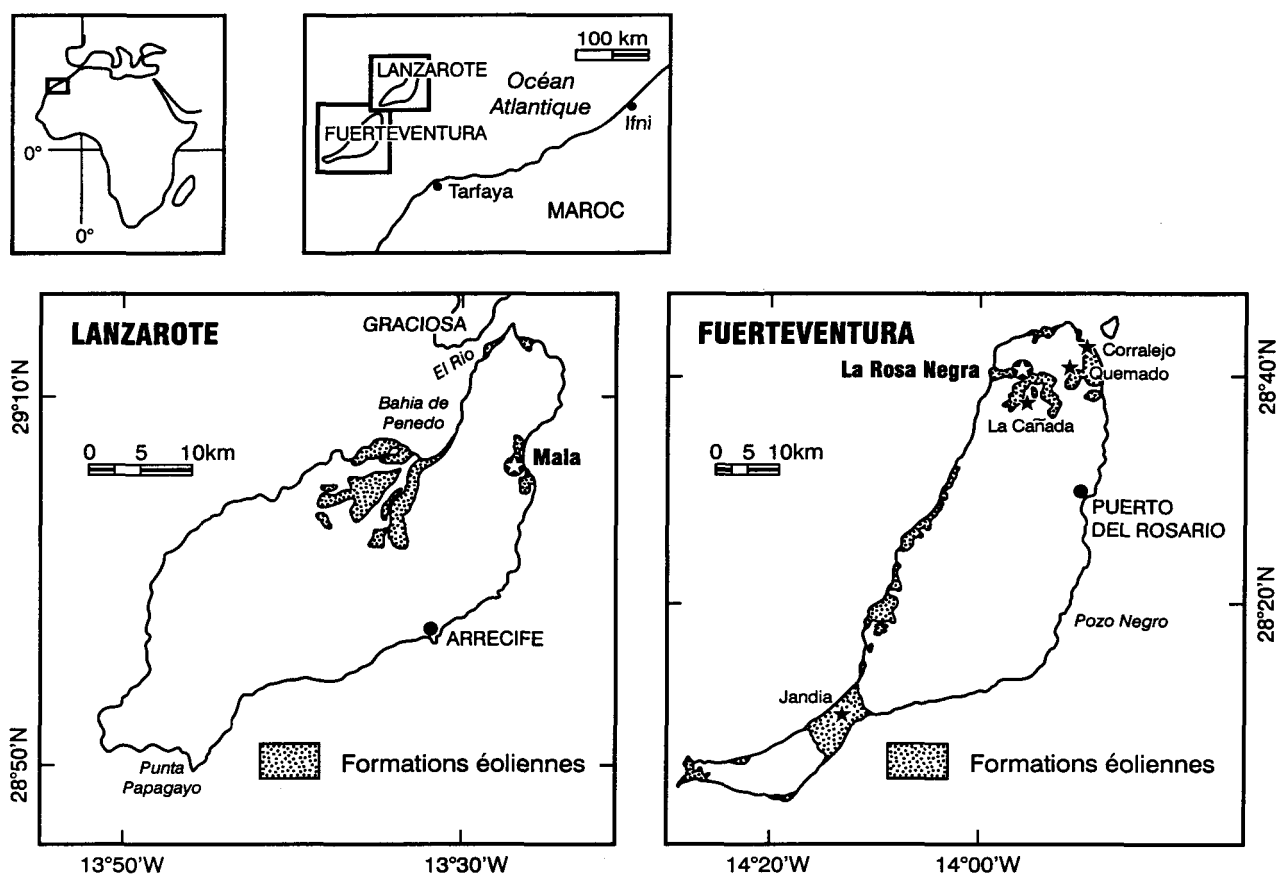


Figure 3.1: Localisation des coupes la Rosa Negra et Mala, Iles canaries orientales, Espagne.

phénomènes côtiers d'influence marine auraient pu affecter la séquence continentale de ces îles, somme toute de faible superficie.

L'utilisation d'une autre technique de datation de ces cycles d'aggradation et d'immobilisation éolienne permettrait de préciser le cadre chronologique des variations climatiques enregistrées dans ces puissantes séries continentales des Iles Canaries. Le choix de la luminescence optique semble approprié.

3.2. Cadre géologique

3.2.1. Cadre général

Le substratum géologique des Îles Canaries Orientales de Fuerteventura et Lanzarote est constitué en majorité de roches éruptives et de roches volcano-sédimentaires du Tertiaire supérieur et du Quaternaire (Rothe, 1974; Meco et Stearns, 1981). Les formations superficielles quaternaires sont principalement constituées de roches éruptives altérées, de croûtes carbonatées, de limons plus ou moins purs et de sables dunaires meubles ou consolidés (Chamley *et al.*, 1987) ainsi que de dépôts marins côtiers (Zazo *et al.* 1993, 2001; Meco *et al.*, 1997). Ces îles se situent à peine à une centaine de kilomètres de la côte ouest du Sahara. Elles sont d'ailleurs considérées comme étant l'extrémité occidentale de ce dernier de par leur situation géographique, leur climat aride conditionné par le Courant froid des Canaries et les *upwelling* (précipitation annuelle moyenne autour de 100 mm similaire à celle de la côte ouest marocaine) ainsi que les dépôts qu'on y retrouve. En effet, sur le substratum essentiellement volcanique, des dépôts éoliens sont préservés à différents

endroits. Deux coupes affleurant dans des carrières, la Rosa Negra à Fuerteventura (Photo 3: annexe 4) et Mala à Lanzarote (Photo 4: annexe 4), ont été considérées dans cette étude (Meco et Petit-Maire, communication personnelle; Damnati *et al.*, 1996; Meco *et al.*, 1997).

3.2.2. Description des coupes de la Rosa Negra et Mala.

Il s'agit de puissantes éolianites stratifiées plus ou moins massives avec des passées plus rougeâtres et limoneuses. L'étude granulométrique et minéralogique de cette séquence a été entreprise par Damnati *et al.* (1996) et Damnati en 1997 (Figures 3.2 et 3.3). Ces sédiments grossiers dont plus de 80% correspondent à une fraction supérieure à 63 μm voient la proportion de fraction fine augmenter au niveau des passées rougeâtres fossilifères. Le pourcentage en CaCO_3 est en majorité supérieur à 80 %. De plus, la composition argileuse montre une forte proportion de smectite qui augmente au niveau des paléosols. Elle est d'origine plus locale et témoigne d'une pédogénèse en conditions chaudes (sèches ou humides). La kaolinite représentant les phases chaudes et humides augmente en proportion au niveau des paléosols. Au contraire, l'illite témoin de froid et/ou de sécheresse augmente en proportion dans les niveaux plus grossiers et plus stériles notamment à Mala où elle constitue plus de 80 % des minéraux argileux de la puissante éolianite (unité B). Les propriétés de ces minéraux argileux ont été déduites par Damnati *et al.* (1996) et Damnati (1997) d'après les travaux de Millot (1964), Paquet (1969) et Chamley (1971). Les propriétés physiques semblent être cohérentes avec le contenu paléontologique de ces unités.

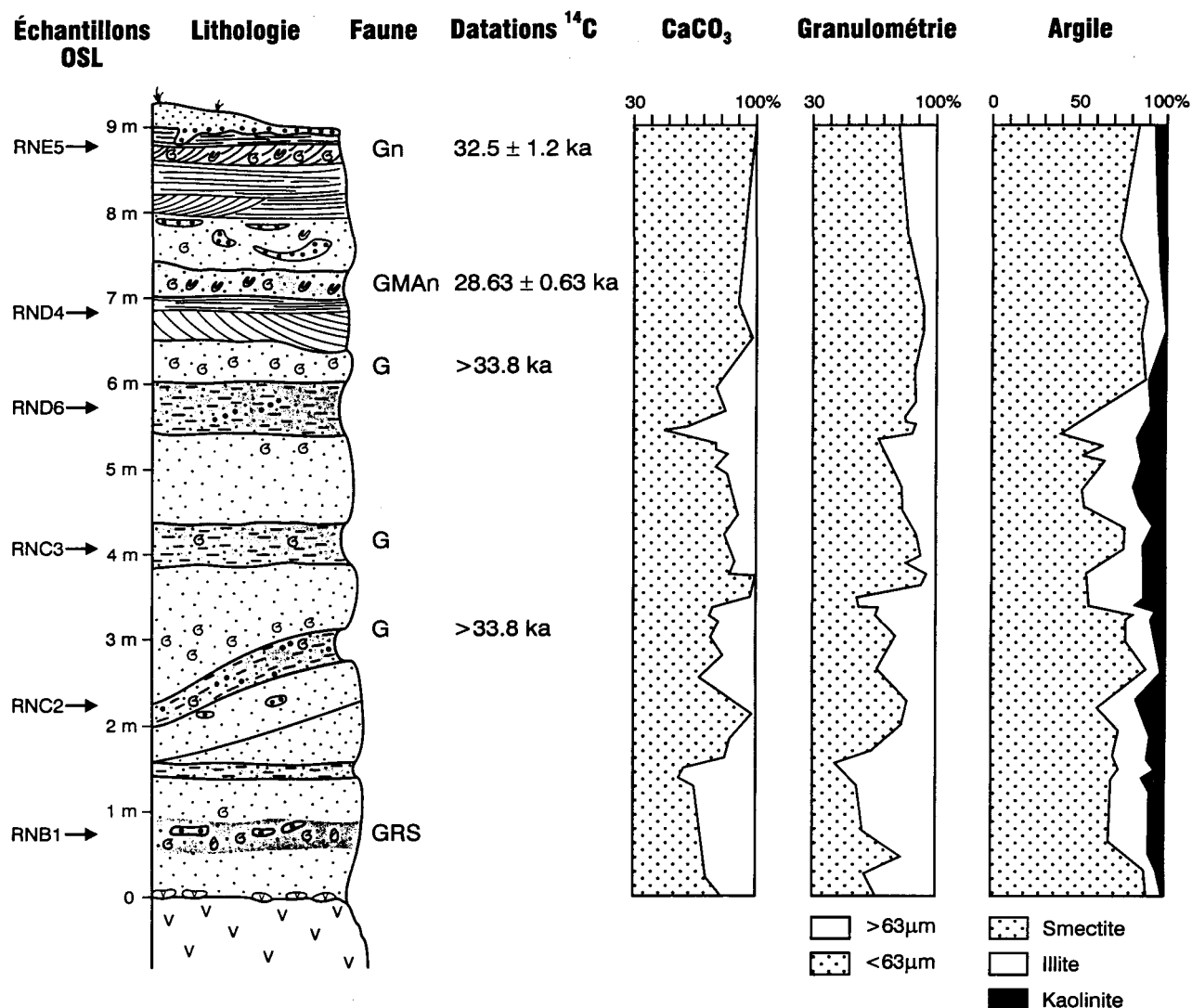


Figure 3.2: Coupe La Rosa Negra montrant la position des échantillons OSL (cette étude), la faune et les âges ^{14}C (Meco *et al.*, 1997), et les pourcentages en carbonates, la granulométrie et la composition des argiles (d'après Damnati *et al.*, 1996). (G: *Theba geminata*, M: *Monilearia lancerottensis*, A: *Theba pisana* cf *arietina*, R: *Rumina decollata*, S: *Hemicycla sarcostoma* et n: nid d'hyménoptères).

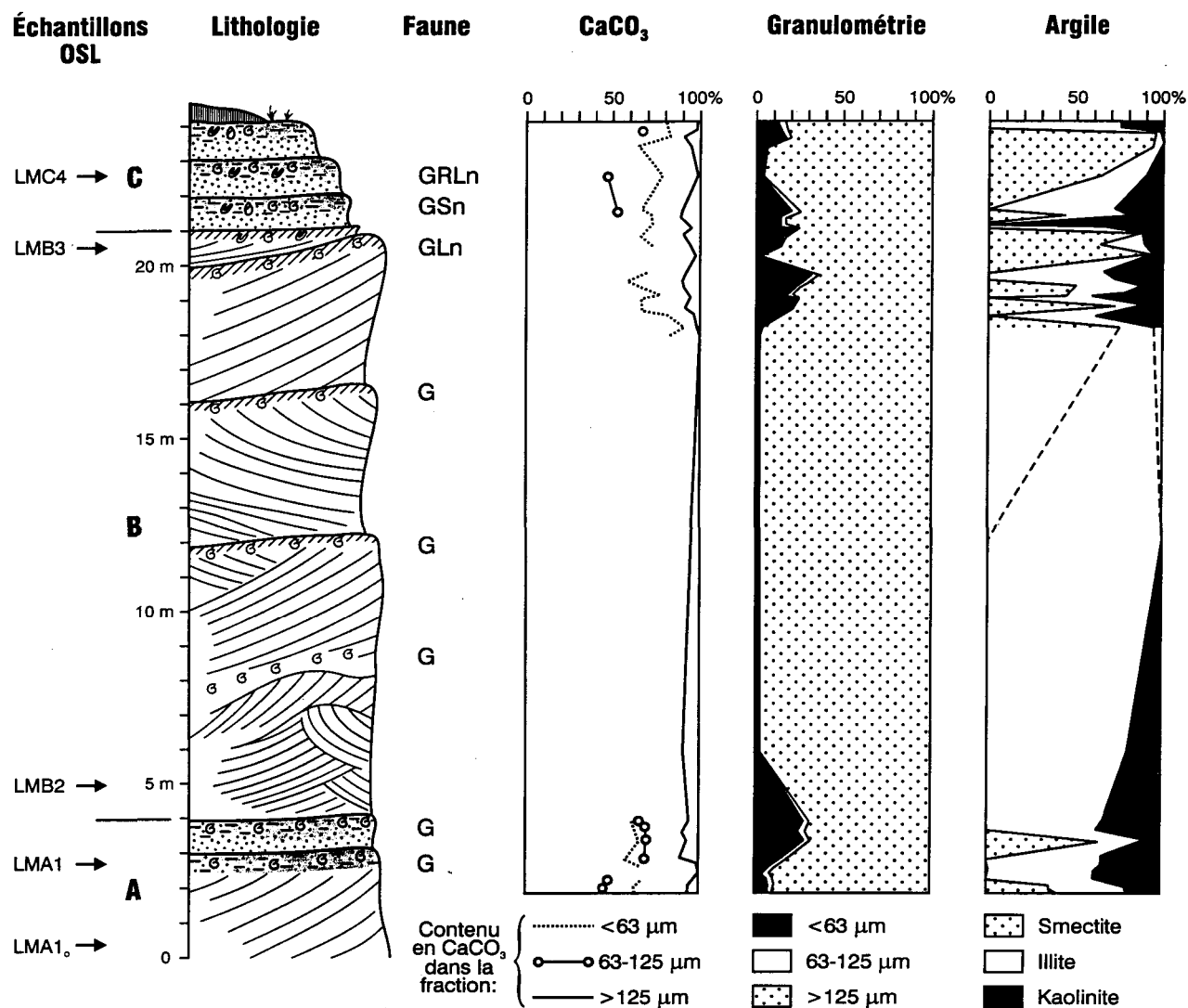


Figure 3.3: Coupe Mala montrant la position des échantillons OSL (cette étude), les pourcentages en carbonates, la granulométrie et la composition des argiles (d'après Damnati, 1997) et la faune (Meco et al., 1997). (G: *Theba geminata*, R: *Rumina decollata*, S: *Hemicycla sarcostoma*, L: *Pomatias laevigatum*, I: *Theba impugnata* et n: nid d'hyménoptères).

Les passées limoneuses rougeâtres (Photo 5: annexe 4) contiennent des coquilles de gastéropodes terrestres et des concrétions de forme cônique (Photo 6: annexe 4) qui ont été identifiées comme étant des nids d'hyménoptères (*Anthophora*), abeilles se regroupant en colonies mais à nids solitaires (Baccalado Aranega *et al.*, 1984). Ce ne sont certes pas des paléosols très développés mais ces quelques vestiges de vie témoignent de périodes plus clémentes favorisant le développement de vie, de fleurs pouvant attirer des abeilles ainsi que des gastéropodes témoins d'humidité. La biodiversité de certains de ces niveaux souligne une humidité relativement plus élevée (Meco *et al.*, 1997). En effet, certains niveaux regroupent plusieurs gastéropodes continentaux (*Theba geminata*, *Monilearia lancerottensis*, *Theba pisana cf arietina*, *Rumina decollata*, *Hemicycla sarcostoma* et, pour Mala seulement, *Pomatias laevigatum*). Les paléosols les plus sommitaux contiennent en plus les nids d'*Anthophora*. Ces niveaux alternent avec des sédiments éoliens stériles ou avec quelques rares passées d'une seule espèce de gastéropodes (*Theba geminata*) marquant un simple arrêt de sédimentation et/ou une élaboration de sol très précoce. Ces séquences témoignent donc d'une alternance de périodes apparemment arides et de périodes plus humides.

Coupe de la Rosa Negra : présentation des échantillons destinés à l'OSL

La coupe de la Rosa Negra (Figure 3.4) d'une épaisseur de 9 m repose sur un basalte (unité A) corrélé à une coulée donnée comme datant de 35 000 ans (Damnati *et al.*, 1996) mais qui est en fait attribuée au Miocène (Meco, communication personnelle). Cette coupe a été subdivisée en 4 cycles d'aggradation et d'immobilisation de sédiments éoliens tels que

Coupe LA ROSA NEGRA

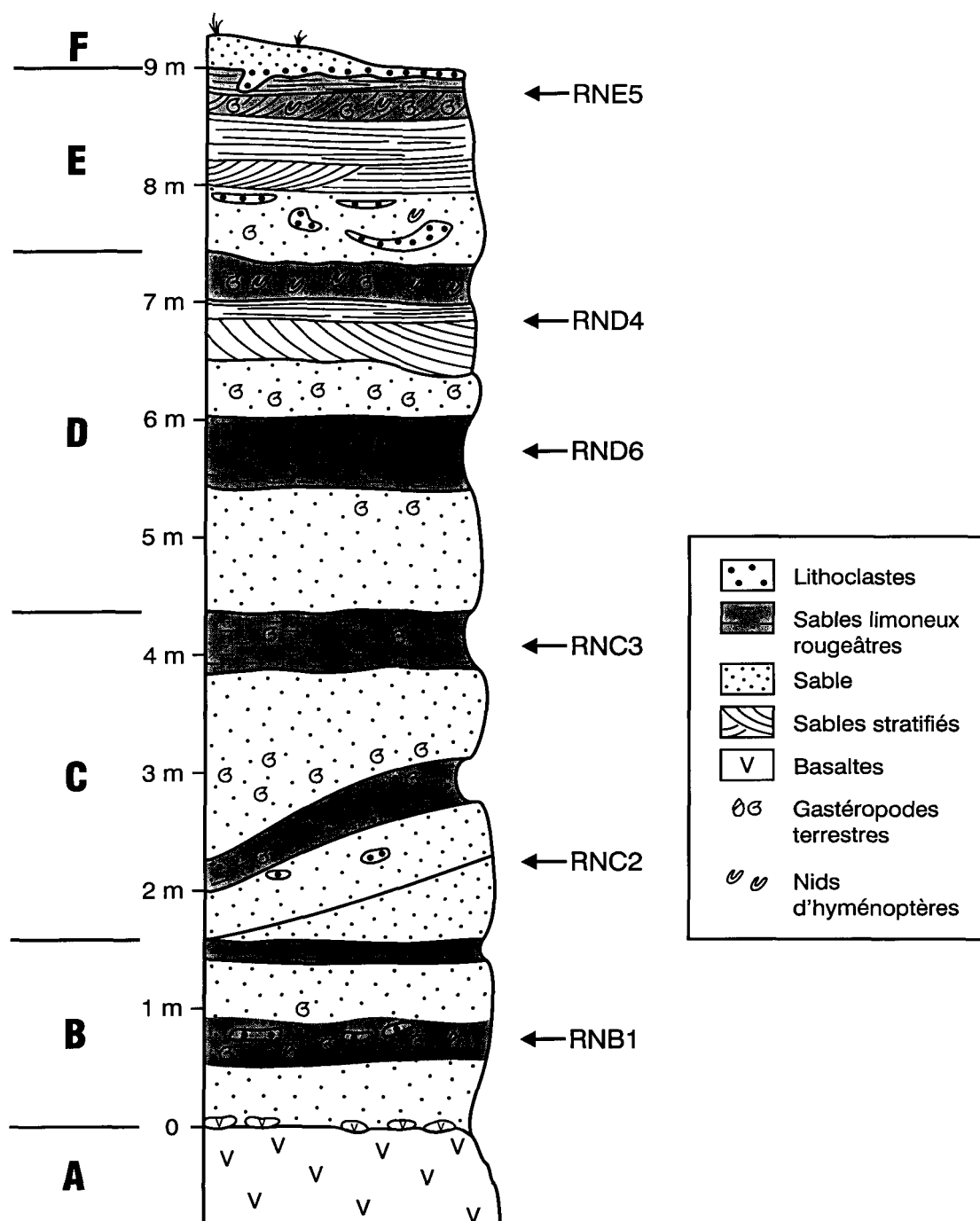


Figure 3.4: Succession stratigraphique de la coupe la Rosa Negra, Fuerteventura, Iles Canaries. Les lettres et les chiffres correspondent aux échantillons destinés à la datation par luminescence optique (exemple: RNE5). Les unités sont discutées dans le texte.

décrits plus haut (Unités B à E). La partie médiane de l'unité B de couleur rougeâtre comprend quelques remaniements clastiques mais surtout trois des gastéropodes terrestres suscités dont *Rumina decollata*. Elle semble être associée à une phase humide et correspond à l'échantillon d'OSL RNB1.

L'unité C commence par une éolianite stérile d'où l'échantillon RNC2 a été extrait. Il correspondrait à une phase plus aride. Outre une passée sensiblement pédogénisée, cette unité se termine par une partie rougeâtre contenant un seul genre de coquille, *Theba geminata*, et dont la composition en smectite et kaolinite est élevée sans être maximale. Elle correspond à l'échantillon d'OSL RNC3 que l'on attribue à une phase sensiblement humide. L'unité D commence par des sables stériles avec à leur sommet des passages de *Theba geminata* correspondant latéralement à une lentille plus rougeâtre dont a été extrait RND6. Cette unité D se termine par un paléosol dont la biodiversité est la plus marquée et dont les concentrations en argiles témoins de phases chaudes et humides sont maximales. RND4 a été échantillonné juste à la limite inférieure de ce paléosol. L'unité sommitale E extrêmement carbonatée se termine aussi par une partie rougeâtre avec toutes les caractéristiques d'une phase chaude et humide correspondant à l'échantillon RNE5. La partie sommitale F serait due à un remaniement actuel.

Coupe Mala : présentation des échantillons destinés à l'OSL

La coupe Mala d'une épaisseur de 24 m est subdivisée en trois unités A, B et C (Figure 3.5). L'unité A épaisse de 4 m correspond à un cycle aride–humide dont apparaît

Coupe MALA

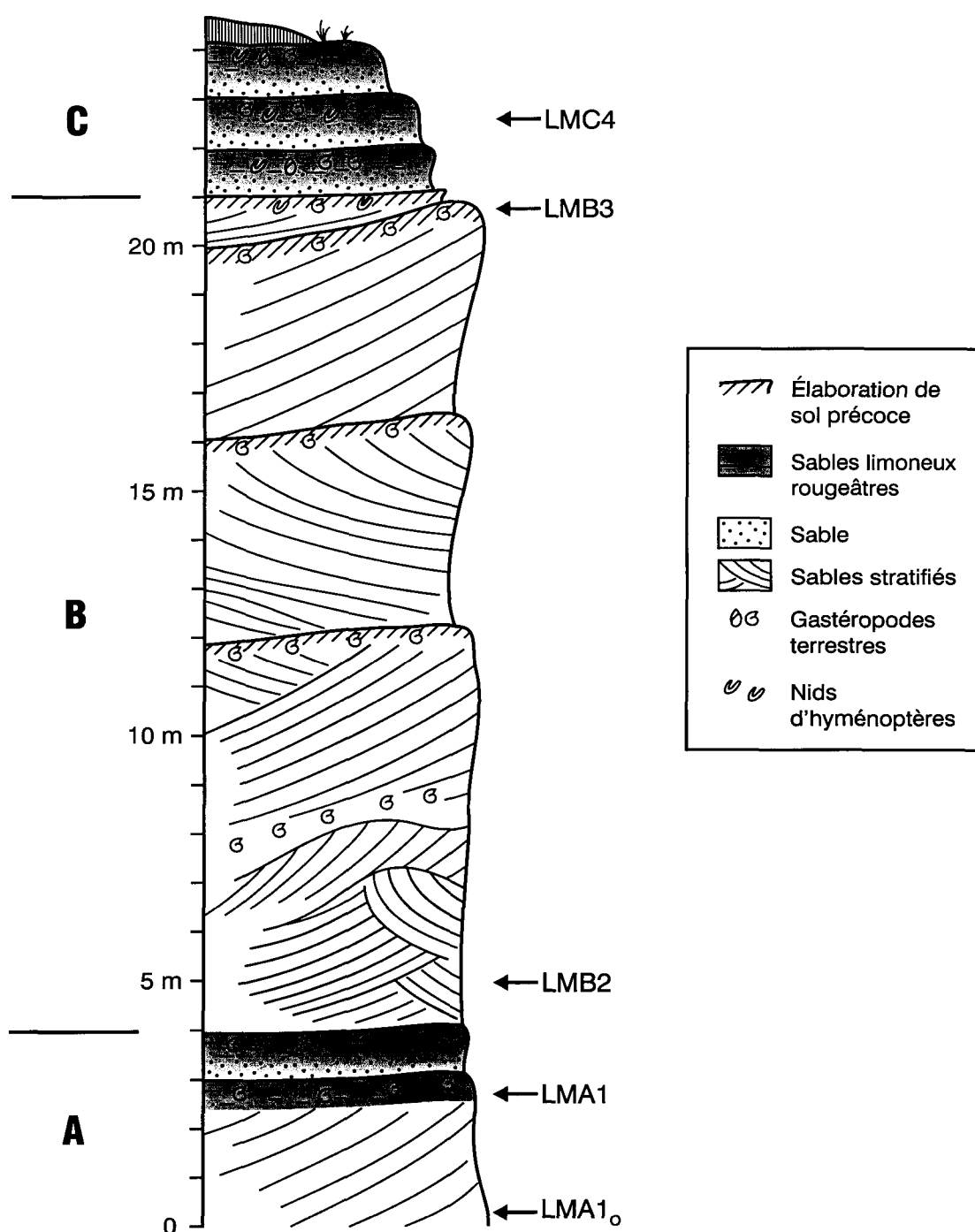


Figure 3.5: Succession stratigraphique de la coupe Mala, Lanzarote, Iles Canaries. Les lettres et les chiffres correspondent aux échantillons destinés à la datation par luminescence optique (exemple: LMC4).

une partie de l'éolianite stérile (échantillon LMA1₀). Dans les publications existantes, cette coupe alors épaisse de 22 m commence par le niveau de paléosol (échantillon LMA1) car lors de la première campagne de terrain la sablière n'était pas aussi profondément creusée. L'unité B correspond à une très puissante éolianite de 15 m avec 3 passées de *Theba geminata* correspondant à de simples arrêts de sédimentation ou simples élaborations de sol précoce. Cette éolianite à teneur maximale en illite reflète une période sèche et/ou froide. Le sable stérile de la base correspond à l'échantillon LMB2. Cette unité se termine par un paléosol relativement développé (échantillon LMB3). Il précède trois petits cycles d'aggradation et d'immobilisation de sable constituant l'unité C dont les paléosols sont les plus évolués (diversité biologique et association d'argile). Le paléosol intermédiaire de cette triade correspond à l'échantillon RND4.

3.3. Méthodes de luminescence

3.3.1. Définition et principes

La luminescence optique représente le phénomène d'émission de lumière d'un corps lors de sa stimulation par une énergie lumineuse. Depuis la découverte de cette méthode de datation par Huntley et ses collaborateurs en 1985, plusieurs synthèses ont été publiées (Aitken, 1992 ; Wintle, 1993; Berger, 1995, Huntley et Lian, 1997 et Aitken, 1998).

Des minéraux détritiques tels que le quartz et le feldspath, peuvent piéger dans des pièges cristallins les électrons libérés lors d'une exposition à une radiation ionisante issue de la décroissance radioactive de l'uranium, du thorium, du potassium et de leurs descendants présents dans le sédiment et son milieu environnant. Une faible contribution de

cette radiation ionisante provient du rayonnement cosmique. Ces électrons restent dans ces pièges tant qu'ils n'ont pas reçu l'énergie suffisante pour s'en échapper. Dans notre cas, cette énergie est optique. Certains des électrons alors libérés se recombinent à des défauts cristallins appelés « centres luminescents ». La différence d'énergie est alors émise sous forme de photons ce qui ramène à la définition de la luminescence optique ou OSL (Optically Stimulated Luminescence).

Cette luminescence est proportionnelle à la quantité d'irradiation que le minéral a reçue. Si l'on considère que le taux de radioactivité du milieu environnant est constant au cours du temps, il découle une relation directe entre la luminescence émise et la quantité totale de radiation reçue donc du temps écoulé depuis l'événement à dater (création du minéral, chauffe archéologique ou transport dans l'environnement). Tout transport dans l'environnement aquatique ou éolien met le grain détritique en contact avec l'énergie lumineuse solaire qui expulse les électrons piégés antérieurement. On parle du phénomène de « remise à zéro » de l'échantillon, soit une remise à zéro de l'horloge OSL.

De ceci découle l'équation d'âge qui est comme suit :

$$\text{Age OSL (an)} = \text{Paléodose (gray)} / \text{Dose annuelle (gray/an)}$$

- L'âge correspond alors au temps écoulé depuis l'enfouissement du sédiment, soit depuis sa dernière exposition à la lumière solaire.
- La paléodose est la dose totale reçue depuis l'âge zéro. Pour la mesurer, la luminescence naturelle est comparée à celle induite par des doses de radiation artificielle connues, administrées en laboratoire avec une source bêta ou gamma. La

dose artificielle nécessaire pour donner un signal égalant le signal naturel est appelée « dose équivalente » (De).

- La dose annuelle (Da) est issue de la radioactivité naturelle du milieu environnant et représente son débit durant une année.

L'unité internationale de dose absorbée est le gray (Gy) qui correspond à un joule par kilogramme (J/kg).

3.3.2. Préparation des échantillons

Les échantillons sont récoltés sur le terrain en évitant tout contact avec la lumière solaire. Au laboratoire, dans l'obscurité (Smith, 1988 ; Lamothe, 1995), les sédiments sont tamisés (125-300 μm ; 45-90 μm), attaqués à l'acide chlorhydrique (HCl 20 %) afin d'éliminer tous les carbonates puis ils sont séparés densimétriquement au polytungstate de sodium ($3\text{Na}_2\text{WO}_4 \cdot 9\text{WO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$) afin d'isoler les feldspaths (densité $\rho < 2.58 \text{ g/cm}^3$), les quartz ($\rho = 2.62\text{-}2.7 \text{ g/cm}^3$) et les minéraux lourds (densité $\rho > 2.7 \text{ g/cm}^3$). A la coupe de la Rosa Negra, plusieurs kilogrammes d'échantillons n'ont donné dans la fraction 125-300 μm que quelques milligrammes de matériel grossier noirâtre non luminescent. Seule la fraction de 45 à 90 μm a été utilisée. A la coupe Mala, la plus fine fraction étant rarissime, ce sont les grosses granulométries qui ont servi aux datations. Cependant, les résidus sont essentiellement constitués de fragments rocheux noirâtres et de minéraux lourds non datables. La portion externe des grains, soumise aux rayonnements alpha pourrait être ainsi éliminée par attaque HF. Cette dernière a été tentée mais les trop faibles quantités de matériel disparaissaient ou généraient des gels inutilisables. Ainsi, pour tous les

échantillons de ces deux coupes, l'attaque au HF n'a plus été faite. Pour certains échantillons, les densités usuelles des quartz et des feldspaths ne fournissant pas de matériel, une recherche d'autres minéraux luminescents a été entreprise. Dans les hautes densités, un minéral vert pâle et translucide a été isolé à la loupe et il s'est avéré luminescent. Il s'agit de l'olivine.

Pour les échantillons qui l'ont permis, les grains monominéraliques de quartz et de feldspaths préparés ont été disposés dans des coupelles en aluminium d'un centimètre de diamètre (5 ou 10 mg/coupelle) et fixés grâce à une huile silicone. Dans le cas des méthodes de la SAR (voir plus loin), les grains sont montés en fine monocouche et ce, sur des disques en aluminium d'un centimètre de diamètre vaporisés de silicone (*silkospray*).

3.3.3. Détermination des doses annuelles

La dose annuelle (Da) est la somme des doses d'irradiation dûes aux rayonnements α , β et γ dans l'environnement naturel. Le rayonnement cosmique (Dc) s'ajoute à la dose γ . Les doses annuelles sont calculées à partir d'équations dont les paramètres sont définis par Aitken (1985) et mis à jour par Nambi et Aitken (1986) puis Adamiec et Aitken (1998). Ces équations font intervenir les concentrations en uranium, thorium et potassium déterminées par des analyses par activation neutronique (INAA: Instrumental Neutron Activation Analysis) dont le principe et la précision sont décrits dans Gibson et Jagam (1980) ou par des comptages par scintillation alpha à source épaisse (Huntley et Wintle, 1981). La dose γ et la dose cosmique ont été aussi mesurées avec un spectromètre gamma de terrain quand le matériel permettait l'introduction du tube compteur. Dans les autres cas,

la dose gamma est la moyenne des valeurs obtenues par comptage alpha et par INAA et la dose cosmique est alors considérée comme étant la moyenne des doses cosmiques des autres échantillons de la coupe.

Les différentes manières de mesurer les composantes de la dose annuelle permettent d'avoir un contrôle sur la validité des valeurs. Le calcul de la dose annuelle tient compte de la teneur en eau estimée à 25% entre la teneur en eau in situ et la saturation en eau. Cependant, il s'agit de la dose annuelle actuelle. Il est évident que l'un des postulats de la méthode est que le système radioactif est resté inchangé et en équilibre au cours du temps. La mesure de la dose annuelle du milieu environnant constitue la source principale d'incertitude sur les âges OSL.

3.3.4. Appareillage utilisé

La majorité des mesures OSL ont été effectuées à l'aide d'un lecteur TL Daybreak 1100 doté d'un tube photomultiplicateur EMI 9635QA. Depuis les premiers travaux de Huntley *et al.* (1985), les quartz sont en général stimulés par un faisceau laser de longueur d'onde de 514 nm. Cette stimulation dans le vert donne à cette méthode d'OSL le nom de GSL (Green light Stimulated Luminescence). Dans cette étude, la stimulation se fait par un système de lampe à xénon émettant de 480 à 700 nm à la sortie duquel un filtre 510BP20 (460-560 nm) est inséré. Le pic de stimulation est donc à 520 nm, un ampérage de 17 A et une puissance atteignant l'échantillon d'environ 31mW/cm^2 . Pour la mesure de l'émission, une combinaison de filtres transmettant entre 325 et 390 nm (U-340/Schott BG39) est placée à l'entrée du tube photomultiplicateur. Dans cette étude, la stimulation infra rouge des

feldspaths (IRSL=Infra Red Stimulated Luminescence) démontrée par Hütt *et al.* (1988) et Godfrey-Smith *et al.* (1988) se fait comme l'ont montré Spooner et Franks en 1990 à l'aide de diodes émettrices d'infrarouge avec un pic de transmission à 880 nm, un ampérage de 20 mA et une puissance atteignant l'échantillon de 35mW/cm². Pour la mesure de l'émission, une combinaison de filtres transmettant cette fois entre 325 et 470 nm (Corning 7-59/Schott BG39) est utilisée. La lumière stimulatrice IR est ainsi bloquée ainsi que l'émission UV instable des feldspaths. Pour des mesures de certains feldspaths (e.g LMB3), une combinaison émettant majoritairement dans le vert entre 425 et 700 nm a aussi été utilisée (VG10/BG39).

Les irradiations sont effectuées à l'aide d'une source gamma (Co-60 / $t_{1/2}=5.27$ a) dont le débit de dose pour les premières mesures était de 1.7 Gy/min et pour les mesures finales de 0.7 Gy/min.

Pour certaines mesures, un lessivage, c'est à dire un vidage des électrons piégés, se fait en laboratoire afin d'étudier la régénération de la luminescence. Ceci est réalisé sous une lampe additionnée d'un filtre simulant l'exposition solaire prolongée qui devrait avoir eu lieu dans l'environnement éolien ($\lambda > 460$ nm). Pour la méthode de la SAR appliquée aux feldspaths (voir plus loin), on prolonge parfois la stimulation IR à l'aide d'une lampe halogène à tungstène additionnée d'un filtre Kodak Wratten no 87c laissant passer les IR ($\lambda > 830$ nm).

3.3.5. Détermination des doses équivalentes aux paléodoses

Les stimulations optiques donnent donc lieu au vidage d'électrons des pièges cristallins. Cela se traduit par une émission de photons (OSL) dont l'intensité décroît progressivement durant la stimulation qui peut être de durée variable (e.g. 1 seconde « *short shine* », 10, 100 ou 1000 secondes « *shine down* »). Ceci est la mesure de base d'OSL qui s'applique à des aliquotes naturelles ou à des aliquotes irradiées artificiellement. Plusieurs techniques de détermination des doses équivalentes consistent en la détermination de la dose de radiation nécessaire à la génération du signal de luminescence naturelle. Cependant, il existe une instabilité appelée « *fading* » (Wintle, 1973): la luminescence des feldspaths irradiés « se fane » avec le temps par fuite spontanée d'électrons des pièges à électrons cinétiquement stables et ce, à température ambiante. Une lecture trop rapide de la luminescence des feldspaths après leur irradiation peut être artificiellement trop élevée et engendre une sous-estimation des âges. L'ampleur de ce phénomène, variant suivant les zones étudiées, est évaluée par un test classique qui consiste à lire la luminescence d'aliquotes naturelles et irradiées à des intervalles allant de quelques minutes à plusieurs mois voire années après l'irradiation et la préchauffe. On détermine alors un pourcentage de fading par unité de temps ou par décade (g) sur une échelle logarithmique (Aitken, 1985). Ce dernier est utilisé dans la correction de l'âge suivant la méthode élaborée par Huntley et Lamothe (2001).

Méthode des doses additives

Cette méthode consiste à dresser une courbe de croissance à partir de l'intégration de l'intensité lumineuse émise par des aliquotes naturelles de l'échantillon monominéralique et d'autres aliquotes naturelles ayant subi des irradiations artificielles croissantes (Aitken, 1974). La dose équivalente est obtenue grâce à l'extrapolation de la courbe de croissance (intensité OSL vs dose) sur l'axe des abscisses. Cette courbe est construite en utilisant l'algorithme défini par Berger *et al.* (1987) et Berger et Huntley (1989). Il en est d'ailleurs de même pour toutes les courbes de croissance construites avec la méthode SAR (voir plus loin). Avant les lectures OSL, les feldspaths sont préchauffés 5-10 heures à 160°C ou 10 minutes à 220°C (Li, 1991) et ce, afin d'éliminer le signal de luminescence instable engendré par les irradiations artificielles (Rhodes, 1988 ; Bailiff et Poolton, 1991 ; Aitken, 1992).

Des coupelles montées le plus similairement possible en terme de masse et de composition, peuvent néanmoins avoir des petites différences initiales qui peuvent affecter la reproductibilité. Des « normalisation au naturel » et/ou « normalisation après dose » sont appliquées (Aitken, 1985). Pour le deuxième type de normalisation, le manque de reproductibilité est alors corrigé après la lecture principale. Un lessivage total est effectué sur toutes les coupelles y compris les naturelles. Une dose standard leur est appliquée et ainsi les coupelles sont supposées émettre la même réponse IRS_L. Cette réponse est utilisée pour normaliser la courbe de croissance précédente. Les quartz peuvent garder en mémoire les irradiations passées. Dans ce cas, avant tout lessivage, on égalise les doses

reçues en ajoutant à chaque coupelle la différence d'intensité de dose entre elle et l'aliquote la plus fortement irradiées.

Régénération d'aliquote unique (SAR=Single Aliquot Regeneration)

Cette méthode s'applique à une aliquote monocouche monominéralique stimulée optiquement à son état naturel puis lessivée et irradiée à plusieurs reprises. On régénère ainsi plusieurs temps d'irradiation. Le principe et la méthodologie détaillée sont décrits dans l'article de base de Murray et Wintle (2000) pour les quartz et Wallinga *et al.* (2000) pour les feldspaths. De légères modifications quant au lessivage, à la préchauffe et aux durées de stimulation des aliquotes sont appliquées dans ce travail.

Les feldspaths naturels sont préchauffés (250°C, 1 minute), puis stimulés 100 secondes. L'érosion du signal IRSL est ensuite poursuivie pendant une heure sous une lampe halogène additionnée d'un filtre ne laissant passer que les ondes supérieures à 830 nm. Une vérification de l'efficacité du lessivage est contrôlée par une lecture IRSL qui servira aussi de *background* (mesure de fond) à la mesure suivante. Une dose test de 30 Gy est alors donnée, suivie d'une rapide augmentation de température jusqu'à 150°C appelée *cut heat*. La luminescence engendrée par cette dose test est ensuite mesurée. Après chacun de ces cycles, un lessivage sous une lampe solaire est effectué pendant une nuit. Cette méthode s'inspire de la méthode sur aliquote individuelle (SAAD) mise au point par Duller (1991;1992) à la différence que les doses sont régénérées et la correction des changements de sensibilité dûs aux lessivages, irradiations et préchauffes successifs se fait grâce à la lecture après chaque régénération, du signal généré par une irradiation standard. C'est une

forme de normalisation qui se fait à chaque étape de la courbe de croissance. Le rapport de l'intensité du signal régénéré sur l'intensité du signal généré par la dose test (L_D/L_{Dt}) est représenté en fonction des doses d'irradiation. Ceci donne par interpolation la valeur correspondant au rapport de l'aliquote naturelle, soit la dose équivalente à la paléodose. Une vérification de la validité de cette correction se fait par un "recyclage" d'une dose régénérée. Cette méthode de la SAR a été appliquée à tous les échantillons des deux coupes.

3.4. Résultats et discussion

3.4.1. Difficultés lors de la préparation des échantillons

Les échantillons de ces deux coupes sont pour la majorité à plus de 90 % de carbonates essentiellement dans la portion grossière >63 ou $>125 \mu\text{m}$ (Figures 3.2 et 3.3). Certains atteignent même les 100 %. De très longues attaques au HCl ont été effectuées. Certaines ont duré plusieurs semaines car la réaction étant exothermique, il était nécessaire de la faire progressivement, afin d'éviter une surchauffe et un vidage des pièges à électrons (effet similaire à la thermoluminescence). En fin de réaction, après les nombreux lavages nécessaires pour se départir des résidus d'attaque, il ne restait que quelques milligrammes de sédiment noirâtre riche en débris de roches volcaniques. La quantité de feldspaths ou de quartz obtenus après séparation densimétrique ne permettait parfois même pas de commencer des tests ou de faire une courbe de croissance avec des multi-aliquotes (e.g. RNE5). Certains des échantillons extraits des coupes de la Rosa Negra et Mala n'ont aboutit à aucun résultat, quelle que soit la méthode en raison de la quantité infinitésimale de

matériel résiduel après toutes les séparations ou à cause de leur comportement complètement erratique.

3.4.2. Doses annuelles

Les valeurs des doses annuelles sont regroupées dans le tableau 3.1. Il est clair que les concentrations en K des feldspaths étant très faibles, la dose β interne l'est aussi. Il ne s'agirait pas de feldspaths potassiques. D'ailleurs quelques tentatives d'analyse au microscope électronique à balayage ou aux Rayons X ont montré qu'il y avait une contribution importante du Ca et du Na et qu'il y avait essentiellement présence d'albite et parfois d'anorthoclase.

3.4.3. Détermination des doses équivalentes

Feldspaths

Sur tous les échantillons pour lesquels la quantité de feldspaths le permettait, des courbes de croissance utilisant la méthode des doses additives ont été construites. La caractéristique commune est un manque de reproductibilité effroyable ne permettant même pas dans certains cas de construire une courbe reliant les points. Certains des résultats de doses équivalentes obtenus ont des marges d'erreur atteignant les 50 % de la valeur ce qui n'est pas fiable. Pour corriger ce manque de reproductibilité une normalisation au naturel a été appliquée (*short shine initial*) ainsi qu'une normalisation après dose (stimulation de 1000 sec après égalisation des doses, lessivage et irradiation égale). Les résultats se recoupent mais demeurent inutilisables. La comparaison des deux types de facteurs de normalisation ne montrait pas une tendance. La représentation de ces deux facteurs pour

Tableau 3.1 : Paramètres dosimétriques et doses annuelles des échantillons des coupes La Rosa Negra (RN) et Mala (LM), Iles Canaries, Espagne.

Échantillon	Abondances			Teneur en eau (Δ) %	Dose cosmique Gy/ka	Dose α Gy/ka	Dose β externe Gy/ka	Dose β interne Gy/ka	Dose γ Gy/ka	Dose annuelle Gy/ka
	U ppm	Th ppm	K %							
RNE5	1.2	0.2	0.07	12.4	$0,13 \pm 0,01$	$0,10 \pm 0,02$	$0,19 \pm 0,02$	$0,09 \pm 0,01$	$0,16 \pm 0,02$	$0,68 \pm 0,04$
RND4	1.9	1.4	0.34	18.8	$0,10 \pm 0,01$	$0,17 \pm 0,04$	$0,44 \pm 0,03$	$0,07 \pm 0,01$	$0,27 \pm 0,03$	$1,06 \pm 0,06$
RNC3	1.6	1.9	0.44	23.4	$0,10 \pm 0,01$	$0,15 \pm 0,03$	$0,47 \pm 0,03$	$0,09 \pm 0,01$	$0,27 \pm 0,03$	$1,08 \pm 0,06$
RNB1	1.6	1.9	0.40	19.7	$0,10 \pm 0,01$	$0,15 \pm 0,03$	$0,45 \pm 0,03$	$0,12 \pm 0,01$	$0,30 \pm 0,03$	$1,12 \pm 0,05$
LMC4	1.6	1.0	0.16	13.1	$0,08 \pm 0,01$	$0,05 \pm 0,01$	$0,29 \pm 0,02$	$0,24 \pm 0,01$	$0,21 \pm 0,01$	$0,87 \pm 0,06$
LMB3	1.4	1.6	0.33	11.1	$0,12 \pm 0,01$	$0,05 \pm 0,01$	$0,39 \pm 0,02$	$0,24 \pm 0,01$	$0,28 \pm 0,03$	$1,07 \pm 0,08$

La taille des grains est 45-90 μ m

Les abondances sont obtenues par analyse d'activation neutronique (INAA)

La valeur 'a' est estimée à 0.10 ± 0.01

La dose cosmique est mesurée sur le terrain avec un spectromètre gamma portable

La dose β interne de RNE5 est obtenue avec la moyenne du potassium des 3 autres échantillons de la Rosa Negra; celle de LMC4 est considérée comme celle de LMB3.

La dose γ est la moyenne des doses γ obtenues par comptage α , par analyse d'activation neutronique et par spectrométrie γ de terrain.

Les marges d'erreur sont comme suit U (10%), Th (6%), K(3.2%), Δ (10%) et pour les comptages α et γ c'est la propagation de la racine carrée des comptes.

La marge d'erreur est la racine carrée de la somme des carrés des erreurs absolues de chaque composante de la dose annuelle

chaque aliquote montre pour certaines d'entre elles un comportement opposé. Le premier facteur correspond à l'échantillon vierge et le second reflète l'état d'aliquotes qui ont subi différentes préchauffes, lessivages et irradiations. Les aliquotes dont les facteurs de normalisation divergent seraient ceux pour qui il y a eu des changements de sensibilité (Exemple de RND4 - Figure 3.6). La courbe de croissance normalisée au naturel excluant les aliquotes dont la sensibilité a changé est sensiblement mieux que celle contenant toutes les aliquotes mais demeure non fiable. L'échantillon RND4 donne par exemple, mauvaises aliquotes exclues, une dose équivalente de 149 ± 78 Gy avec la normalisation au naturel (Figure 3.7). L'échantillon RNB1 donne une dose équivalente de 275 ± 65 Gy normalisé au naturel et 336 ± 85 Gy normalisé après dose (Figure 3.8).

L'échantillon RNC3 (Figure 3.9) est l'un des rares à donner, sans enlever les aliquotes sensibles, une dose équivalente reflétant une meilleure reproductibilité ($De=187 \pm 48$ Gy). Pour RNC2 et RNE5 les feldspaths disponibles ne permettaient même pas de construire une courbe de multi-aliquotes. Pour la coupe Mala, la reproductibilité est pire. Les résultats sont inutilisables (exemple de LMA1- Figure 3.10). Certaines aliquotes sont peu ou pas luminescentes et la faible quantité de matériel disponible est aussi une limite. Pour LMB3, la fraction de densité supérieure à $2,58 \text{ g/cm}^3$ ne contenant pas de quartz mais des feldspaths a été stimulée de diverses manières pour voir si cela était plus reproductible. La stimulation IR a été testée en récupérant le signal émis dans le vert et dans le bleu non normalisé, normalisé au naturel, normalisé après dose (Figure 3.11). La stimulation dans le

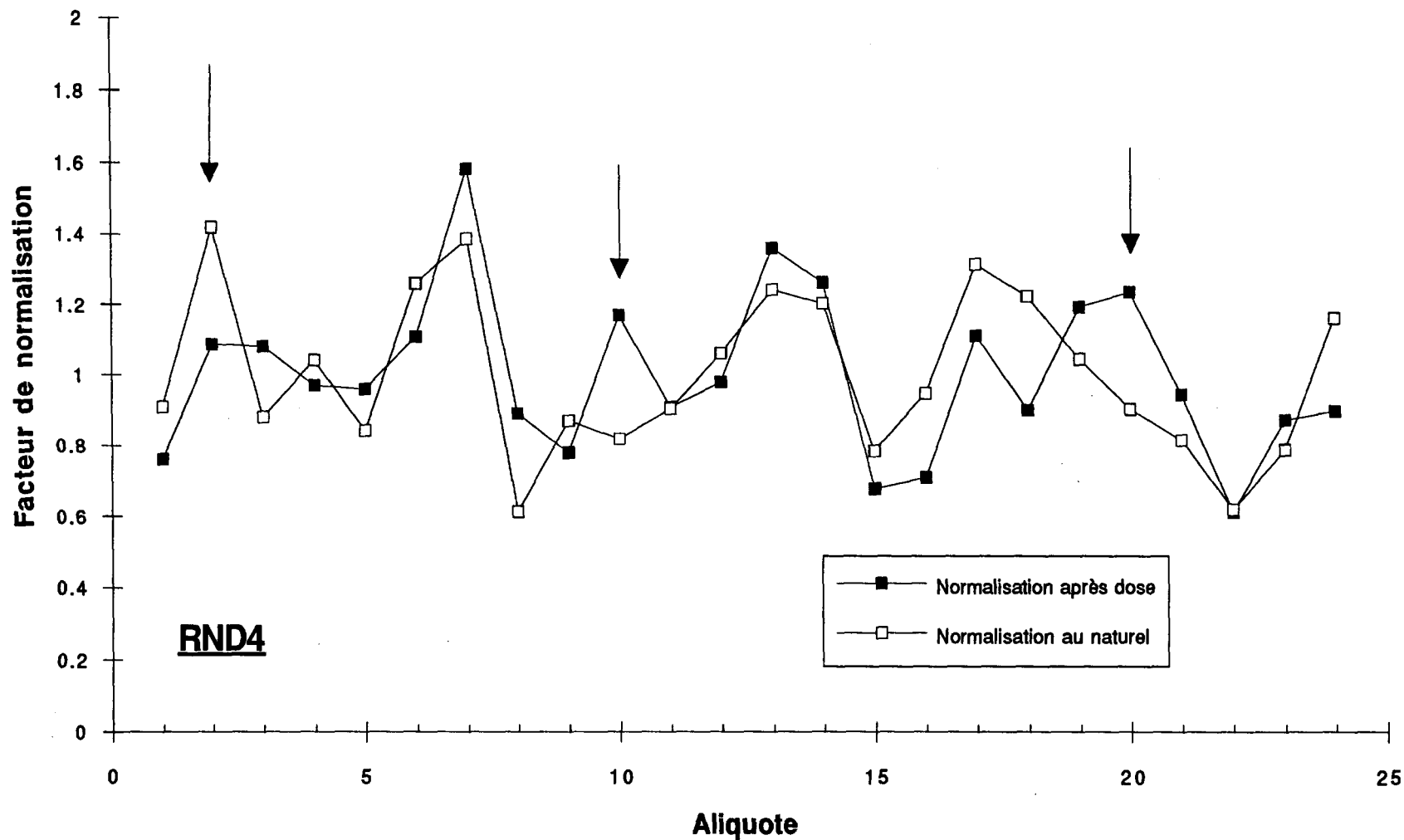


Figure 3.6: Représentation des deux facteurs de normalisation obtenus pour chaque aliquote de l'échantillon RND4. Les aliquotes dont les facteurs de normalisation divergent seraient ceux pour qui il y a eu des changements de sensibilité. Quelques exemples sont montrés par les flèches.

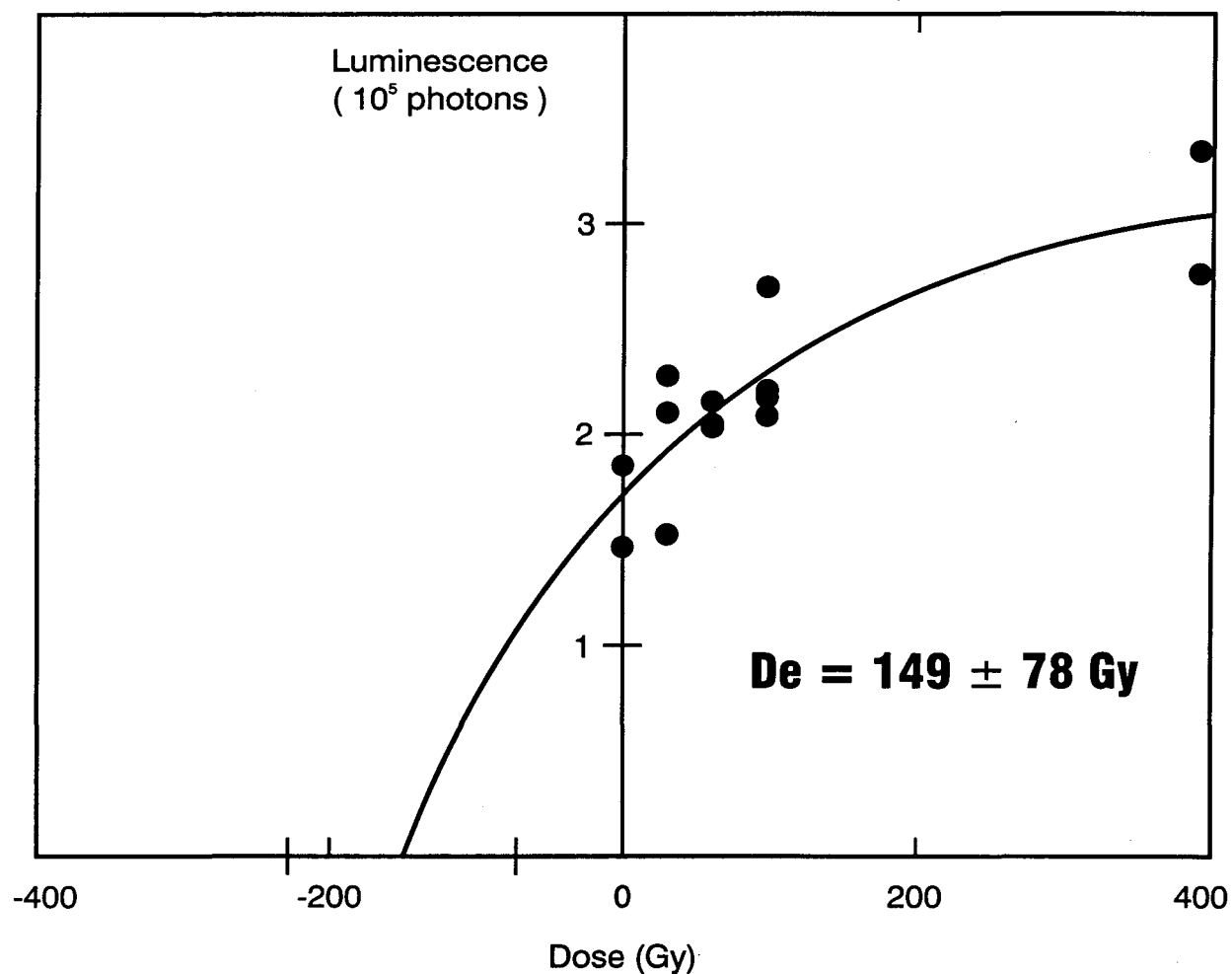


Figure 3.7: Courbe de croissance par la méthode des doses additives de feldspaths de l'échantillon RND4 illustrant les problèmes de sensibilité et la mauvaise reproductibilité. Normalisation au naturel. Les aliquotes montrant un changement de sensibilité (cf fig. 3.6) ont été éliminés.

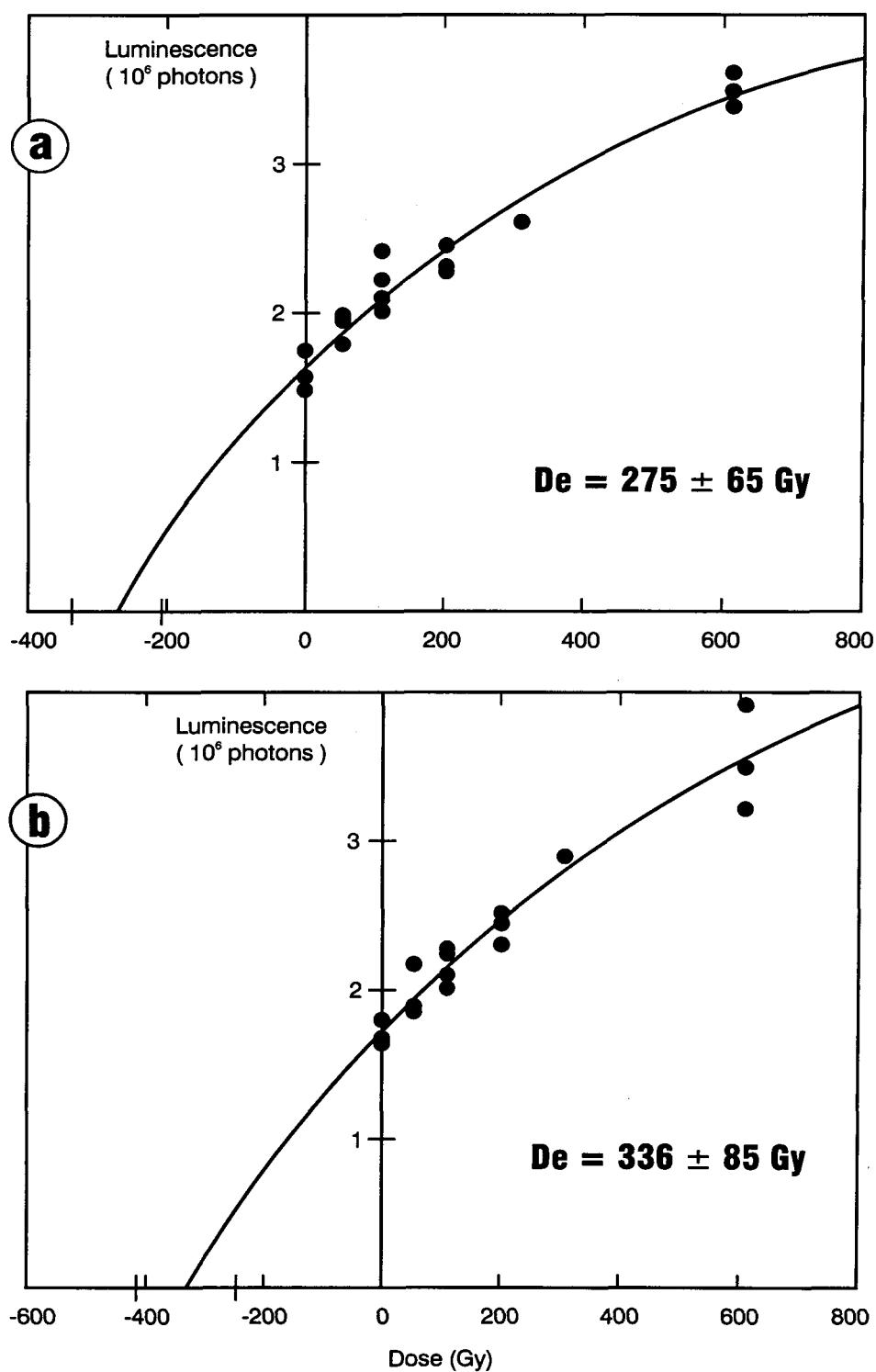


Figure 3.8: Courbes de croissance par la méthode des doses additives de feldspaths de l'échantillon RNB1. (a) Normalisation au naturel, (b) normalisation après dose.

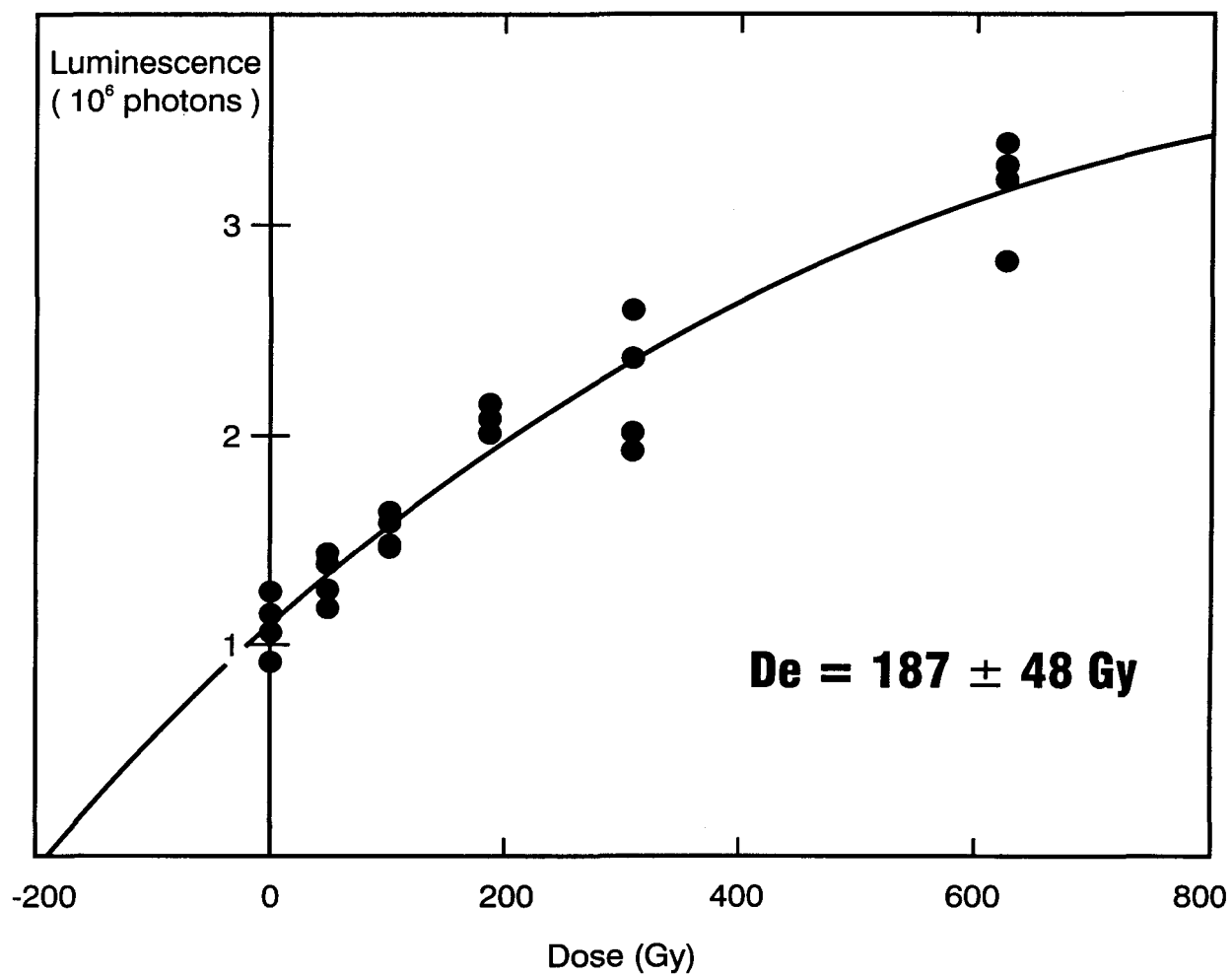


Figure 3.9: Courbe de croissance par la méthode des doses additives de feldspaths de l'échantillon RNC3. Normalisation au naturel.

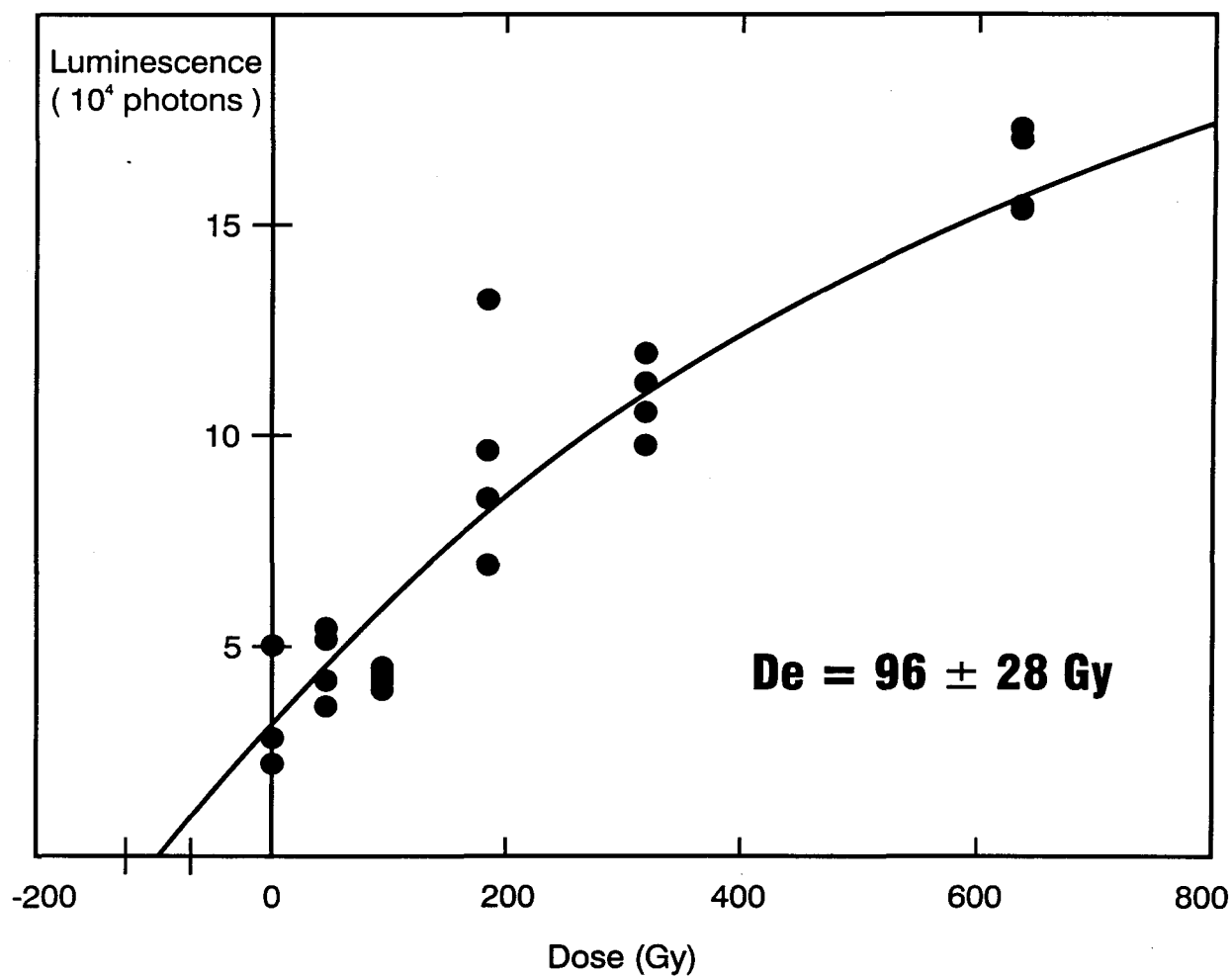


Figure 3.10: Courbe de croissance par la méthode des doses additives de feldspaths de l'échantillon LMA1. Normalisation après dose.

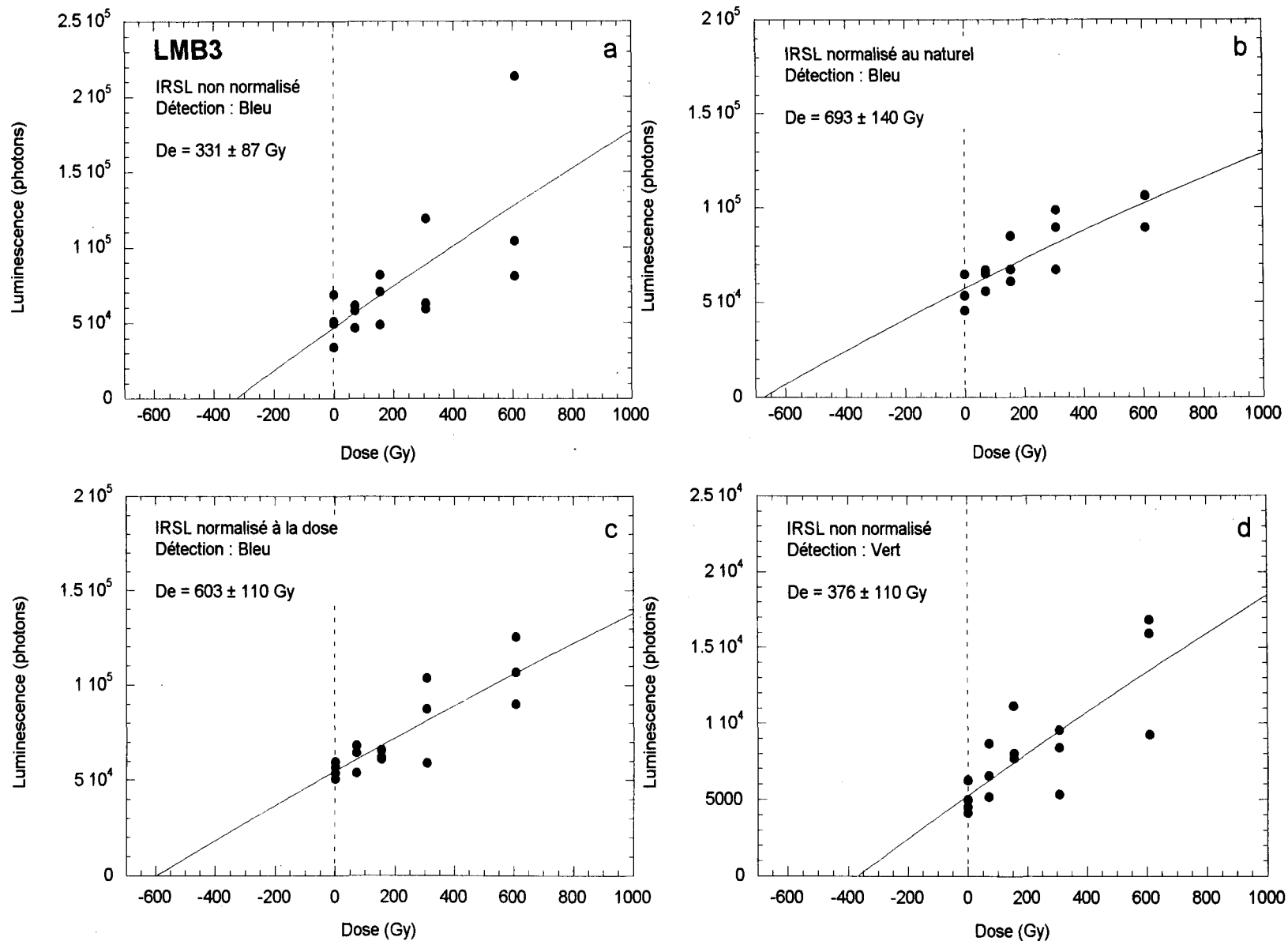


Figure 3.11: Méthode des doses additives appliquée à la fraction de densité supérieure à 2.58 g/cm^3 de l'échantillon LMB3. Stimulation infrarouge et détection dans le bleu (a, b, c; 325-470 nm) et dans le vert (d; 425-700 nm). Les doses équivalentes sont inscrites à titre indicatif seulement.

vert a aussi été testée en récupérant dans la zone des ultra-violets (Figure 3.12). En vain. Tous ces résultats sont inutilisables.

L'utilisation de la méthode SAAD mise au point par Duller (1991; 1992) (*Single Aliquot Additive Method*) n'a pas résolu le problème de mauvaise reproductibilité et de changement de sensibilité. Par contre, la méthode de la SAR décrite ci-dessus qui s'applique à une aliquote unique dont on régénère successivement des doses (L_D) tout en corrigeant les changements de sensibilité grâce à une dose test (L_{Dt}) a abouti à des résultats satisfaisants sur ces feldspaths. La courbe de croissance d'une aliquote de chaque échantillon auquel cette méthode a été appliquée est représentée à la figure 3.13 pour la Rosa Negra et à la figure 3.14 pour la coupe Mala. Les marges d'erreur représentées ne correspondent qu'à l'erreur sur la construction de la courbe (*fit*). Les rapports des valeurs L_D/L_{Dt} recyclage/ L_D/L_{Dt} initial confirment la reproductibilité des résultats et la validité des corrections par les doses test. Ces rapports varient dans l'ensemble entre 0.95 et 1.06 (Figure 3.15).

Les moyennes des doses équivalentes des 16 aliquotes de chaque échantillon sont regroupées dans le tableau 3.2. Les marges d'erreur correspondent alors à l'écart-type des valeurs de doses équivalentes de toutes les aliquotes. Des histogrammes de fréquence représentent ces doses équivalentes pour les échantillons de la coupe de la Rosa Negra (Figure 3.16) et de la coupe Mala (Figure 3.17).

Bien que les résultats de doses équivalentes obtenus par la méthode des doses additives ne soient pas fiables, ils concordent généralement avec ceux obtenus par la méthode SAR.

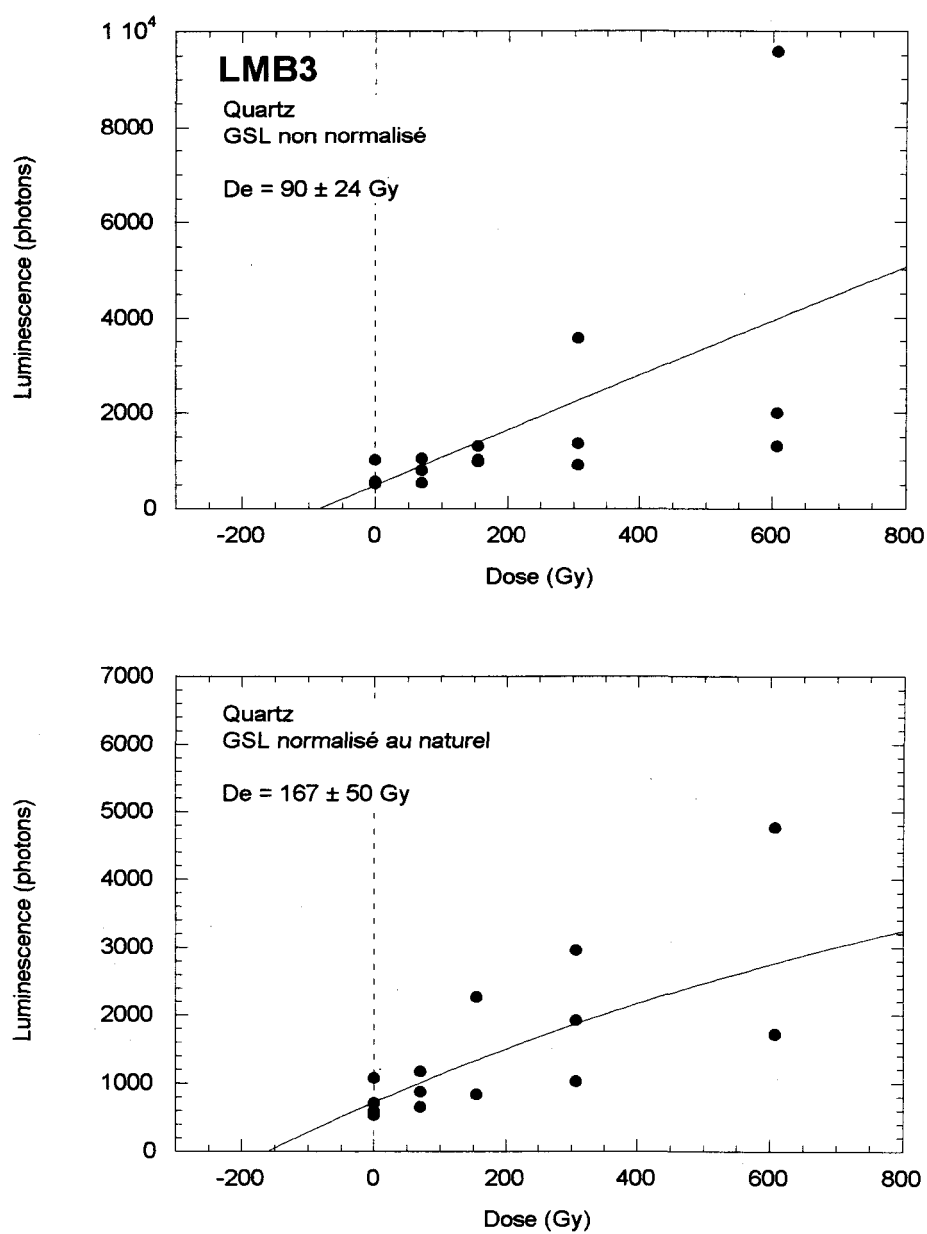


Figure 3.12: Méthode des doses additives appliquée à la fraction de densité supérieure à 2.58 g/cm^3 de l'échantillon LMB3. Stimulation au xénon (GSL). Les doses équivalentes sont inscrites à titre indicatif seulement.

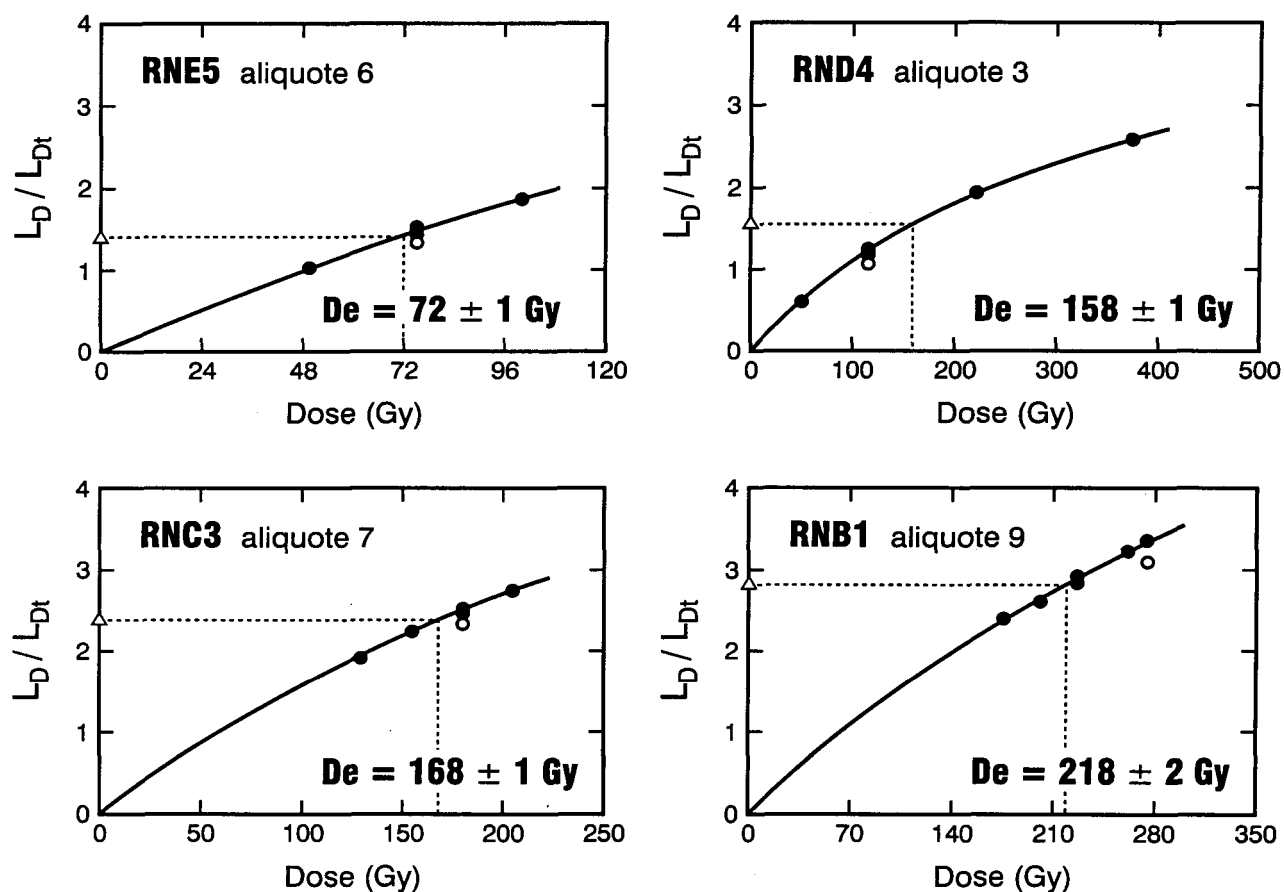


Figure 3.13: Exemples de courbes de croissance obtenues lors des SAR de feldspaths pour une aliquote de chaque échantillon de la coupe la Rosa Negra. Les valeurs moyennes des doses équivalentes de toutes les aliquotes ($n=16$) se retrouvent dans le tableau 3.2. Le rapport de la luminescence émise après une dose (L_D) sur la luminescence émise après la dose test de 30 Gy (L_{Dt}) du même cycle est représenté en fonction de la dose régénérée. Le triangle sur l'axe des ordonnées représente ce rapport pour la naturelle qui donne par interpolation la valeur de la dose équivalente (De). Chaque dose est régénérée une fois à l'exception d'une seule dose qui est recyclée 3 fois. Le deuxième recyclage mesuré après un délai de 1000 heures après l'irradiation est représenté par les cercles creux mais n'est pas considéré lors de la détermination de la dose équivalente.

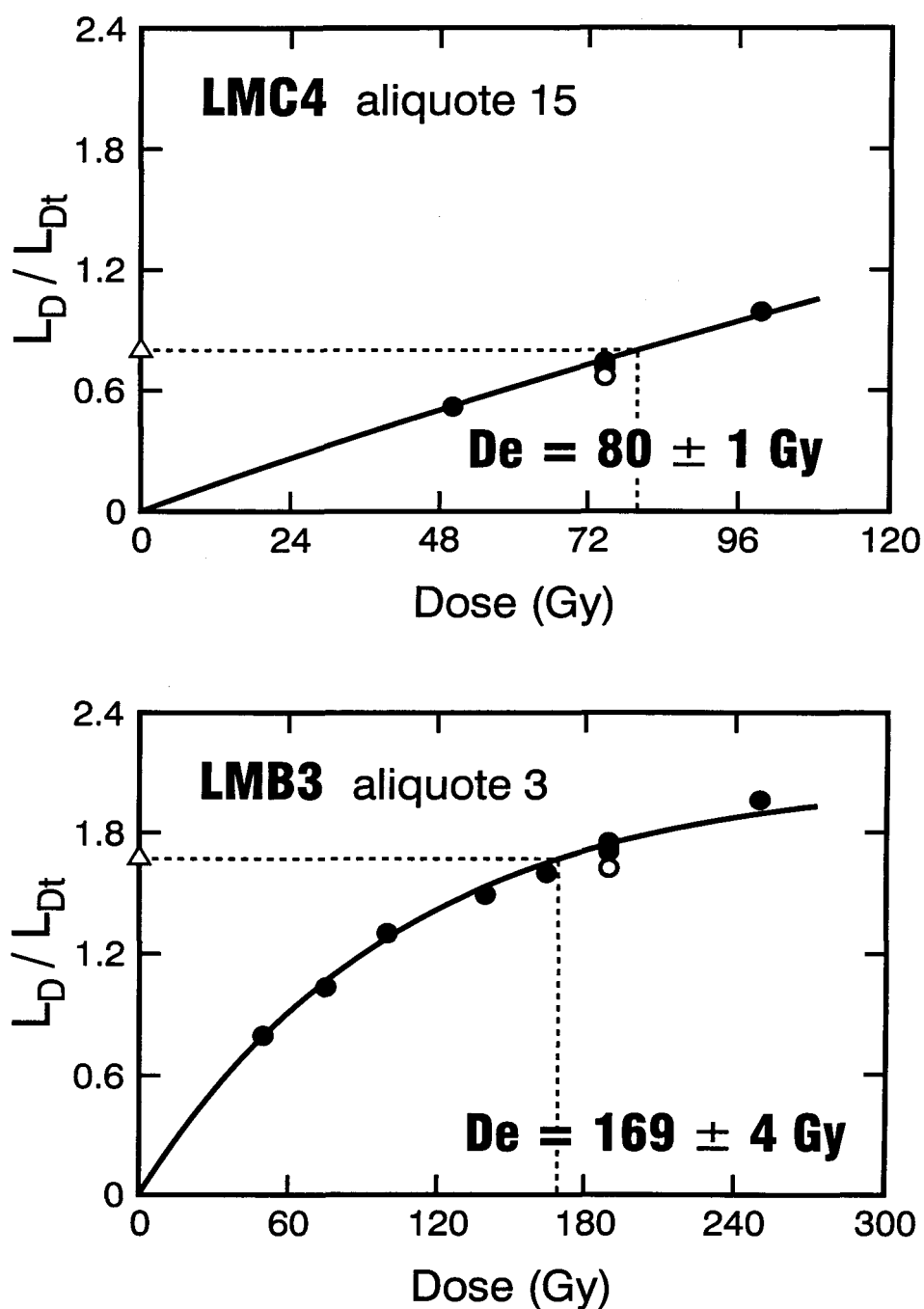


Figure 3.14: Exemples de courbes de croissance obtenues lors des SAR de feldspaths pour une aliquote des échantillons de la coupe Mala. Les valeurs moyennes des doses équivalentes de toutes les aliquotes (LMC4 $n=16$, LMB3 $n=14$) se retrouvent dans le tableau 3.2. Les cercles creux représentent un recyclage mesuré 1000 heures après l'irradiation et ne sont pas considérés lors de la détermination de la dose équivalente.

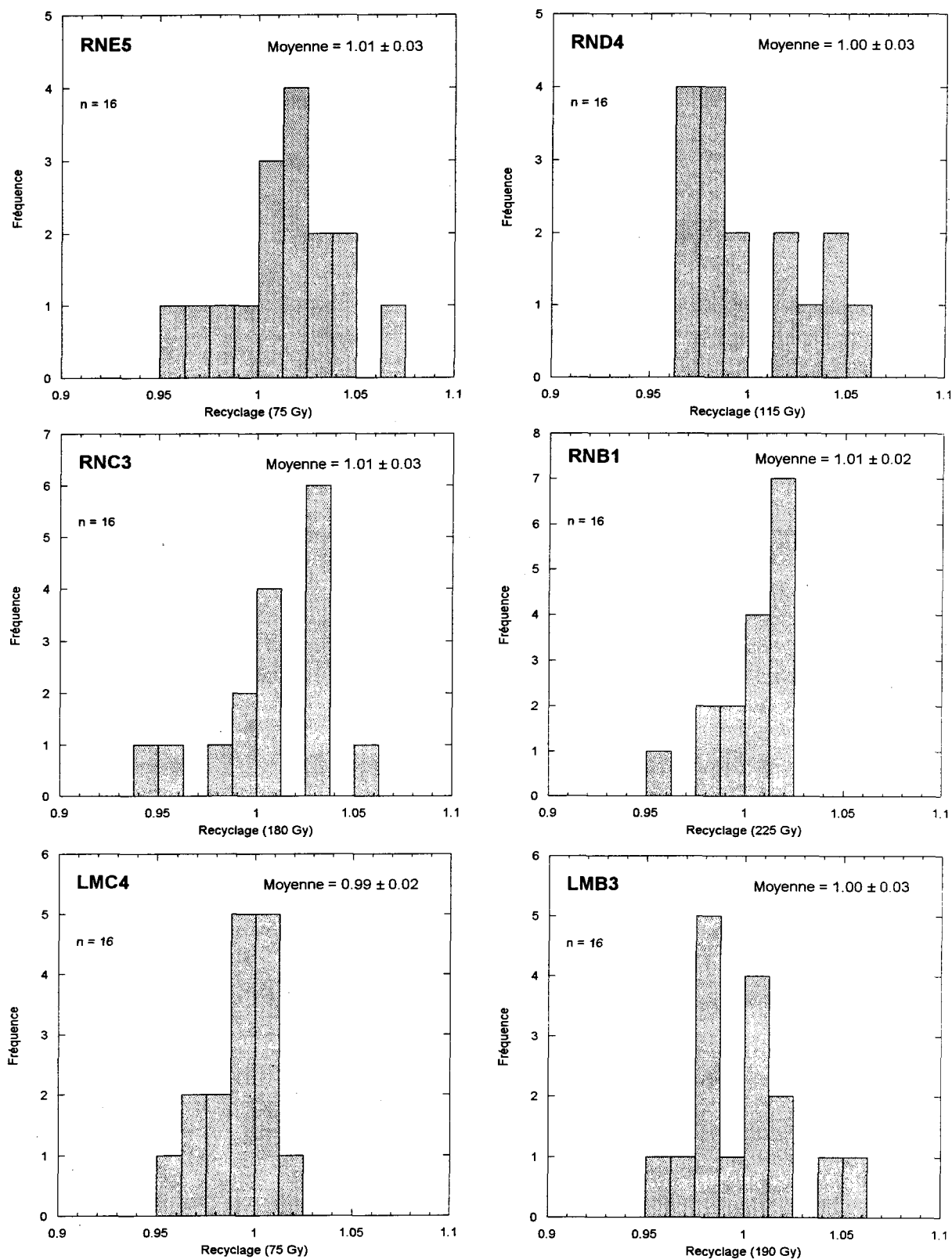


Figure 3.15: Histogrammes de fréquence représentant les rapports $(L_D/L_{Dt})_{\text{premier recyclage}}$ $(L_D/L_{Dt})_{\text{première lecture}}$ pour les différentes aliquotes des SAR des échantillons des coupes de la Rosa Negra et Mala.

Tableau 3.2 : Synthèse des âges mesurés par la méthode SAR sur les échantillons de feldspath des Iles Canaries et âges corrigés pour le *fading*

Echantillon	Doses annuelles (Gy/ka)	Paléodoses (Gy)	Âges mesurés (ka)	Taux de <i>fading</i> par décade(%)	Âges corrigés (ka)
RNE5	0.68 ± 0.04	74 ± 12	110 ± 19	2.93 ± 0.11	147 ± 25
RND4	1.06 ± 0.06	159 ± 17	150 ± 18	2.44 ± 0.06	191 ± 23
RNC3	1.08 ± 0.05	166 ± 13	154 ± 14	2.56 ± 0.04	198 ± 18
RNB1	1.12 ± 0.05	219 ± 21	196 ± 21	2.57 ± 0.02	253 ± 27
LMC4	0.87 ± 0.06	82 ± 4	95 ± 8	3.15 ± 0.04	130 ± 11
LMB3	1.07 ± 0.08	170 ± 48	159 ± 46	1.9 ± 0.05	191 ± 55

Note:

- La marge d'erreur sur les doses annuelles correspond à la racine carrée de la somme des carrés des erreurs absolues des différentes composantes de la dose annuelle.
- La marge d'erreur sur les paléodoses est l'écart type des 16 aliquotes (14 pour LMB3)
- La marge d'erreur sur les âges est la racine carrée de la somme des carrés des erreurs relatives
- Les marges d'erreur des âges correspondent à 1 σ . Ces âges représentent un subéchantillon de l'unité, d'un volume de plusieurs litres, présumé être fortement représentatif.
- Pour les âges corrigés, la marge d'erreur correspond au même pourcentage d'erreur que celui des âges mesurés.

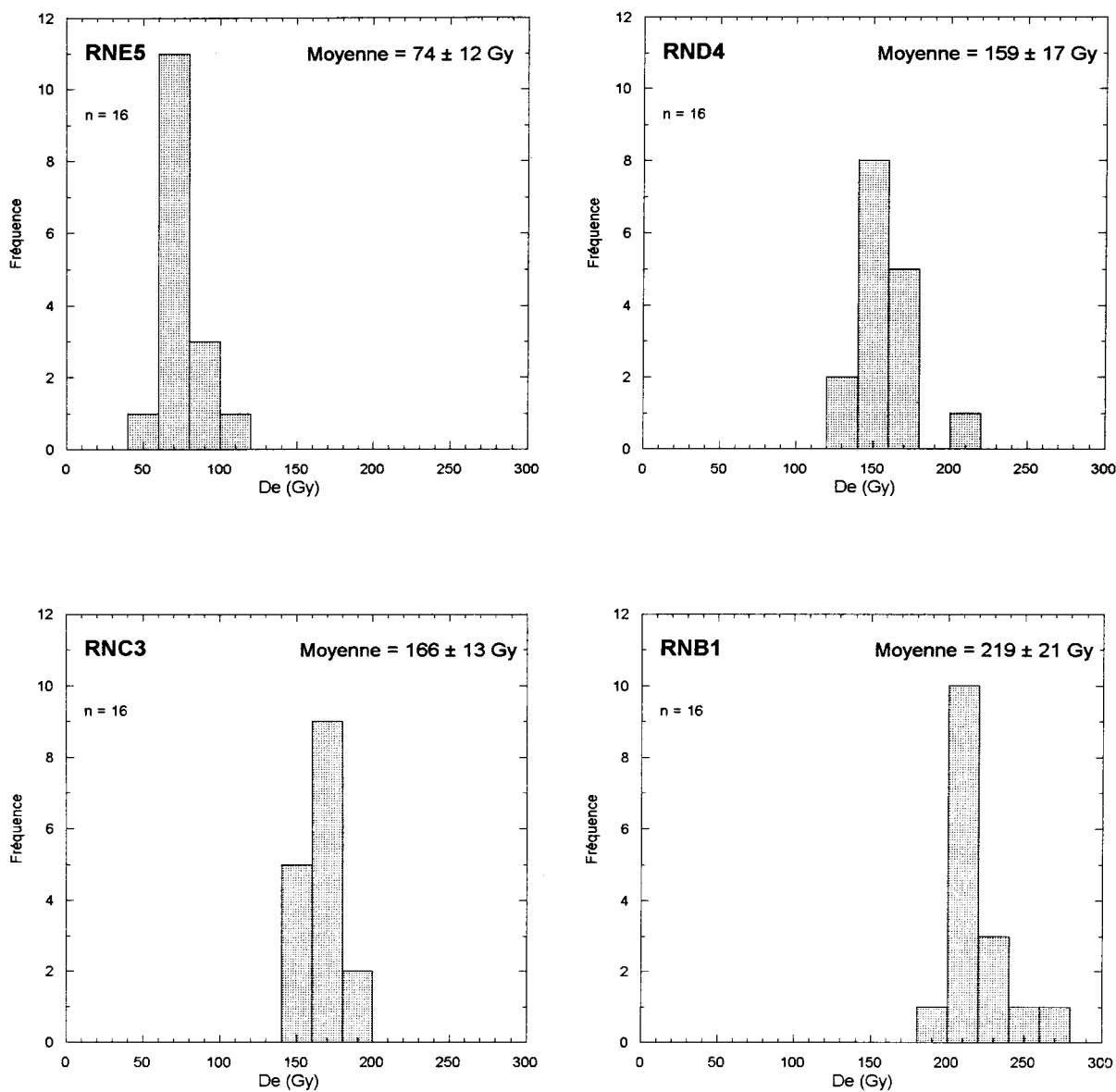


Figure 3.16: Histogrammes de fréquence représentant les doses équivalentes obtenues sur les SAR des différentes aliquotes des échantillons de la coupe la Rosa Negra.

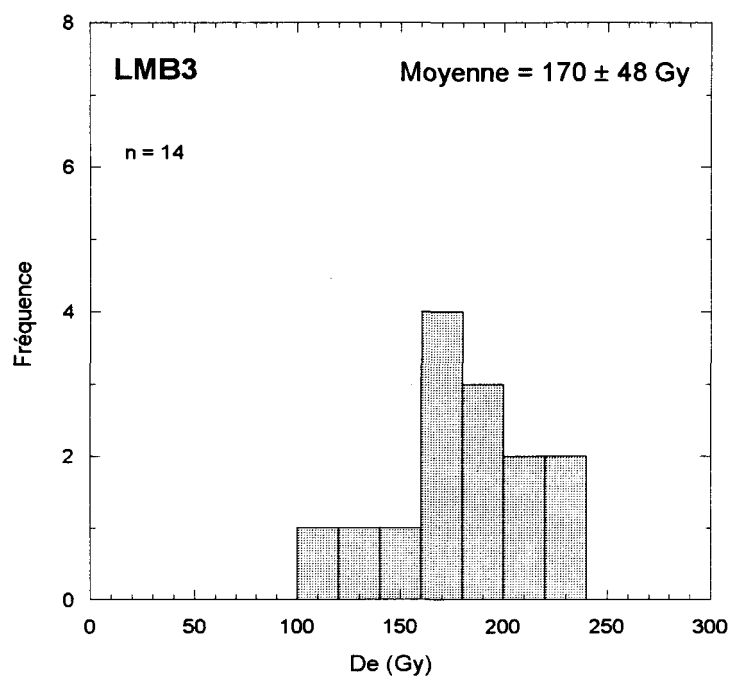
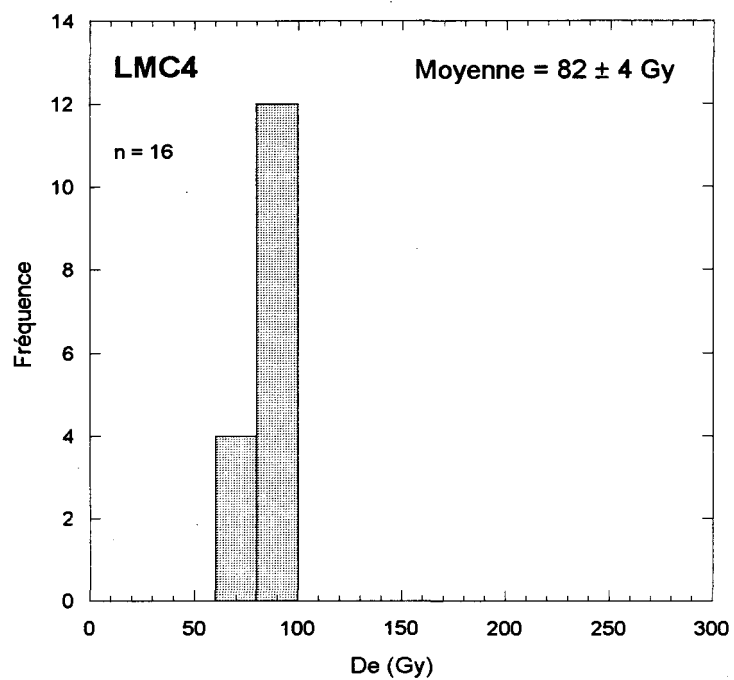


Figure 3.17: Histogrammes de fréquence représentant les doses équivalentes obtenues sur les SAR des différentes aliquotes des échantillons de la coupe Mala.

Pour chaque échantillon des lectures en délai 1000 h après la fin de l'irradiation, ont été effectuées afin de mesurer le taux de *fading*. La lecture prompte a eu lieu 1 h après l'irradiation. La moyenne du taux de fading par décade des aliquotes pour chacun des échantillons a permis l'utilisation de la méthode de correction de l'âge pour le fading (Huntley et Lamothe, 2001). Cette dernière ne s'applique normalement qu'aux courbes linéaires. Les échantillons RND4 et LMB3 ont des courbes de croissance exponentielles donc il faudrait rester critiques envers la correction qui pourrait livrer des âges légèrement sous-estimés. Cependant, les valeurs corrigées obtenues pour ces deux échantillons sont identiques en partant de valeurs mesurées différentes. Les âges mesurés et les âges corrigés se retrouvent dans le tableau 3.2. Les âges corrigés sont aussi placés en vis à vis des coupes (Figures 3.18 et 3.19).

Quartz

L'espoir de pouvoir dater ces sédiments en appuyant les résultats obtenus sur les feldspaths par des dates sur des quartz s'est vite éteint en raison d'une très mauvaise reproductibilité souvent due à une saturation du minéral malgré les très faibles doses annuelles. Pour plusieurs échantillons la fraction de densité comprise entre 2.58 et 2.7 g/cm³ qui devrait comprendre les quartz n'en contient pas. Les analyses au MEB indiquent plutôt qu'il s'agirait de feldspaths 'lourds'. Ceci était le cas de l'échantillon LMB3. Une silice amorphe a été trouvée dans la fraction de densité inférieure à 2.53 g/cm³. Elle est

Coupe LA ROSA NEGRA

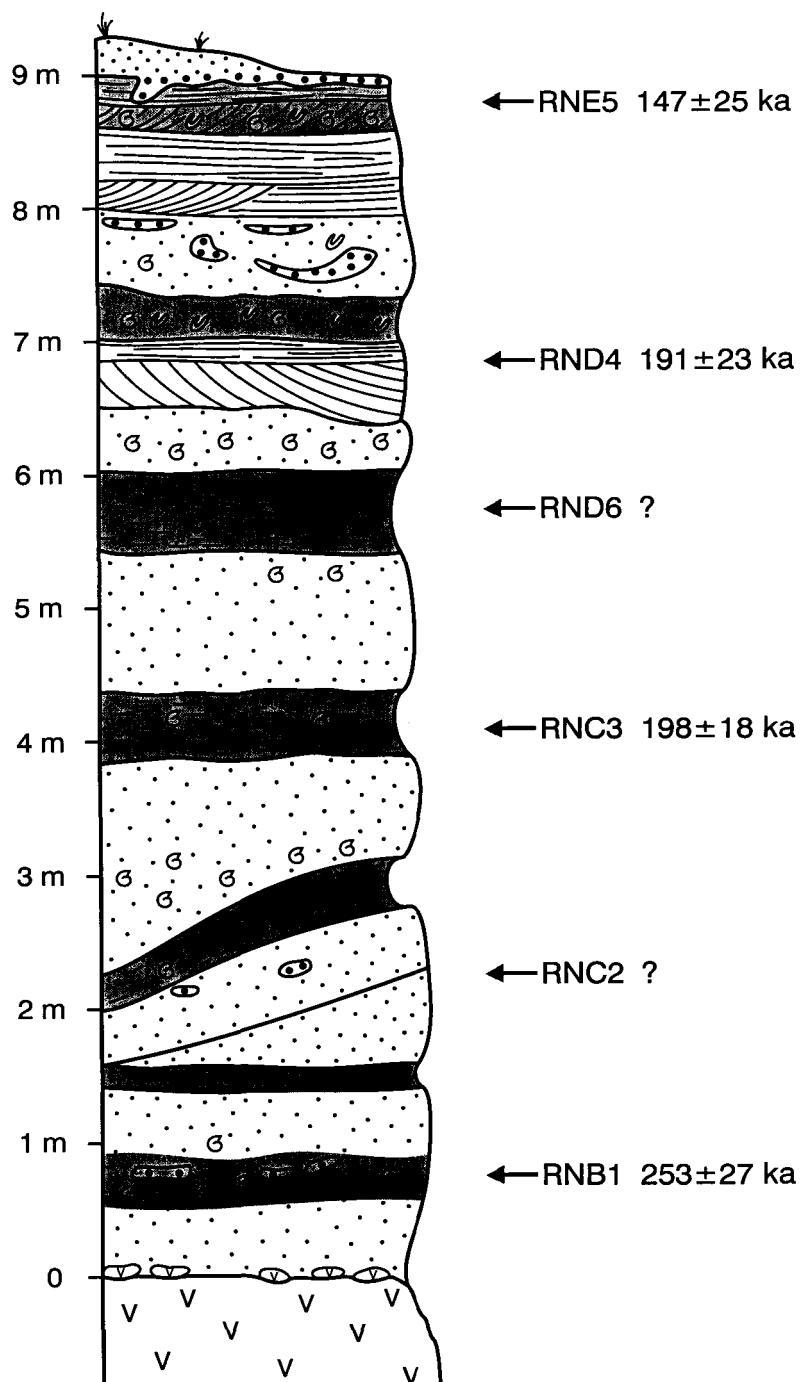


Figure 3.18: Coupe La Rosa Negra et âges OSL correspondants.

Coupe MALA

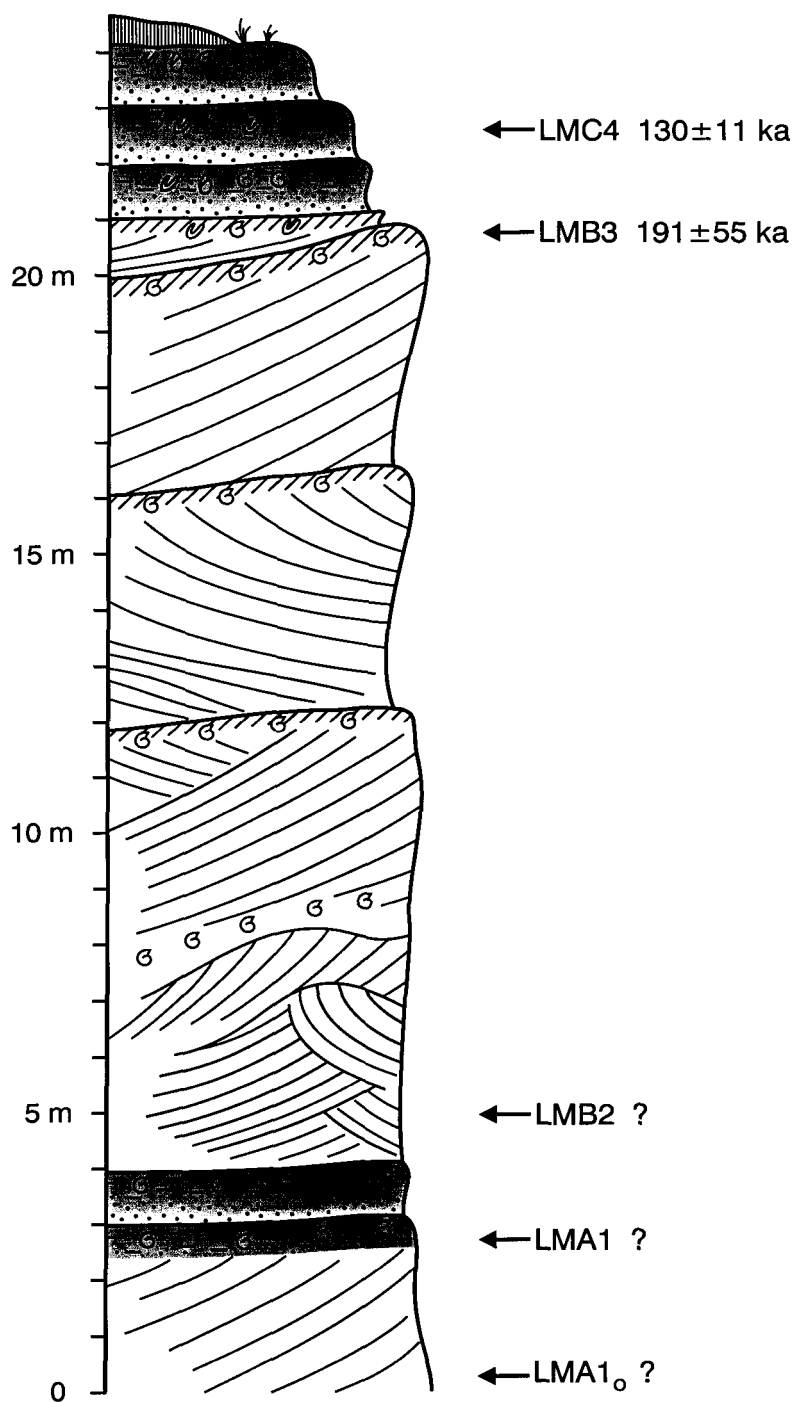


Figure 3.19: Coupe Mala et âges OSL correspondants.

difficilement utilisable et s'effrite facilement. Aucun résultat interprétable n'a pu être obtenu.

3.5. Conclusion

De nombreuses tentatives de détermination d'âge par les méthodes classiques de luminescence ont été vaines. Les fortes concentrations de carbonates aboutissant à des quantités infinitésimales de minéraux datables et les comportements particuliers de ces derniers en étaient la cause. Il est possible que l'explication soit d'ordre géologique. En effet, outre la source carbonatée biodétritique de la côte, la nature volcanique à dominance basaltique des roches mères présentes dans ces îles fournit des sédiments dont les minéraux ont eu une cristallisation rapide et relativement récente. Les pièges à électrons au sein des minéraux auraient une structure plus aléatoire que si la cristallisation avait été lente ce qui pourrait expliquer la mauvaise reproductibilité. Les basaltes ne sont d'ailleurs pas une bonne source de quartz ni de feldspaths potassiques. Les très longues attaques à l'acide chlorhydrique auraient peut être altéré, vu leur durée, une bonne proportion des minéraux datables. Ce serait une explication à la présence de cette silice amorphe peu dense et friable. Les résultats de multiples aliquotes les plus reproductibles proviendraient de fractions de minéraux probablement dont une partie est d'origine saharienne. La mauvaise reproductibilité et les changements de sensibilité restent cependant considérables.

La méthode SAR contrôlant les changements de sensibilité a permis d'avoir plusieurs âges fiables sur monoaliquotes (Figures 3.18 et 3.19). Les âges corrigés se regroupant en trois

catégories autour de 253, 190 et 130 ka sont donc émis avec confiance. Les autres échantillons de ces coupes qui n'ont pas abouti à des âges publiables demandent peut-être l'exploration d'autres avenues entre autres des SAR sur des centaines d'aliquotes afin d'éliminer celles qui n'émettent pas et de trouver une tendance statistique aux doses équivalentes.

CHAPITRE 4

LES PHASES HUMIDES ENREGISTRÉES DEPUIS 250 000 ANS DANS DES SÉQUENCES CONTINENTALES DU SAHARA OCCIDENTAL ET DES ÎLES CANARIES ORIENTALES

4.1. Introduction

Afin de mieux comprendre les variations climatiques actuelles, l'étude des variations paléoclimatiques quaternaires a suscité l'intérêt de nombreux chercheurs dans le monde. La majorité des études relèvent du domaine océanique, les carottes marines fournissant des enregistrements relativement continus parfois sur plusieurs cycles climatiques. De plus, la stratigraphie isotopique permet de placer les phénomènes paléoclimatiques dans un cadre chronologique. En milieu continental, la continuité des enregistrements paléoclimatiques est plus rare. On la retrouve parfois dans des séquences lacustres ou éoliennes (loess de Chine e.g Yan et Petit Maire, 1994). Dans les hautes latitudes, beaucoup d'informations sur les avancées et reculs des glaciers ont été préservées. Il existe bien sûr des limites liées aux méthodes de datation, mais en général le cadre chronostratigraphique des périodes glaciaires et interglaciaires est bien établi. Aux plus basses latitudes, comme en zone subtropicale, les enregistrements paléoclimatiques ainsi que les datations qui leur sont associées sont plus dispersés.

Au Sahara, les dépôts continentaux sont discontinus dans le temps et dans l'espace. Il est dangereux d'établir un cadre chronostratigraphique des alternances des phases arides et humides à partir d'études spécifiques car il existe des phénomènes régionaux dus à des variations latitudinales ou altitudinales ou encore à l'influence côtière. Les indications des périodes humides viennent pour la plupart de paléolacs mais aussi de faunes, pollen etc...Elles sont souvent isolées. Les enregistrements des paléolacs anté-holocènes sont rares à cause de l'érosion saharienne qui a effacé l'essentiel de leurs traces. Les données disponibles sont essentiellement localisées au Sahara Oriental, Central ou Méridional. Quelques récapitulations montrent la répartition des études (Petit-Maire, 1992; Yan et Petit-Maire, 1994 ; Swezey, 2001). Au Sahara Nord-Occidental ou littoral atlantique, à part l'étude du littoral (Ortlieb, 1975; Petit-Maire, 1979; Delibrias *et al.*, 1976), les reconstitutions paléoclimatiques continentales sont fragmentaires. Pourtant, l'influence des reliefs de l'Atlas au Nord, des courants côtiers (Courant des Canaries) ainsi que des *upwelling* en font une zone climatique sensible. Aux Îles Canaries, les intérêts sont similaires à ceux du Sahara Occidental et de nombreuses études ont été consacrées aux dépôts littoraux mais aussi continentaux fortement représentés par des paléosols. Les résultats de ces études sont synthétisés dans Meco *et al.* (1997).

Dans tout le Sahara, les phases humides enregistrées de façon isolée dans les paléolacs sont en grande majorité datées au ^{14}C et la limite de cette méthode en restreint les résultats. Il en est de même aux Iles Canaries Orientales pour les paléosols épars. Depuis peu, des dizaines de dates par les déséquilibres uranium-thorium ont permis d'aller plus loin (e.g. Gaven *et al.*, 1981). Ces dates U-Th, rares avant 150 000 ans, augmentent en

nombre jusqu'aux limites du ^{14}C . Beaucoup de dates ^{14}C entre 40 et 25 000 ans sont alors contestées. Des datations par luminescence des arides du Quaternaire récent ont été effectuées sur une séquence composite de dépôts éoliens du Sud tunisien (Swezey *et al.*, 1999) ainsi que sur un dépôt éolien isolé au Sahara Oriental (Vance Haynes, 2001). La base de la coupe composite a un âge TL estimé supérieur à 86 ka et a été placée juste en dessous d'une unité datée à 12.2 ± 1.2 ka. Les méthodes de luminescence ont l'avantage de pouvoir s'appliquer à des minéraux ubiquistes extraits de sables dépourvus de matière organique jusqu'alors nécessaire à toute datation ^{14}C ou U/Th. En effet, la datation par les déséquilibres U/Th du sédiment lui même est difficile à effectuer dans ce type d'environnement à cause de l'ouverture du système radioactif et des risques d'infiltrations (Ghaleb *et al.*, 1990 ; Hillaire-Marcel *et al.*, 1990). Malgré, l'évolution récente de la méthode de datation par luminescence, aucun travail n'a été effectué sur des séquences non composites d'échantillons anté-holocènes.

Dans cette étude, l'établissement du cadre géochronologique de trois séquences apparemment continues et apparemment anciennes est entrepris en utilisant la méthode de datation par luminescence optique ou OSL (Huntley *et al.*, 1985), et les résultats sont évalués dans le contexte paléoclimatique régional.

4.2. Contexte géologique et climatique

Les coupes étudiées se situent dans la partie nord-occidentale du Sahara, dans le Bassin côtier de Tarfaya ($27-28^\circ\text{N}$; $12-13^\circ\text{O}$) ainsi que dans les Iles Canaries Orientales de Fuerteventura et Lanzarote (Figure 4.1). Ces îles situées à environ 100 km à l'Ouest de la

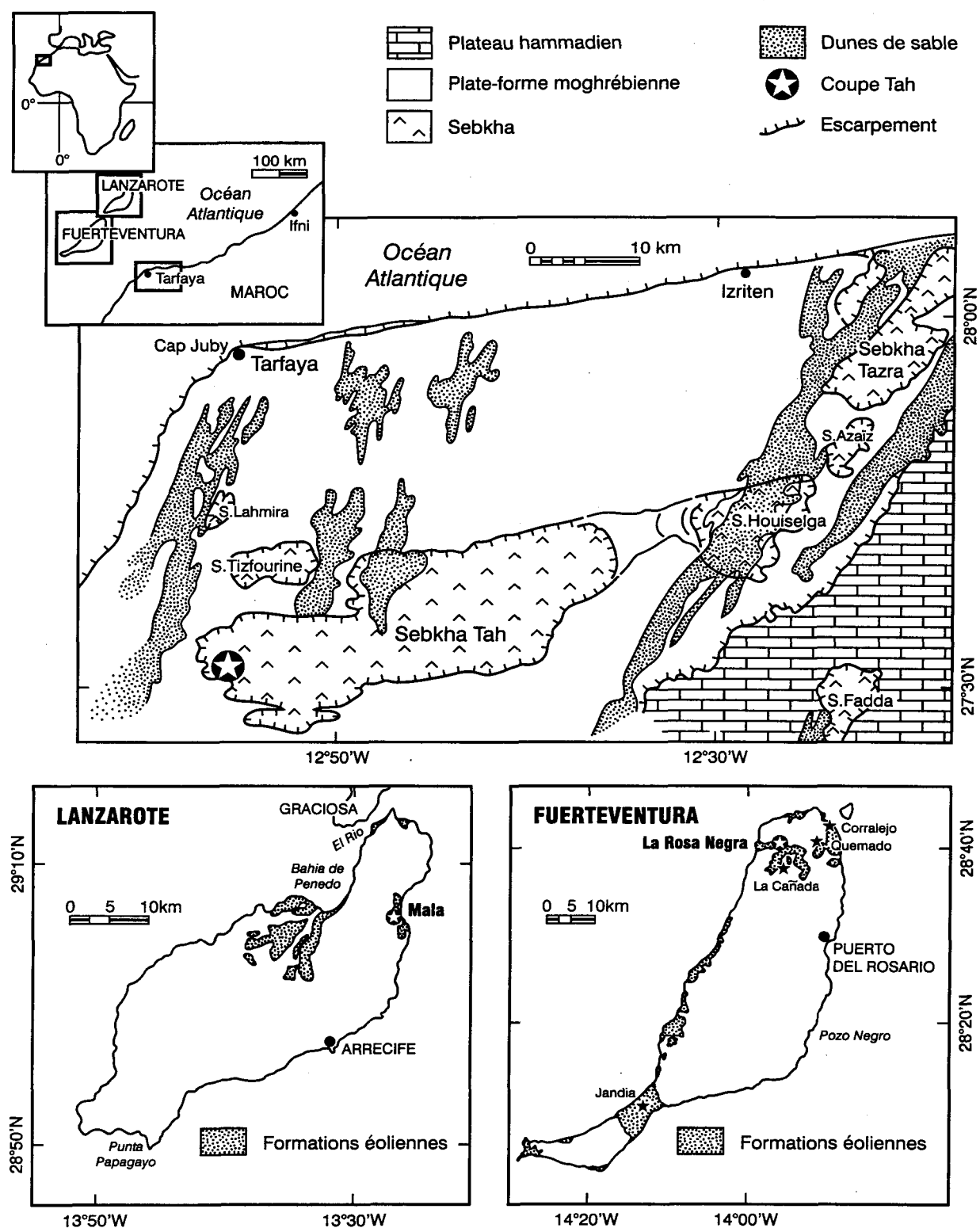


Figure 4.1: Localisation des coupes étudiées (Tah au Maroc, Mala à Lanzarote et la Rosa Negra à Fuerteventura, Iles Canaries orientales).

côte marocaine constituent la région la plus occidentale du domaine climatique saharien duquel elles sont séparées par des eaux atlantiques influencées par les *upwelling* et le Courant froid des Canaries.

A cette latitude se trouve la limite entre les zones phytoclimatiques saharienne et méditerranéenne (White, 1983) dont tout déplacement serait susceptible d'être enregistré dans les sédiments. Tous ces facteurs en font une zone clef pour l'étude des changements globaux.

Le paysage de la région désertique de Tarfaya est tabulaire et correspond à un substratum marneux crétacé et tortonien se finissant par une plateforme carbonatée grésocalcaire marine plio-pléistocène appelée "Dalle Moghrébienne" essentiellement dénudée par la déflation éolienne. Ce substratum est creusé par de larges dépressions à fond plat et à bordures abruptes appelées « sebkhas » qui auraient été temporellement inondées en lac. Le fond de ces sebkhas se situe souvent à des altitudes négatives par rapport au niveau de la mer. La présence de sites archéologiques suggère l'existence de phases à climat plus clément. Les dépôts continentaux quaternaires de cette zone sont essentiellement des cordons dunaires modernes conformes à la direction des alizés (NNE-SSO). Certains de ces cordons plongent dans les sebkhas qui servent ainsi de pièges à sédiments. Sur la bordure ouest de la Sebkha Tah, des sables éoliens plus ou moins consolidés dans lesquels s'intercalent des paléosols peu développés ont été observés (Nicole Petit-Maire, communication personnelle). A cause des ruissellements de surface et de la forte déflation éolienne seuls quelques lambeaux subsistent. Cependant, cinq unités superposées sont

préservées au sommet desquelles un restant d'une sixième jonche le sol. C'est ce qui constitue ce que l'on a appelé la Coupe Tah (épaisseur = 5m). Sur le substratum repose une unité sableuse à stratifications entrecroisées. Ces sables identifiés comme étant de plage (cf. chapitre 2) correspondraient à une phase humide pendant laquelle la sebkha Tah aurait été inondée formant temporairement un lac. Sur ces sables, quatre cycles de sables éoliens surmontés par des paléosols sont observés. Bien que ces derniers soient peu développés, ils sont légèrement rougeâtres et la présence de coquilles de gastéropodes continentaux et de racines calcifiées témoigne de conditions relativement plus humides qui auraient permis le développement d'un biota. Ces cycles d'aggradation et d'immobilisation de sables pourraient correspondre à une cyclicité climatique de périodes arides et de périodes relativement plus humides. Des coquilles et des concrétions calcaires concentrées dans un limon rougeâtre au sommet de la coupe semblent être un vestige d'un autre paléosol plus récent dont les gastéropodes sont datés au radiocarbone à 12.5-13.5 ka BP (Petit-Maire, 1987).

Afin de dater ces événements par la méthode de luminescence optique (OSL), deux échantillons ont été pris au niveau de l'unité basale de plage lacustre de la coupe Tah: un à la base contre le substratum (TH3₀) et le second à sa partie sommitale (TH3). Ensuite, les parties sommitales des quatre cycles sus-jacents ont également été échantillonnées (de la base vers le sommet : TH4, TH8, TH5 et TH6). Le paléosol en surface daté à 12.5-13.5 ka au radiocarbone n'a pu être échantillonné en raison de sa faible épaisseur et de sa porosité et par conséquent du risque d'exposition à la lumière des grains qui le composent ce qui fausserait l'âge OSL. Tous ces échantillons correspondent aux phases relativement plus

humides puisque la fossilisation des sables devrait résulter de l'immobilisation de séquences dunaires par la pédogénèse. Les échantillons de la plage lacustre correspondraient cependant à la phase humide la plus prononcée.

Les Îles Canaries Orientales, Fuerteventura et Lanzarote, ont un substratum constitué en majorité de roches volcaniques d'âge tertiaire. Le Quaternaire est représenté par des dépôts côtiers (Stade 5e et Holocène), des formations éoliennes ainsi que des coulées basaltiques qui recouvrent par endroits des épandages éoliens. La plupart des dépôts dunaires sont isolés mais on peut les trouver localement superposés. Deux coupes mises à découvert dans des sablières, la Rosa Negra (9m) à Fuerteventura et Mala (24m) à Lanzarote, ont été considérées dans cette étude.

Il s'agit de puissantes éolianites dans lesquelles s'intercalent des paléosols rougeâtres peu développés mais dont la biodiversité de certains niveaux suggère une humidité relativement plus élevée (Meco *et al.*, 1997). Ces séquences témoignent d'une alternance de périodes apparemment arides et de périodes plus humides (cf. chapitre 3) dont l'étude sédimentologique et minéralogique (Damnati *et al.*, 1996 ; Damnati, 1997) confirme les constatations basées sur les couleurs et le contenu paléontologique (Meco *et al.*, 1997). Des âges ^{14}C non significatifs ont été obtenus sur les coquilles (Meco *et al.*, 1997). En effet, à part un âge de 28 ka, tous les âges sont supérieurs à 30 ka .

A l'exception des échantillons RNC2, LMA1₀ et LMB2 qui sont pris dans des unités à caractéristiques de période aride, tous les autres échantillons (RNB1, RNC3, RND6, RND4, RNE5 pour la Rosa Negra et LMA1, LMC3 et LMC4 pour Mala) reflètent des phases plus humides qui seraient sensiblement plus prononcées pour les 2 échantillons sommitaux des

deux coupes. Ces échantillons ont été l'objet d'investigations en OSL et des résultats significatifs ont été obtenus pour 6 des 11 échantillons.

4.3. Méthodologie et résultats OSL

La méthode de datation utilisée est la méthode de luminescence optique mise au point par Huntley *et al.* (1985). Différentes techniques d'obtention des âges OSL ont été utilisées afin d'obtenir des résultats significatifs puisqu'aucun contrôle externe n'existe. Les méthodes de doses additives (Aitken, 1974), de régénération combinée à l'additive (*Australian Slide Method* - Prescott *et al.*, 1993) et de la SAR (*Single Aliquot regeneration* - Murray et Wintle, 2000; Wallinga *et al.*, 2001; sensiblement modifiée) ont été utilisées à la fois pour les quartz et les feldspaths de la coupe Tah. Bien que tous les âges soient concordants pour Tah, seuls les plus fiables sont présentés dans ce chapitre (Tableau 4.1). Le choix est basé sur les résultats les plus reproductibles et les résultats intègrent une correction pour le *fading* (Wintle, 1973) selon la méthode établie par Huntley et Lamothe (2001) (cf. chapitre 2). Pour les Îles Canaries, la méthode SAR est celle qui sied le mieux aux minéraux feldspathiques présents, ceux-ci montrant des changements de sensibilité marqués (cf. chapitre 3). Cependant, tous les niveaux échantillonnés n'ont pu être datés en raison de difficultés techniques (manque de minéraux ou très mauvaise reproductibilité) en particulier pour les quartz. Tous les âges mesurés et corrigés pour les feldspaths fiables sont regroupés dans le Tableau 4.1. Des âges mesurés sur des quartz de la coupe Tah y sont également représentés.

Tableau 4.1 : Tableau récapitulatif des âges OSL mesurés et corrigés pour le *fading* des coupes de Tah (Maroc), La Rosa Negra et Mala (Iles Canaries).

Échantillon	Doses annuelles (Gy/ka)	Paléodoses (Gy)	Âges mesurés* (ka)	Âges corrigés (ka)
TH6	1.53 ± 0.07 (1.13 ± 0.07)	36 ± 2 ^a (35 ± 4) ^a	23.5 ± 1.7	30.4 ± 2.2 (31.1 ± 4.0)
TH5	1.75 ± 0.09	51 ± 1 ^b	29.4 ± 1.7	34.5 ± 2.9
TH8	1.74 ± 0.09 (1.31 ± 0.07)	69 ± 4 ^a (76 ± 9) ^c	40 ± 3	50 ± 4 (58 ± 8)
TH4	2.20 ± 0.10 (1.75 ± 0.10)	89 ± 4 ^a (90 ± 19) ^c	41 ± 3	49 ± 4 (51 ± 11)
TH3	2.09 ± 0.11	165 ± 12 ^a	79 ± 7	105 ± 9
TH3 ₀	2.00 ± 0.10	178 ± 5 ^b	89 ± 9	109 ± 11
RNE5	0.68 ± 0.04	74 ± 12 ^a	110 ± 19	147 ± 25
RND4	1.06 ± 0.06	159 ± 17 ^a	150 ± 18	191 ± 23
RNC3	1.08 ± 0.05	166 ± 13 ^a	154 ± 14	198 ± 18
RNB1	1.12 ± 0.05	219 ± 21 ^a	196 ± 21	253 ± 27
LMC4	0.87 ± 0.06	82 ± 4 ^a	95 ± 8	130 ± 11
LMB3	1.07 ± 0.08	170 ± 48 ^a	159 ± 46	191 ± 55

Notes :

* : Uniquement pour les feldspaths, âges obtenus avant la correction pour le *fading*

Paléodoses mesurées selon les méthodes : a) SAR, b) *Australian slide method* et c) additive

Les valeurs entre parenthèses correspondent aux mesures sur les quartz, les autres concernent les feldspaths

La marge d'erreur sur les doses annuelles correspond à la racine carrée de la somme des carrés des erreurs absolues des différentes composantes de la dose annuelle.

La marge d'erreur sur les paléodoses est l'écart type des 16 aliquotes (14 pour LMB3)

La marge d'erreur sur les âges est la racine carrée de la somme des carrés des erreurs relatives

Les marges d'erreur des âges correspondent à 1 σ . Ces âges représentent un subéchantillon de l'unité, d'un volume de plusieurs litres, présumé être fortement représentatif.

Pour les âges corrigés pour le *fading*, la marge d'erreur correspond au même pourcentage d'erreur que les âges mesurés.

Tous les âges OSL sur feldspaths ont été obtenus en tenant compte de la correction pour le fading. Cependant, cette méthode appliquée jusqu'ici à des courbes linéaires, peut engendrer des âges encore légèrement sous-estimés pour les échantillons dont la croissance OSL n'est pas linéaire. Rappelons toutefois que même sous-estimés, ces âges sont largement supérieurs aux âges non corrigés. La majorité des courbes de croissance mesurées étant sub-linéaires, ces résultats sont émis avec confiance étant donné les marges d'erreur. Les échantillons pour lesquels des quartz ont été datés confirment cette hypothèse.

4.4. Interprétation paléoclimatique

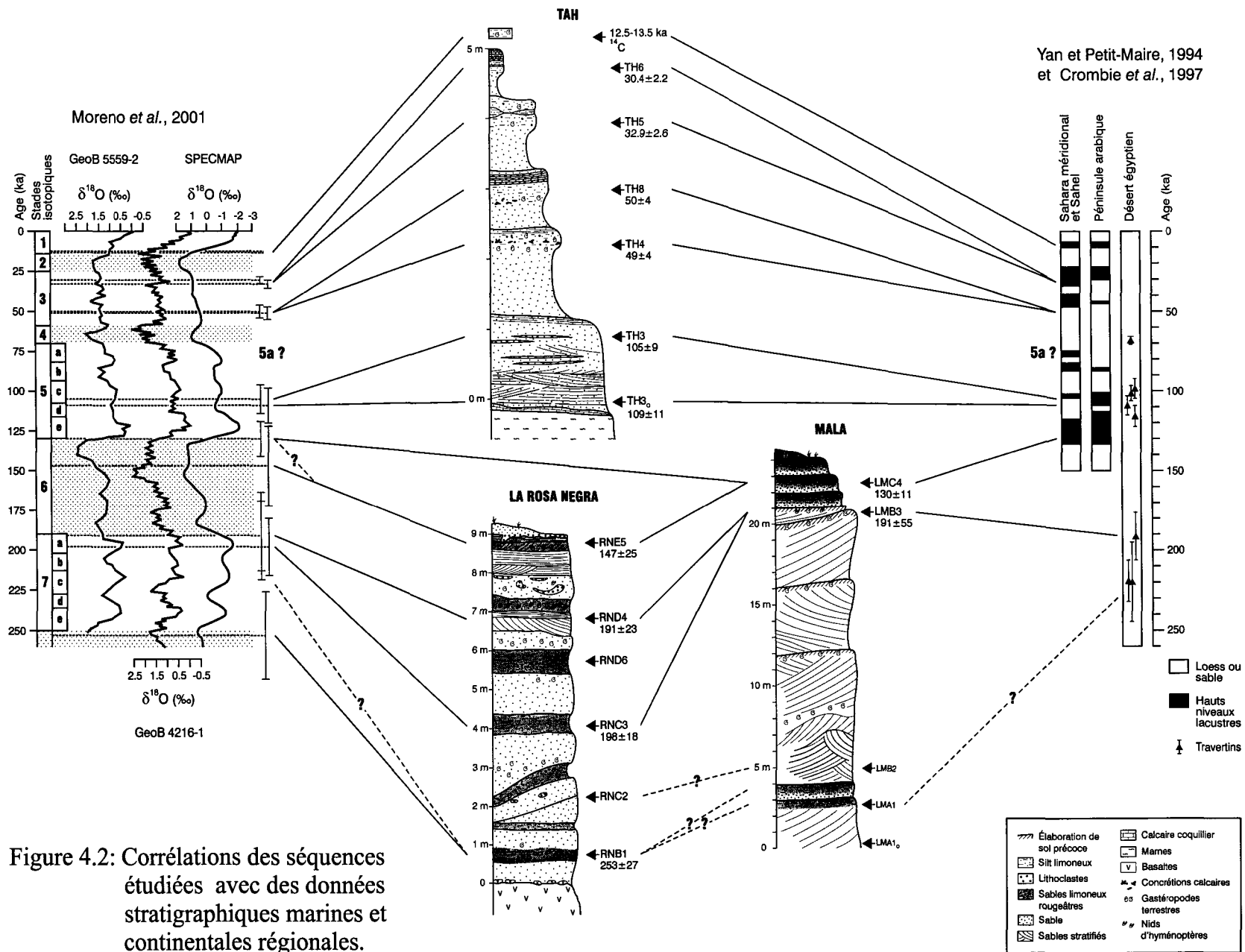
Les âges obtenus par luminescence correspondraient donc tous à des phases humides. Contrairement à la signature isotopique marine qui renseigne sur le degré de différenciation d'une période donnée, ces dépôts continentaux ne donnent pas de renseignements directs sur le début de l'épisode climatique et de sa fin, ni sur son intensité de manière quantifiable. La stabilisation d'un corps dunaire enregistré par un paléosol plus ou moins développé pourrait refléter une transition climatique de sec à humide. Dans la coupe Tah adjacente à une dépression, on distingue un épisode de plus haut niveau lacustre correspondant à une plage (TH3₀ et TH3). Les autres niveaux de paléosols reflètent des phases relativement humides mais certainement moindres, le niveau lacustre étant probablement plus bas peut-être même inexistant. Actuellement, le fond de la sebkha n'est pas inondé et du sel s'y accumule. Les coupes des Iles Canaries sont marquées par une différenciation relative sur

une base paléontologique ou minéralogique. Sur cette base, les niveaux sommitaux des deux coupes seraient les plus humides.

Les niveaux reflétant des conditions plus humides correspondraient à ce qui est souvent appelé dans cet environnement des « pluviaux ».

Il a été difficile pour le moment de dater les niveaux inférieurs de la coupe de Mala et deux des échantillons de la coupe de la Rosa Negra mais dans l'état actuel des choses, une séquence s'ébauche. Les coupes des Iles Canaries ont peut-être des sections basales contemporaines, plus d'investigations au niveau de Mala étant nécessaires pour le confirmer, mais les niveaux humides supérieurs se corrèlent parfaitement (Figure 4.2). Le niveau basal de la Rosa Negra est daté par OSL autour de 253 ka puis des phases humides suivent à 198, 191, 147 puis 130 ka (voir tableau 4.1 pour les marges d'erreur). Les phases humides supérieures peuvent ainsi être classées en deux groupes (deux par deux) étant donné les marges d'erreur mais elles pourraient aussi être le reflet de petites fluctuations climatiques modérées, comme le suggère leur distinction physique au niveau des coupes. Cette séquence est antérieure à celle de la Coupe Tah au Sahara, dont le niveau basal de haut niveau lacustre est daté par OSL autour de 105-110 ka. Il y est surmonté par des phases humides autour de 50, 35 et 30 ka. Comme pour les Iles Canaries, les 4 niveaux sommitaux se classent en deux groupes en considérant les marges d'erreur mais ils peuvent aussi correspondre à des petites fluctuations climatiques. Le niveau de paléosol rougeâtre en surface serait le dernier épisode humide enregistré à 12.5-13.5 ka BP (âge ^{14}C).

Dans les Iles Canaries Orientales, aucune datation fiable n'a été obtenue sur les dépôts continentaux du Pléistocène supérieur. Les seuls témoins de phases chaudes et



humides sont les littoraux à *Strombus Bubonius* datés du stade 5e (Meco *et al.*, 1997). Elles seraient contemporaines aux paléosols sommitaux des coupes de La Rosa Negra et Mala. Au Sahara, rares sont les enregistrements plus anciens que 150 ka et ils ne viennent que du Sahara égyptien. Des résultats d'analyses avec les séries d'uranium sur des travertins y révèlent trois groupes d'âges à 70-160 , 190-220 et >260 ka (Crombie *et al.*, 1997). Les phases humides plus récentes connues correspondent à des hauts niveaux lacustres isolés répartis dans tout le Sahara. La récapitulation de Yan et Petit-Maire (1994) permet de synthétiser les périodes couvertes par ces phases humides depuis 140 ka (Figure 4.2) et ce, au niveau de la péninsule arabique, du Sahara Méridional et du Sahel. Il y aurait eu un optimum climatique entre 125-130 ka, de nombreux paléolacs autour de 80-90 ka puis des phases humides vers 35, 25, ou 21 ka suivant les régions. Les plus récentes sont autour de 12-13 ka puis 6-8 ka. La période entre 70 et 40 ka est peu documentée et les dates existantes sont contestées. L'idée que le dernier humide date de 80-100 ka (Causse *et al.*, 1988) est aussi contestée notamment par les préhistoriens qui ne peuvent expliquer les civilisations du Sahara de cette période dans un climat complètement aride (Vernet, 1995). Il est possible que ce soit le dernier épisode humide le plus marqué mais d'autres viennent après. Ils s'agirait, dans un contexte semi-aride, de variations beaucoup trop faibles pour être inscrites dans le paysage. Pourtant, elles existent dans les enregistrements océaniques.

Dans le domaine marin, des carottes peuvent donner des renseignements quant à la flore (Lézine et Casanova, 1991) la faune ou l'apport détritique de la côte ouest africaine (Matthewson *et al.*, 1995). Deux carottes marines ont été étudiées dans le Bassin Canarien

Nord (Moreno *et al.*, 2001). Les enregistrements isotopiques de l'oxygène-18 y sont comparés avec la courbe SPECMAP (Martinson *et al.*, 1987).

Les phases humides enregistrées dans les trois coupes de cette étude s'échelonnent d'environ 250 000 à 30 000 ans et sont comparées aux données océaniques de Moreno *et al.* (2001) ainsi qu'à une colonne synthétique des climats depuis 140 ka (Yan et Petit-Maire, 1994) jumelée à des données sur travertins du Sahara égyptien s'échelonnant jusqu'à 250 ka (Figure 4.2).

Du côté océanique, ces phases humides correspondent aux transitions avec les stades isotopiques suivants :

- Stade 1 : Niveau de surface de Tah daté au ^{14}C *ca* 13 ka.
- Stade 3 : TH6-TH5 *ca* 30 ka et TH8-TH4 *ca* 50 ka
- Stade 5 : TH3-TH3₀ *ca* 110 ka (5c), LMC4 *ca* 130 ka (5e) et probablement RNE5 (147 ± 25 ka) qui serait l'équivalent de LMC4 si on considère sa forte marge d'erreur. L'optimum climatique du 5a n'est pas représenté dans nos coupes, une forte déflation éolienne au stade 4 pouvant en être la cause.
- Stade 7 : RND4-LMB3-RNC3 *ca* 190 ka (7a) et RNB1 *ca* 253 ka (7e). Peut-on dire que la différence entre RND4-LMB3 et RNC3 est en fait due à de sensibles variations à une petite échelle? Plusieurs paléosols seraient relativement du même âge mais il existe une superposition physique. Le dédoublement du pic 7a dans la carotte GEOB 4216-1 (Moreno *et al.*, 2001) en serait-il une autre évidence ? Cela expliquerait leur distinction dans la coupe! Le pic du stade 7c n'est pas fiable à nos coupes à ce stade de l'étude sauf si on considère qu'il est intégré dans l'unité basale de la coupe de la Rosa Negra,

l'échantillon RNB1 à grande marge d'erreur pouvant l'englober. La base de la coupe Mala n'est pas datée mais il est possible que le double paléosol au niveau de LMA1 corresponde aux stades 7e et 7c.

Du côté continental, la correspondance avec les humides au Sahara est tout aussi satisfaisante. Les niveaux les plus anciens des coupes des Iles Canaries sont corrélables aux niveaux à travertins du Sahara égyptien. Les humides sommitaux des coupes des Iles Canaries et tous ceux de la coupe Tah sont corrélables avec les paléolacs du restant du Sahara. Il manque cependant l'humide autour de 80 ka comme cela a été souligné pour le stade 5a dans les carottes marines. Les échantillons TH4 et TH8 datés par OSL à 50 ka sont sensiblement en décalage par rapport aux humides connus, souvent contestés d'ailleurs. Cependant, cela peut être compris dans la marge d'erreur. Ces épisodes humides après l'optimum de 80 ka sont probablement plus modérés, la quantification de l'intensité des phases humides étant difficile à établir.

4.5. Conclusion

Dans cette étude, pour la première fois, une séquence continentale non composite est datée de manière fiable et couvre les derniers 250 000 ans. La majorité des phases humides du Quaternaire y ont laissé une signature incluant peut-être même de très petites fluctuations (par exemple RNC3 vs RND4-LMB3). Dans les coupes étudiées, il ne manquerait en fait que l'équivalent du stade 5a autour de 80 ka probablement érodé pendant le stade 4. Les âges feldspaths ont été testés avec les âges quartz pour la coupe Tah et de plus, la validité des mesures et des corrections des âges est confirmée par ces corrélations

quasi-parfaites. Ce travail montre que ces enregistrements climatiques d'un domaine franchement continental et d'une région déjà océanique s'inscrivent parfaitement dans un cadre de changements climatiques globaux où les transitions sec à humide correspondent à des transitions identifiées dans le milieu océanique, soit aux limites des périodes interglaciaires et interstadias.

CONCLUSION GÉNÉRALE

Ce travail, effectué au départ dans un but de reconstitution paléoclimatique d'une région désertique continentale sous influence côtière (Courant des Canaries et *upwelling*), a pris au cours des années de recherche une tournure plus méthodologique en raison des difficultés propres à ce type d'échantillons très carbonatés, parfois très pauvres en minéraux datables par les méthodes de luminescence optique (OSL). Différentes variantes de l'OSL ont été appliquées aux feldspaths et aux quartz (quand ceux-ci étaient présents), extraits de séquences continentales résultant de processus d'aggradation et d'immobilisation éolienne au Sahara Occidental et aux Iles Canaries Orientales. La confrontation de plusieurs types de mesures et de détermination d'âges était nécessaire dans ce secteur sans contrôle chronologique. Outre l'utilisation de plusieurs méthodes intrinsèques à l'OSL dans un même site, ce travail présente une des premières applications de la correction de *fading* déterminée par Huntley et Lamothe (2001) et elle donne des résultats très satisfaisants et sensés. C'est également une des premières applications paléoclimatiques de la SAR dans des environnements quaternaires volcaniques et de plateforme carbonatée où les changements de sensibilité sont un frein aux méthodes des aliquotes multiples. De plus, une variante introduite dans ce travail, qui a trait au lessivage complet des aliquotes entre deux cycles de la mesure SAR, donne des âges qui ne sont pas sous-estimés tel qu'il en est

généralement le cas d'après les élaborateurs de cette méthode (Murray et Wintle, 2000; Wallinga *et al.*, 2000). Les résultats obtenus par les différentes sous-méthodes sont concordants et émis en toute confiance.

Ces résultats ont permis de dater raisonnablement les différentes phases humides enregistrées au Sahara Occidental au sens strict et dans son prolongement que constituent les Îles Canaries Orientales (Fuerteventura et Lanzarote). Contrairement aux autres données continentales qui sont souvent dispersées, difficilement corrélables et rares avant 140 ka, ces humides sont regroupés dans des coupes couvrant les 250 derniers milliers d'années. Tous les humides connus dans le reste du Sahara et au Sahel, à l'exception de celui autour de 80 ka, se retrouvent dans cette séquence composée de la juxtaposition des coupes des Îles Canaries (la Rosa Negra et Mala apparemment contemporaines) et de la coupe Tah au Sahara. Cette séquence représente une succession d'événements discrets qui se corrélaient aux enregistrements isotopiques marins de deux carottes du Bassin des Canaries sur les derniers 250 ka (Moreno *et al.*, 2001) que ces auteurs ont eux mêmes comparés à la courbe de référence SPECMAP (Martinson *et al.*, 1987). D'autres carottes marines étudiées pour leur contenu en pollen mais dans de plus faibles latitudes leur sont corrélables (Lézine et Casanova, 1991). Là aussi, seul l'équivalent du stade isotopique 5a est manquant et il aurait été érodé pendant l'aride suivant (stade 4). Le synchronisme des changements climatiques environnementaux identifiés dans les régions étudiées, avec la stratigraphie isotopique établie dans le Bassin des Canaries, confirme que les changements climatiques régionaux répondent à des changements plus globaux.

Ce travail pourrait être complété dans le futur en essayant de dater les niveaux manquants des coupes des Iles Canaries en appliquant la méthode SAR sur des centaines d'aliquotes jusqu'à ce que on arrive à un nombre statistiquement représentatif d'aliquotes émettrices de luminescence. Des études de populations permettraient probablement d'émettre l'âge le plus probable de chaque échantillon manquant. Une autre campagne d'échantillonnage pourrait affiner encore plus l'étude de ces séquences à conditions de prendre de très grosses quantités de matériel pour qu'une fois les attaques des carbonates finies, il reste assez de minéraux feldspathiques. Le mode d'attaque pourrait également être modifié pour altérer au minimum les minéraux. D'autres coupes pourraient être étudiées comme par exemple la coupe La Cañada Melian à Fuerteventura qui semble contenir beaucoup de détails (Meco *et al.*, 1997). Des âges U/Th préliminaires suggèrent qu'elle est au moins aussi ancienne que la Rosa Negra et Mala.

Une ébauche d'étude de la luminescence de l'olivine a été entreprise dans cette étude (annexe 3). Les résultats sont peu concluants à ce stade-ci mais il serait intéressant de faire plus d'investigations. Vu les comportements erratiques déjà observés, la méthode SAR pourrait être «La Méthode» utilisable pour faire des datations avec l'olivine. Si cela aboutit, on obtiendrait une nouvelle méthode de datation pour les basaltes à olivine de volcanisme récent voir même pour les croûtes océaniques récentes.

L'approche utilisée dans ce travail est prometteuse pour résoudre les inconnues quant à la stratigraphie de cette région du monde. En effet, les différents étages bioclimatiques du domaine continental suivent une subdivision basée essentiellement sur le faciès. En faisant diverses études de ce genre, il serait possible de dater les étages du Soltanien, Tensiftien

etc..., une ébauche de ce travail ayant déjà été entreprise dans le Gharb sur des vallées continentales (Bouab, 1992; Temmam, 1994).

RÉFÉRENCES

- Adamiec, G. et Aitken, M. J. 1998. Dose-rate conversion factors: update. *Ancient TL*, **16** : 37-50.
- Aitken, M. J. 1974. *Physics and archeology*. Deuxième édition. Clarendon Press, Oxford, 291 p.
- Aitken, M. J. 1985. *Thermoluminescence dating*. Academic Press, London, 359 p.
- Aitken, M. J. 1992. Optical dating. *Quaternary Science Reviews*, **11**: 127-131.
- Aitken, M. J. 1994. Optical dating: a non-specialist review. *Quaternary Geochronology (Quaternary Science Reviews)*, **13** : 503-508.
- Aitken, M. J. 1998. *An introduction to optical dating*. Oxford University Press, Oxford, U.K., 267p.
- Aitken, M. J. et Smith, B. W. 1988. Optical dating: recuperation after bleaching. *Quaternary Science Reviews*, **7**: 387-393.
- Aitken, M. J. et Xie J. 1992. Optical dating using infra red diodes: young samples. *Quaternary Science Reviews*, **11**: 147-152.
- Bailiff, I. K. et Poolton, N. R. J. 1991. Studies in charge transfert mechanisms in feldspars. *Nuclear Tracks and Radiation Measurements*, **18**: 111-118.
- Ballouche, A. 1987. Premières analyses palynologiques du Plio-Pléistocène du Sahara atlantique (Maroc méridional). *Trav. et Doc. de Géogr. Trop.*, Talence, **59**, p.20.
- Ballouche, A., Petit-Maire, N. et Riser, J. 1995. Paléogéographie et morphologie quaternaire. In: *Le bassin de Tarfaya (Maroc atlantique, 28° Nord)*. Paléoenvironnements, paléanthropologie, préhistoire. Riser J. Ed.. Paris, L'Harmattan, pp.137-144.
- Bell, W. T. 1980. Alpha dose attenuation in quartz grains for thermoluminescence dating. *Ancient TL*, **12**: 4-8.
- Berger, G. W. 1995. Progress in luminescence dating methods for Quaternary sediments. In *Dating methods for quaternary deposits*, Geological Association of Canada, GEO text no 2, (ed. N.W. Rutter and N. Catto), p. 81-104.
- Berger, G.W. et Huntley, D.J. 1989. Test data for exponential fit. *Ancient TL*, **7**:43-46.

- Berger, G.W., Lockhart, R.A. et Kuo, J. 1987. Regression and error analysis applied to the dose-response curves in thermoluminescence dating. *Nuclear Tracks Radiation Measurements*, **13**:177-184.
- Bouab, N. 1992. Les terrasses quaternaires de la vallée de l'oued Beht (bassin du Gharb, Maroc). Étude géomorphologique et sédimentologique. Datation par thermoluminescence. Mémoire de maîtrise non publié, Université du Québec à Montréal, 114p.
- Bouab, N. et Lamothe, M. 1993. Optical dating of eolian sediments from the Western Sahara and Eastern Canary Islands: a 1993 progress report. UNESCO-IUGS-EPGC-CLIP report 1993, pp.16-17.
- Bouab, N. et Lamothe, M. 1995. Preliminary luminescence dating of quaternary eolianites and palaeosols in the Southern Morocco and the Eastern Canary Islands. UNESCO-IUGS-EPGC-CLIP Scientific Results 1995, p.19.
- Bouab, N. et Lamothe, M. 1996. Some luminescence dating results for the Quaternary sequences of Western Sahara and Canary Islands. 5th annual CLIP meeting, Unesco-IUGS-EPSC, Punta Cardón, Venezuela. Program and Abstracts, p. 5.
- Bouab, N. et Lamothe, M. 1997. Geochronological framework for the Quaternary paleoclimatic record of the Rosa Negra section. (Fuerteventura-Canary Islands, Spain). *In* Climate of the Past: proceedings of the CLIP meeting held June 2-7, 1995, Lanzarote and Fuerteventura (Canary Islands, Spain). *Edited by* J. Meco and N. Petit-Maire, Las Palmas: Universidad de Las Palmas de Gran Canaria, pp.37-42.
- Causse, C., Conrad, G., Fontes, J. C, Gasse, F., Gibert, E. et Kassir, A. 1988. Le dernier "Humide" pleistocène du Sahara nord-occidental daterait de 80-100 000 ans. *Comptes Rendus de l'Académie des Sciences*, **306**: 1459-1464.
- Chamley, H. 1971. Recherche sur la sédimentation argileuse en Méditerranée. *Sci.Géol.* Strasbourg, France. Mém. 35.
- Chamley, H., Coudé-Gaussen, G., Debrabant, P. et Rognon, P. 1987. Contribution autochtone et allochtone à la sédimentation quaternaire de l'île de Fuerteventura (Canaries): altération ou apports éoliens? *Bulletin de la Société géologique de France*, **8**: 939-952.
- Choubert, G., Faure-Muret, A. et Hottinger, L. 1966. Aperçu géologique du Bassin côtier de Tarfaya. *Notes et Mémoires du Service Géologique du Maroc*, **175**: 7-106.

- Coello, J. J. , Castillo, C. et González, E. M. 1999. Stratigraphy, chronology, and paleoenvironmental reconstruction of the Quaternary sedimentary infilling of a volcanic tube in Fuerteventura, Canary Islands. *Quaternary Research*, **52**: 360-368.
- Crombie, M. K. , Arvidson, R. E. , Sturchio, N. C. , Alf, Z. El et Zeid, K. abu 1997. Age and isotopic constraints on Pleistocene pluvial episodes in the Western Desert, Egypt. *Palaeogeography, Palaeoclimatology, Palaeoecology*, **130**: 337-355.
- Damnati, B. 1997. Mineralogical and sedimentological characterization of Quaternary eolian formations and paleosols in Fuerteventura and Lanzarote (Canary Islands, Spain). *In* *Climate of the Past: proceedings of the CLIP meeting held June 2-7, 1995, Lanzarote and Fuerteventura (Canary Islands, Spain). Edited by J. Meco and N. Petit-Maire*, Las Palmas: Universidad de Las Palmas de Gran Canaria, pp.71-77.
- Damnati, B., Petit-Maire, N., Fontugne, M., Meco, J. et Williamson, D. 1996. Quaternary paleoclimates in the Eastern Canary Islands. *Quaternary International*, **31**: 37-46.
- Damnati, B., Petit-Maire, N. et Meco, J. 1993. Sedimentological of aeolian formations and paleosols in Fuerteventura, Canary Islands. UNESCO-IUGS-EPGC-CLIP report 1993, pp. 20-21.
- Delibrias, G. , Ortlieb, L. et Petit-Maire, N. 1976. New ^{14}C data for the Atlantic Sahara (Holocene): tentative interpretations. *Journal of Human Evolution*, **5**: 535-546.
- Duller, G. A .T. 1992. Comparison of equivalent doses determined by thermoluminescence and infrared stimulated luminescence for dune sands in New-Zealand. *Quaternary Science Reviews*, **11**: 39-43.
- Gaven, C. , Hillaire-Marcel, C. et Petit-Maire, N. 1981. A Pleistocene lacustrine episode in south-eastern Libya. *Nature*, **290**: 131-133.
- Ghaleb, B., Hillaire-Marcel, C., Causse, C. et Gariépy, C. 1990. Th/U recycling and fractionation in a semi-arid endoreic continental depression: the Palmyra Bassin, Syria. *Geochimica et Cosmochimica Acta*, **54**: 1025-1035.
- Gibson, I. L. et Jagam, P. 1980. Instrumental neutron activation analysis of rocks and minerals. *In* *Short course in neutron activation analysis in the geosciences*, *Edited by G.K.Muecke*, Mineralogical Association of Canada, Toronto, pp.109-131.
- Godfrey-Smith, D. I., Huntley, D. J. et Chen, W.-H. 1988. Optical dating studies of quartz and feldspar sediment extracts. *Quaternary Science Reviews*, **7**: 373-380.

- Hillaire-Marcel, C., Riser, J., Rognon, P., Petit-Maire, N., Rosso, J.C. et Soulie-Marche, I. 1983. Radiocarbon chronology of Holocene hydrologic changes in Northeastern Mali. *Quaternary research*, **20**, 145-164.
- Hillaire-Marcel, C., Vallières, S., Ghaleb, B. et Mareschal, J.-C. 1990. Déséquilibres Th/U dans les sols carbonatés en climat subaride; estimation des flux d'uranium et vitesse d'érosion. Le cas du bassin de Palmyre (Syrie). *Comptes rendus de l'Académie des Sciences*, **311**: 233-238.
- Hillaire-Marcel, C., Ghaleb, B. et Wu, G. P. 1995. U-series dating of land snails from paleosoils by TIMS technique - Example from the Canary Islands. *Quaternary Research* **44**:276-282.
- Huntley, D. J. 1998. The SFU program suite, Logiciel de traitement de données. Simon Fraser University.
- Huntley, D. J., Godfrey-Smith, D. I. et Thewalt, M. L. W. 1985. Optical dating of sediments. *Nature*, **313**: 105-107.
- Huntley, D.J. et Lamothe, M. 2001. Ubiquity of anomalous fading, its measurements, and corrections for it in optical dating of K-feldspars. *Canadian Journal of Earth Sciences*, **38**:1093-1106.
- Huntley, D.J et Wintle, A. G. 1981. The use of alpha scintillation counting for measuring Th-230 and Pa-231 contents of ocean sediments. *Canadian Journal of Earth Sciences*, **18**: 419-432.
- Hütt, G., Jaek, I. et Tchonka, J. 1988. Optical dating: K-feldspars optical response stimulation spectra. *Quaternary Science Reviews*, **7**: 381-385.
- Hutton, J. T. et Prescott, J. R. 1992. Field and laboratory measurements of low-level thorium, uranium and potassium. *Nuclear Tracks and Radiation measurements*, **20**: 367-370.
- Lamothe, M. 1994. Apport de la luminescence optique dans la datation du site Plano de Rimouski. *In Il y a 8000 ans à Rimouski... Paléoécologie et archéologie d'un site de la culture Plano. Recherches Amérindiennes au Québec, Paléo-Québec*, **22**: 114-124.
- Lamothe, M. 1995. Using 600-650 nm light for IRSL sample preparation. *Ancient TL* , **13**: 1-4.
- Lamothe, M. 1996 Datation par les méthodes de luminescence des feldspaths des milieux sédimentaires: le problème de la remise à zéro. *Géographie physique et Quaternaire*, **50**: 365-376.

- Lamothe M., Balescu, S. and Auclair, M. 1994. Natural IRSL intensities and apparent luminescence ages of feldspar single grains from partially bleached sediments. *Nuclear Tracks and Radiation Measurements*, **23**: 555-561.
- Lamothe, M. et Auclair, M. 1999. A solution du anomalous fading and age shortfalls in optical dating of feldspar minerals. *Earth and Planetary Science Letters*, **171**: 319-323.
- Lamothe, M. and Auclair, M. 2000. The *fadia* method: a new approach in luminescence dating of single feldspar grains. *Radiation Measurements*, **32**: 433-438.
- Lecoître, G. 1966. Néogène récent et quaternaire du Bassin côtier de Tarfaya. Notes et Mémoires du Service Géologique du Maroc, **175**: 256-287.
- Lezine, A. M. et Casanova, J. 1991. Correlated oceanic and continental records demonstrate past climate and hydrology of North Africa (0-140 ka). *Geology*, **19**: 307-310.
- Li, S. H. 1991. Removal of the thermally unstable signal in optical dating of K-feldspar. *Ancient TL*, **9**: 26-29.
- Marret, F. 1994. Evolution paléoclimatique et paléohydrologique de l'Atlantique Est-Equatorial et du proche continent au Quaternaire Terminal. Contribution palynologique (Kystes de Dinoflagelles, Pollen et Spores). Thèse non-publiée, Université Bordeaux I, N° 962, 271p.
- Marret, F. et Turon, J.-L. 1994. Paleohydrology and paleoclimatology of Northwest Africa during the last glacial-interglacial transition and the Holocene: Palynological evidences. *Marine Geology*, **118**: 107-117.
- Martinson, D. G. , Pisias, N. G. , Hays, J. D. , Imbrie, J. , Moore, T. C. , Shackleton, N J. 1987. Age dating and the orbital theory of the Ice Ages: development of a high-resolution 0 to 300.000-year chronostratigraphy. *Quaternary Research*, **27**: 1-29.
- Matthewson, A. P. , Shimmield, G. B. , Kroon, D. et Fallick, A. E. 1995. A 300 kyr high-resolution aridity record of the North African continent. *Paleoceanography*, **10**: 677-692.
- Meco, J. et Stearns, C.-E. 1981. Emergent littoral deposits in the Eastern Canary Islands. *Quaternary Research*, **15**: 199-208.

- Meco, J. , Petit-Maire, N. , Fontugne, M. , Shimmiel, G. et Ramos, A. J. 1997. The Quaternary deposits in Lanzarote and Fuerteventura (Eastern Canary Islands, Spain): an overview. *In* Climate of the Past: proceedings of the CLIP meeting held June 2-7, 1995, Lanzarote and Fuerteventura (Canary Islands, Spain). *Edited by* J. Meco and N. Petit-Maire, Las Palmas: Universidad de Las Palmas de Gran Canaria, pp.123-136.
- Meco, J. , Petit-Maire, N. et Reyss, J. L. 1992. Les courants des Canaries pendant le stade isotopique 5, d'après la composition faunistique d'un haut niveau marin à Fuerteventura (28°N). *Comptes Rendus de l'Académie des Sciences*, **314**: 203-208.
- Millot, G. 1964. Géologie des argiles : altérations sédimentologie géochimie. Masson, Paris, 499p.
- Moreno, A. , Targarona, J. , Henderiks, J. , Canals, M. , Freudenthal, T. et Meggers, H. 2001. Orbital forcing of dust supply to the North Canary Basin over the last 250kyr. *Quaternary Science Reviews*, **20**: 1327-1339.
- Murray, A. S. et Wintle, A. G. 2000. Luminescence dating of quartz using an improved single-aliquot regenerative-dose protocol. *Radiation Measurements*, **32**: 57-73.
- Murray, A., Wohl, E. et East, J. 1992. Thermoluminescence and Excess ^{226}Ra . *Quaternary Research*, **33**: 157-177.
- Nambi, K. S. et Aitken, M. J. 1986. Annual dose conversion factors for TL dating and E.S.R. dating. *Archaeometry*, **28**: 202-205.
- Ortlieb, L. 1975. Recherches sur les formations Plio-Quaternaires du littoral ouest-saharien (28°30' - 20°40' lat.N). *In* : ORSTOM, Serie Geologie n°7, Office de la Recherche Scientifique et Technique Outre-Mer. Paris, pp.165-166.
- Paquet, H. 1969. Évolution géochimique des minéraux argileux dans les altérations et les sols des climats méditerranéens et tropicaux à saisons contrastées. *Mémoires du Service de la carte géologique d'Alsace et de Lorraine*, n°30, Université de Strasbourg, 210p.
- Petit-Maire, N. 1979. Prehistoric palaeoecology of the Sahara Atlantic coast in the last 10,000 years: a synthesis. *Journal of arid Environments*, **2**: 85-88.
- Petit-Maire, N. 1980. Holocene biogeographical variations along the northwestern African coast (28°-19° N). Paleoclimatic implications. *In*: Sahara and the surrounding seas, *Edited by* Sarnthein, M., Seibold, E., Rognon, P. , Rotterdam (NL), Balkema, pp.365-377 (Palaeoecology of Africa, 12)

- Petit-Maire, N. 1987. Local responses to recent global climatic change: hyperarid central Sahara and coastal Sahara. *In* Current Research in African Earth Sciences. *Edited by* G. Matheis and H. Schandelmeier. Balkema, Rotterdam, pp 431-434.
- Petit-Maire, N. 1992. Environnements et climats de la ceinture tropicale nord-africaine depuis 140 000 ans. Mémoires de la Société géologique de France, **160**: 27-34.
- Petit-Maire, N., Delibrias, G., Meco, J., Pomel, S. et Rosso, J. C. 1986. Paléoclimatologie des Canaries orientales (Fuerteventura). Comptes Rendus de l'Académie des Sciences, **303**: 1241-1246.
- Piqué, A. 1988. The Variscan belt of Morocco. Trabajos de Geologia - Universidad de Oviedo. **17** : 1988. Universidad de Oviedo, Facultad de Ciencias. Oviedo, Spain. 145-153.
- Pomel, R. S., Miallier, D., Fain, J. et Sanzelle, S. 1985. Datation d'un sol brun-rouge calcifère par une coulée volcanique d'âge Würm ancien (51 000 ans) à Fuerteventura (Iles Canaries). Méditerranée, **4**: 59-68.
- Rhodes, E. J. 1988. Methodological considerations in the optical dating of quartz. Quaternary Science Reviews, **7**: 395-400.
- Riser, J. 1995. Les franges des bassins sédimentaires de la marge atlantique. *In*: Le bassin de Tarfaya (Maroc atlantique, 28° Nord). Paléoenvironnements, paléanthropologie, préhistoire. Riser J. Ed.. Paris, L'Harmattan, pp.137-144.
- Rognon, P., Coudé-Gaussen, G., Lecoustumer, M.-N., Balouet, J. C. et Occhietti, S. 1989. Le massif dunaire de Jandia (Fuerteventura, Canaries): Evolution des paléoenvironnements de 20 000 BP à l'actuel. Bulletin de l'Association Française pour l'Etude du Quaternaire, **26**:31-37.
- Rothe, P. 1974. Canary Islands - origin and evolution. Naturwissenschaften, **61**: 526-533.
- Sarthein, M. 1978. Sand deserts during glacial maximum and climatic optimum. Nature, **272**: 43-46.
- Sarthein, M. 1981. Glacial and interglacial wind regimes over the eastern subtropical Atlantic and North-West Africa. Nature, **293**: 193-196.
- Smith, B. W. 1988. More cautions on laboratory illumination. Ancient TL, **6**, 9.
- Spooner, N. A. 1992. Optical dating: Preliminary results on the anomalous fading of luminescence from feldspars. Quaternary Science Reviews, **11**: 139-145.

- Spooner, N. A. et Franks, M. 1990. Some characteristics of infrared emitting diodes relevant to luminescence dating. *Ancient TL*, **8**: 16-19.
- Swezey, C. 2001. Eolian sediments responses to late Quaternary climate changes: temporal and spatial patterns in the Sahara. *Palaeogeography, Palaeoclimatology, Palaeoecology*, **167**: 119-155.
- Swezey, C. , Lancaster, N. , Kocurek, G. , Deynoux, M. , Blum, M. , Price, D. et Pion, J. - C. 1999. Response of aeolian systems to Holocene climatic and hydrologic changes on the northern margin of the Sahara: a high-resolution record from the Chott Rharsa basin, Tunisia. *The Holocene*, **9**:141-147.
- Temmam, M. 1994. Géologie des dépôts du quaternaire de la vallée de l'Oued Ouerrha, Maroc. (lithostratigraphie et chronologie). Mémoire de maîtrise non publié, Université du Québec à Montréal, 206p.
- Van Zinderen Bakker, E. M. 1982. African palaeoenvironments 18,000 yrs B.P.. *Palaeoecology of Africa*, **15**: 77-99.
- Vance Hayes Jr., C. 2001. Geochronology and climate change of the Pleistocene-Holocene transition in the Barb el Arba'in Desert, Eastern Sahara. *Geoarchaeology*, **16**: 119-141.
- Vernet, R. 1995. Climats anciens du Nord de l'Afrique. Éditions L'Harmattan, Paris, France, 180p.
- Visocekas, R. 1985. Tunneling radiative recombination in labradorite: its association with anomalous fading of thermoluminescence. *Nuclear Tracks and Radiation Measurements*, **10** : 521-529.
- Wallinga, J., Murray, A. et Wintle, A. 2000. The single-aliquot regenerative-dose (SAR) protocol applied to coarse-grain feldspar. *Radiation Measurements*, **32** : 529-533.
- White, F. 1983. The vegetation of Africa. Unesco Editions, Paris, 356 p.
- Wintle, A. G. 1973. Anomalous fading of luminescence in mineral samples. *Nature*, **245**: 143-144.
- Wintle , A. G. 1993. Luminescence dating of aeolian sands: an overview. *In The dynamics and Environmental Context of Aeolian Sedimentary Systems. Edited by K. Pye. Geological Society Special Publication N° 72, p.49-58.*
- Yan, Z. et Petit-Maire, N. 1994. The last 140 ka in the Afro-Asian arid/semi-arid transitional zone. *Palaeogeography, Palaeoclimatology, Palaeoecology*, **110**: 217-233.

- Zazo, C., Hillaire-Marcel, C., Hoyos, M., Ghaleb, B., Goy, J. L. and Dabrio, C. J. 1993. The Canary Islands, a stop in the migratory way of *Strombus bubonius* towards the Mediterranean around 200 ka. Subcommission on Mediterranean and Black Sea shorelines. International Union for Quaternary Research, Newsletter 15, pp.7-11.
- Zazo, C. , Luis, J. , Dabrio, C. J. , Bardaji, T. , Hillaire-Marcel, C. , Ghaleb, B. , González-Delgado, Á. et Soler, V. (2001) Pleistocene raised marine episodes supporting the understanding of sea-level and climate changes (Spanish Mediterranean and Atlantic coasts). Marine Geology, sous presse.

ANNEXE 1

**COURBES DE CROISSANCE DE FELDSPATHS ET DE QUARTZ DE LA COUPE
TAH OBTENUES AVEC LA MÉTHODE DES DOSES ADDITIVES ET DE
*L'AUSTRALIAN SLIDE METHOD***

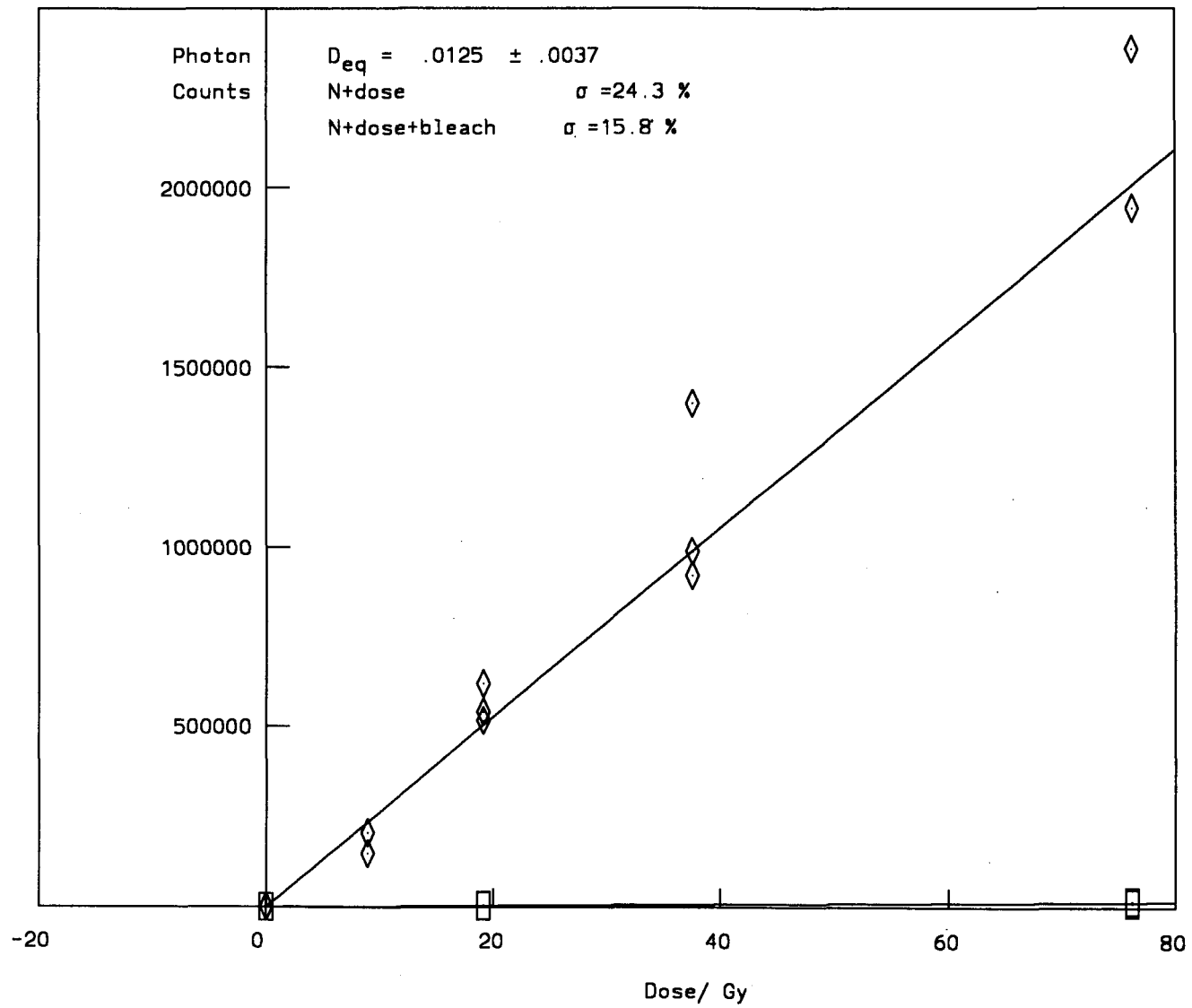
Méthode des doses additives :

- Echantillon TH0 : Felspaths. Préchauffe de 220°C 10 minutes – prompt normalisé après dose	167
- Echantillon TH0 : Feldpaths. Préchauffe 160°C 10 heures –délai normalisé après dose	168
- Echantillon TH6 : Felspaths. Préchauffe de 220°C 10 minutes – prompt normalisé au naturel	169
- Echantillon TH6 : Feldpaths. Préchauffe 160°C 10 heures –délai normalisé au naturel	170
- Echantillon TH6 : Quartz. Préchauffe de 220°C 5 minutes-normalisé au naturel	171
- Echantillon TH6 : Quartz. Préchauffe de 220°C 5 minutes-normalisé après dose	172
- Echantillon TH5 : Felspaths. Préchauffe de 220°C 10 minutes – prompt normalisé au naturel	173
- Echantillon TH5 : Feldpaths. Préchauffe 160°C 10 heures –délai normalisé au naturel	174
- Echantillon TH5 : Quartz. Préchauffe de 220°C 5 minutes-normalisé au naturel	175
- Echantillon TH8 : Felspaths. Préchauffe de 220°C 10 minutes – prompt normalisé au naturel	176
- Echantillon TH8 : Feldpaths. Préchauffe 160°C 10 heures –délai normalisé au naturel	177
- Echantillon TH8 : Quartz. Préchauffe de 220°C 5 minutes-normalisé au naturel	178
- Echantillon TH8 : Quartz. Préchauffe de 220°C 5 minutes-normalisé après dose	179
- Echantillon TH8 : Quartz. Préchauffe de 220°C 5 minutes-normalisé au naturel	180
- Echantillon TH4 : Felspaths. Préchauffe de 220°C 10 minutes – prompt normalisé au naturel	181
- Echantillon TH4 : Feldpaths. Préchauffe 160°C 10 heures –délai normalisé au naturel	182
- Echantillon TH4 : Quartz. Préchauffe de 220°C 5 minutes-normalisé au naturel	183
- Echantillon TH4 : Quartz. Préchauffe de 220°C 5 minutes-normalisé après dose	184
- Echantillon TH3 : Felspaths. Préchauffe de 220°C 10 minutes – prompt normalisé au naturel	185
- Echantillon TH3 : Feldpaths. Préchauffe 220°C 10 minutes –délai normalisé au naturel	186
- Echantillon TH3 ₀ : Felspaths. Préchauffe de 220°C 10 minutes – prompt normalisé au naturel	187
- Echantillon TH3 ₀ : Felspaths. Préchauffe de 220°C 10 minutes – prompt normalisé au naturel	188
- Echantillon TH3 ₀ : Feldpaths. Préchauffe 220°C 10 minutes –délai normalisé au naturel	189

Australian Slide Method :

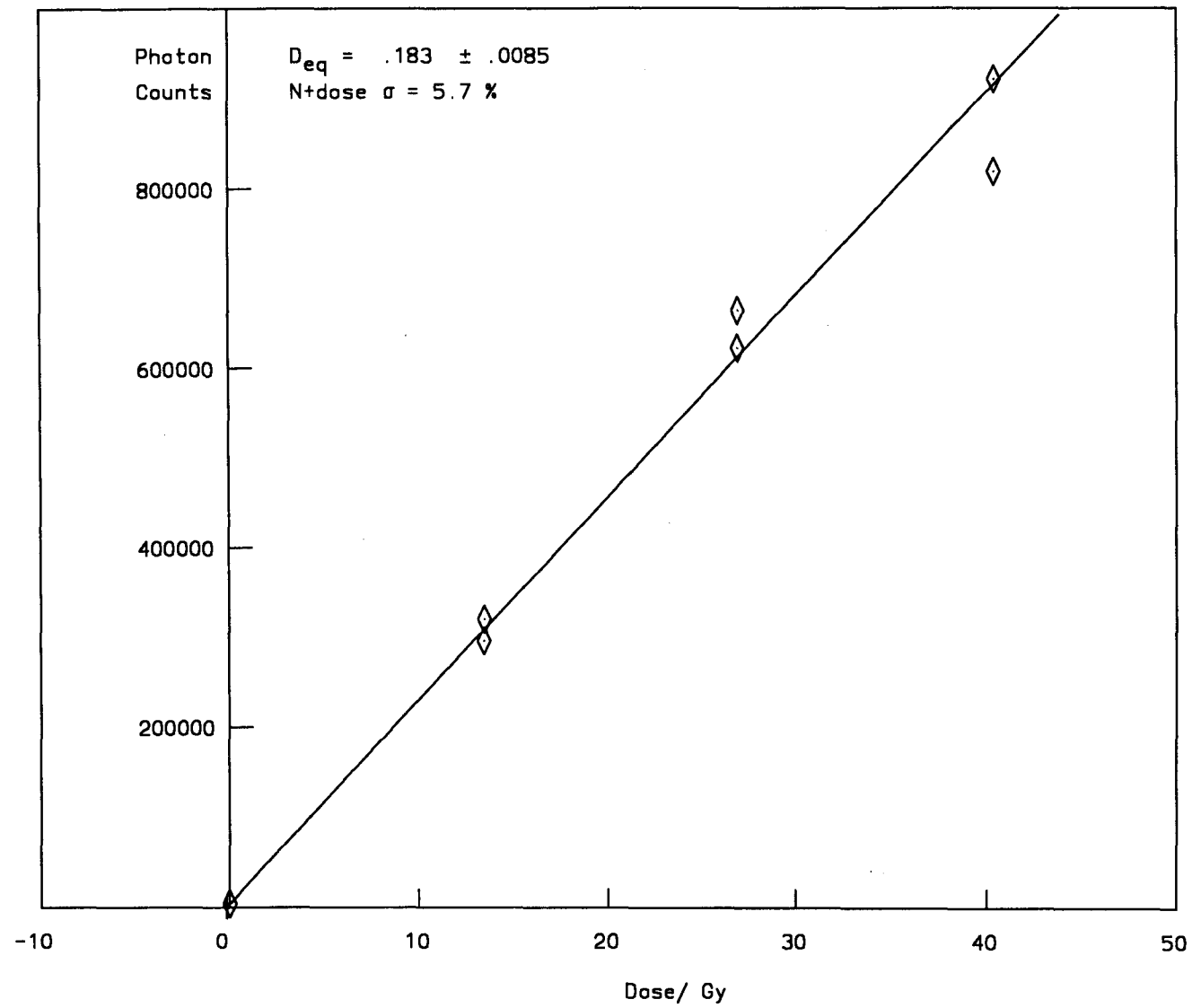
- Echantillon TH5 : Felspaths. Préchauffe de 220°C 10 minutes – prompt normalisé au naturel	190
- Echantillon TH5 : Felspaths. Préchauffe de 220°C 10 minutes – délai normalisé au naturel	191
- Echantillon TH8: Quartz. Préchauffe de 220°C 5 minutes-normalisé au naturel	192
- Echantillon TH3 ₀ : Felspaths. Préchauffe de 220°C 10 minutes – prompt normalisé au naturel	193
- Echantillon TH3 ₀ : Felspaths. Préchauffe de 220°C 10 minutes – délai normalisé au naturel	194

THO-B



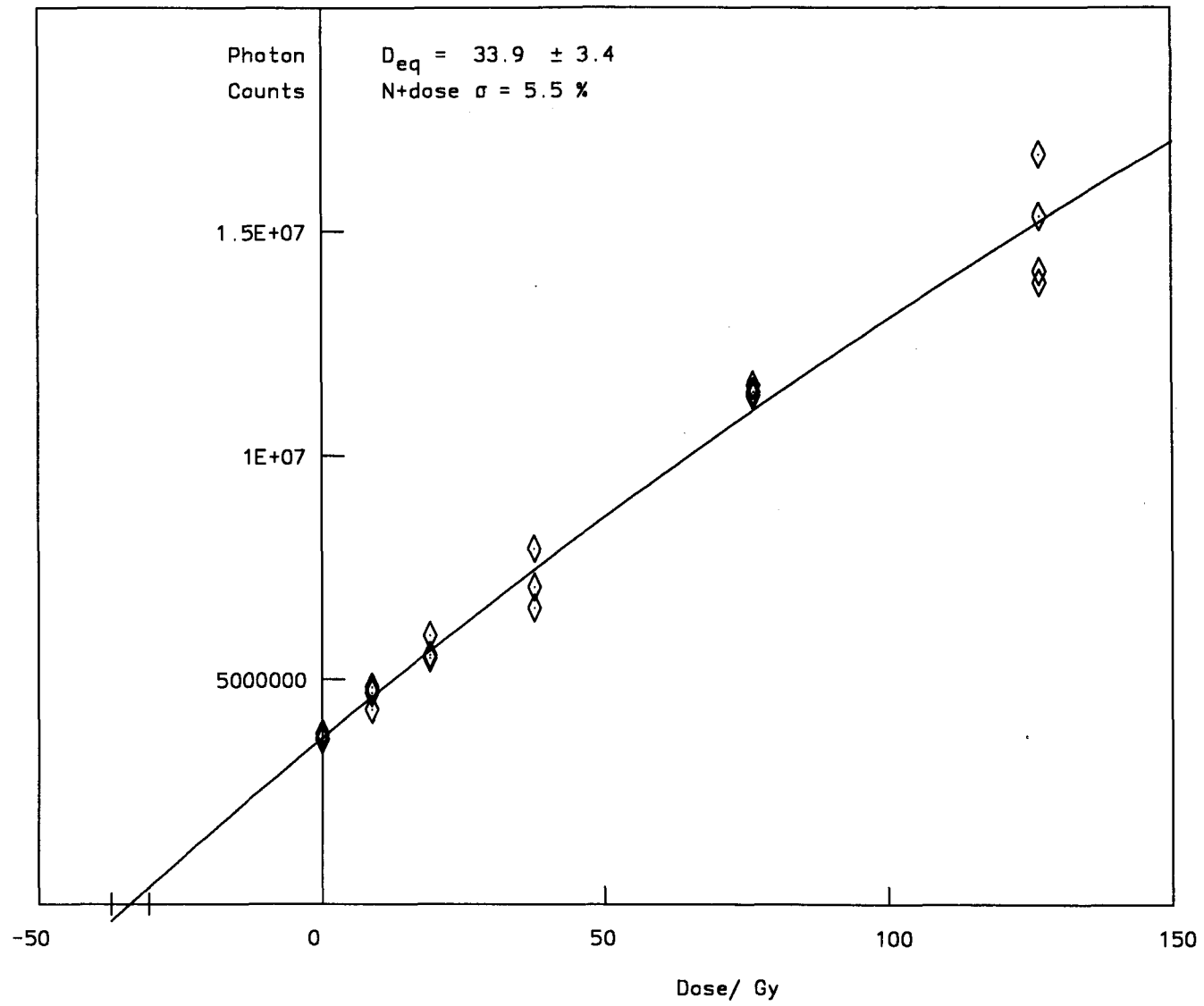
UQAM

THO-A



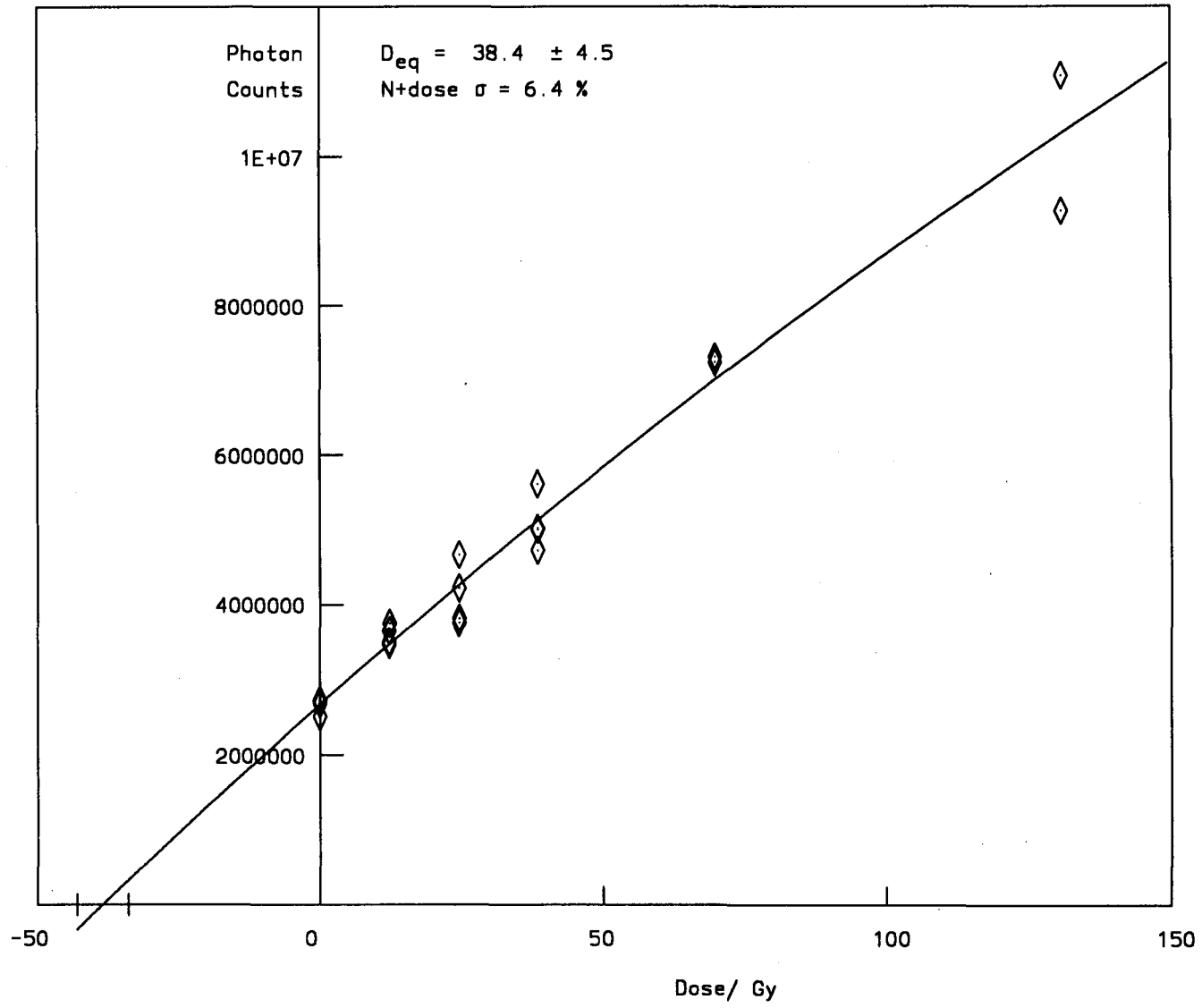
UQAM

TH6-F



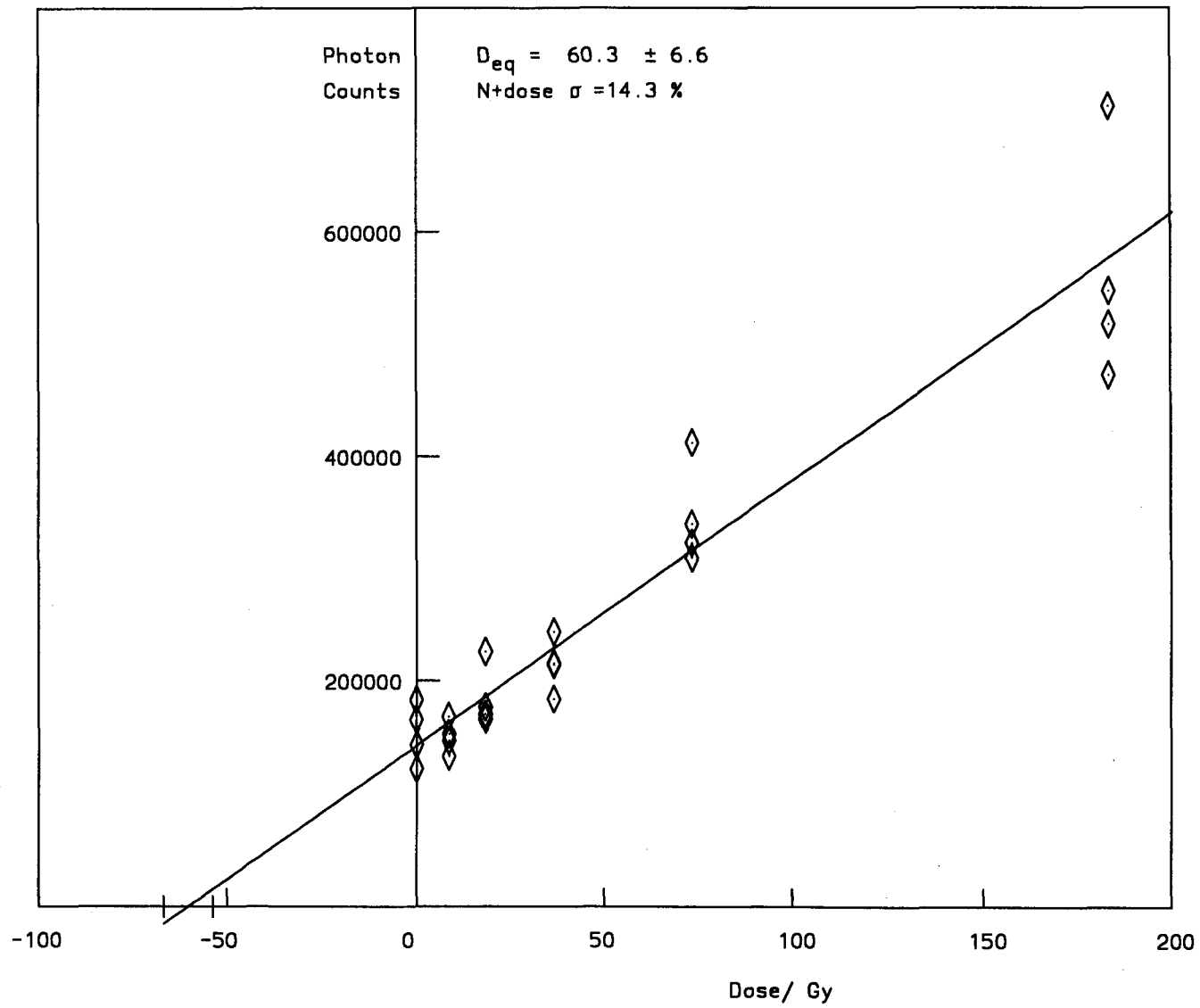
UQAM

TH6-E



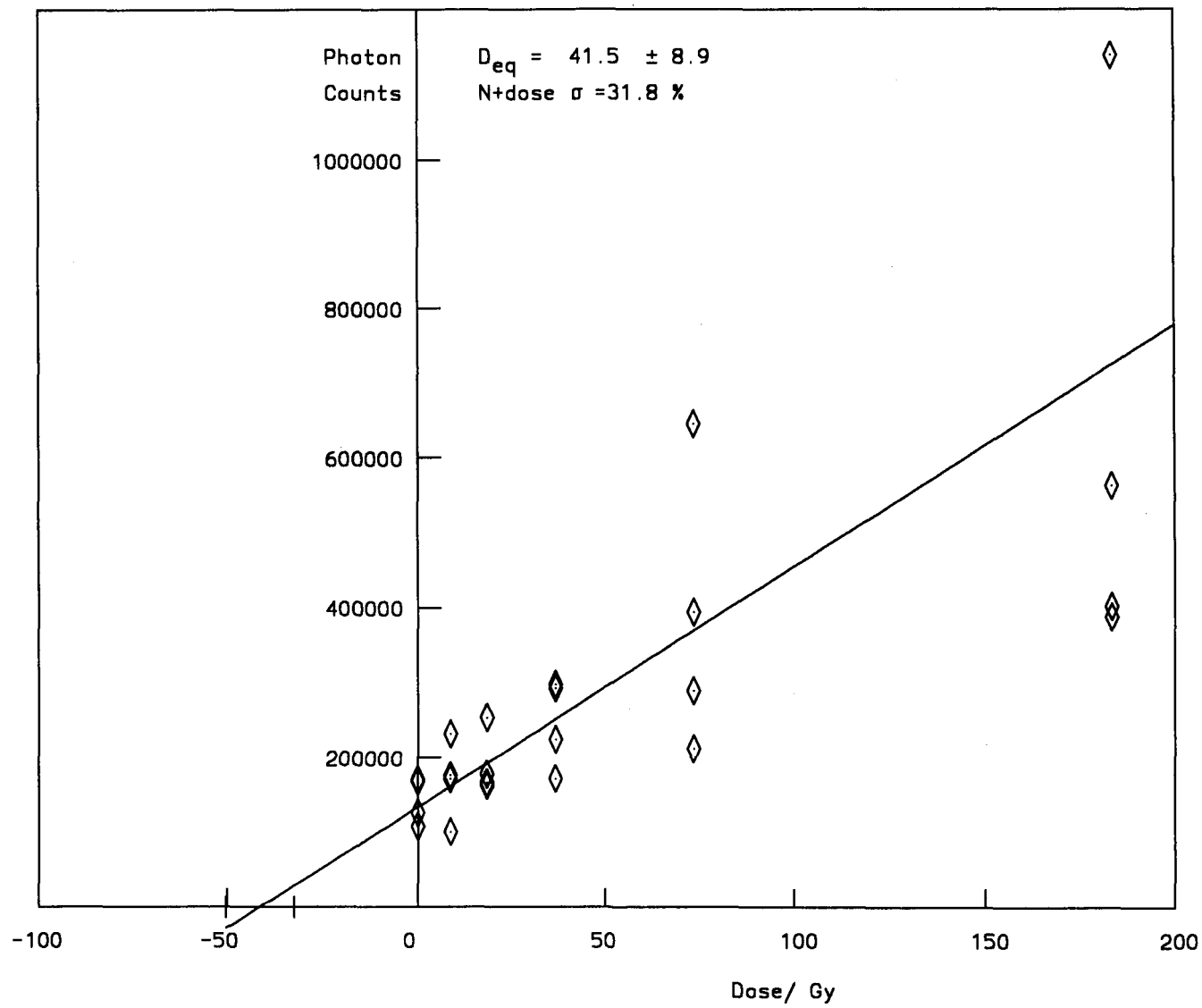
UQAM

TH6Q-B



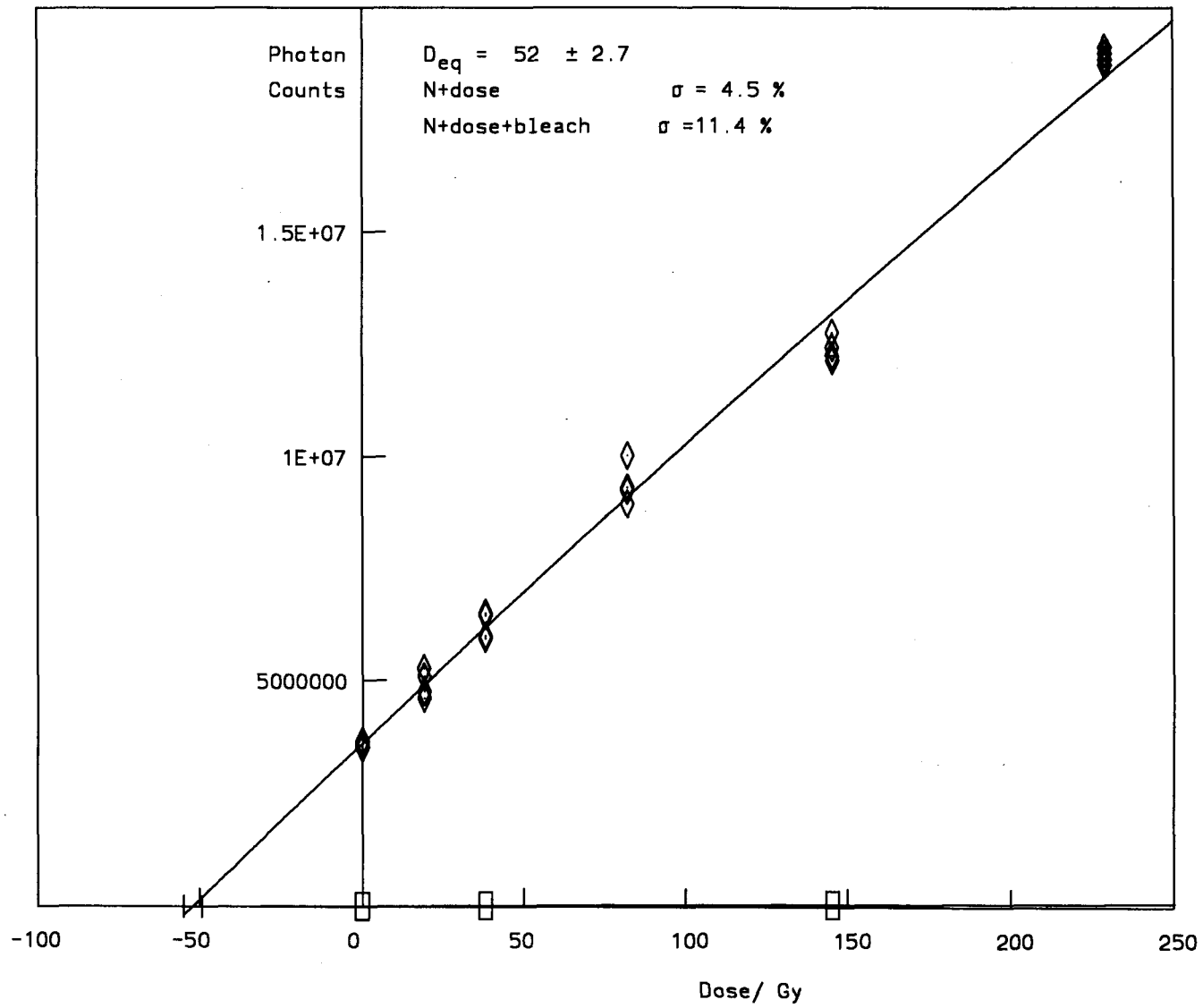
UQAM

TH6Q-B



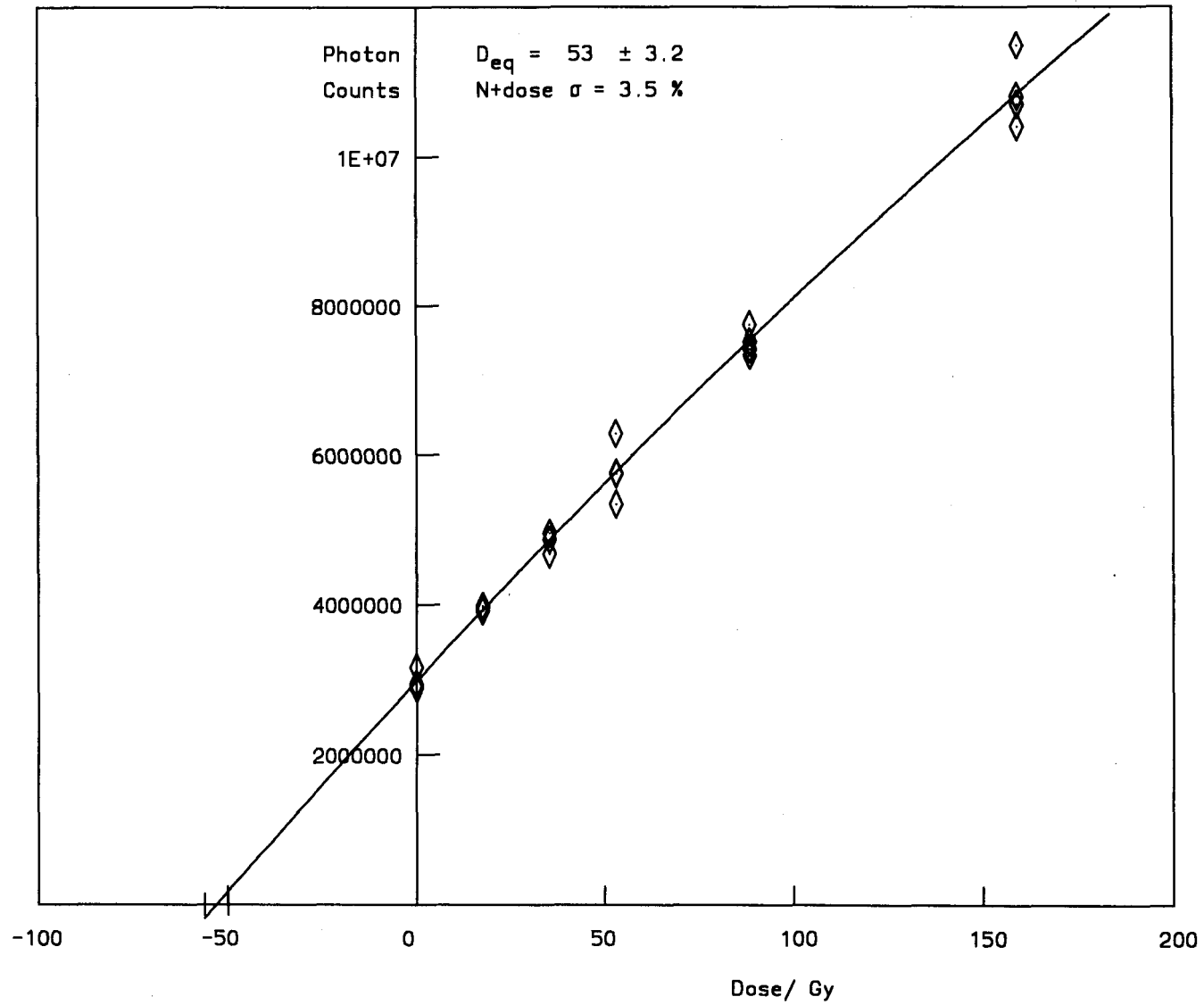
UQAM

TH5-F



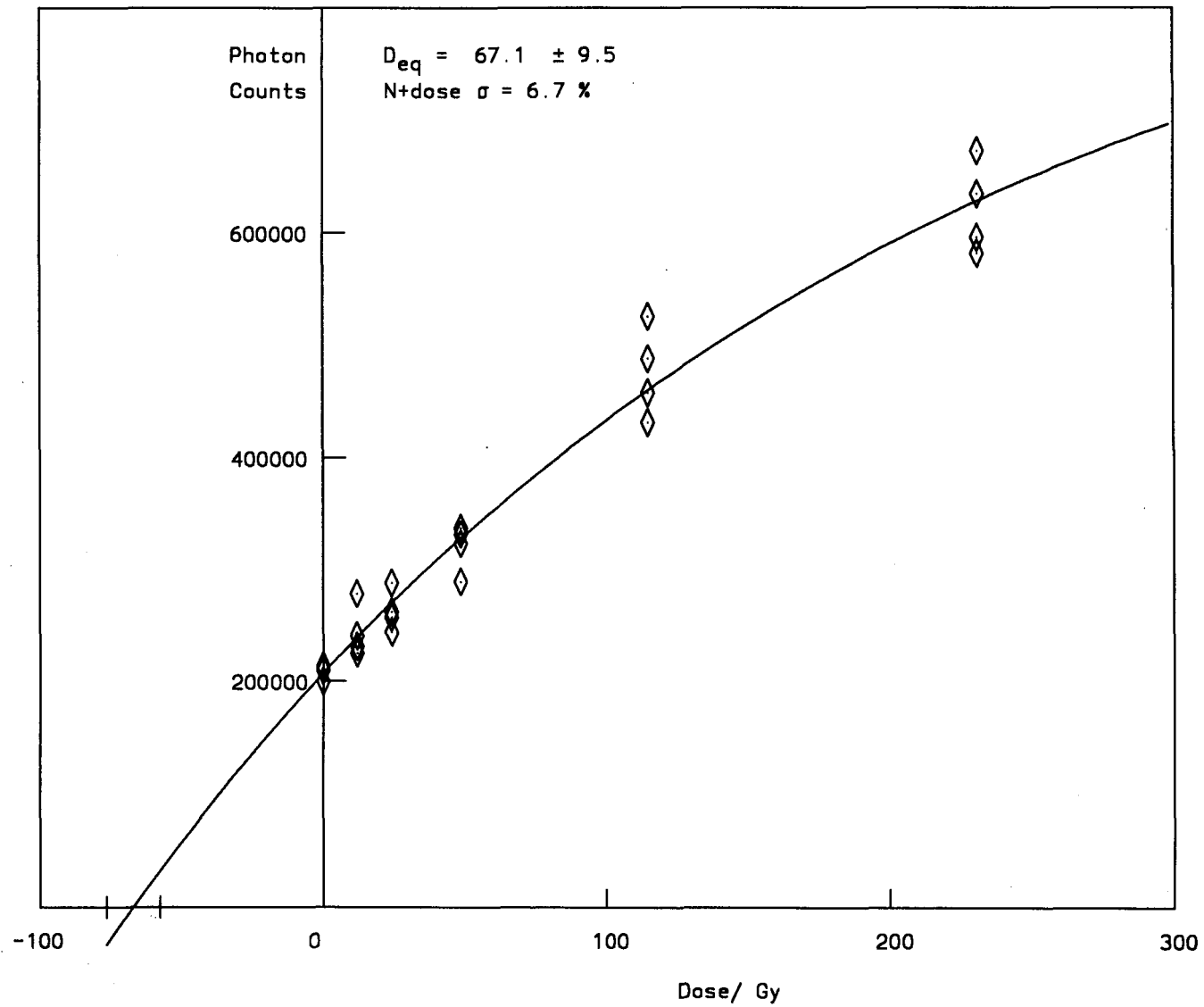
UQAM

TH5-e



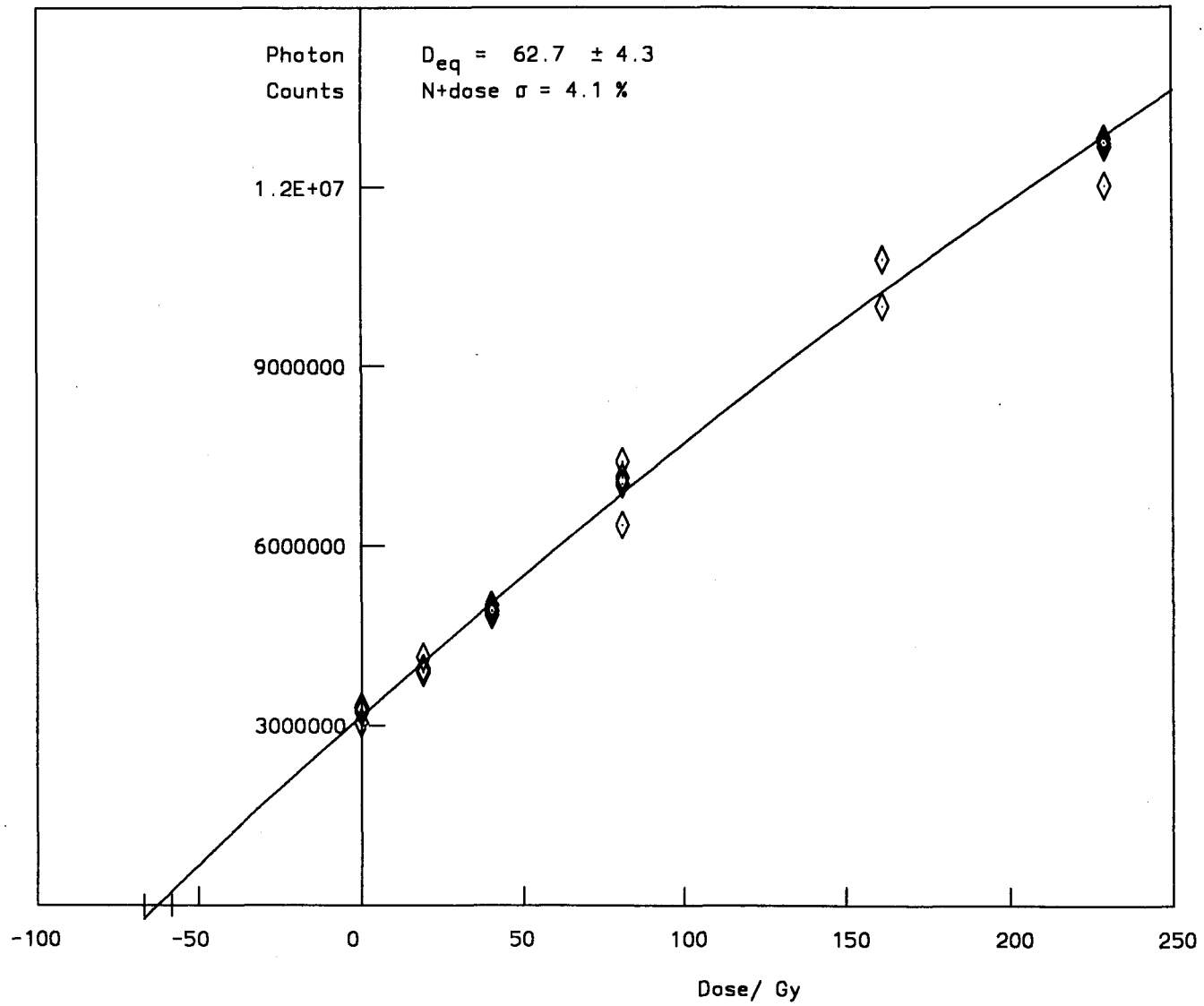
UQAM

TH5Q-B



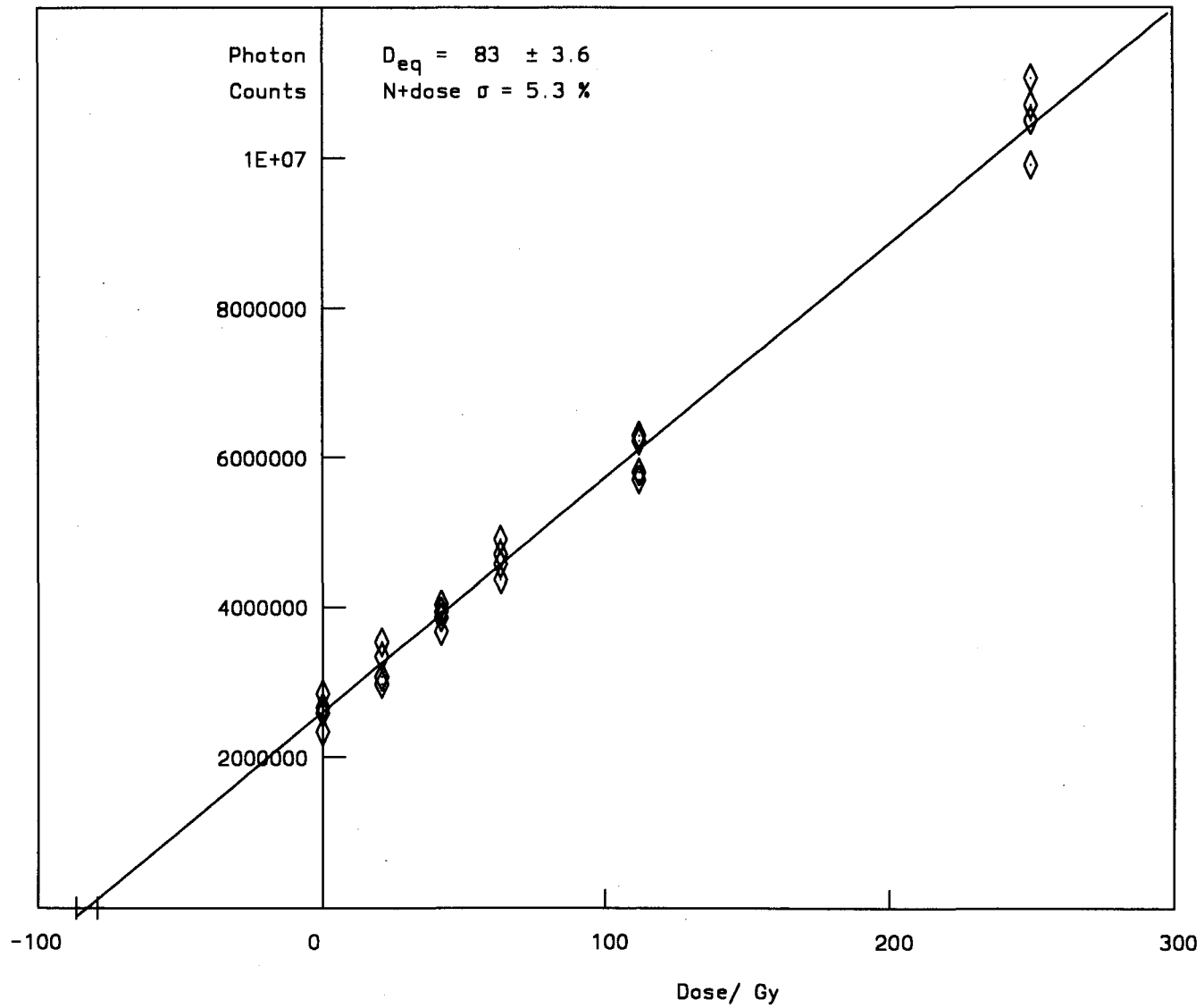
UQAM

TH8-B

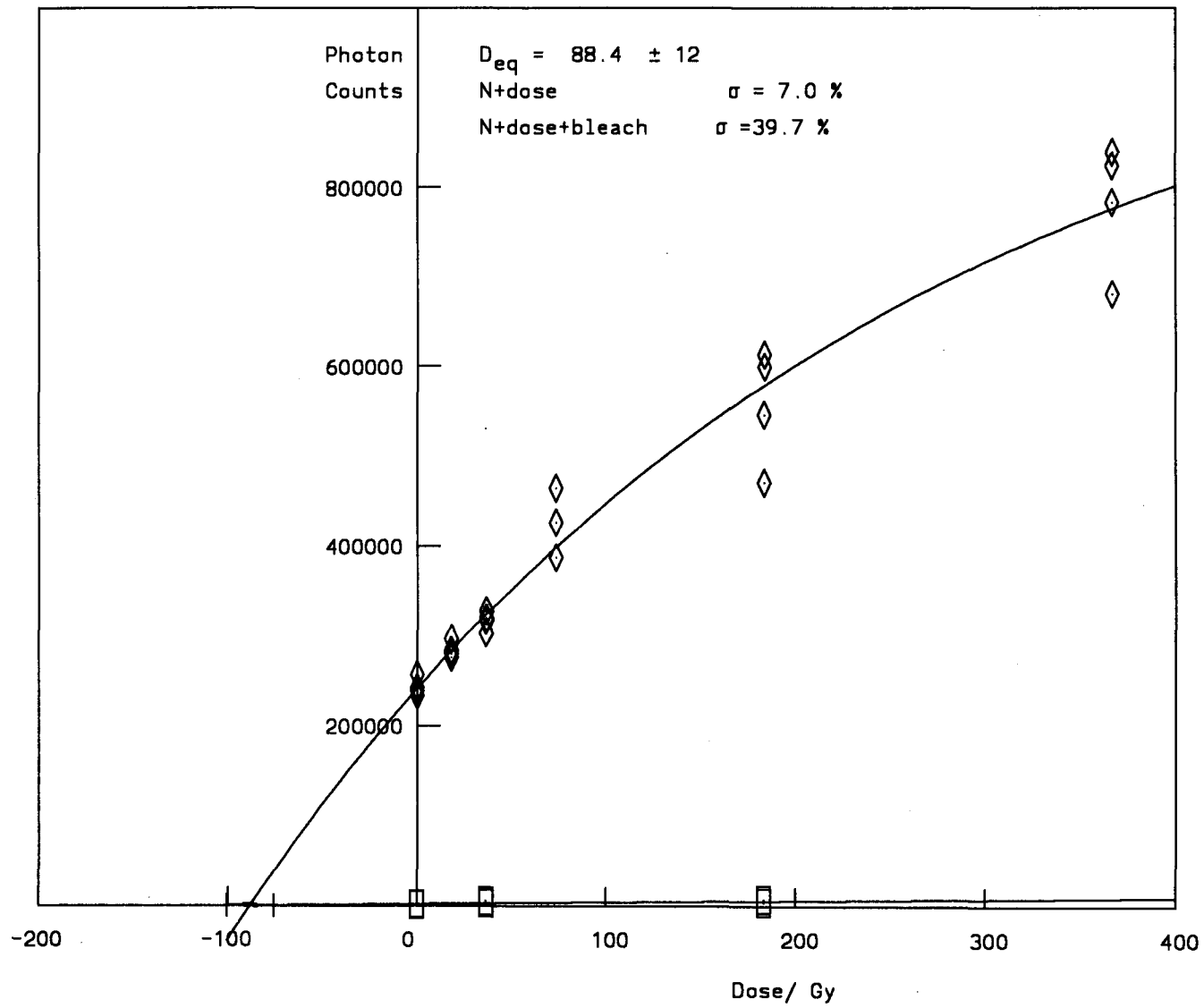


UQAM

TH8-A

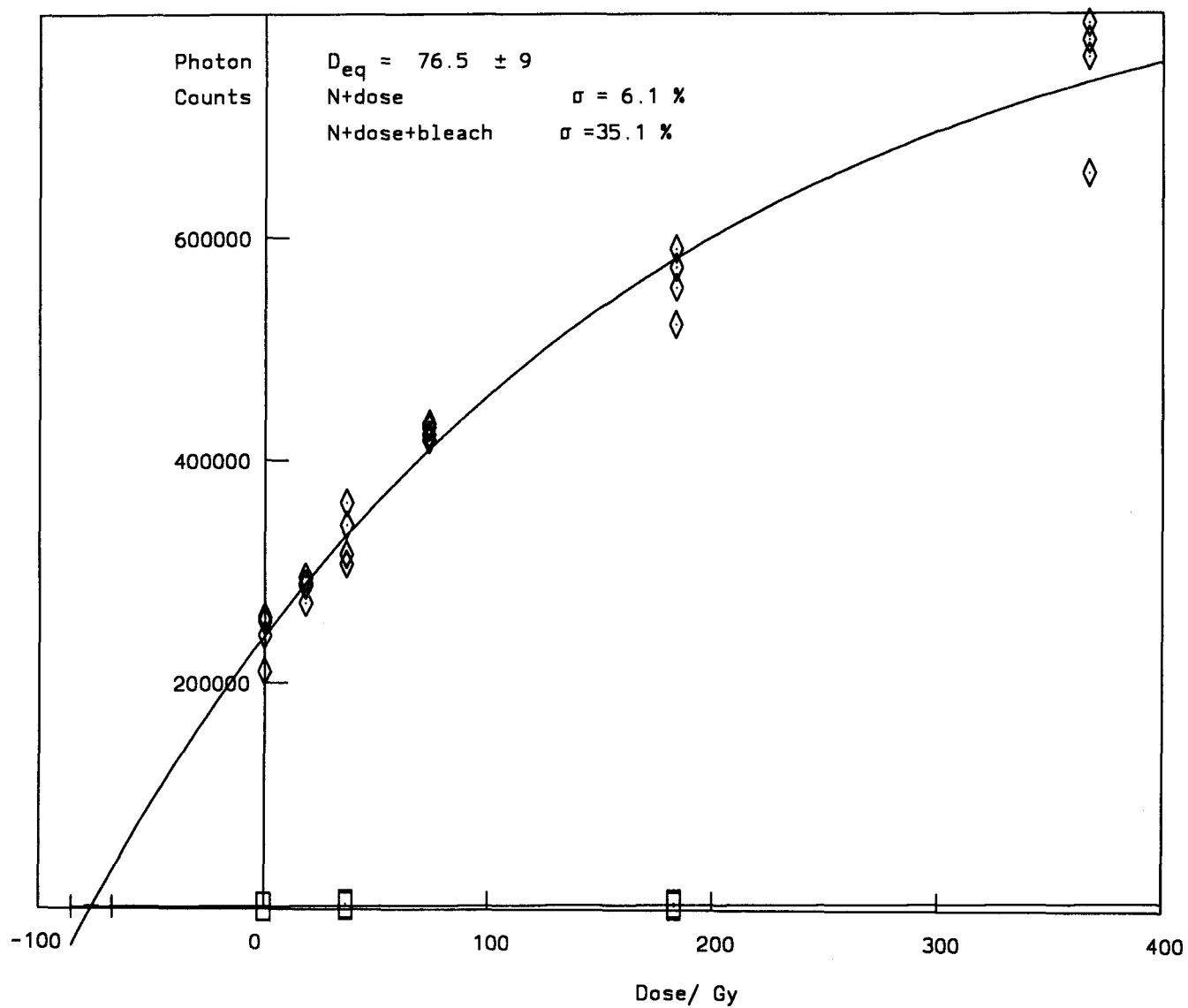


TH8Q-A



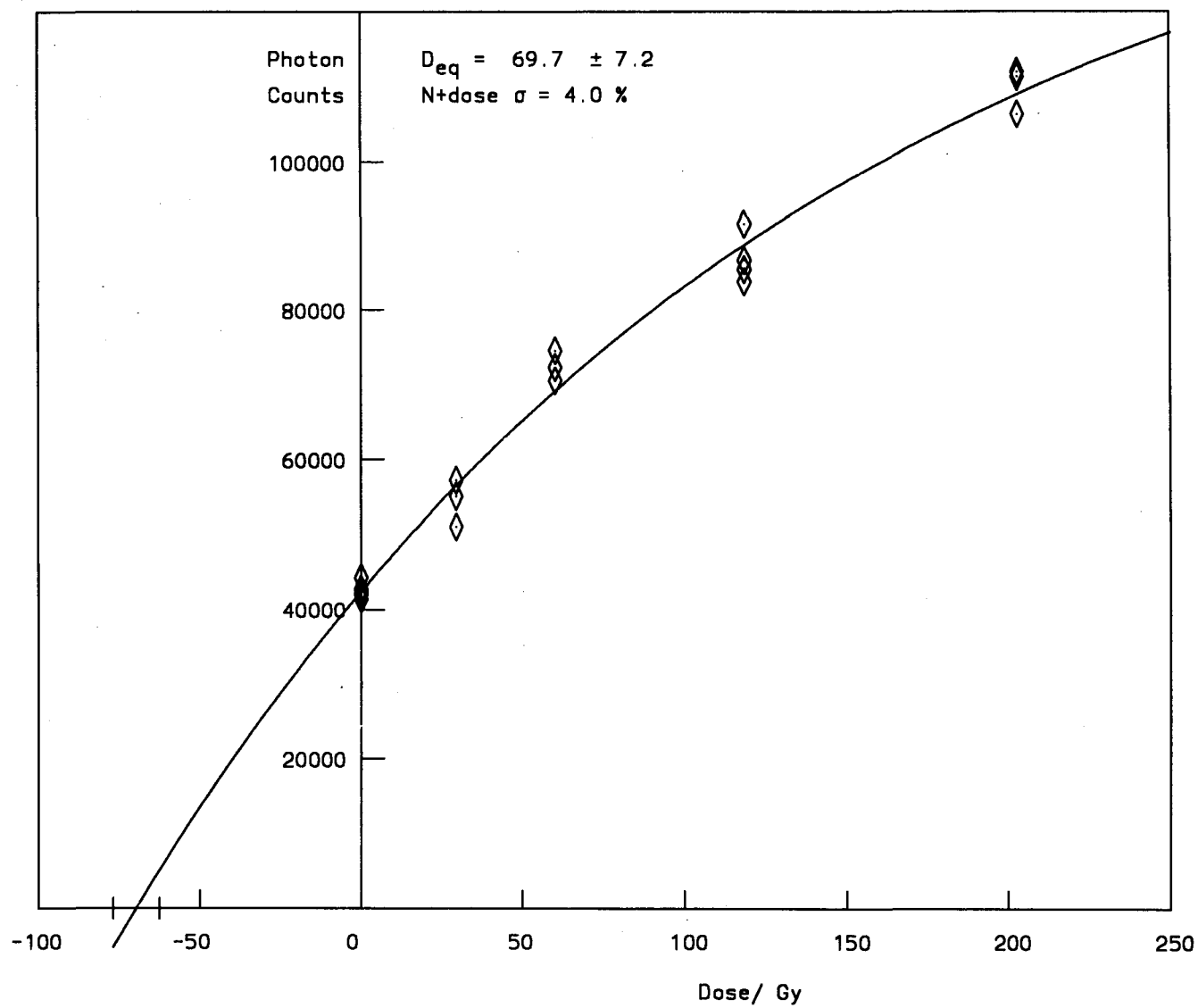
UQAM

TH8Q-A



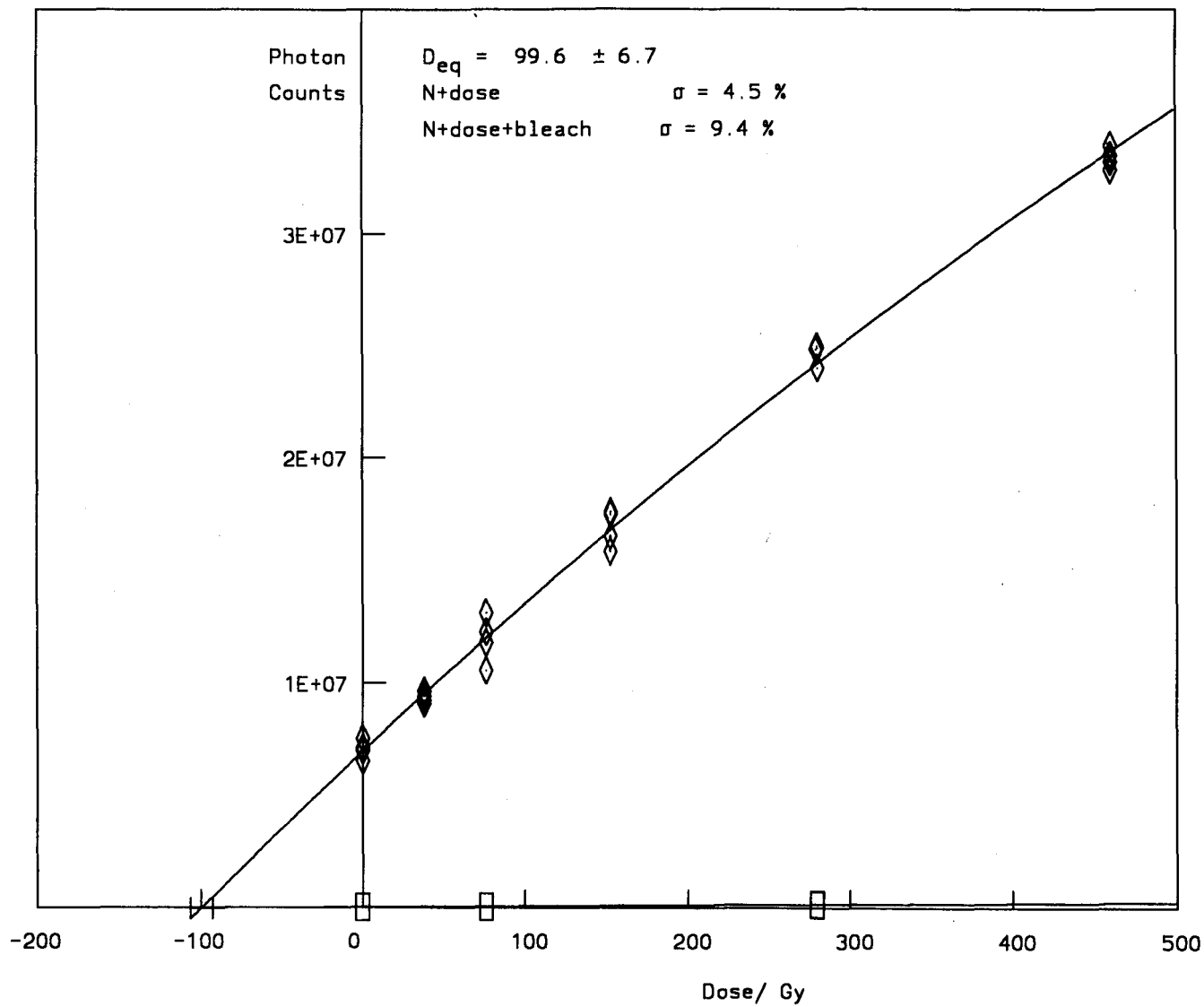
UQAM

TH8QSL2



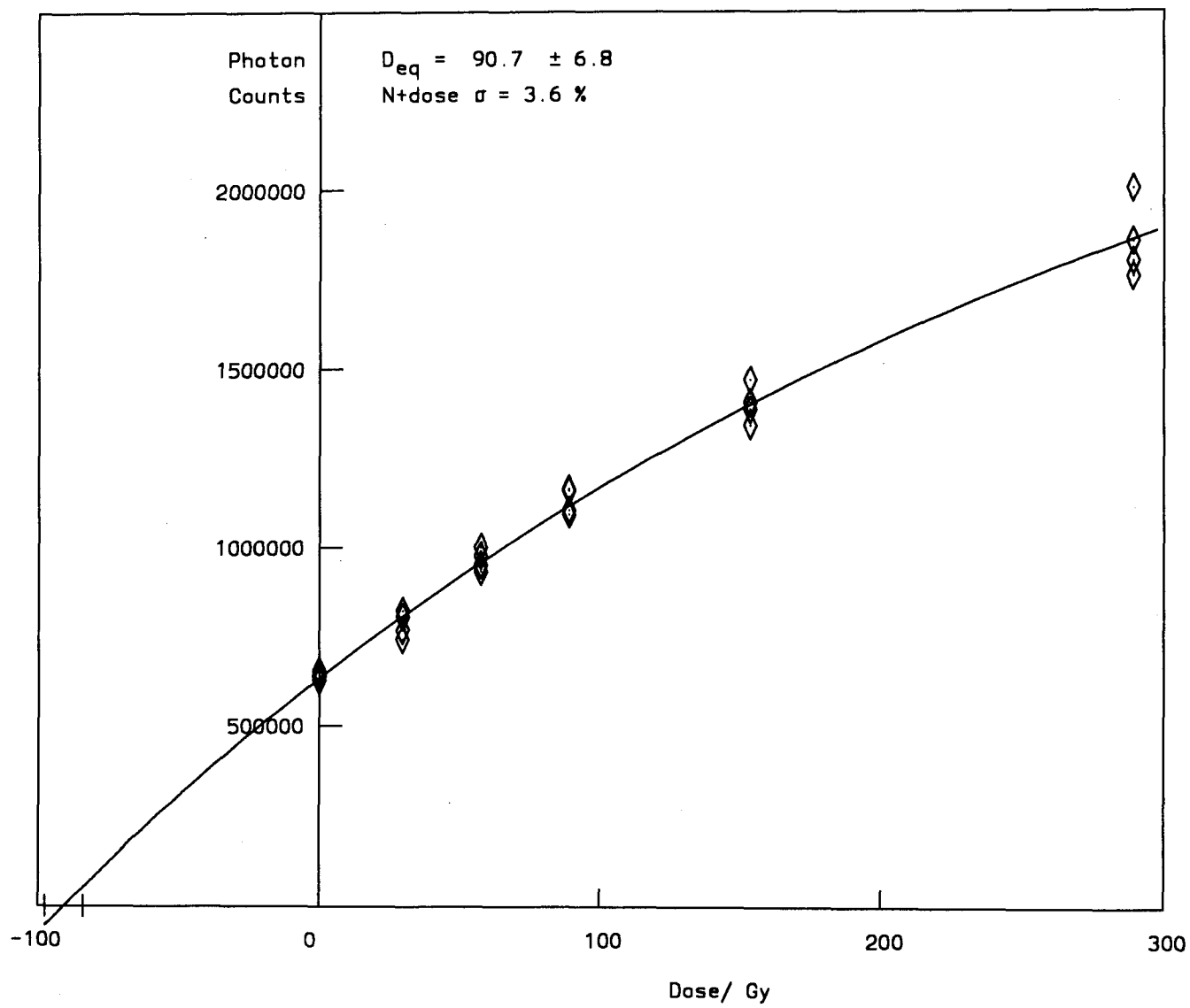
UQAM

TH4-B



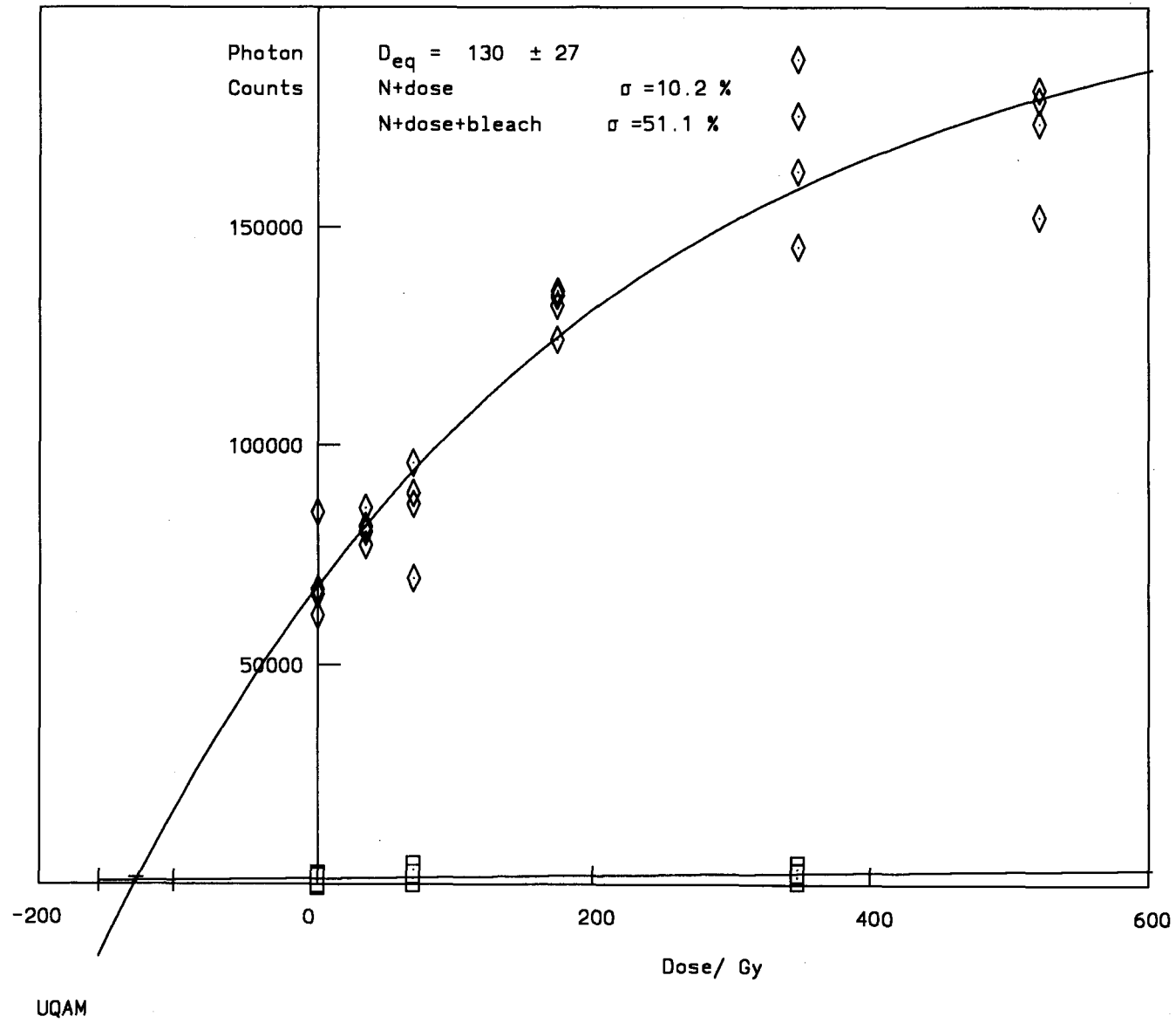
UQAM

TH4-A

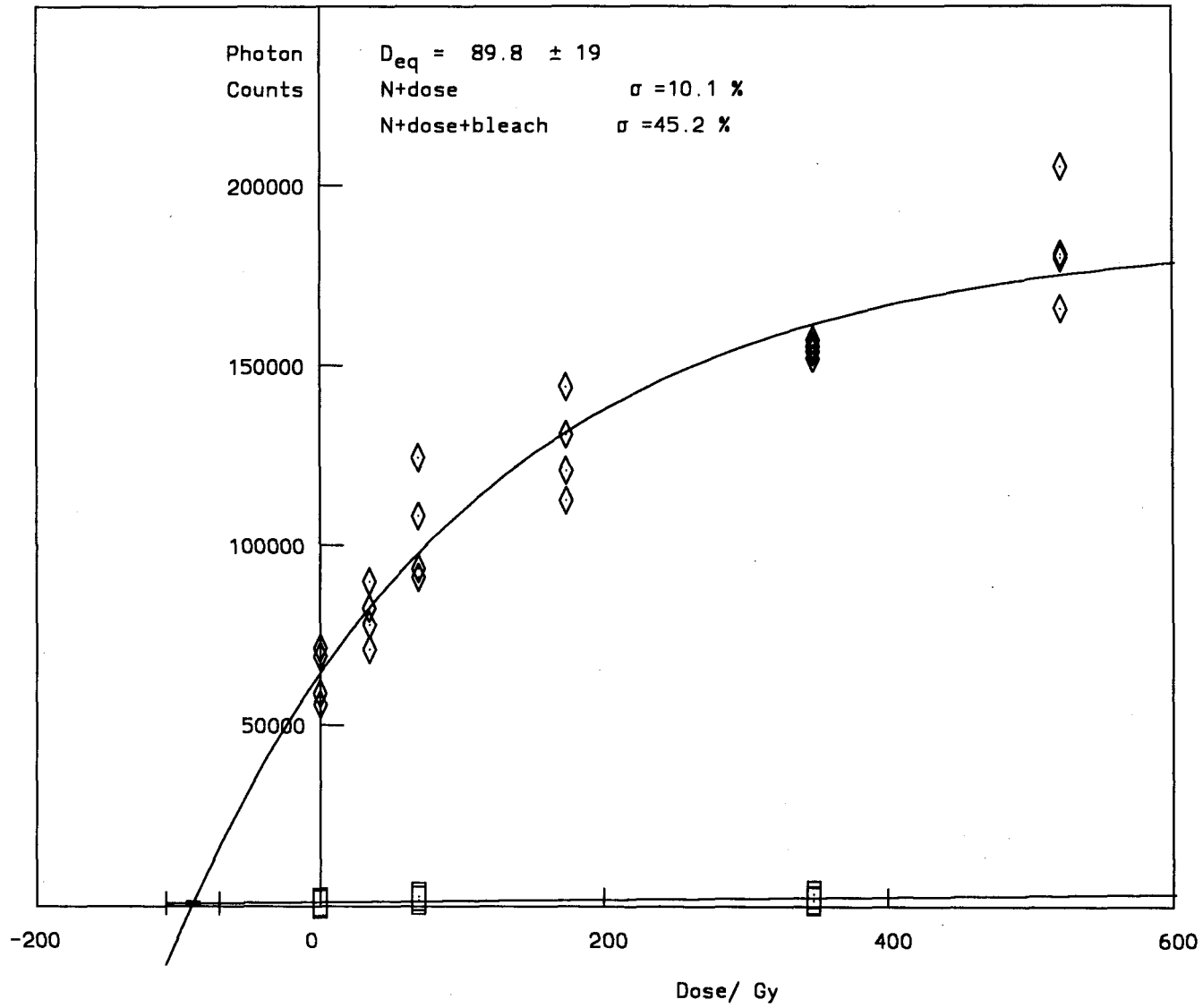


UQAM

TH4Q-A

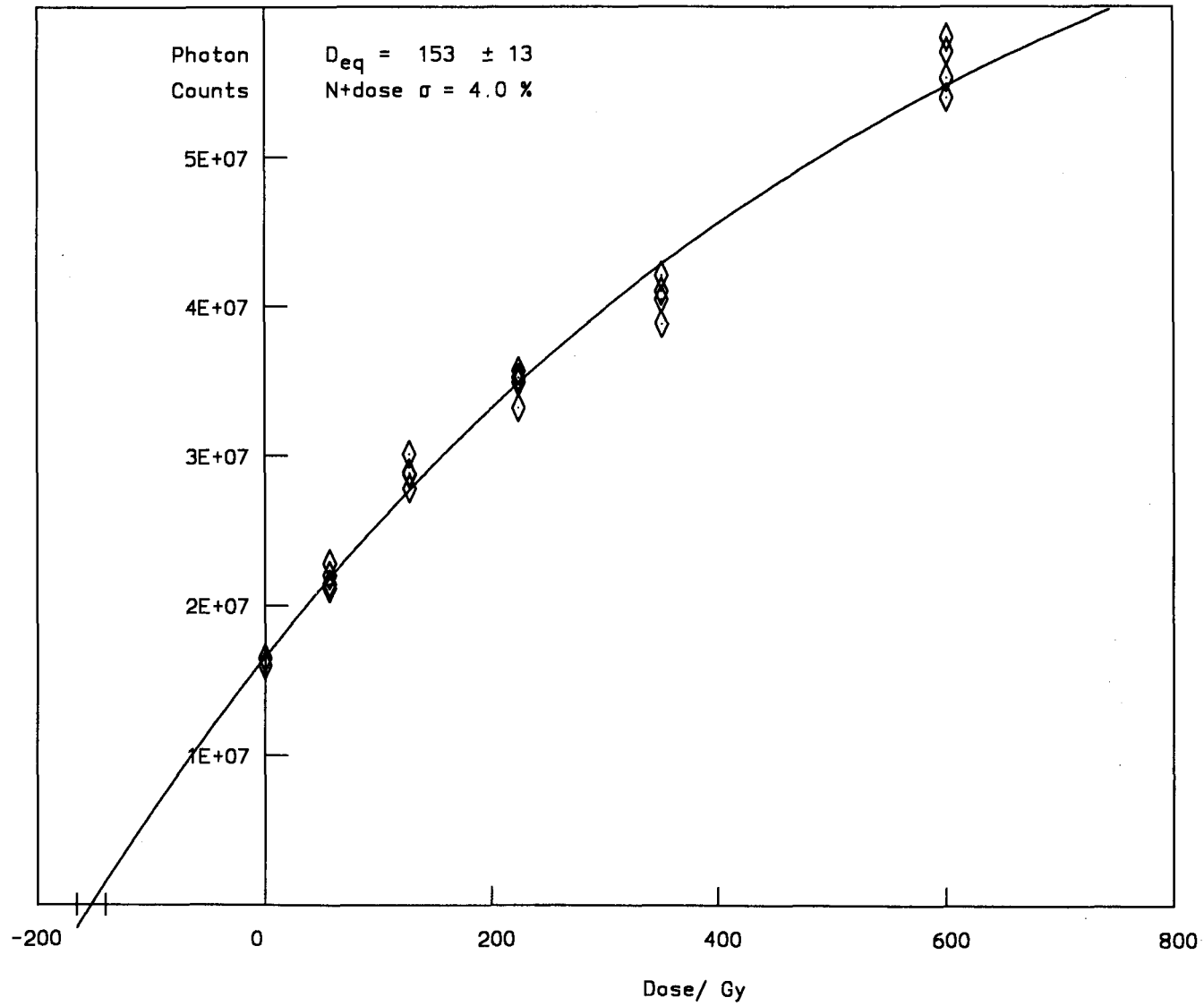


TH4Q-A



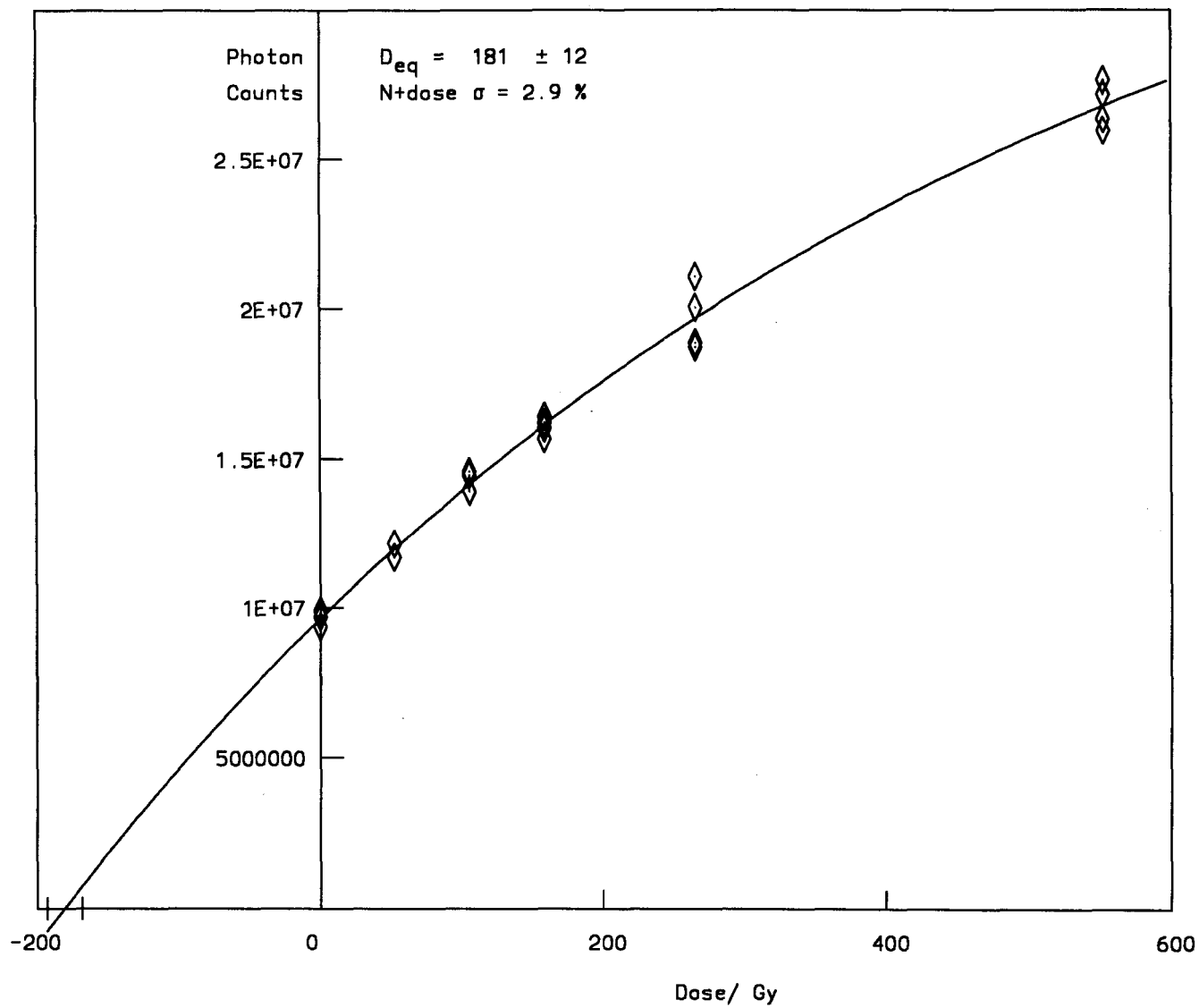
UQAM

TH3-C



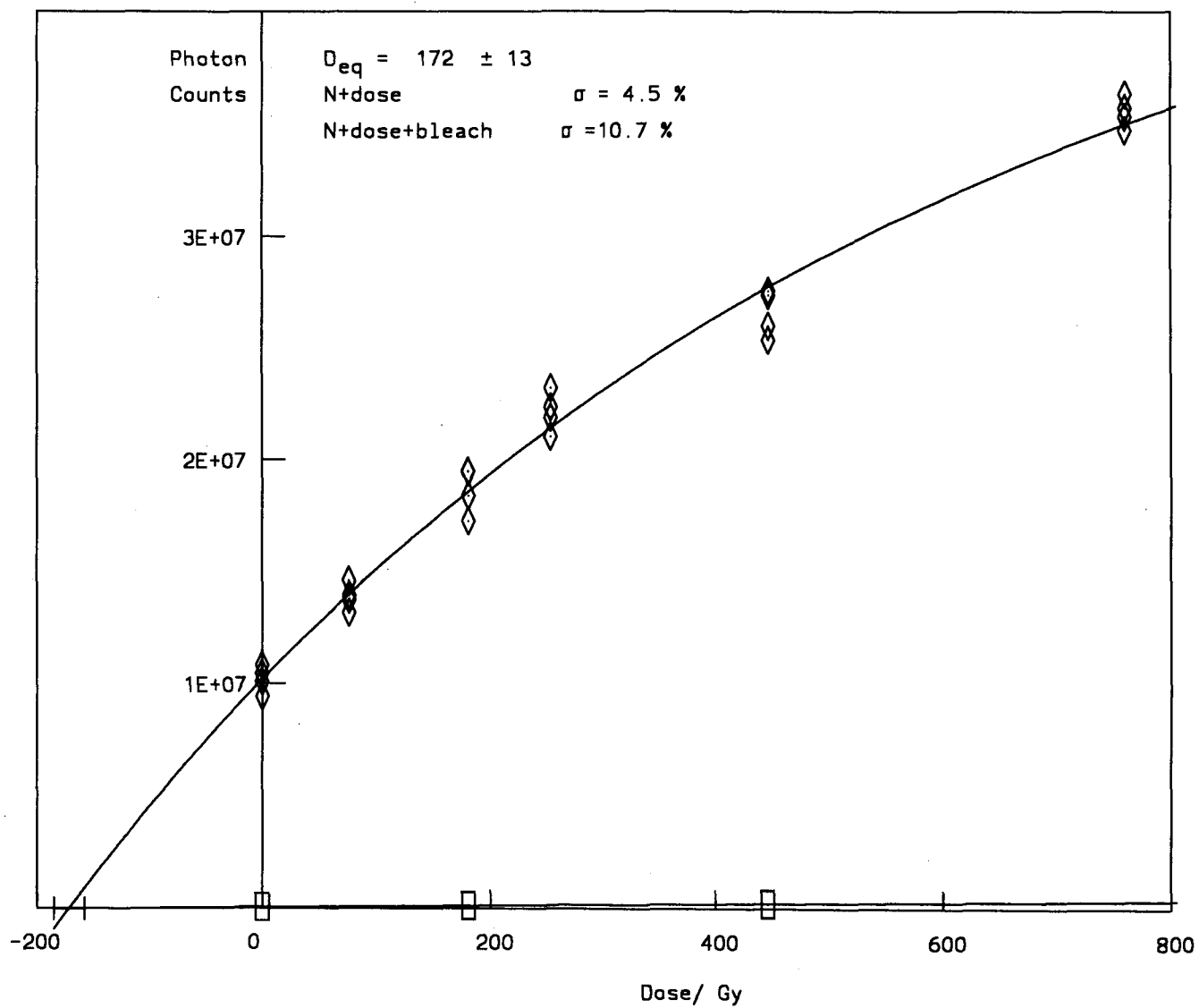
UQAM

TH3-B



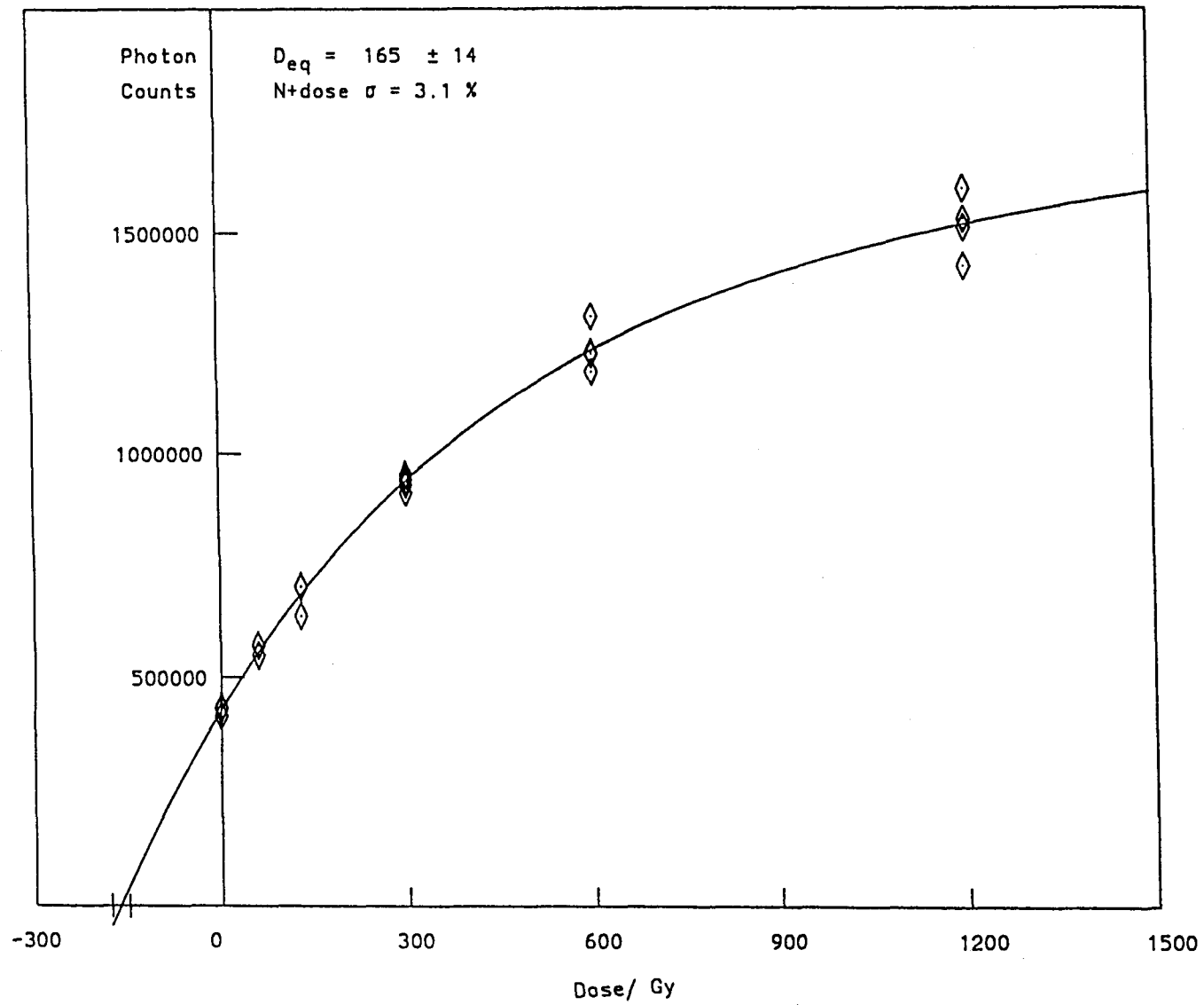
UQAM

TH3-0-B



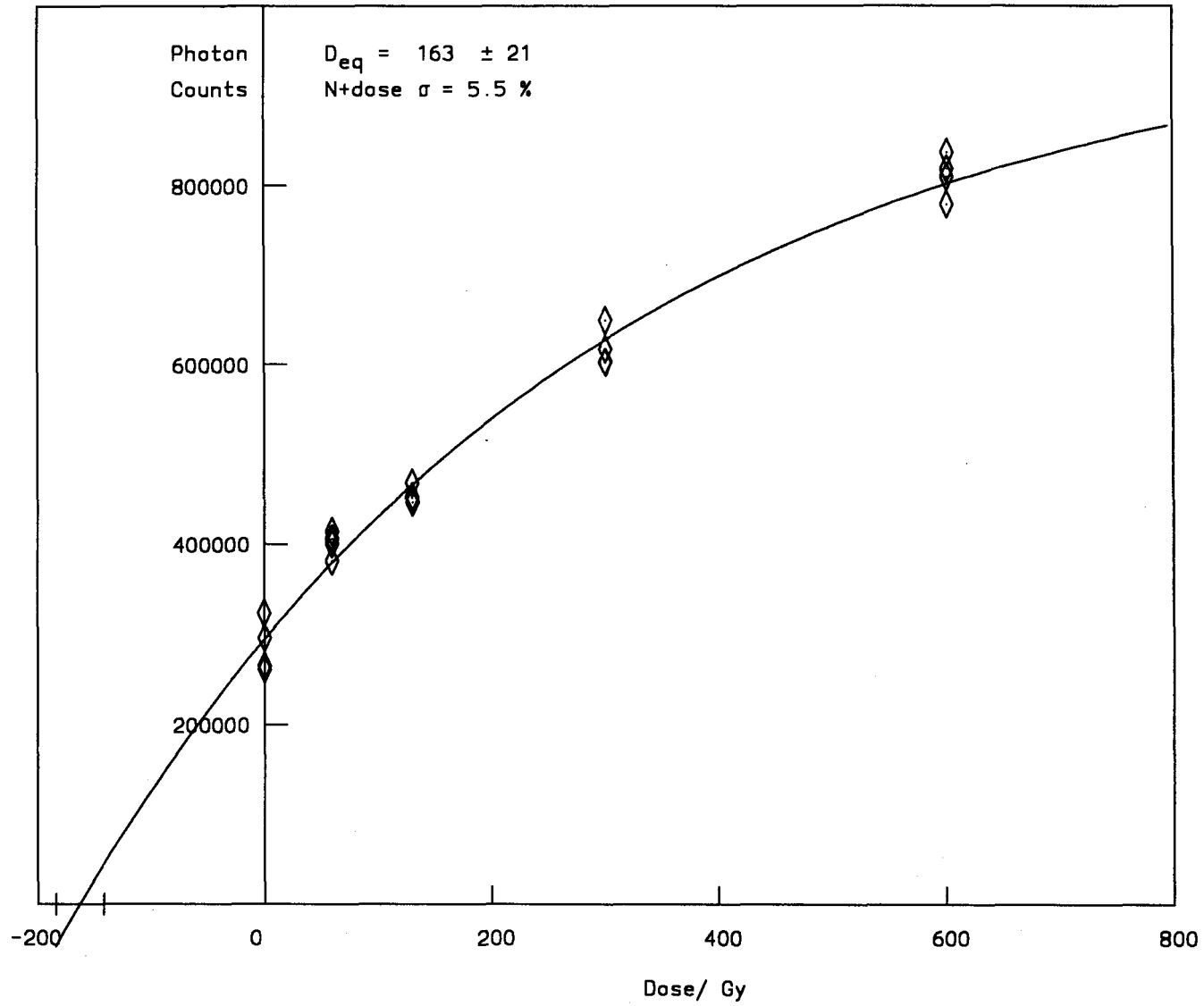
UQAM

TH3B



UQAM

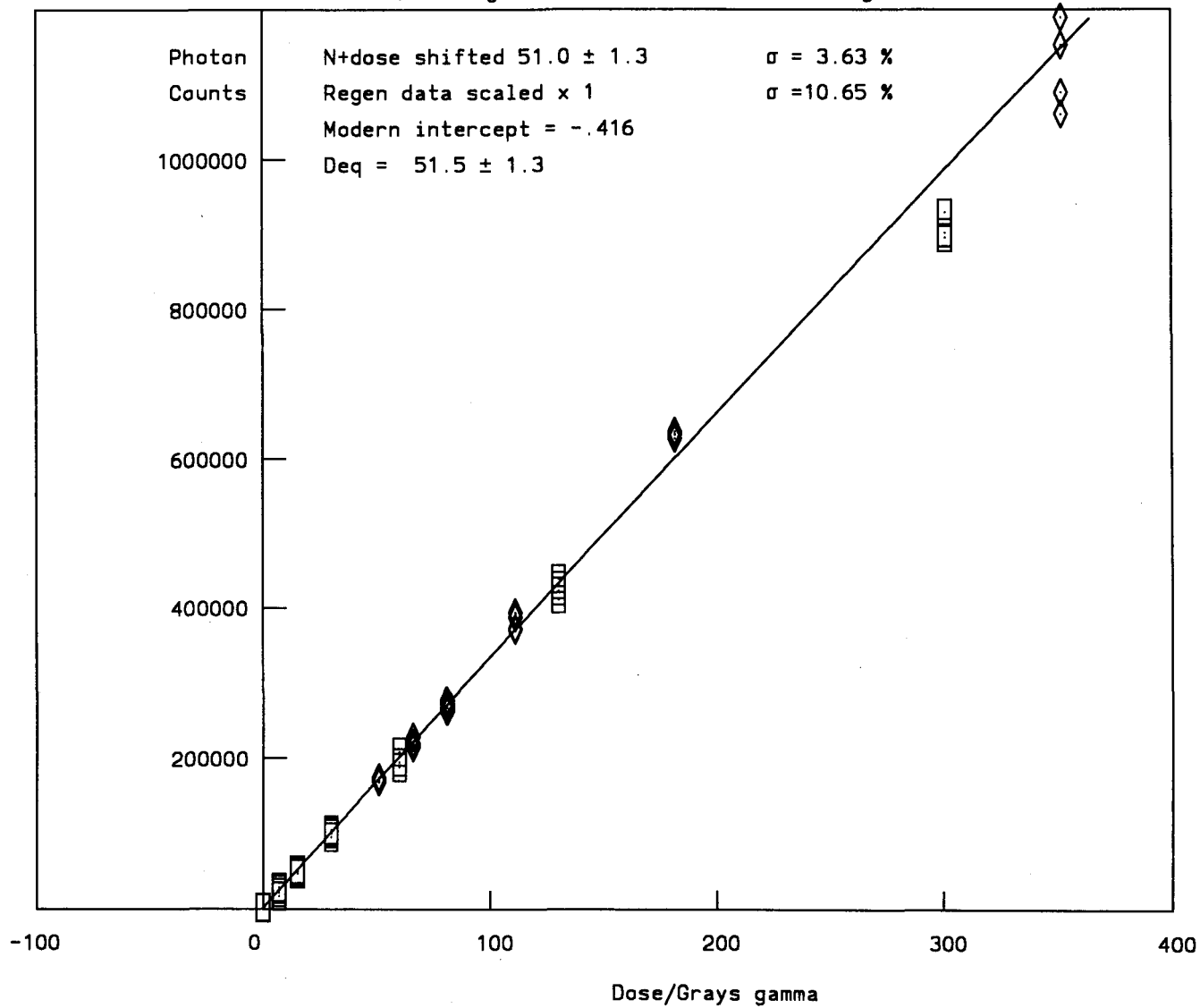
TH3B



UQAM

TH5

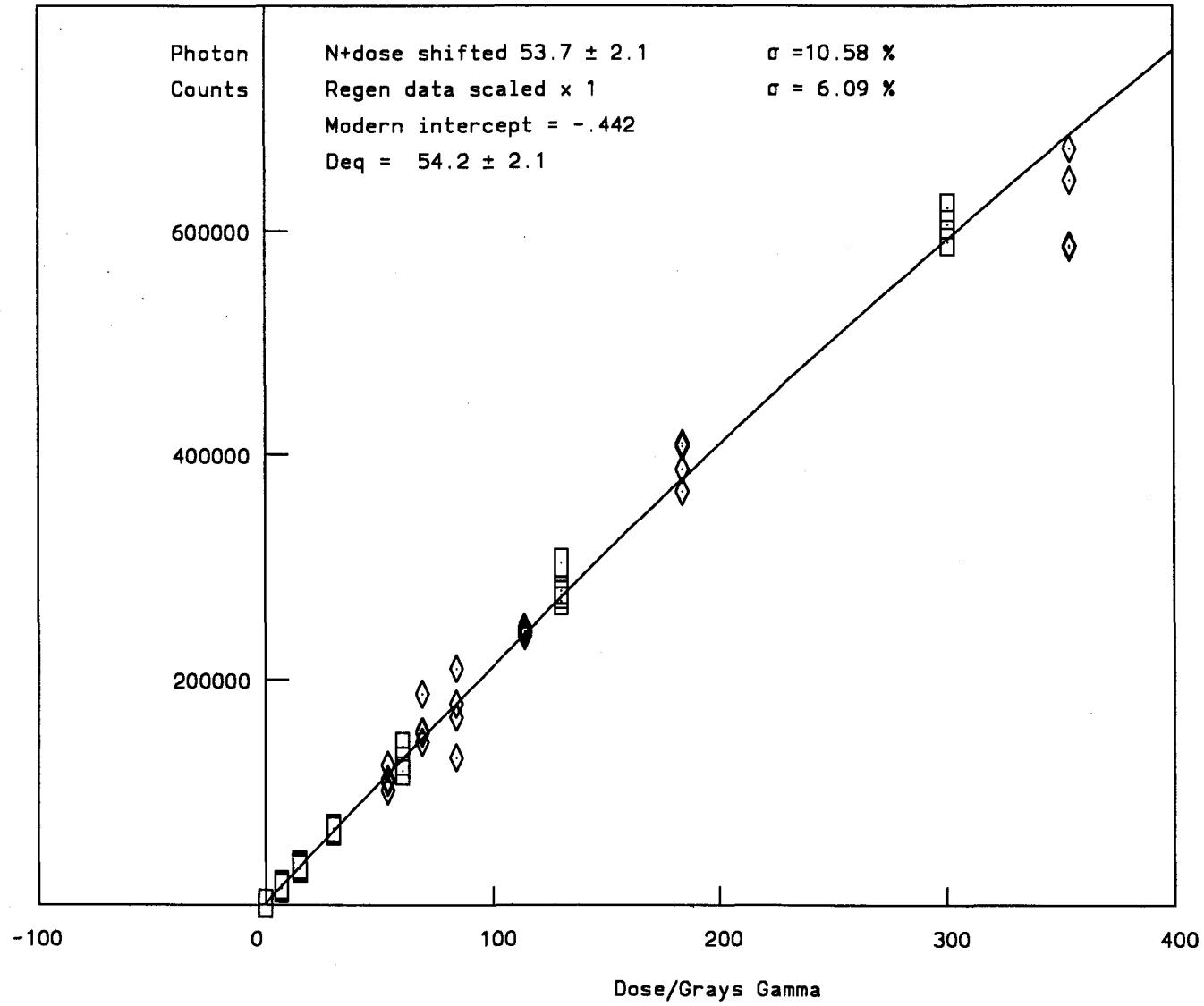
IRSL BG39;Corning759 filters 125-150 microns grains



UQAM

TH5

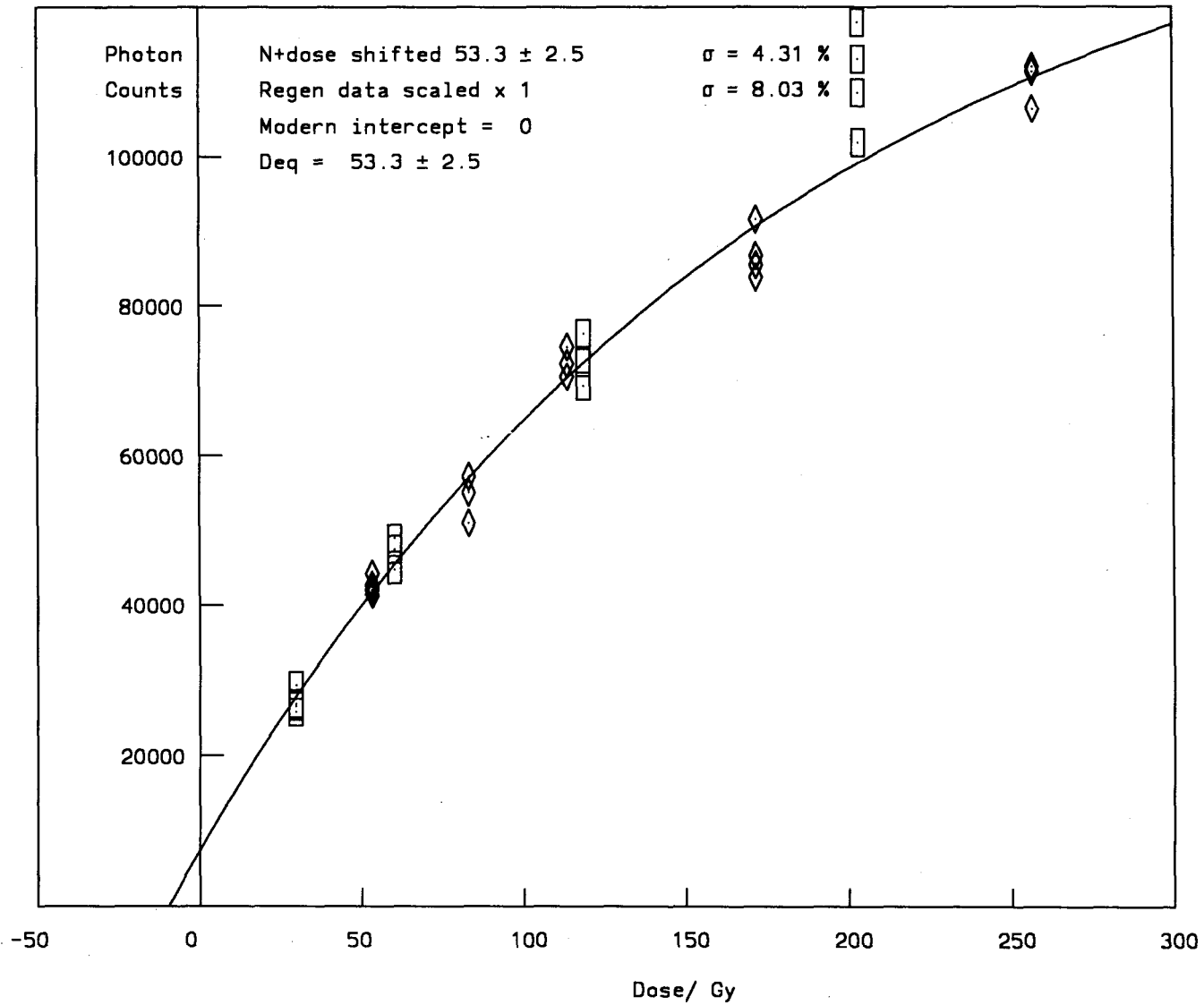
IR BG-39\Corning7-59 filters 125-150 microns grains



UQAM

TH8QSL2

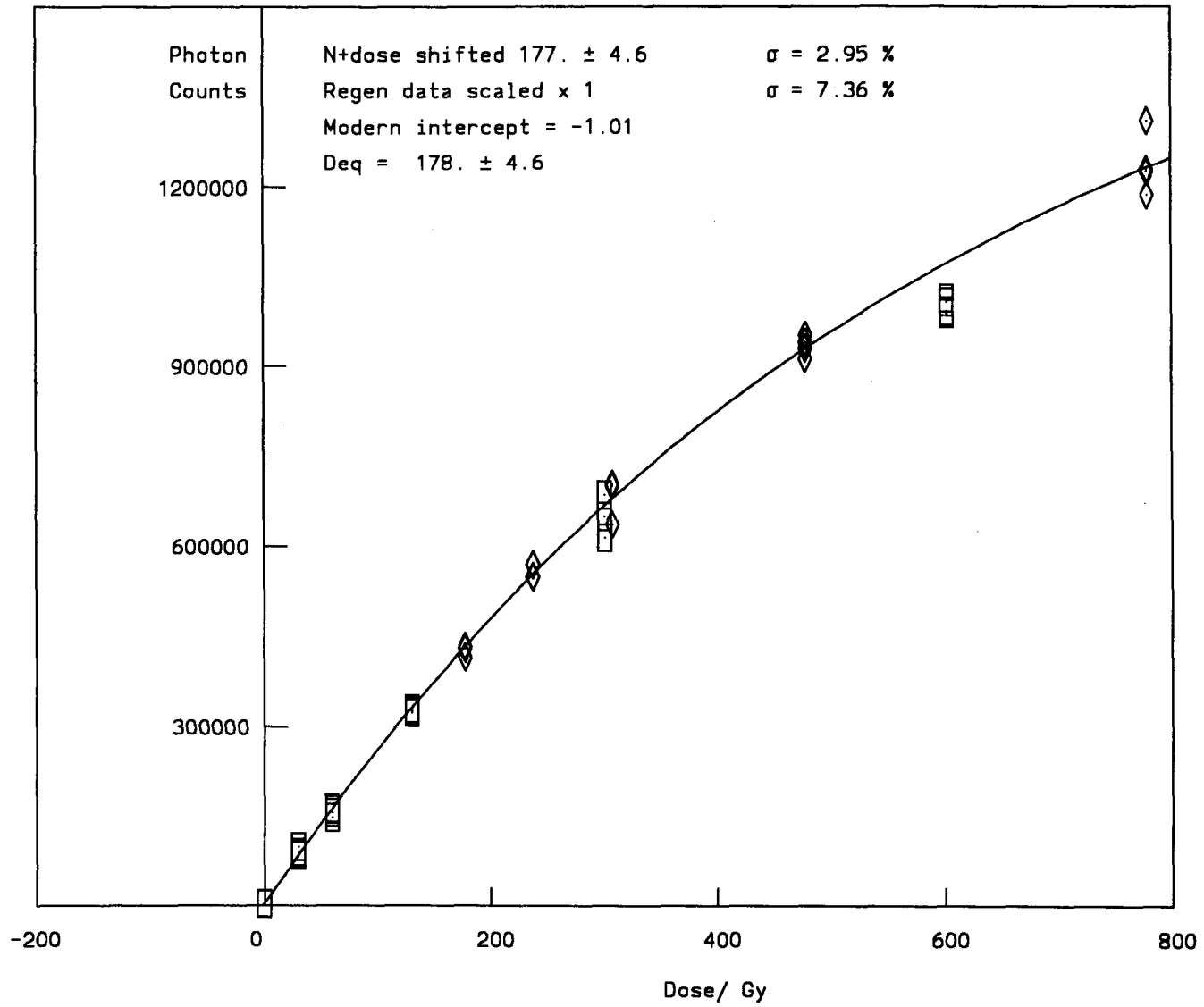
quartz



UQAM

TH3B

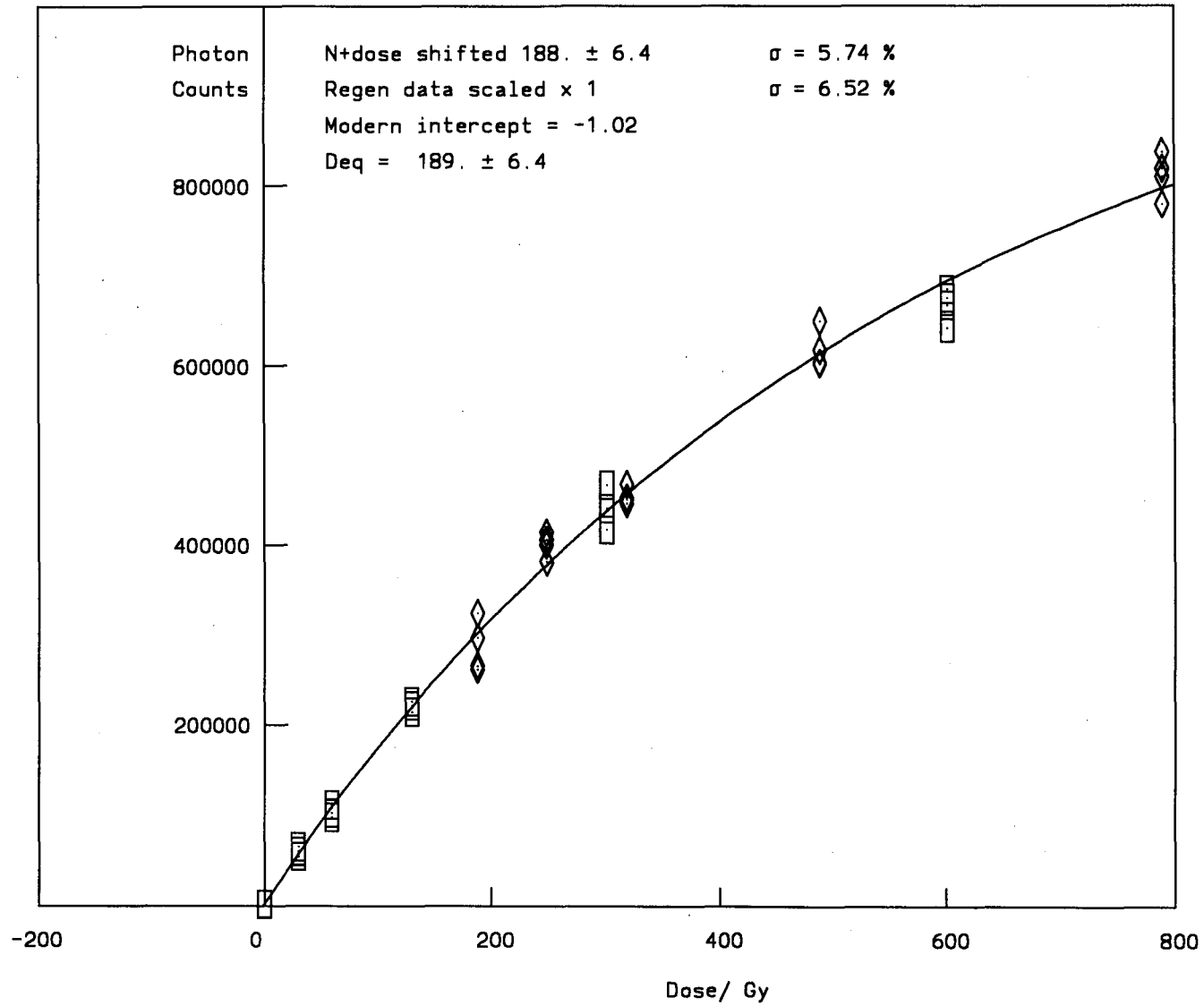
FK



UQAM

TH3B

FK



UQAM

ANNEXE 2

**EXEMPLES DE COURBES DE CROISSANCE DE FELDSPATHS DES COUPES
TAH, LA ROSA NEGRA ET MALA OBTENUES AVEC LA MÉTHODE SAAD**

Coupe Tah :

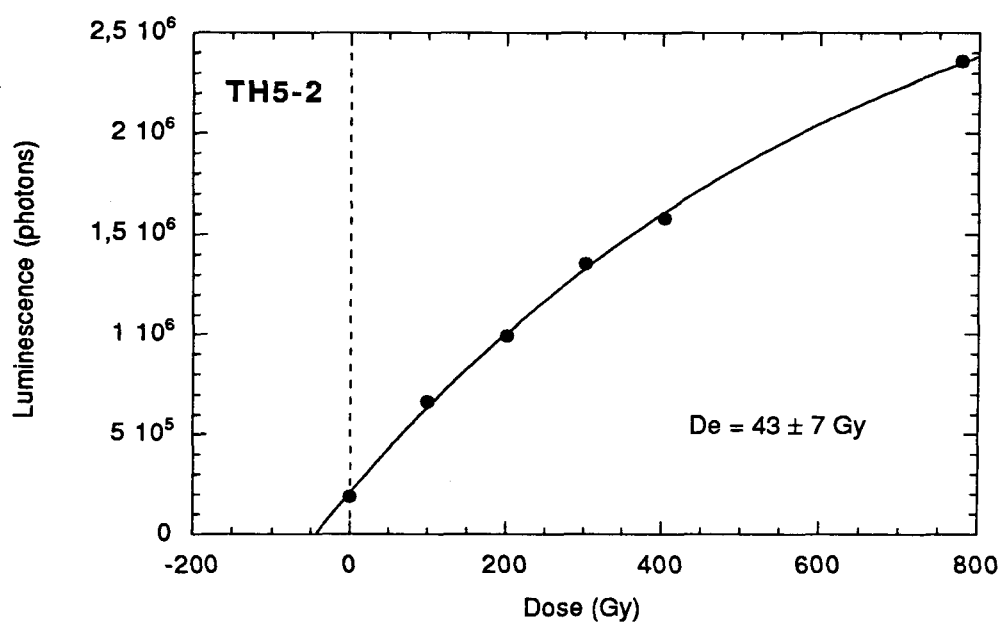
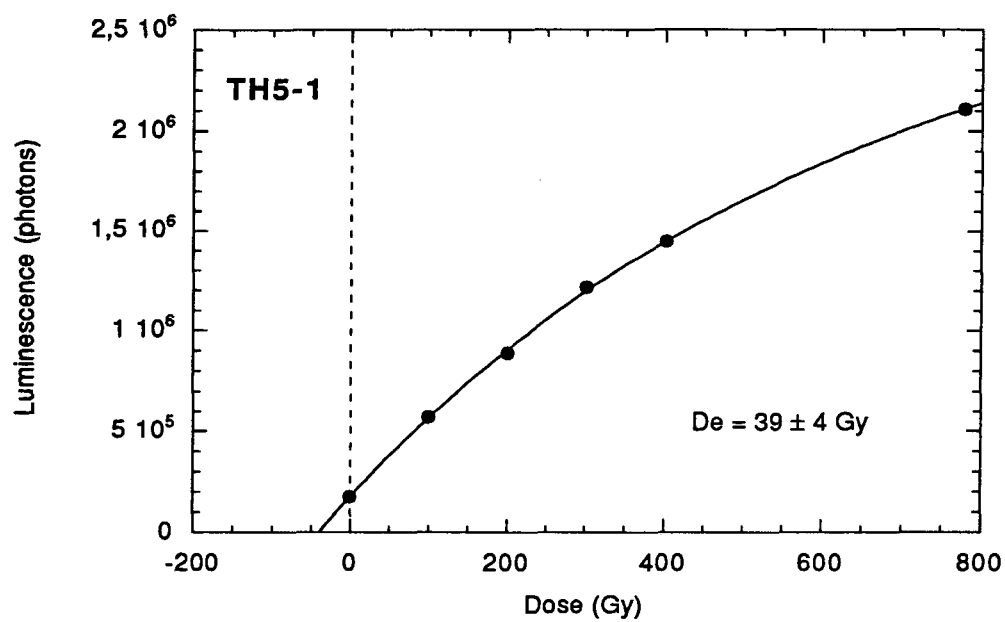
- Echantillon TH5 : Felspaths. Préchauffe de 220°C 10 minutes sur le système Daybreak – aliquotes 1 et 2. normalisé au naturel	197
- Echantillon TH5 : Felspaths. Préchauffe de 220°C 10 minutes sur le système Daybreak – aliquotes 3 et 4. normalisé au naturel	198

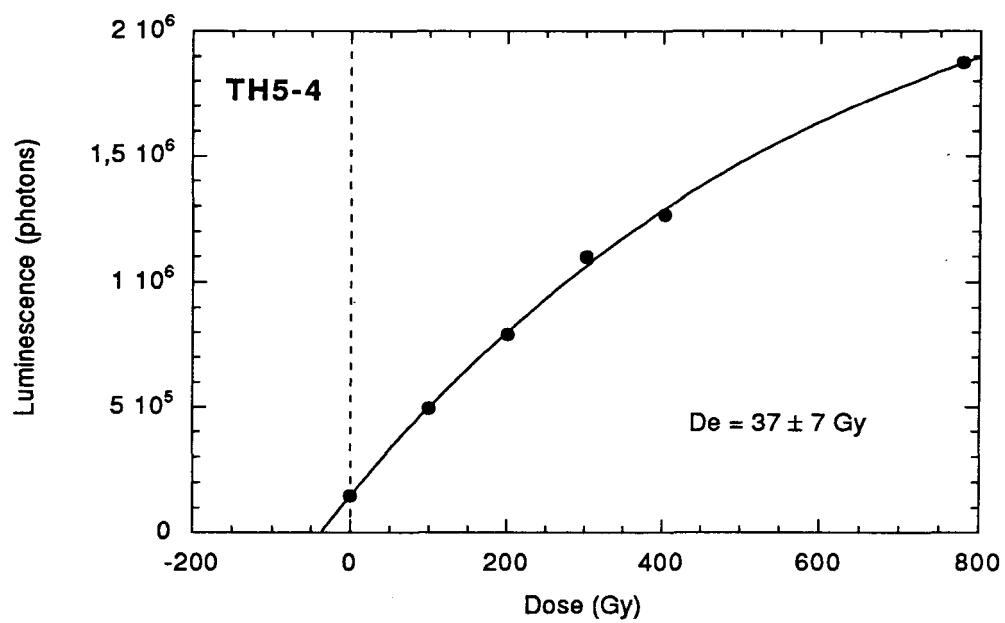
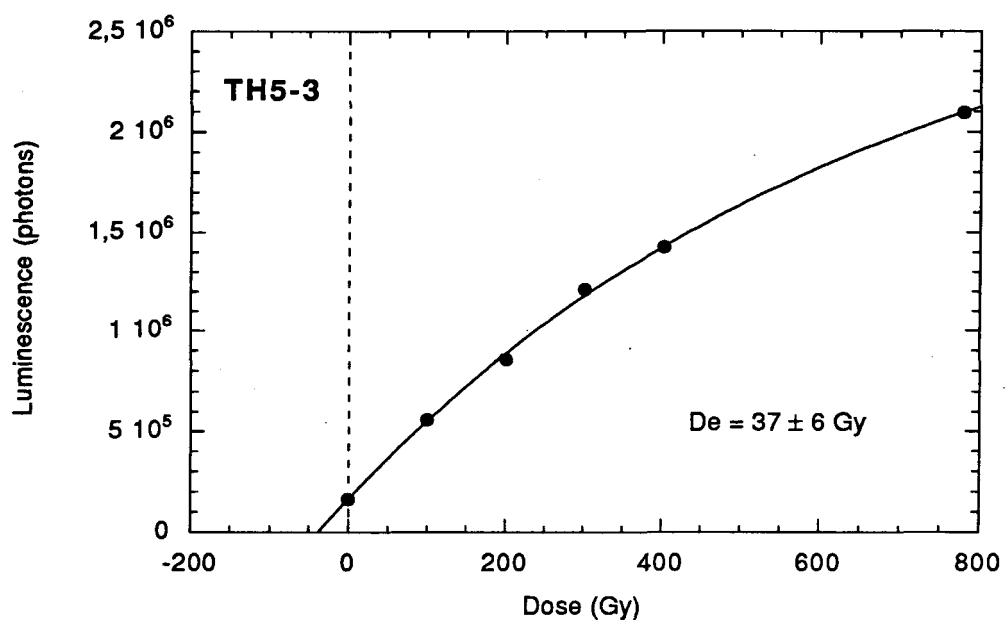
Coupe de la Rosa Negra :

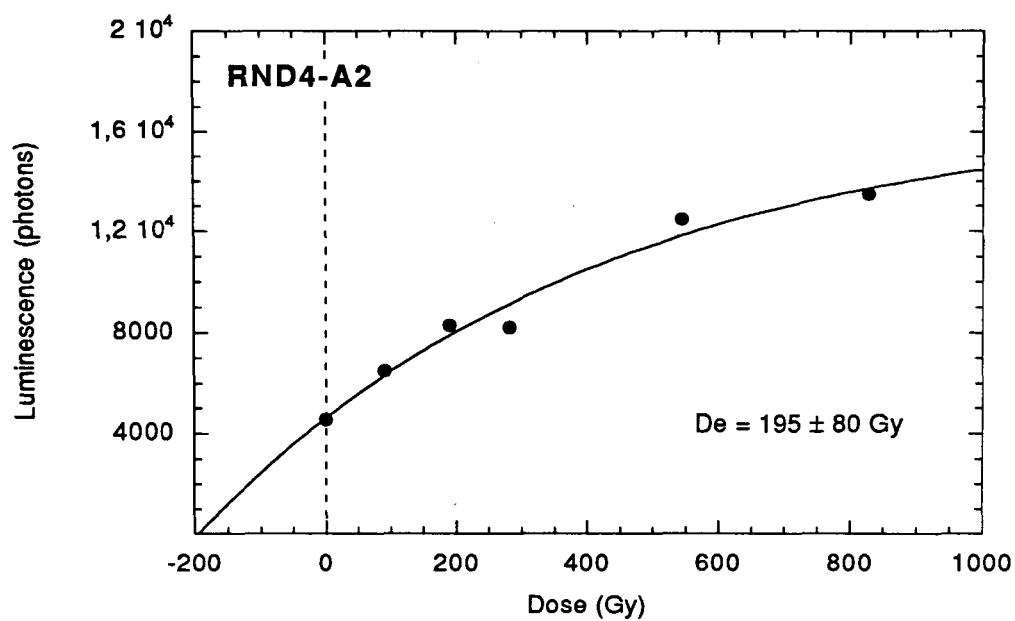
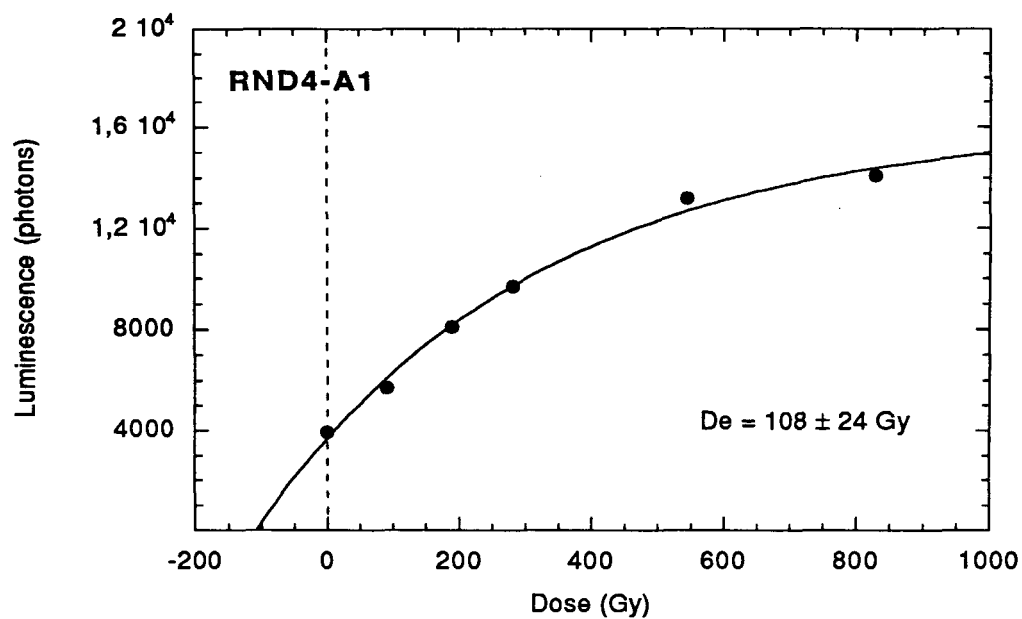
- Echantillon RND4 : Felspaths. Préchauffe de 220°C 10 minutes dans un four- aliquotes 1 et 2. normalisé au naturel	199
- Echantillon RND4 : Felspaths. Préchauffe de 220°C 10 minutes dans un four- aliquotes 3 et 4. normalisé au naturel	200
- Echantillon RND4 : Felspaths. Préchauffe de 220°C 10 minutes sur le système Daybreak – aliquotes 1 et 2. normalisé au naturel	201
- Echantillon RND4 : Felspaths. Préchauffe de 220°C 10 minutes sur le système Daybreak – aliquotes 3 et 4. normalisé au naturel	202
- Echantillon RNB1 : Felspaths. Préchauffe de 220°C 10 minutes dans un four- aliquotes 1 et 2. normalisé au naturel	203
- Echantillon RNB1 : Felspaths. Préchauffe de 220°C 10 minutes dans un four- aliquotes 3 et 4. normalisé au naturel	204
- Echantillon RNB1 : Felspaths. Préchauffe de 220°C 10 minutes sur le système Daybreak – aliquotes 1 et 2. normalisé au naturel	205
- Echantillon RNB1 : Felspaths. Préchauffe de 220°C 10 minutes sur le système Daybreak – aliquotes 3 et 4. normalisé au naturel	206

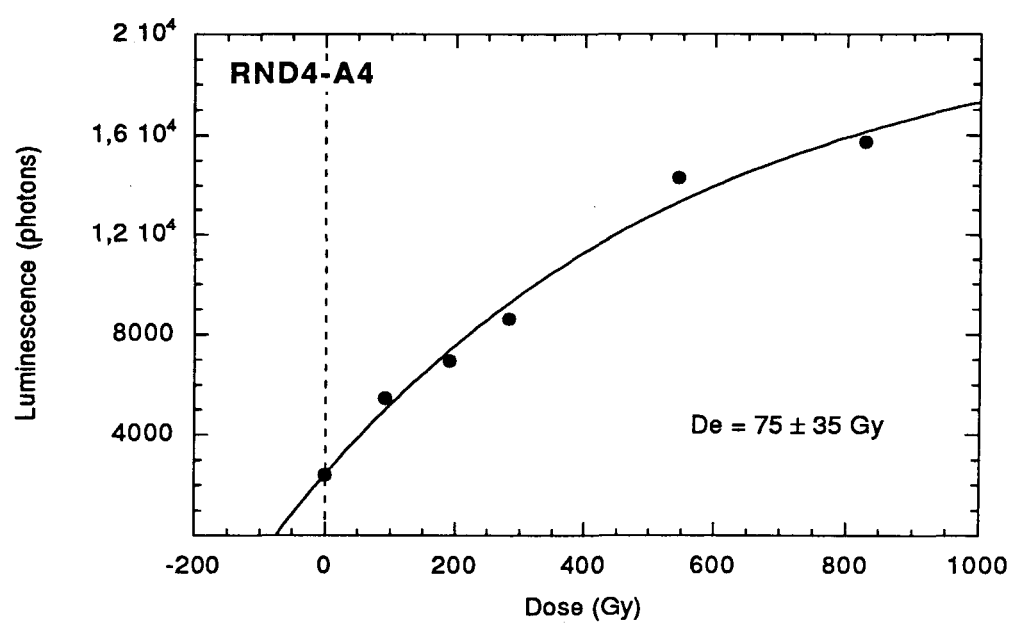
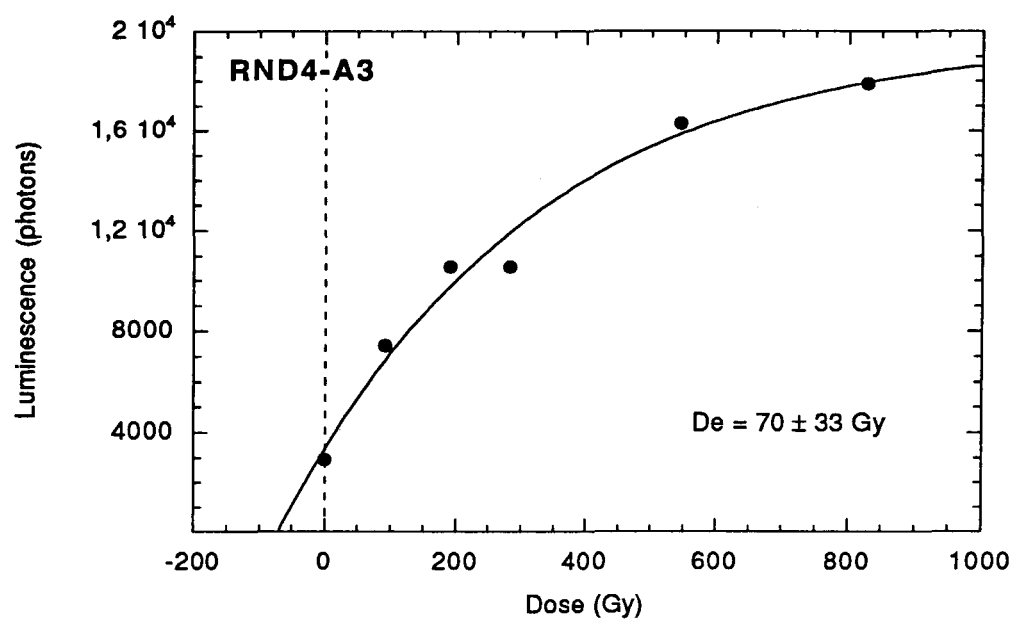
Coupe Mala :

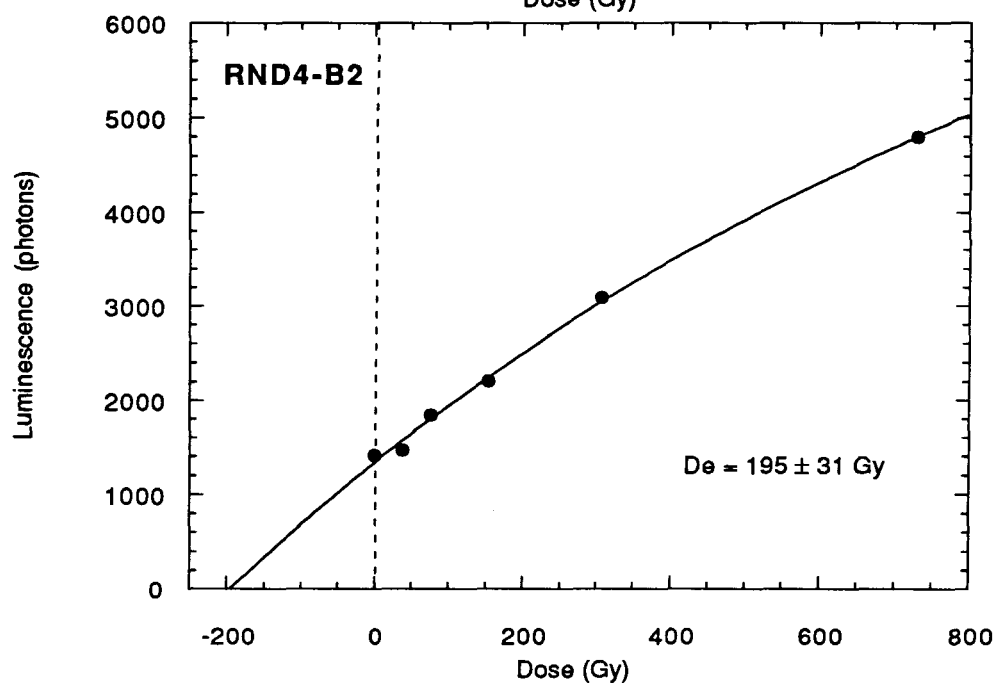
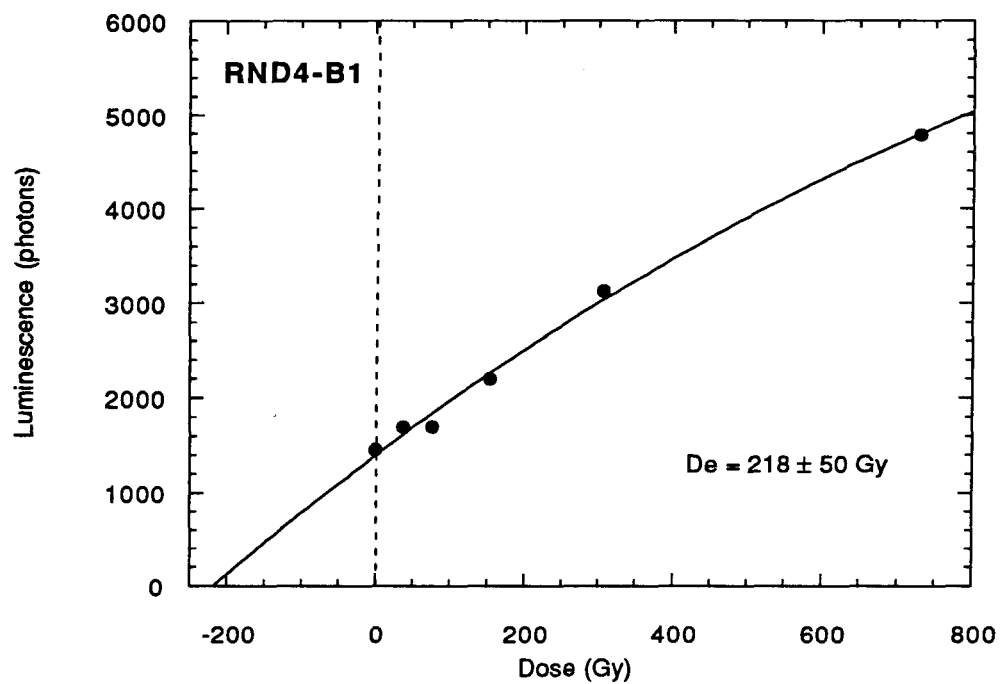
- Echantillon LMB3 : Felspaths. Préchauffe de 220°C 10 minutes dans un four- aliquotes 1 et 2. normalisé au naturel	207
- Echantillon LMB3 : Felspaths. Préchauffe de 220°C 10 minutes dans un four- aliquotes 3 et 4. normalisé au naturel	208
- Echantillon LMB3 : Felspaths. Préchauffe de 220°C 10 minutes sur le système Daybreak – aliquotes 1 et 2. normalisé au naturel	209
- Echantillon LMB3 : Felspaths. Préchauffe de 220°C 10 minutes sur le système Daybreak – aliquotes 3 et 4. normalisé au naturel	210

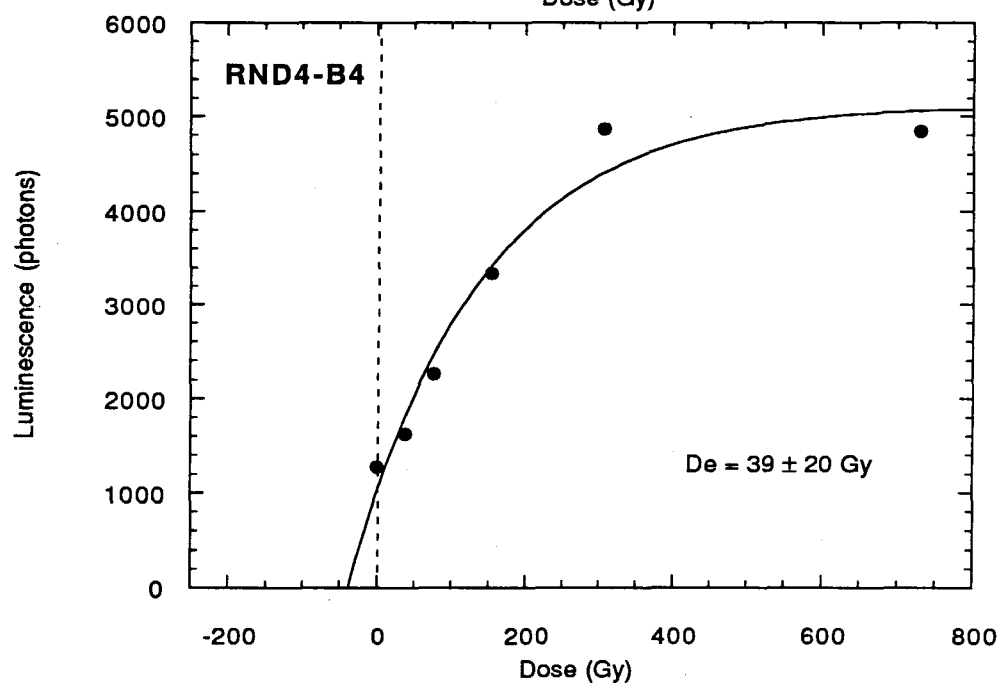
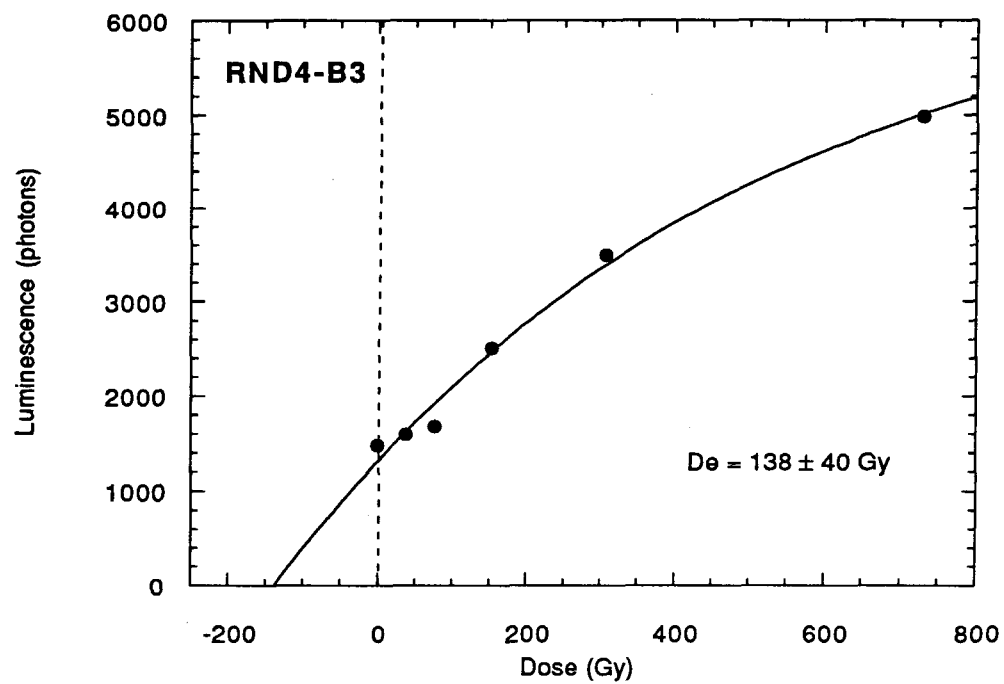


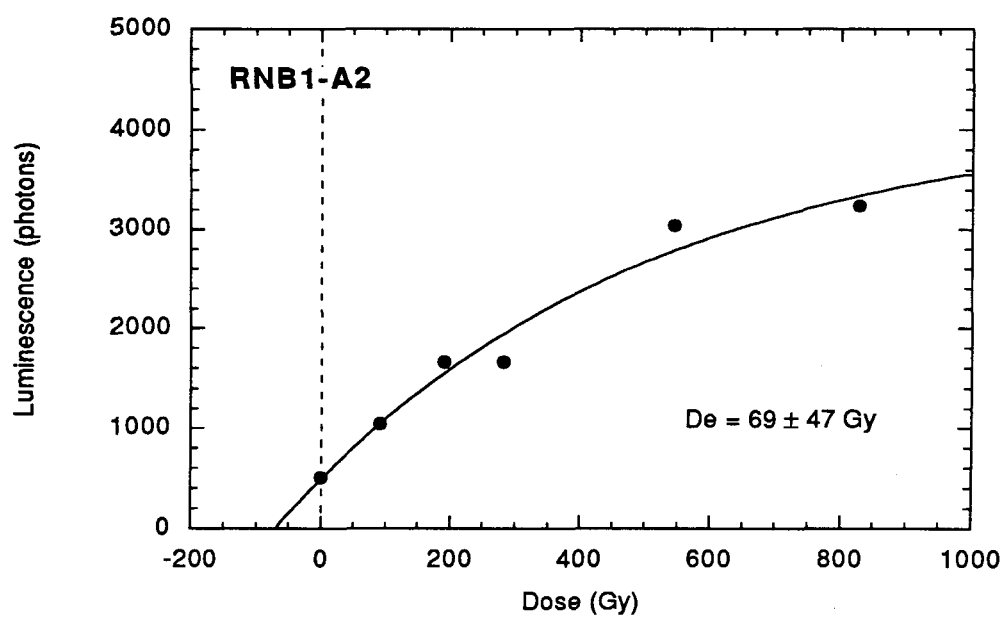
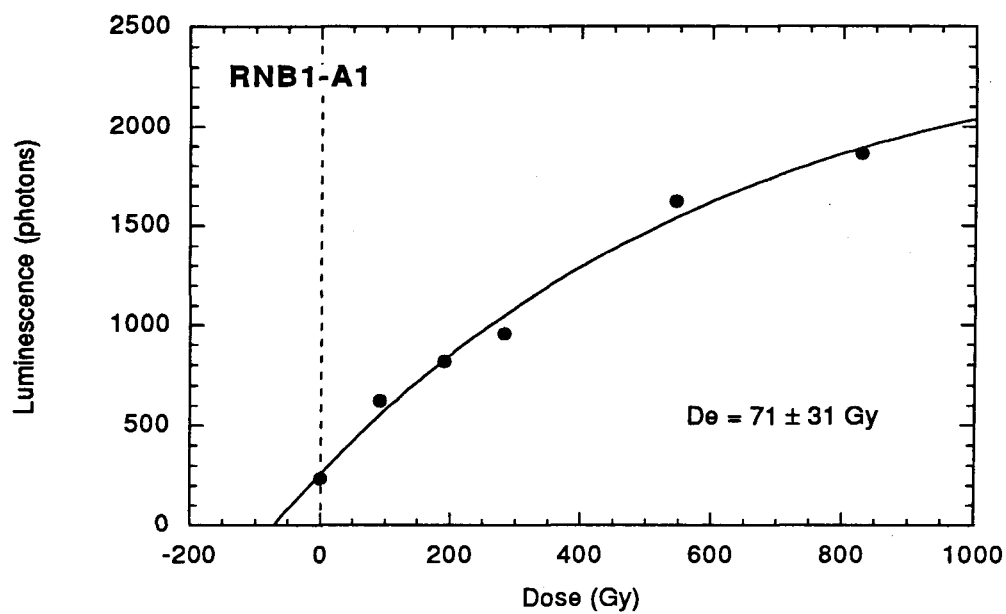


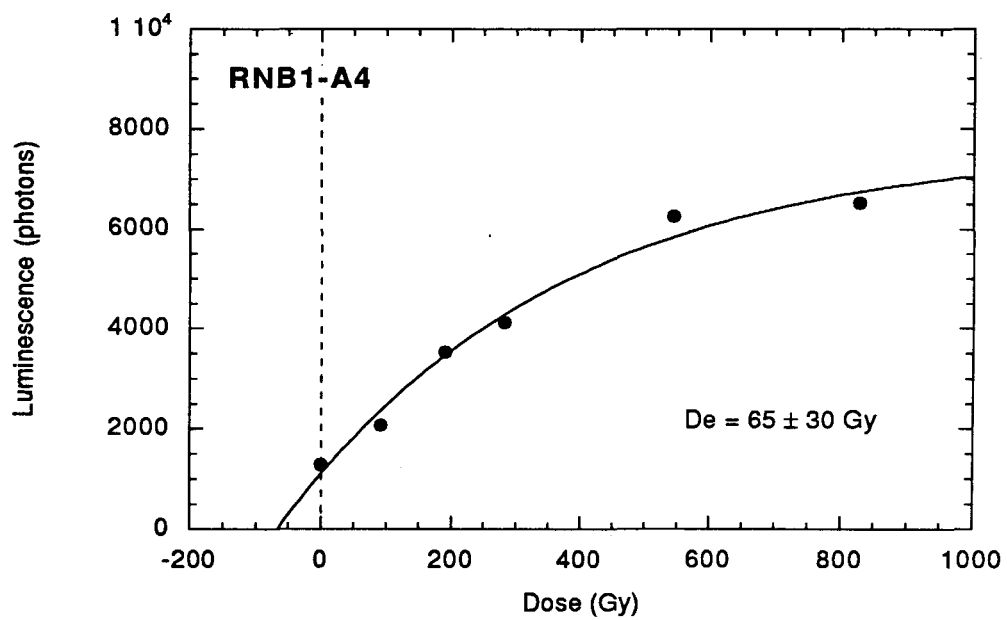
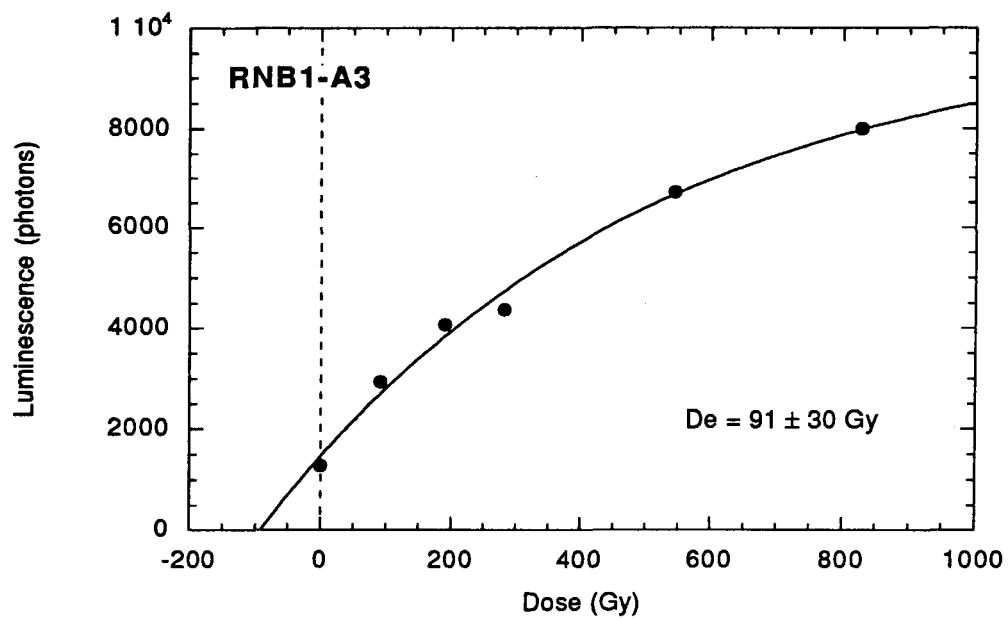


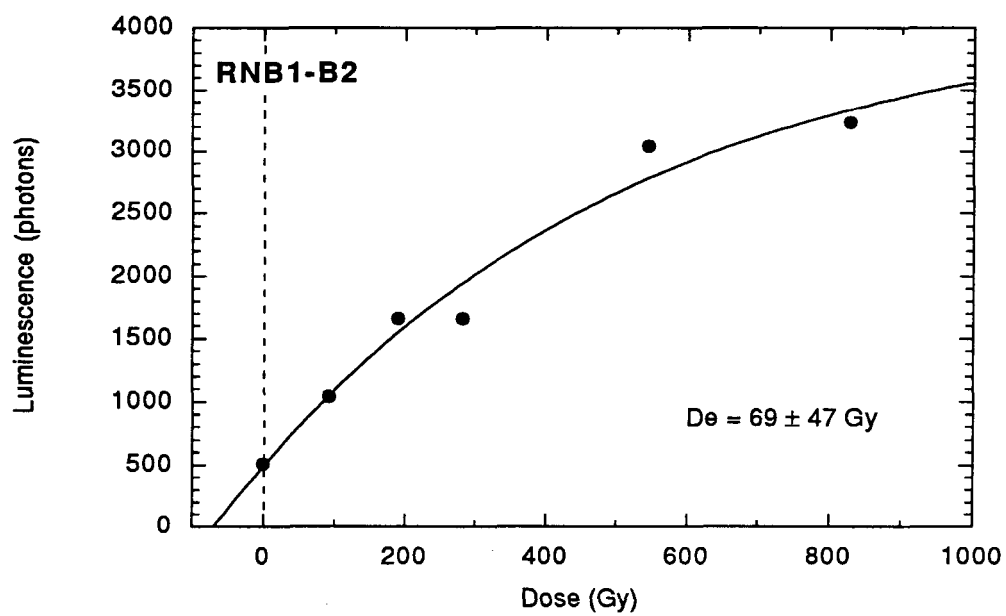
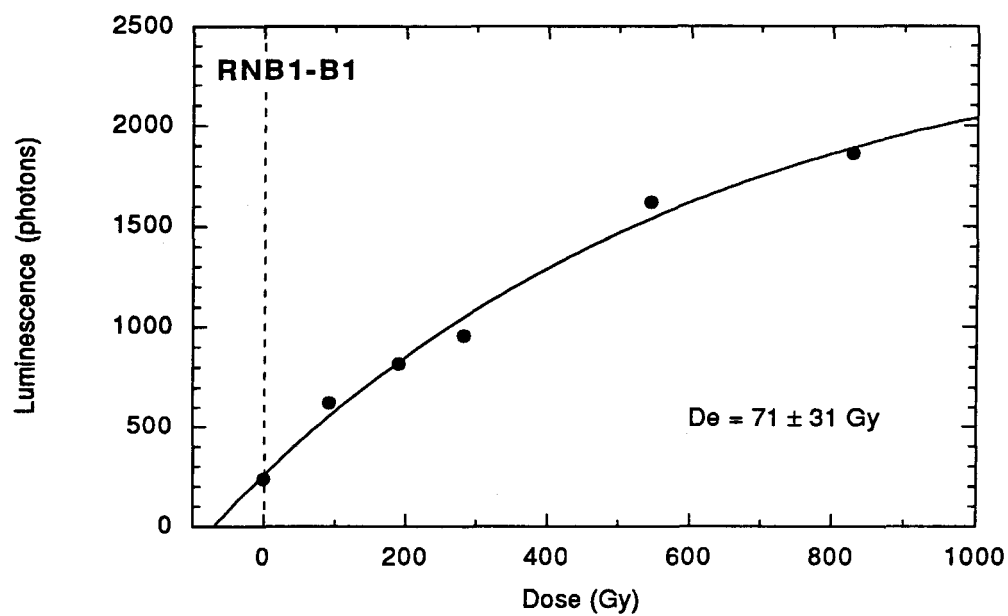


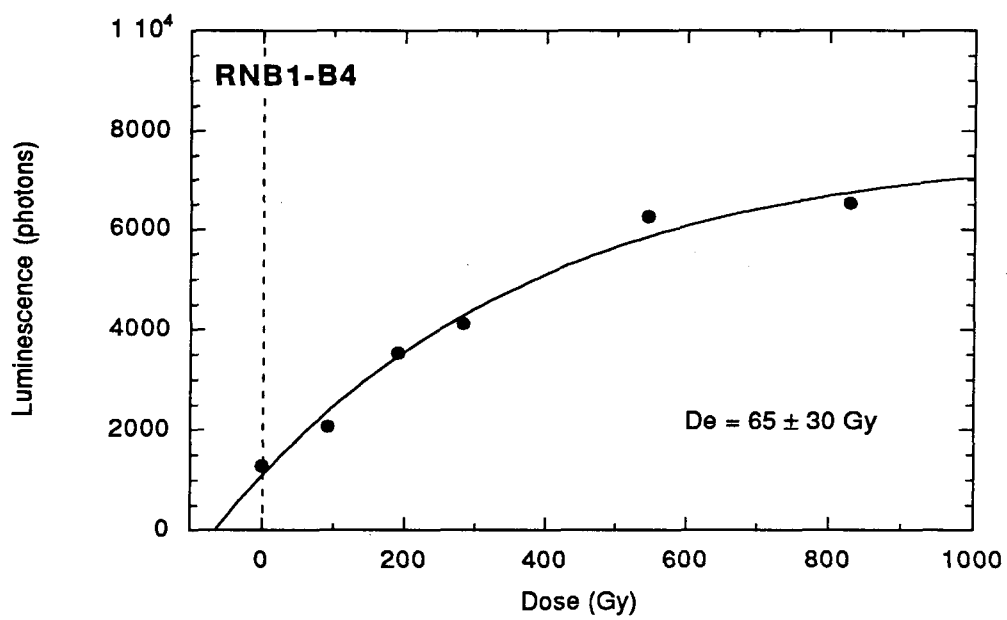
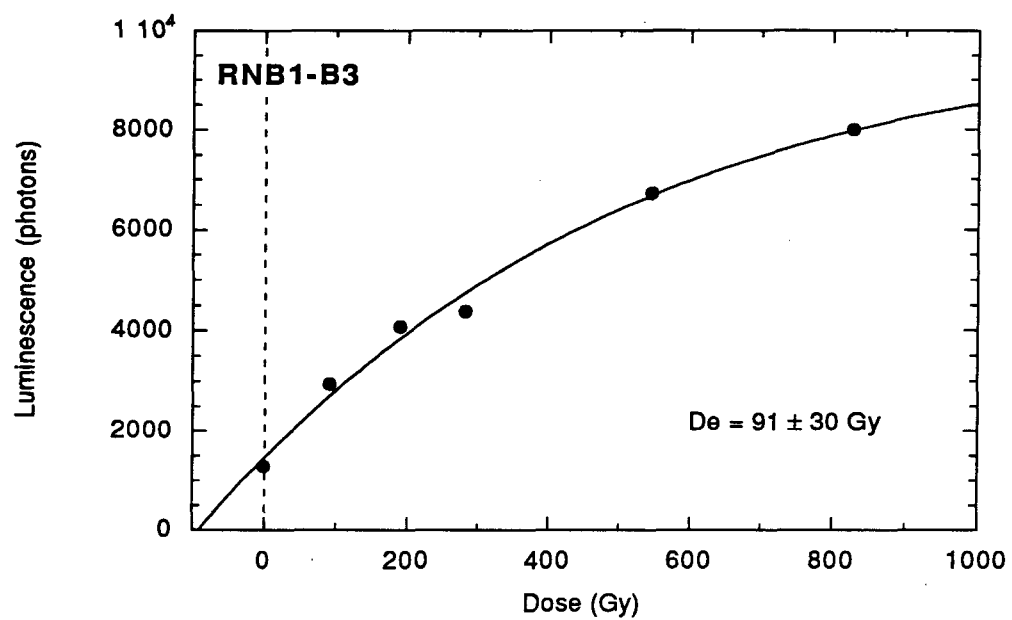


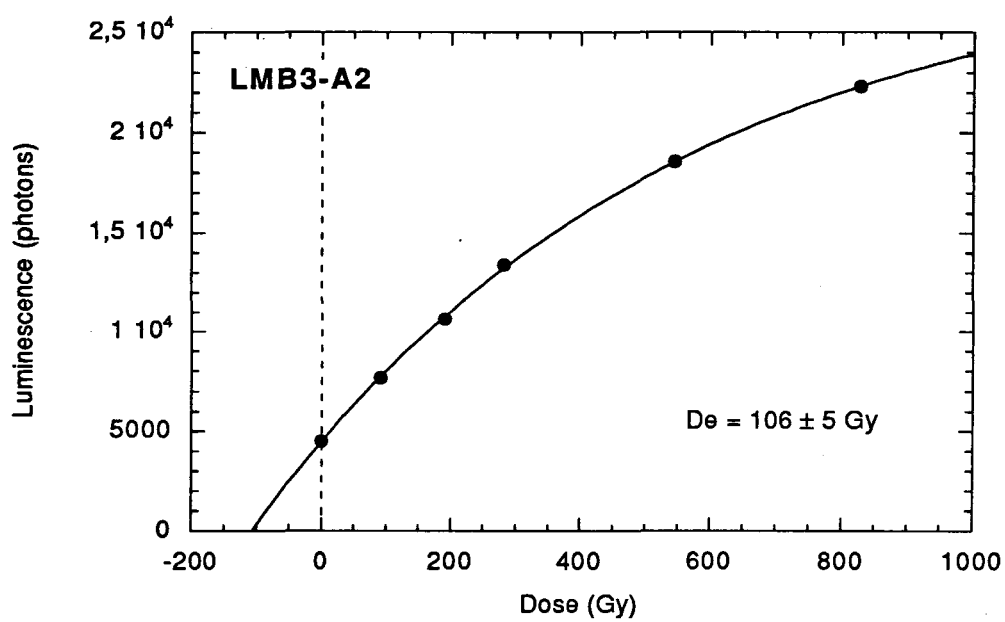
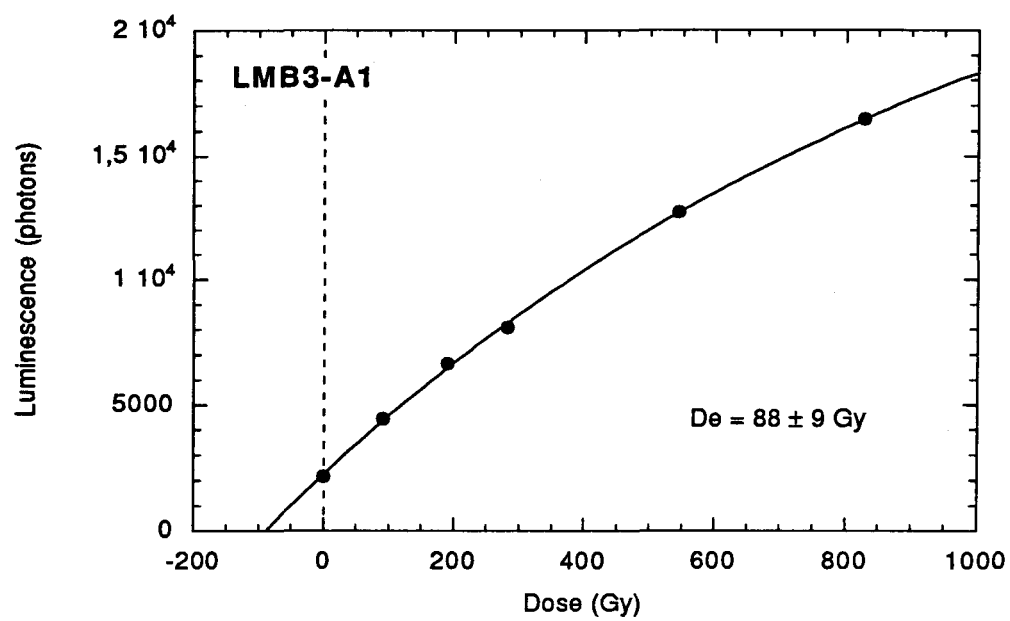


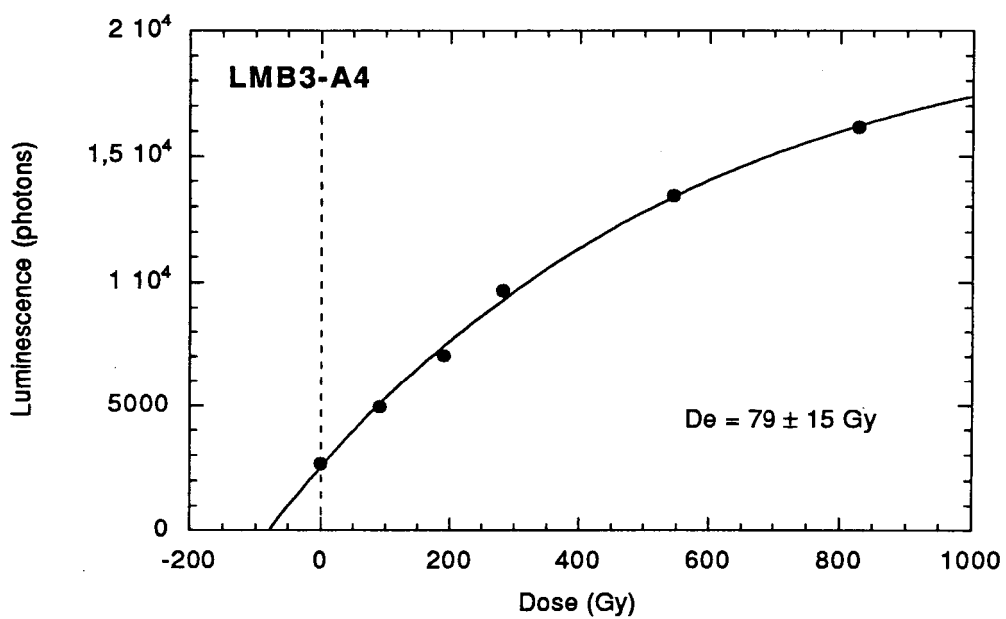
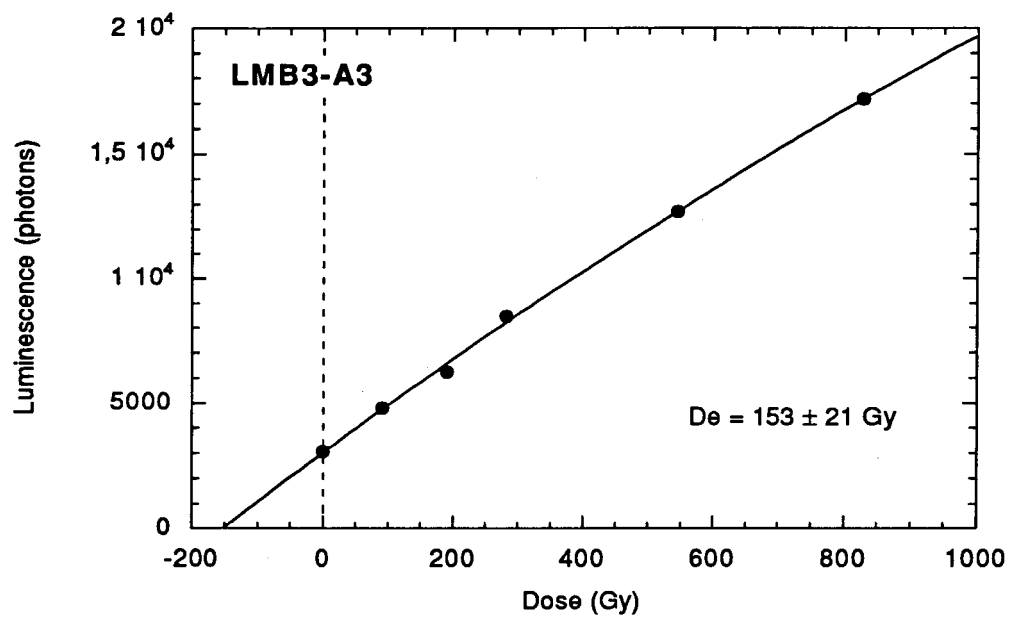


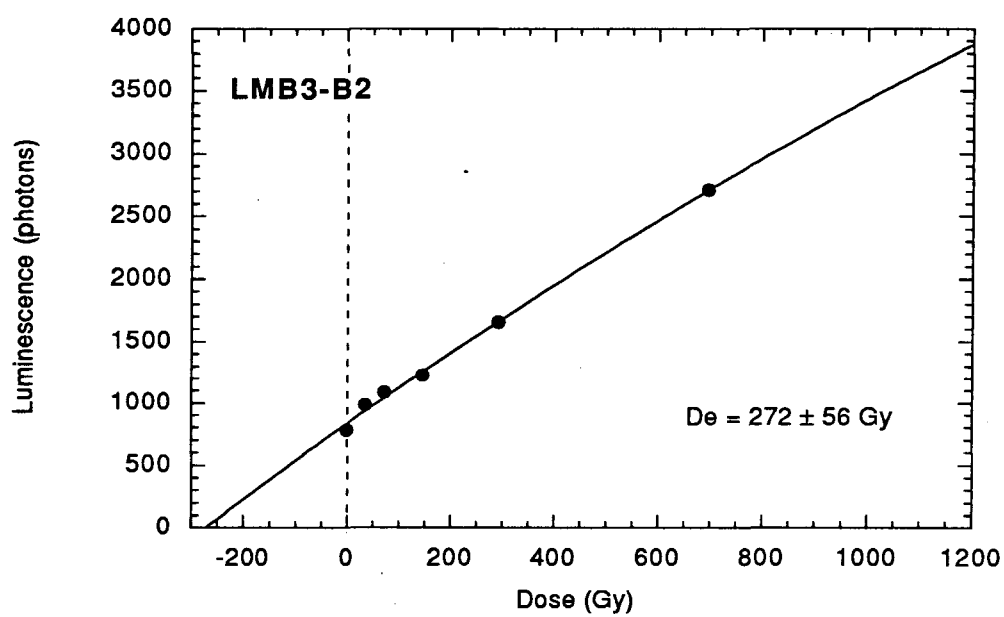
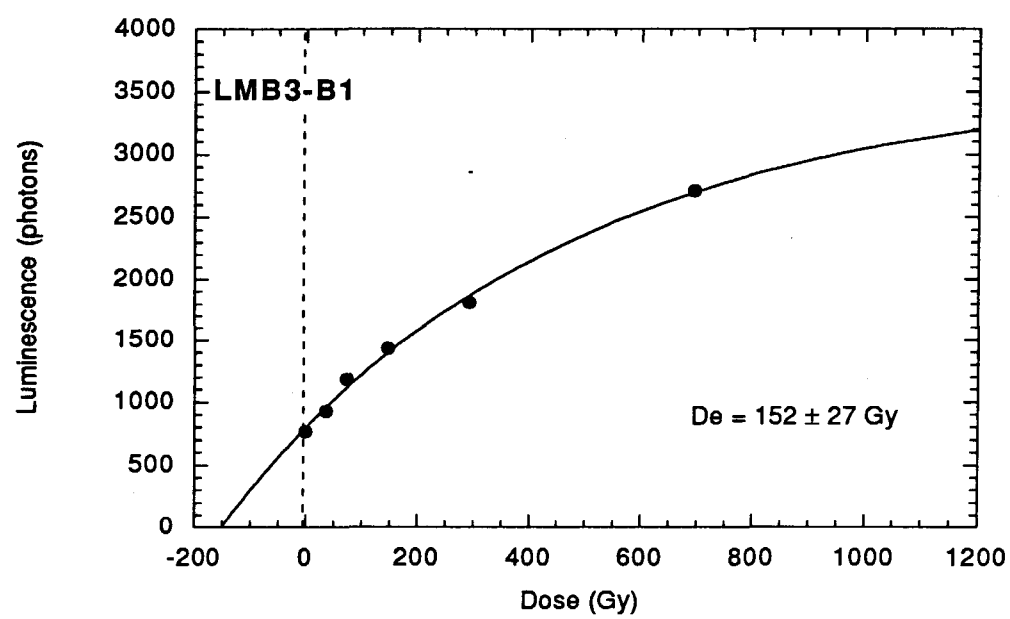


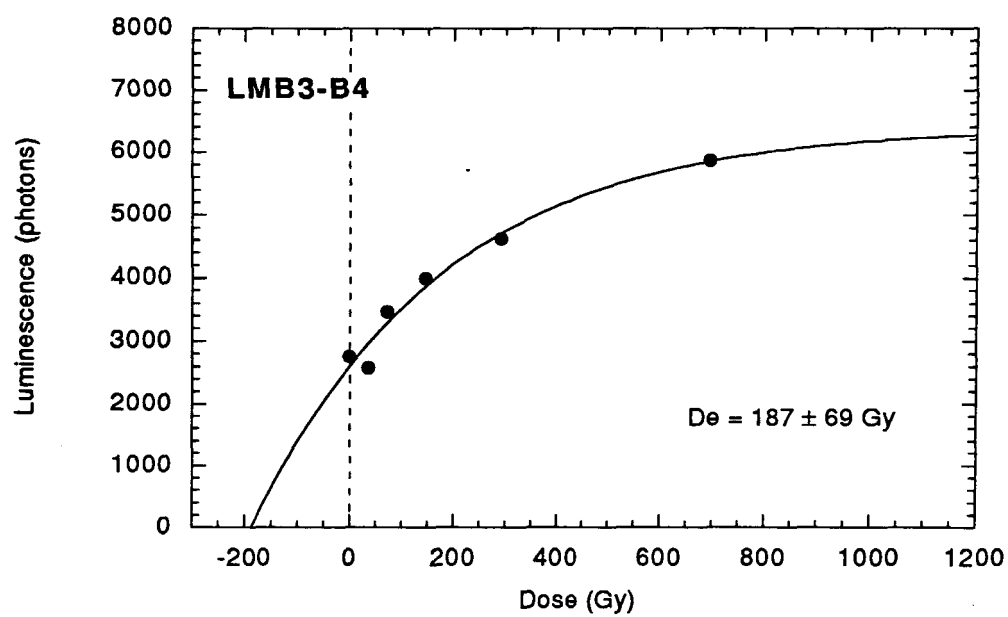
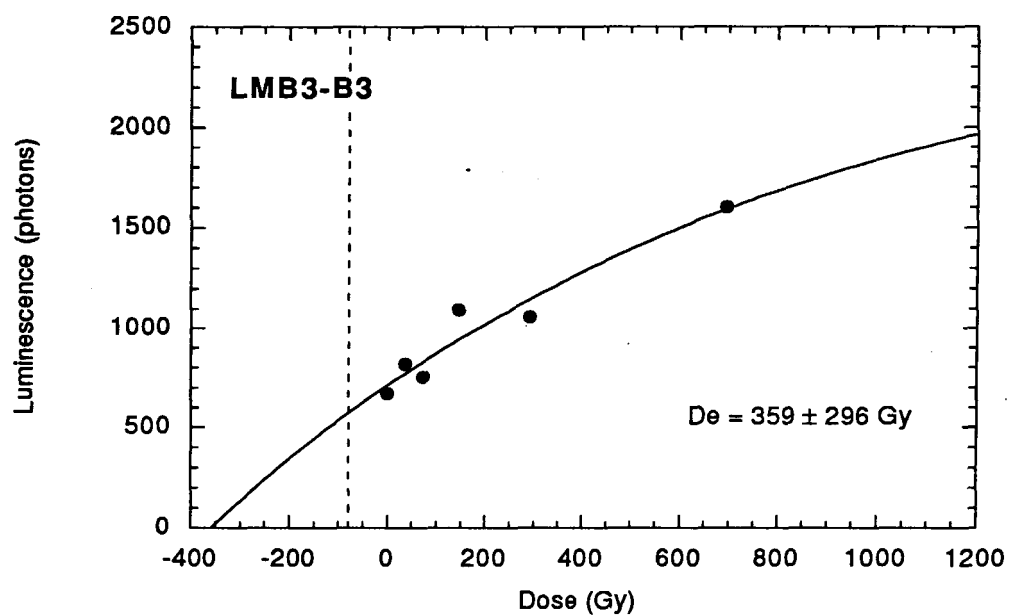












ANNEXE 3

RÉSULTATS PRÉLIMINAIRES SUR LA LUMINESCENCE DE L'OLIVINE

Sommaire des résultats sur la luminescence de l'olivine.....	213
Figure A3-1: Réponse à une stimulation IRSL de 100 secondes de coupelles de 20 mg d'olivine irradiées par une source bêta (graphe du haut). La moitié des aliquotes est préchauffée 5 heures à 160°C. Courbe de croissance obtenue (graphe du bas)	219
Figure A3-2: Réponse à une stimulation TL de coupelles de 20 mg d'olivine irradiées par une source bêta (graphe du haut). Le taux de chauffe R est de 2°C/sec. La moitié des aliquotes est préchauffée 5 heures à 160°C. Courbe de croissance obtenue (graphe du bas).	220
Figure A3-3: Réponse à une stimulation IRSL de 100 secondes (graphe du haut) et à une stimulation TL (R=2°C/sec - graphe du bas). Coupelles de 20 mg d'olivine irradiée par une source gamma dans des capsules en plastique. La moitié des aliquotes est préchauffée 5 heures à 160°C.	221
Figure A3-4: IRSL différente d'olivine irradiée 140 Gy gamma dans une capsule de plastique ou dans un porte-échantillon en aluminium. Stimulation de 100 secondes.	222
Figure A3-5: Test de préchauffe.	223
Figure A3-6: Test de saturation de l'olivine. Coupelles de 20 mg préchauffées 8 heures à 160°C. Réponse IRSL et TL à des doses gamma croissantes de 21 à 1774 Gy. Normalisation après dose	224
Figure A3-7: Représentation de l'IRSL en fonction de la TL (pic 310 °C).	225
Figure A3-8: Test de fading. Pour les disques non préchauffés (rond et losange), le fading thermique peut induire une contribution de phosphorescence.....	226
Figure A3-9: <i>Dose recovery</i> : Essai de détermination d'une dose administrée de 427 Gy après un délai de deux ans et demi.	227
Figure A3-10: Réponse de l'olivine à différentes stimulations (IRSL et GSL). Récupération du signal dans différentes longueurs d'ondes (bleu- vert- UV).	228

Sommaire

Aux Iles Canaries, certains échantillons extrêmement carbonatés n'ont pas permis l'extraction des minéraux utilisés conventionnellement en OSL en l'occurrence les quartz et les feldspaths. L'observation à la loupe binoculaire des résidus noirâtres peu ou pas luminescents a montré la présence d'un minéral vert translucide qui s'est révélé être de l'olivine. Cette identification fut confirmée par l'analyse aux rayons X. Ce minéral qui avait été au contact de la lumière a été irradié et stimulé optiquement. Il était luminescent. L'olivine est un nésosilicate de formule générale $(\text{Mg,Fe})_2 \text{SiO}_4$ qui forme une série continue entre la fayalite Fe_2SiO_4 de densité 4.39 g/cm^3 et la forstérite Mg_2SiO_4 de densité 3.27 g/cm^3 . Sa séparation densimétrique est difficile à faire avec du polytungstate de sodium dont la densité dépasse difficilement 2.9 g/cm^3 . La concentration densimétrique n'a pas fourni des quantités suffisantes pour faire une étude détaillée des propriétés d'OSL de l'olivine. De l'olivine achetée à Lanzarote est alors utilisée pour faire différents tests. Elle est concassée puis tamisée. La taille des grains choisie est de 150-212 μm .

Quelques tentatives d'utilisation de l'olivine en luminescence sont sommairement présentées dans cette annexe

Stimulation IRSL et TL sur des coupelles irradiées avec la source gamma ou bêta

Tout d'abord, le signal de luminescence a été mesuré. Des coupelles de 20 mg d'olivine ont été irradiées à l'aide d'une source bêta pour différents temps. Les aliquotes paires ont subi une préchauffe de 5 heures à 160°C tandis que les impairs n'ont pas été préchauffées. Elles ont ensuite été stimulées 100 secondes par IRSL. Le signal émis

apparaît sur la figure A3-1. La courbe de croissance obtenue montre effectivement une augmentation de la réponse IRSL en fonction de la dose reçue. Ces mêmes coupelles ont été stimulées thermiquement par thermoluminescence (TL). La thermoluminescence émise en fonction de la température de chauffe donne lieu à une courbe TL ou « *glow curve* » qui apparaît dans la figure A3-2. Pour les aliquotes non préchauffées, le pic principal est à 175°C et un épaulement apparaît entre 300-310 °C. Pour les aliquotes préchauffées seul le pic à 300-310°C apparaît. La courbe de croissance obtenue en utilisant le pic 310°C pour toutes les aliquotes (préchauffées ou non) montre que la thermoluminescence croît en fonction de l'irradiation (Figure A3-2). Le même test a été effectué mais en irradiant cette fois avec une source gamma, les grains d'olivine étant placés dans une capsule en plastique. La réponse était tout à fait aléatoire aussi bien en IRSL et qu'en TL (Figure A3-3). La réponse sous entendait que les grains dans la capsule avaient été irradiés de manière tout à fait inhomogène. Soupçonnant qu'un phénomène de '*build up*' puisse être la source du problème, 140 Gy gamma ont été administrés à des grains dans une capsule en plastique d'une part et dans un porte échantillon en aluminium d'autre part. Comme dans le cas précédent, l'olivine irradiée dans une capsule semble pas ou mal irradiée (Figure A3-4). Les tests suivants ont été effectués avec la source gamma sur des olivines placées en monocouches sur des disques ou libres dans des coupelles, tous disposés dans des porte-échantillons en aluminium.

Préchauffe

Un test a été fait pour essayer de voir quelle est la préchauffe nécessaire pour atteindre un signal stable, soit un plateau (Figure A3-5). N'ayant pas d'aliquote naturelle seule la moyenne des intensités de deux ou trois coupelles de 20 mg irradiées par une source gamma est représentée. Trois coupelles sont irradiées 322 Gy puis préchauffées de 30 à 1200 minutes. Seize autres coupelles dont le matériel utilisé a été lessivé 60 heures, irradié par une source gamma 140 Gy puis préchauffé 8 heures à 160°C avaient une IRSL nulle après un mois. Elles ont été réirradiées 1510 Gy. Une stimulation de courte durée (*short shine*) est alors effectuée afin d'être utilisée pour la normalisation. Une dose supplémentaire gamma de 1435 Gy est ajoutée à la moitié des aliquotes. Des préchauffes allant de 60 minutes à 620 minutes à 160°C sont alors appliquées à 4 des 16 coupelles.

Il semble y a avoir une stabilisation à partir de 500-600 minutes de préchauffe soit 8-10 heures à 160°C. Quatre autres coupelles sont préchauffées 220°C 10 minutes, quatre 220°C 5 minutes et quatre 190°C 10 minutes. Ces trois dernières préchauffes s'intègrent très bien dans le plateau à 160°C.

Saturation

Pour avoir une allure de la saturation de l'olivine, des grains ont été lessivés, montés en coupelles de 20 mg (n=30). Des irradiations croissantes allant de 21 à 1774 Gy gamma ont été administrées (2 coupelles par temps). Elles ont ensuite été préchauffées 8 heures à 160°C puis stimulées 100 secondes par IRSL. Ces mêmes coupelles sont stimulées

thermiquement avec un taux de chauffe de 2°C par seconde. Ensuite une dose de 120 Gy est administrée à toutes les aliquotes afin d'appliquer une normalisation après dose. Les courbes de croissance normalisées sont représentées dans la figure A3-6. Elles montrent toutes deux une croissance exponentielle du signal de luminescence en fonction de la dose d'irradiation. Cependant une saturation apparaît vers 500-600 Gy. Pour les temps d'irradiation les moins élevés, il y a une relation sublinéaire entre l'IRSL et la TL du pic 310°C (figure A3-7).

Fading

Des disques recouverts d'une monocouche d'olivine ont été irradiés avec la source gamma 1369 Gy. Une stimulation IRSL de 10 secondes permet de mesurer la luminescence résiduelle de ces disques qui ont subi des traitements différents (non préchauffés/ préchauffés 220 °C 10 minutes/ placés 40 minutes sous la lampe rouge qui permet de travailler en laboratoire dans l'obscurité) et ce, à différents délais après l'irradiation. La figure A3-8 représente ce test de *fading*. Apparemment, le signal se stabilise après 30 jours.

Essai de détermination d'une dose artificielle donnée en la considérant comme une inconnue (dose recovery)

Des grains d'olivine sont montés en 41 monocouches puis stimulés 427 Gy gamma. Deux ans et demi après, cette dose est considérée comme inconnue. Une courte stimulation IRSL de 1 seconde est effectuée pour des fins de normalisation. Huit aliquotes sont gardées ainsi, ce que l'on considère « naturelles ». Des doses croissantes gamma allant jusqu'à 1200 Gy

sont appliquées aux aliquotes restantes (4 ou 5 suivant le cas). La courbe de croissance normalisée obtenue ne montre pas une croissance marquée (Figure A3-9). Il est difficile de faire passer une courbe par cet ensemble de points. La dose à retrouver est-elle trop élevée (427 Gy)?

Emission de l'olivine en réponse à différentes stimulations

Quatorze coupelles de 15 mg d'olivine sont irradiées 291 Gy puis préchauffées 6 h 30 min à 160°C. Avec un délai de 4 jours, les coupelles sont stimulées 10 secondes en IRSL en récupérant le signal dans le bleu (Filtres BG 39-Corning 7.59) puis dans le vert (Filtres BG 39-VG-10) puis dans les UV (Filtres BG 39-U-340). A la suite, une stimulation GSL est appliquée en récupérant dans les UV (Filtres BG 39-U-340). Les histogrammes de la figure A3-10 montrent que la stimulation la plus adéquate donnant lieu à une meilleure distribution et à une meilleure intensité d'émission est la stimulation IRSL avec une récupération du signal émis dans le bleu. Pour les trois autres cas, en tenant compte d'environ 3 % d'érosion dû aux lectures successives, l'intensité d'émission est considérée identique. Elle est d'ailleurs très faible

Au stade de cette recherche, il est difficile d'établir avec précision les propriétés de luminescence de l'olivine étant donné qu'il reste plusieurs données à éclaircir. Il semble y avoir une sensibilité variable de ce minéral qui répond difficilement à des petites doses. Le test de *fading* n'est pas assez précis dans les premiers temps pour affirmer que les manques de reproductibilité ne sont pas dûs exclusivement au *fading*. Il serait intéressant avec les

optiques récentes sur le fading, sur les changements de sensibilité, d'essayer des mesures de SAR sur cette olivine. Si la luminescence optique de l'olivine s'avérait plus utilisable il serait intéressant de l'appliquer à des coulées de laves superficielles récentes terrestres ou océaniques, donc au volcanisme aussi bien qu'aux sédiments.

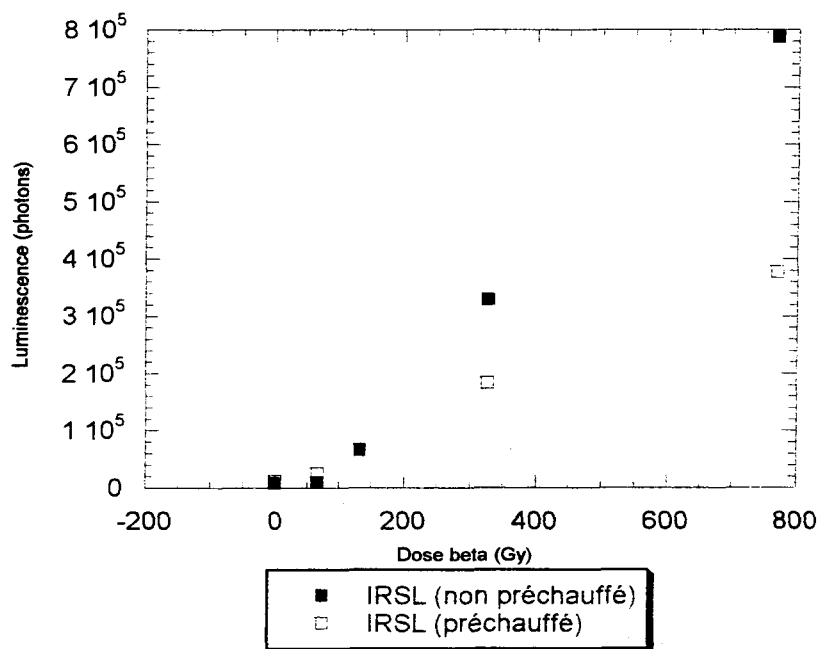
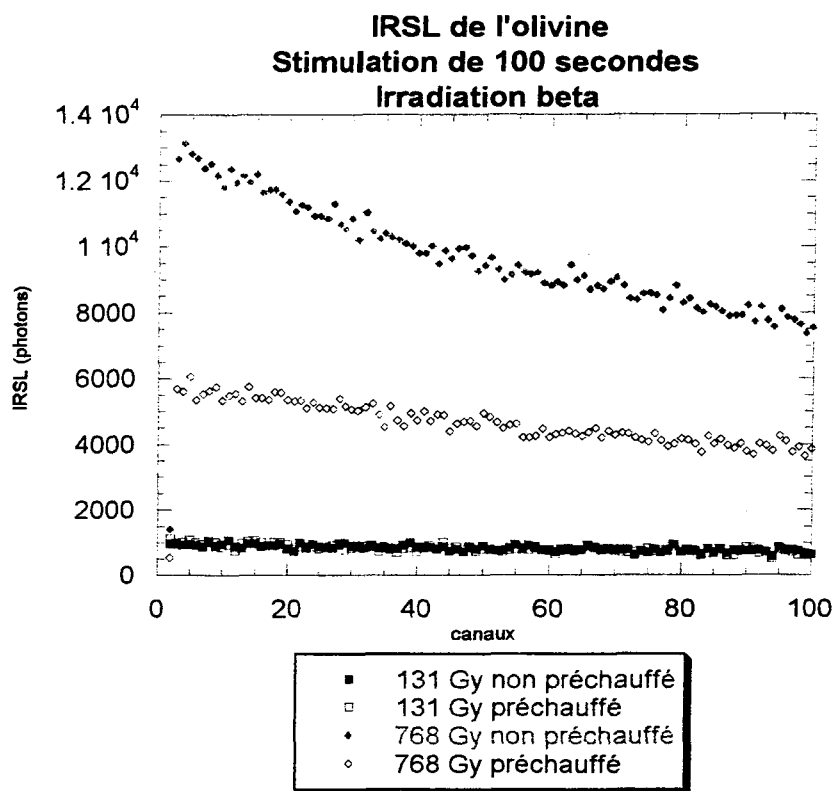


Figure A3-1

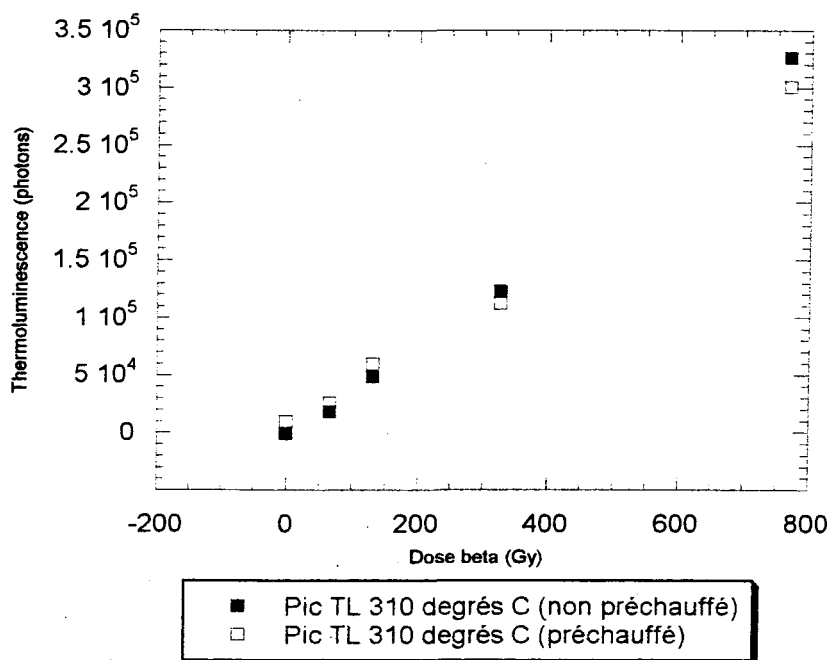
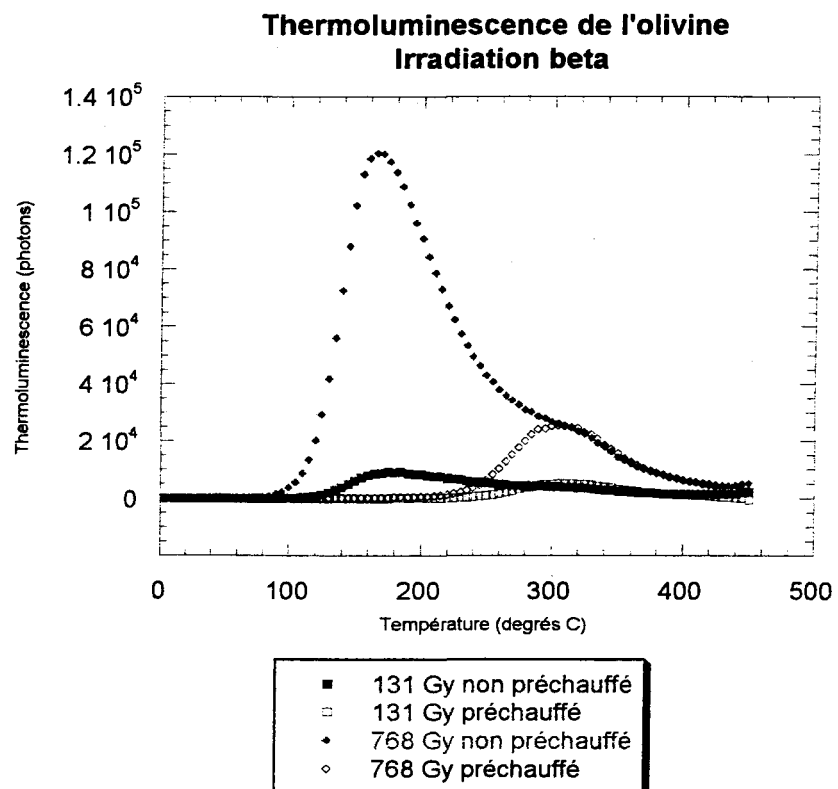
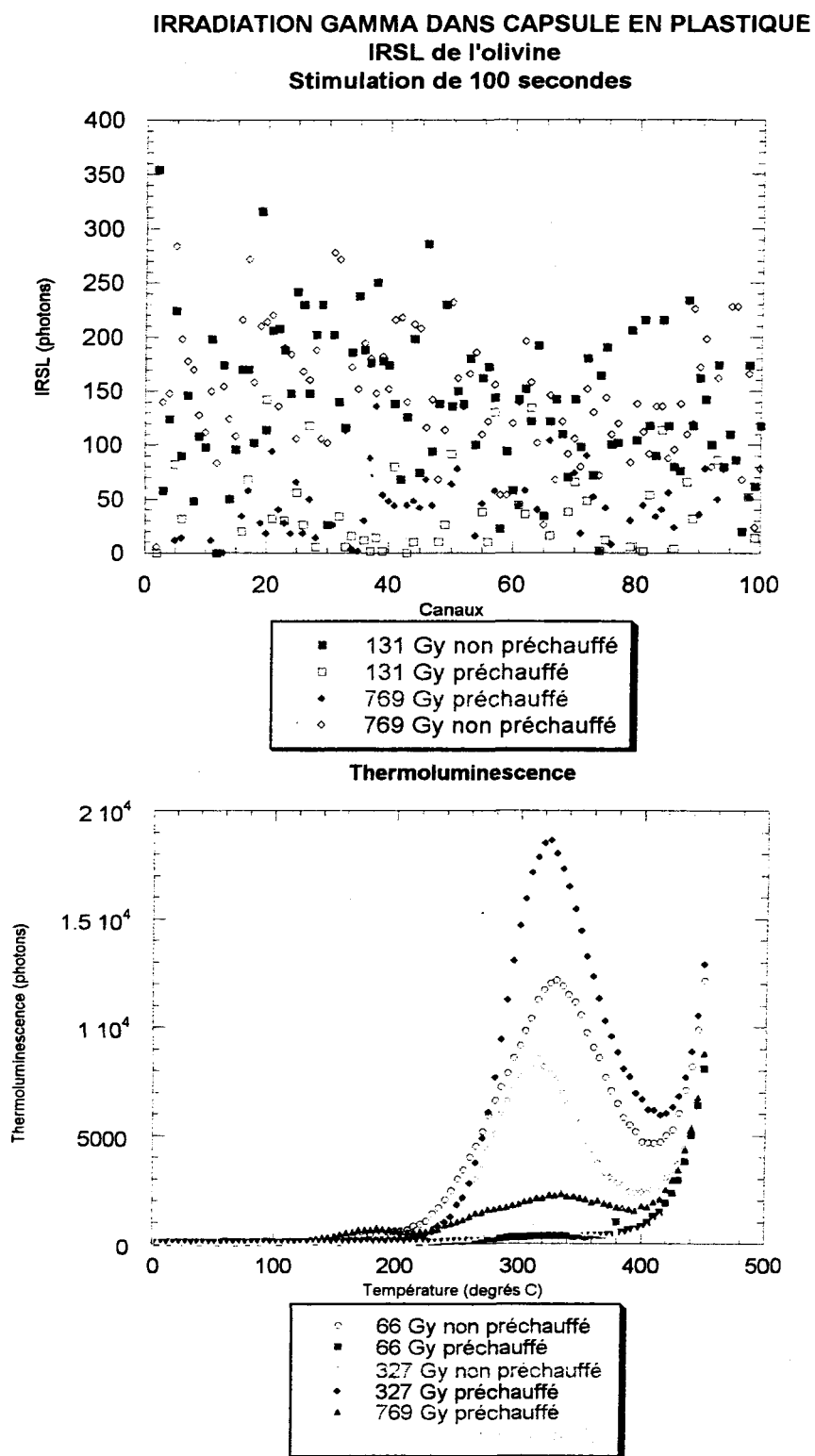


Figure A3-2



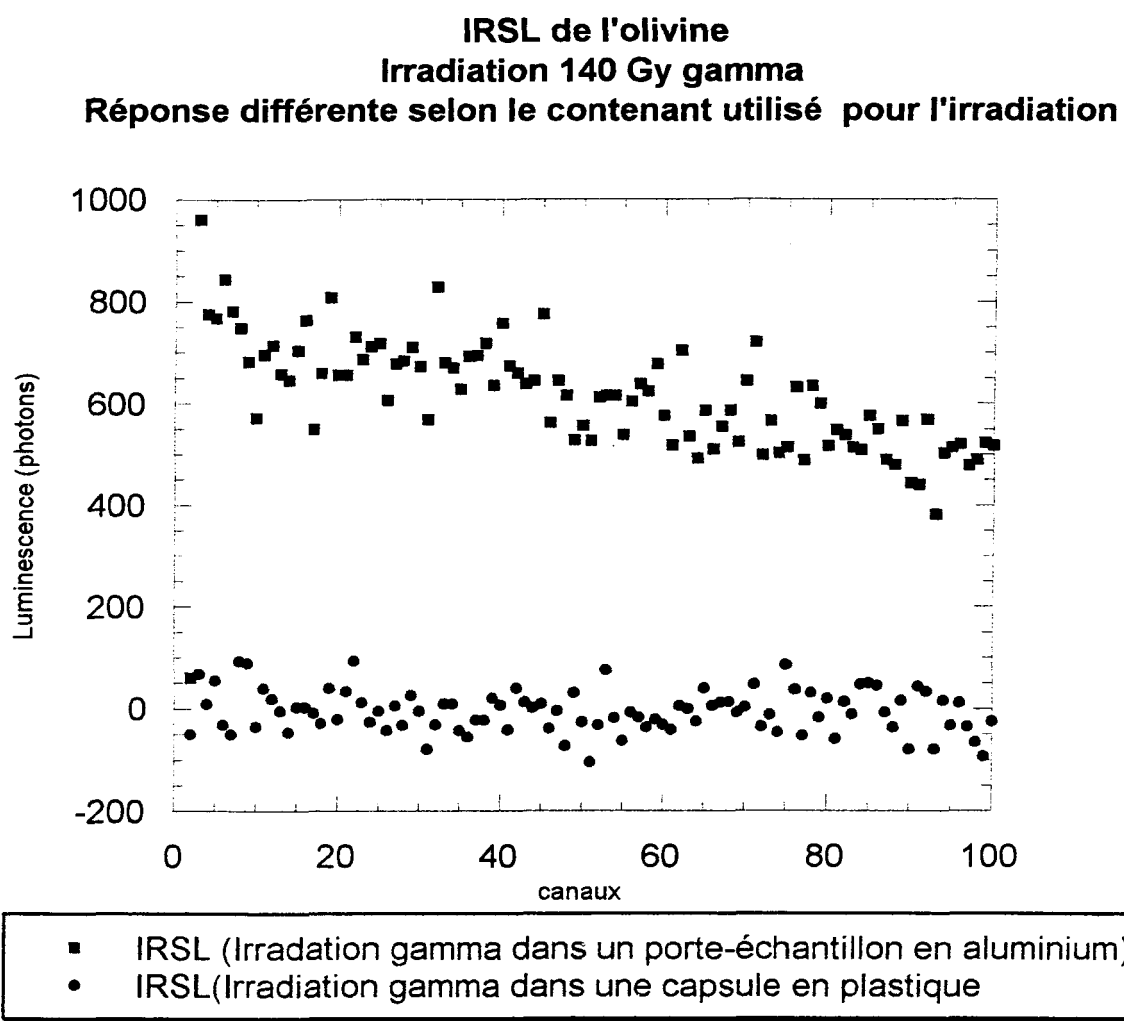


Figure A3-4

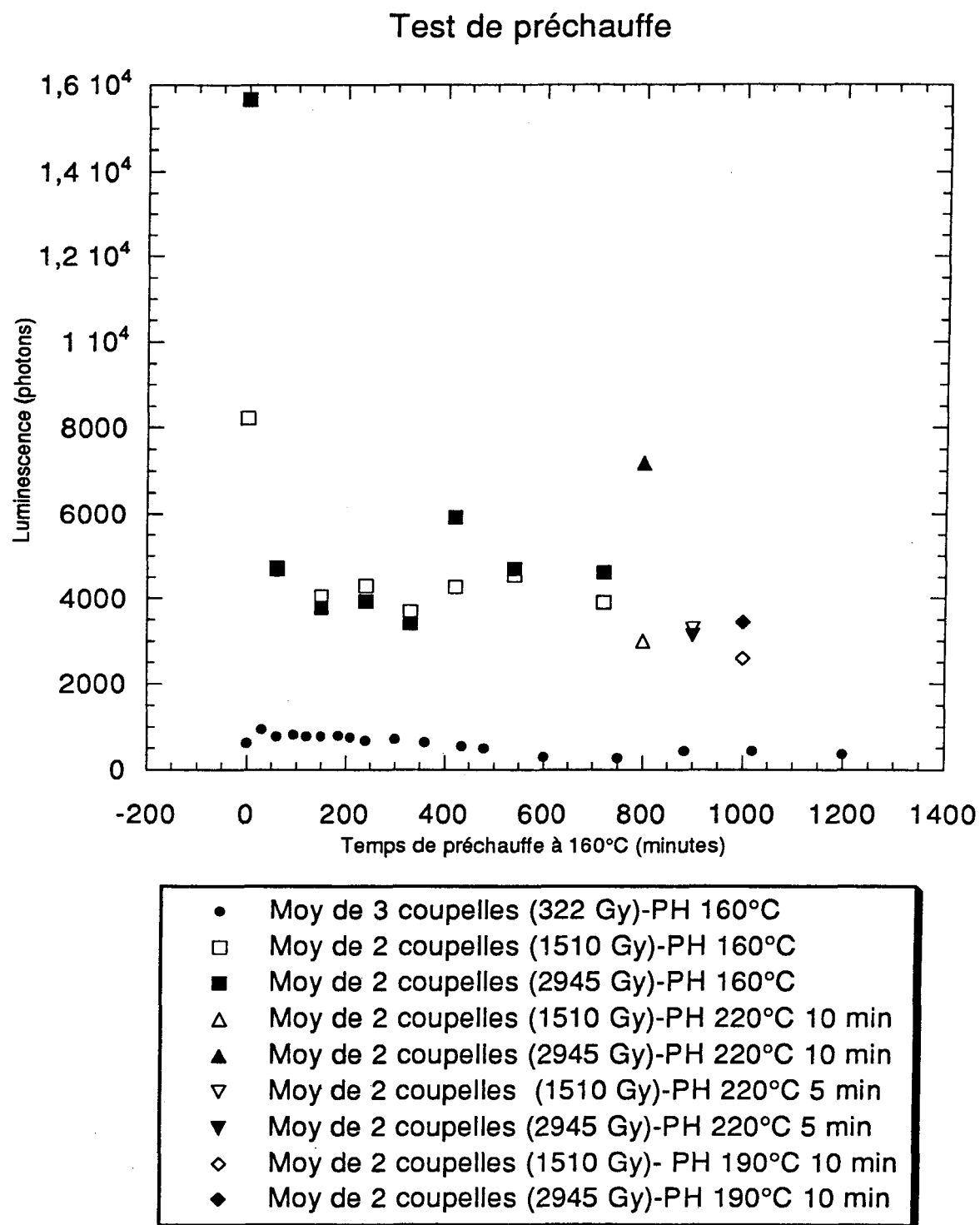
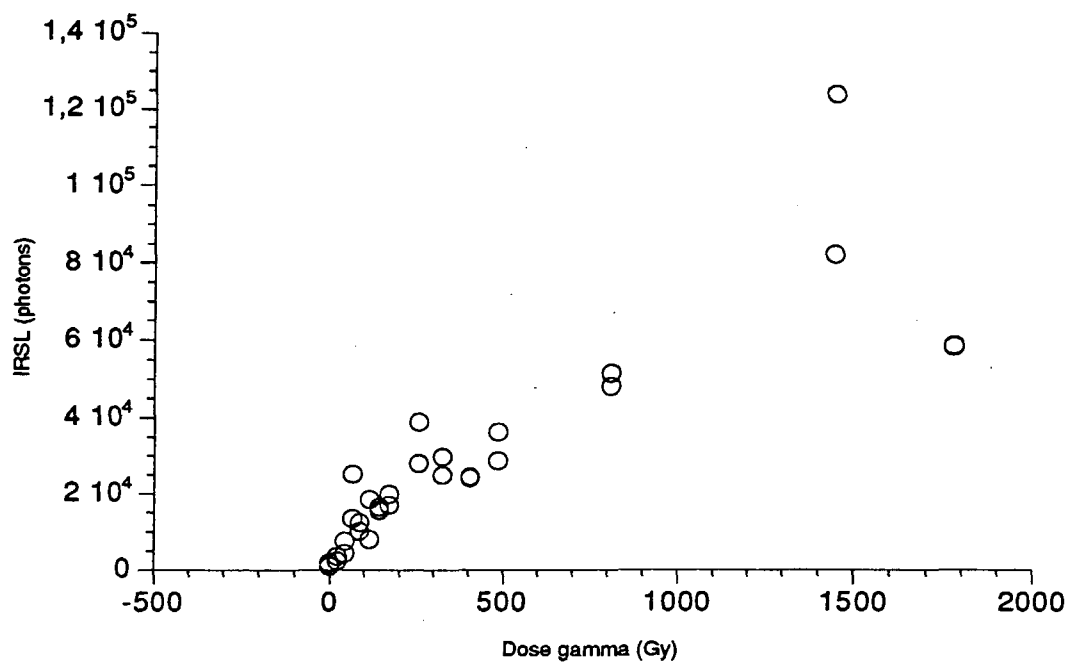


Figure A3-5

STIMULATION IRSL DE 100 SEC
normalisation après dose



THERMOLUMINESCENCE
normalisation après dose

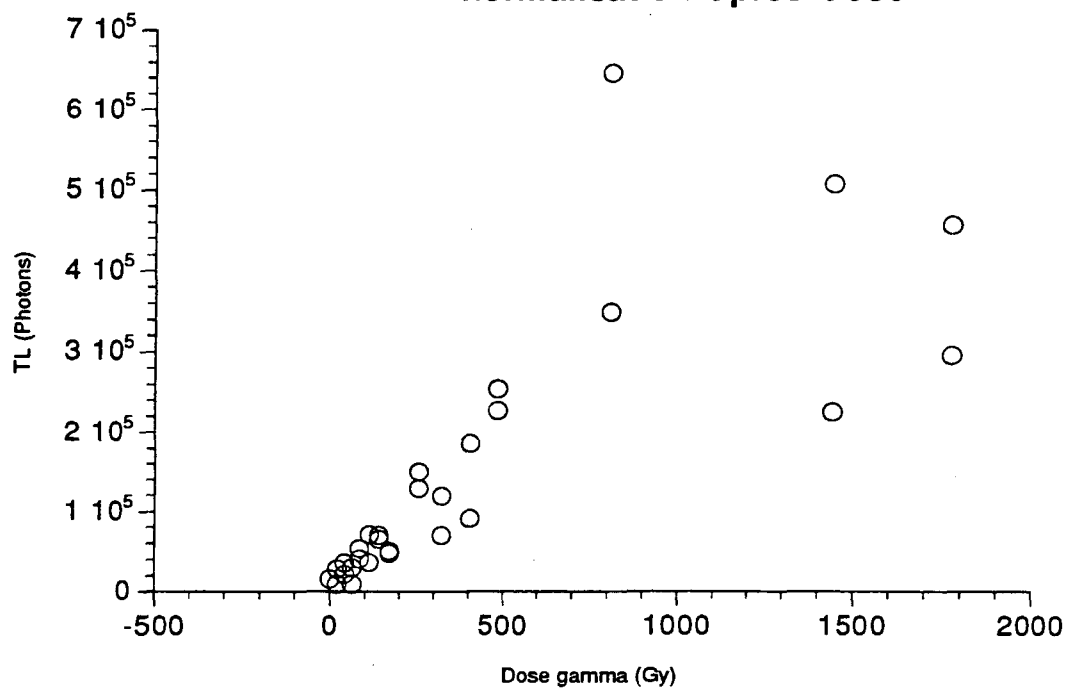
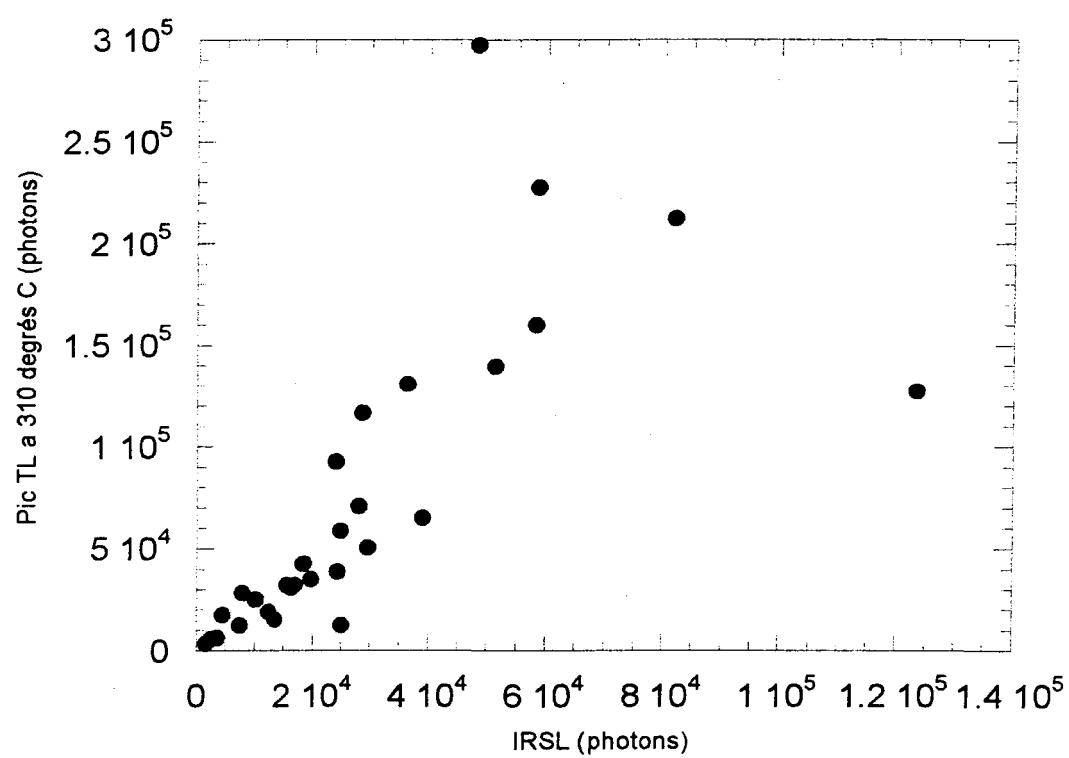
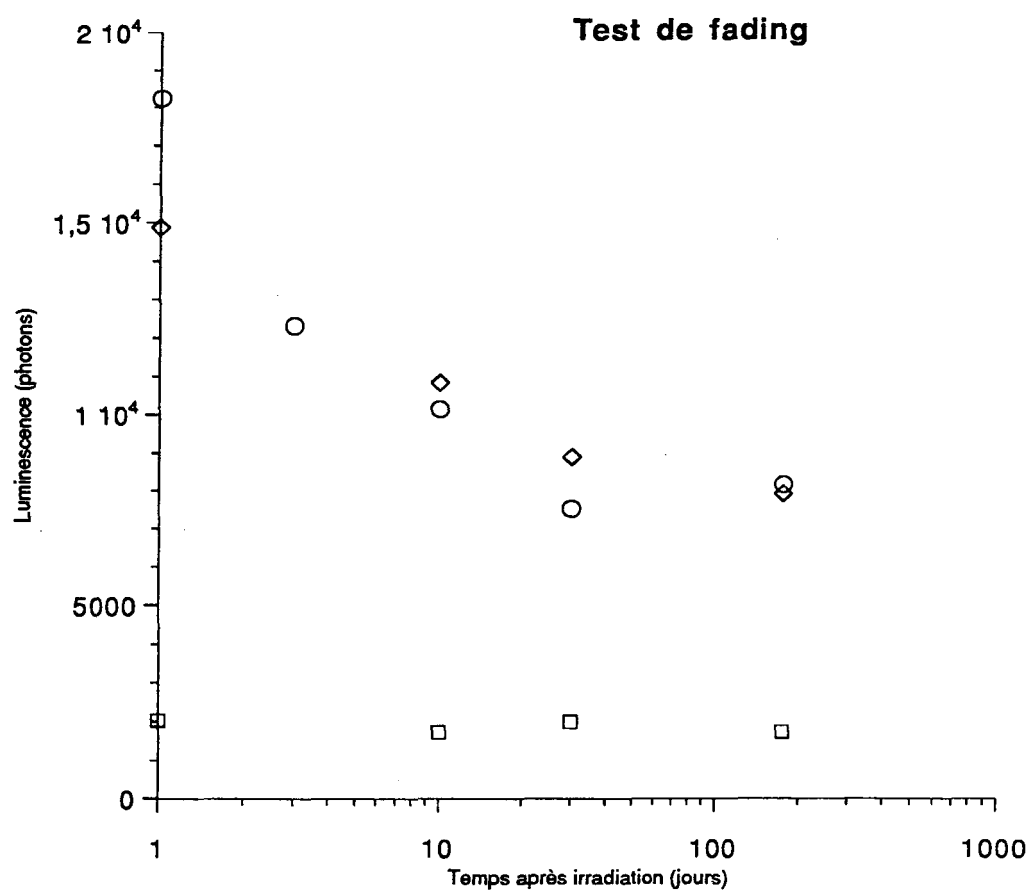


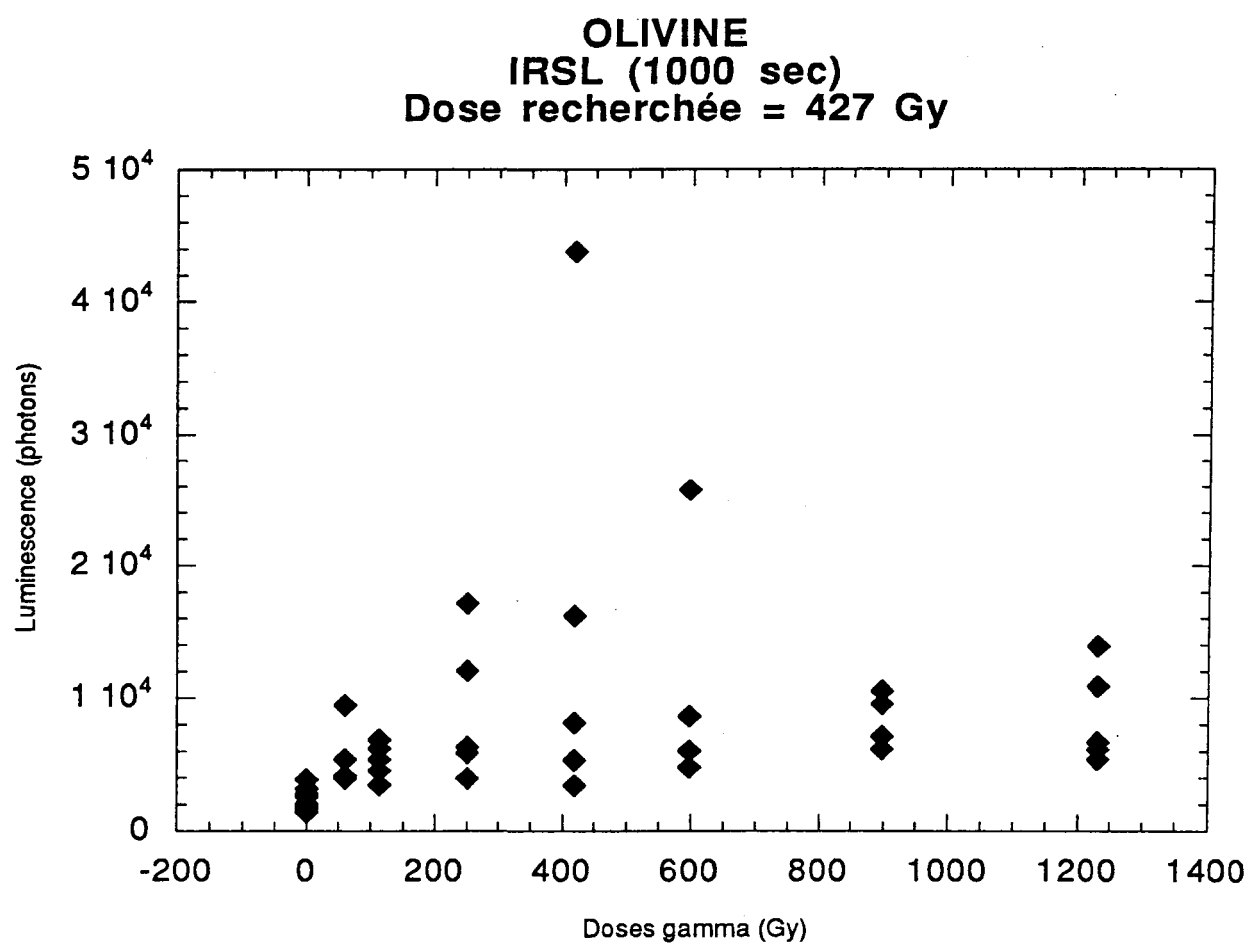
Figure A3-6

**Figure A3-7**



- Moyenne de 3 disques simplement irradiés
- ◇ Moyenne de 2 disques irradiés puis placés 40 min sous une lampe rouge de laboratoire
- Moyenne de 2 disques irradiés et préchauffés 220°C 10 min

Figure A3-8

**Figure A3-9**

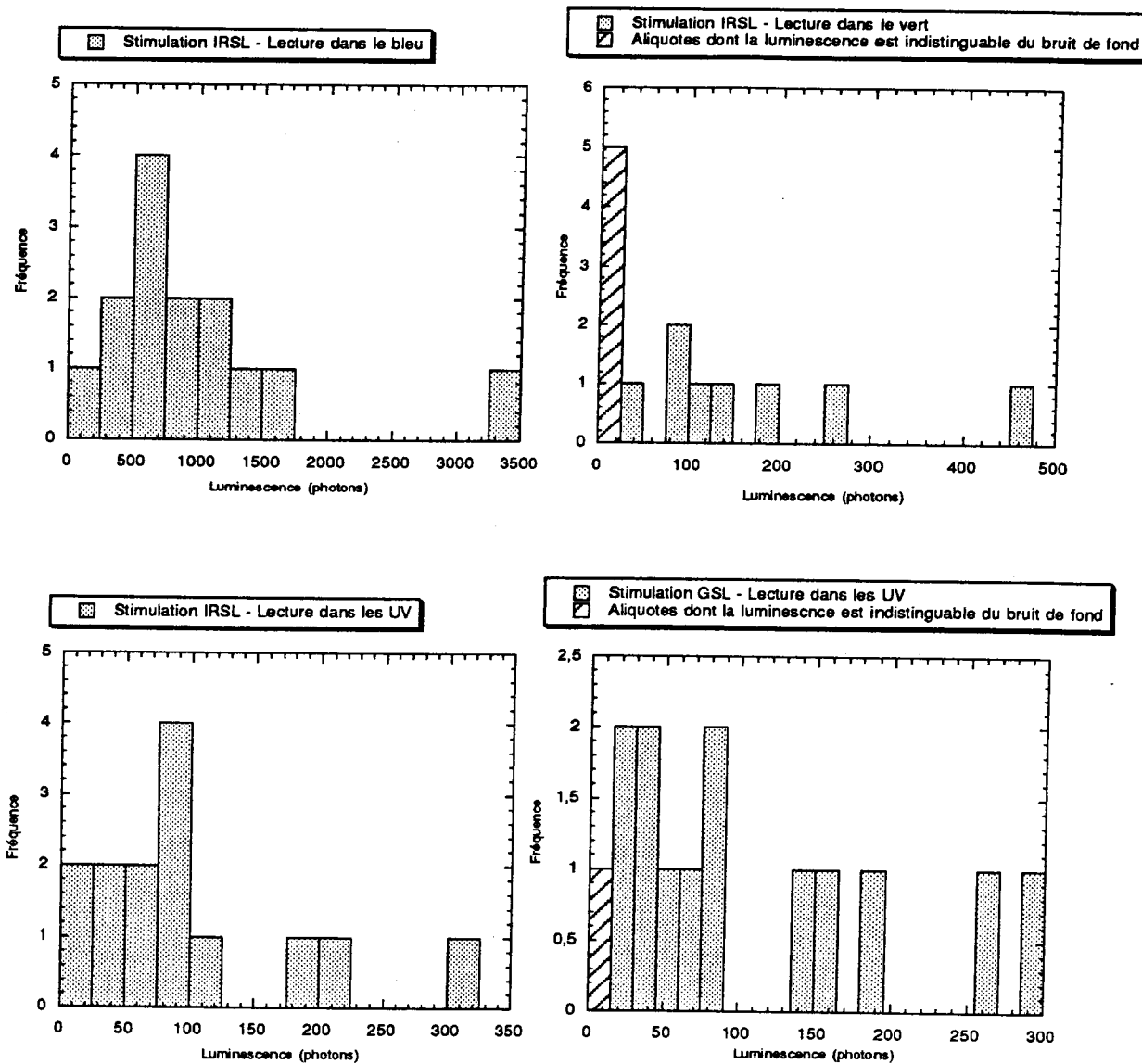


Figure A3-10

ANNEXE 4

PHOTOGRAPHIES DE TERRAIN

Photo 1: Cordon dunaire actuel plongeant dans la Sebkha Tah (Versant nord).....	230
Photo 2: Sebkha Tah avec en premier plan la coupe étudiée.....	230
Photo 3: Coupe de La Rosa Negra.....	231
Photo 4: Coupe Mala.....	231
Photo 5: Paléosol rougeâtre riche en coquilles de gastéropodes, intercallé dans des dépôts éoliens à stratifications entrecroisées (e.g. Coupe Mala).....	232
Photo 6: Détail d'un niveau riche en nids d'hyménoptères	232



Photo 1



Photo 2



Photo 3

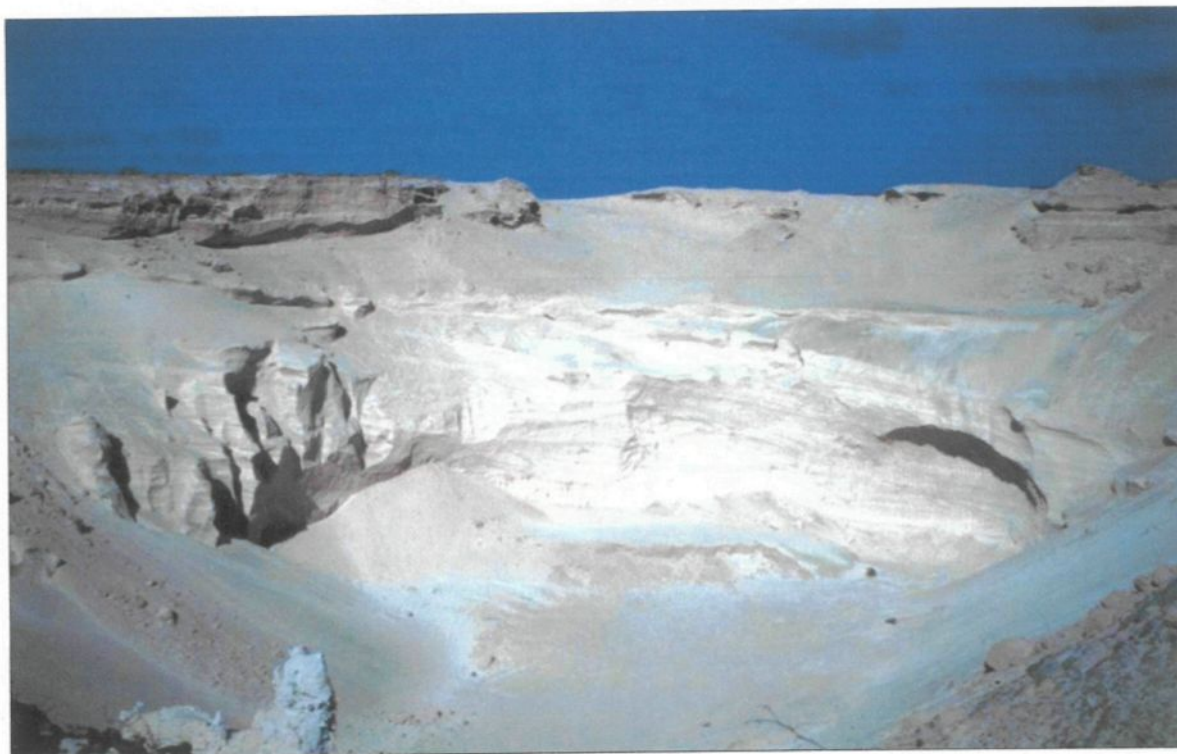


Photo 4

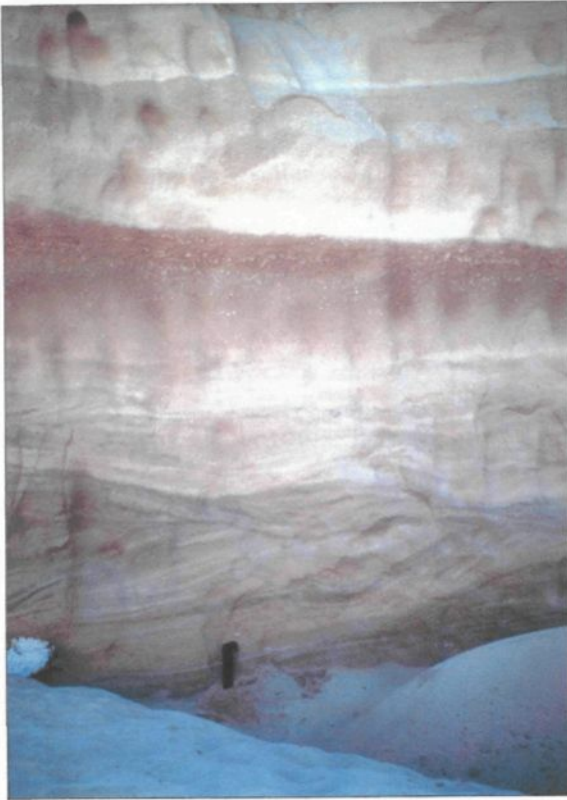


Photo 5



Photo 6